

LUCIANO GILLIERON GAVINHO

**NOVO MÉTODO DE CARACTERIZAÇÃO DE  
ONDULAÇÕES EM SUPERFÍCIES POR DIFRAÇÃO DE  
RAIOS X**

Dissertação apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre, pelo Programa de Pós-Graduação em Física, do Setor de Ciências Exatas da Universidade Federal do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Cesar Cusatis

CURITIBA

2005

*Dedico este trabalho à minha querida esposa,*

*Virgínia*

## AGRADECIMENTOS

Ao Prof. César Cusatis pela orientação no desenvolvimento deste trabalho, a orientação nos tempos de iniciação científica, a prontidão, a confiança e a amizade.

Ao Prof. Irineu Mazzaro pelas sugestões, discussões e apoio, principalmente em questões práticas de laboratório.

Ao Prof. German Tiraio pela ajuda diretamente nos experimentos deste trabalho, sugestões, orientações, e amizade.

Aos colegas Marcelo G. Hönnicke e Edson M. Kakuno pela amizade e disposição a toda hora, sugestões e discussões nas etapas deste trabalho.

A todos os funcionários e participantes do Laboratório de Óptica de Raios X e Instrumentação (LORXI), onde este trabalho pode ser realizado.

A todos os professores e colegas da Universidade Federal do Paraná que contribuíram positivamente para a realização deste trabalho.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron pelo empréstimo de um espelho de raios x como amostra.

Ao Departamento de Mecânica da Universidade Federal do Paraná pelo empréstimo de um plano óptico padrão.

Ao Lactec - Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento pelo empréstimo pelo plano ótico (amostra A3).

À minha amada Virgínia A. Gavinho pelo amor, compreensão e paciência em todos os dias.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>VI</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>IX</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>X</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. FUNDAMENTAÇÃO.....</b>	<b>4</b>
2.1 ESPELHOS E REFLEXÃO.....	4
2.2 METROLOGIA E EQUIPAMENTOS DE MEDIDA PARA O ERRO DE ONDULAÇÃO.....	7
2.3 O MONOCROMADOR 4C.....	8
2.5 FUNÇÃO PSD (POWER SPECTRAL DENSITY).....	11
2.6 ASPECTOS GERAIS DA FUNDAMENTAÇÃO.....	12
<b>3. MONTAGEM EXPERIMENTAL.....</b>	<b>15</b>
3.1 DESCRIÇÃO GERAL.....	15
3.2 FONTE DE RAIOS X.....	17
3.3 MONOCROMADOR.....	18

<b>3.4 ANALISADOR .....</b>	<b>20</b>
<b>3.5 MESA GONIOMÉTRICA E SUPORTE DE AMOSTRAS .....</b>	<b>25</b>
<b>3.6 AMOSTRAS .....</b>	<b>30</b>
<b>4. RESULTADOS.....</b>	<b>35</b>
<b>5. DISCUSSÕES E CONCLUSÕES. ....</b>	<b>45</b>
<b>6. BIBLIOGRAFIA. ....</b>	<b>47</b>
<b>ANEXO I.....</b>	<b>51</b>
<b>PROCEDIMENTOS DE MEDIDAS PASSO-A-PASSO.....</b>	<b>51</b>

## LISTA DE FIGURAS

Fig. 1 - Representação esquemática dos efeitos da superfície com defeitos de ondulação e rugosidade.....	1
Fig. 2.1 – As irregularidades ópticas provocam uma componente refletida difusa que diminui a intensidade esperada da reflexão especular.....	6
Fig. 2.2 – Esquema óptico de um LTP. Elettra. Síncrotron em Trieste, Itália .....	8
Fig. 2.3 – Arranjo monocromador antiparalelo dispersivo, reflexões simétricas. a) modelo experimental; b) diagrama de DuMond. Onde $\Delta\lambda$ é a largura espectral e $\Delta\theta$ é a divergência.....	10
Fig. 2.4 – Esquema representativo de um monocromador 4C, com dois cristais sulcados no arranjo dispersivo.....	10
Fig. 2.5 – Efeitos na qualidade das imagens para cada regime de frequência espacial.....	12
Fig. 2.6 - Exemplo da análise do perfil de difração do feixe refletido ajustado por gaussianas, separando a parte do perfil afetada pela ondulação e a componente devido à rugosidade. Os dados experimentais foram obtidos com a amostra A1 usada no presente trabalho. ....	14
Fig.3.1 – Esquema da montagem experimental. FRX : Fonte de raios x ; M4C : monocromador 4 cristais ; AM : amostra ; MGT : mesa goniométrica e transladora ; A : cristal analisador ; EC : eixo giratório controlado por computador ; D : detector contador cintilador.....	16

Fig. 3.2 – Desenho comparativo entre a configuração LF (foco linha) e PF (foco ponto). O desenho não está proporcional em relação às dimensões (17 x 15) mm e (400 x 0.5) mm para LF e PF respectivamente. ....	18
Fig. 3.3 – Monocromador 4-cristais dispersivo com dois cristais sulcados Si (440) .....	19
Fig. 3.4 – Vista superior e lateral do difratômetro onde aparece o motor de passo que controla o eixo à direita. ....	20
Fig. 3.5 – Vista da parte interna do difratômetro. ....	21
Fig. 3.6 – Fotografia do dispositivo de ajuste do ângulo vertical (tilt) do analisador. ....	22
Fig. 3.7 – Montagem do suporte do analisador no difratômetro. ....	23
Fig. 3.9 – Mesa goniométrica. Em cima dela uma mesa transladora elástica. ....	25
Fig. 3.10 - Suporte construído para garantir o ajuste vertical sem deslocamento horizontal.....	27
Fig. 3.11 – Fotografia da mesa transladora horizontal utilizada na maioria das amostras. ....	27
Fig. 3.12 – Efeito do deslocamento horizontal realizado pela mesa transladora na região da amostra iluminada pelo feixe.....	28
Fig. 3.13 – Câmara de translação elástica montada em cima da mesa goniométrica mostrando o motor de passo responsável pelo acionamento da translação.....	29
Fig. 3.14 – Amostra A1. Espelho de raios x, vidro recoberto com ouro medindo (100 x 750) mm <sup>2</sup> sobre a mesa goniométrica.....	31

Fig. 3.15 – Amostra A2. Padrão de plano óptico de quartzo (planicidade $\lambda/20$ ) (Departamento de Mecânica da Universidade Federal do Paraná) .....	32
Fig. 3.16 – Amostra A3. Vidro plano medindo 100 mm de diâmetro e planicidade $\lambda/10$ fornecido pelo LAC (Laboratório de Análise da Copel – Companhia Paranaense de Energia Elétrica) .....	33
Fig. 3.17 – Amostra A4. Três planos ópticos com planicidade desconhecida. O vidro rotulado “2” foi escolhido antecipadamente como o melhor entre os três. .....	34
Fig. 4.1 – Comparação entre os perfis de difração dos feixes refletidos e feixe incidente nas quatro amostras. ....	36
Fig. 4.2 – (a) Amostra A1 e os pontos de medições.....	38
b) Perfis de difração do feixe refletido nos diferentes pontos e o perfil do feixe incidente.....	38
Fig. 4.3 – Contribuição do slope error nos vários pontos de medida.....	39
Fig. 4.4 - Comparação entre as duas configurações: foco ponto e foco linha (ponto 7 da Fig. 4.2) e o feixe incidente como referência.....	41
Fig. 4.5 - Perfis de difração em dois pontos da amostra A2 em comparação com o feixe incidente. ....	42
Fig. 4.6 – Perfis de difração do feixe refletido e incidente com o analisador Si (440) e monocromador Si (440) .....	43
Fig. 4.7 – a) desenho representativo da distribuição dos pontos medidos na amostra A2.....	44
b) Gráfico dos perfis de difração nos respectivos pontos.....	44

## RESUMO

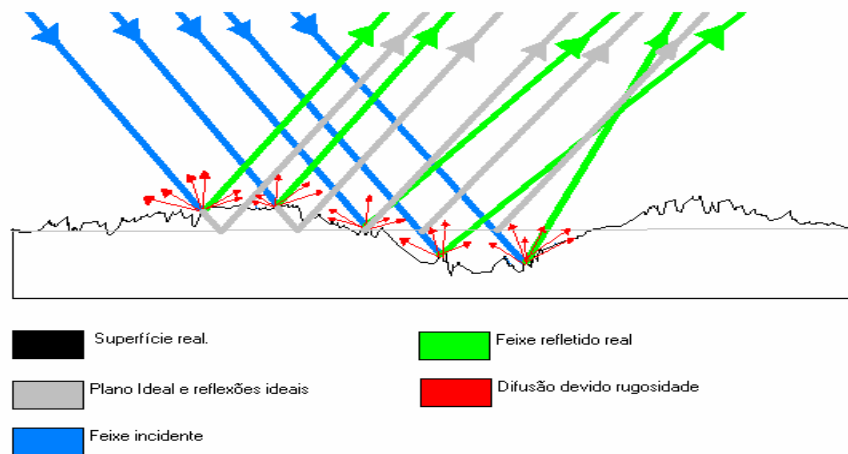
Um método simples com o uso de raios x para a obtenção dos valores da ondulação em superfícies planas é apresentado neste trabalho. Foram caracterizadas amostras de superfícies, incluindo um espelho fabricado para uso em linhas de luz síncrotron. A base do método é o alargamento do perfil de difração de um cristal analisador devido ao aumento da divergência causado pelas ondulações quando o feixe de raios x é refletido pela superfície. Foram analisadas quatro amostras com qualidade de superfície variada. Os experimentos mostraram como os diferentes níveis de qualidade podem ser obtidos com a óptica de raios x adequada. O método tem sensibilidade suficiente para suprir a demanda em qualidade dos espelhos da geração atual dos síncrotrons.

