

# RADIAÇÃO DE SINCRÓTRÃO

## — A MELHOR FONTE DE RAIOS X

MARIA JOSÉ B. M. DE ALMEIDA

Departamento de Física da Faculdade de Ciências e Tecnologia  
da Universidade de Coimbra

### 1. Introdução

Um número da Gazeta de Física dedicado aos 100 anos dos raios X não podia deixar de conter um artigo sobre a radiação de sincrotrão e as suas aplicações, principalmente em estudos que utilizam a radiação electromagnética na gama dos raios X.

A utilização de fontes tradicionais de produção de raios X — as ampolas de raios X — para investigar a estrutura da matéria, foi já descrita num número desta revista [1]. Recentemente foi também publicado nesta revista um outro artigo [2] relacionado com a radiação de sincrotrão e as suas possibilidades como instrumento experimental, dedicado especialmente à nova fonte europeia, o ESRF, em Grenoble, França.

Iremos assim, com a preocupação de uma mera divulgação, tentar preencher o “espaço” entre estes dois artigos. Através da história, tentaremos transmitir a quem nos lê o entusiasmo relativo não só ao passado muito próximo, como ao presente e ao futuro da utilização deste tipo de radiação. Na realidade — e para falar apenas na sua utilização como fonte de raios X para estudos de difracção — com a radiação de sincrotrão abrem-se perspectivas de estudo da matéria condensada impossíveis de concretizar com a radiação emitida pelas ampolas tradicionais, mesmo as que existem nos laboratórios mais bem apetrechados (por exemplo, ampolas de ânodo rotativo).

Faremos um breve resumo da história dos raios X e da sua utilização, comparando as características dos feixes de raios X emitidos pelas ampolas com as características da radiação de sincrotrão.

Para um estudo mais aprofundado das características desta radiação e das suas

possíveis aplicações, tanto na gama dos raios X como na do ultravioleta, do visível ou mesmo do infravermelho, recomenda-se, para além das referências indicadas em [2], por exemplo a referência [3]. Também tem muito interesse o artigo da ref. [4], bem como alguns breves comentários saídos recentemente na “International Union of Crystallography” [5].

### 2. Estudos de difracção de raios X emitidos por ampolas; suas limitações

Como em qualquer ciência experimental, o estudo da estrutura da matéria condensada tem conhecido grandes avanços à medida que se desenvolvem novas tecnologias.

Descoberta em 1912 a capacidade de um cristal para difractar um feixe de raios X que nele incide, o desenvolvimento de computadores extremamente rápidos e de instrumentos de detecção muito sensíveis permitiu não só o controlo automático da recolha e medição das intensidades dos feixes difractados (nos difractómetros automáticos de cristal simples) como também o seu tratamento a um nível bastante sofisticado. Em certos casos de estruturas razoavelmente simples, é até possível detectar anisotropias nas distribuições electrónicas nas últimas camadas dos átomos, obtendo-se assim informação sobre as características das suas ligações em sólidos diferentes [1].

Como se pode ver em pormenor na ref. [1], os resultados das medições (intensidades dos feixes difractados segundo diferentes direcções, correspondentes a orientações muito específicas dos cristais relativamente ao feixe incidente) têm de sofrer um tratamento matemático (trans-

Raios X produzidos por fontes convencionais

Limitações das ampolas de raios X

Aceleradores de partículas e a radiação de sincrotrão

Características da radiação de sincrotrão

Novos horizontes para a investigação com raios X

formada de Fourier) que nos permite obter como que uma “fotografia da distribuição dos átomos e dos seus electrões na célula unitária” — o mapa de densidades electrónicas. Quanto maior for o número de intensidades medidas, tanto “mais nítida” é a informação obtida da transformada de Fourier. É importante também recordar

