

Nº 2, dezembro 1998, p.1-8

## PROCEDIMENTO PARA CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO DE RAIOS X SEIFERT-FPM/XRD-7

Edla Maria Bezerra Lima <sup>1</sup>

O trabalho de calibração semestral é essencial ao processo de manutenção do equipamento de raios X SEIFERT-FPM/XRD-7 e fator de qualidade dos dados gerados. Portanto, este procedimento deve ser executado não somente de seis em seis meses, mas, também, quando houver variações de posições dos valores dos picos da varredura do padrão de correção do equipamento (silício) e/ou quando houver mudanças dos valores prefixados para as condições de operação.

A realização dessa atividade pelos profissionais do setor de mineralogia significa uma economia de duas ou mais visitas do técnico por ano para calibragem (norma de manutenção) ou por situações especiais (troca de tubo, variações de condições do equipamento etc.)

Esta instrução técnica foi obtida durante o treinamento e revisada, posteriormente, pelo engenheiro Luiz Fernando Martins Gonçalves, responsável pela assistência técnica do equipamento, através da empresa Raytec Assessoria Técnica S/C Ltda.

Para a execução desse processo, o técnico deve se municiar de ferramentas que se encontram na caixa de acessórios do equipamento:

- fenda 0,03 (corpo metálico retangular prateado);
- fenda ½ (corpo metálico circular dourado);
- padrão de silício;
- atenuador de níquel; e
- chave de fenda pequena (4mm).

### 1 CAPACITAR E LIGAR O EQUIPAMENTO DE RAIOS X

Ligar o equipamento seguindo o manual.

Após o equipamento ser ligado, acionar, por meio das setas de deslocamento, o comando **Start** e colocar as seguintes condições: **V = 20** e **A = 10**.

Instalar a fenda marcada ½ (corpo circular dourado) no suporte de amostra manual (local onde colocamos a lâmina), orientando a marcação (ponto preto) para o tubo (igual à orientação da lâmina).

<sup>1</sup> Geóloga, M.Sc., Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1.024, CEP 22460-000, Jardim Botânico, Rio de Janeiro, RJ.

Colocar o atenuador de níquel, deslocando, para isto, o detector até a posição de  $80^\circ$  (somente neste valor angular é que o operador tem acesso ao suporte de fendas). Esta operação é executada por meio do comando **Goniômetro**, subcomando **Angle**, onde digita-se  $2\theta = 80^\circ$ . Nesta posição, retirar a fenda 3,05 e colocar o atenuador de níquel.

Desligar o detector no comando **Channel**, subcomando **H.Voltage Off**, acionando a tecla **Enter**. Após esta operação, desconectar, desaparafusando, o detector do monocromador e, posteriormente, retirar o monocromador.

Reconectar o detector, aparafusando-o ao suporte de fendas.

Retirar a fenda 0,92 do detector e trocar pela 0,03.

A fenda do tubo permanece na posição 1.

Girar o disco de filtro até fazer a posição **V** coincidir com a marcação (ponto preto) situada na face frontal do tubo de raios X, correspondendo à utilização do filtro de Ni.

Fechar a porta.

Religar o detector no comando **Channel**, subcomando **Start**, teclar **Enter**.

## 2 CALIBRANDO O GONIÔMETRO

Seguir para o comando **Goniometer**, subcomando **Adjust**.

Aparecerá um quadro azul com dados. Após esta seqüência, teclar **Enter**.

Após o aparecimento de uma mensagem em vermelho, teclar **Y + Enter**.

Aparecerá um gráfico com a inscrição "APX/Automatic Adjustment" (Figura 1).

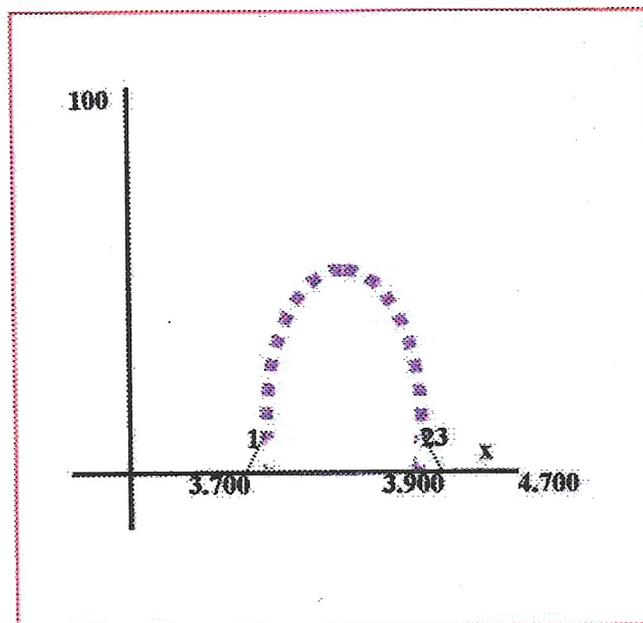


FIGURA 1. "APX/Automatic Adjustment" - calibrando o goniômetro.