## **ABSTRACT**

A simple method with use of x-rays for measurement of the surface slope error is presented in this work. Surfaces samples were characterized, including a synchrotron beamline mirror. The base of the method is the perfect crystal rocking curve widening due to divergence increasing caused by surface waviness when the x-rays beam is reflected by the surface. Four samples with varied surface quality had been analyzed. The results show as the different surface quality levels can be analysed with the adequate optics. The method has sufficient sensitivity to satisfy the demand of mirrors quality for the current synchrotrons generation.

## 1. INTRODUÇÃO.

Nos laboratórios de luz síncrotron, a qualidade da superfície dos espelhos das linhas de luz é de fundamental importância para a qualidade da óptica envolvida. Os feixes são refletidos nos espelhos em regime de reflexão externa total. No caso de raios x, os ângulos de incidência são rasante, menor que um grau. Portanto a área útil do espelho é normalmente bastante grande aumentando o número de defeitos iluminados pelo feixe. Os principais defeitos são rugosidade e ondulação (“*slope error*”) (figura 1). Deformações produzidas por tensões pós-montagem (gravidade, montagem, gradientes térmicos introduzidos pelo feixe de luz síncrotron, etc.), são defeitos que não serão tratados aqui.



**Fig. 1 - Representação esquemática dos efeitos da superfície com defeitos de ondulação e rugosidade.**

A rugosidade provoca o espalhamento difuso do feixe, diminuindo a intensidade do feixe refletido. Esta também não será tratada neste trabalho, embora apareça representada graficamente em algumas figuras. Os efeitos da ondulação caracterizam-se, preponderantemente, por desvios de pequeno ângulo do feixe refletido causando distorções na imagem desejada.

Os métodos mais utilizados para caracterizar os erros de ondulação fazem uso de perfilômetros: o Long-trace Surface Profiler (LTP) [5] e o Large Surface Profiler [6] são alguns exemplos desses instrumentos ópticos sofisticados baseados em luz laser. Detalhes do uso, desempenho e as limitações desses instrumentos podem ser encontrados na literatura (p.ex. Bennett e Mattsson [7] e Lindsey [8]). Atualmente pode-se encontrar, em espelhos utilizados em linhas de luz de vários síncrotrons, ondulações que causam desvios do feixe tão pequenos quanto  $2 \mu\text{rad}$  (0,4 segundos de arco) [9].

Para a utilização de espelhos de raios x é conveniente que a caracterização seja feita com raios x. O método desenvolvido por Mancini e Bilderback [10] utiliza topografia de raios x para caracterizar a rugosidade e ondulação. A técnica consiste em analisar padrões de difração gravados em um filme de um feixe que passa por uma fenda fina após a reflexão na superfície do espelho.

A modelagem do espalhamento de raios x refletidos em um espelho com rugosidade e ondulação foi realizada por Tong et al. [11] com base nos trabalhos de Church et al. [12, 13 e 14]. Yamaoka et al. [15] compararam medidas de rugosidade feitas em dois espelhos grandes ( $800 \times 50$  e  $1000 \times 140 \text{ mm}^2$ ), com as previstas em modelagem baseada na fórmula de Church [12], encontrando boa aproximação. A maioria das medidas de espalhamento de raios x objetivando a

caracterização de superfícies encontrada na literatura, analisa, em geral, apenas o defeito de rugosidade [16-19], defeito que não é objeto deste trabalho. Um abrangente trabalho de modelagem de superfícies, visando à caracterização dos efeitos das ondulações e rugosidade no feixe refletido, é encontrado em Church e Takacs [20]. Um método óptico para medir ondulações de superfícies com alta sensibilidade foi usado por Souvorov et al. [21] baseado na recuperação numérica de múltiplas imagens de espalhamento pela superfície iluminada por um feixe coerente de raios x. Como a disponibilidade de feixes mesmo parcialmente coerentes de raios x é limitada, atualmente, aos síncrotrons de energias de 6 GeV ou mais, o método é bastante limitado, pois existem apenas três dessas máquinas hoje (ESRF, APS e Spring8).

O método de caracterização proposto neste trabalho é fundamentado na análise, por um cristal perfeito, do feixe de raios x refletido na superfície sob condição de reflexão total externa, onde o aumento da divergência provocado pela ondulação é caracterizado pelo aumento da largura total a meia altura (FWHM) do perfil de difração. O experimento foi realizado com feixe de raios x de um tubo convencional.

No próximo capítulo serão analisadas as bases do método, no capítulo seguinte serão descritos os detalhes da montagem experimental e, em seguida, serão descritos os resultados obtidos. Finalmente são apresentadas as conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO

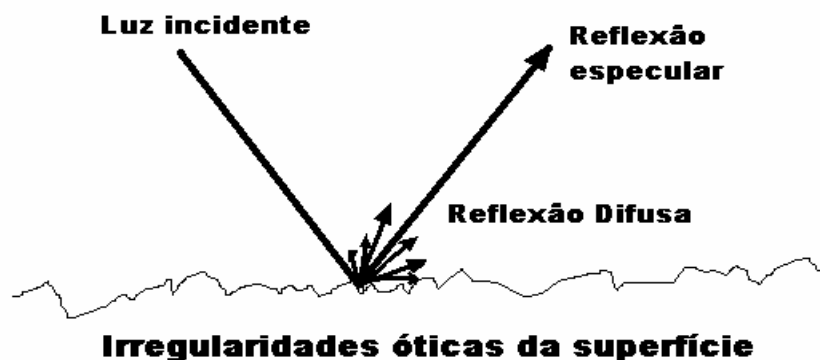
### 2.1 ESPELHOS E REFLEXÃO

Uma vez que as fontes de raios x são sempre divergentes, das funções exercidas pelos espelhos pode-se destacar a focalização, uma das facilidades da linha de luz síncrotron. Os espelhos de raios x também são utilizados nos laboratórios de luz síncrotron para a melhoria de resolução em energia, rejeição de harmônicas e , eventualmente, reduzir a carga térmica no componente óptico seguinte. Um experimento simples pode necessitar de mais de um espelho na linha de luz. Desde que ângulos rasantes, na ordem de  $1^\circ$ , são necessários para garantir alta refletividade, defeitos nas superfícies tornam-se grandes problemas. Na maioria destes espelhos trata-se de superfícies planas montadas com controle e acionamento de curvatura mecânicos ou eletromagnéticos [1]. Deformações termicamente induzidas e espalhamento originado nos erros residuais de fabricação impõem limitações no desempenho do dos espelhos de raios x no atual estado-da-arte. Estas falhas não podem ser corrigidas sem uma caracterização precisa da superfície real do espelho em uso.

O incremento na qualidade e na energia das fontes de luz síncrotron exige alta qualidade óptica das linhas de luz. Conseqüentemente, na construção dos espelhos utilizados nas linhas de luz o rigor das especificações vem aumentando. Entre várias dificuldades atuais enfrentadas pelos fabricantes, uma seria o aumento na demanda por espelhos que suportem uma carga térmica alta

obrigando que os mesmos sejam refrigerados, tenham uma alta condutividade térmica e baixo coeficiente de expansão térmica. Outra dificuldade é a ondulação, pois, devido ao pequeno ângulo crítico da reflexão total externa nos comprimentos de raios x, a relação entre comprimento e largura de um espelho varia entre de 4:1 a 10:1 causando maiores problemas para diminuição das ondulações no sentido do comprimento do espelho. Outra dificuldade seria a rugosidade embora se possa constatar que os métodos utilizados na fabricação chegam ao nível de retirada de camadas atômicas, ou seja, a menos de 0,3 nm RMS.

Considerando uma superfície plana perfeita onde incide uma onda plana monocromática com um ângulo  $\theta < \theta_c$  onde  $\theta_c$  é ângulo crítico da reflexão total externa, a onda é refletida sem nenhuma alteração em sua divergência. Quando um feixe de raios x é refletido por uma superfície óptica real, a feixe refletido sofre mudanças em sua divergência. A reflexão pode ser decomposta em uma componente especular e uma componente difusa (Ehrenberg [22]), como mostra a figura 2.1. Uma discussão da teoria da reflexão especular e de suas aplicações é feita por Matsushita e Hashizume [2].



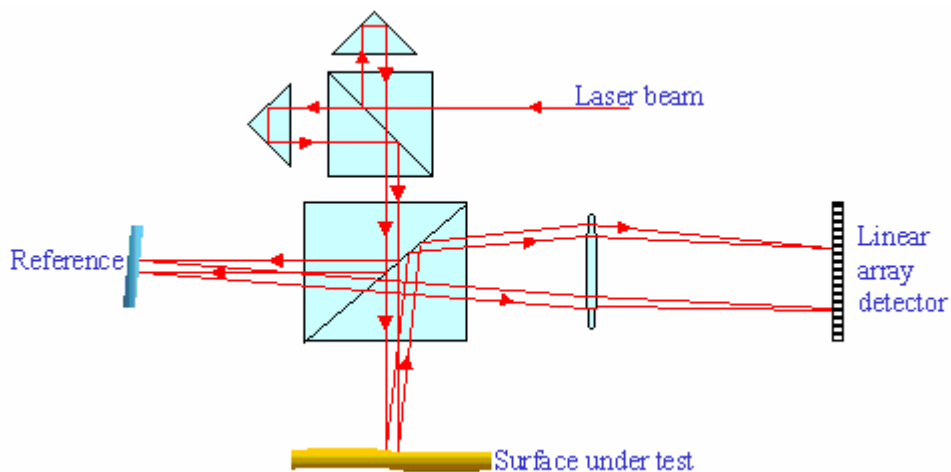
**Fig. 2.1 – As irregularidades óticas provocam uma componente refletida difusa que diminui a intensidade esperada da reflexão especular.**

Na superfície de um espelho real onde existe ondulação, pode-se esperar que os fótons incidentes que sofreram reflexão estarão refletindo em ângulos diferentes um do outro dependendo da posição que estiverem tocando o espelho (ver figura 1.1). Portanto a ondulação provoca aumento da divergência do feixe. Como já foi comentado, o efeito da rugosidade é um espalhamento difuso do feixe incidente e, embora de efeitos diferentes, a ondulação e a rugosidade podem ser consideradas ondulações, como um todo, de baixa e alta freqüência, respectivamente. Church e Takacs [24] estudaram os dois defeitos em conjunto. No caso de ondulações a imagem refletida será distorcida e, devido à rugosidade, a intensidade será reduzida.