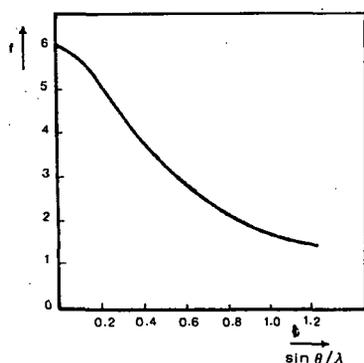


Fig. 1 — Factor atómico de difracção de um átomo de carbono ( $Z = 6$ )

que quanto maior for o ângulo de difracção (ângulo de Bragg) menor é, para determinados valores do comprimento de onda e da intensidade do feixe incidente, a intensidade do feixe difractado por cada átomo de cristal (lembre-se a forma geral do factor atómico de difracção de um átomo, ilustrada na Fig. 1). Por esta razão, acima de determinado valor do ângulo de Bragg, a intensidade do feixe difractado em estudos com ampolas de raios X é tão ténue que é impossível efectuar medições.

Assim, os mapas de distribuições electrónicas só têm uma boa definição quando os materiais estudados têm estruturas muito simples (relativamente poucos átomos por célula unitária) e/ou contêm átomos com grande poder de difracção dos raios X (elevado número atómico  $Z$ ).

O estudo de estruturas cristalinas, embora mais simples porque apenas procura o conhecimento das posições atómicas na célula unitária, tem limitações devidas ao reduzido poder de difracção de átomos como o hidrogénio, o carbono e o oxigénio, e à dificuldade de crescimento de monocristais de muitos destes materiais. Tal acontece mesmo depois desse estudo ter beneficiado de um grande desenvolvimento devido à utilização dos métodos directos [6] (extremamente úteis para materiais orgânicos com um número razoável de átomos e estruturas sem centro de simetria).

Relembre-se o processo de produção de feixes de raios X nas ampolas: a emissão de energia é devida não só à desaceleração de electrões muito energéticos que do cátodo são lançados sobre o ânodo da ampola quando nela embatem (*radiação branca* pouco intensa) mas, principalmente, ao decaimento de electrões atómicos de estados excitados em virtude do bombardeamento do ânodo.

Neste decaimento emite-se a chamada *radiação característica* do material que forma o ânodo da ampola (ver Fig. 2-a).

A intensidade da radiação característica (comprimento de onda bem definido) é algumas ordens de grandeza superior à da radiação branca, e, na maioria dos estudos de difracção de raios X utilizando a radiação emitida por ampolas, só a radiação característica é utilizada (o feixe proveniente da ampola, antes de embater na amostra a estudar, passa através de um filtro adequado que lhe retira a radiação branca; pode também ser previamente difractado por uma família de planos de um cristal monocromador que selecciona o comprimento de onda a utilizar nas medições subsequentes).

A radiação característica é emitida pelo ânodo em todas as direcções; destas só interessa a que está contida num ângulo sólido pouco maior que o definido pelo tamanho da amostra a estudar. Assim, cerca de 99% da energia inicial dos electrões emitidos contra o ânodo é convertida em calor [3], o que provoca graves dificuldades experimentais relacionadas com a necessidade de arrefecimento do ânodo; este factor limita o valor máximo da intensidade dos feixes de raios X emitidos por ampolas.

A interacção dos raios X com a matéria é devida ao efeito do campo electromagnético incidente sobre os electrões que pertencem aos átomos constituintes dos materiais. Assim, a intensidade dos feixes de raios X difractados, além de obviamente depender da intensidade do feixe incidente, depende também do tamanho da amostra e do número atómico dos átomos que a constituem.

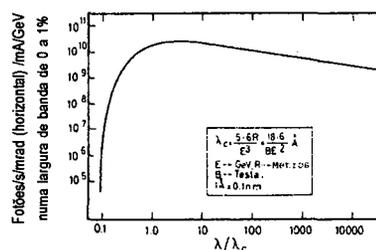
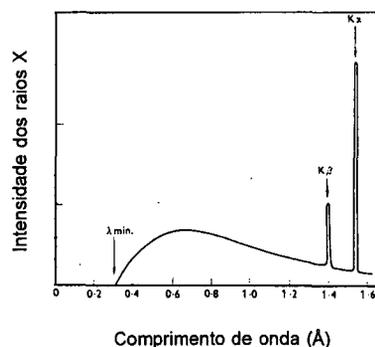