**Nota:** na posição **X** do gráfico da Figura 1, teclar **Esc**, porque já se formou o pico de interesse.

Comun. Téc. CNPS, n.2, dezembro 1998, p.3

Colocar no subcomando **Fitt. Points**.

Contar os pontos da curva do gráfico "APX/Automatic Adjustment" (Figura1). No exemplo, obteve-se 23.

**Nota:** a contagem deve dar sempre número ímpar.

Alterar os valores numéricos do subcomando **Fitt. Points**, utilizando as teclas F5 (para subir) e F6 (para abaixar) até chegar ao valor 23.

Selecionar **Calc. Maximum**, teclar **Enter**.

**Nota:** o pico não aparecendo, posicionar em **REPEAT + 1** e teclar **Enter**.

Na parte superior ler o valor de **DEL 20**; por exemplo: 4.200.

### 3 AJUSTE DO TROCADOR DE FENDAS

Selecionar o comando **Quit Maximum**, teclar **Enter**.

Quando aparecer a mensagem "Start of measurement. Are you sure?", teclar **Y + Enter**.

Forma-se um novo gráfico (Figura 2).

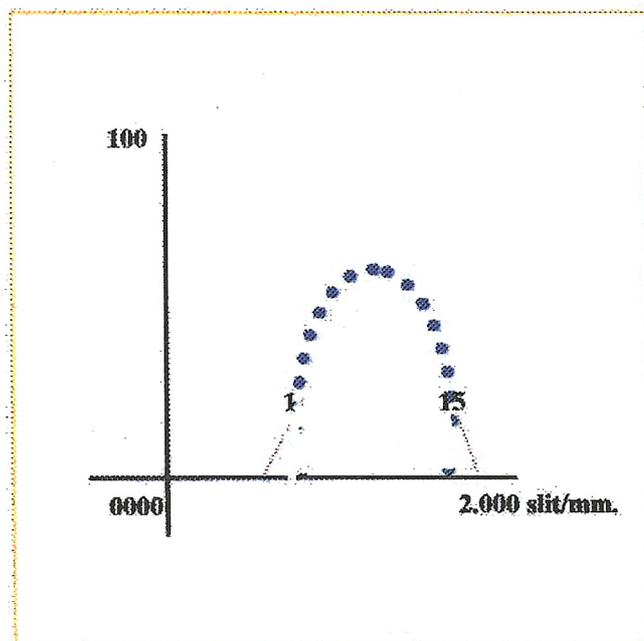


FIGURA 2. Ajuste do trocador de fendas.

**Nota:** neste exemplo, o gráfico da Figura 2 demonstra que o pico foi formado com 15 pontos.

Posicionar no comando **Fitt. Points** e contar o número de pontos que formam o pico no gráfico (Figura 2), da base esquerda à base direita do gráfico.

Teclar **F5** e transcrever o número de pontos obtidos. Na Figura 2, por exemplo, é 15.

Teclar **Enter** no comando **Calc. Maximum**.

Na lacuna **Del. Slit**, ler e anotar o valor; por exemplo: 1.393.

**Nota:** este valor foi o obtido na última calibração e é fornecido pelo software de calibração.

#### 4 AJUSTE DE ÔMEGA ( $\Omega$ ) OU DO PORTA-AMOSTRA

A execução deste ajuste requer que se troquem os seguintes itens: a fenda do detector de 0,03 para 0,15 e a fenda do porta-amostra (local onde se coloca a lâmina) para 3 (dourada gorda e com o ponto preto voltado para o tubo).

*Nota:* para a troca da fenda do detector, repetir o procedimento descrito no 4º parágrafo do item 2.

No comando **Quit Maximum**, teclar **Enter**.

Quando aparecer a mensagem "Start of measurement of  $\Omega$  scan", teclar **Y + Enter**.

Aparecerá o gráfico da Figura 3.

