

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO  
EM CIÊNCIAS E TÉCNICAS NUCLEARES

**MONTAGEM DE POSICIONADOR DE VARREDURA BIDIMENSIONAL  
AUTOMATIZADA ACOPLADO A ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA  
DE RAIOS X.**

LEONARDO SANTIAGO MELGAÇO SILVA

**ORIENTADOR:**

TARCÍSIO PASSOS RIBEIRO CAMPOS

BELO HORIZONTE  
2011

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO  
EM CIÊNCIAS E TÉCNICAS NUCLEARES

**MONTAGEM DE POSICIONADOR DE VARREDURA BIDIMENSIONAL  
AUTOMATIZADA ACOPLADO A ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA  
DE RAIOS X.**

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-graduação em Ciências e Técnicas Nucleares da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre.

**Área de concentração:** Ciências das Radiações

LEONARDO SANTIAGO MELGAÇO SILVA

**ORIENTADOR:**

TARCÍSIO PASSOS RIBEIRO CAMPOS

BELO HORIZONTE  
2011

*Não há nada mais gratificante que usar o tempo disponível, mesmo que seja tão escasso na atualidade, em conjunto com a ciência na busca do conhecimento e da otimização dos processos.*

**(Leonardo Santiago Melgaço Silva)**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a todos aqueles que, de algum modo, e em circunstâncias diversas, contribuíram para o desenvolvimento deste projeto, em particular ao Prof. Dr. Tarcísio Passos Ribeiro Campos e aos colegas de laboratório.

Aos meus pais, que me ensinaram a viver valorizando os estudos e o trabalho, com responsabilidade e respeito.

Não poderia deixar também de agradecer aos meus amigos, sendo que seria injusto citar alguns nomes apenas, e extensivo enumerar todos aqueles que direta ou indiretamente me apoiaram e acreditaram no meu trabalho. Dessa forma, deixo registrado o meu mais sincero agradecimento.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO POR COMPRIMENTO DE ONDA.	21
FIGURA 2 REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE ENERGIA	21
FIGURA 3 GEOMETRIA DE EXCITAÇÃO/DETECÇÃO DA EDXRF COM LINHAS CONTÍNUAS PRETAS REPRESENTANDO OS RAIOS X INCIDENTES E ESPALHADOS, E AS TRACEJADAS COLORIDAS OS RAIOS X CARACTERÍSTICOS.	22
FIGURA 4 GEOMETRIA DE EXCITAÇÃO/DETECÇÃO DA TXRF COM LINHAS CONTÍNUAS PRETAS REPRESENTANDO OS RAIOS X INCIDENTES E ESPALHADOS, E AS TRACEJADAS COLORIDAS OS RAIOS X CARACTERÍSTICOS.	23
FIGURA 5 INTERAÇÃO DE FÓTONS DE RAIOS X COM UM ELÉTRON DO NÍVEL K.	24
FIGURA 6 LIBERAÇÃO DE RAIOS X CARACTERÍSTICOS.	24
FIGURA 7 ANÁLISE NÃO DESTRUTIVA COM FRX SOBRE O “PUGILISTA”, ESTÁTUA DE BRONZE DO PERÍODO HELENÍSTICO EXPOSTA NO MUSEU NACIONAL DE ROMA.	26
FIGURA 8 RELAÇÃO DA PINAGEM DO PIC 16F877A DE 40 PINOS.	30
FIGURA 9 A) CARACTERÍSTICAS FUNCIONAL DO ENCODER ABSOLUTO. B) CARACTERÍSTICAS FUNCIONAL DO ENCODER INCREMENTAL.	31
FIGURA 10 A) ESTRUTURAS DE ALUMÍNIO DE SUPORTE; B) ESTRUTURAS DE ALUMÍNIO PARA A FIXAÇÃO DA BASE DE ACRÍLICO DE APOIO DA AMOSTRA; C) ESTRUTURA DE ALUMÍNIO FIXADA NOS TRILHOS DESLIZANTES; D) APOIO DE MADEIRA COM PÉS ANTIDERRAPANTES.	35
FIGURA 11 BASE DE APOIO DA AMOSTRA CONSTITUÍDO DE ACRÍLICO 3 MM DE ESPESSURA.	36
FIGURA 12 TRILHOS DESLIZANTES UTILIZADOS PARA A MOVIMENTAÇÃO NOS EIXOS X E Y.	36
FIGURA 13 MEDIDAS SELECIONADAS PARA O POSICIONAMENTO DA FONTE RADIOATIVA E DO DETECTOR DE Si CONFORME INDICAÇÃO DO FABRICANTE AMPTEK.	37
FIGURA 14 DETALHES DO MODULO DE FIXAÇÃO DA PARTE REFERENTE À ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DA EMPRESA AMPTEK.	37
FIGURA 15 SUPORTE DE FIXAÇÃO DA BLINDAGEM DA FONTE RADIOATIVA E DO DETECTOR DE Si.	38

FIGURA 16 A) VISTA LATERAL DO ROLAMENTO DE APOIO DO EIXO X. B) VISTA SUPERIOR DO ROLAMENTO DE APOIO DO EIXO X. C) ROLAMENTO DO EIXO Y FIXADA NA MESA XY C) VISTA DE FRENTE DO ROLAMENTO DE APOIO DO EIXO Y.	39
FIGURA 17 CHAPA DE ALUMÍNIO 60 X 70 CM E 2 MM DE ESPESSURA	40
FIGURA 18 SISTEMA DE MOVIMENTAÇÃO POR CORREIAS E POLIAS.	40
FIGURA 19 SISTEMA DE POLIAS DO SISTEMA DE MOVIMENTAÇÃO. A) POLIA DO MOTOR COM EXTENSOR PARA FIXAÇÃO DO ENCODER.	41
FIGURA 20 FAIXAS SINALIZADORAS DE ADVERTÊNCIA COLOCADAS NA LATERAL DO POSICIONADOR DE VARREDURA BIDIMENSIONAL AUTOMATIZADA.	41
FIGURA 21 SENSOR DE FIM DE CURSO DO EIXO DE MOVIMENTAÇÃO X	42
FIGURA 22 SEQÜÊNCIA DE ACIONAMENTO DAS BOBINAS DO MOTOR DE PASSO UNIPOLAR PARA ACIONAMENTO NAS CONFIGURAÇÕES A) MEIO PASSO E B) PASSO COMPLETO.	44
FIGURA 23 MOTOR DE PASSO UNIPOLAR UTILIZADO NO PROJETO.	44
FIGURA 24 VISTA FRONTAL DO ENCODER HEDM-5500	45
FIGURA 25 SINAL ENVIADO PELO ENCODER A CADA PASSO DO MOTOR DE PASSO NA CONFIGURAÇÃO MEIO PASSO.	46
FIGURA 26 DIAGRAMA EM BLOCO DO POSICIONADOR DE VARREDURA BIDIMENSIONAL AUTOMATIZADA.	47
FIGURA 27 TRANSISTOR TIP 120 UTILIZADO NO CIRCUITO DE POTÊNCIA.	48
FIGURA 28 ESQUEMA ELÉTRICO DO CIRCUITO DE CONTROLE.	49
FIGURA 29 ESQUEMA ELÉTRICO DO CIRCUITO DOS SENSORES DE INÍCIO E FIM DE CURSO.	50
FIGURA 30 DESENHO ESQUEMÁTICO DO CIRCUITO INTEGRADO MAX232 USADO NA COMUNICAÇÃO SERIAL.	51
FIGURA 31 ESQUEMA ELÉTRICO DO CIRCUITO DE CONTROLE E DO CIRCUITO DE POTÊNCIA.	51
FIGURA 32 CONECTOR COMPIM USADO NA SIMULAÇÃO COM O SOFTWARE PROTHEUS.	53
FIGURA 33 SOFTWARE DE INTERFACE DO USUÁRIO PARA CONTROLE DO POSICIONADOR DE VARREDURA BIDIMENSIONAL AUTOMÁTICA.	54
FIGURA 34 REPRESENTAÇÃO GRÁFICA DA VARREDURA REALIZADA PELA MESA XY.	55
FIGURA 35 MECANISMO ADAPTADO PARA MEDIÇÃO DE RESOLUÇÃO DA VARREDURA XY DA MESA.	56

FIGURA 36 DIAGRAMA EM BLOCO DO SISTEMA DE ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X.	59
FIGURA 37 TELA PRINCIPAL DO PROGRAMA ADMCA.	61
FIGURA 38 CONEXÕES ELÉTRICAS DO SISTEMA DA EMPRESA AMPTEK.	61
FIGURA 39 INDICAÇÃO DO BOTÃO ON/OFF DO PROCESSADOR DIGITAL DE PULSO (PX4).	62
FIGURA 40 JANELA DE ESCOLHA DO DISPOSITIVO PROCESSADOR DIGITAL DE PULSO (PX4).	62
FIGURA 41 STATUS DA CONEXÃO DO PX4 AO SOFTWARE ADMCA	63
FIGURA 42 JANELA DE CONFIGURAÇÃO DOS DISPOSITIVOS INTERLIGADOS AO SOFTWARE ADMCA (PX4 E DETECTOR XR-C100 DE SI).	64
FIGURA 43 JANELA DE CALIBRAÇÃO DO EIXO HORIZONTAL DO PROGRAMA ADMCA	66
FIGURA 44 ESPECTRO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DAS AMOSTRAS PADRÃO CU E FE.	67
FIGURA 45 ESPECTRO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DAS AMOSTRAS PADRÃO CU E FE COM OS PICOS DE ENERGIA KA1 DO CU E DO FE SELECIONADOS.	67
FIGURA 46 ESPECTRO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DAS AMOSTRAS PADRÃO CU E FE COM OS PICOS DE ENERGIA KA1 DO CU E DO FE SELECIONADOS E COM A JANELA DE CALIBRAÇÃO POSICIONADA A DIREITA, DE FORMA A NÃO OBSTRUIR A VISUALIZAÇÃO DOS PICOS DE INTERESSE.	68
FIGURA 47 JANELA DE AUTO CALIBRAÇÃO COM O VALOR DE ENERGIA DO PRIMEIRO PICO PREENCHIDO.	69
FIGURA 48 JANELA DE AUTO CALIBRAÇÃO COM O VALOR DE ENERGIA DO SEGUNDO PICO PREENCHIDO.	69
FIGURA 49 TELA DO PROGRAMA ADMCA COM O EIXO HORIZONTAL CALIBRADO PARA ENERGIA EM KEV.	70
FIGURA 50 CALIBRAÇÃO REALIZADA COM OS ELEMENTOS QUÍMICOS COBRE E IODO.	71
FIGURA 51 MONTAGEM PARA A REALIZAÇÃO DAS ANÁLISES DAS AMOSTRAS.	71
FIGURA 52 ESPECTRO ADQUIRIDO SEM AMOSTRA PARA CAPTAR A LEITURA DE FUNDO (BACKGROUND).	72
FIGURA 53 AMOSTRAS USADAS NA AQUISIÇÃO. A) NITRATO DE BISMUTO $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$ B) SULFATO FERROSO $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ C) SULFATO DE COBRE $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	72

FIGURA 54 VARREDURA DAS AMOSTRAS: A) SUFATO DE COBRE $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , B) NITRATO DE BISMUTO $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$	73
FIGURA 55 ESPECTRO DA ANÁLISE DO SUFATO DE COBRE $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	74
FIGURA 56 RESULTADO DA ANÁLISE BASEADO NA BIBLIOTECA KA1 DO SOFTWARE ADMCA.	74
FIGURA 57 ESPECTRO DA ANÁLISE DO SUFATO DE COBRE $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ MAIS NITRATO DE BISMUTO $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$	75
FIGURA 58 RESULTADO DA ANÁLISE BASEADO NA BIBLIOTECA LA1 DO SOFTWARE ADMCA.	76



## **LISTA DE TABELAS**

TABELA 1 PRECISÃO ESPACIAL NO MODO MEIO PASSO E 1 MM COMO MEDIDA DE REFERÊNCIA.....	57
TABELA 2 PRECISÃO ESPACIAL NO MODO MEIO PASSO E 2 MM COMO MEDIDA DE REFERÊNCIA.....	57
TABELA 3 PRECISÃO ESPACIAL NO MODO MEIO PASSO E 5 MM COMO MEDIDA DE REFERÊNCIA.....	57
TABELA 4 PRECISÃO ESPACIAL NO MODO PASSO COMPLETO E 2 MM COMO MEDIDA DE REFERÊNCIA.....	58
TABELA 5 PRECISÃO ESPACIAL NO MODO PASSO COMPLETO E 4 MM COMO MEDIDA DE REFERÊNCIA.....	58
TABELA 6 PRECISÃO ESPACIAL NO MODO PASSO COMPLETO E 10 MM COMO MEDIDA DE REFERÊNCIA.....	58

## **LISTA DE QUADROS**

QUADRO 1 ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DO POSICIONADOR BIDIMENSIONAL .....	34
QUADRO 2 ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DOS MOTORES DE PASSO USADO NO PROJETO.....	43
QUADRO 3 ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DOS ENCODERS UTILIZADOS NO PROJETO.	45

## LISTA DE ABREVIATURAS

CD *Compact disc*

CI Circuito Integrado

CNEN Comissão Nacional de Energia Nuclear

CRT *Cathodic Ray Tube*

DC *Direct Current*

DEN Departamento de Engenharia Nuclear

Eagle *Easily Applicable Graphical Layout Editor*.

EDXRF *Energy Dispersive X Ray Fluorescence*

EEPROM *Electrically Erasable Programmable Read Only Memory*

EIA *Electronics Industry Association*

FWHM *Full Width at Half Maximum*

LED Diodo emissor de luz

MCA *MultiChannel Analyser*

NRI Núcleo de Radiações Ionizantes

PCTN Programa de Pós-Graduação em Ciências e Técnicas Nucleares

PDF *Portable Document Format*

DIP *Plastic Dual In-line*

PIC *Programmable Interface Controller*

PPM Partes por milhão

RISC *Reduced Instruction Set Computer*

ROI *Region Of Interest*

TXRF Fluorescência de raios X por reflexão total

UFMG Universidade Federal de Minas Gerais

USART *Universal Synchronous Asynchronous Receiver Transmitter*

USB *Universal serial bus*

WDXRF *Wavelength Dispersive X Ray Fluorescence*

XRF *X Ray Fluorescence*

## RESUMO

Este presente trabalho descreve o projeto e a montagem do protótipo de um posicionador de varredura bidimensional automatizada acoplado à espectrometria de fluorescência de raios X.

O trabalho tem como objetivo alcançar um equipamento portátil de fácil manuseio e de ampla utilidade na análise de amostras por fluorescência de raios X área da perícia e da pesquisa.

A varredura do posicionador bidimensional ocorre por meio de dois motores de passo controlados por um microcontrolador PIC 16F877A, encoder e sensores ópticos. O usuário interage com a mesa XY através de um programa de interface para o sistema operacional Windows, que comunica com o microcontrolador através da porta serial. O sistema de espectrometria de fluorescência incorporado ao posicionador consistiu de um sistema disponibilizado comercialmente pela empresa AMPTEK, onde a fonte primária de excitação da amostra foi uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  de 59,5 KeV.

Testes de resolução e precisão foram realizados no processo de varredura XY e a reprodutibilidade da mesma junto ao kit de espectrometria de fluorescência de raios X. Testes de espectrometria por fluorescência de raios X qualitativa em amostras padrões foram realizados para comprovar a aplicabilidade e versatilidade do projeto.

Conclui-se que o protótipo ilustra de forma adequada um possível equipamento portátil para espectrometria de raios X de amostras bidimensionais.

**Palavras-chave:** Espectrometria de Fluorescência de Raios X, Posicionador XY, Controle e automação.

## ABSTRACT

This present work describes the design and assembling of a prototype automated positioner two-dimensional scanning coupled to X-ray fluorescence spectrometry.

The work aims to achieve a portable and easy to use, device of broad utility in the analysis of samples by X-ray fluorescence area of expertise and research.

The two-dimensional scanning of the positioner is by means of two stepper motors controlled by a microcontroller PIC 16F877A, encoder and optical sensors. The user interacts with the XY table through an interface program for the Windows operating system, which communicates with the microcontroller through the serial port. The system of Fluorescence Spectroscopy incorporated into the positioner consists of a system commercially available system from the company AMPTEK, where the primary source of excitation of the sample was a source of  $^{241}\text{Am}$  of 59.5 KeV emissions.

Resolution and accuracy of tests were performed in the XY scanning process and reproducibility of the same kit with the fluorescence spectrometry X-ray. Qualitative tests by X-ray fluorescence spectrometry in samples were performed to demonstrate the applicability and versatility of the project. It follows that the prototype illustrates a possible adequately to portable device for X-ray spectrometry of two-dimensional.

**Keywords:** Fluorescence Spectrometry X-ray, Table XY, Automation and Control

# SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS.....	X
RESUMO.....	XI
ABSTRACT .....	XII
1.1. APRESENTAÇÃO DO TEMA.....	15
1.2 OBJETIVOS .....	16
1.2.1 Objetivos específicos.....	16
1.3 MOTIVAÇÃO.....	17
1.4 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO .....	19
2 ESTADO DA ARTE .....	20
2.1 Espectrometria de fluorescência de raios X .....	20
2.1.1 Tipos de detectores de estados sólidos .....	24
2.1.2 Aplicações da fluorescência de raios x com o uso de espectrômetros portáteis.....	25
2.1.3 Fonte de ativação para espectrometria de fluorescência de raios X.....	28
2.1.3.1 Fonte radioativa de amerício <sup>241</sup> Am.....	28
2.2 Características de posicionadores bidimensional.....	28
2.2.1 Motores de passos .....	29
2.2.2 Microcontroladores.....	29
2.2.3 Encoders .....	30
3. METODOLOGIA.....	32
4 RESULTADO E ANALISES.....	34
4.1 Especificação técnica do posicionador bidimensional:.....	34
4.2 Especificação e construção da parte mecânica .....	35
4.2 Especificações dos motores de acionamento e realimentação. ....	42
4.3 Especificação e construção da parte eletrônica .....	46
4.3.1 Circuito de potência.....	47
4.3.2 Circuito de controle, microcontrolador, sensores ópticos e fonte de tensão .....	48
4.3.3 Comunicação serial .....	50
4.4 Softwares utilizados no projeto.....	52
4.4.1PIC C COMPILER .....	52
4.4.2 Software Eagle .....	52

4.4.3 Software Protheus 7.0 profissional.....	52
4.4.4 Software Visual Basic 2008.....	53
4.6 Sistema de varredura XY .....	54
4.7 Resolução e precisão do sistema mecânico .....	55
4.8 Sistema de espectrometria de fluorescência de raios X da AMPTEK.....	59
4.8.4 Software ADMCA .....	60
4.8.4.2 Configuração inicial do software ADMCA:.....	61
4.8.4.3 Mudando o Ganho.....	64
4.8.4.4 Calibração (alteração da escala energia) .....	65
4.9 Análise de amostras.....	71
4.10 DISCUSSÕES.....	77
5. CONCLUSÃO.....	79
6. APERFEIÇOAMENTOS FUTUROS.....	80
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	81
8. BIBLIOGRAFIA .....	85
9. Anexos .....	87
Anexo 1 - Os ícones da barra de ferramentas do programa ADMCA .....	87

# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. APRESENTAÇÃO DO TEMA

A Espectrometria de Fluorescência de raios X é um método espectroscópico analítico de emissão utilizado para a determinação qualitativa e quantitativa de elementos químicos presentes em diferentes tipos de amostras e em uma ampla faixa de concentração, independentemente da forma química em que esses se apresentam.

O princípio da técnica está baseado no fato de que os elementos químicos, quando irradiados com raios X de alta energia, possuem certa probabilidade de emitirem raios X característicos, cujas energias são específicas para cada elemento, podendo, dessa forma, diferenciá-los. Se as condições operacionais são otimizadas, os limites de detecção podem ficar abaixo do nível de nanogramas. Além de ser um método não destrutivo, a técnica apresenta outras vantagens, como em relação ao preparo da amostra, muitas vezes desnecessária, além de permitir a determinação simultânea de muitos elementos químicos (NASCIMENTO FILHO, 1999).

A técnica representada por um equipamento portátil amplia a atuação dos peritos em busca de vestígios que comprovam crimes e autenticidades de objetos na própria cena do crime.