Portanto, as diferenças entre, a imagem refletida (por reflexão total externa) e a imagem direta da fonte tornam-se uma potente ferramenta para caracterizar a qualidade do plano óptico, como sugere Ehrenberg [22].

## 2.2 METROLOGIA E EQUIPAMENTOS DE MEDIDA PARA O ERRO DE ONDULAÇÃO.

O interferômetro de Fizeau é muito usado para peças ópticas pequenas. No laboratório de metrologia do ESRF [26], o Interferômetro de Fizeau é equipado com um laser HeNe single mode estabilizado ( $\lambda=632$  nm) e é capaz de medir planicidade com precisão de  $\lambda/100$  e repetitividade de  $\lambda/200$ . Outro equipamento óptico do ESRF, onde uma das amostras deste trabalho foi caracterizada, é o LTPIII, é uma versão melhorada do LTP desenvolvido por Takacs e Quian (Brookhaven National Laboratory) [5]. O LTP é baseado em um interferômetro de Michelson de dois feixes. É usado para medidas absolutas de ondulações e raio de curvatura de espelhos longos planos e curvos. Um esquema básico do funcionamento do LTP é mostrado na figura 2.2.



**Fig. 2.2 – Esquema óptico de um LTP. Elettra. Síncrotron em Trieste, Itália**

O LTP tem várias vantagens como, por exemplo, a capacidade de medir a ondulação em espelhos longos com certa facilidade, precisão e repetitividade. O equipamento do ESRF pode efetuar medidas de ondulações com uma resolução de  $1 \mu rad$  ao longo da varredura. No entanto, estes processos de medidas de ondulações em espelhos de raios x exigem salas limpas (clean room) e equipamentos especiais.

### 2.3 O MONOCROMADOR 4C.

Como este trabalho propõe medir a relação entre o FWHM do feixe incidente e o refletido para caracterizar o erro de ondulação, é próprio pensar que se esta diferença é muito pequena, ou seja, a qualidade da superfície é muito boa,

devemos utilizar feixes para iluminar as amostras com a menor largura espectral e angular possíveis. Devemos obter uma onda mais plana e monocromática possível. Um monocromador 4 cristais (4C) dispersivo exerce esta função suficientemente bem para este trabalho [27]. Na figura 2.3 aparece o arranjo de dois cristais demonstrando basicamente seu comportamento através do diagrama de Dumond na mesma figura. A faixa apresentada em cinza representa a banda passante limitada pelas larguras  $\Delta\lambda$  (largura espectral) e  $\Delta\theta$  (largura angular) do feixe emergente resultantes do arranjo. Na figura 2.4 mostra-se o arranjo 4C. Para o presente trabalho o principal efeito (resolução de energia) está sendo feito pelos dois cristais antiparalelos como na figura 2.3. A principal vantagem aqui de se utilizar o 4C está na direção do feixe como pode ser visto na figura 2.4. As mudanças necessárias que foram feitas durante os experimentos, incluindo a troca dos cristais do monocromador e a mudança da ordem de reflexão, seriam complicadas em termos de alterações de montagens se fosse utilizado um monocromador de dois cristais, pois a todo o momento seria necessário trocar as posições de todos os outros componentes do arranjo experimental. Algumas construções são de especial interesse como o monocromador utilizado neste trabalho, um monocromador 4-cristais em geometria dispersiva com dois cristais sulcados (“*channel-cut*”). Este arranjo foi proposto por Beaumont e Hart [27]. Um abrangente estudo sobre monocromadores pode ser encontrado em Authier [28], capítulo 15.

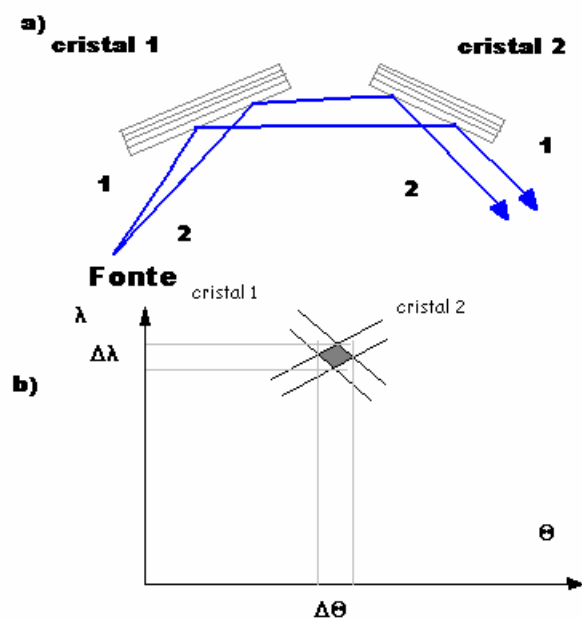


Fig. 2.3 – Arranjo monocromador antiparalelo dispersivo, reflexões simétricas. a) modelo experimental; b) diagrama de DuMond. Onde  $\Delta\lambda$  é a largura espectral e  $\Delta\theta$  é a divergência.

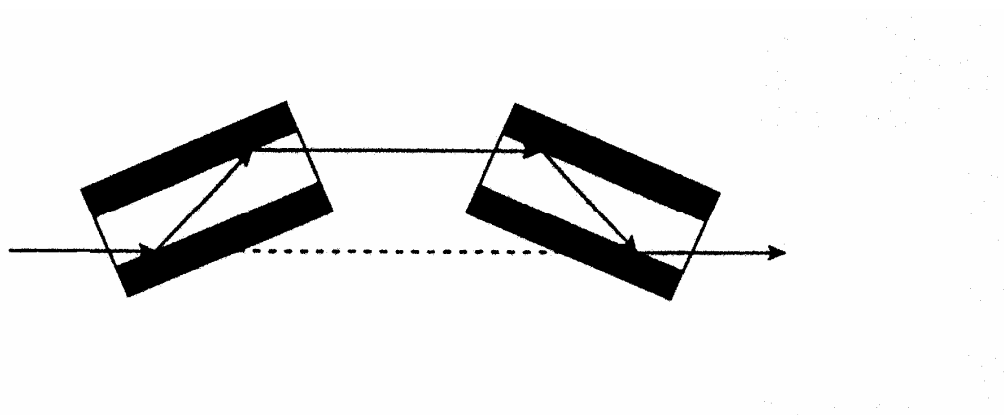
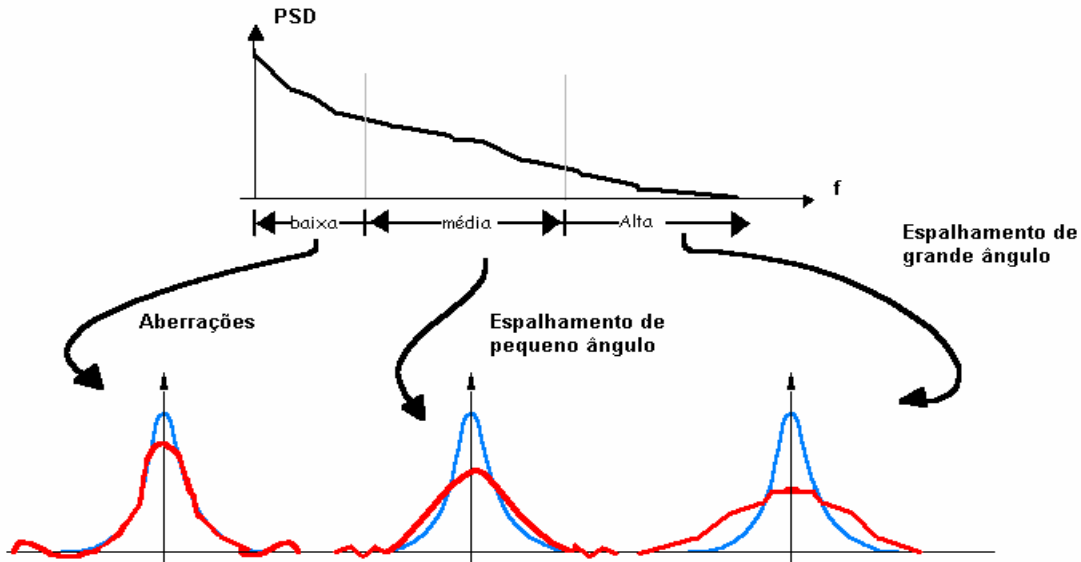


Fig. 2.4 – Esquema representativo de um monocromador 4C, com dois cristais sulcados no arranjo dispersivo.

## 2.5 FUNÇÃO PSD (POWER SPECTRAL DENSITY)

A densidade espectral (PSD) é uma função de modelagem dos defeitos do feixe refletido em função das ondulações de uma superfície. É baseado na informação da variação da altura da superfície em relação à posição ao longo do espelho e traduzida como funções periódicas da variável altura por transformada de Fourier.

Se uma superfície desvia e espalha a luz incidente, então a integral da função PSD fornece o valor RMS da rugosidade e da ondulação. Church e Takacs [24] generalizaram os resultados da reflexão por uma superfície onde o efeito da ondulação pode ser calculado diretamente da função PSD sobre a banda de baixa frequência apropriada e o efeito da rugosidade pode ser obtido do cálculo sobre a componente de alta frequência. A figura 2.5 mostra a função PSD em relação à distribuição espacial de frequência e os efeitos no perfil e difração quando a mesma é aplicada à intensidade do feixe incidente. Os efeitos, alta, média e baixa frequência em conjunto e aplicados no feixe incidente resultam na simulação do perfil de difração do feixe refletido.