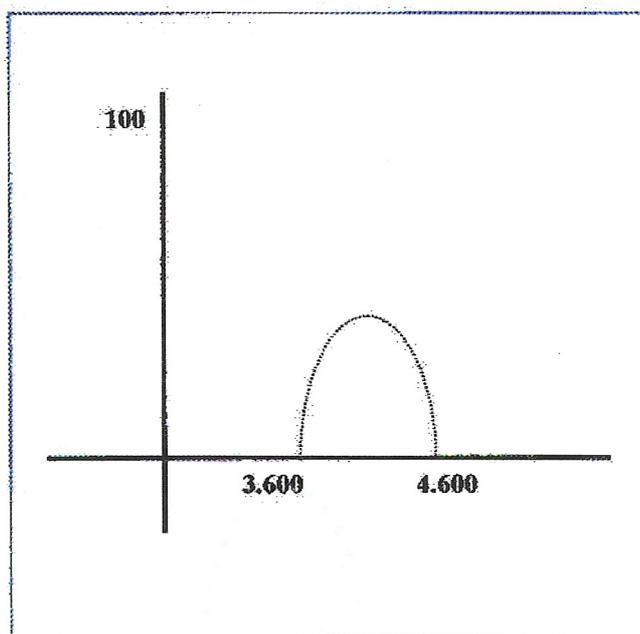


FIGURA 3. Ajuste do porta-amostra.

*Nota:* caso não ocorra um pico neste estágio, ou ocorra um pico malfeito, rejeitar os dados e teclar **Esc**, refazendo todo o roteiro, iniciando por trocar as fendas segundo o procedimento descrito no 4º parágrafo do item 2. Posteriormente, acionar o comando **Goniometer**, subcomando **Synchronon**, e as teclas **Alt + S**.

Acionar o comando **Adjust**, subcomando **Calc. Max**. Contar os pontos.

Seguir para o subcomando **Fitt. Points**, utilizar a tecla **F5** para posicionar o valor dos pontos contados.

Seguir para o comando **Quit Maximum**, teclar **Y + Enter**.

#### 5 CORREÇÃO DO DETECTOR

Capacitar o equipamento com o padrão de silício; recolocar as fendas 0,92 no detector e 3,05 na entrada e a voltagem e a amperagem nas condições de trabalho (40V e 30A).

Acionar o comando **Goniometer**, subcomando **Angle**, conferindo a  $2\theta$  o valor de **28,44** e teclar **Enter**.

*Nota:* fazer um teste para ver se o equipamento trabalha com a fenda da saída do tubo na posição 1 ou 2.

- Se o equipamento já está na posição 1, dar seqüência ao roteiro e, a seguir, anotar o valor.

No comando **Channel**, subcomando **Rate**, teclar **Enter**, gerando um valor. Se este valor for, por exemplo,  $\cong 500\text{cps}$ , teclar **Esc** (primeira seqüência já realizada). Neste caso foi acionada a tecla **Esc** porque o valor obtido ficou aquém da faixa de trabalho do detector.

- Se o equipamento está na posição 2:

No comando **Slit and Sample**, teclar **Enter**, subcomando **Channel**, subcomando **Rate**, teclar **Enter**, gerando um valor, por exemplo, de  $\cong 6.000\text{cps}$ .

**Nota:** o detector trabalha até 25.000cps; em caso de valor maior, proceder a mudança de fendas ou diminuir a potência (menor voltagem ou menor amperagem).

Escolher a posição 2 - **Slit 2**.

Selecionar o comando **Check Channel**, teclar **Enter**.

## 6 LEVANTAMENTO DA CURVA DE TRABALHO DO DETECTOR

No comando **H. V. Analysis**, teclar **Enter**.

Acionar o comando **Start Measurement**, teclar **Enter**. Um gráfico semelhante ao da Figura 4 será formado.