Um equipamento portátil de espectrometria de fluorescência de raios X com varredura bidimensional automatizada tem como campo de atuação as áreas da perícia do meio ambiente, perícia de explosivos, perícia em obras de arte. Sendo que o objetivo da perícia é fornecer um laudo tecnicamente científico em condição para o julgamento e apreciação jurídica do fato estudado (ORNELAS, 1995).

## **1.2 OBJETIVOS**

O presente trabalho tem como objetivo principal projetar e montar um posicionador de varredura bidimensional automatizada para espectrometria de fluorescência de raios X.

### **1.2.1 Objetivos específicos**

A. Desenvolvimento e Montagem do posicionador de varredura bidimensional automatizada para espectrometria de fluorescência de raios x.

B. Validação a partir de medidas com amostras conhecidas (padrões) para testar a funcionalidade de todo o projeto, validando e ampliando ou não a aplicabilidade e a eficiência do sistema.



## 1.3 MOTIVAÇÃO

Este equipamento portátil pode atender a área de perícia criminalística, judiciária e autônoma. Espera-se que ocorra a diminuição dos gastos com transporte de amostras aos laboratórios e evitando a contaminação da prova material neste deslocamento o que é motivo de questionamento pela defesa em júri.

Portanto as medições podem ocorrer em campo proporcionando a diminuição do numero de pessoas envolvidas no transporte de amostras dos aeroportos aos laboratórios, juntamente com suspeitos, que na negativa da comprovação de ser material de uso ilícito gerará de fato uma indenização ao Estado (perda do voo e constrangimentos); o uso em conjunto com o cão farejador em aeroportos para a comprovação de substâncias ilícitas encontradas por eles (contraprova); O uso em peças de roupas de pessoas que alegam ter constrangimento (medo) em revista pessoal pelo cão farejador; O uso por peritos ambientais na execução de laudos que comprovam ou não a presença de metais pesados nas amostras em análise; O uso por peritos em obras de arte para comprovar autenticidade e datação da criação; O uso por técnicos e peritos em análise de amostras na área da mineração e de explosivos.

O uso da tecnologia no processo investigativo brasileiro e adequação destas às exigências atuais deve obrigatoriamente buscar técnicas científicas que combinem exatidão e precisão dos resultados com tempo de análise reduzido. Uma vez que o princípio da oportunidade na apuração dos fatos delituosos está intimamente ligado à eficiência na obtenção de provas técnicas confiáveis, não sendo mais aceitável uma investigação baseadas somente em provas testemunhais, é fundamental o desenvolvimento de estudos, com o auxílio das ferramentas analíticas disponíveis, direcionados às necessidades específicas.

A motivação do trabalho pode ser resumida em proporcionar um maior dinamismo à técnica da espectrometria de fluorescência de Raios X em equipamentos portáteis, no desenvolvimento de tecnologia auxiliar que ajude

os peritos e pesquisadores em análise de amostras em campo, no acoplamento de tecnologias de automação e controle e da área nuclear para fins de auxiliar em trabalhos de outras áreas afins e no aprendizado técnico de utilização do sistema da AMPTEK (espectrômetro de fluorescência de raios X) disponível comercialmente.

A Espectrometria de Fluorescência de Raios-X é de interesse em particular quando na ausência de informação química sobre o material em questão. Considerando a dinâmica da investigação pericial, é necessidade criar de imediato dados confiáveis, gerando informações qualitativas e semiquantitativas, atendendo as perícias.

Justifica-se o projeto de um posicionador de varredura bidimensional automatizada para análise com o uso da espectrometria de fluorescência de Raios X à importância de se obterem informações técnicas conclusivas, principalmente no que diz respeito à composição química dos objetos a serem periciados de um método de análise rápido, eficiente e não destrutivo (preservando a prova material), tanto na área pericial como em áreas afins.

## **1.4 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO**

A dissertação foi organizada em oito capítulos apresentados a seguir.

No Capítulo 2 a revisão bibliográfica serve como diretriz para reflexão e entendimento do assunto. Retratadas análises, definições de trabalhos já realizados e a seleção dos tipos de dispositivos.

O Capítulo 3 aborda o projeto e o desenvolvimento do sistema, apresentando um panorama geral de todo o posicionador de varredura bidimensional automatizada;

O Capítulo 4 aborda os resultados e as discussões, demonstrando os resultados obtidos a partir da elaboração do projeto metodológico e discute alguns pontos importantes observados após o desenvolvimento do projeto.

O Capítulo 5 refere-se à conclusão, abordando-se o que era esperado e o que foi conquistado com o projeto.

O Capítulo 6 apresenta os aperfeiçoamentos futuros com sugestões de melhorias para o sistema, bem como as diretrizes para o término de partes não finalizadas.

## **2 ESTADO DA ARTE**

### **2.1 Espectrometria de fluorescência de raios X**

A espectrometria de fluorescência de raios X é uma técnica de análise espectroscópica, multielementar e instrumental, baseada na medida das intensidades dos raios X característicos emitidos pelos elementos químicos presentes na amostra. Para que ocorra o processo de fluorescência, a amostra deve ser devidamente excitada por raios X emitidos por tubos de raios X, ou raios X ou gama por uma fonte radioativa. Esta técnica vem sendo utilizada como um importante método analítico (NASCIMENTO FILHO, 1993, 1999).

A espectrometria de fluorescência de raios X possibilita uma análise da composição elementar de uma amostra, entretanto não é capaz de informar a composição química ou geoquímica (CALZA, 2007).

A técnica de espectrometria de fluorescência de raios X era realizada, na década de 60, basicamente por espectrômetros por dispersão de comprimento de onda, conforme ilustrado na figura 01. Baseados na lei de Bragg da difração, os quais necessitam de um tubo de raios x de alta potência na excitação, e na detecção, de um movimento sincronizado e preciso entre o cristal difrator e o detector a gás e /ou cintilizador sólido. Assim, a técnica denomina-se espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF) (IAEA, 1970; ZIEGLER, 1971), conforme ilustrado na figura 02.

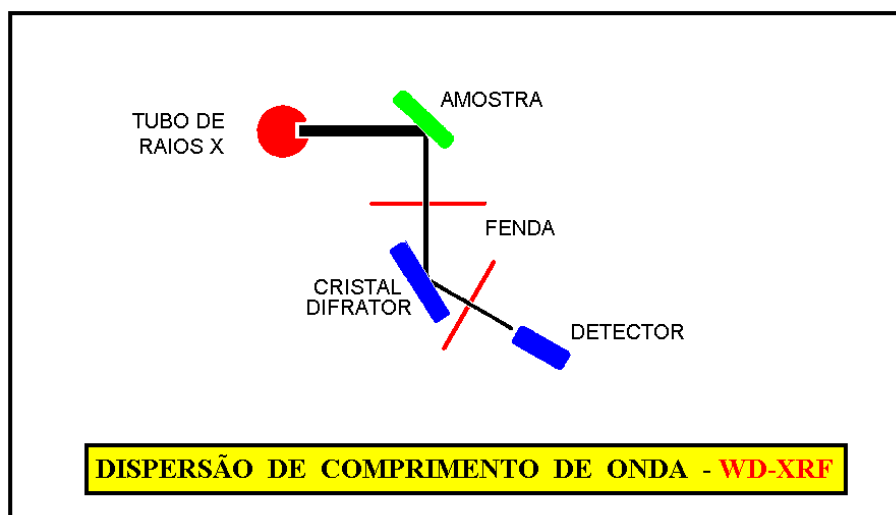


Figura 1 Representação esquemática da fluorescência de raios X por dispersão por comprimento de onda.

Fonte: (Nascimento, 1999)

Com o avanço dos detectores semicondutores de Si(Li) e de germânio( com janela de berílio), capazes de discriminar raios X de energias próximas, na década de 60, foi possível o surgimento da técnica espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão em energia (EDXRF), conforme ilustrado na figura 02. Tornando-a mais simples, rápida e multielementar, eliminando-se o inconveniente do movimento síncrono entre o cristal difrator e o detector, exigido na técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF). (ZIEGLER, 1971; KATSANOS , 1980).

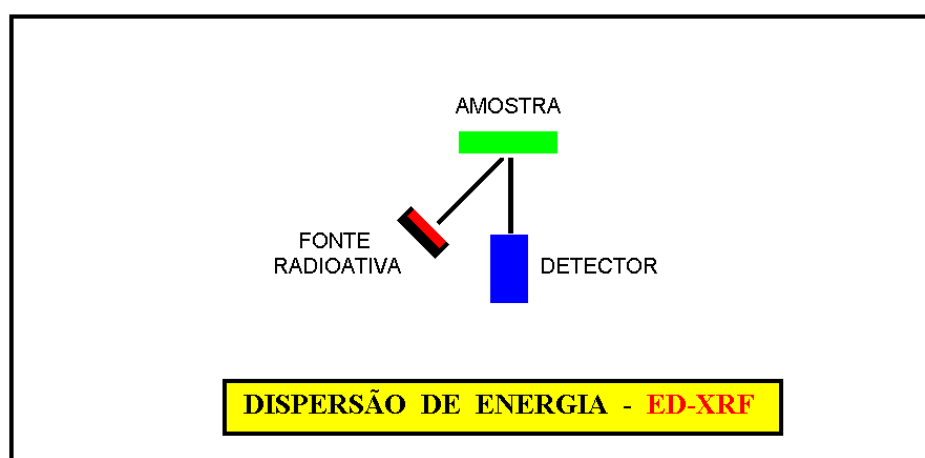


Figura 2 Representação esquemática da fluorescência de raios X por dispersão de energia

Fonte: (NASCIMENTO FILHO, 1999)

A fluorescência de raios X por dispersão em energia (EDXRF) utiliza o feixe de radiação incidindo na amostra com um ângulo em torno de  $45^\circ$ , conforme figura 03, diferentemente da técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por reflexão total (TXRF), que é uma subdivisão da técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão em energia (EDXRF) e utiliza um ângulo de incidência menor que  $0,1^\circ$ , conforme figura 04. Com o intuito de se produzir uma reflexão total. Assim, a técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por reflexão total (TXRF) difere principalmente da espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão em energia (EDXRF) pela geometria de excitação ao tipo e preparo da amostra. (AIGINGER, 1991).

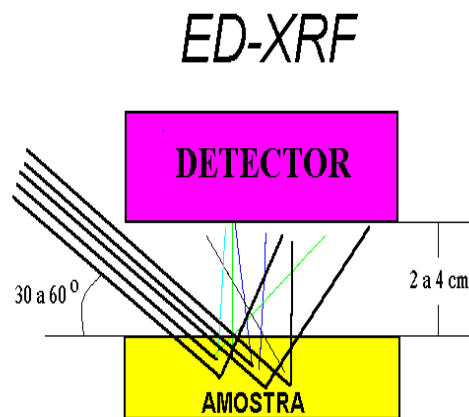


Figura 3 Geometria de excitação/detecção da EDXRF com linhas contínuas pretas representando os raios X incidentes e espalhados, e as tracejadas coloridas os raios X característicos.

Fonte: (NASCIMENTO FILHO, 1999)

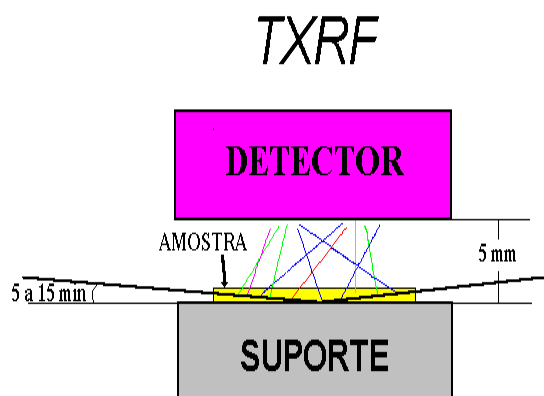


Figura 4 Geometria de excitação/detecção da TXRF com linhas contínuas pretas representando os raios X incidentes e espalhados, e as tracejadas coloridas os raios X característicos.

Fonte: (NASCIMENTO FILHO, 1999)

A análise por fluorescência de raios X consiste em três fases: excitação dos elementos que constituem a amostra, dispersão dos raios X característicos emitidos e detecção/ medida dos raios X característicos, cujas energias são específicas para cada elemento.

O processo acontece através do efeito fotoelétrico, quando fótons de raios X interagem com os elétrons orbitais de um átomo. Assim, um elétron (fotoelétron) é ejetado de um orbital mais interno, criando uma vacância e gerando um arranjo eletrônico instável, conforme figura 05. Na busca do equilíbrio eletrônico, um elétron mais externo preenche a vacância deixada, realizando um salto quântico, conforme figura 06. A diferença de energia entre os dois orbitais é liberada através de um fóton de raios X característicos, de energia específica para cada elemento químico, podendo dessa forma diferenciá-los (LACHANCE 1996, ANJOS 2005).

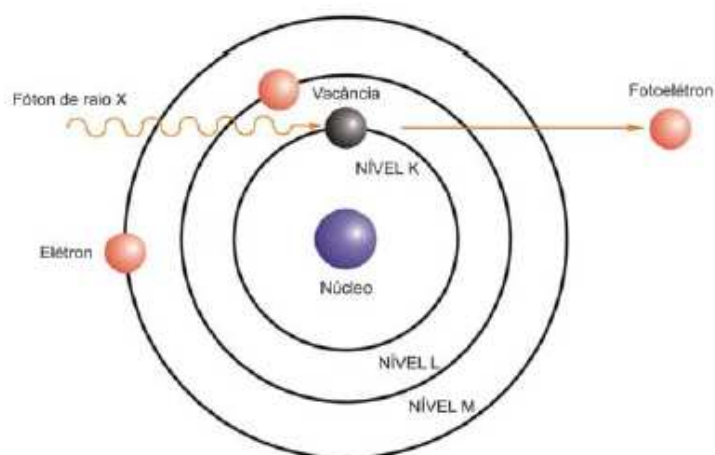


Figura 5 Interação de fótons de raios X com um elétron do nível k.  
 Fonte:(Araújo, 2008)

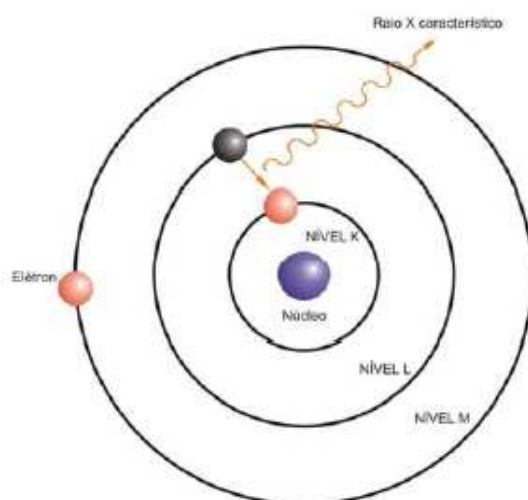


Figura 6 Liberação de raios X característicos.  
 Fonte: (Araújo, 2008)

## 2.1.1 Tipos de detectores de estados sólidos

Os raios X característicos são transformados em pulsos eletrônicos por um detector apropriado, sendo estes pulsos diretamente proporcionais às energias dos raios X característicos. Na pratica os detectores mais utilizados são os cintiladores sólidos de NaI(Tl) e os semicondutores de Si(Li), Ge(Li) e Ge hiperpuro. (NASCIMENTO FILHO, 1999).



O de Si(Li) é empregado na detecção de raios X característicos  $K\alpha$  emitidos pelos elementos químicos de número atômico na faixa de 13 (Al) a 50 (Sn) e raios X característicos L dos elementos pesados. Devido a sua baixa eficiência para raios X característicos de baixa energia, não são aconselháveis na detecção dos raios X emitidos por elementos químicos de número atômico menor que 13. (NASCIMENTO FILHO, 1999).

Para os raios X característicos K de alta energia, emitidos pelos elementos químicos de número atômico alto ( $Z > 50$ ), é mais aconselhável o uso de detector de Ge(Li), devido a sua maior eficiência nesta região. (NASCIMENTO FILHO, 1999).

### **2.1.2 Aplicações da fluorescência de raios x com o uso de espectrômetros portáteis.**

Do ponto de vista da aplicação da instrumentação da espectrometria de fluorescência de raios X, esta pode ser dividida em duas categorias: os espectrômetros de laboratório e os espectrômetros portáteis.

O espectrômetro portátil é um aparelho que pode ser usado *in situ* e permite movimentos de aproximação adequados ao objeto a analisar, conforme figura 05, garantindo a não-destrutividade da técnica. No entanto, a simplificação construtiva deste tipo de espectrômetro reduziu a qualidade das medidas finais, principalmente as quantitativas, devido à diferença de sensibilidade em relação aos equipamentos fixos (REGINA, 2008).



Figura 7 Análise não destrutiva com FRX sobre o “Pugilista”, estátua de bronze do período helenístico exposta no Museu Nacional de Roma.

Fonte: (REGINA, 2009).

A espectrometria de fluorescência de raios X com o uso de equipamentos portáteis possui inúmeras aplicações em diversas áreas de investigação, por exemplo:

PAPPALARDO et al. (2005) projetaram um espectrômetro portátil de fluorescência de raios X (XRF) constituído por um tubo de raios X com anodo de Rh, operando a uma voltagem máxima de 40 kV, e um detector Si-PIN da empresa Amptek. Sendo este espectrômetro portátil utilizado na análise de joias do Período Helenístico do acervo do museu Benaki de Atenas.

ROLDÁN et al. (2006) projetou um espectrômetro portátil de EDXRF que utilizava um tubo de raios X com anodo de Pd. Operando a 35 kV e 100  $\mu$  A, e um detector Si-PIN da empresa Amptek com resolução de 170 eV (a 5,9 KeV) e janela de Be de 12,5  $\mu$ m. Utilizou-se este espectrômetro portátil para analisar pigmentos azuis utilizados para decorar cerâmicas valencianas dos séculos XIV ao XX.

CIVICI (2007) pesquisou através da técnica de fluorescência de raios x por dispersiva em energia (EDXRF), a composição elementar de objetos cerâmicos do século III, encontrados em Seferan (Albânia). O espectrômetro

consistia em um detector da CANBERRA de Si(Li) com resolução de 160 eV com um tubo de Mo, operando com 35 KV e 20 mA. Os elementos químicos encontrados foram: K, Ca, Ti, Fe, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Rb, Sr, Y, Zr e Pb. Concluindo que os objetos cerâmicos foram manufaturados a partir de argilas locais.

CALZA et al. (2007a e 2007c) pesquisaram através da técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF), a composição elementar de alguns fragmentos e tangas de cerâmica Marajoara, pertencentes ao acervo do Museu Nacional da UFRJ. O espectrômetro utilizado consistia em um detector semicondutor de Si(Li) da ORTEC, com resolução de 180 eV, e um tubo de raios X com anodo de Mo, operando em 35KV e 600ma. Os elementos químicos identificados foram: k, Ca, Ti, Mn, Fe, Cu, Zn, Ga, Rb, Sr, Y, Zr e Pb.

APPOLONI et al. (2004), pesquisaram um conjunto de fragmentos de cerâmica manufaturados pelos índios brasileiros da Tradição Tupi-Guarani utilizando a técnica da fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF). Na busca em caracterizar a cerâmica e os pigmentos presentes na decoração de sua superfície, com o objetivo de caracterizar a composição química dos pigmentos. Os dispositivos utilizados na construção do espectrômetro portátil foram um detector de Si(Li) com janela de Be e um tubo de raios X com anodo de molibdênio, operando a 15 KV e 40 mA e fontes de  $^{238}\text{Pu}$ ,  $^{55}\text{Fe}$  e  $^{109}\text{Cd}$ . Os elementos químicos identificados nos pigmentos das amostras foram: Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Sr, Y, Zr, As e Se.

IDA e KAWAI (2005) montaram um espectrômetro portátil de fluorescência de raios X (XRF) constituído por um gerador de raios X cool-x (na qual utiliza um cristal piroelétrico para gerar elétrons que produzem raios X em um alvo de Cu) e um detector Si-PIN XR-100CR, ambos da empresa Amptek.

