

Objectivos do projecto

Os objectivos principais do projecto são: 1) dotar a microsonda nuclear do ITN com uma estação analítica experimental de microfeixe externo, com varrimento, capaz de produzir espectros e mapas contendo informação estrutural e de composição do objecto de análise, com resolução espacial lateral de até $50 \times 50 \mu\text{m}^2$, a partir das técnicas de análise por feixes de iões, em particular as espectrometrias de Emissão de Raios-X Induzida por Partículas (PIXE, Particle Induced X-ray Emission), e de Retrodispersão de Rutherford (RBS, Rutherford Backscattering Spectrometry) e a Luminescência Induzida por Feixes de Iões (IBIL, Ion Beam Induced Luminescence). 2) A demonstração da aplicação à resolução de problemas relacionados com a preservação e estudo de Bens do Património Cultural, em particular nos domínios das Ciências dos Materiais Histórico-Artísticos.

O projecto tem ainda como objectivos subsequentes a divulgação pelas entidades potencialmente interessadas – em particular museus, Universidades e outras instituições nas áreas das Ciências do Património Cultural, Arqueometria e Conservação e Restauro, nomeadamente o IMC, Instituto dos Museus e da Conservação – e a posterior captação e estabelecimento de trabalhos de colaboração, em projectos, parcerias, e/ou em resposta a solicitações externas, para aplicação à resolução de problemas nos domínios referidos.

Descrição da actividade desenvolvida

A. Actividade

Resumem-se as actividades técnicas e científicas desenvolvidas no contexto do projecto, respeitando aproximadamente a sua cronologia. Estas não incluem as acções de recrutamento, treino e acompanhamento da colaboradora contratada no âmbito do projecto, cujo envolvimento nas actividades descritas tem sido integral.

Revisão e pesquisa bibliográfica para estudo e discussão das soluções adoptadas em laboratórios congéneres (nomeadamente em laboratórios de referência como o AGLAE, *Accélérateurs Grand Louvre d'Analyse Élémentaire*, do C2RMF, *Centre de Recherches et de Restauration des Musées de France*, no Museu do Louvre, em Paris, e o LABEC, *Laboratorio di Tecniche Nucleari Applicate ai Beni Culturali*, do INFN, o *Istituto Nazionale di Fisica Nucleare*, em Florença), e concepção das soluções técnicas mais adequadas ao caso em apreço, mantendo em perspectiva a qualidade pretendida e os custos envolvidos.

Estudo das configurações e dimensões possíveis para montagem dos componentes da estação terminal de feixe externo, face à avaliação do espaço físico, obstáculos fixos e disposição material da microsonda nuclear do ITN (*Instituto Tecnológico e Nuclear*).

Planeamento, projecto e desenho das secções de extracção do feixe, colocação e posicionamento de detectores, e do sistema de ejeção de hélio no volume de propagação externa do feixe.

Testes preliminares de alinhamento, transmissão e focagem de feixe com a ponteira de extracção projectada e janelas em filme de policarbonato (com $6,3 \mu\text{m}$ de espessura), obtendo-se um feixe externo com dimensão transversal inferior a $400 \mu\text{m}$ ao ar.

Em consequência dos testes: 1) ficou definitivamente estabelecida a opção pela utilização de janelas de extracção de feixe em Si_3N_4 , com espessura de 100 nm e $1 \times 1 \text{ mm}^2$ de área útil, como necessária para conseguir-se a resolução pretendida; 2) concepção e execução

de nova ponteira de extracção de feixe, com colocação e ajuste por deslizamento e contacto, com centragem e fecho de vácuo por esmagamento de dois anéis de elastómero. A colocação das janelas de transmissão de feixe é feita por aposição externa e colagem, de forma mais simples, reproduzível, segura e robusta com auxílio de equipamento concebido para o efeito. A nova geometria permite maior proximidade da amostra à saída de feixe e aos detectores, menores perdas de energia e melhor resolução. Foram fabricadas três ponteiras do novo modelo, de modo a garantir uma troca rápida em caso de danos ou ruptura na janela de extracção.

Concepção e estabelecimento do conceito de posicionamento de precisão do alvo na posição de irradiação por meio de uma mira laser – realizado pela observação da convergência de duplo feixe laser na posição de irradiação, usando uma micro câmara de imagem – em montagem solidária com a ponteira de extracção do feixe.

Seleção e aquisição de materiais e equipamentos para construção e montagem dos componentes dos sistemas referidos.

Aquisição de membranas em Si_3N_4 , com 100 nm de espessura e $1 \times 1 \text{ mm}^2$ de área útil, em caixilho de Si com 0,2 mm de espessura e 3 mm de diâmetro para utilização como janela de extracção de feixe.

Montagem das secções de extracção do feixe, colocação e teste das janelas, testes da capacidade de isolamento de vácuo e resistência mecânica, estática e sob irradiação em condições de extracção de feixe, com e sem varrimento.

Extracção de feixe e determinação da sua extensão espacial – dimensões transversais (*fwhm*) – em condições de funcionamento normal da microssonda nuclear: $75 \times 70 \mu\text{m}^2$ ao ar, $65 \times 60 \mu\text{m}^2$ sob fluxo de He, na posição de análise, a 3 mm de distância da janela de extracção do feixe.

Obtenção dos primeiros espectros de raios-X e de partículas, de uma grelha calibrada, em Cu, em atmosfera normal e sob fluxo de He, em modo estático e com varrimento do feixe para determinação de resolução no alvo.