**Nota:** é bom repetir a leitura.

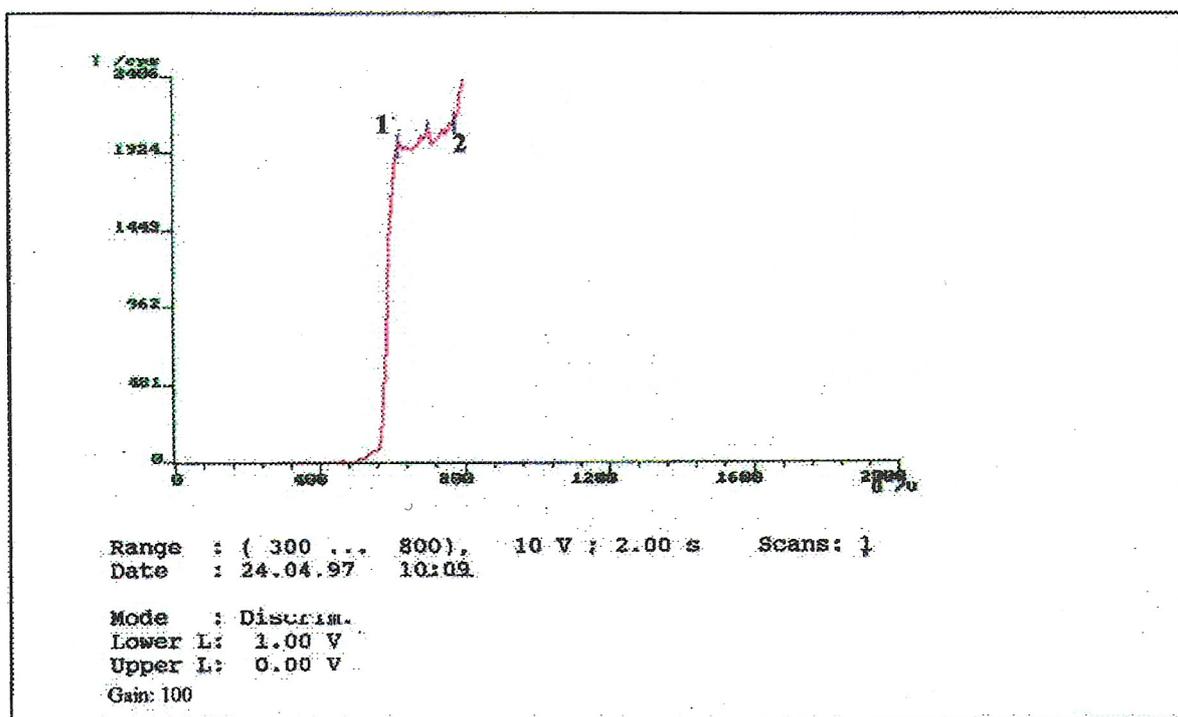


FIGURA 4. Curva de trabalho do detector.

**Nota:** no intervalo compreendido entre os números 1 e 2 (Figura 4), varia-se a tensão para se obter o pico a 5V.

Acionar o comando **Cursor**, teclar **Enter**; marcar os pontos de mínimo e máximo e calcular o ponto médio, ou 1/3 de sua largura, posicionando o cursor sobre um dos pontos calculados, teclar **Enter**. Por

exemplo, interceptando o eixo U/V com o cursor na Figura 4, encontrou-se o valor de **U690V**; caso não seja possível encontrar um ponto definido, colocar o mais próximo, para menos.

No comando **Set. High Voltage**, teclar **Enter** e novamente teclar **Enter**.

*Nota:* checar se este valor está correto.

## 7 VERIFICAÇÃO DA TENSÃO DE TRABALHO

Acionar o comando **P.H. Analysis**, teclar **Enter**, selecionar o comando **Start Measurement** e teclar **Enter**.

Deixar que o equipamento, pelo gráfico, defina a curva (Figura 5).