**Fig. 2.5 – Efeitos na qualidade das imagens para cada regime de frequência espacial.**

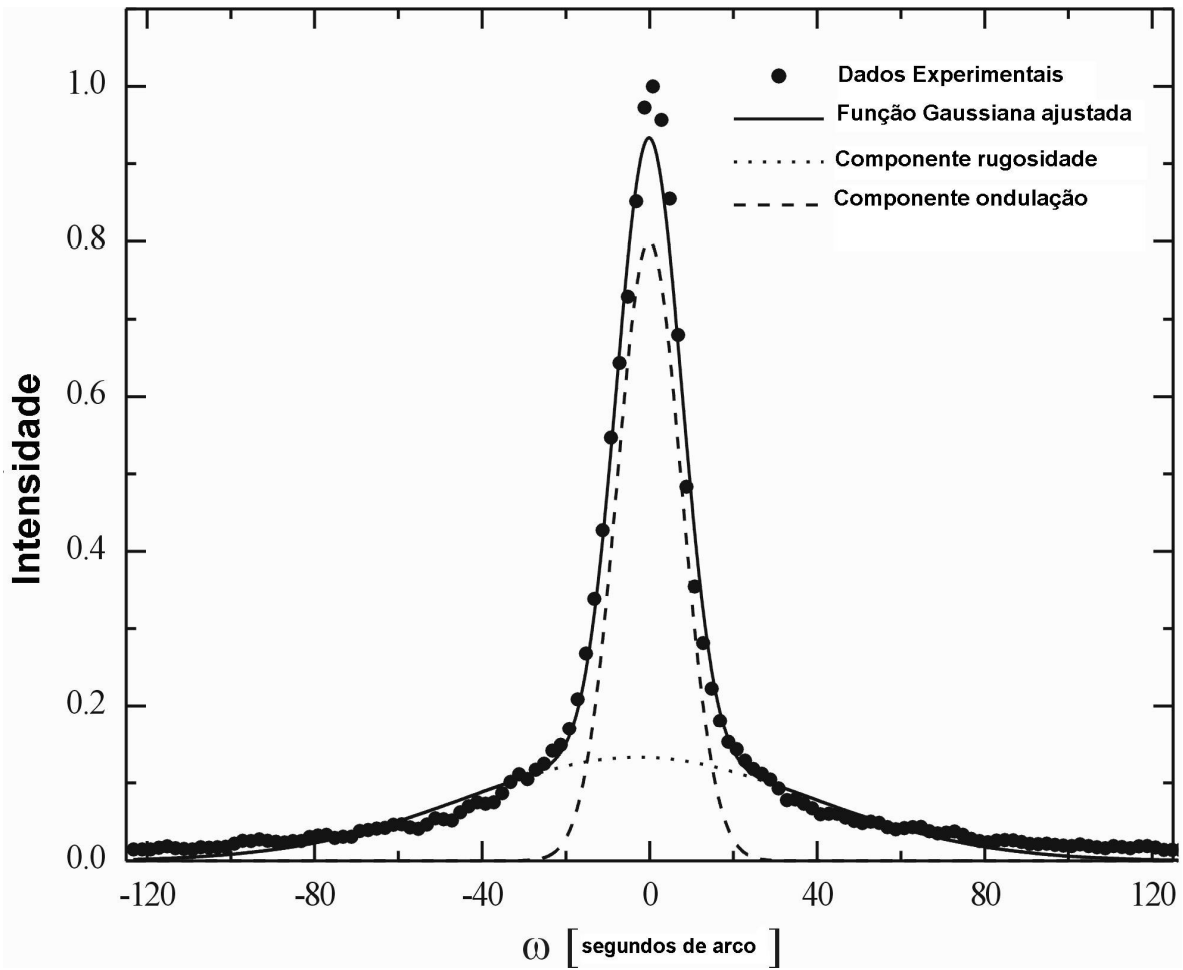
Como pode ser visto na figura, a função PSD é útil na caracterização da imagem refletida por superfícies. O programa computacional de análise de simulação do caminho de um feixe (*Ray tracing*), o Shadow, é um exemplo do uso da função PSD. Naturalmente é necessário obter os dados do relevo da superfície. Conhecidos estes dados, a aplicação da função PSD permite a previsão da imagem correspondente ao feixe emergente da superfície.

## 2.6 ASPECTOS GERAIS DA FUNDAMENTAÇÃO.

Um feixe de raios x ao ser refletido (reflexão total externa) por uma superfície sofre degradação, traduzida por um aumento da divergência como

conseqüência das ondulações presentes. Esta divergência pode ser medida comparando, com um cristal analisador, o perfil de difração do feixe direto com o perfil de difração do feixe refletido no espelho, o qual apresenta um alargamento. Se a ondulação for muito pequena, a diferença também será muito pequena. Conseqüentemente a largura do perfil de difração do analisador deve ser compatível com a diferença entre a largura dos dois perfis, de forma que esta diferença seja mensurável, com a precisão necessária, isto é, a escolha da óptica de raios x necessária (monocromador e o cristal analisador) dependerá da qualidade da superfície.

A análise do perfil de difração do feixe refletido pelo espelho pode ser dividida em duas partes: os fótons espalhados na base do perfil e o núcleo principal do feixe refletido. Um exemplo destas componentes do perfil de difração onde foram ajustados, apenas para simplificar a análise, duas funções Gaussianas, aparece na figura 2.6. A contribuição da rugosidade da superfície não tem, em geral, um formato gaussiano [23]. É possível também obter a rugosidade da superfície medindo-se a diferença entre as bases do perfil de difração do feixe incidente e refletido como visto em Kunieda et al. [25]. Os efeitos da rugosidade podem ser estudados como função do ângulo do feixe incidente e aparecem como assimetrias na base do perfil de difração do feixe refletido (Yamaoka et al. [15]).



**Fig. 2.6 - Exemplo da análise do perfil de difração do feixe refletido ajustado por gaussianas, separando a parte do perfil afetada pela ondulação e a componente devido à rugosidade. Os dados experimentais foram obtidos com a amostra A1 usada no presente trabalho.**

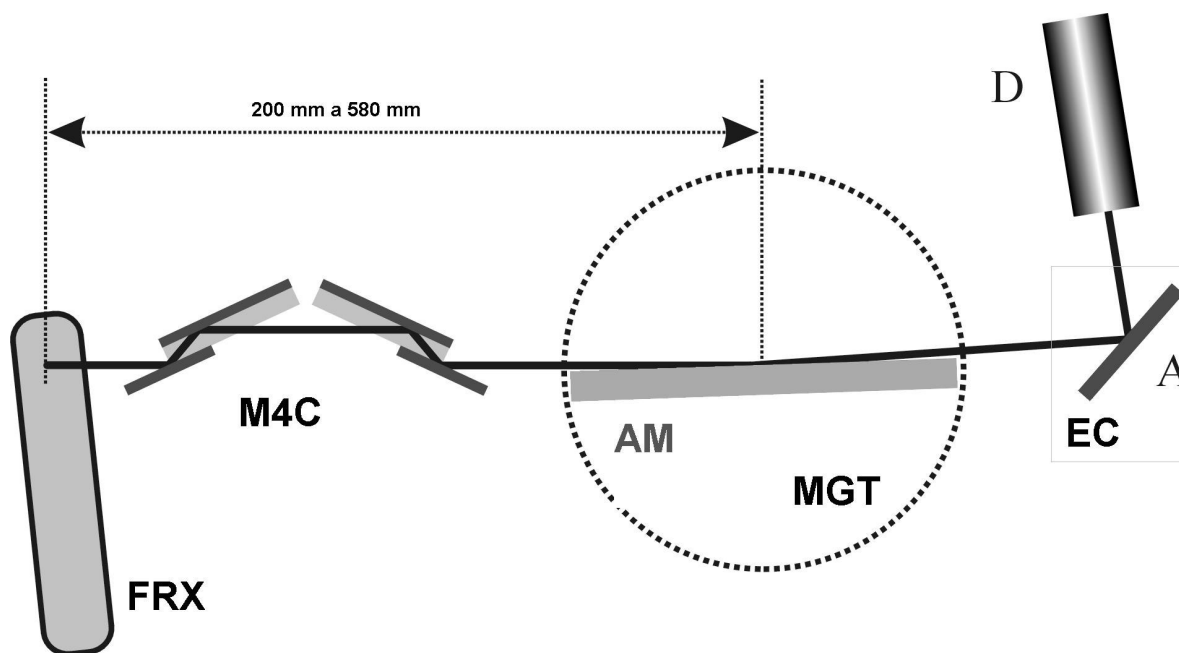
### 3. MONTAGEM EXPERIMENTAL.

Neste capítulo apresentam-se os detalhes da montagem experimental necessária para a detecção do alargamento do perfil de difração devido às irregularidades ópticas das amostras. É importante observar que este arranjo experimental não é único, pois depende da sensibilidade óptica necessária. Não somente a óptica deve ser compatível com a qualidade da superfície analisada, mas também a mecânica de translação e orientação da amostra precisa ter a precisão necessária. As modificações das montagens experimentais serão devidamente comentadas de acordo com o decorrer da análise das amostras. O anexo I contém um guia passo-a-passo para facilitar a reprodução dos experimentos.

#### 3.1 DESCRIÇÃO GERAL

A figura 3.1 apresenta um esquema de todas as montagens utilizadas neste trabalho. Basicamente, o comportamento esperado do arranjo segue a seguinte seqüência: a fonte de raios x gera um feixe; este feixe é redefinido em energia pelo monocromador; o feixe redefinido atinge a superfície da amostra em um ângulo rasante compatível com o ângulo crítico de reflexão total; o feixe refletido segue para o cristal analisador montado em um eixo giratório, usado para gerar o perfil de difração que é medido no detector cintilador.