Elaboração e apresentação do trabalho "External microbeam end-station at ITN nuclear microprobe", na forma de painel, na conferência "ICNMTA 2006, 10TH International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications".

Aquisição e teste de dois lasers de classe II (c.d.o. 635 nm) e mini câmara de captura de imagem para visualização e referência nos alinhamentos com feixe e posicionamento dos alvos.

Aquisição e teste de dois detectores de partículas, de Si do tipo PIPS, e incorporação de um detector de raios-X do tipo SDD, com capacidade para elevadas taxas de contagens sem degradação de resolução, e respectiva electrónica.

Aquisição e teste de dois caudalímetros, tubos de fluxo e um manómetro redutor para o sistema de inundação de He no volume de transporte externo de feixe e de radiação, e revisão da concepção do sistema.

Consultas prospectivas de avaliação das opções de aquisição de sistemas completos vs. aquisição de componentes separados, para realização do sistema de posicionamento – mesa XYZ – dos objectos a analisar.

Aquisição de dois patins e calhas de deslizamento, aquisição de uma coluna elevadora, motorizada Movoact, e uma mesa Newport, com deslocação XYZ micrométrica, para realização do sistema de suporte e posicionamento de amostras.

Aquisição de motores passo-a-passo para movimentação da mesa XYZ sob controle de computador.

Testes com amostras de composição conhecida: demonstração de fase operacional robusta, pela capacidade de estabelecimento, de forma reprodutível e rotineira, sob condições de funcionamento normal, de um microfeixe com dimensões transversais inferiores a $75 \times 70 \mu\text{m}^2$, ao ar, em modo estático ou com varrimento.

Elaboração e apresentação da comunicação oral "External micro PIXE/RBS analysis at ITN" na conferência "Technart 2007, Non-destructive and microanalytical techniques in Art and Cultural Heritage research".

Estabelecimento de contacto com o Museu Municipal de Arqueologia da Amadora, e lançamento de estudo de um conjunto de vidros romanos provenientes do espólio desse museu, com o objectivo de testar o sistema com objectos de estudo reais, dos contextos histórico e artístico, e obtenção dos primeiros resultados de utilidade nesses contextos. O estado de conservação dos vidros – recuperados do sítio arqueológico da *villa* romana da Quinta da Bolacha, no concelho da Amadora, e pertencentes a contextos referentes a diferentes épocas de ocupação – desaconselhava a análise em vácuo, apresentando-se a utilização do feixe externo como a opção mais adequada para o seu estudo.

Elaboração e apresentação do trabalho "External beam analysis of Roman glasses", na forma de painel, na conferência "PIXE 2007, 11TH International Conference on Particle Induced X-Ray Emission and its Analytical Applications".

Elaboração e apresentação da comunicação oral "The New External Microbeam Facility" na *workshop* "NTAIB 2008, Workshop on New Trends and Applications of Ion Beams".

Elaboração e do trabalho "Probing Roman Glasses with an External Beam", propostto e aceite para apresentação na forma de painel, na conferência "ICNMTA 2008, 11TH International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications".

Estas actividades, com fotografias de peças, equipamentos e sistemas desenvolvidos e montados, encontram-se descritas e documentadas nos relatórios de progresso de execução material que se anexam, secções 1 a 3.

Neste período efectuaram-se três missões de visita a laboratórios congéneres para discussão de questões e soluções técnicas, actividades documentadas nos respectivos relatórios que se anexam:

- ✓ CNA – *Centro Nacional de Aceleradores*, Sevilha, Espanha. Discutiram-se em particular os problemas de alinhamento do sistema, focagem e medição de carga (em anexo, documento 1).
- ✓ AGLAE – *Accélérateur Grand Louvre pour l'Analyse Élémentaire*, Paris, França. Para além da discussão de questões técnicas de funcionamento do sistema, foi prestado apoio a uma equipa de duas investigadoras, do Dep. de Conservação e Restauro da UNL e do Dep. de Química e Bioquímica da FC-UL, na utilização de tempo de feixe de microsonda nuclear atribuído no âmbito do programa EU-ARTECH (Access, Research and Technology for the Conservation of The European Cultural Heritage), para o estudo "Analysis of archaeological philigrane glass from the Monastery of Sta. Clara-a-Velha, Coimbra (Portugal)" (em anexo, documento 2).
- ✓ LABEC – *Laboratorio di Tecniche Nucleari Applicate ai Beni Culturali*, do Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, Florença, Itália. Foram discutidos, em

particular, os problemas de alinhamento e focagem do feixe, medição de carga e suporte dos objectos a analisar. Discutiram-se ainda configurações de extracção de feixe, sistemas de detectores e de injeção de hélio (em anexo, documento 3).

B. Anexos – Relatórios de progresso na execução material, técnica e científica

Secção 1 – Progresso na execução material, técnica e científica 1º ano

1.1 – Resumo dos trabalhos desenvolvidos

Estudo do espaço físico, obstáculos, disposição, e dimensões possíveis para montagem dos componentes da estação terminal de feixe externo.

Discussão de geometria e desenho a adoptar para a cabeça de extracção do feixe e montagem da janela de transmissão do feixe.

Seleccção de materiais para primeiros testes de transmissão de feixe, avaliação da qualidade e dimensões do feixe.

Aquisição de matérias-primas, consumíveis e equipamento.