Fig. 2 — a) Espectro dos raios X emitidos por uma ampola com ânodo de cobre; b) Espectro típico da radiação electromagnética emitida por radiação de sincrotrão

Deste modo se pode compreender que a cristalografia de materiais orgânicos — biológicos, por exemplo — com elevado número de átomos a constituir enormes moléculas, tenha tido até há poucos anos limitações intrínsecas. A estas devem ainda ser acrescidas as dificuldades em conseguir monocristais de muitos compostos biológicos, estáveis e com dimensões suficientes para que o seu poder de difracção permita a recolha de um número razoável de intensidades que leve à formação de uma “imagem nítida” da distribuição dos átomos na célula unitária. De facto, para aumentar para o dobro a “nitidez” do mapa de densidades electrónicas, é, num caso geral, necessário multiplicar por oito o número de dados experimentais.

### 3. Os aceleradores de partículas e a radiação de sincrotrão

Um dos conceitos fundamentais do electromagnetismo é a emissão de ondas electromagnéticas por cargas aceleradas. As características das ondas emitidas dependem da aceleração e do tipo de cargas em movimento.

No início deste século, os resultados experimentais levaram à construção de modelos, sucessivamente aperfeiçoados, da constituição dos átomos. Estes são formados por um núcleo (muito pequeno e com carga positiva) e por electrões, em diferentes níveis de energia, sujeitos fundamentalmente à influência do núcleo.

Sobre a constituição do próprio núcleo, imediatamente se teve a noção de que as forças responsáveis pela sua coesão tinham de ser muito intensas, sendo portanto necessário para o desagregar e poder ter informação experimental sobre a sua constituição, fornecer-lhe uma elevada quantidade de energia; um dos processos para tentar produzir tal efeito consiste em bombardeá-lo com partículas com elevada energia cinética. Essa foi a razão do desenvolvimento dos aceleradores de partículas.

É fácil acelerar partículas carregadas, através de campos eléctricos. Se as partículas descreverem sucessivas vezes uma porção de trajectória na qual são aceleradas, a sua energia cinética aumenta. Um modo razoável de fazer uma partícula descrever várias vezes a mesma porção de trajectória é fazer com que ela se mova numa trajectória fechada.

Uma partícula carregada pode ser forçada a descrever uma trajectória fechada, se for sujeita a campos magnéticos.

As partículas carregadas que se podem mais facilmente acelerar por campos eléctricos e desviar de uma trajectória rectilínea por campos magnéticos são as mais leves: os electrões e os positrões.

Assim, num acelerador de partículas, depois de uma primeira parte linear da trajectória (LINAC), onde as partículas são aceleradas por campos eléctricos, há uma sequência de porções de trajectória rectilínea, em que a velocidade das partículas aumenta devido ao campo eléc-

trico a que ficam sujeitas, e porções de trajectória curvilínea, em que a direcção da trajectória é alterada pelos chamados magnetes deflectores. Esta sequência constitui um anel fechado (BOOSTER).

Poderíamos imaginar que deste modo seria possível atingir valores de velocidade (e consequentemente energias cinéticas) tão elevadas quanto se quisesse. No entanto, *as partículas ao serem aceleradas emitem radiação, e a radiação emitida durante o encurvamento da trajectória é tanto maior quanto maior for a própria velocidade.* Esta emissão de radiação define o valor limite para a energia cinética adquirida pelas partículas aceleradas.

Este efeito, limitativo para os físicos nucleares, foi claramente encarado como uma possível fonte de radiação a ser utilizada com outros fins. *A esta radiação emitida pelos electrões durante a sua deflecção chamou-se radiação de sincrotrão.*

Para utilizar nas melhores condições a radiação de sincrotrão, adaptaram-se aos aceleradores de partículas os chamados anéis de armazenamento, nos quais os electrões ou positrões, depois de acelerados num primeiro anel (“Booster”) são lançados e mantidos com energia aproximadamente constante (ver Fig. 3). Também nos anéis de armazenamento existem porções de trajectória em que as partículas são sujeitas a campos magnéticos deflectores (encurvamento da trajectória) e porções rectilíneas onde a energia perdida durante o encurvamento é recuperada devido à aplicação de campos eléctricos. Existem também, em partes diferentes do percurso, acoplamentos de 4, 6 ou 8 magnetes que servem para focar melhor o feixe de partículas para que ele percorra sempre uma trajectória com dispersão espacial mínima.