### **2.1.3 Fonte de ativação para espectrometria de fluorescência de raios X**

Na técnica de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão em energia (EDXRF) pode-se utilizar na excitação, um tubo de raios X de baixa potência, ou fontes radioativas emissoras de raios X e/ ou gama de baixa energia ( $^{55}\text{Fe}$ ,  $^{57}\text{Co}$ ,  $^{109}\text{Cd}$ ,  $^{238}\text{Pu}$  e  $^{241}\text{Am}$ ). Esta técnica com excitação por fontes radioativas tem encontrado inúmeras aplicações, principalmente na área industrial geológica e de prospecção mineral, onde não há necessidade de alta sensibilidade analítica, permitindo a determinação, de modo simultâneo, de alguns elementos químicos sem a necessidade da destruição da amostra ou uma pré-preparação (NASCIMENTO FILHO, 1999; ZUCCHI, 1994).

#### **2.1.3.1 Fonte radioativa de amerício $^{241}\text{Am}$**

Como um elemento transurânico, pertence à série dos actínídeos. Tendo cerca de 20 radioisótopos ou isômeros. Entre eles, o  $^{241}\text{Am}$  ( $T_{1/2}=433$  anos,  $E=5,468$  MeV, 86,6%; 5.443 MeV, 12,3%;  $E_\gamma = 0,0596$  MeV, 35%). Sendo bastante utilizado na indústria nuclear (LIU et al., 2002-b).

O Amerício possui número atômico 95. Foi isolado pela primeira vez em 1944 por Seaborg e seus colaboradores (Leon Morgan, Ralph James e Albert Ghiorso) (KELLER, 1971 apud clain, 1999).

As partículas alfas resultantes do processo de decaimento do  $^{241}\text{Am}$  oferecem um baixo risco por radiação externa, devido ao fato de apresentarem um alcance máximo de 4 cm. Sendo que a penetração no tecido humano é de somente alguns milésimo de milímetro. Em relação à radiação gama, 2 a 3 cm de tecido do corpo humano são suficientes para reduzir em até 50% o número de fótons, porém, é classificado como de radio toxicidade muito alto, quanto ingerido ou inalado (MIRANDA e VICENTE, 1999).

## **2.2 Características de posicionadores bidimensional**

Os posicionadores bidimensionais estão presentes em diversos tipos de máquinas-ferramenta e tem a função de posicionar adequadamente uma

amostra. Vários trabalhos têm sido publicados focalizando aspectos de projeto e controle de posicionadores bidimensionais aplicados em máquinas-ferramenta objetivando atingir melhores requisitos de exatidão, rapidez e confiabilidade (GILVA, 1999).

Uma boa exatidão de posicionamento somente é possível se a dinâmica da mesa for bem conhecida, bem como, as fontes de erro atuantes, o que sem dúvida fornecerá informações que permitirão um bom desempenho do sistema de controle.

### **2.2.1 Motores de passos**

O motor de passo é um dispositivo eletromecânico que converte pulsos elétricos em deslocamentos angulares precisos. A seqüência dos pulsos aplicados as bobinas do motor de passo é relacionada diretamente ao sentido da rotação dos eixos do motor. A velocidade da rotação dos eixos do motor de passo é relacionada diretamente à freqüência dos pulsos da entrada e o comprimento da rotação é relacionado diretamente ao número dos pulsos da entrada aplicados (NEWTON BRAGA, 2005).

Há basicamente três tipos de funcionalidade dos motores de passos: os de relutância variável, os de imã permanente e os híbridos. Quanto ao tipo os motores de passos podem ser bipolar ou unipolar (NEWTON BRAGA, 2005).

As Seqüências de acionamento dos motores de passos podem ser de três tipos que são comumente usados: passo normal, meio-passo, e micro passo (NEWTON BRAGA, 2005).

Dentre as muitas variedades de aplicações dos motores de passo, podem ser citadas equipamentos de informática (impressoras, scanner e disco rígido); automação industrial, equipamentos aeroespaciais e bélicos; plotters XY e aparelhos de fax e mesa de coordenadas XY.

### **2.2.2 Microcontroladores**

Os microcontroladores são bastante utilizados para gerenciar o movimento de motores de passo em dispositivos de posicionamento.

O PIC16F877 é um microcontrolador fabricado pela *Microchip Technology*. Sua frequência de operação (*clock*) chega até 20 MHz. Pode trabalhar com uma fonte de alimentação de 2 volts a 5,5 volts. Ele pertence à família de microcontroladores de 8 bits e possui uma arquitetura RISC (Souza, 2003).

Na figura 08 está disposta a relação da pinagem do PIC16F877.

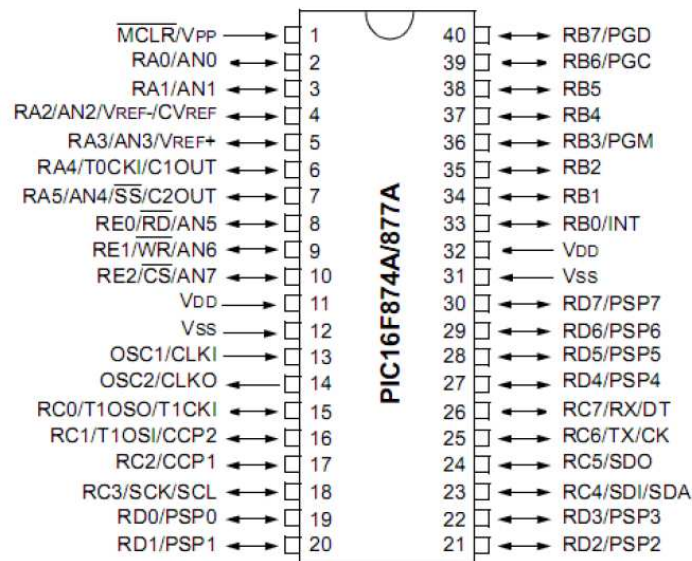


Figura 8 Relação da pinagem do PIC 16F877A de 40 pinos.

Fonte: (MICROCHIP, 2011)

O PIC 16F877A apresenta as seguintes características: frequência de Operação de 20Mhz, Memória de Programa de 8K, Memória de Dados de 368 Bytes; Memória de EEPROM de 256 Bytes, comunicação por USART (Transmissor/Receptor Universal Síncrono e Assíncrono), 15 Interrupções, *Ports* E/S, 5 *Ports* representados pelas letras A, B, C, D e E, Conversor A/D de 8 Bits e 2 comparadores analógicos(MICROCHIP, 2011).

### 2.2.3 Encoders

Os encoders são um tipo de transdutor que converte um movimento angular ou linear em uma serie de pulsos elétricos. Tem uma extensa aplicação na automação industrial e mecatrônica por permitirem a medição de velocidade, posição, taxa de aceleração, distância e direção em sistemas rotacionais (MATIAS JULIANO, 2010)

Quando acoplados a motores de passos, os dados provenientes deste sensor podem ser usados para determinar erros de posicionamentos e possibilitar correções.

Há dois tipos fundamentais de encoders: o absoluto e o incremental, que se diferenciam pela geração dos pulsos elétricos, devido à característica construtiva dos discos, conforme ilustrado na figura 09.

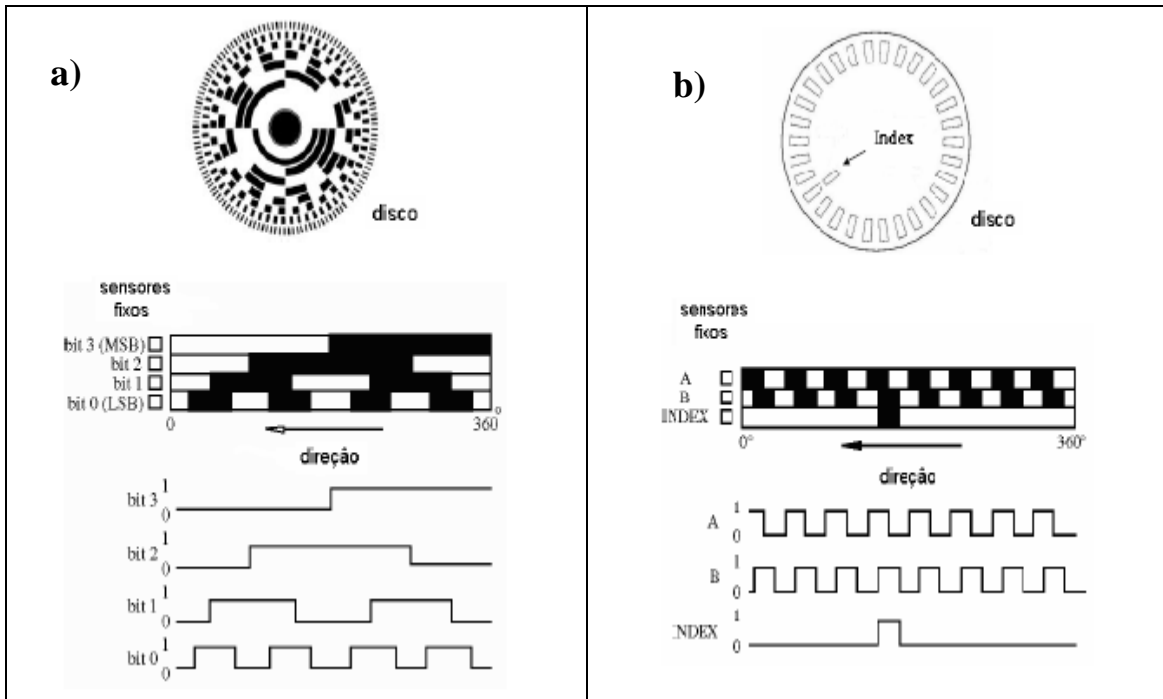


Figura 9 a) Características funcional do encoder absoluto. b) Características funcional do Encoder incremental.

Fonte: (MATIAS JULIANO, 2010)

### 3. METODOLOGIA

A metodologia consistiu em dividir o sistema a ser construído em subsistemas ou partes, a saber: mecânica, eletrônica, comunicação de dados, e espectrometria por fluorescência de raios X.

Para desenvolvimento do sistema mecânico foi selecionado a área de domínio da varredura, os materiais a serem utilizados, os motores, os dispositivos de acoplamento, correias, e projetado as conexões mecânicas.

A opção de operação da parte mecânica foi o projeto de um posicionador tipo mesa, que realiza a varredura nos eixos XY. O posicionador XY foi desenvolvido através do acoplamento de dois motores de passos, com transmissão de força através de correias e polias. Sensores ópticos de início e fim de curso e encoders foram selecionados para manter esta varredura dentro das limitações mecânicas do sistema.

A parte eletrônica foi projetada para executar o controle dos motores de passos, o monitoramento dos sensores de início e fim de curso, e a realimentação de posição. Este subsistema foi projetado e elaborado a partir de placas de circuitos impresso. Da mesma forma, os dados de realimentação de posição foram obtidos a partir de encoders, Os encoders informam se a movimentação dos motores de passos ocorreu conforme solicitado, sem interferência por falhas mecânicas, por exemplo, folga da correia de transmissão.

O controle dos dispositivos foi feito com o uso de microcontroladores. Um software de comunicação via host (computador) e os microcontroladores foi elaborado. Este compõe a parte de comunicação. A comunicação foi feita de forma serial via RS232, através de um software de interface de usuário instalado em um micro computador.

O detector de espectrometria de fluorescência de raios X e o software de análise foram adquiridos da empresa Amptek. O detector teve a posição fixa através de um suporte mecânico, onde foi possível ajustar a distância entre o sistema de medição e a amostra.

Uma fonte de Amerício 241 de 59,54 KeV foi escolhida como a fonte primária de excitação.



Após projeto e construção do protótipo, foram feitos testes de precisão e resolução do posicionador de varredura bidimensional automatizada. Também foram feitos testes de espectrometria de fluorescência de raios X com amostras padronizadas para confirmar a funcionalidade e a aplicabilidade do posicionador de varredura bidimensional automatizada.

## 4 RESULTADO E ANÁLISES

### 4.1 Especificação técnica do posicionador bidimensional

A montagem do posicionador bidimensional baseia em dispositivos comerciais de fácil acesso, mas que proporcionam ao projeto confiabilidade e exatidão aos movimentos bidimensionais solicitados.

O Quadro 1 resume as características geométricas e eletromecânicas definidas para o posicionador bidimensional. Estas características em parte definem as partes mecânicas, eletrônica, comunicação do protótipo do posicionador.

Descrição	Características
Sentido de varredura	Eixo x e Eixo Y horizontal
Dimensões	80 x 60 x 70 cm - C x L x A
Peso do sistema	Aproximadamente 4 Kg
Sistema de movimentação	Dois motores de passo unipolar
Sistema de comunicação	Serial RS232
Microcontrolador	PIC16F877A
Resolução	Meio passo: 0,1 mm Passo completo: 0,2 mm
Área útil de varredura XY	20cm x 20cm

**QUADRO 1** Especificações técnicas do posicionador de varredura bidimensional automatizada.

Fonte: Acervo do autor

A escolha dos componentes para as partes mecânicas e eletrônicas ocorreu de maneira a priorizar os já existentes no laboratório do NRI (Núcleo de Radiações Ionizantes). Esgotado todas as possibilidades de uso recorreu-se ao comércio local. Ao passo que 95% dos materiais utilizados estavam à disposição no laboratório, estes foram sendo agregados ao projeto.

Os materiais não encontrados no laboratório e adquiridos no comércio local foram uma Chapa 30 x 30 cm de acrílico transparente, quatro trilhos para gaveta usados como guias de movimentação, quatro sensores ópticos e um compensado de madeira 80 x 60 cm.

## 4.2 Especificação e construção da parte mecânica

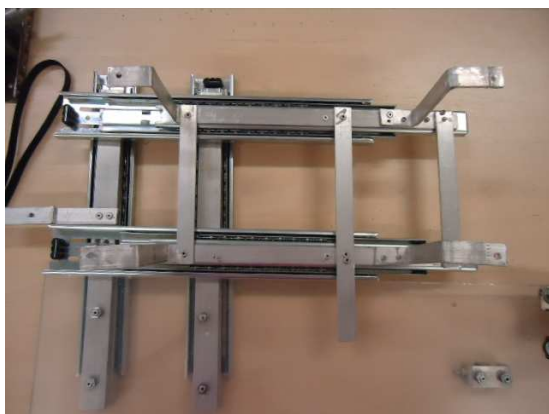
O posicionador de varredura bidimensional automatizada foi construído a partir de uma estrutura de alumínio, fixada em uma base de madeira apoiada em quatro apoios também de madeira com antiderrapante na parte inferior, conforme ilustrado na figura 10.



a



b



c



d

Figura 10 a) Estruturas de alumínio de suporte; b) Estruturas de alumínio para a fixação da base de acrílico de apoio da amostra; c) Estrutura de alumínio fixada nos trilhos deslizantes; d) Apoio de madeira com pés antiderrapantes.

Fonte: Acervo do autor

A base de apoio da amostra bidimensional consistiu de uma chapa de acrílico transparente 30 x 30 cm, com 3 mm de espessura. Esta foi fixada por parafusos em quatro barras de alumínio de 10 cm de altura, conforme figura 11.



Figura 11 Base de apoio da amostra constituída de acrílico 3 mm de espessura.

Fonte: Acervo do autor

O sistema deslizante tanto do eixo x quanto do eixo y foi composto por trilhos de ferro sobrepostos, usados por marceneiros na construção de gavetas, conforme figura 12, tendo como sistema deslizante esferas de aço.



Figura 12 Trilhos deslizantes utilizados para a movimentação nos eixos x e y.

Fonte: Acervo do autor

Na fixação dos trilhos deslizantes foram utilizados parafusos e na fixação das barras de alumínio foram utilizados rebites.

A fonte radioativa e o detector de Si foram afixados em uma chapa de madeira de 187 x 175 x 4 mm, com uma angulação de 45° entre si, ilustrado na figura 14, conforme sugestão do fabricante AMPTEK. O projeto do posicionamento da amostra, seguindo estas recomendações, é mostrado na

figura 13. As seguintes medidas foram adotadas: distância fonte amostra de 33,9 mm; e, distância detector amostra de 15,9 mm.

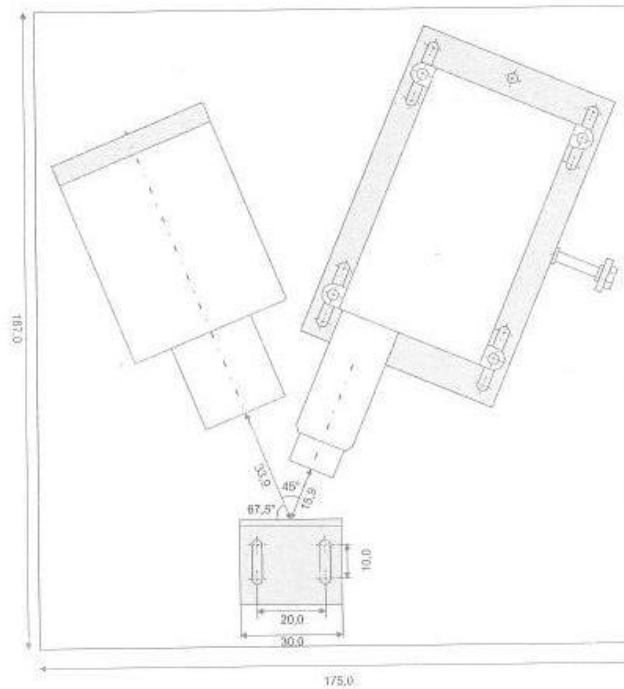
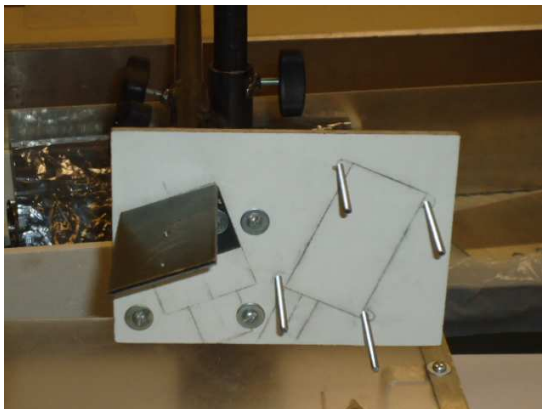
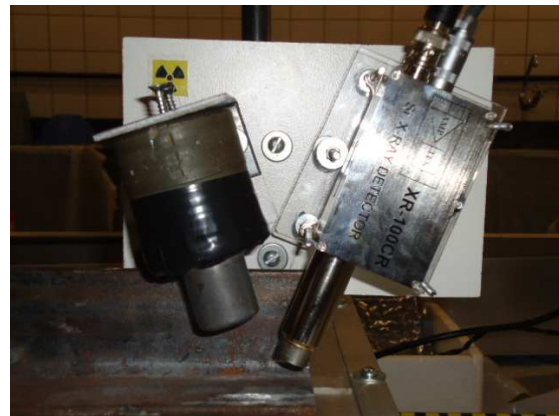


Figura 13 Medidas selecionadas para o posicionamento da fonte radioativa e do detector de Si conforme indicação do fabricante AMPTEK.

Fonte: Núcleo de Radiações Ionizantes - UFMG.



a



b

Figura 14 Detalhes do modulo de fixação da parte referente à espectrometria de fluorescência de raios X da empresa AMPTEK.

Fonte: Acervo do autor

O suporte de fixação do modulo composto do dispositivo detector e da fonte radioativa consistiu de duas barras cilíndricas de ferro perpendiculares de

2,0 cm de diâmetro e 50,0 cm de comprimento cada, conforme apresentado na figura 15. Assim estas duas barras deslocam entre dois tubos também perpendiculares de diâmetros de 2,5 cm e com fixadores para ajustar a distância da fonte radioativa e do detector da amostra a ser analisada. Este projeto atende a análise de amostras com espessuras diversas.



a



b

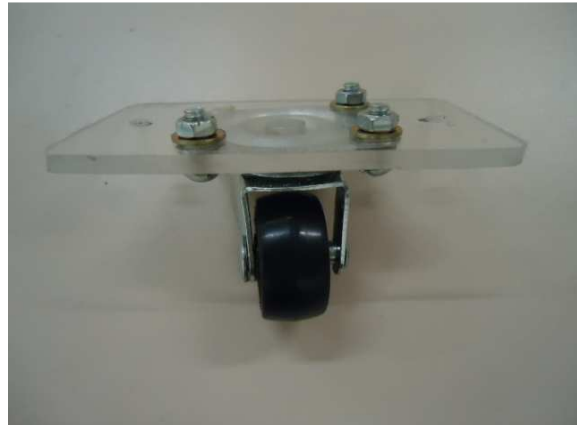
Figura 15 Suporte de fixação da blindagem da fonte radioativa e do detector de Si.