Projecto e desenho vectorial assistido por computador das componentes do final de linha do sistema de feixe externo:

- Flange de ligação à câmara de vácuo
- Canal de saída de feixe
- Porta-janelas de saída de feixe
- Suportes estruturais para detectores de raios-X e de partículas e saídas de hélio.

Execução e montagem das peças mecânicas elaboradas e primeiros testes com feixe externo ao ar, com avaliação das capacidades de focagem.

1.2 – Detalhe

O projecto foi iniciado efectuando uma pesquisa bibliográfica para estudar as diferentes soluções adoptadas em outros laboratórios (nomeadamente em laboratórios de referência como os do Louvre, Firenze e da Universidade de Surrey) e escolher, em termos do binómio eficiência-custo, a solução mais adequada ao caso em apreço.

Foram projectadas, desenhadas e construídas várias peças mecânicas para implementar a instalação experimental existente de modo a poder funcionar com um feixe externo. Nomeadamente foram produzidos: adaptador de ligação à câmara de vácuo; peça de fixação das janelas para feixe externo; suportes estruturais para fixação e alinhamento de detectores de radiação (fotografias destas peças podem ser encontradas em anexo).

Como meio de separação vácuo/atmosfera e de transmissão de feixe, foram seleccionadas e adquiridas janelas finas de nitreto de silício (100 nm). Por atraso dos fornecedores, estas membranas ainda não puderam ser utilizadas. Em alternativa, foram montadas e testadas janelas de Mylar de 6,3 µm de espessura, e efectuadas as primeiras experiências de alinhamento, transmissão e focagem de feixe.

Nos primeiros testes atingiu-se uma dimensão de feixe externo inferior a 400 µm em atmosfera de ar a 14 mm da janela de transmissão.

Estes resultados permitem antecipar uma redução acentuada nas dimensões do feixe por utilização das janelas de nitreto de silício com 100 nm de espessura, em atmosfera de He a 3-4 mm de distância, conforme previsto no projecto.

Foi ainda utilizada uma montagem provisória com detectores de radiação a fim de obter os primeiros espectros, verificar a possibilidade de integração com o sistema de aquisição de dados já existente e estudar soluções de desenvolvimento.

As visitas a laboratórios internacionais, previstas na primeira fase do projecto, foram adiadas por se ter concluído ser mais eficiente realizar testes prévios, que permitiriam o confronto com problemas efectivos e o desenvolvimento de experiência e sensibilidades específicas com vista a melhor percepção das soluções adoptadas nesses laboratórios.

Prevê-se assim que essas visitas sejam efectuadas no primeiro semestre de 2006.

Foi iniciada a consulta para aquisição de equipamento, nomeadamente de detectores compactos de raios-X, detectores de partículas e módulos de electrónica associada.

1.3 – Anexo

Peças mecânicas construídas para criação de feixe externo e funcionamento com feixe externo: adaptador de ligação à câmara de vácuo com peças de fixação das janelas para feixe externo.

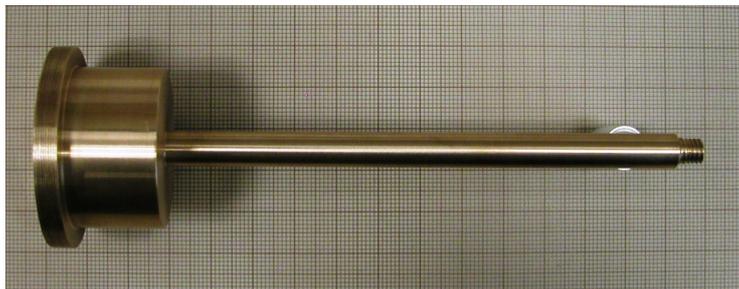


Fig.1 – peça de suporte da janela de transmissão do feixe com isolamento entre vácuo e atmosfera.

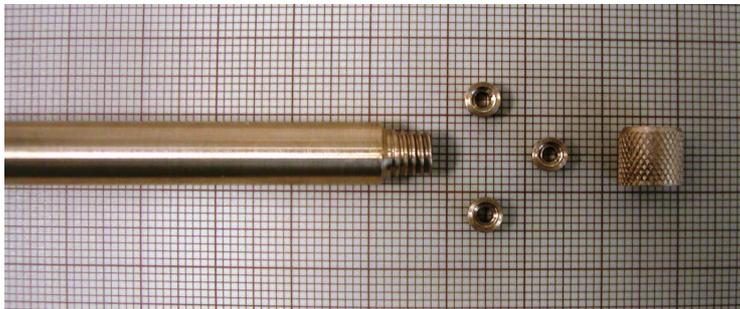


Fig.2a) – pormenor da parte terminal da peça de suporte da janela de transmissão do feixe com as peças porta-janelas, e peça de fixação e troca rápida de janelas.



Fig.2b) – outra vista de detalhe do conjunto mostrado em 1 e 2a).

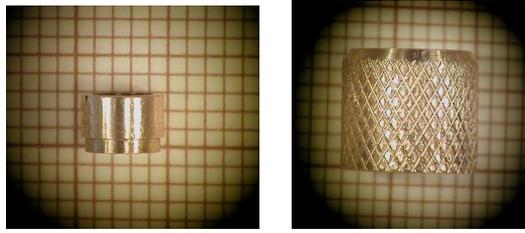


Fig.3 – vistas de uma peça de suporte de janelas de SiN de transmissão do feixe e da peça de fixação correspondente.

