

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
Curso de Bacharelado em Física: Pesquisa Básica

MATEUS MACIEL RAMOS

**FORMAÇÃO DE IMAGENS A PARTIR DA TÉCNICA STIM
FORA DO EIXO**

Porto Alegre, 2012

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
Curso de Bacharelado em Física: Pesquisa Básica

MATEUS MACIEL RAMOS

**FORMAÇÃO DE IMAGENS A PARTIR DA TÉCNICA STIM
FORA DO EIXO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado
ao Instituto de Física da UFRGS como
requisito parcial para obtenção do
grau de Bacharel em Física

Prof. Dr. Johnny Ferraz Dias
Orientador

Porto Alegre, Junho de 2012

SUMÁRIO

RESUMO	04
I. INTRODUÇÃO	05
II. OBJETIVO	06
III. METODOLOGIA.....	07
A) PRINCÍPIOS BÁSICOS.....	07
B) CALIBRAÇÃO.....	09
C) INSTRUMENTAÇÃO.....	10
D) AMOSTRAS.....	11
IV. ANÁLISE DE DADOS E RESULTADOS.....	12
V. CONCLUSÕES.....	19
VI. REFERÊNCIAS.....	20

Resumo

O presente trabalho investiga a possibilidade de formar imagens em três dimensões de estruturas microscópicas utilizando a técnica de Microscopia de Varredura por Transmissão de Íons (STIM – *Scanning Transmission Ion Microscopy*). A técnica gera um espectro da perda de energia de íons representativo de uma porção da amostra. Já existem trabalhos publicados que apresentam meios de realizar este processo. Entretanto, todos eles requerem que a amostra seja rotacionada durante a medida. Neste trabalho, propõe-se dividir o espectro de energia em fatias e procurar maneiras de obter informação sobre a densidade da amostra em cada ponto de sua estrutura, o que pode levar à produção de uma imagem tri-dimensional sem que seja necessário girar a amostra.

Após o desenvolvimento de um *software* para manipular os dados de interesse, mostrou-se necessário descobrir que informações podem ser extraídas de cada fatia do espectro de energia e qual a relação entre a densidade da amostra e o número de contagens em cada ponto de sua estrutura. Enquanto nenhuma abordagem ainda foi feita para a primeira questão, para a segunda analisou-se o número de contagens medidas em folhas de *mylar* de diferentes espessuras e mostrou-se que o número de partículas espalhadas no detector localizado na mesma direção do feixe incidente é maior para as amostras com espessura menor e que, para espessuras maiores, o número de contagens medidas é maior no detector localizado fora do eixo do feixe incidente. Esse resultado é o passo inicial para o desenvolvimento de simulações computacionais que levam em conta o espalhamento do íon incidente na amostra.

I. Introdução

O primeiro experimento realizado com micro-tomografia através de feixes iônicos foi realizado por Cormack e Koehler, em 1976 [1]. Utilizando um feixe de prótons, eles conseguiram contrastes de densidade melhores que aqueles obtidos por fontes de raio X. Já as primeiras micro-tomografias por STIM foram realizadas no final dos anos 80 [2,3].

A técnica STIM (*Scanning Transmission Ion Microscopy*) foi desenvolvida no início dos anos 80 por grupos de pesquisa de Oregon e Melbourne e se baseia na perda da energia bem definida do íon, causada pela interação íon-matéria. O princípio básico da micro-tomografia por STIM é irradiar a amostra a ser analisada com um feixe de íons para que sejam obtidas informações sobre sua estrutura, tornando possível mapear a estrutura interna da amostra sem que seja necessário danificá-la. Existem alguns trabalhos publicados sobre este assunto [4,5] que requerem que a amostra seja medida sob uma variedade de ângulos diferentes cobrindo 180°. Uma transformação apropriada destas projeções pode revelar informações sobre sua densidade em um espaço tri-dimensional. Não há registros de estudos em que a amostra não seja girada durante as medidas, mas existem trabalhos relacionados a amostras que possuem um limite na liberdade de rotação [6].

II. Objetivo

O objetivo deste trabalho é desenvolver uma técnica, e um software baseado nessa técnica, que possa gerar imagens tomográficas de amostras, utilizando apenas o espectro de energia medido em laboratório, sem que seja necessário rotacionar a amostra durante a medida.

III. Metodologia

a) Princípios Básicos da Técnica STIM

Um feixe de íons leves de energia da ordem de MeV, proveniente de um acelerador de partículas, é incidido ao longo da estrutura da amostra e através da informação contida na perda de energia dos íons transmitidos pode-se obter informações sobre estrutura, densidade e espessura da amostra. Ao atravessar a amostra, o feixe incidente interage com os átomos ali presentes, causando uma perda de energia dos íons ao longo do caminho percorrido nela. Um detector de partículas fica localizado atrás da amostra e, de acordo com o ângulo no qual está localizado em relação ao feixe incidente, pode-se dividir a técnica em dois ramos: STIM alinhado, onde o detector fica alinhado ao feixe, ou seja, a um ângulo de 0° ; e STIM fora do eixo, onde o detector fica localizado fora do eixo do feixe. A Figura 1 esquematiza o experimento.

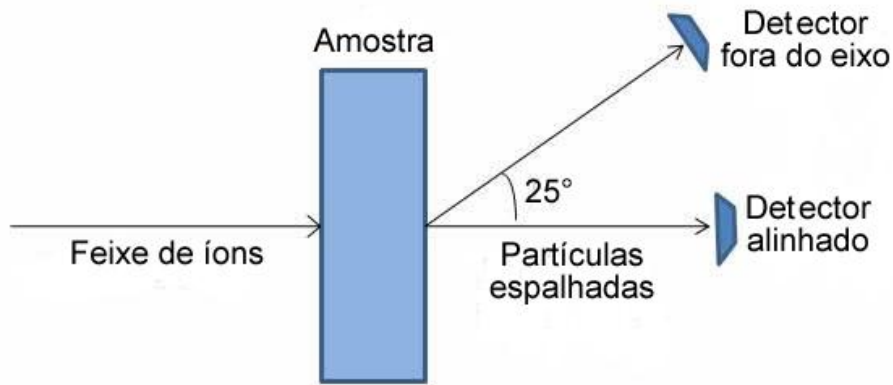


Figura 1: Esquema experimental da técnica STIM.