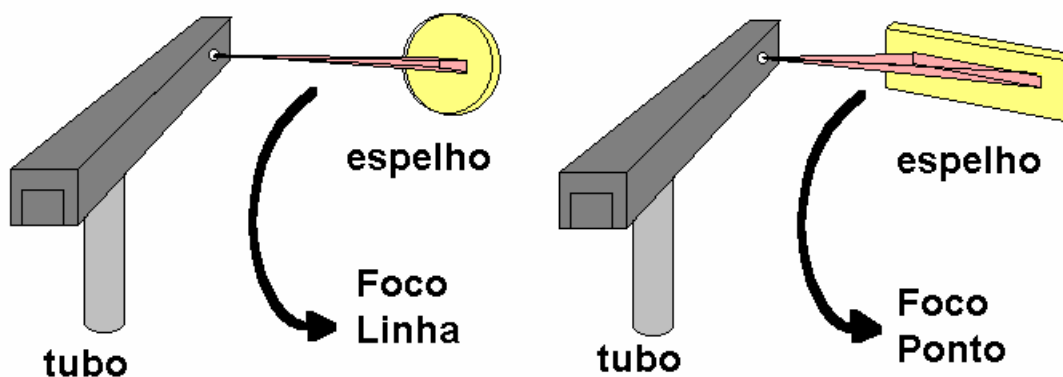
A fonte de raios x foi usada na configuração foco ponto ou foco linha devido à necessidade de iluminar uma maior ou menor área da amostra. Modificações da ordem da reflexão foram necessárias para diminuir a largura do perfil de difração. As amostras foram montadas em diferentes mesas goniométricas dependendo do tamanho e peso das amostras. Os analisadores utilizados em todas as análises foram cristais perfeitos. A ordem da reflexão do analisador também foi alterada para adequar a largura do perfil de difração à mesma ordem de grandeza do erro de ondulação da superfície das amostras. O detector, para todos os experimentos, foi um contador cintilador.



**Fig.3.1 – Esquema da montagem experimental. FRX : Fonte de raios x ; M4C : monocromador 4 cristais ; AM : amostra ; MGT : mesa goniométrica e transladora ; A : cristal analisador ; EC : eixo giratório controlado por computador ; D : detector contador cintilador.**

### 3.2 FONTE DE RAIOS X.

Um tubo convencional de Cu operando em 40kV e 20mA forneceu o feixe para a análise de todas as amostras. Foram utilizadas duas configurações de fonte: foco ponto (PF) e foco linha (LF). Estas duas configurações foram utilizadas para fornecer feixes que iluminaram áreas diferentes da amostra. Na configuração LF as dimensões da fonte projetada (*focal spot size*) foi 0.04 mm x 12 mm e para PF 1.2 mm x 0.4 mm. Estes dados estão considerando um ângulo de saída da radiação (*take off*) de 6°. Deve-se observar que a configuração foco linha resulta de um feixe maior na dimensão vertical, mas é a varredura no sentido horizontal mais importante para este trabalho. Portanto uma fenda, limitando verticalmente o feixe, foi adicionada após o monocromador para padronizar o feixe, na vertical, em qualquer configuração. A figura 3.2 mostra as duas situações com relação à região iluminada pelo feixe na amostra. No caso de um ângulo de incidência de aproximadamente 650 segundos de arco e uma distância do tubo de 50 cm tem-se uma área de (17 x 15) mm<sup>2</sup> para configuração LF e de (400 x 0.5) mm<sup>2</sup> para PF. Este comprimento grande no sentido horizontal (400 mm) é de especial interesse para a análise da média do erro de ondulação de um espelho, uma das amostras deste trabalho, cuja dimensão longitudinal é grande (750 mm), é descrita neste capítulo logo adiante. Junto à torre do tubo está fixado o monocromador 4C, que será descrito a seguir.

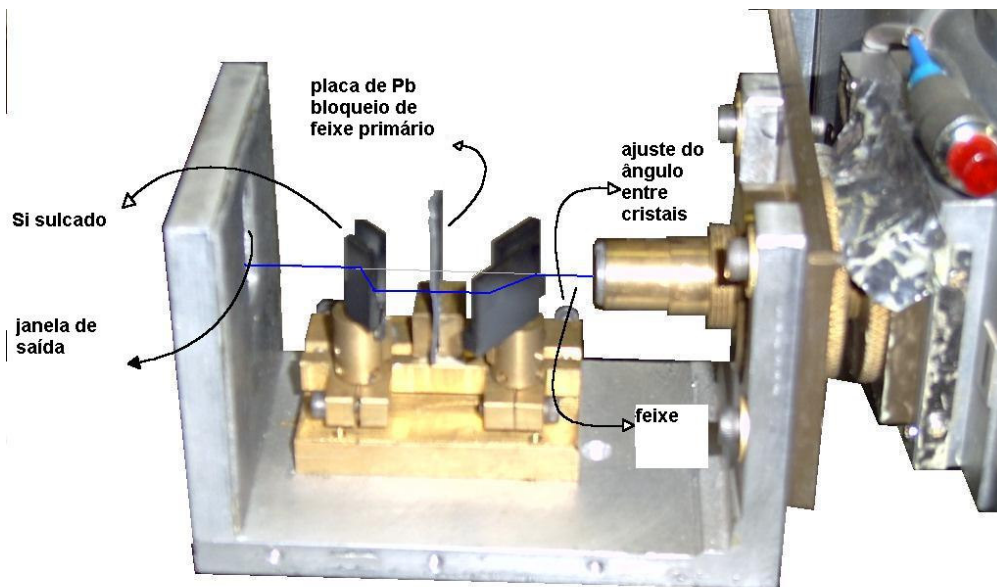


**Fig. 3.2 – Desenho comparativo entre a configuração LF (foco linha) e PF (foco ponto). O desenho não está proporcional em relação às dimensões (17 x 15) mm e (400 x 0.5) mm para LF e PF, respectivamente.**

### 3.3 MONOCROMADOR.

O feixe foi definido em energia  $\text{Cu } K\alpha_1$  (8,047 keV) pelo monocromador 4-cristais em geometria dispersiva. A figura 3.3 é uma fotografia do monocromador construído no LORXI (Laboratório de Óptica de Raios x e Instrumentação – UFPR). O mesmo tem uma construção prática dotada de um suporte elástico com dois parafusos que regulam o ângulo entre os dois cristais sulcados. Cada um dos cristais pode sofrer rotação para ajuste fino. A substituição dos cristais é extremamente simples. Este monocromador foi utilizado no presente trabalho

equipado com dois cristais sulcados Ge(111) para a análise das primeiras amostras, depois com Ge (440) e, por último, substituído por um Si(440). Estas diferentes configurações foram necessárias para a diminuição da divergência.



**Fig. 3.3 – Monocromador 4-cristais dispersivo com dois cristais sulcados Si (440)**

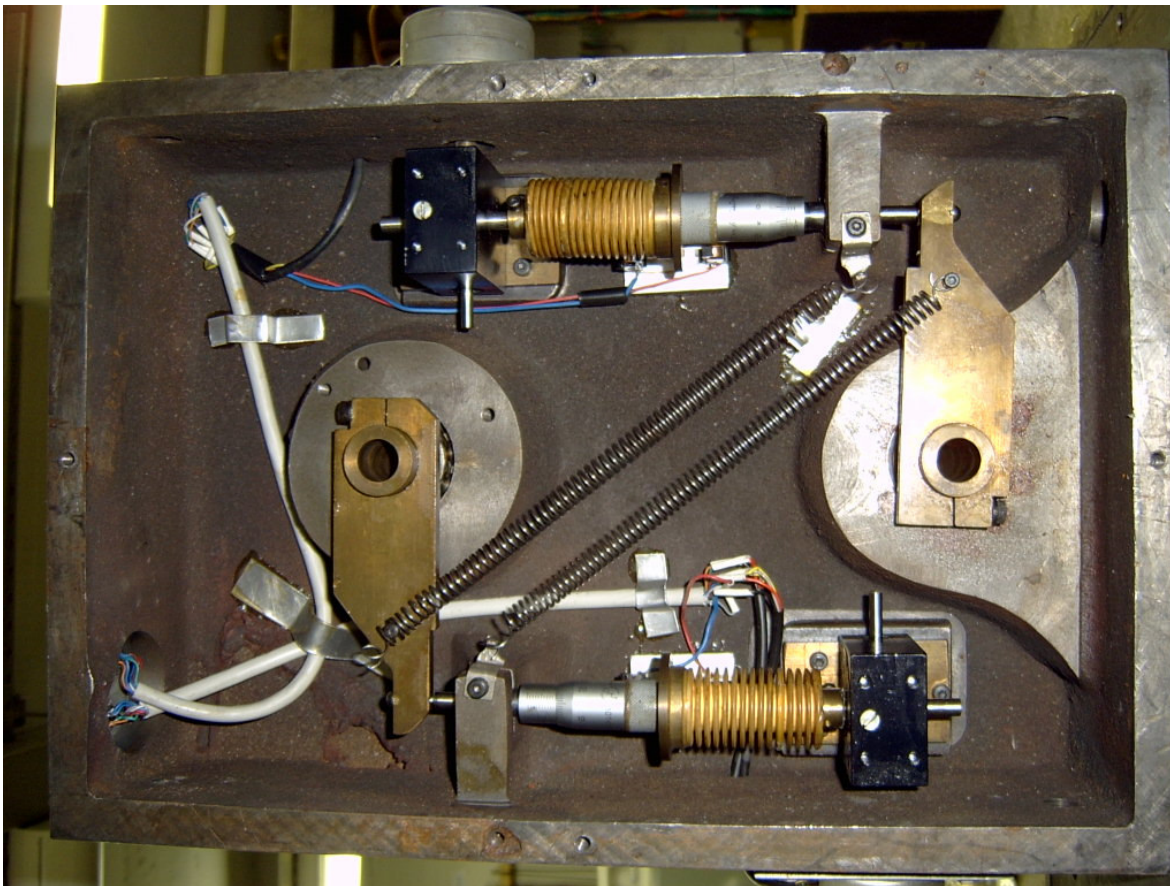
A maior definição da divergência angular, determinada pelo monocromador, aumenta a precisão do resultado. A sensibilidade de cada conjunto monocromador-analisador é discutida na seção seguinte.