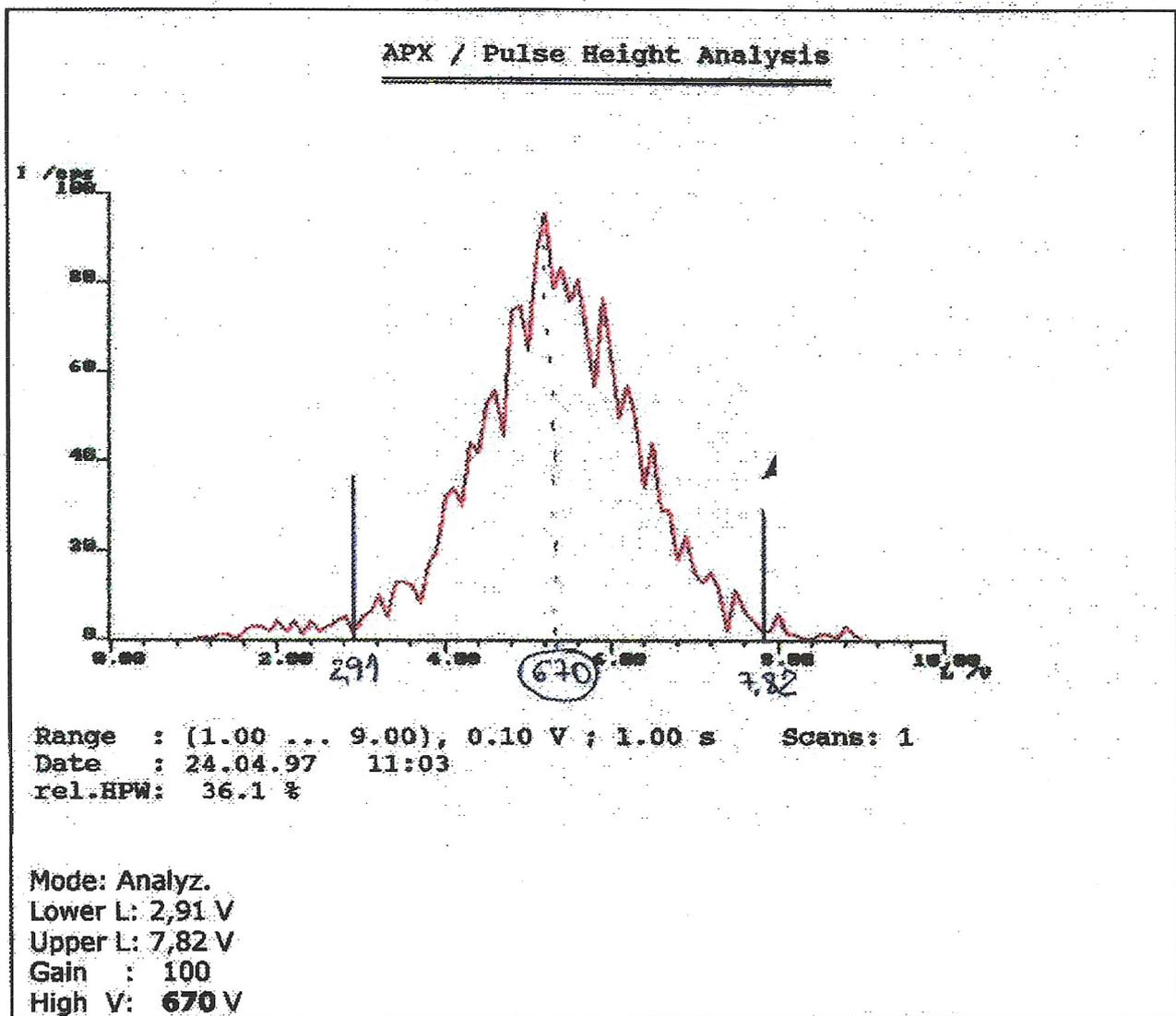


FIGURA 5. APX / Pulse Height Analysis.

*Nota:* na Figura 5, os valores de "Lower L" e "Upper L" são obtidos pela marcação do cursor, pela limitação da base da curva de trabalho do detector. O valor de "High V" (voltagem) é estipulado pelo operador, de forma que o pico coincida com a posição de 5V, por exemplo: 680, 660 e 670.

Comun. Téc. CNPS, n.2, dezembro 1998, p.7

No subcomando **Cursor**, teclar **Enter**, localizar com os cursores azuis o pico do gráfico e ler o dado obtido neste item, por exemplo: **L6,60V**.

**Nota:** este resultado não é bom porque a eletrônica está configurada para trabalhar em 5V, então:

No comando **Edit. Parameter**, subcomando **High Voltage**, diminuir para 670, teclar **Enter**, subcomando **Start Measurement**, teclar **Enter**, repetir o gráfico, teclar **Esc**, teclar **Esc** (mensagem abortada), teclar **Esc**, selecionar subcomando **Cursor**, localizar o valor máximo do gráfico e, ao ler **L5,00V**, teclar **OK**.

**Nota:** com isto define-se que esta, **670V**, é a tensão do detector.

## 8 AJUSTAR OS NÍVEIS INFERIORES E SUPERIORES ("LOW" E "UPPER LEVEL")

Há duas maneiras de se ajustarem os valores dos níveis: projetando-se no eixo horizontal os pontos de interseção da curva com uma linha que a corta na meia-altura do pico ( $CPS_{m\acute{a}x}/2$ ) ou a 1/3 da altura do pico ( $CPS_{m\acute{a}x}/3$ ), conforme representado na Figura 6.