No caso do STIM alinhado, o espalhamento se deve majoritariamente à interação entre os elétrons da amostra e os íons do feixe. Devido à diferença de momentum íon-elétron, os ângulos de espalhamento são pequenos e grande parte dos íons são transmitidos diretamente para o detector. Desta maneira, correntes baixas são utilizadas a fim de não danificar o detector. Para STIM fora do eixo, correntes mais altas podem ser utilizadas uma vez que espalhamentos com os núcleos atômicos são eventos relativamente mais raros. Nesse caso a

perda de energia é altamente dependente não só da interação íon-elétron como também do espalhamento nuclear.

A razão entre a energia E_1 do projétil espalhado e a energia E_0 do projétil incidente é conhecida como fator cinemático K .

$$K = \frac{E_1}{E_0} = \frac{(\cos \theta \pm \sqrt{\eta^2 - (\sin \theta)^2})^2}{(1 + \eta)^2}$$

O ângulo do detector com relação ao feixe incidente é representado por θ e η é a razão entre a massa m_p do próton incidente e a massa do átomo alvo m_a

$$\eta = \frac{m_p}{m_a}$$

A Figura 2 mostra um espectro típico de contagens de íons transmitidos em função do canal do que, por sua vez, é diretamente proporcional à energia do feixe de íons. A Figura 3 mostra o mapa das contagens na amostra referente à Figura 2, gerado durante as medidas. Cada pixel corresponde a um ponto medido pelo feixe e as cores de cada pixel estão relacionadas com o número de contagens naquela posição. Por exemplo, pixels pretos possuem um número menor de contagens que pixels vermelhos, que por sua vez possuem menos contagens que pixels azuis. Os mapas possuem dimensão de 256 x 256 pixels.

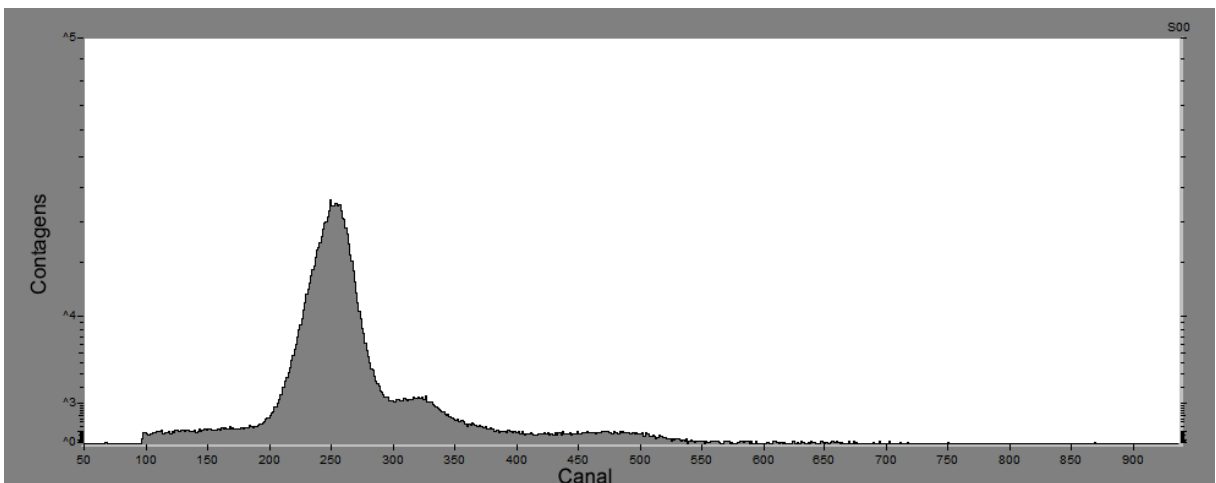


Figura 2 – Espectro da amostra de mylar com 10 μ m de espessura.