### 3.4 ANALISADOR

Todos os analisadores utilizados são cristais perfeitos e montados em um dos eixos de um difratômetro de duplo eixo construído no LORXI [3], com controle de rotação feita por um computador. As figuras 3.4 e 3.5 mostram fotos das partes internas e externas do difratômetro. A qualidade das partes mecânicas deste difratômetro (micrômetro, caixa de reduções, etc. vistos na figura 3.5) é que garantem a precisão necessária. Observando a figura 3.5 pode-se perceber como a precisão é conseguida.



**Fig. 3.4 – Vista superior e lateral do difratômetro onde aparece o motor de passo que controla o eixo à direita.**



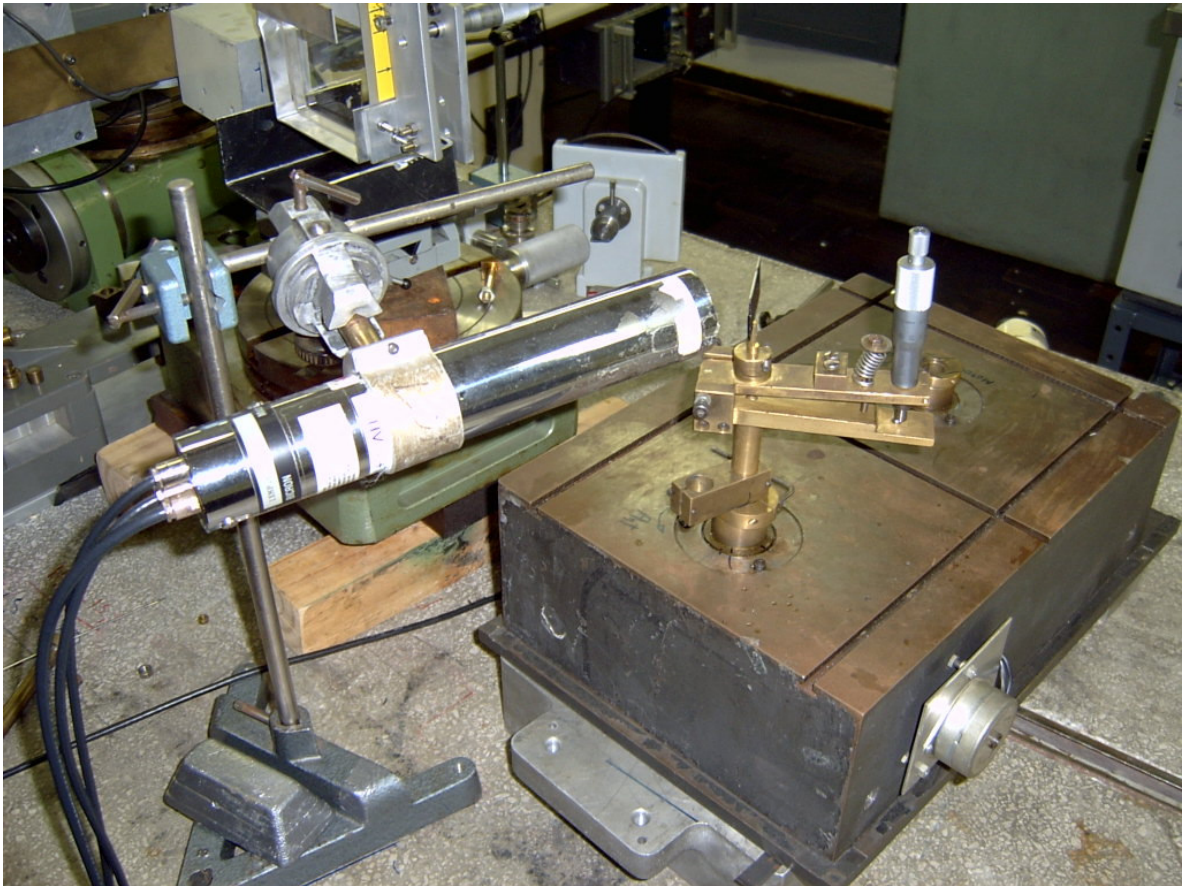
**Fig. 3.5 – Vista da parte interna do difratômetro.**

Um suporte para variar o ângulo com a vertical foi adaptado ao eixo do difratômetro, pois, para cada alteração feita na amostra, translação, rotação, troca de amostras, é necessário ajustar a inclinação (*tilt*) do analisador (ver figura 3.6).



**Fig. 3.6 – Fotografia do dispositivo de ajuste do ângulo vertical (tilt) do analisador.**

A simplicidade do suporte da figura 3.6 garante a estabilidade e a precisão necessárias para a ótica utilizada. A figura 3.7 é uma fotografia da montagem do dispositivo no difratômetro e um aspecto geral da montagem que envolve o analisador e o detector.



**Fig. 3.7 – Montagem do suporte do analisador no difratômetro.**

Assim como ocorre com os cristais do monocromador, os analisadores utilizados foram sendo substituídos de acordo com a melhor ou pior qualidade da superfície da amostra. O objetivo final foi conseguir uma largura do perfil de difração, no resultado final do conjunto monocromador-analisador, tal que o efeito do alargamento da divergência causado pela ondulação seja um acréscimo de, ao menos, 20%. Este percentual é mais do que suficiente, pois a medida do alargamento vem do ajuste gaussiano nas determinações da largura do feixe incidente na amostra e do feixe refletido.

Existem quatro fatores que determinam a largura de um perfil de difração de um cristal iluminado por um feixe de energia  $E$  com certa divergência e cromaticidade incidindo com um ângulo  $\theta$ : o comprimento da radiação (energia); o fator de estrutura dos cristais; a divergência e; a cromaticidade.

Os resultados das medidas de FWHM do conjunto monocromador-analisador utilizado estão mostradas na tabela 1.

Analisador	Monocromador		
	Ge (111)	Ge (440)	Si (440)
Si (333)	41	4.6	
Si (440)			2.2

**Tab. 1 – Valores de FWHM das larguras de perfil de difração com os conjuntos monocromador-analisador. (em segundos de arco)**

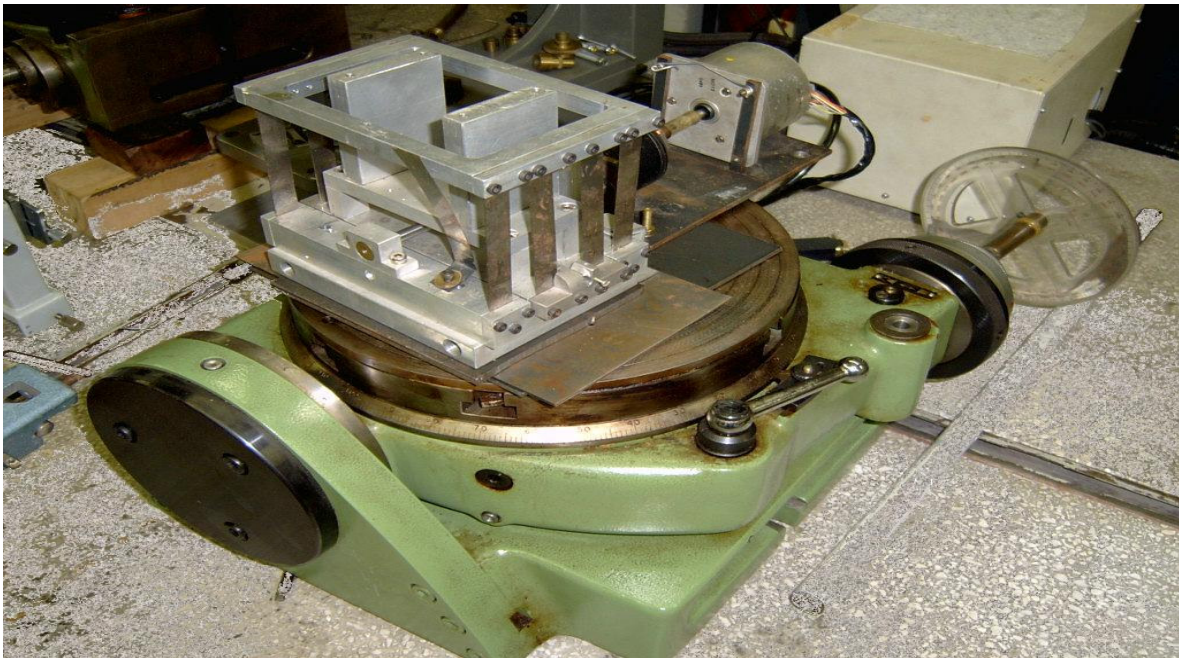
Pode-se observar uma diferença de 20 vezes entre o maior e o menor perfil de difração. De acordo com as estatísticas e dados dos experimentos, com os conjuntos apresentados pode-se conseguir a sensibilidade de 0.4 segundos de arco, ou seja, aproximadamente  $2 \mu rad$ . Isto significa que substituindo a fonte de radiação por  $Mo K\alpha_1$  (17,479 keV) diminuindo a largura do perfil de difração para 0,7 segundo de arco alcançando a sensibilidade para medir ondulações de até 0,14 segundo de arco, ou seja, aproximadamente  $0,67 \mu rad$ .

Deve-se considerar também que se podem alcançar perfis de difração no analisador tão estreitos quanto necessário. No entanto, a partir de poucos segundos de arco de largura do perfil de difração, a óptica torna-se extremamente

fina e, conseqüentemente, os equipamentos necessários passam a exigir maior precisão. Influência de gradientes e variações térmicas e vibrações mecânicas tornam-se importantes. Isto quer dizer que o limite prático atual não está simplesmente no conjunto fonte-monocromador-analisador, conforme explicado nas sessões que seguem.