Fonte: Acervo do autor

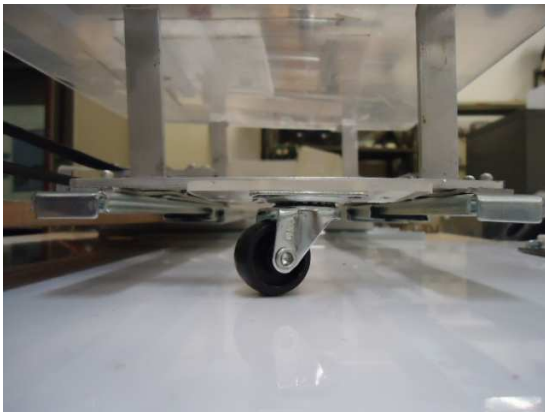
Os rolamentos de apoio foram incorporados no projeto para reduzir a instabilidade do trilho quando a parte interna do mesmo atingir uma extensão superior ao comprimento externo do trilho, conforme figura 16.



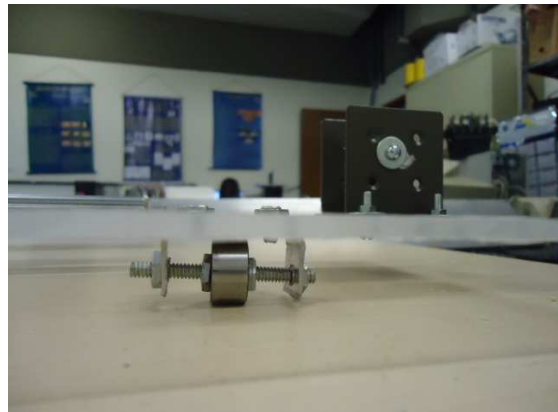
a



b



c



d

Figura 16 a) Vista lateral do rolamento de apoio do eixo x. b) Vista superior do rolamento de apoio do eixo x. c) Rolamento do eixo y fixada na mesa XY c) Vista de frente do rolamento de apoio do eixo y.

Fonte: Acervo do autor

Foi introduzida uma placa de acrílico de 2 mm para reduzir o atrito entre o rolamento e a madeira da base, conforme ilustra figura 13.

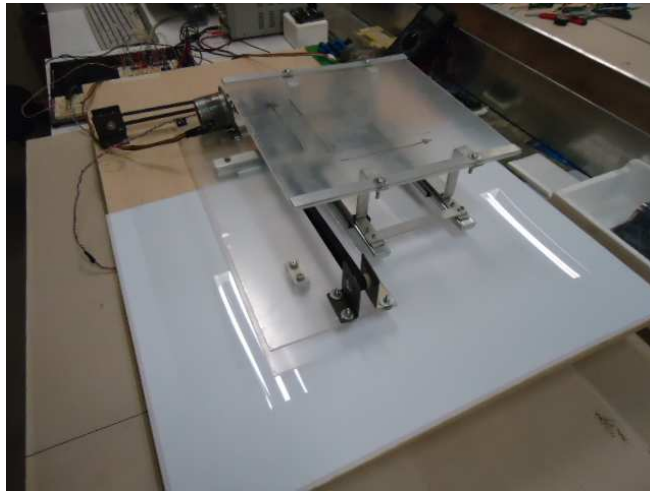


Figura 17 Chapa de alumínio 60 x 70 cm e 2 mm de espessura

Fonte: Acervo do autor

A movimentação nos eixos XY foi obtida por fixadores conectados a duas correias dentadas presas a estrutura da mesa, que são tracionadas por motor de passo em uma extremidade e uma polia na outra, conforme a figura 18. A fixação da correia à estrutura da mesa ocorre por meio de duas chapas de alumínio de pequena dimensão, 1cm x 2cm, fixados por dois parafusos.

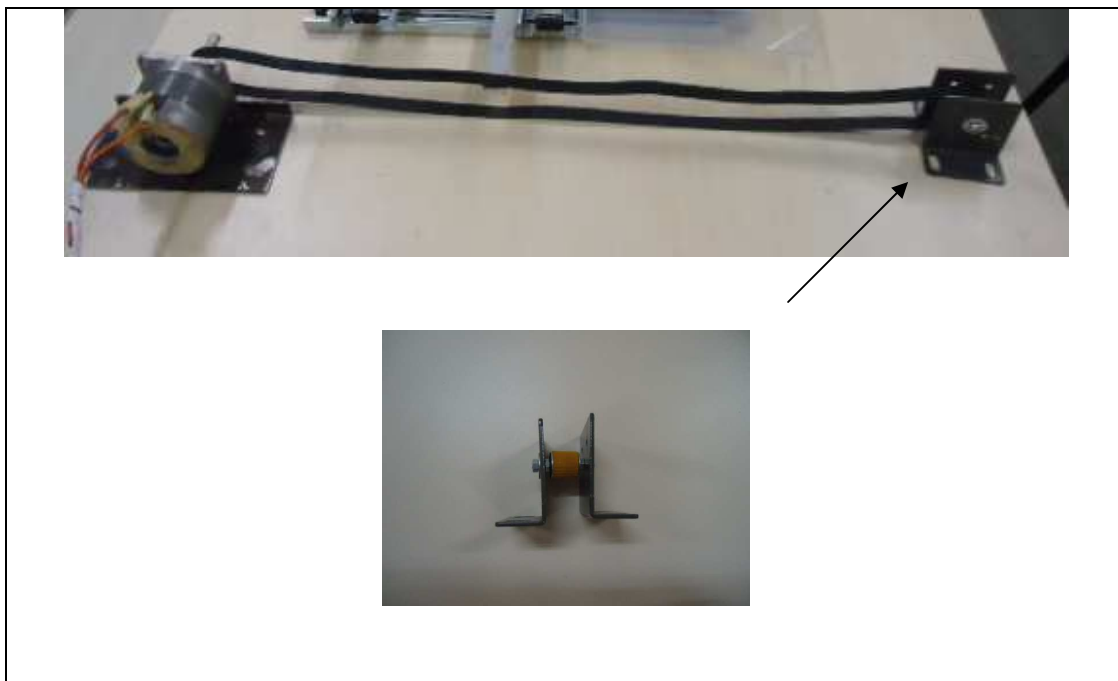


Figura 18 Sistema de movimentação por correias e polias.

Fonte: Acervo do autor



No eixo do motor de passo foi acoplado a polia e um encoder unidos com o auxílio de um extensor cilíndrico de alumínio fixado por pressão, ilustrado na figura 15.



Figura 19 Sistema de polias do sistema de movimentação. a) polia do motor com extensor para fixação do encoder.

Fonte: Acervo do autor

Faixas sinalizadoras de advertência foram colocadas em torno da área de deslocamento para evitar que objetos alheios venham a serem colocados indevidamente nesta região, provocando uma colisão com a parte móvel do posicionador de varredura bidimensional automatizada, conforme a figura 20.

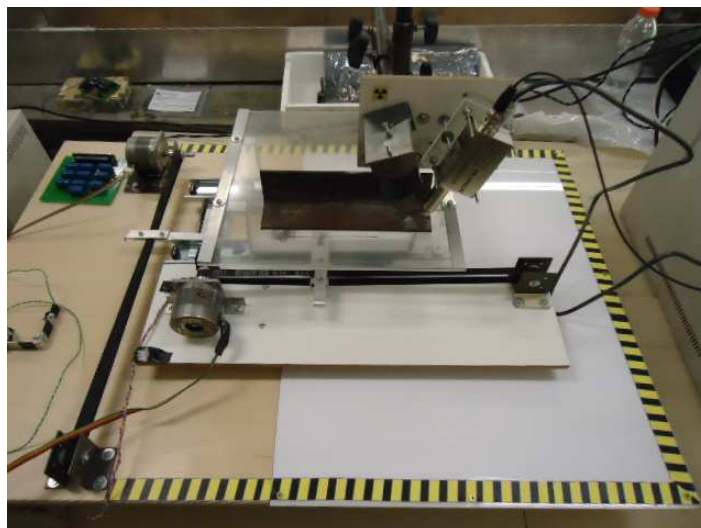


Figura 20 Faixas sinalizadoras de advertência colocadas na lateral do posicionador de varredura bidimensional automatizada.

Fonte: Acervo do autor

Próximos aos motores de passo foram fixados, com o auxílio de suportes de alumínio em formato de U, Sensores ópticos de fim de curso. Estes sensores foram instalados como mecanismo de segurança, restringindo a faixa de deslocamento nos eixos X e Y além do permitido mecanicamente, conforme a figura 21.

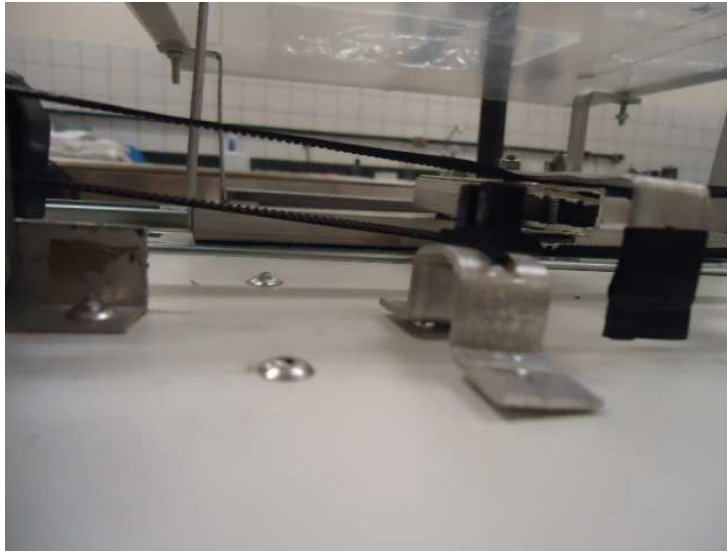


Figura 21 Sensor de fim de curso do eixo de movimentação x  
Fonte: Acervo do autor

## **4.2 Especificações dos motores de acionamento e realimentação.**

A forma com que o motor de passo irá operar depende bastante do que se deseja controlar. Portanto para o projeto escolheu-se um motor unipolar, conforme figura 23, controlado nas configurações passo completo e meio passo.

As especificações dos motores de passo utilizados estão apresentados no Quadro 2:

<b>Descrição</b>	<b>Característica</b>
Fabricante	ASTROSYN
Tipo	Miniangle Stepper - Unipolar
Modelo	23LM C343 P2H
Graus por passo	1,8
Volts / fase	3,5
Amperes/fase	1,4
Passos por volta	200
Resistência (Ohms) por fase	4,2

QUADRO 2 Especificações técnicas dos motores de passo usado no projeto.

Fonte: Fabricante ASTROSYN

Este motor de passo possui seis fios, dos quais, dois deles são referentes à alimentação ou terra (dependendo do modo de funcionamento) e os outros quatro, B3, B2, B1 e B0, estão ligados às bobinas e funcionam de acordo com a figura 22a e 22b.

a)

**Meio Passo**

Nº do passo	B3	B2	B1	B0	Decimal
1	1	0	0	0	8
2	1	1	0	0	12
3	0	1	0	0	4
4	0	1	1	0	6
5	0	0	1	0	2
6	0	0	1	1	3
7	0	0	0	1	1
8	1	0	0	1	9

b)

**Passo completo**

Nº do passo	B3	B2	B1	B0	Decimal
1	1	0	0	0	8
2	0	1	0	0	4
3	0	0	1	0	2
4	0	0	0	1	1

Figura 22 Seqüência de acionamento das bobinas do motor de passo unipolar para acionamento nas configurações a) meio passo e b) passo completo.

Fonte: (GONÇALVES FELIPE, 2008) modificada.



Figura 23 Motor de passo unipolar utilizado no projeto.

Fonte: acervo do autor

Os encoders selecionados HEDM-5500, ilustrado na figura 24, possuem internamente um emissor e detectores de luz infravermelha, separados por

uma janela que permite, ou não, a passagem do feixe de luz. Dessa forma o elemento detector transforma esta informação em trem de pulsos elétricos e os enviam a um circuito integrado contador (HCTL2032). O HCTL2032 envia esta informação em forma de uma palavra binária de dados ao microcontrolador PIC 16F877A.

As características do sistema de realimentação através de encoders são apresentados no Quadro 3.

<b>Descrição</b>	<b>Característica</b>
Modelo	HEDM-5500
Tipo	Dois canais ópticos
Resolução	96 a 1024 contagens por volta
Compatibilidade	TTL
Tensão de alimentação	5V

QUADRO 3 Especificações técnicas dos encoders utilizados no projeto.

Fonte: Datasheet AVAGO HEDM 55XX



Figura 24 Vista frontal do encoder HEDM-5500

Fonte : Acervo do autor

Em cada passo do motor de passo na configuração meio passo são enviados 3 pulsos pelo encoder ao HCTL2032, conforme visto na figura 26, com o auxílio de um osciloscópio digital.

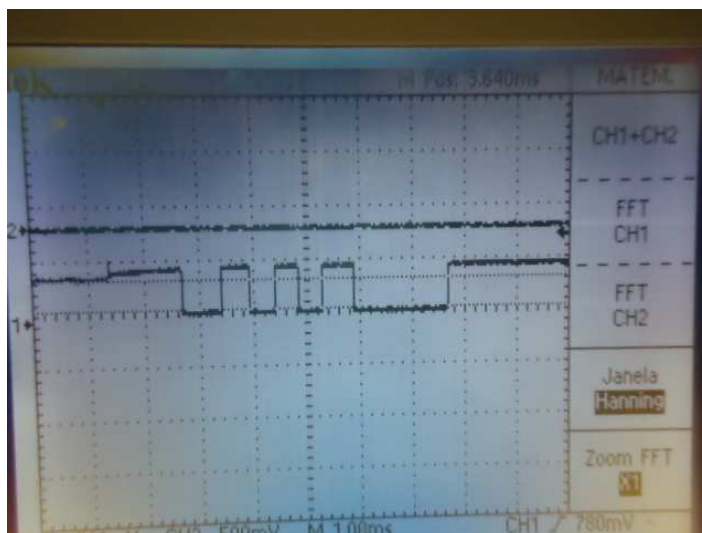


Figura 25 Sinal enviado pelo encoder a cada passo do motor de passo na configuração meio passo.

Fonte: Acervo do autor.

### 4.3 Especificação e construção da parte eletrônica

A parte eletrônica é composta por um circuito de controle que tem como elemento principal um microcontrolador PIC 16F877A, um circuito de potência que fornece corrente suficiente para movimentar os motores de passos, sensores ópticos para informar ao microprocessador as limitações mecânicas do posicionador, duas fontes de tensão que alimentam o sistema de controle e o sistema de potência separadamente. Uma interface de comunicação serial, baseada no circuito integrado MAX232, entre o posicionador e um microcomputador. Todo o sistema interligado conforme ilustrado no diagrama da figura 26.

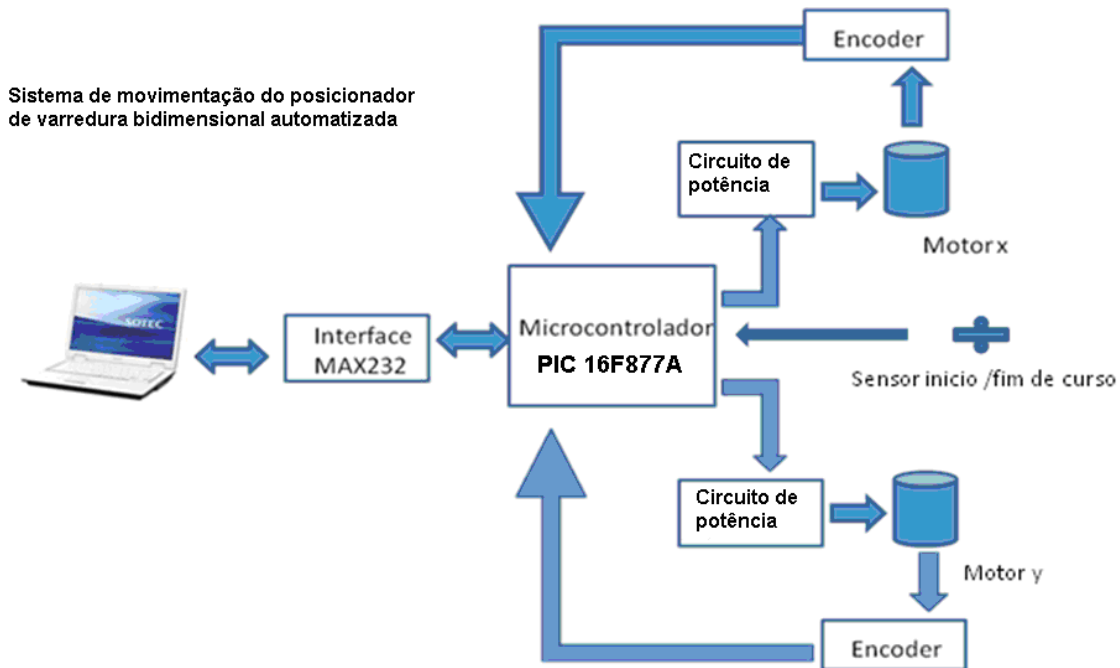


Figura 26 Diagrama em bloco do posicionador de varredura bidimensional automatizada.

Fonte: Acervo do autor

### 4.3.1 Circuito de potência

O circuito de potencia foi baseado em transistor NPN Darlington TIP120, devido ao consumo de corrente ser superior ao limite máximo estabelecido pelo fabricante dos circuitos integrados drivers para motor de passo comumente encontrados, por exemplo, o ULN2003. Foram usados 4 transistores Darlington TIP120 por motor de passo. Cada transistor é acionado por uma porta de saída do PIC 16F877A para drenar a corrente de uma bobina do motor de passo unipolar. Este transistor possui internamente um diodo chamado de "roda livre", que o protege da tensão reversa, que surgem nas bobinas do motor de passo ao desligá-lo, sendo uma característica dos circuitos indutivos, conforme ilustrado na figura 27. A corrente de coletor ( $I_c$ ) máxima do TIP 120 é de 5 A, bem superior a corrente solicitada pelos motores de passos, não correndo assim o risco de queimá-los.

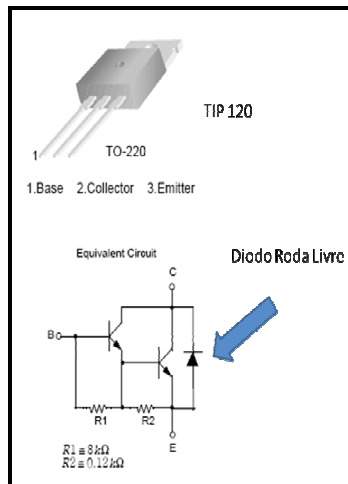


Figura 27 Transistor TIP 120 utilizado no circuito de potência.

Fonte: ( FAIRCHILD , 1999) Modificada

### 4.3.2 Circuito de controle, microcontrolador, sensores ópticos e fonte de tensão

O microcontrolador PIC 16F877A foi utilizado no circuito de controle, conforme a figura 28, devido à sua funcionalidade, baixo custo, facilidade de manuseio e flexibilidade. Este microcontrolador processa todas as informações elétricas referentes ao mecanismo de movimentação.