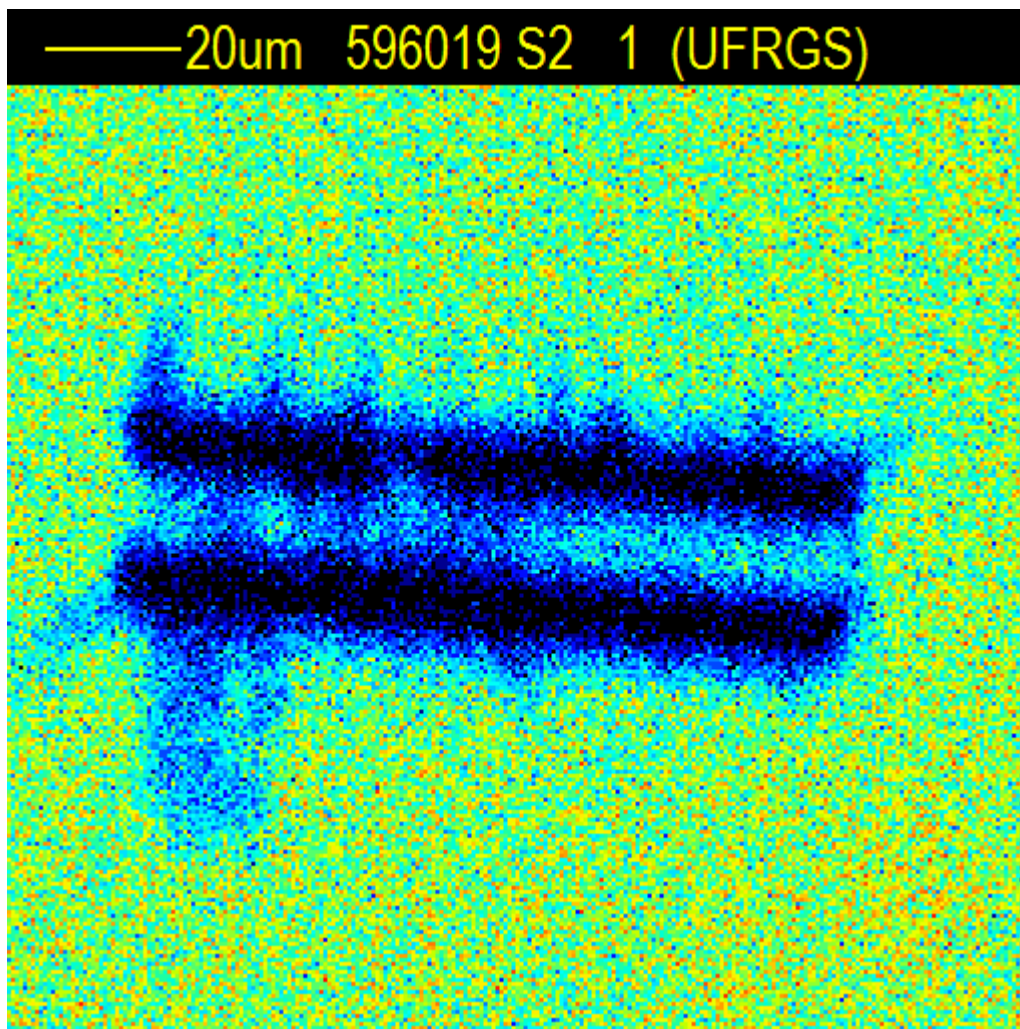


Figura 3 – Mapa do número de contagens na amostra de mylar com 10 μm de espessura.

b) Calibração

Tanto para o STIM alinhado quanto para o fora do eixo, uma calibração em espessura foi feita com folhas de *mylar* de diversas espessuras (2, 4, 6, 8, 10 e 12 μm). Essas folhas foram irradiadas com prótons com energia constante de 1 MeV. A partir do ajuste das curvas e tomando a posição do pico gaussiano como o valor do canal referente àquela espessura e a metade da largura à meia-altura como o desvio padrão, foi então extraída a reta de calibração (espessura X canal). No caso do STIM fora do eixo, a calibração foi obtida a partir do fator cinemático mencionado acima.

Para o detector de STIM alinhado, a calibração em energia foi feita diretamente com o feixe de prótons. Neste caso, as energias incidentes foram variadas (0.90, 0.95, 1.0, 1.05 e 1.10 MeV) e a posição dos picos podem ser associadas aos canais referentes às respectivas

energias. Neste caso, o desvio padrão também é a metade da largura à meia-altura e a reta de calibração (energia X canal) pode ser obtida.

c) Instrumentação

O experimento foi realizado no Laboratório de Implantação Iônica do Instituto de Física – UFRGS, localizado em Porto Alegre. O acelerador utilizado foi do tipo Tandatron, com tensão de terminal de +3MV. Na Figura 4 é mostrado um esquema destacando o acelerador Tandatron e a linha de microfexa iônica.

Íons H^- foram gerados por uma fonte com um potencial da ordem de 30 kV e inseridos no acelerador. Os elétrons dos íons são arrancados por um stripper gasoso de N_2 , localizado no meio do tubo acelerador, transformando os íons em H^+ . Os íons, então, são repelidos pelo terminal positivo, ganhando energia.

O feixe de prótons é, então, direcionado para a linha de microfexa iônica, onde três lentes quadrupolares focalizam o feixe até dimensões da ordem de micrômetro quadrado. Finalmente, um sistema de varredura localizado imediatamente antes das lentes quadrupolares faz com que o feixe percorra uma superfície previamente escolhida da amostra, gerando mapas do número de contagens de íons recebidos no detector.

Para a técnica STIM, dois detectores de barreira de superfície são utilizados para a detecção dos íons transmitidos na amostra. A posição dos detectores é aquela mostrada na Figura 1.

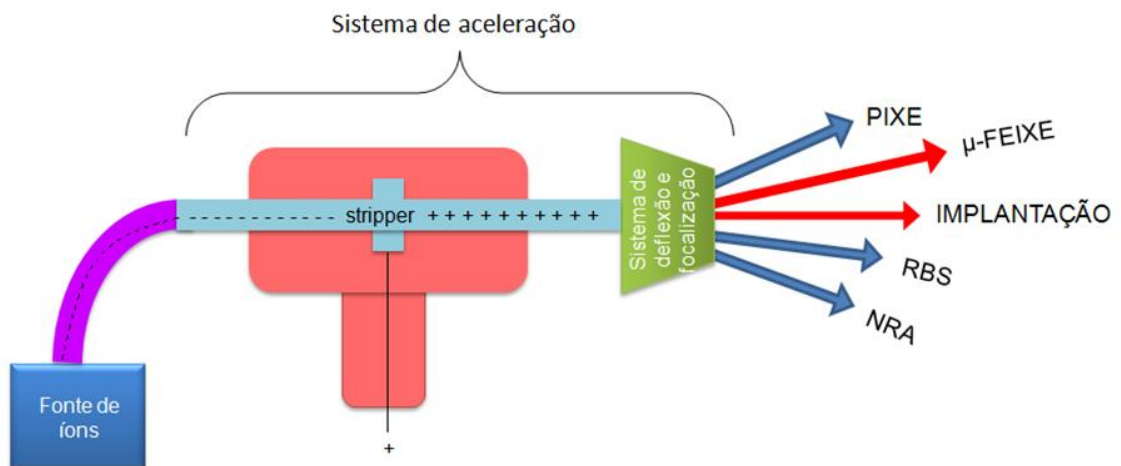


Figura 4 - Desenho esquemático do acelerador Tandentron 3 MV da UFRGS e seus principais componentes.