*Quando os electrões ou positrões atingem velocidades relativísticas, a energia emitida sob a forma de radiação, além de ter uma intensidade muito elevada (que também depende fortemente do raio da trajectória descrita) “estende-se” de modo contínuo com uma intensidade aproximadamente constante [2], numa gama de comprimento de onda que pode ir desde os raios X até ao infravermelho (ver Fig. 2b). Além disso, a radiação é emitida dentro de um ângulo sólido tão estreito que ela se pode considerar unidimensional, permitindo que “todo” o feixe emitido seja utilizado na experiência. Também se verificou, como aliás tinha sido previsto por cálculos teóricos [3], que a radiação de sincrotrão é totalmente polarizada no plano da órbita das partículas carregadas.*

Estas características, para além da sua natureza em pulsos, tornaram a radiação de sincrotrão extremamente “apetecível” em variadíssimos campos da Física Experimental, nomeadamente na difracção de raios X pela matéria condensada.

Tendo começado por ser apenas um efeito não desejado nos aceleradores de partículas construídos para estudos de Física Nuclear, passou-se, no início dos anos 70, a adaptar parcialmente os aceleradores de partículas existentes para a utilização programada da radiação de sincrotrão; no início dos anos 80 foram postos a funcionar

aceleradores dedicados apenas à utilização de radiação de sincrotrão.

Verificou-se, durante o desenvolvimento destes, que introduzindo na trajectória das partículas carregadas associações especiais (periódicas) de magnetes, é possível

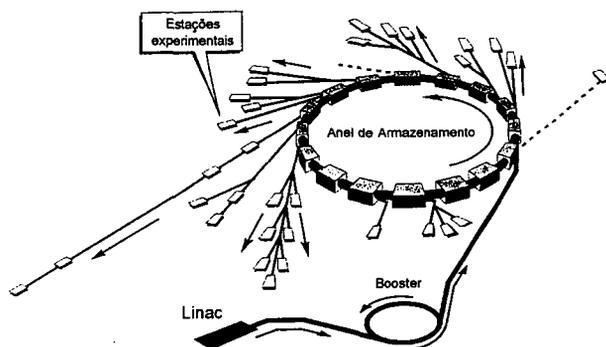


Fig. 3 — Esquema da fonte de radiação de sincrotrão (SRS) em Daresbury, Inglaterra

provocar encurvamentos locais da trajectória dessas partículas que aumentam a intensidade do feixe de raios X emitido. Com os chamados “wiguers” (ver Fig. 4a) obtêm-se comprimentos de onda mais baixos ( $\lambda \approx 1 \text{ \AA}$ ) e com os chamados “onduladores” (ver Fig. 4b) consegue-se uma radiação de elevada intensidade e quase monocromática.

Assim, consoante o tipo de experiência que se deseja realizar, deve escolher-se uma saída adequadamente posicionada numa zona de encurvamento do anel de armazenamento.

As características extraordinárias da radiação de sincrotrão, nomeadamente:

- brilho várias ordens de grandeza superior ao das fontes convencionais de raios X (ampolas);
- espectro contínuo e facilidade de sintonização do comprimento de onda a usar; e
- natureza pulsada