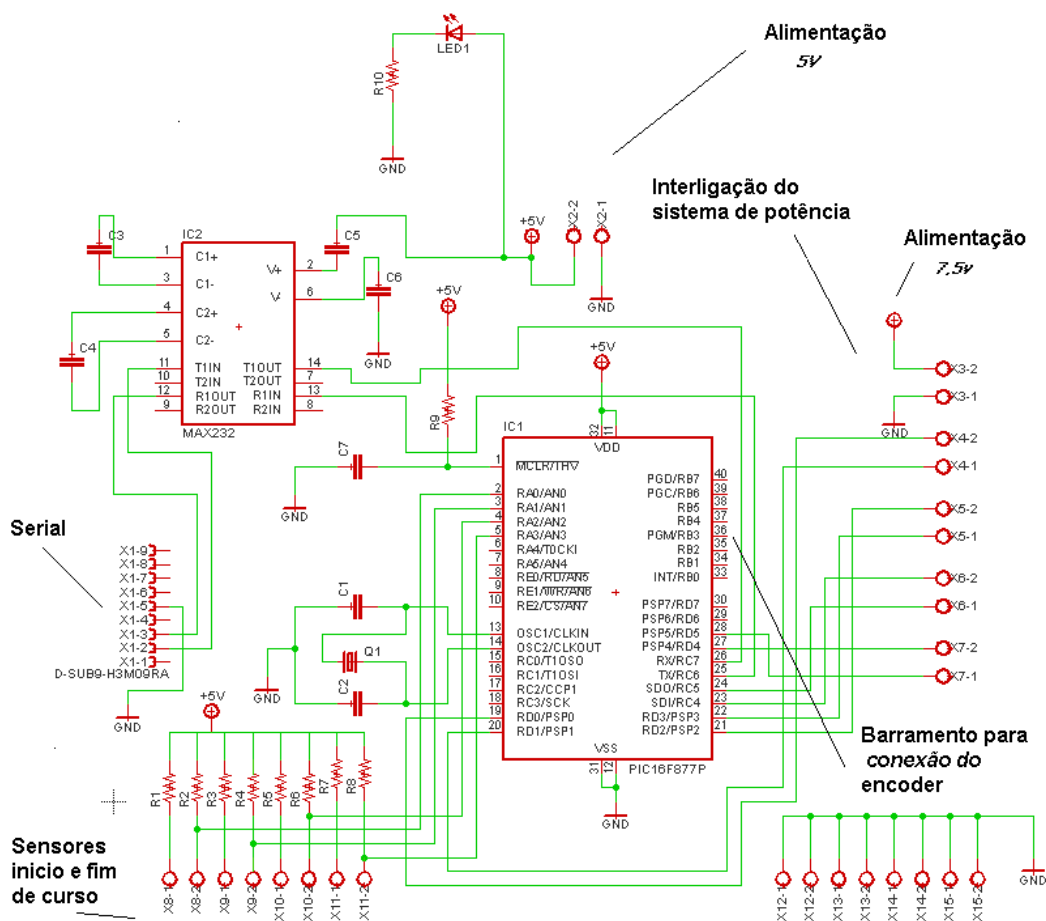


Figura 28 Esquema elétrico do circuito de controle.

Fonte: Acervo do autor

Os sensores de início e fim de curso são compostos de um led e um fotodiodo acoplados em um invólucro, conforme figura 29, que quando obstruído envia um sinal a um buffer (circuito integrado LM324) ligado a porta do microcontrolador PIC 16F877A. Foram adotados quatro sensores no total, sendo dois por eixo.

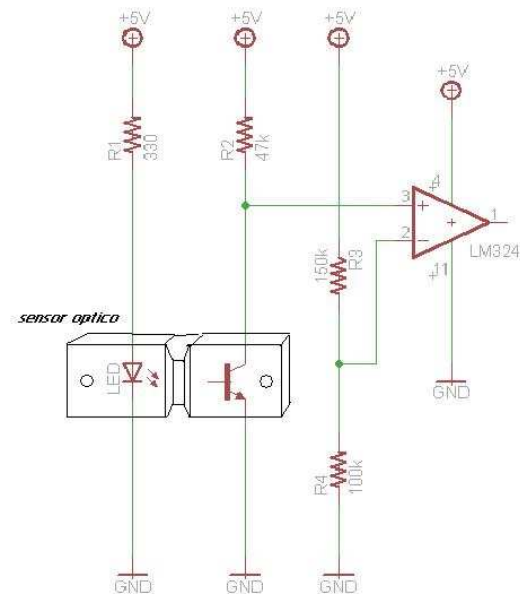


Figura 29 Esquema elétrico do Circuito dos sensores de início e fim de curso.

Fonte: Acervo do autor

Toda a parte elétrica do posicionador de varredura bidimensional automatizada é alimentada por duas fontes de tensão. Uma fonte de 5V e 500 mA para a parte de controle e uma fonte de 7,5V e 3,5 A para o sistema de potência.

A movimentação dos motores de passos do posicionador ocorre sempre individualmente, portanto o fornecimento de corrente pela fonte de tensão é suficiente, mesmo estando na configuração de meio passo, onde duas bobinas são alimentadas simultaneamente consumindo em média 2,8A no total.

### 4.3.3 Comunicação serial

A comunicação serial baseou-se em um driver RS232 (CI MAX232) para adequar os níveis de tensão do microcontrolador PIC 16F877A (+5V) ao padrão RS232C (+12V e – 12V) e vice-versa.

A comunicação foi feita com duas vias, a via de TX foi ligada ao pino RC6 (pino 26) e a via de RX foi ligada ao pino RC7 (pino 25) do microcontrolador PIC 16F877A, conforme a figura 30.

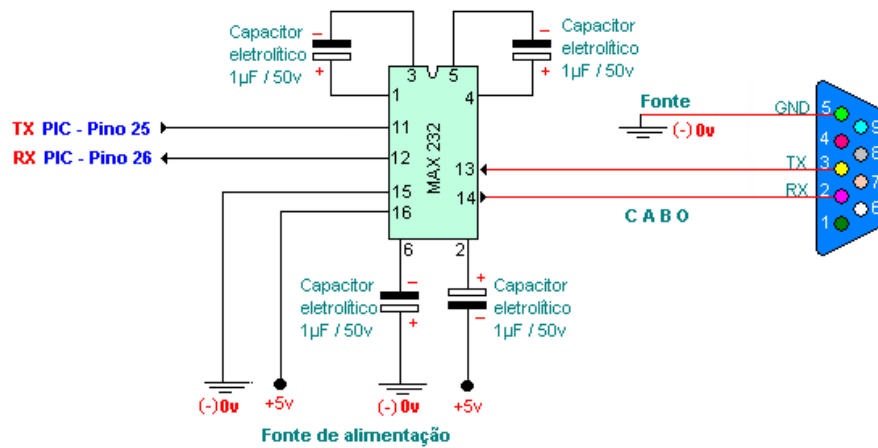


Figura 30 Desenho esquemático do circuito integrado MAX232 usado na comunicação serial.  
Fonte: (MESSIAS, 2011)

O esquema elétrico do circuito de controle e do circuito de potência esta ilustrado na figura 31.

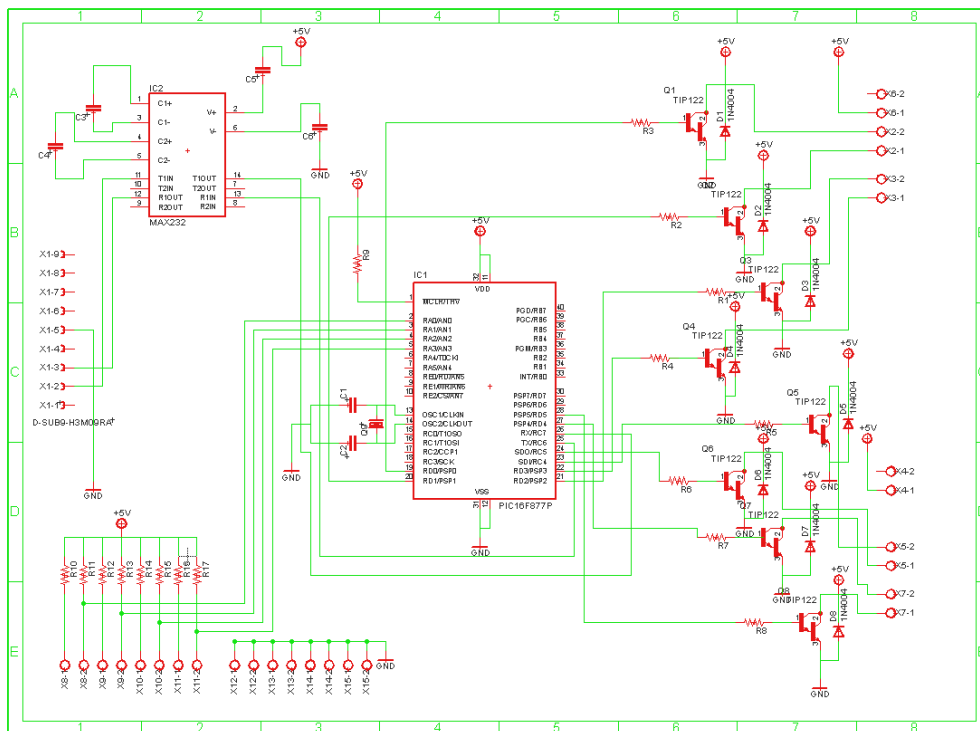


Figura 31 Esquema elétrico do circuito de controle e do circuito de potência.  
Fonte: Acervo do autor

## **4.4 Softwares utilizados no projeto**

### **4.4.1 PIC C COMPILER**

Para a programação do PIC usou-se o software PIC C COMPILER, que é um compilador em linguagem C para microcontroladores PIC e para a gravação do arquivo de extensão .hex utilizou-se o software IC-PROG.

### **4.4.2 Software Eagle**

O software Eagle foi utilizado para desenhar os circuitos impressos e esquemas eletrônicos.

Utilizou-se a função chamada *autoroute* em que o programa é capaz de encontrar as melhores trilhas para a disposição dos componentes utilizados. Este programa também foi utilizado para criar a placa de circuito impresso em 3D.

### **4.4.3 Software Protheus 7.0 profissional**

Na simulação do circuito de controle e de potência utilizou-se o software Protheus 7.0 profissional. A simulação é importante visto ser um projeto com microcontrolador, onde mudanças de projeto são facilmente realizadas.

O software Protheus é compatível com o software de interface do usuário programado em Visual Basic 2008, bastando acrescentar um componente chamado "Compim" (composto de conector DB9 e uma interface MAX232) e configurar os parâmetros de uma comunicação serial, para estabelecer uma comunicação entre os dois programas, conforme ilustrado na figura 32.

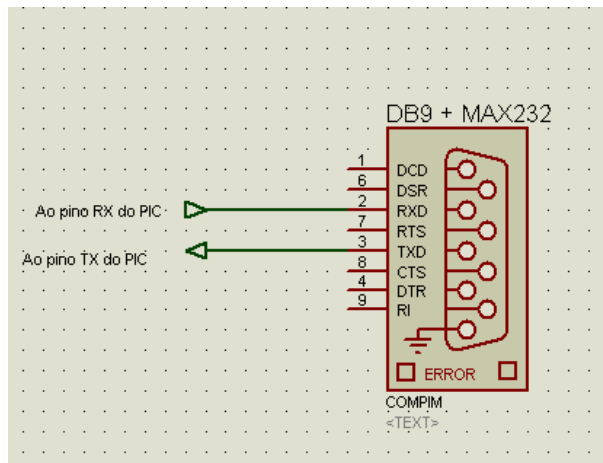


Figura 32 Conector Compim usado na simulação com o software Protheus.

Fonte: Acervo do autor

#### 4.4.4 Software Visual Basic 2008

Na programação da interface com o usuário usou-se a linguagem Visual Basic 2008. Esta é uma linguagem orientada a objetos que proporcionou desenvolver programas semelhantes ao sistema operacional Windows. Nesta interface, mostrada na figura 33, está presente campos de configuração da movimentação dos motores de passos da mesa XY tanto quanto o tempo entre passos, ou seja, o tempo que o sistema permanece estático para a realização das medidas de espectrometria de fluorescência por raios X, e o modo de varredura (meio passo ou passo completo). E um campo para visualizar as informações enviadas pelos encoders referentes as distância percorrida em milímetros.

Foram disponibilizados no software dois modos de varredura bidimensional programáveis: Varredura por passo completo e Varredura por meio passo. Estes modos são referentes à configuração de alimentação das bobinas dos motores de passos. No modo de varredura por passo completo apenas uma bobina do motor é alimentada e no modo de varredura por meio passo, duas bobinas são alimentada ao mesmo tempo. Assim, proporcionando uma maior resolução e mais torque quando configurada no modo de varredura de meio passo.

Na varredura de meio passo teve-se uma resolução, igual a 0.1mm, conforme ilustrado na tabela de desvio padrão calculado, na pág. 52 e 53.

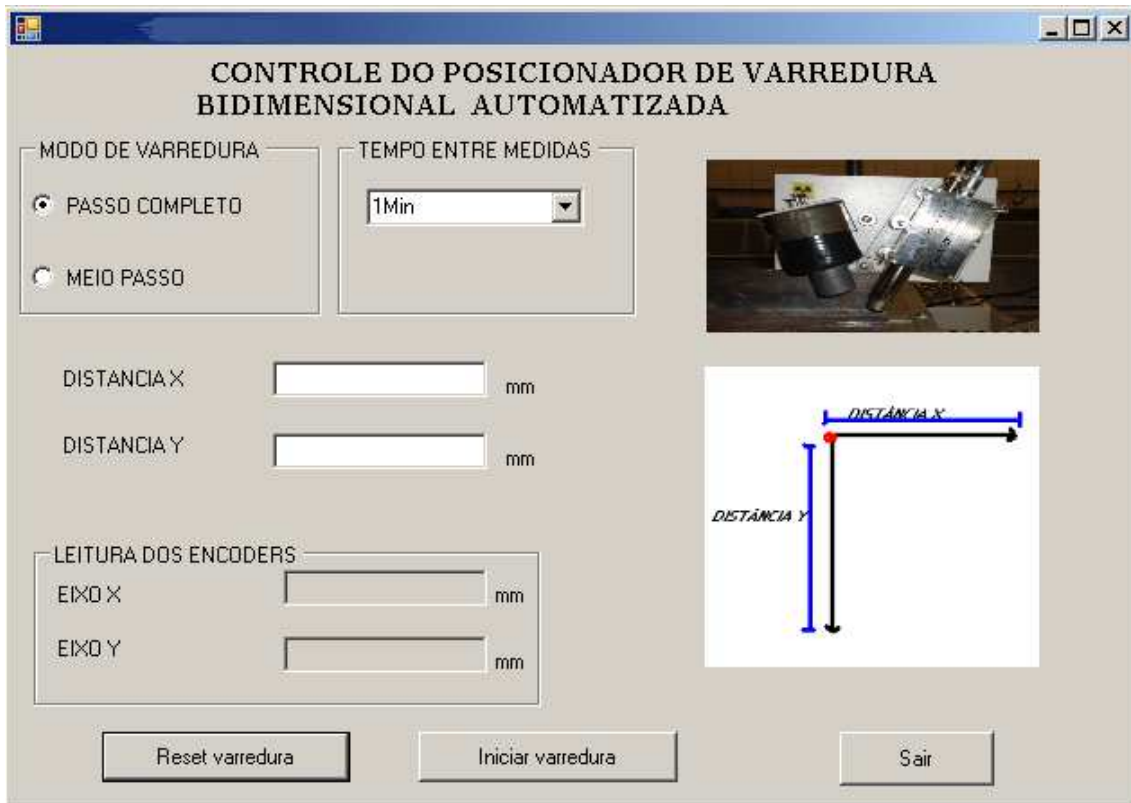


Figura 33 Software de interface do usuário para controle do posicionador de varredura bidimensional automática.

Fonte: Acervo do autor

## 4.6 Sistema de varredura XY

A programação da varredura ocorreu no programa de interface do usuário, onde este tem autonomia de configurar a distância XY a ser percorrida, o tempo entre as medidas e a resolução. Assim, é possível varrer a amostra conforme a trajetória descrita na figura 34.

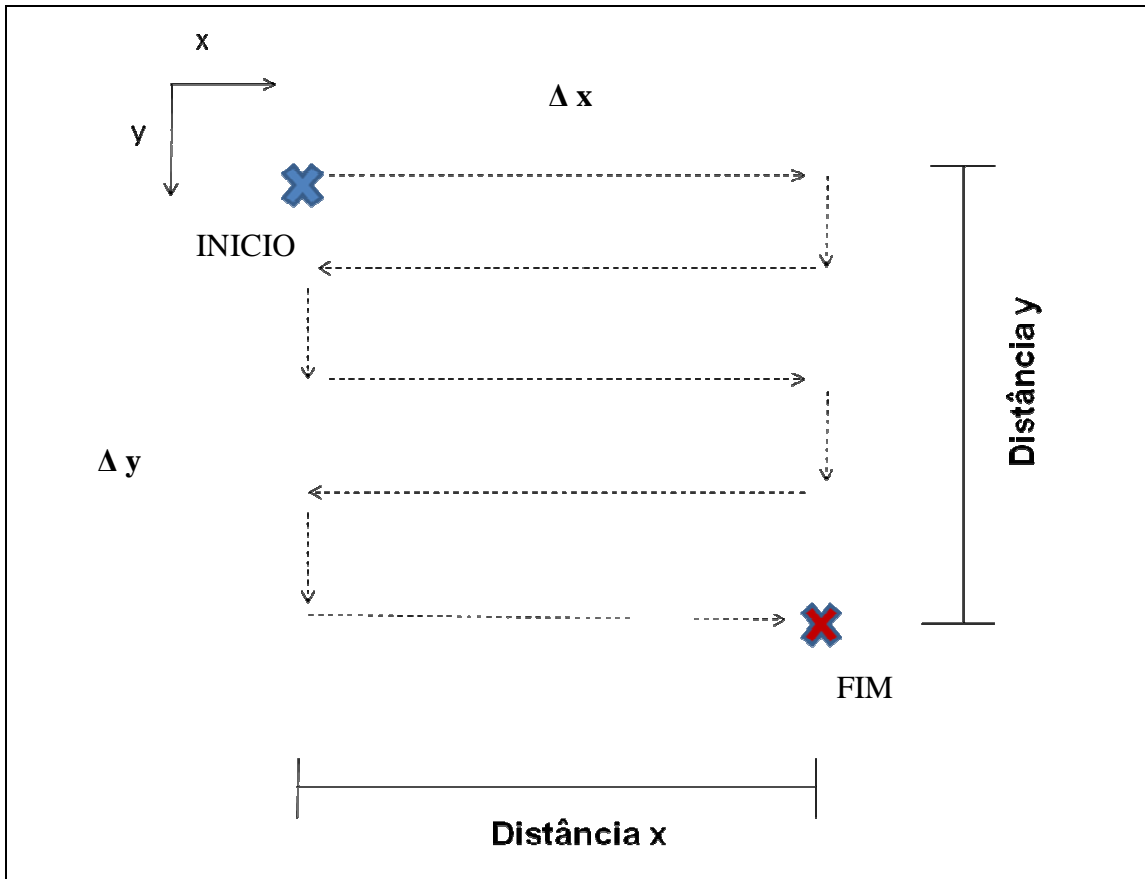


Figura 34 Representação gráfica da varredura realizada pela mesa XY.

Fonte: Acervo do autor.

## 4.7 Resolução e precisão do sistema mecânico

A resolução e a precisão foram analisadas em conjunto por medidas diretas.

Mediu-se a resolução com o auxílio de um paquímetro e um ponteio de ferro de ponta bem fina. Fixou-se o ponteio ao suporte do kit de espectrometria de fluorescência de Raios X verticalmente e perpendicularmente ao paquímetro posto sobre a mesa de varredura XY, conforme ilustrado na figura 35.



Figura 35 Mecanismo adaptado para medição de resolução da varredura XY da mesa.