As medidas de STIM fora do eixo e STIM alinhado foram feitas com prótons de 1 MeV. No primeiro caso, a corrente utilizada foi em torno de 100 pA, enquanto que para o segundo caso a corrente é muito baixa (menor que 1 pA). O tempo de medida para cada amostra foi de 10 a 15 minutos. Neste trabalho, o detector encontrava-se fixo à 25° do eixo do feixe.

d) Amostras

As amostras foram preparadas com a técnica de microestruturação com feixe de prótons (*proton beam writing*). Esta é uma técnica de litografia que utiliza um feixe de prótons com alta energia para fabricar estruturas tridimensionais. O polímero utilizado foi o polietileno tereftalato (PET, *mylar*) de 10 µm de espessura. Nesse polímero foram desenhados duas fendas paralelas de aproximadamente 1 mm² cada. Após a irradiação com o feixe de prótons, a amostra foi submetida à uma corrosão química de NaOH. A Figura 5, obtida a partir de um microscópio eletrônico de varredura, mostra um exemplo das estruturas obtidas após o ataque químico

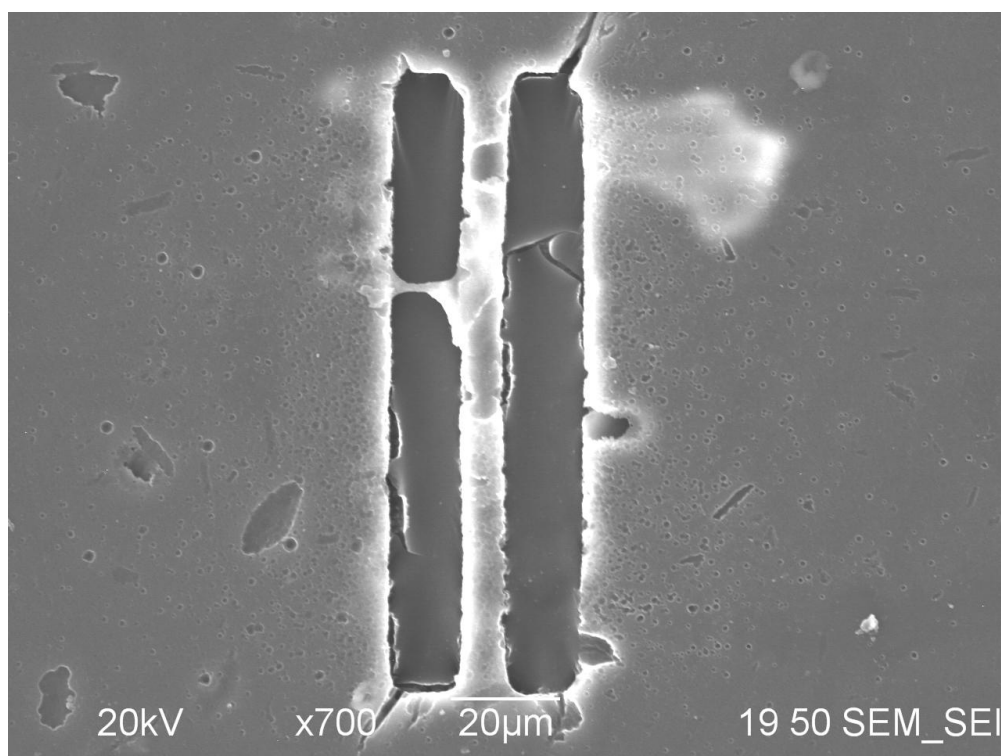


Figura 5: Imagem da amostra obtida através de microscopia eletrônica de transmissão.

IV. Análise de Dados e Resultados

Este trabalho visa descobrir meios de gerar informação sobre a densidade da amostra ao longo de sua estrutura através do ‘fatiamento’ do espectro, sem que seja necessário medi-la com diferentes ângulos em relação ao detector. Para tal, após a medida, os dados foram manipulados com auxílio do *software* OMDAQ de que gera um arquivo com extensão *csv* e um arquivo *bitmap* para cada fatia do espectro. O arquivo *csv* não é nada mais que uma espécie de tabela que contém informações sobre a posição e o número de contagens de cada pixel. Por simplicidade, optou-se por dividir o espectro em 20 partes. Entretanto, se for conveniente, este número pode ser modificado.

A figura 6 mostra uma imagem da interface do *software* desenvolvido.