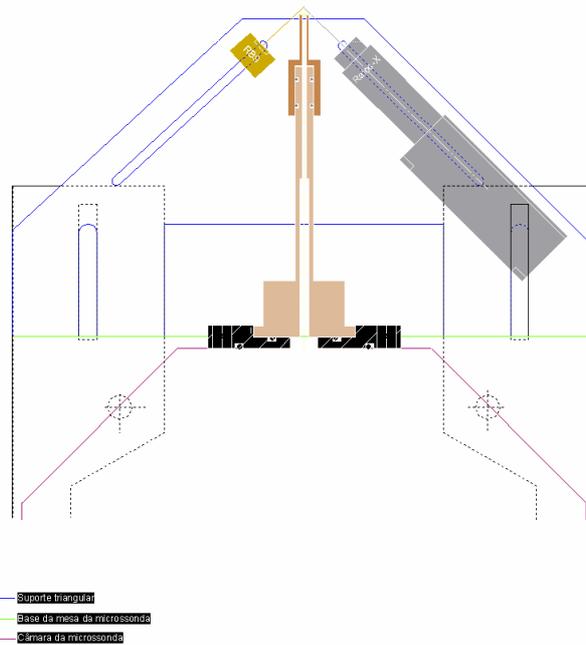


Fig.4 – desenho da peça de suporte em aço inox, para posicionamento e fixação dos detectores (de partículas e de raios-X) com indicação da disposição dos detectores e cabeça de transmissão de feixe.

Secção 2 – Progresso na execução material, técnica e científica 2º ano

2.1 – Resumo dos trabalhos desenvolvidos

Concepção e desenho estável de ponteira de extracção de feixe com porta-janelas de transmissão de feixe e sistema de montagem das janelas ultrafinas de nitreto de silício.

Aquisição de matérias-primas, consumíveis e equipamento.

Execução, montagem e teste de componentes de fim de linha do sistema de feixe externo:

- Suporte para o detector de raios-X
- Suporte para o detector de partículas
- Campânula de retenção e ejeção de hélio para o detector de partículas

Alinhamento mecânico do sistema.

Estabelecimento das condições de operação.

Realização dos primeiros testes com janelas ultrafinas de nitreto de silício (espessura de 100 nm) para extracção de feixe.

Determinação das dimensões do feixe na posição do alvo, a 3 mm de distância da janela de extracção, em atmosfera normal e com inundação com hélio da zona de análise.

Obtenção dos primeiros espectros de raios-X e de partículas, em atmosfera normal e com inundação de hélio na zona analisada, com e sem varrimento de feixe.

Missão ao Centro Nacional de Aceleradores em Sevilha, Espanha.

2.2 – Detalhe

Foi concebida e executada uma nova ponteira de extracção de feixe com um sistema de encaixe fácil, seguro e robusto das janelas de transmissão de feixe. Esta ponteira é de fácil colocação e ajuste e assegura o fecho de vácuo por esmagamento de dois anéis de elastómero. A nova geometria adoptada permite uma maior aproximação da amostra à saída de feixe e aos detectores, diminuindo assim as perdas de energia e melhorando a resolução. Foram fabricadas três destas novas ponteiras (as imagens destas peças encontram-se em anexo), de modo a garantir a sua troca imediata no caso de ocorrer algum dano na janela de nitreto de silício.

A experiência mostrou que a geometria e dimensões da ponteira conferem-lhe uma condutância suficientemente baixa para, em caso de ruptura da janela de transmissão, evitar a sobrecarga imediata do sistema de vácuo, permitindo o isolamento sem danos, e sem necessidade de recorrer a sistemas de protecção complexos e onerosos.

Foi igualmente concebido e executado um sistema composto por duas peças mecânicas para uma montagem segura das novas janelas de nitreto de silício na ponteira (as imagens deste sistema encontram-se em anexo). Estas janelas, com 1 mm² de área e espessura de 100 nm, estão montadas em caixilhos de silício com espessura de 200 µm, sendo, por isso, muito frágeis. O sistema de montagem concebido permite a colocação das janelas na ponteira de forma simples, prática e eficiente, sem arriscar a integridade estrutural das mesmas.

As novas janelas foram testadas tendo em conta os seguintes parâmetros:

- Solidez e resistência mecânica da colagem das janelas com cola epoxídica

- Resistência mecânica das janelas e isolamento de vácuo, sem feixe e sob irradiação, em condições de extracção de feixe.
- Extracção do feixe através da membrana de Si_3N_4

Os resultados obtidos foram plenamente satisfatórios já que a colagem por meio da cola epoxídica é eficaz, a resistência mecânica das janelas e isolamento do vácuo são elevadas, permitindo manter pressões $\leq 10^{-7}$ torr no interior do sistema por um número elevado de ciclos de funcionamento, com uma extracção eficiente e sem provocar uma dispersão significativa do feixe.

Foram concebidos e executados suportes de alumínio para o detector de raios-X e de latão para o detector de partículas (as imagens destas peças encontram-se em anexo). Foi concebida e executada uma campânula de *nylon* para o detector de partículas, com a função dupla de manter uma atmosfera de He na zona do detector e ejectar o mesmo gás para a zona de análise, diminuindo as perdas de energia e a dispersão das partículas.