Fonte: Acervo do autor

Iniciou-se uma varredura com seqüência de passos pré-definida. Mediuse diretamente com o paquímetro a resolução para o eixo x e eixo y. A medida da precisão foi feita através do uso das formulas de desvio padrão sobre os valores medidos. As tabelas 1 a 6 apresentam os resultados obtidos. As tabelas 1 a 3 referem-se ao movimento incremental com meio passo, enquanto as tabelas 4 a 6 são com movimento incremental de passo inteiro. Cada tabela apresenta a precisão do movimento em reproduzir uma determinada distancia em milímetros. Esta precisão é avaliada pela diferença entre os valores de distancia medidos em milímetros obtidos após o acionamento e um valor de distância pré-estabelecido (desejado). Cada movimento foi reproduzido por cinco vezes. Por fim, foi obtido a media, desvio padrão e mediana das medidas, apresentados individualmente em cada tabela.



a) Modo Meio passo

**Tabela 1** Precisão espacial no modo meio passo e 1 mm como medida de referência.

<b>Distância em mm</b>	<b>Dados medidos em mm</b>	<b>Diferencia</b>
1	0,98	0,02
1	1,12	-0,12
1	0,98	0,02
1	1,08	-0,08
1	1,1	-0,1
<b>Somatório</b>	5,26	
<b>Média</b>	1,052	
<b>Desvio padrão</b>	0,067230945	
<b>Mediana</b>	1,08	
<b>Moda</b>	0,98	
<b>Variância</b>	0,00452	

**Tabela 2** Precisão espacial no modo meio passo e 2 mm como medida de referência.

<b>Distância em mm</b>	<b>Dados medidos em mm</b>	<b>Diferencia</b>
2	2	0
2	2,12	-0,12
2	2,2	-0,2
2	2,1	-0,1
2	2,16	-0,16
<b>Somatório</b>	10,58	
<b>Média</b>	2,116	
<b>Desvio padrão</b>	0,075365775	
<b>Mediana</b>	2,12	
<b>Moda</b>	-	
<b>Variância</b>	0,00568	

**Tabela 3** Precisão espacial no modo meio passo e 5 mm como medida de referência.

<b>Distância em mm</b>	<b>Dados medidos em mm</b>	<b>Diferencia</b>
5	5,9	-0,9
5	5,5	-0,5
5	5,9	-0,9
5	5,4	-0,4
5	5,5	-0,5
<b>Somatório</b>	28,2	
<b>Média</b>	5,64	
<b>Desvio padrão</b>	0,240831892	
<b>Mediana</b>	5,5	
<b>Moda</b>	5,9	
<b>Variância</b>	0,058	

b) Modo Passo completo

**Tabela 4** Precisão espacial no modo passo completo e 2 mm como medida de referência.

<b>Distância em mm</b>	<b>Dados medidos em mm</b>	<b>Diferencia</b>
2	2,56	-0,56
2	2,16	-0,16
2	2,3	-0,3
2	2,12	-0,12
2	2,3	-0,3
<b>Somatório</b>	11,44	
<b>Média</b>	2,288	
<b>Desvio padrão</b>	0,172394896	
<b>Mediana</b>	2,3	
<b>Moda</b>	2,3	
<b>Variância</b>	0,02972	

**Tabela 5** Precisão espacial no modo passo completo e 4 mm como medida de referência.

<b>Distância em mm</b>	<b>Dados medidos em mm</b>	<b>Diferencia</b>
4	4,6	-0,6
4	4,82	-0,82
4	4,52	-0,52
4	4,82	-0,82
4	4,6	-0,6
<b>Somatório</b>	23,36	
<b>Média</b>	4,672	
<b>Desvio padrão</b>	0,138996403	
<b>Mediana</b>	4,6	
<b>Moda</b>	4,6	
<b>Variância</b>	0,01932	

**Tabela 6** Precisão espacial no modo passo completo e 10 mm como medida de referência.

<b>Distância em mm</b>	<b>Dados medidos em mm</b>	<b>Diferencia</b>
10	11,3	-1,3
10	12,4	-2,4
10	11,7	-1,7
10	11,8	-1,8
10	11,8	-1,8
<b>Somatório</b>	59	
<b>Média</b>	11,8	
<b>Desvio padrão</b>	0,393700394	
<b>Mediana</b>	11,8	
<b>Moda</b>	11,8	
<b>Variância</b>	0,155	

O sistema atingiu resolução de 0,1 a 0,2 mm por passo. Para o modo de passo completo, a resolução foi de 0,2 mm por passo tanto no eixo x quanto no eixo y. Por sua vez, para o modo de meio passo, a resolução foi de 0,1 mm por passo tanto no eixo x quanto no eixo y.

## 4.8 Sistema de espectrometria de fluorescência de raios X da AMPTEK

O sistema de espectrometria de fluorescência de raios X da AMPTEK é composto por um Processador digital de pulsos (PX4), um Detector XR-C100 Si, um Mini RX (substituído pela fonte de Amerício-241) e Software ADMCA, conforme ilustrado na figura 36.

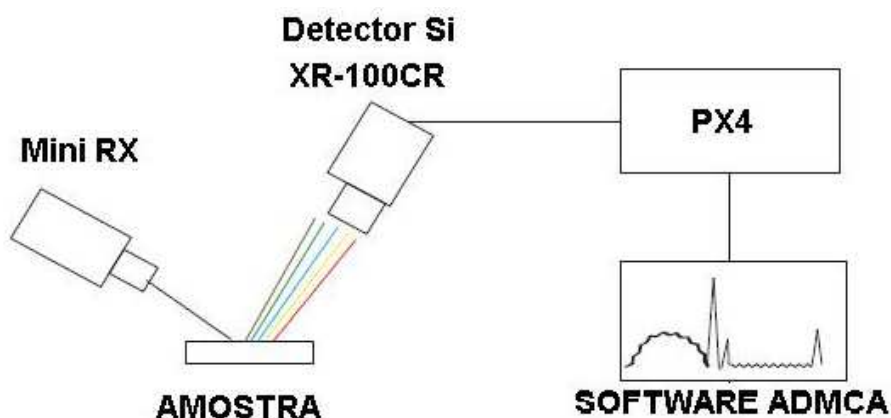


Figura 36 Diagrama em bloco do sistema de espectrometria de fluorescência de raios X.  
Fonte: Acervo do autor

O sistema de detecção modelo XR-100CR utilizado é constituído por um detector de Si arrefecido termoeletricamente (efeito "Peltier"), resolução em energia de 145-170 eV para o pico do  $^{55}\text{Fe}$  (5,9 keV); espessura Janela de Be de 500 $\mu\text{m}$ ; área ativa de detecção de 6mm<sup>2</sup> (AMPTEK, 2011e).

#### 4.8.4 Software ADMCA

O software ADMCA foi instalado em um microcomputador e utilizado no projeto. Este é um software para Windows que fornece aquisição de dados, visualização e controle para os processadores de sinal da empresa AMPTEK.

O hardware do microcomputador onde foi instalado o software consistiu em um Pentium 4 com 512 MB de RAM, sistema operacional Windows XP e monitor CRT com resolução de 800x600 pixels. Uma porta USB e uma porta serial DB9 foram necessárias para conectar o Processador digital de pulsos (PX4) e o sistema de controle do posicionador de varredura bidimensional automatizada.

O software ADMCA tem semelhanças com programas para *Windows*, onde os comandos são através de ícones ou através da barra de ferramentas presentes na parte superior da tela principal. Porém o programa não é intuitivo, necessitando de informações adicionais fornecidas em formato PDF, juntamente com o CD de instalação.

A tela principal do software ADMCA esta ilustrada na figura 37, onde o centro representa a área gráfica do espectro de fluorescência, energia x contagens. No lado direito os parâmetros de configuração e informações adicionais de uma leitura. E na parte inferior, informações de energia e canal da posição do curso sobre a área gráfica.

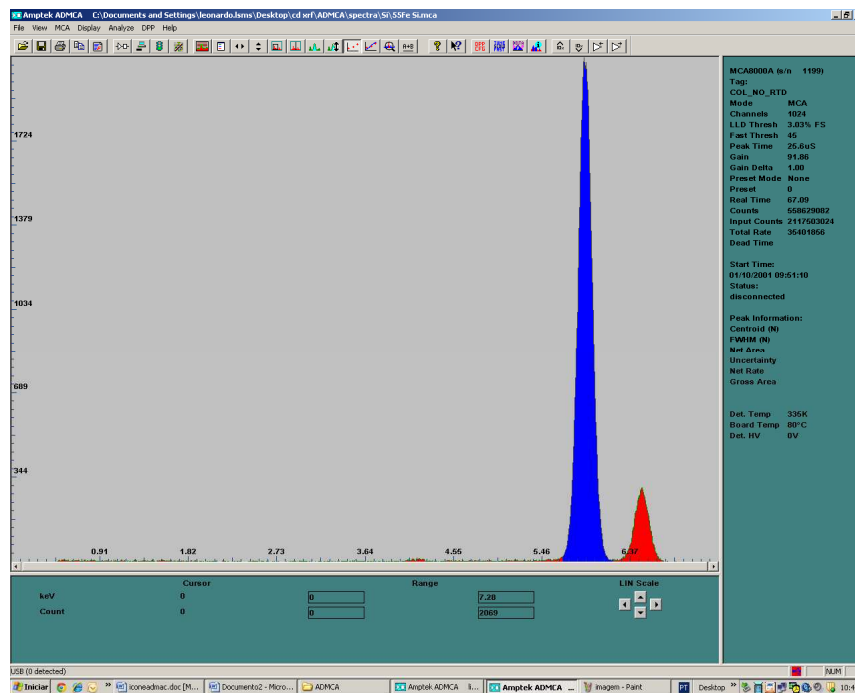


Figura 37 Tela principal do programa ADMCA.

Fonte: (AMPTEK, 2011a)

#### 4.8.4.2 Configuração inicial do software ADMCA

- 1) Conectou-se o PX4, XR-C100 de Si(Li) e o microcomputador conforme figura 37.

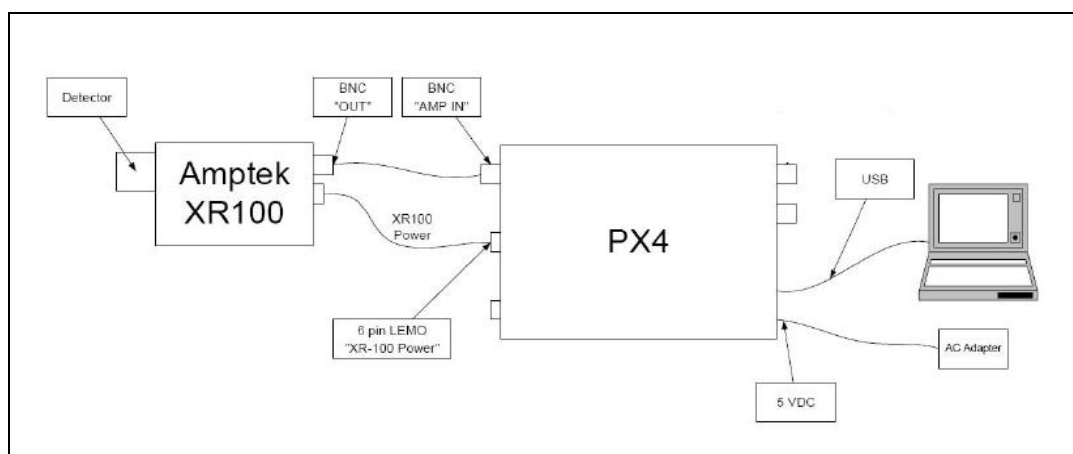


Figura 38 Conexões elétricas do sistema da empresa AMPTEK.

Fonte: (AMPTEK, 2011a)

- 2) Pressionou-se o botão de ligar <“On/Off”> localizado no painel frontal do PX4 por 1 segundo até a emissão de um “beep”, conforme figura 39.



Figura 39 Indicação do botão on/off do processador digital de pulso (PX4).

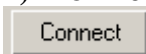
Fonte: Modificada de (AMPTEK, 2011a)



ADMCA.exe

3) Clicou-se na ícone do software para abrir o programa.

4) Ao iniciar o programa selecionou-se o dispositivo PX4 e clicou-se no botão



, Conforme figura 40.

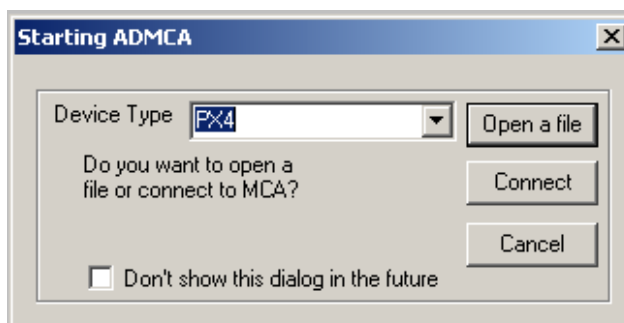


Figura 40 Janela de escolha do dispositivo processador digital de pulso (PX4).

Fonte: Acervo do autor

O símbolo USB no canto inferior direito da tela passou de vermelho para verde indicando que o PX4 está conectado e pronto para receber as configurações iniciais, Conforme figura 41.

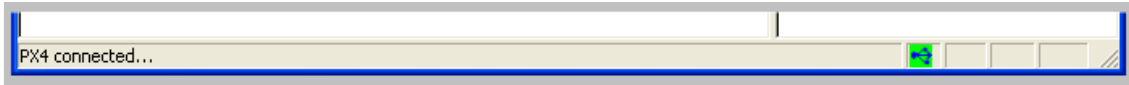
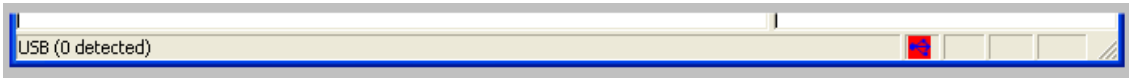



Figura 41 Status da conexão do PX4 ao software ADMCA

Fonte: Acervo do autor

5) Após a conexão do PX4, clicou-se  para abrir a janela de propriedades DPP onde selecionou-se o detector utilizado. Conforme figura 42.

O software ADMCA possui a configuração da maioria dos detectores da empresa AMPTEK.

As configurações são:

- Material do detector;
- Dimensões da área de detecção;
- Característica do “cooler”.

A configuração escolhida foi Si 6mm<sup>2</sup>/500µm 2-Stage cooler.

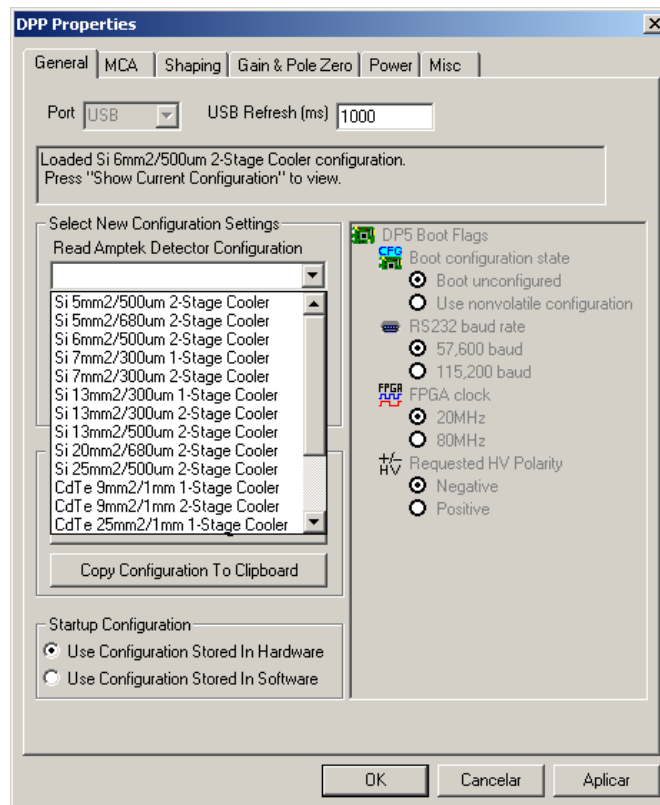
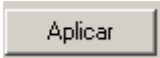



Figura 42 Janela de configuração dos dispositivos interligados ao software ADMCA (PX4 e detector XR-C100 de Si).

Fonte: Acervo do autor

7) Clicou-se no botão  para aceitar a configuração pré-ajustada;

8) Clicou-se no botão  para confirmar a configuração pré-ajustada;

#### 4.8.4.3 Mudando o Ganho



Uma tarefa comum é mudar a faixa de energia de um sistema. Isto é feito ajustando o ganho do amplificador. Um menor ganho corresponde a uma faixa maior de energia e um maior ganho para uma faixa de baixa energia. Por exemplo, em sistemas digitais AMPTEK um ganho de x100 pode corresponder a uma escala completa de 15 keV e um ganho de x50 com uma escala completa de 30 keV. Para ajustar a faixa de energia, sempre o ganho do sistema que deve ser mudado. Não é suficiente mudar somente o software de calibração. A calibração software é somente em software. Se a calibração do software for modificada sem o ganho do amplificador ser mudado de forma



adequada, o software vai exibir a faixa de energia e picos incorretamente. Portanto a identificação dos elementos também estará incorreta.

Sendo necessário reajustar os limites sempre que o ganho for alterado.

A configuração do ganho foi feita automaticamente, iniciando uma aquisição

clicando em  e no botão  botão na barra de ferramentas da aplicação ADMCA com nenhuma fonte radioativa exposta ao detector (AMPTEK, 2011a)

#### **4.8.4.4 Calibração (alteração da escala energia)**

Uma vez que o ganho adequado (escala de energia) foi encontrado, o software pode ser calibrado. O software deve ser sempre calibrado, a fim de mudar a escala do canal em uma escala de energia. Para calibrar com precisão um espectro deve haver pelo menos dois picos conhecidos no mesmo. Por exemplo, um pico de ferro (Fe) em 6,40 keV e pico de molibdênio (Mo) em 17,48 keV. É melhor usar os picos que estão nas duas extremidades da faixa de energia de interesse. Picos que estão muito próximos, não podem produzir uma calibração precisa (AMPTEK, 2011a).

A janela de calibração permite ao usuário a calibração de um espectro ativo, conforme a figura 43.

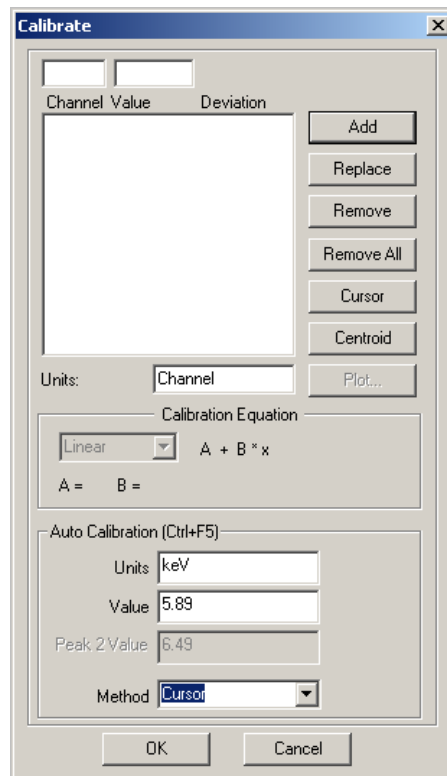


Figura 43 Janela de calibração do eixo horizontal do programa ADMCA

Fonte: Acervo do autor

- 1) Anotou-se a energia  $K\alpha_1$  das amostras padrão já escolhidas segundo a tabela periódica de emissão K e L em anexo;

**Fe**

$K\alpha_1 = 6.40 \text{ KeV}$

**Cu**

$K\alpha_1 = 8.05 \text{ KeV}$

- 2) Realizou-se a aquisição das amostras padrão Cu e Fe, gerando o espectro característico apresentado na figura 44.

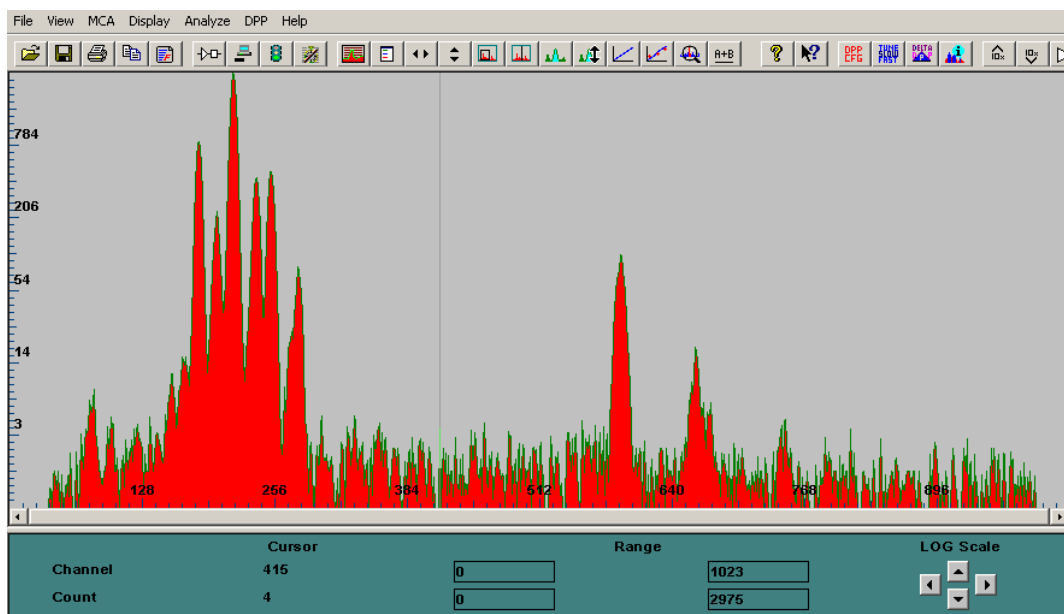



Figura 44 Espectro de fluorescência de raios X das amostras padrão Cu e Fe.