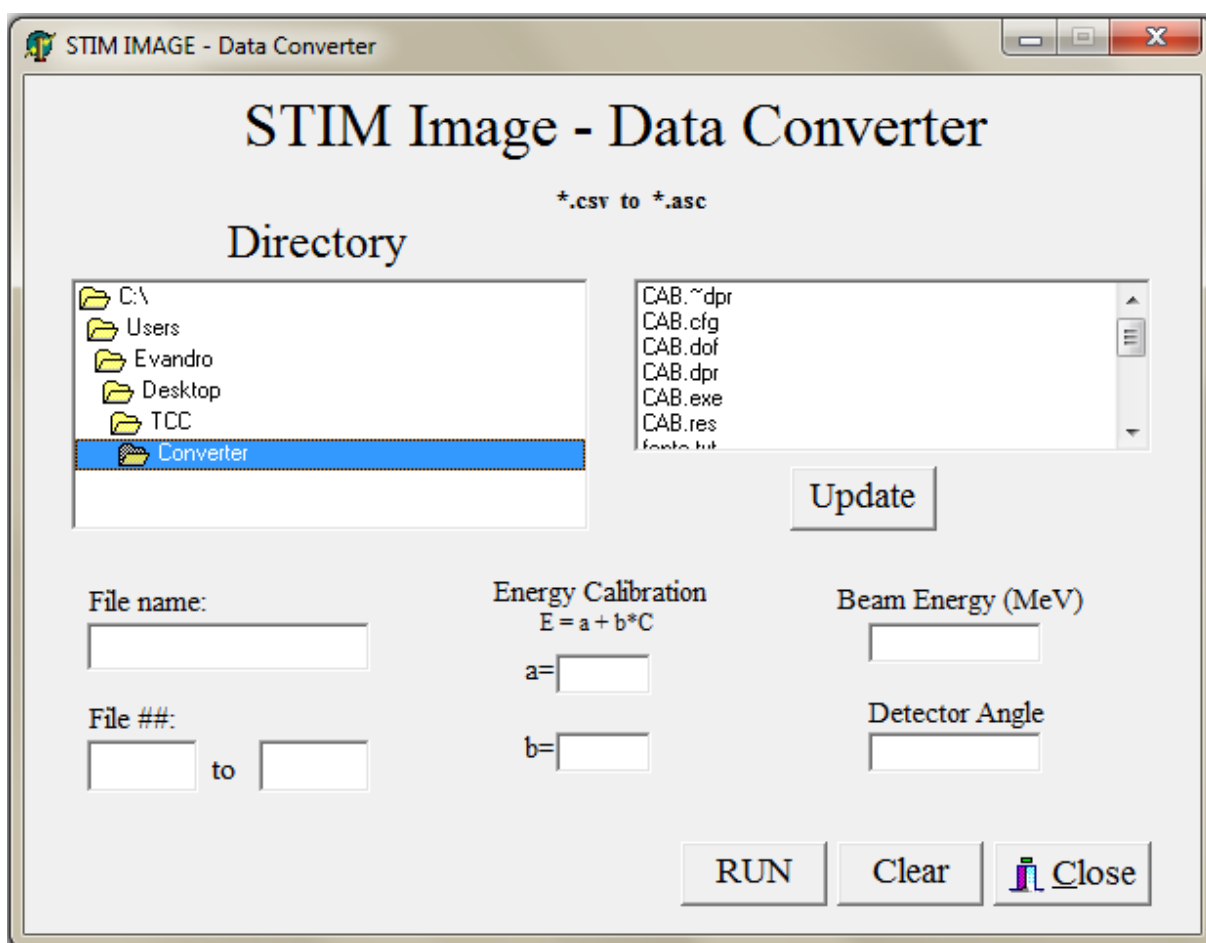


Figura 6 – Interface do software desenvolvido.

A função do *software* é utilizar a calibração da energia, a energia do feixe e o ângulo do detector para cálculos que serão descritos adiante.

A imagem *bitmap* de cada fatia do espectro é mostrada na Figura 7. As imagens estão ordenadas em ordem crescente de energia E_n da fatia do espectro, ou seja, as primeiras imagens referem-se ao início do espectro, enquanto as últimas, ao final do mesmo. Assim, $E_0 < E_1 < \dots < E_{19}$. Já a Figura 8 mostra o espectro as suas fatias respectivas a cada uma das imagens. O software OMDAQ [8] tenta dividir o espectro em fatias com o mesmo número de canais, porém, se uma divisão uniforme não for possível, ele divide o espectro igualmente entre todos os canais, com exceção do último, ao qual é atribuído o resto da divisão. Por este motivo a fatia E_{19} possui um número menor de canais.

Utilizando a linguagem Delphi, foi desenvolvido um programa capaz de extrair as seguintes informações:

- Coordenadas i e j de cada pixel: De acordo com as fileiras i e colunas j em que se encontram os pixels no arquivo *csv*, uma coordenada foi atribuída para cada um deles.
- Contagem C_{nij} de cada pixel: Número de íons detectados na parte da amostra relativa ao pixel em questão, onde o índice n representa uma das vinte fatias.
- Integral I_n da fatia: O número total de contagens para cada fatia do espectro.
- Energia média E_n da fatia: Atribuiu-se a média entre os valores da energia no limite inferior (E_{ni}) e no limite superior (E_{nf}) da fatia como sendo a energia média dos raios-x detectados na região do espectro, ou seja