Efectuou-se a medição das dimensões do feixe, a uma distância de 3 mm da janela de extracção, com condições experimentais idênticas às condições de operação normal da microsonda, também as que são previstas para o funcionamento com feixe externo:

- Feixe: protões
- Energia: 2 MeV
- Abertura dos anteparos objecto: $(x,y) = (500 \mu\text{m}, 500 \mu\text{m})$
- Abertura dos anteparos de colimação: $(x,y) = (1 \text{ mm}, 1 \text{ mm})$
- Corrente: $\approx 1 \text{ nA}$ (na janela de extracção do feixe)
- Sistema de exploração/aquisição: OMDAQ.

A membrana de Si_3N_4 foi substituída por uma placa de vidro para o alinhamento e focagem iniciais. Com a ponteira de extracção com a membrana de Si_3N_4 fotografou-se a fluorescência produzida pelo feixe numa lâmina de vidro com escala graduada (ver imagens em anexo), colocada na posição do alvo, a 3 mm da janela de extracção do feixe. Analisaram-se as imagens registadas. Recorreu-se ao *software* de tratamento e análise de imagem, ImageJ (*shareware*), para determinar a largura a meia-altura da curva de distribuição de intensidade registada. Esta largura a meia-altura é tomada como o parâmetro característico, indicador das dimensões do feixe na posição de referência do alvo.

Foram efectuadas medições em atmosfera normal e em presença de fluxo de hélio não controlado.

Na tabela 1 abaixo indicam-se os resultados obtidos.

Tabela 1: dimensões do feixe no alvo

| | Altura | Largura |
|------------------|------------------|------------------|
| Sem hélio | 75 μm | 70 μm |
| Com hélio | 65 μm | 60 μm |

Foram também recolhidos nas mesmas condições de operação, em atmosfera normal, espectros de raios-X e partículas, de uma grelha de cobre de 50 *mesh* (malha: 508 μm),

por meio de varrimento do feixe (ver imagem obtida a partir dos raios-X em anexo), utilizando o sistema de exploração de varrimento da microsonda. Nestes varrimentos obtiveram-se mapas de distribuição de intensidade dos raios-X do cobre. Por análise das distribuições de intensidades registadas, entre 10% e 90% das diferenças máximo (patamar)-fundo, calcularam-se as dimensões do feixe em $60\ \mu\text{m}\times 55\ \mu\text{m}$.

Os resultados mostraram assim, que é possível obter um feixe com dimensões transversais de $75\ \mu\text{m}\times 70\ \mu\text{m}$ ou inferiores, aproximando-se dos objectivos propostos, com recurso apenas aos procedimentos habituais de alinhamento e focagem típicos da utilização da microsonda em vácuo, sem complexidades adicionais. A constatação de que a ejeção de hélio em frente à saída de feixe resulta na diminuição de cerca de 15% nas dimensões do feixe na posição do alvo, indica que será possível melhorar ainda mais o desempenho do sistema e atingir os objectivos propostos para as dimensões do feixe ($50\ \mu\text{m}\times 50\ \mu\text{m}$). Para tal prevê-se a utilização da campânula ejectora para inundar toda a região fronteira aos detectores e ao alvo com um fluxo controlado de hélio, em conjunto com a optimização da focagem do feixe.

Foram adquiridos 2 lasers (classe II, c.d.o. 635 nm) com feixes pontual e em linha (largura nominal indicada pelo fabricante: $50\ \mu\text{m}$), que serão utilizados no alinhamento do feixe e posicionamento dos alvos.

Foram adquiridos 2 detectores de partículas, Camberra PIPS, e electrónica de aquisição e processamento de sinais.

Foi iniciada a consulta para a aquisição de

- Câmara de captura de imagem para visualização dos alvos e auxílio nas operações de alinhamento e posicionamento,
- Equipamento para injeção controlada de hélio na campânula ejectora.

Foi efectuada uma consulta prospectiva para avaliação das opções aquisição de um sistema completo vs. aquisição de componentes, para o sistema de posicionamento – mesa XYZ de posicionamento – dos objectos a analisar.

Em Junho de 2006, visitou-se o Centro Nacional de Aceleradores em Sevilha, Espanha, para discussão de questões e soluções técnicas. Foram focados em particular os problemas de alinhamento do sistema, focagem e medição de carga. Em consequência desta visita discutiram-se as possíveis soluções a adoptar, em particular, na medição de carga do feixe e normalização para efeitos de análise quantitativa.

A visita ao Laboratório LABEC (Laboratorio di Tecniche Nucleari Applicate ai Beni Culturali) do INFN (Istituto Nazionale di Fisica Nucleare) de Florença, Itália, programada para o fim de 2006, não pôde realizar-se devido a limitações da equipa local, prevendo-se que se possa realizar no primeiro trimestre de 2007. Do mesmo modo prevê-se que se possa realizar, no primeiro semestre de 2007, uma visita similar ao C2RMF-AGLAE (Centre de Recherches et de Restauration des Musées de France, Accélérateurs Grand Louvre d'Analyse Élémentaire), Museu do Louvre, Paris, França.