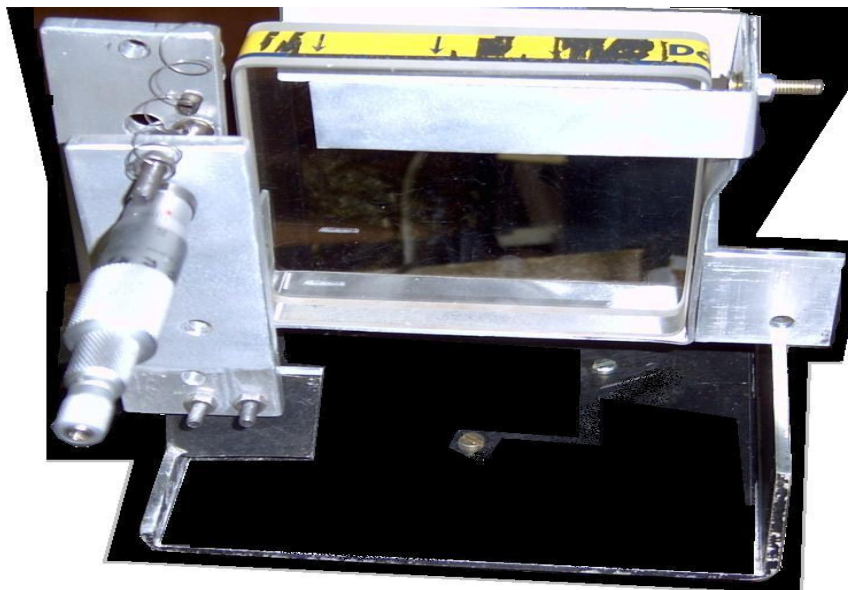
### 3.5 MESA GONIOMÉTRICA E SUPORTE DE AMOSTRAS

Uma mesa goniométrica mais uma mesa transladora (Fig. 3.9) formam a base para o suporte da amostra.

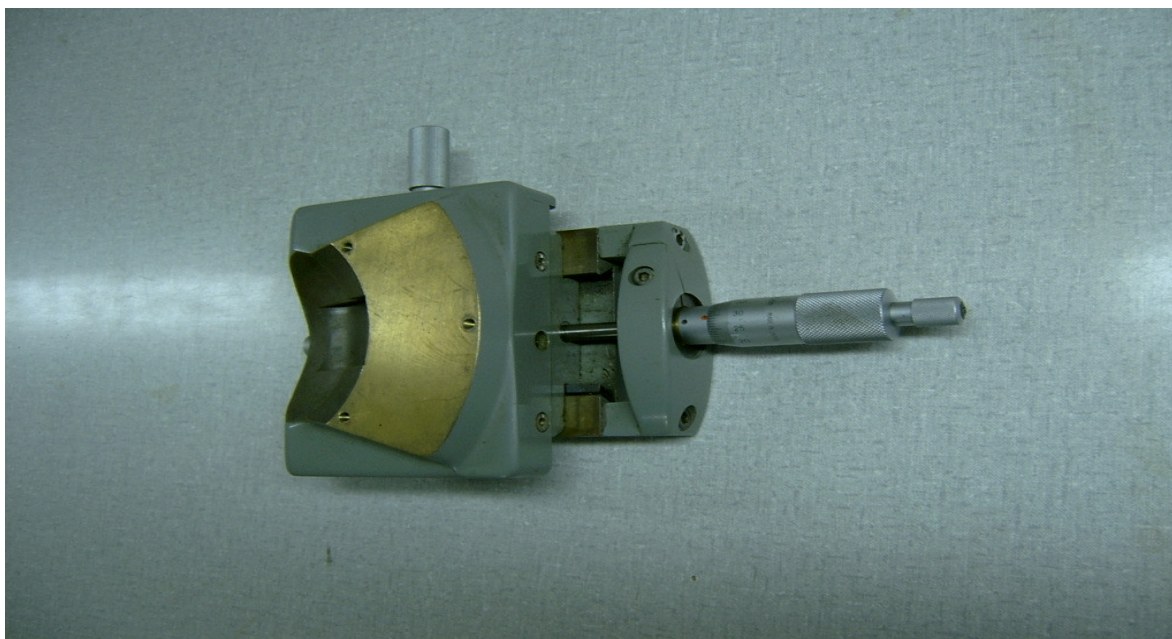


**Fig. 3.9 – Mesa goniométrica. Em cima dela uma mesa transladora elástica.**

O objetivo desta base da amostra é permitir os movimentos de rotação horizontal (mudança do ângulo de incidência), translação horizontal (para o avanço da amostra no feixe) e rotação vertical (mudança do ângulo entre a superfície e o plano de difração (*tilt*)). Este equipamento foi escolhido pela capacidade de suportar amostras pesadas e grandes (espelhos com 5 kg e 750 mm de comprimento). Durante o processo de análise o ajuste horizontal ocorre apenas uma vez. Este movimento visa o posicionamento do espelho em um ângulo aproximadamente metade do ângulo crítico de reflexão total. No caso de uma amostra com alta qualidade foi necessário projetar um suporte especial cujo eixo de rotação horizontal coincide com a superfície e a altura onde o feixe ilumina a superfície, pois o eixo de rotação da mesa goniométrica está bem abaixo deste ponto. A figura 3.10 mostra este suporte especial com a respectiva amostra de alta qualidade.

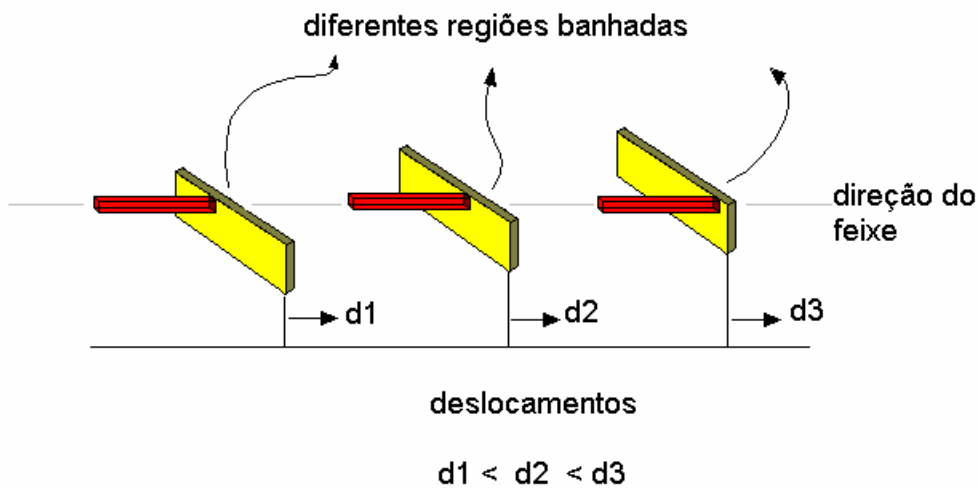


**Fig. 3.10 - Suporte construído para garantir o ajuste vertical sem deslocamento horizontal**



**Fig. 3.11 - Fotografia da mesa transladora horizontal utilizada na maioria das amostras.**

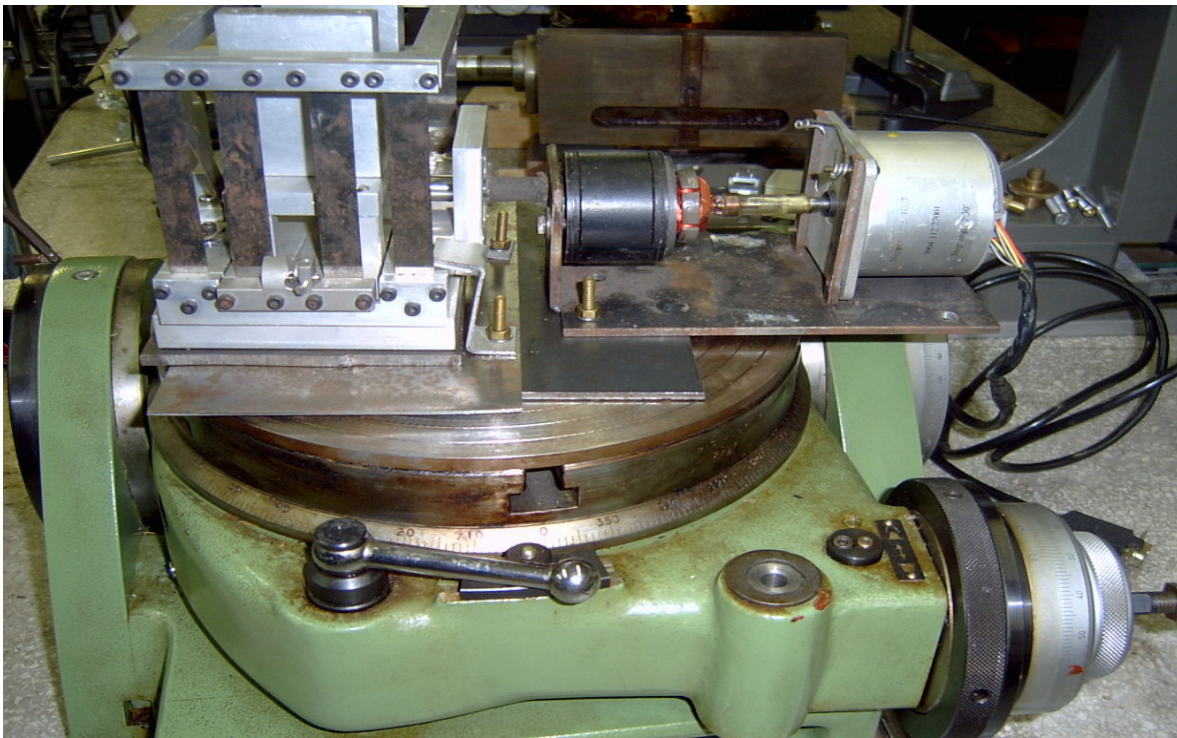
Sobre a mesa goniométrica foi adaptado um translador horizontal (figura 3.11). A precisão do translador é de 0,01 mm. O movimento horizontal tinha por objetivo principal mudar a região analisada da amostra. Entretanto também foi utilizado para os ajustes cada vez que o ângulo do plano vertical era alterado (devido ao eixo de rotação da mesa goniométrica ser excêntrico ao feixe). Para se compreender melhor como o movimento horizontal muda a região iluminada pelo feixe, a figura 3.12 esquematiza o fato.