$$E_n = \frac{E_{ni} + E_{nf}}{2}$$

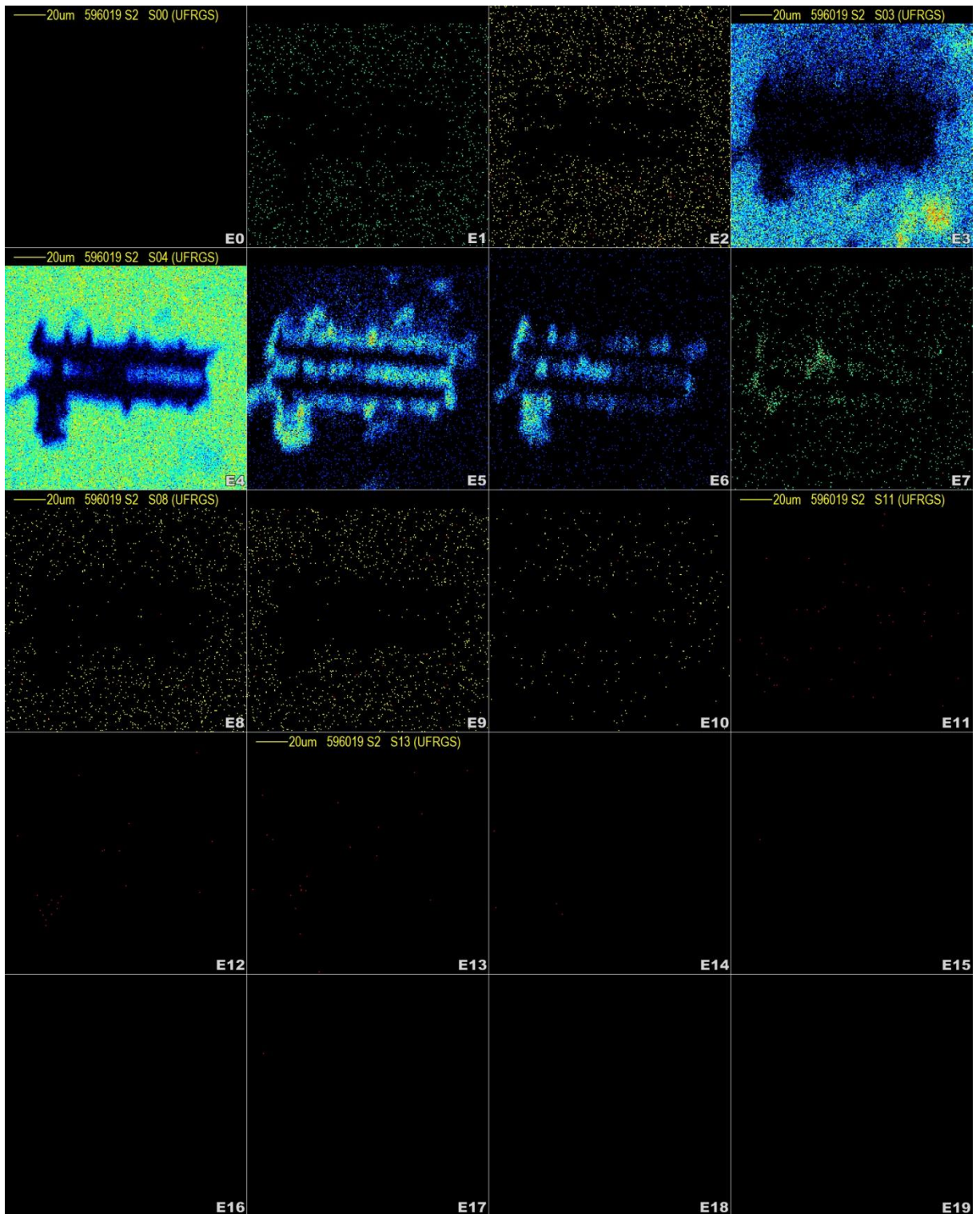


Figura 7 – Mosaico com todas as fatias do espectro.

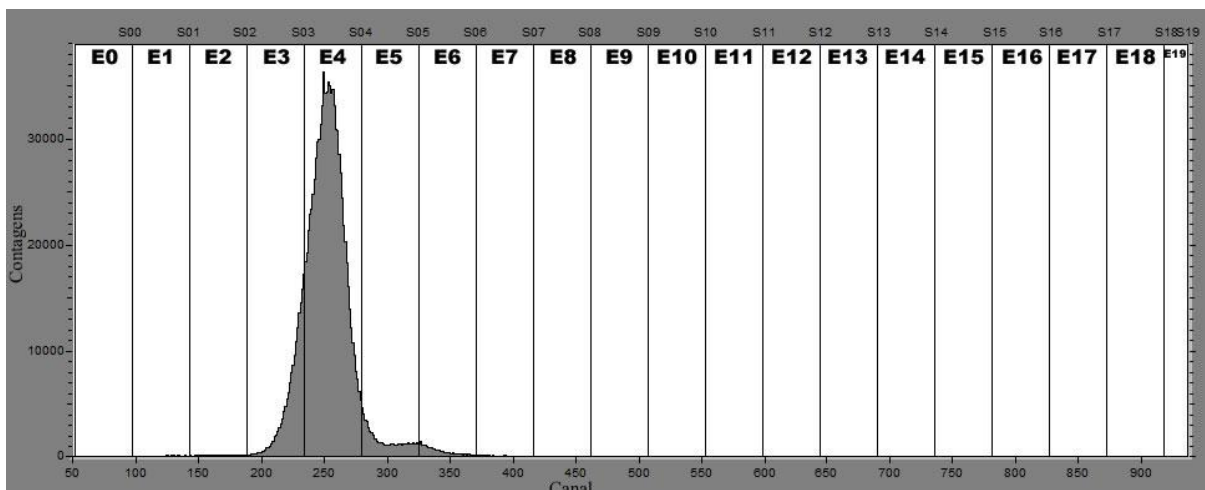


Figura 8 - Partes do espectro referentes a cada fatia.

Como primeira tentativa de interpretar estes dados, procurou-se uma relação entre o que pode ser chamado de massa de interação m_n , por ser a massa com a qual o feixe interage durante o espalhamento e a energia média da fatia do espectro, E_n . Utilizando o fator cinemático K , pode-se encontrar a seguinte relação:

$$m_n = \frac{M \left[E_n + E_{\text{feixe}} - 2\sqrt{E_n E_{\text{feixe}}} \cos(\theta) \right]}{(E_{\text{feixe}} - E_n)}$$

E_{feixe} é a energia do feixe de prótons incidente, M é a massa do próton e θ é o ângulo em que o detector se encontra.