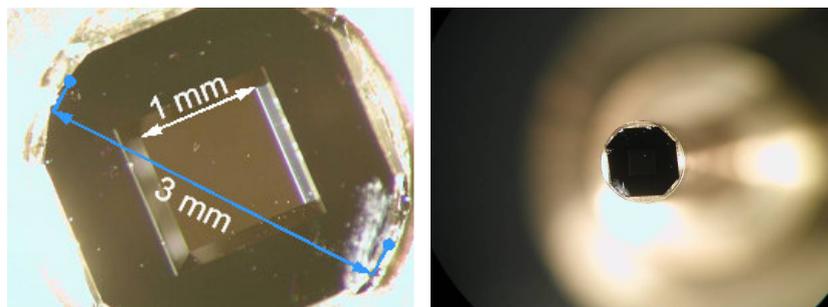
Em Julho de 2006, os resultados obtidos até ao momento, no que respeita aos aspectos técnicos, em particular as dimensões conseguidas para o feixe na posição do alvo, e a apresentação dos primeiros espectros obtidos, foram divulgados em forma de painel através da participação na conferência internacional ICNMTA, International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications, conforme planeado.

2.3 – Anexo

Peças mecânicas construídas para extracção de feixe e funcionamento com feixe externo: nova ponteira de extracção e sistema auxiliar de montagem das janelas de Si_3N_4 na ponteira.



Figuras 1, 2, 3 e 4: Nova ponteira porta-janelas para extracção de feixe.



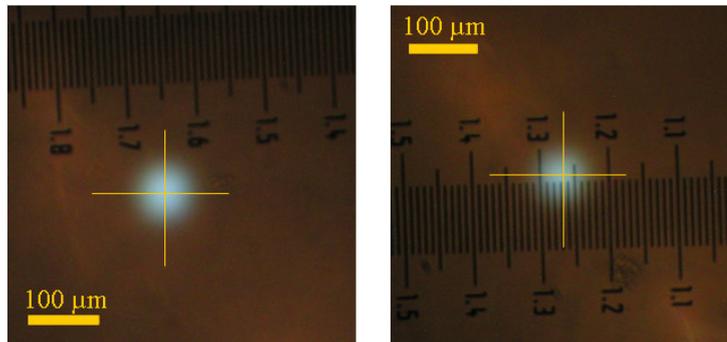
Figuras 5 e 6: Janelas de Si_3N_4 .



Figuras 7 e 8: Sistema de montagem das janelas de Si_3N_4 na ponteira.



Figuras 9, 10 e 11: suportes para os detectores de raios-X e partículas e campânula de ejeção de He para o detector de partículas.



Figuras 12 e 13: Fluorescência do feixe na escala sobre vidro, sem e com fluxo de hélio, respectivamente.

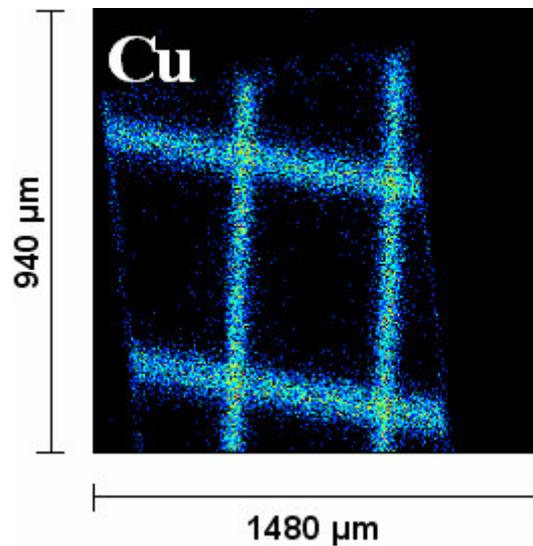


Figura 14: Mapa de PIXE da grelha de cobre de 50 *mesh*. (período da malha: 508 µm). Pode observar-se claramente a definição conseguida.

Secção 3 – Progresso na execução material, técnica e científica 3º ano

3.1 – Resumo dos trabalhos desenvolvidos

Aquisição/incorporação de equipamentos e respectivos testes:

- 2 caudalímetros de ar Ki – Key Instruments, mod. MR3000 (Fig. 1, anexo 1)
- mini-câmara de captura de imagem com iluminação ARTRAY, mod. ARTCAM-34 MC (Fig. 2 no anexo 1)
- detector de raios-X SDD arrefecido por efeito de Peltier com electrónica associada, Bruker AXS, X Flash Spectrometer, com capacidade para elevadas taxas de contagens sem degradação de resolução, e respectiva electrónica.
- mesa Newport, mod. M-562-XYZ, com deslocação XYZ micrométrica por parafusos SM-13 (Fig. 3, anexo 1)

Participação na conferência internacional “Technart 2007, Non-Destructive and Microanalytical Techniques in Art and Cultural Heritage Research”, realizada em Lisboa, Portugal, com apresentação de uma comunicação oral.

Início do estudo de um conjunto de vidros romanos provenientes do Museu Municipal de Arqueologia da Amadora.

Participação na conferência “PIXE 2007, 11th International Conference on Particle Induced X-Ray Emission and its Analytical Applications”, realizada em Puebla, México, com apresentação de comunicação em painel.

Missões ao AGLAE, Accélérateur Grand Louvre pour l'Analyse Élémentaire, em Paris, França, e ao Laboratorio di Tecniche Nucleari Applicate ai Beni Culturali pertencente ao Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, em Florença, Itália.

Projecto e aquisição de componentes para um sistema de suporte e posicionamento (XYZ) dos objectos a analisar.

3.2 – Detalhe

Foram adquiridos dois caudalímetros de ar, para fluxos de 1-10 l/min, para controlo preciso do fluxo de hélio injectado na campânula ejectora do detector de partículas. Este sistema tem por objectivo a melhoria da resolução do sistema pela redução das fontes de ruído e interferência (os elementos naturalmente presentes na atmosfera).