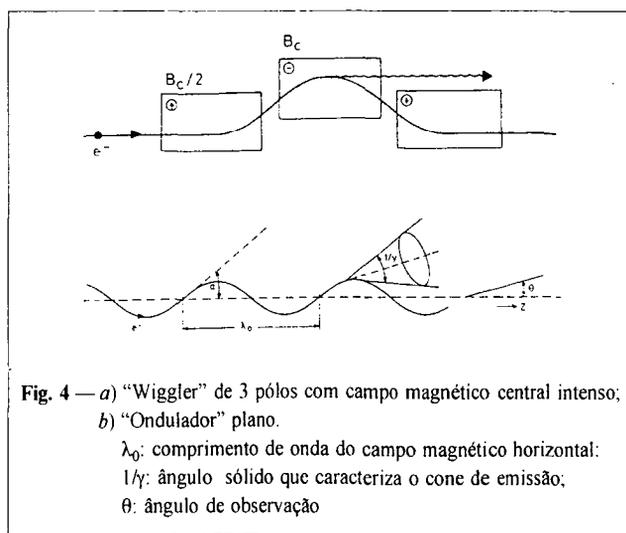


Fig. 4 — a) “Wiggler” de 3 pólos com campo magnético central intenso; b) “Ondulador” plano.  
 $\lambda_0$ : comprimento de onda do campo magnético horizontal;  
 $l/\gamma$ : ângulo sólido que caracteriza o cone de emissão;  
 $\theta$ : ângulo de observação

permitem hoje a realização de experiências de difracção de raios X em estudos como

- estrutura de grandes moléculas biológicas com elementos com fraco poder de difracção dos raios X;
- amostras monocristalinas com dimensões muito pequenas, com cerca de  $10^{15}$  átomos ou menos (microcristais, membranas, filmes, camadas superficiais, interfaces);
- amostras policristalinas (pós), com obtenção de espectros de elevada resolução, permitindo determinar estruturas de amostras para as quais é impossível formar monocristais;
- difracção por amostras líquidas e sólidos amorfos;
- difracção magnética de raios X;
- utilização de radiação branca para obter lauegramas com exposições de fracções de segundo;
- amostras que se deterioram com os efeitos da própria radiação;
- utilização da dispersão anómala para determinação de fases e para contraste elementar, devido à possibilidade de escolha de comprimentos de onda perto de arestas de absorção de cada elemento;
- obtenção de dados experimentais que permitem determinar a evolução temporal de uma estrutura ou de uma reacção, com intervalos da ordem das dezenas de picosegundos.

Naturalmente, todos estes estudos dependem de um enorme esforço de desenvolvimento instrumental, não só relacionado com a construção das próprias fontes de radiação de sincrotrão, mas também referente a processos de recolha automática de dados, detecção e leitura das intensidades difractadas, bem como ao tratamento matemático, por vezes muito complicado, para transformar os resultados obtidos em mapas de distribuição de átomos em moléculas [4].

#### BIBLIOGRAFIA

- [1] COSTA, M. M. R. — “Difracção na Matéria Condensada — Parte I”, *Gazeta de Física*, **8**, 49-53, 1985.
- [2] CARRONDO, M. A., COSTA, M. R., FIGUEIREDO, M. O., RAMOS, M. T. — “Radiação de Sincrotrão — ESRF”, *Gazeta de Física*, **16**, 2-8, 1993.
- [3] “Handbook on Synchrotron Radiation”, vol. **1a**, Ed. Ernest — Eckhard Kock, 1983.
- [4] FOURME, R. et JANIN, J. — “La Cristallographie Biologique”, *La Recherche*, **226**, 1358-1367, 1990.
- [5] COPPENS, P. — “Why Synchrotron Radiation?”, *IUC Newsletter*, **2**, nº 4, 1, 1994.  
 HELLIWELL, J. R. — “Perspectives on Synchrotron Radiation and Crystallography”, *IUC Newsletter*, **2**, nº 4, 5-7, 1994.  
 HARDING, M. M. — “New Opportunities for Chemical Crystallography”, *IUC Newsletter*, **2**, nº 4, 7-10, 1994.
- [6] HAUPTMAN, H. and KAARLE, J. — *A. C. A. Monograph No 3 Pittsburgh: Polycrystal Book Service (1953)* e desenvolvimentos posteriores, trabalho pelo qual lhes foi atribuído o Prémio Nobel da Química em 1985.

**Maria José B. M. de Almeida é Professora Catedrática da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra, Departamento de Física.**