Podemos supor, sem muito rigor, que a densidade local ρ_{nij} na amostra dependa tanto da massa de interação m_n quanto da contagem C_{nij} obtida no detector e poderíamos testar hipóteses como uma relação linear entre esses fatores, por exemplo

$$\rho_{nij} \propto m_n C_{nij}$$

Entretanto, esses dados não bastam para uma reconstrução da estrutura da amostra. É necessário entender qual é a relação entre a densidade da amostra e o número de contagens obtidas. Além disso, é preciso averiguar que informações podem ser extraídas do fatiamento do espectro. Para buscar respostas sobre a relação entre densidade e número de contagens, foram utilizados dados previamente gerados de amostras de polímeros PET com densidade uniforme e diferentes espessuras (2 μm , 4 μm , 6 μm , 8 μm , 10 μm , 12 μm e 20 μm). A Figura 9 ilustra o caso a ser estudado, para STIM alinhado e STIM fora do eixo.

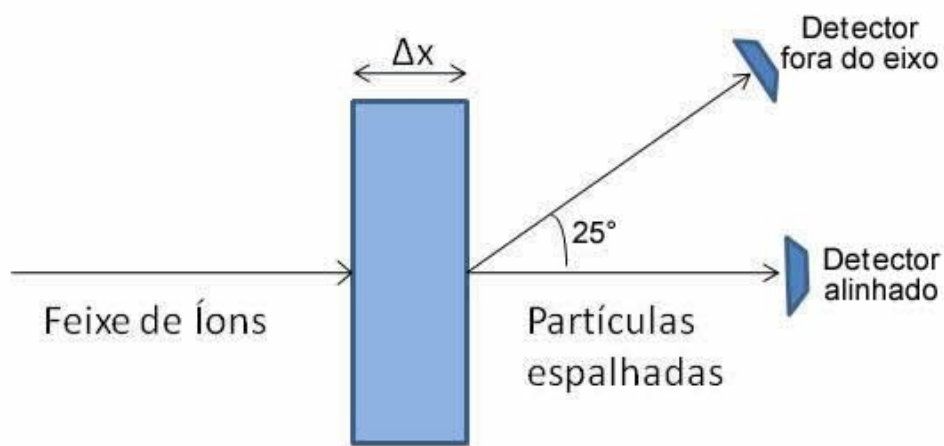


Figura 9 – Esquema do experimento para avaliar relação entre contagens e espessura.

Nos dois casos, é de interesse descobrir qual a influência da espessura Δx no número total de contagens detectadas. O resultado encontra-se nas Figuras 10 e 11.