Foi adquirida uma mini-câmara de vídeo ARTRAY, mod. ARTCAM -34MC, com sistema de captura de imagem por CCD e *software* de visualização, para utilização na visualização dos alvos e da marca laser de referência, nas operações de alinhamento e posicionamento. Este equipamento possui iluminação própria e adquire imagens a cores que podem ser guardadas directamente num computador através de uma ligação USB2, permitindo assim o seu posterior uso para comparação com os dados obtidos da microsonda. A sua resolução máxima é de 640 × 480 píxeis (0,34 MPx) e, mediante a utilização de um conjunto de espaçadores, é possível atingir uma magnificação de 115×.

Foi incorporado um detector de raios-X do tipo SDD (Silicon Drift Detector) arrefecido por efeito de Peltier, BRUKER AXS X Flash, cujas características permitem gerir elevadas taxas de contagens, mantendo uma resolução de 134 eV. Este equipamento, apesar de possuir electrónica independente (BRUKER AXS mod. 2104), pode ser ligado ao sistema OMDAQ da microsonda, o que possibilita a sua utilização síncrona com o sistema de varrimento da mesma, tornando viável a obtenção de mapas de raios-

X em feixe externo. Esta é uma vantagem importante por permitir tirar partido de um modo de funcionamento mais rápido, preciso e reproduzível, para além de mais seguro para as peças em análise. Os primeiros resultados obtidos com este sistema foram produzidos durante o estudo que se iniciou com um conjunto de vidros romanos provenientes do Museu Municipal de Arqueologia da Amadora, conforme se descreve abaixo.

Durante o período em referência efectuaram-se testes ao sistema de feixe externo com amostras de composição conhecida. Os testes permitiram demonstrar que foi atingida a fase operacional robusta, com capacidade de fornecer, de forma reproduzível e rotineira, um microfeixe com dimensões de $70 \times 70 \mu\text{m}^2$, em modo estático ou com varrimento. Os resultados obtidos na fase de testes permitiram a elaboração de um resumo que foi proposto à conferência "Technart 2007, Non-Destructive and Microanalytical Techniques in Art and Cultural Heritage Research", em Lisboa, tendo sido seleccionado pela organização para uma apresentação como comunicação oral, intitulada "External Micro PIXE/RBS Analysis at ITN" (*cf.* anexo 2).

Subsequentemente foi estabelecido contacto com o Museu Municipal de Arqueologia da Amadora, e dado início a um estudo de um conjunto de vidros romanos provenientes do espólio desse Museu, com o objectivo de testar o sistema com objectos de estudo reais, de contexto histórico ou artístico, e obter os primeiros resultados de utilidade nesse contexto. Estes vidros foram recuperados de um dos sítios arqueológicos do concelho da Amadora, a *villa* romana da Quinta da Bolacha, e pertencem a contextos arqueológicos referentes a diferentes épocas de ocupação. Foram, por isso, estudados com o intuito de serem caracterizados materialmente e procurar uma relação entre a sua composição e essas mesmas épocas de ocupação da *villa*. O seu estado de conservação não permitia a análise em vácuo, pelo que a utilização do feixe externo se apresentava como a opção mais adequada para o seu estudo.

Os resultados preliminares obtidos neste estudo deram origem ao trabalho intitulado "External beam analysis of Roman glasses", que foi proposto para apresentação na conferência "PIXE 2007, 11TH International Conference on Particle Induced X-Ray Emission and its Analytical Applications", em Puebla, México. O trabalho foi seleccionado para apresentação na forma de painel, tendo-lhe sido atribuído o prémio de melhor painel (*cf.* anexo 3).

Em Julho de 2007, dois membros da equipa efectuaram uma missão técnica ao AGLAE, Accélérateur Grand Louvre pour l'Analyse Élémentaire, em Paris, França, para comparação e discussão de soluções técnicas. Aproveitando a experiência detida foi prestado apoio a uma equipa de duas investigadoras, do Dep. de Conservação e Restauro da UNL e do Dep. de Química e Bioquímica da FC-UL, na utilização de tempo de feixe atribuído no âmbito do programa EU-ARTECH, para o estudo "Analysis of archeological phyligrane glass from the Monastery of Sta. Clara-a-Velha, Coimbra (Portugal)".

Em Novembro de 2007, visitou-se o Laboratorio di Tecniche Nucleari Applicate ai Beni Culturali, do Istituto Nazionale di Fisica Nucleare, em Florença, Itália, para discussão de questões e soluções técnicas relativas, em particular, a problemas de alinhamento e focagem do feixe, medição de carga e suporte dos objectos a analisar. Discutiram-se ainda configurações de extracção de feixe, sistemas de detectores e de injeção de hélio. É de notar que a estratégia seguida no laboratório do INFN para o desenvolvimento, instalação e utilização do feixe externo com base na microsonda nuclear, é muito semelhante à que foi adoptada pela equipa do ITN.

Em consequência destas visitas, estabeleceram-se as soluções a adoptar, 1) na medição de carga do feixe, 2) quanto ao procedimento de normalização para efeitos de análise quantitativa, e 3) para o sistema de suporte e posicionamento dos objectos a analisar.