Fonte: Acervo do autor

3) Selecionou-se a região de interesse (ROI) em torno de cada pico.

Clicando em  e deixando em destaque os dois picos das amostras padrão com a ajuda do mouse; como mostra a figura 45.

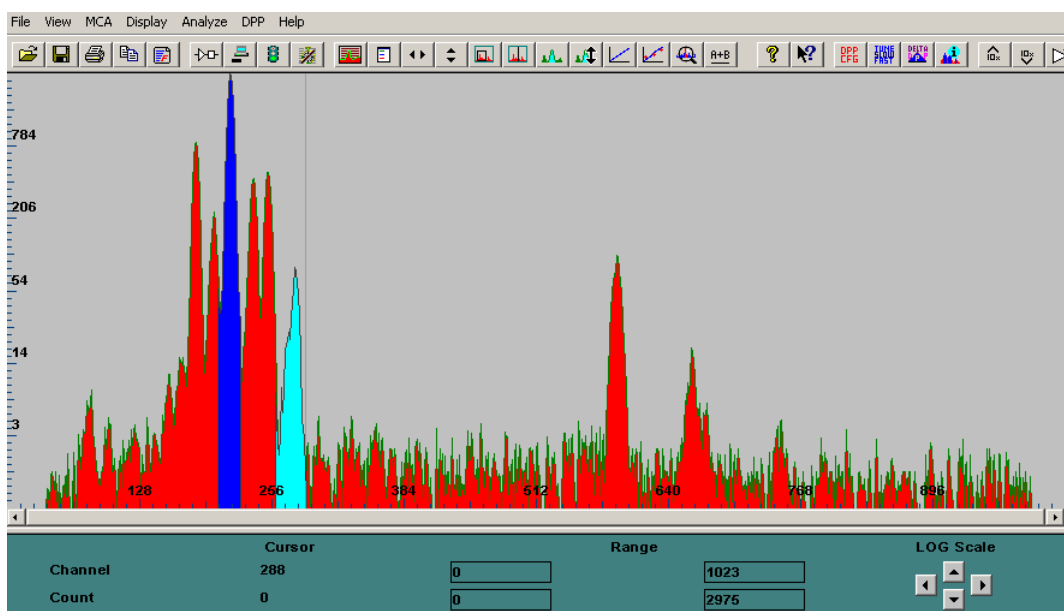



Figura 45 Espectro de fluorescência de raios X das amostras padrão Cu e Fe com os picos de energia  $K\alpha_1$  do Cu e do Fe selecionados.

Fonte: Acervo do autor

- 4) Clicou-se no botão da barra de ferramentas  para abrir a caixa de diálogo de calibragem;
- 5) Moveu-se a caixa de diálogo de tal forma que ambos os picos permanecessem visíveis, como ilustra a figura 46.

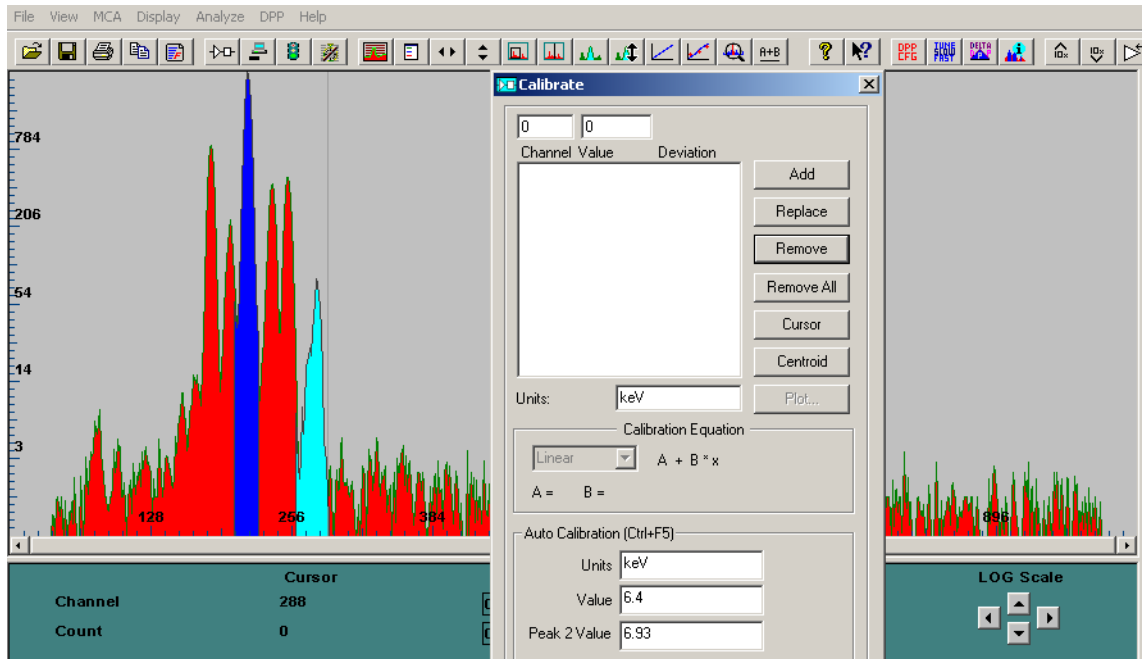




Figura 46 Espectro de fluorescência de raios X das amostras padrão Cu e Fe com os picos de energia  $K\alpha_1$  do Cu e do Fe selecionados e com a janela de calibração posicionada a direita, de forma a não obstruir a visualização dos picos de interesse.

Fonte: Acervo do autor

- 6) Na área de auto calibração escolheu o método  e preencheu o campo  com o valor da energia  $K\alpha_1$ , anotada anteriormente para o primeiro pico de interesse (Fe= 6.40), conforme figura 47;

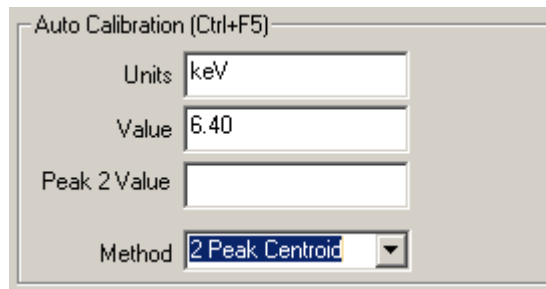


Figura 47 Janela de auto calibração com o valor de energia do primeiro pico preenchido.

Fonte: Acervo do autor

- 7) Preencheu o campo  com o valor da energia  $K\alpha_1$  anotada para o segundo pico de interesse (Cu= 8.21), conforme figura 48;

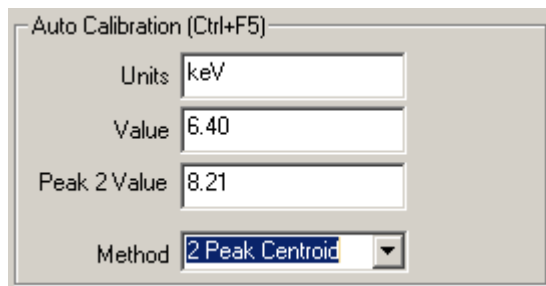


Figura 48 Janela de auto calibração com o valor de energia do segundo pico preenchido.


Fonte: Acervo do autor

Modo de seleção para calibração:

- **“Centroid”**: seleciona calibração de acordo com a centróide da área de interesse (modo escolhido);
- **“Cursor”**: seleciona calibração de acordo com o posicionamento atual do cursor;
- **“2 peak centroid”**: seleciona calibração de acordo com a centróide da região entre dois picos de interesse.

Foi escolhido 2-peak centroid por ter dois elementos químicos padrões.

- 8) Após pressionando o botão , pressionou-se as teclas <Control + F5> para a calibração torna-se visível no modo gráfico;

9) Clicou-se no botão  para limpar o espectro ativo das amostras padrões, mas mantendo a calibração para novas medidas, conforme figura 49.

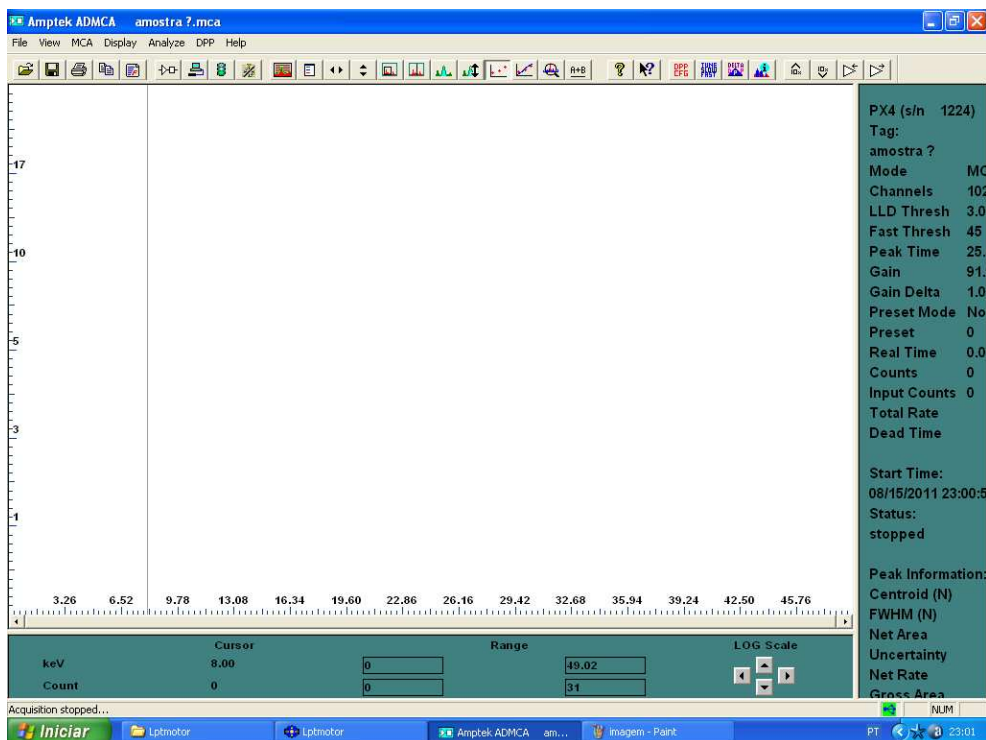


Figura 49 Tela do programa ADMCA com o eixo horizontal calibrado para energia em keV.

Fonte: Acervo do autor.

A calibração acima foi realizada com o elemento químico cobre e o elemento químico ferro apenas como forma de ilustração do processo. Mas para a realização das medidas práticas foram utilizados os elementos químicos cobre e o iodo, conforme figura 50. São elementos químicos que estão mais distanciados na tabela periódica, portanto fornecem uma melhor calibração.



Figura 50 Calibração realizada com os elementos químicos cobre e iodo.

Fonte : Acervo do autor

## 4.9 Análise de amostras

Após a configuração e a calibração do equipamento, realizaram-se algumas aquisições. A figura 51 apresenta a vista do sistema montado, pronto em operação.



Figura 51 Montagem para a realização das análises das amostras.

Fonte: Acervo do autor

Espectro sem amostra:

Realizou-se uma aquisição sem amostra para ter como parâmetro a leitura de fundo (background). A leitura de background apresentou-se elevada, conforme figura 52, devido à necessidade de uma blindagem mais efetiva da fonte radioativa em conjunto com um colimador para o detector.

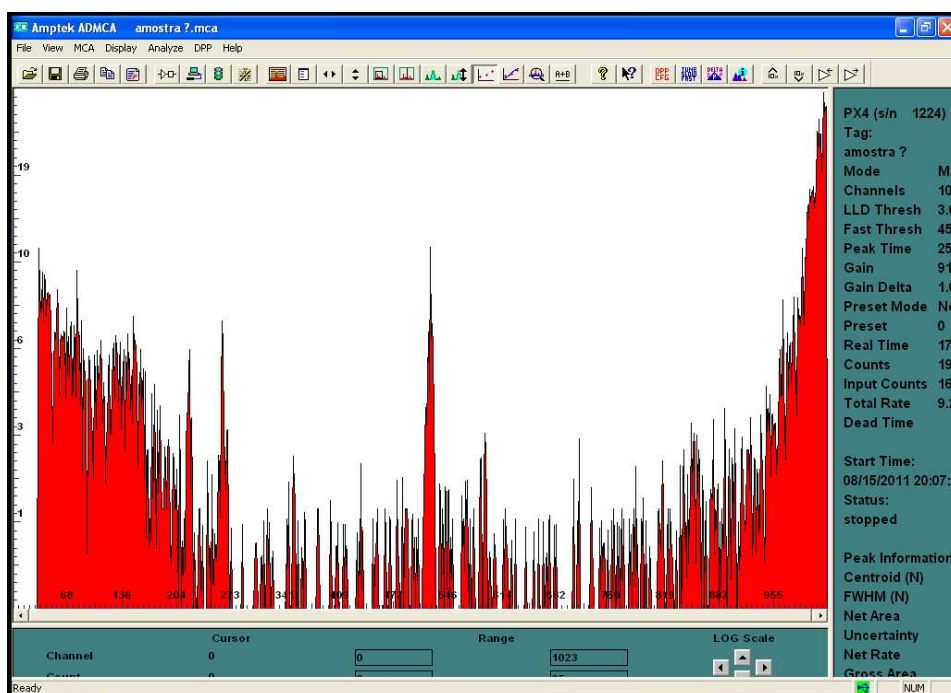


Figura 52 Espectro adquirido sem amostra para captar a leitura de fundo (background).

Fonte: Acervo do autor

Amostras utilizadas:



Figura 53 Amostras usadas na aquisição. A) Nitrato de bismuto  $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$  B) Sulfato ferroso  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  C) Sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Fonte: Acervo do autor

Com o auxílio de um gabarito de distância feito de acrílico, ajustou-se a distância entre as amostras e a extremidade da blindagem da fonte radioativa e do detector de Si(Li). A figura 53 apresenta as amostras analisadas. Na extremidade do detector de Si(Li) colocou-se uma manta de chumbo cilíndrica



de 3 mm para atenuar a energia que era captada diretamente da fonte radioativa de  $^{241}\text{Am}$ .

Para a varredura de toda as amostras dispostas sobre a mesa na configuração passo completo foi necessário que o posicionador percorresse uma distância de 10cm no eixo x, conforme mostra a figura 54. Ajustou-se o tempo de leitura total de 1h, ou seja, tempo entre cada passo de 70s. Esse tempo é inversamente proporcional à quantidade de contagem detectada pelo sistema. Tendo que ser suficiente para que o software ADMCA discrimine e compare os picos de energias (números de contagens) medidos com a base de dados presente no software.

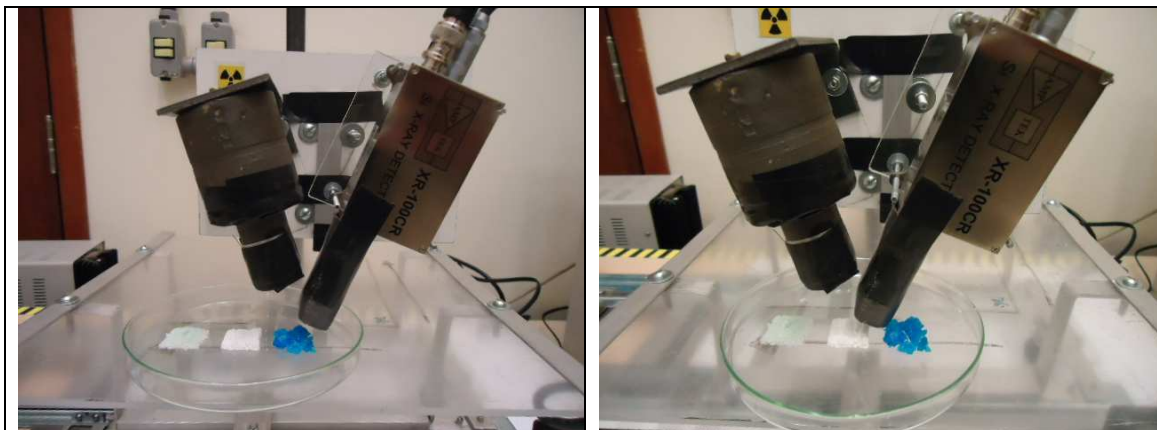


Figura 54 Varredura das amostras: a) Sufato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , b) Nitrato de Bismuto  $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$

Fonte: Acervo do autor

a) Espectro do sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ :

A figura 55 apresenta o espectro do sulfato de cobre gerado pelo sistema.

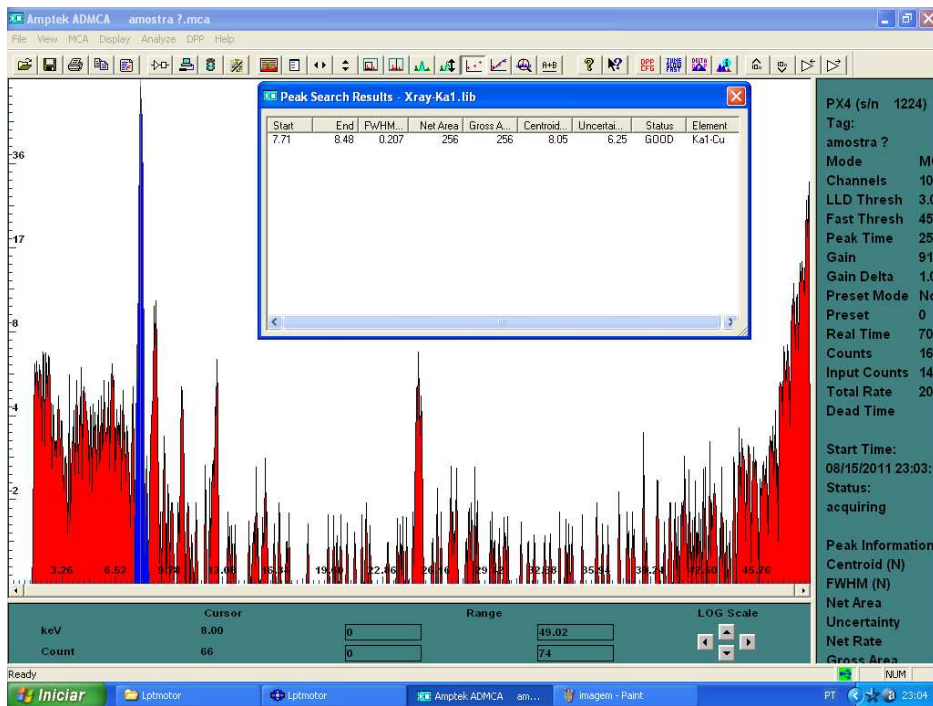


Figura 55 Espectro da análise do sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Fonte: Acervo do autor

Uso-se a biblioteca  $\text{K}\alpha_1$  do software ADMCA para análise do espectro, conforme figura 56. Observa-se a presença do cobre com grau de incerteza de 6,25%.