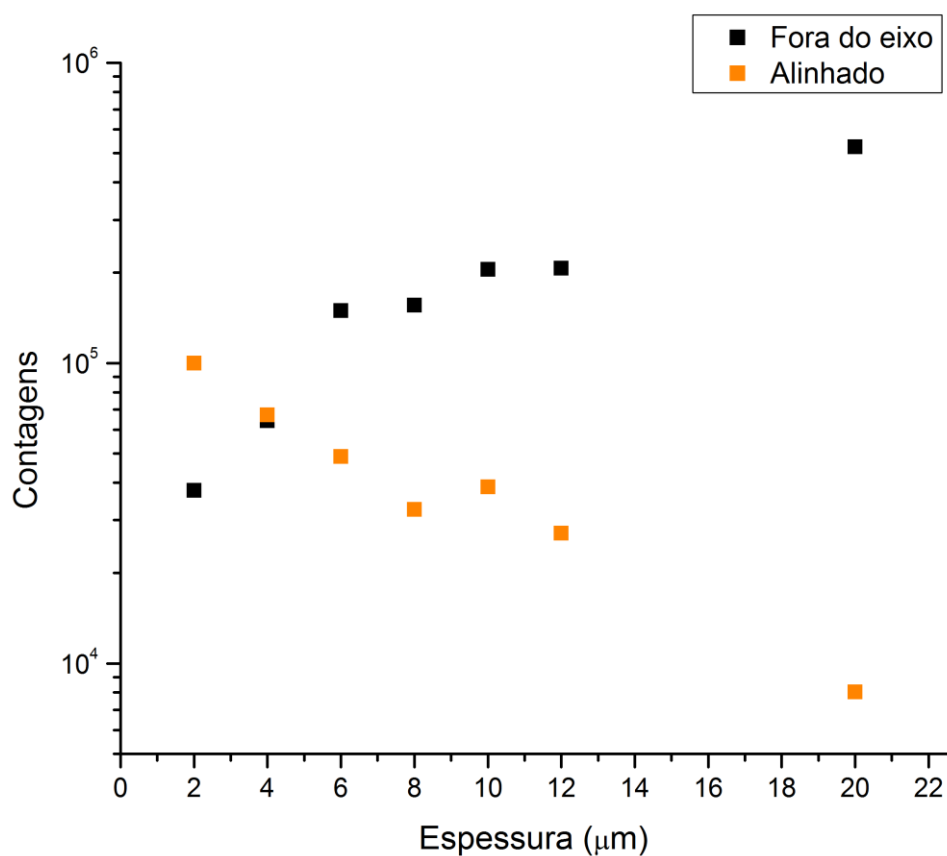


Figura 10 – Contagens não-normalizadas em função da espessura

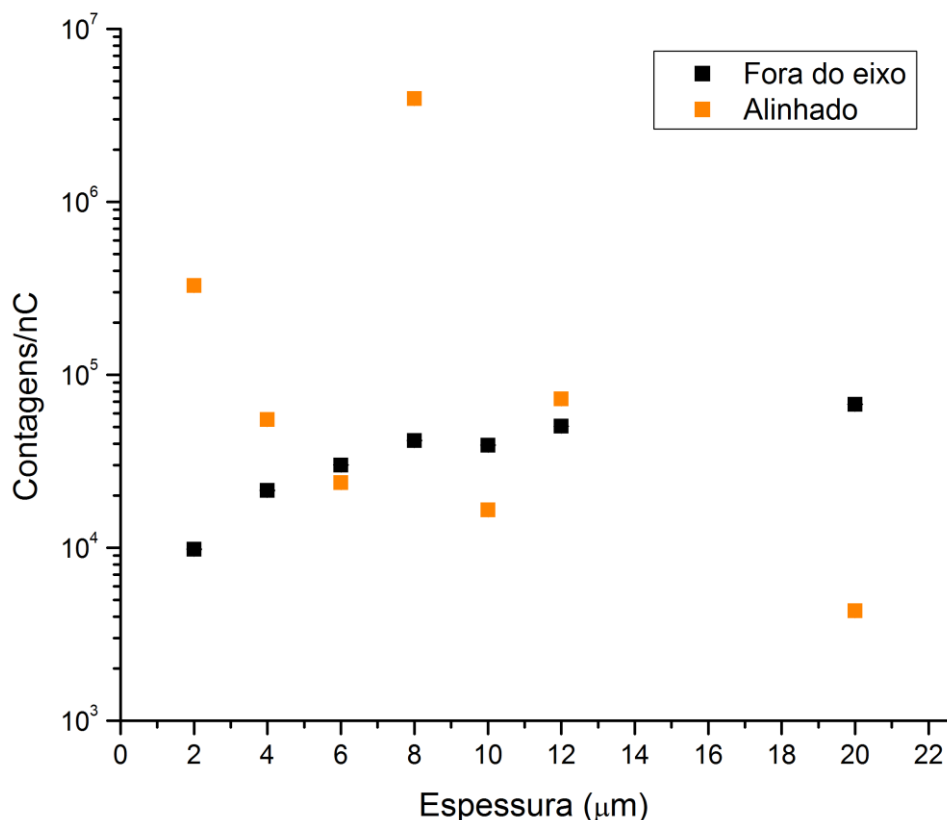


Figura 11 – Contagens normalizadas em função da espessura

A Figura 10 mostra o gráfico das contagens detectadas em relação às sete diferentes espessuras medidas. Os pontos referentes ao STIM fora do eixo parecem apresentar um comportamento linear crescente com a espessura, enquanto que os pontos de STIM alinhado parecem cair exponencialmente com ela. Mas apesar do comportamento interessante destes gráficos, é importante salientar que estas contagens não estão normalizadas, portanto é necessário averiguar mais profundamente seu significado. Para normalizá-las é necessário dividir as contagens pela carga total utilizada na medida. A Figura 11 mostra o resultado devido à normalização. Ela causa mudanças drásticas no comportamento do gráfico em relação ao caso não-normalizado. O eixo das contagens, que estava todo localizado na ordem de 10⁵ contagens, com a normalização passa a ter uma faixa de quase quatro ordens de grandeza, além disso, alguns pontos do STIM alinhado parecem totalmente incongruentes com o comportamento dos outros pontos. O comportamento de contagens crescentes com a espessura no STIM fora do eixo e decrescentes no STIM alinhado é mantido na maioria dos pontos e esse comportamento não é surpreendente. É plausível que, para polímeros de

espessura maior, os íons sofram mais colisões e conseqüentemente tenham probabilidade maior de acabar sendo espalhados na direção do detector do que de serem espalhados (ou não sofrerem espalhamento) na mesma direção do feixe incidente. O mesmo raciocínio se aplica à situação complementar, em que os íons incidem uma superfície fina. Sendo a estrutura a ser atravessada por ele pequena, ele possui uma probabilidade maior de chegar alinhado ao feixe do que espalhado grandes ângulos.

Os próximos passos do trabalho envolvem procurar maneiras de simular o experimento e obter informações mais concretas sobre a relação entre contagens e densidade, além de descobrir que informações o fatiamento do espectro gera.

V. Conclusões

Com o software desenvolvido, o trabalho obteve êxito no desenvolvimento da ferramenta necessária para manipular os dados gerados em laboratório.

A análise da relação entre a espessura da folha de mylar e o número de contagens recebidas em cada um dos detectores mostrou que, para espessuras pequenas, o número de partículas espalhadas na mesma direção do feixe incidente é maior do que o número de partículas espalhadas para o detector fora do eixo. A partir deste resultado, será possível desenvolver uma simulação tipo Monte-Carlo para descrever a transmissão e o espalhamento de íons em amostras finas. Neste caso, parâmetros experimentais deverão ser levados em conta na simulação.

VI. Referências

- [1] A.M. Cormack, A.M. Koehler, Quantitative proton tomography: preliminary results, *Phys. Med. Biol.* 21/4 (1976) 560–569.
- [2] A.E. Pontau, A.J. Antolak, D.H. Morse, A.A. Ver Berkmoes, J.M. Brase, D.W. Heikkinen, H.E. Martz, I.D. Proctor, *Nucl. Instr. and Meth. B* 40/41 (1989) 646.
- [3] B.E. Fischer, C. Muhlbauer, *Nucl. Instr. and Meth. B* 47 (1990) 271.
- [4] C. Michelet-Habchi, S. Incerti, P. Aguer, Ph. Barberet, E. Gontier, T. Guinefolleau, Ph. Moretto, A. Pouthier, T. Pouthier, and R. W. Smith, 3D Imaging of Microscopic Structures Using a Proton Beam, *Ieee Transactions On Nuclear Science*, Vol. 52, No. 3, June 2005
- [5] C. Michelet, Ph. Moretto. 3D Mapping of Individual Cells Using a Proton Microbeam, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, Volume 150, Issue 1-4, p. 173-178
- [6] T. Andrea *, M. Rothermel, R. Werner, T. Butz, T. Reinert, Limited angle STIM and PIXE tomography of single cells, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, Volume 268, Issue 11-12, p. 1884-1888.
- [7] S. A. E. Johansson, J. L. Campbell, K. G. Malmqvist. Particle-Induced X-Ray Emission Spectrometry (PIXE). John Wiley & Sons (1955).
- [8] OMDAQ, Copyright Oxford Microbeams Ltd. 2007, Version 1.3.63.360