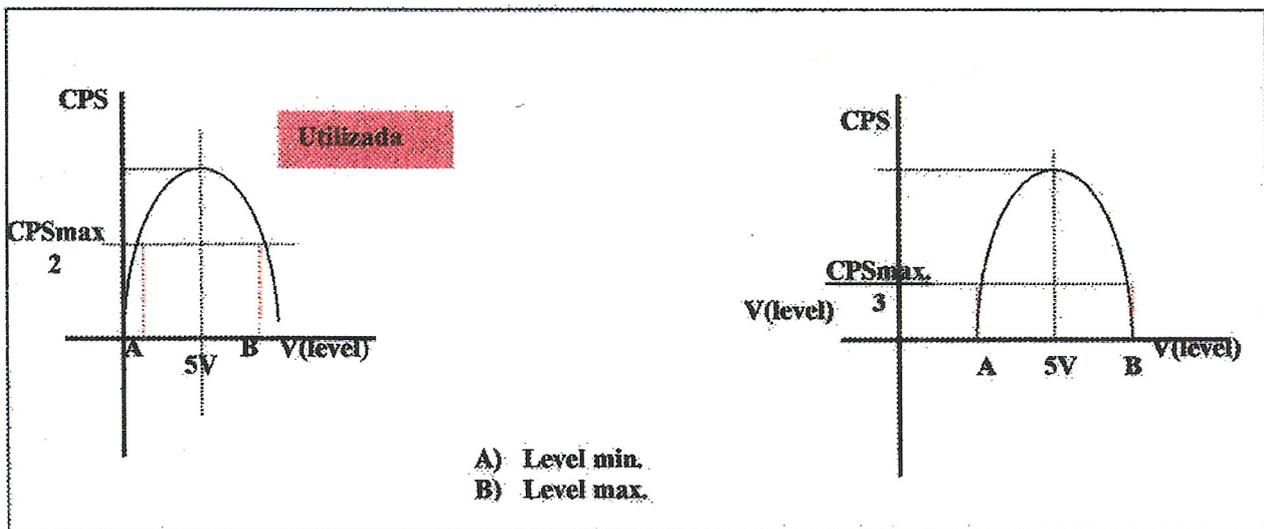


FIGURA 6. Ajuste dos níveis inferiores e superiores.

**Nota:** na Figura 6, o gráfico da direita, opção  $CPS_{m\acute{a}x}/2$ , representa a opção aplicada para ajuste do equipamento em 24/11/98.

No comando **Cursor**, já acionado, teclar **Enter**, acionar subcomando **Set Levels**, teclar **Enter**, ajustar o processo com o auxílio das setas do teclado. Realizar o processo primeiramente para um lado, acionando **F2**, e depois para o outro. Teclar **Enter**, no subcomando **Exit** teclar **Enter**, teclar **Y + Enter**.

## 9 AJUSTE DO MONOCROMADOR

Desligar o detector.

Retirar o filtro, ou seja, colocar a posição **Fe** voltada para o operador (ponto preto marcado no tubo de raios X), mantendo no porta-amostra o padrão de silício.

No monocromador, caso o tubo seja mudado, modificar a regulagem interna de **Cu** para **Co**, **Fe** etc., utilizando o afrouxamento do parafuso (uso de uma chave de fenda), colocando-o na posição de interesse e fixando-o. Alinhá-lo na linha do tubo de interesse.

**Nota 1:** para tubo de **Co**, usa-se filtro de **Fe**; para tubo de **Fe**, usa-se filtro de **Mn**; e, para tubo de **Cu**, usa-se filtro de **Ni**.

**Nota 2:** utilizando-se o monocromador não se usa nenhum filtro; porém, se usá-lo, continuar com o ajuste deste componente em relação ao tubo de raios X de trabalho, ou seja, após reposicionar o alinhamento em relação ao tubo de interesse, procurar uma outra seqüência de referência de tubos, situada à frente destes, e reposicionar a outra ranhura proporcionalmente ao tubo de interesse.

## 10 AJUSTE FINO DO MONOCROMADOR

Colocar  $2\theta$  e  $\Omega$  posicionados em um pico.

Manter o padrão de silício no porta-amostras.

Desligar o detector.

Acionar o comando **Channel**, subcomando **Rate** e executar testes, ou seja, no monocromador, desapertar um parafuso e, proporcionalmente, no lado oposto, apertar o outro. Realizar este processo até que os dados fornecidos no subcomando **Rate** (por exemplo: 1.800) comecem a diminuir.

Ajustar os parafusos e, a cada operação destas, acionar o subcomando **Rate** e teclar **Enter**, até obter, por exemplo, 1.400.

Tiragem: 200 exemplares



*Produção editorial*

*Embrapa Solos*

*Área de Comunicação e Negócios Tecnológicos (ACN)*