Avaliada a possibilidade de aquisição de um sistema completo de posicionamento com 3+3 graus de liberdade, XYZ, motorizado, foi esta abandonada dada a orçamentação apresentada se ter revelado demasiado onerosa. Assim foi decidido manter-se a opção inicial de aquisição de componentes para um sistema semi-motorizado baseado em deslocamentos grosseiros motorizados, e deslocamentos finos manuais, nas três direcções espaciais XYZ.

Neste âmbito foi já adquirida uma mesa Newport, de posicionamento fino, com deslocações XYZ micrométricas, com precisão de 1 μm sobre uma amplitude total de deslocamento de 13 mm em cada eixo.

Iniciaram-se as consultas a fornecedores para aquisição dos restantes componentes para a montagem do sistema de posicionamento com 3+3 graus de liberdade, XYZ, semi-motorizado, que permitirá terminar o projecto conforme planeado.

3.3 – Anexo

ANEXO 1: equipamento adquirido no âmbito do projecto



Fig. 1



Fig. 2

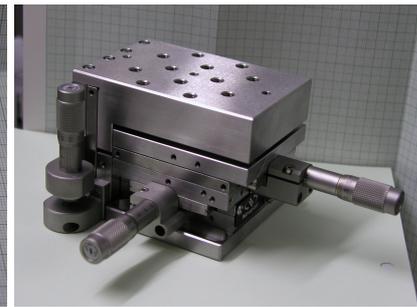


Fig. 3

Fig.1 – Caudalímetro de ar Ki-Key Instruments, mod. MR3000.

Fig.2 – Mini-câmara de captura de imagem com iluminação ARTRAY, mod. ARTCAM-34 MC

Fig.3 – Mesa Newport, mod. M-562-XYZ, com deslocação XYZ micrométrica por meio de parafusos SM-13.

ANEXO 2: Certificado de apresentação de comunicação oral na conferência Technart 2007
(<http://technart.cii.fc.ul.pt/>)

TECHNART 2007

spf SOCIEDADE PORTUGUESA DE FÍSICA



Certificate

This is to certify that

Rodrigues, Alexandra

presented the oral presentation entitled

EXTERNAL MICRO PIXE/RBS ANALYSIS AT ITN

on the Non-destructive and Microanalytical **Techniques in Art and Cultural Heritage Research (Technart 2007)**, held in Lisboa, Portugal, from the 25 to 28 April, 2007.

Organizing Committee



ANEXO 3: Certificado de atribuição de prémio de melhor painel
(<http://www.fisica.unam.mx/pixe2007/>)



ELEVENTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON PIXE
AND ITS ANALYTICAL APPLICATIONS
PIXE 2007

THE INTERNATIONAL ADVISORY COMMITTEE AWARDS

External beam analysis of Roman glasses

BY

P.A. Rodrigues, L.C. Alves, G. Encarnação, R.C. da Silva

AS THE BEST POSTER OF SESSION PI

PUEBLA, MEXICO, MAY 25-29, 2007


Barney L. Doyle

THE JURY


Kjell Malmqvist

C. Anexo – Apresentação de trabalhos

Comunicações Orais apresentadas

- TECHNART 2007 – NON-DESTRUCTIVE AND MICROANALYTICAL TECHNIQUES IN ART AND CULTURAL HERITAGE RESEARCH, Lisbon, Portugal, 25-28 April, 2007: “External Micro PIXE/RBS Analysis at ITN”, P.A. Rodrigues, L.C. Alves, M. Vilarigues and R.C. da Silva; 2007.

Comunicações Orais (aceites) preparadas para apresentação

- NTAIB 2008 – WORKSHOP ON NEW TRENDS AND APPLICATIONS OF ION BEAMS, Sacavém, Portugal, 1-3 April, 2008: “The New External Microbeam Facility”, P. A. Rodrigues, L. C. Alves, M. Vilarigues, R. C. da Silva; 2008.

Comunicações apresentadas em Painel

- ICNMTA 2006 – 10TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON NUCLEAR MICROPROBE TECHNOLOGY AND APPLICATIONS, Singapore, 9-14 July, 2006: “External Microbeam end-station at ITN Nuclear Microprobe”, L.C. Alves, P.A. Rodrigues, M. Vilarigues, R.C. da Silva; 2006.
- PIXE 2007 – 11TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON PARTICLE-INDUCED X-RAY EMISSION AND ITS ANALYTICAL APPLICATIONS, Puebla, México, 25-29 May 2007: P.A. Rodrigues, L.C. Alves, G. Encarnação, R.C. da Silva; “External beam analysis of Roman glasses”, 2007 – distinguida com o prémio de melhor painel da sessão.

Comunicações (aceites) preparadas para apresentação em Painel

- ICNMTA 2008 – 11TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON NUCLEAR MICROPROBE TECHNOLOGY AND APPLICATIONS, Debrecen, Hungary, 20-25 July, 2008: “Probing Roman Glasses with an External Beam”, P.A. Rodrigues, L.C. Alves, G. Encarnação, R.C. da Silva; 2008.
- FÍSICA 2008 – 16.^a CONFERÊNCIA NACIONAL DE FÍSICA E 17.º ENCONTRO IBÉRICO PARA O ENSINO DA FÍSICA, Caparica, Portugal, 3-6 de Setembro, 2008: “Feixes de prótons na análise de objectos de arte ou arqueológicos: microsonda de feixe externo”, P.A. Rodrigues, L.C. Alves, M. Vilarigues, G. Encarnação, R.C. da Silva; 2008.