

# **FCT** Fundação para a Ciência e a Tecnologia

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E ENSINO SUPERIOR



Programa Operacional Ciência e Inovação 2010

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, INOVAÇÃO E ENSINO SUPERIOR

PROJECTOS DE INVESTIGAÇÃO CIENTÍFICA E DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO

## **RELATÓRIO DE PROGRESSO**

Relatório de Execução Material  
Relatório de Execução Financeira

REFERÊNCIA DO PROJECTO Nº POCI/CTM/60685/2004

RELATÓRIO REFERENTE AO 3.º ANO DE EXECUÇÃO



União Europeia – Fundos Estruturais



Governo da República Portuguesa

Data de Entrada \_\_\_\_\_ Data de Verificação \_\_\_\_\_  
Nº de Registo \_\_\_\_\_ Assinatura \_\_\_\_\_

Espaço reservado à Fundação para a Ciência e a Tecnologia

**Referência do projecto:** POCI/CTM/60685/2004 \_\_\_\_\_

**Título do projecto:** Instalação de análise em Feixe Externo na Microsonda iónica  
\_\_\_\_\_

**Data de Início do Projecto:** 4 / Julho / 2005 \_\_\_\_\_

**Duração:** 36 Meses

#### Identificação da instituição proponente

Nome ou designação social Instituto Tecnológico e Nuclear

Morada E.N. 10, Física,

Localidade Sacavém Código postal 2686-953

Telefone 219946000 Fax 219550117 Email jms@itn.pt

#### Unidade responsável pela execução do projecto

Nome Instituto Tecnológico e Nuclear

Morada E.N. 10, Física

Localidade Sacavém Código postal 2686-953

Telefone 219946000 Fax 219550117 Email jms@itn.pt

#### Identificação do investigador responsável

Nome Rui Manuel Coelho da Silva

Telefone 219946083 Fax 219941525 Email rmcs@itn.pt



### Instituições que participam no projecto

(preencher só em caso de haver alterações)

	DESIGNAÇÃO
Instituição 1	
Instituição 2	
Instituição 3	
Instituição 4	

### Equipa de investigação

(preencher só em caso de haver alterações)

NOME	CARGO/FUNÇÃO	TAREFAS	% TEMPO

### Esforço global do projecto, expresso na unidade pessoa\*mês

(referente ao \_\_\_3.º\_\_\_ ano de execução)

	Unidade: em número
Instituição Proponente	<input type="text"/> 31,2
Instituição 1	<input type="text"/> <input type="text"/>
Instituição 2	<input type="text"/> <input type="text"/>
Instituição 3	<input type="text"/> <input type="text"/>
Instituição 4	<input type="text"/> <input type="text"/>



## Resumo dos trabalhos desenvolvidos

Aquisição/incorporação de equipamentos e respectivos testes:

- 2 caudalímetros de ar Ki – Key Instruments, mod. MR3000 (Fig. 1, anexo 1)
- 1 mini-câmara de captura de imagem com iluminação ARTRAY, mod. ARTCAM-34MC (Fig. 2 no anexo 1)
- 1 detector de raios-X SDD arrefecido por efeito de Peltier com electrónica associada, Bruker AXS, X Flash Spectrometer
- 1 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, 11<sup>th</sup> 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.



## Indicadores de realização física

(Referente ao 3º ano de execução)

	Unidade: em número	
A- Publicações		
Livros	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Artigos em revistas internacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Artigos em revistas nacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
B- Comunicações		
Em congressos científicos internacionais	<input type="text"/>	<input type="text" value="2"/>
Em congressos científicos nacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
C- Relatórios	<input type="text"/>	<input type="text" value="1"/>
D- Organização de seminários e conferências	<input type="text"/>	<input type="text"/>
E- Formação Avançada	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Teses de Doutoramento	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Teses de Mestrado	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Outra	<input type="text"/>	<input type="text"/>
F- Modelos	<input type="text"/>	<input type="text"/>
G- Aplicações computacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
H- Instalações Piloto	<input type="text"/>	<input type="text" value="1"/>
I- Protótipos laboratoriais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
J- Patentes	<input type="text"/>	<input type="text"/>
L- Outros (discriminar)	<input type="text"/>	<input type="text"/>



## Publicações

(listar as publicações com origem no projecto)

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

PIXE 2007, 11<sup>TH</sup> 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 (painel); 2007.



## RELATÓRIO DE EXECUÇÃO MATERIAL

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  $640 \times 480$  píxeis (0,34 MPx) e, mediante a utilização de um conjunto de espaçadores, é possível atingir uma magnificação de 115 $\times$ .

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 reprodutível, 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 reprodutível 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, 11<sup>TH</sup> 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 (*cf.* anexo 3a), tendo-lhe sido atribuído o prémio de melhor painel (*cf.* anexo 3b).

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 philigrane 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  $\mu\text{m}$  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.