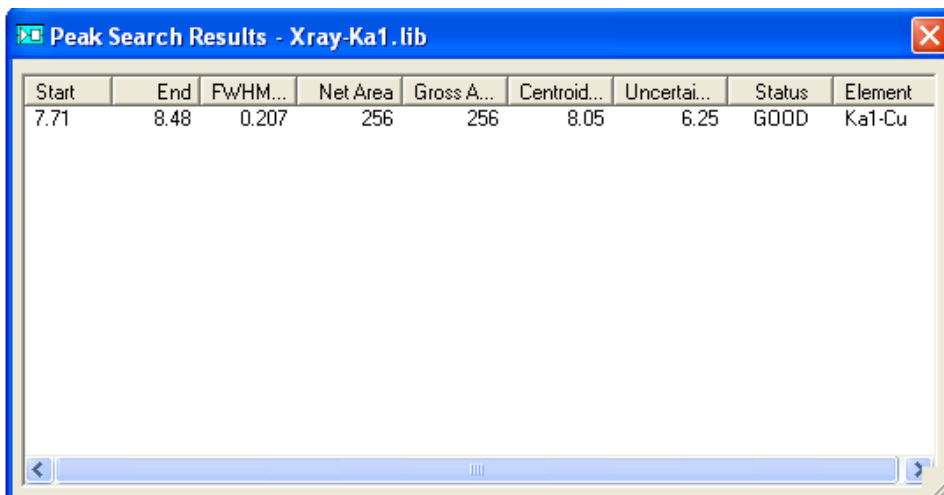


Figura 56 Resultado da análise baseado na biblioteca  $\text{K}\alpha_1$  do software ADMCA.

Fonte: Acervo do autor

b) Espectro do sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  mais Nitrato de Bismuto  $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$

A figura 57 apresenta o espectro da amostra obtido.

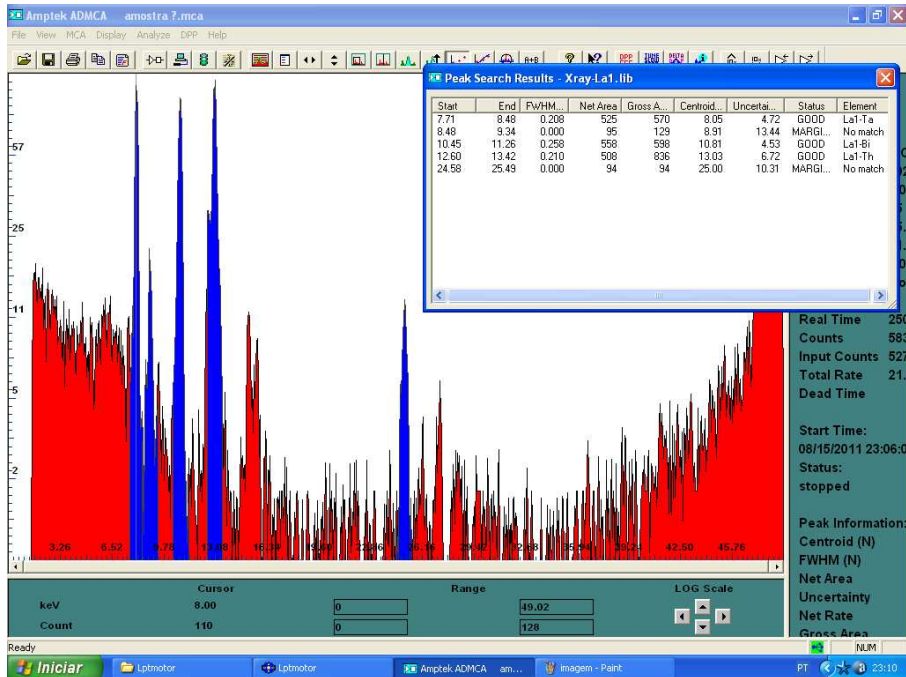


Figura 57 Espectro da análise do sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  mais Nitrato de Bismuto  $\text{Bi}_5(\text{OH})_9(\text{NO}_3)_4$

Fonte: Acervo do autor

Usa-se a biblioteca  $\text{La1}$  do software ADMCA para análise do espectro, conforme figura 58, devido os picos de  $\alpha_1=77,10 \text{ keV}$  e  $\beta_1=87,34 \text{ keV}$  do bismuto não estarem dentro da faixa de detecção da montagem. Os resultados desta análise mostraram a presença do bismuto com o menor grau de incerteza.

Start	End	FWHM...	Net Area	Gross A...	Centroid...	Uncertai...	Status	Element
7.71	8.48	0.208	525	570	8.05	4.72	GOOD	La1-Ta
8.48	9.34	0.000	95	129	8.91	13.44	MARGI...	No match
10.45	11.26	0.258	558	598	10.81	4.53	GOOD	La1-Bi
12.60	13.42	0.210	508	836	13.03	6.72	GOOD	La1-Th
24.58	25.49	0.000	94	94	25.00	10.31	MARGI...	No match

Figura 58 Resultado da análise baseado na biblioteca La1 do software ADMCA.

Fonte: Acervo do autor

## 4.10 DISCUSSÕES

A idéia principal do projeto sempre esteve voltada a um sistema simples, mas que apresente resolução e precisão suficientes para trabalhar com a espectrometria de fluorescência de raios X.

Uma das dificuldades refere-se aos elementos mecânicos. A construção da estrutura mecânica, devido ao trabalho ser artesanal. Algumas peças foram refeitas por apresentarem erros na confecção, como por exemplo, medidas incorretas, dobras fora da posição desejada, furos e cortes imperfeitos.

Na etapa de testes e ajustes ocorreram problemas relativos a vibrações mecânicas, provenientes das folgas nos trilhos do posicionador. Essas vibrações causavam distúrbios na leitura dos *encoders* ópticos. Para redução das vibrações, foi necessário acrescentar um rolamento fixo no eixo y e um rolamento, que varia no plano em todas as direções, no eixo x.

Algumas peças inicialmente projetadas com acrílico foram trocadas por madeira proporcionando uma maior rigidez e estabilidade ao posicionador.

A maior dificuldade encontrada foi na simulação do programa para o 16F877A, na transmissão de dados pela porta de comunicação serial. Mesmo exemplos prontos de configuração serial, consultados em livros não funcionaram. Achando a solução em fórum de internet.

Recomenda-se sempre usar os softwares na versão completa, sendo que as versões de experiência (shareware) possuem algumas funções desabilitadas, que nem sempre são de fácil percepção ao projetista.

A placa principal contendo o sistema de controle e de potencia necessita ser de dupla face devido ao número de conexões. Isso criou a dificuldade de confecção por meios convencionais da placa de circuito impresso, necessitando ser confeccionada por uma empresa especializada.

A elaboração do programa de interface com o usuário, desenvolvido em *Microsoft Visual Basic 2008*, não apresentou dificuldade. Optou-se por usar essa linguagem de programação por ser parecida com a linguagem C e ser bastante versátil.

Outra possibilidade e necessidade referem-se ao sistema de segurança da fonte radioativa. Apesar da fonte radioativa de  $^{241}\text{Am}$  estar acoplada

internamente a uma blindagem de chumbo, a fixação desta por parafusos momentos antes da realização da medida, pode expor o operador à radiação espalhada, tanto antes das medições, quanto durante. Portanto um sistema de blindagem de todo o sistema faz-se necessário.

Durante o desenvolvimento do projeto verificamos algumas situações que podem ser melhoradas. Ao passo que alguns notebooks não possuem mais a interface serial RS232 e apenas as portas USB. A troca da comunicação serial RS232 por uma comunicação USB, hoje totalmente possível devido o surgimento de alguns microcontrolador PIC de baixo custo apresentar esta tecnologia, aumentando a compatibilidade do posicionador bidimensional a microcomputadores portáteis.

Foram feitos testes com amostras químicas conhecidas e de números atômicos distantes entre si,  $Z=26$  e  $Z=83$  para avaliar a especificidade do detector se adequada ao protótipo. O detector de silício reconheceu adequadamente na pratica os elementos químicos utilizados.

Quanto à sensibilidade do sensor, existe a necessidade de testes diminuindo gradativamente a quantidade da amostra e analisando a confiabilidade das medidas detectadas pelo sistema.

Sendo a pericia criminal uma área onde se encontram uma variedade de amostra a serem periciadas, as amostras macro, por exemplo, relacionadas à área de explosivo e ambiental pode ser analisadas pelo protótipo.

Mesmo considerando satisfatórios os resultados, reconhecemos a necessidade de realização de mais testes tanto para correção de possíveis erros, quanto para surgimento de novas possibilidades de melhoramento de todo o projeto.

## 5. CONCLUSÃO

Através dos testes realizados, verificamos que o protótipo do posicionador bidimensional automatizado acoplado ao sistema de espectrometria de fluorescência de raios X apresentou um funcionamento satisfatório, sendo capaz de realizar medidas solicitadas de identificação de amostras com adequada rapidez e precisão.

Analisando os valores obtidos nos testes de precisão da varredura bidimensional, consideramos razoável o valor de 5% de erro de posicionamento, dependendo do tipo de percurso executado. Uma melhor colimação tanto da fonte quanto do detector deve ser futuramente investigada.

Analisando os resultados das amostras pelo método da espectrometria de fluorescência de raios X, ainda é prematuro concluirmos que o equipamento é adequado para o uso por peritos em campo, necessitando a realização de testes para definir os limites inferiores e superiores possíveis de análise.

## **6. APERFEIÇOAMENTOS FUTUROS**

O autor sugere os seguintes aperfeiçoamentos:

Testes com outras amostras conhecidas para ampliar e validar a aplicabilidade, investigação das limitações e a eficiência do sistema; aperfeiçoamento da mecânica do sistema, diminuição dos erros de precisão e as vibrações mecânicas; melhoria no sistema de colimação tanto da fonte radioativa como do detector de fluorescência de raios X evitando interferências de fótons indevidos à medida; modificação da Interface do protótipo utilizando a tecnologia USB; implantação de uma calibração quantitativa para obter a função da concentração dos metais em amostras; e por fim melhoria do sistema de proteção radiológica para todo o protótipo.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMPTTEK **ADMCA: Display and Acquisition Software**. Disponível em <<http://www.amptek.com/admca.html>> Acesso em 2011a

AMPTTEK **X-ray detector**. Disponível em <<http://www.amptek.com/pdf/xr100cr.pdf>> Acesso em: 2011e

ANJOS, M.J., LOPES, R.T., MENDONÇA DE SOUZA, S. M. F. et al. “**Investigation of a fossilized calote from Lagoa Santa, Brasil, by EDXRF**”, X-Ray Spectrometry, v.34, n.3, p.189-193, 2005.

APPOLONI, C.R., SILVA, R. M., PEREZ, C.A., et al. “**EDXRF study of Tupi-Guarani archaeological ceramics**”. Radiation Physics and Chemistry, Research b, v. 61, p. 711-712, 2004.

ARAÚJO, BARBOSA UBIRATAN DE. “**Desenvolvimento e caracterização de um sistema portátil de fluorescência de raios X**” Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Nuclear, 104p., 2008.

AVAGO. Data sheet HEDM55XX. Disponível em: <<http://www.avagotech.com/docs/AV02-1046EN>> Acesso em: março de 2011.

BRAGA, NEWTON C., “**Eletrônica Básica para Mecatrônica**”, : São Paulo: Saber ed., 2005.

CALZA, C., ANJOS, M.J., BUENO, M.IM.S. ET AL. “**XRF applications in archaeometry: analysis of marajoara pubic covers and pigments from sarcophagus cartonnage of an Egyptian mummy**”, X-ray spectrometry, v.36, n.5, p. 348-354, 2007a.

CALZA, C., ANJOS, M.J., BUENO, M.IM.S. et al., **“EDXRF analysis of Marajoara pubic covers”**, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research b, v. 263, p. 245-248, 2007c.

CALZA, C.F., **“Desenvolvimento de Sistema Portátil de Fluorescência de Raios X com Aplicações em Arqueometria.”** Tese de Doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil, 2007.

CIVICI. N. **“Analysis of Illyrian terracotta figurines of Aphrodite and other ceramic objects using EDXRF spectrometry”** X-Ray Spectrometry; v.36 p. 92-98, 2007.

FAIRCHILD. **Data sheet HEDM55XX** Disponível em: <<http://www.fairchildsemi.com/ds/TI/TIP120.pdf>> Acesso em: março de 2011.

GILVA, ALTAIR ROSSI DE JESUS, **“Uma Contribuição para o Desenvolvimento e Controle de Sistemas de Posicionamento Submicrométrico”**, Tese de Doutorado, UFSC, 194 p., Santa Catarina, Brasil, 1999.

IDA, H., KAWAI, J., **“Portable X-ray fluorescence spectrometer with a pyroelectric X-ray generator”**. X Ray Spectrometry, B v.34, p. 225-229, (2005).

JENKINS, R. ET alii – **“Quantitative x-ray Spectrometry”**. Marcel Dekker, Nova Iorque, 588 P., 1981.

KATSANOS, A. A. - X-Ray Methods. In: IAEA, ed. – **“Elemental Analysis of Biological Materials”**. Viena, IAEA, Technical Reports series n. 197, 231 p., 1980.

KELLER, C. **“The chemistry of the Actinide Elementes”**; Verlag /Chemie Gmbh, Weinhein, 1971.

LACHANCE, G.R., CLAISSE, F., “Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis: Theory and Application”, 1 ed., New York, John Willey & Sons, 1996.

MATIAS JULIANO, “**ENCODERS**”, Revista Mecatrônica Atual. Disponível em <http://www.mecatronicaatual.com.br/artigos/cnc/index.htm>. Acesso em 25 de outubro de 2010.

MESSIAS, ANTONIO ROGÉRIO “**Comunicação com a porta serial.**” Disponível em <<http://www.rogercom.com/PortaSerial/PortaSerial.htm>> Acesso em: 2011.

MICROCHIP. **Data sheet PIC16f87XX Microcontrollers (online)**. Disponível em:< <http://www.microchip.com/downloads/en/devicedoc/30292c.pdf> > acesso em: março de 2011.

MIRANDA, L.E.T., VICENTE, R “**Processo para a gestão de pára-raios radioativos no Brasil.**” Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares. Departamento de Rejeitos Radioativos. São Paulo, 1999.

NASCIMENTO FILHO, V. F. “**Técnicas analíticas nucleares na pesquisa Agropecuária: fluorescência de raios X e ativação neutrônica**”. Piracicaba: AILINGER, H. – “**Historical development and principles of total reflection X-ray fluorescence analysis (TXRF)**”. Spectrochim. Acta, 46B, 1313 p., 1991. CENA/USP,93p, 1993.

NASCIMENTO FILHO, V. F., “**Técnicas analíticas nucleares de fluorescência de Raios X por dispersão de energia (ES-XRF) e por reflexão total (TXRF)**”. Departamento de Ciências exatas ESALQ, USP, SP. Julho,1999. Disponível em <[www.cena.usp.br/apostilas/virgilio/cen-5723ed\\_xrf-txrf.doc](http://www.cena.usp.br/apostilas/virgilio/cen-5723ed_xrf-txrf.doc)> Acesso em : 2011.

ORNELAS, MARTINHO MAURÍCIO GOMES DE. **Perícia contábil.-2. Ed.-** São Paulo: Atlas, 1995.

PAPPALARDO, L., KARYDAS, A.G., KOTZAMANI, N., et al., **“Complementary use of PIXE-alpha and XRF portable systems for the non-destructive and in situ characterization of gemstones in museums”**. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section b, v. 239, p.114-121, 2005.

REGINA, ANDRADE TIRELLO, **“Princípios e aplicações de espectroscopia de fluorescência de Raios X (FRX) com instrumentação portátil para estudo de bens culturais”**. Revista CPC, São Paulo, n. 7, p. 74-98, nov. 2008/abr. 2009.

ROLDÁN, C., COLL, J., FERRERO, J. **“EDXRF analysis of blue pigments used in Valencian ceramics from the 14<sup>th</sup> century to modern times”**, Journal of Cultural Heritage, v. 7, p. 134-138, 2006.

SOUZA, DAVID JOSÉ DE. **“Conectando o PIC – Recursos Avançados”**. São Paulo: Érica, 3 ed., 2003.

ZIEGLER, C. A. **“Application of Low Energy X- and Gamma-Rays”**. Nova Iorque, Gordon and Breach, 463 p., 1971.

ZUCCHI, O. L. A. D. **“Caracterização qualitativa e quantitativa de elementos, pela técnica de fluorescência de raios X, em suplementos minerais para animais”**. Tese, IPEN/CNEN - USP, 175 p. 1994.

## 8. BIBLIOGRAFIA

AMPTEK **Operating manual XR-100CR x-ray detector & preamplifier** . Disponível em : <<http://amptek.com/xr100cr.html>Revision> Acesso em: 2011d.

AMPTEK **Digital Pulse Processor**. Disponível em <<http://www.amptek.com/pdf/dp4.Pdf>> Acesso em: 2011b

AMPTEK **K and L Emission Line Lookup Chart**. Disponível em<<http://www.amptek.com/pdf/xraychrt.pdf> >. Acesso em: 2011c.

ANDRADE, D. A., "**Uma contribuição à análise do Comportamento dos motores de passo**", Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG. Brasil. 161 p. ,1988.

ANJOS, M.J., "**Análise de Solos Agrícolas por Fluorescência de Raios-x por Dispersão em Energia.**" Tese de Doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2000.

BRAGA, NEWTON C. **Motores de passo**. Mecatrônica Fácil, São Paulo, v. 2, n. 7, p. 58-63, nov/dez. 2002.

CALZA, C., ANJOS, M.J., BRANCAGLION, A., MENDOUÇA DE SOUZA, S., et al., "**Fluorescência de Raios x aplicada à Arqueometria**", Revista Brasileira de Arqueometria, Reustauração e Conservação". v.1, n. 6, p. 338-34, 2007d.

CALZA, C., ANJOS, M.J., MENDONÇA DE SOUZA, S.M.F. et al. "**X-Ray Microfluorescence analysis of pigments in decorative paintings from sarcophagus cartonnage of an Egyptian mummy**", Nuclear Instrument and Methods in Physics Research b v.263, p.249-252, 2007b.

DANTAS, ELIZABETH SONOCIA KEIKO; **"Introdução à Absorção Atômica."** Curso IPEN, São Paulo, 1995.

FERRETTI, MARCO. **"Nuclear Instruments and Methods in Physics"**, Research B, v. 226, p. 453- 460, 2004.

GOMES, CELSO B. **"Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia. Pró-Minério."** Editora Edgard Blucher, São Paulo, 1983.

IAEA - **Radioisotope X-ray fluorescence Spectro-metry.** Viena, Internacional Atomic Energy Agency, Technical Reports series n.115, 102 p., 1970.

LIU, N.; LOU, S.; YANG, Y.; JIN, J.; LIAO, J. **"Biosorption of americium-241 by *Saccharomyces cerevisiae*."** Journal of Radionalytical and Nuclear Chemistry, v. 252, n.1, p. 187-191, 2002.

PAPADOPOULOU, D.N, et al. **"Development and optimisation of a portable micro-XRF for in Situ multi-element analysis of ancient ceramics"**. Talanta, v.68, p.1692-1699, 2006.

PEREIRA, FÁBIO, **"Microcontroladores PIC: Programação em C"**. São Paulo, Érica, 2003.

**Quick Start with CCS C Compiler for Microchip PICmicro® MCUs.** CCS Inc. USA, 2003. Disponível em: <<http://www.ccsinfo.com/quickstart.zip>>, Acesso em: 2011.

SKOOG, D. A.; LEARY, J. J. LINDGREN, E. S. **"X-ray Fluorescence Analysis: Energy Dispersive.** Encyclopedia of Analytical Chemistry: Applications, Theory and Instrumentation", Edited by Robert A. Meyers, John Wiley & Sons Ltd., 2000.

## 9. Anexos

### Anexo 1 - Os ícones da barra de ferramentas do programa ADMCA

	Abrir arquivo
	Salvar arquivo
	Imprimir
	Copiar
	Modificar
	Configuração da aquisição
	Conectar / Desconectar o PX4
	Iniciar / parar a aquisição de dados
	Deletar dados e resetar o tempo de aquisição
	Mostrar lista de espectro
	Mostrar na tela toda escala horizontal
	Mostrar na tela toda escala vertical
	Zoom de uma área específica
	Centralizar
	Definir região de interesse
	Editar região de interesse
	Habilitar / desabilitar calibração
	Configurar calibração
	Localização de pico
	Formula
	Abrir parâmetros de análise fundamental
	Informação
	Ajuda
	Envia a atual configuração de hardware para o PX4
	Alterna entre lento/ rápido thresholds
	Alterna modo MCA/DELTA
	Mostrar configuração atual
	Multiplicador DELTA por 10
	Divide DELTA por 10
	Atenua o ganho de DELTA
	Aumenta o ganho de DELTA

Fonte: (AMPTEK, 2011a)