**Fig. 3.12 – Efeito do deslocamento horizontal realizado pela mesa transladora na região da amostra iluminada pelo feixe.**

Embora o tamanho do passo de deslocamento seja o suficiente para o presente trabalho, o uso da mesa da figura 3.11 não foi adequado para todos os experimentos devido a problemas de folgas. Quando se trabalha com erro de ondulação da ordem de alguns segundos de arco, estas folgas não eram

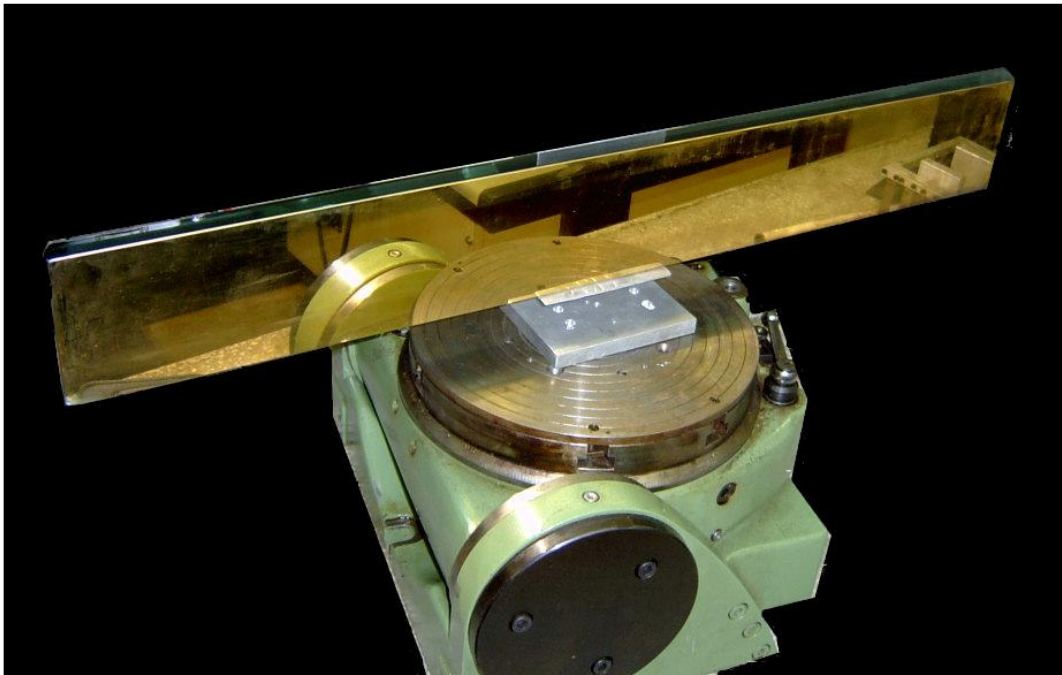
significativas, mas, em amostras onde o erro de ondulação era de algumas unidades de segundos de arcos, as folgas simplesmente impossibilitavam as medidas. Seria necessário introduzir uma mesa transladora mais precisa e com uma construção dirigida para minimização de folgas. Isto foi conseguido utilizando-se uma câmara com translação elástica produzida no LORXI [4]. A figura 3.13 mostra o equipamento na posição que foi utilizado.



**Fig. 3.13 – Câmara de translação elástica montada em cima da mesa goniométrica mostrando o motor de passo responsável pelo acionamento da translação.**

### 3.6 AMOSTRAS

As amostras utilizadas no presente trabalho foram escolhidas baseadas em três critérios. O primeiro é sobre a planicidade, pois as superfícies analisadas deveriam ser aproximadamente planas. O segundo critério refere-se ao aspecto físico de uso, formato e material, as amostras deveriam ser diferentes neste aspecto para avaliar-se a simplicidade e portabilidade do método e o terceiro é a qualidade da superfície. As amostras foram analisadas e quatro (A1, A2, A3 e A4) foram selecionadas. A amostra A1 foi um espelho de raios x produzido pelo método *float glass* para ser usado em uma linha de luz do LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron). Este espelho de vidro recoberto com ouro foi caracterizado com um LTPIII no departamento de metrologia do European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) [26]. A medida obtida de rugosidade foi de 6-10 Å e a média do erro de ondulação  $45 \mu rad$  ( $\approx 9$  segundos de arco) (figura 3.14).



**Fig. 3.14 – Amostra A1. Espelho de raios x, vidro recoberto com ouro medindo (100 x 750) mm<sup>2</sup> sobre a mesa goniométrica.**

A amostra A2 (figura 3.15) trata-se de um plano óptico de quartzo e planicidade  $\lambda/20$  (dados do fabricante) pertencente ao Departamento de Mecânica da UFPR que é usado como plano óptico padrão medindo (100 x 100) mm<sup>2</sup>. Esta é a amostra de melhor qualidade do presente trabalho.



**Fig. 3.15 – Amostra A2. Padrão de plano óptico de quartzo (planicidade  $\lambda/20$ ) (Departamento de Mecânica da Universidade Federal do Paraná)**

A amostra A3 é um plano circular de vidro de alta pureza com planicidade  $\lambda/10$  (dados do fabricante) com diâmetro de 100 mm, (figura 3.16).



**Fig. 3.16 – Amostra A3. Vidro plano medindo 100 mm de diâmetro e planicidade  $\lambda/10$  fornecido pelo LACTEC ( Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento)**

A amostra A4 é também um plano circular de vidro comum sem caracterização. Foi escolhido como melhor por análise de interferência em ótica do visível de um grupo dos três vidros (figura 3.17).



**Fig. 3.17 – Amostra A4. Três planos ópticos com planicidade desconhecida. O vidro rotulado “2” foi escolhido antecipadamente como o melhor entre os três.**

#### 4. RESULTADOS.

Conforme comentado, todas as medidas foram feitas com um ângulo de incidência do feixe igual à metade do ângulo crítico. Esta escolha (a reflexão a meio ângulo crítico de reflexão total), é importante para garantir a refletividade próxima à refletividade total.

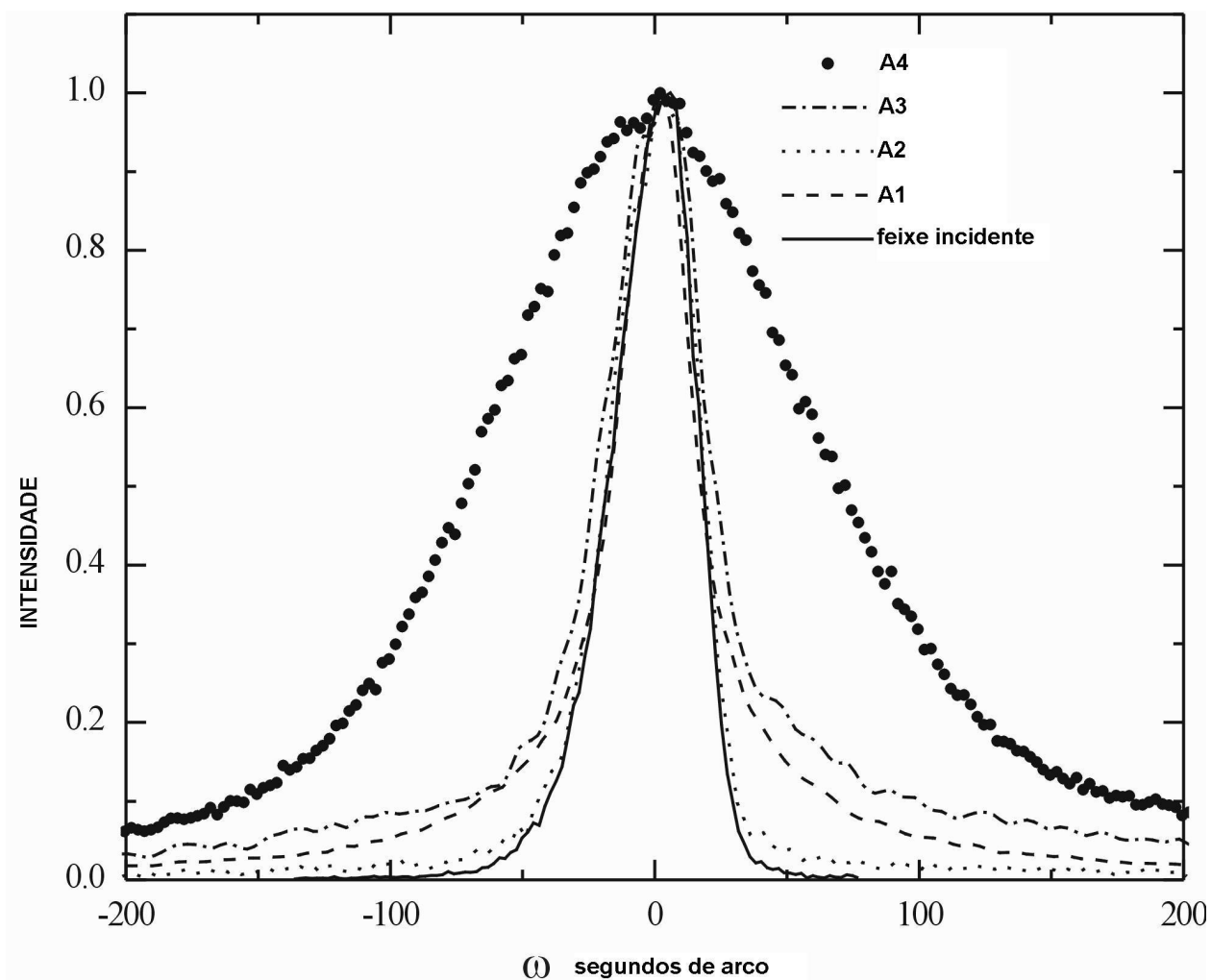
A primeira tentativa de analisar os efeitos das irregularidades ópticas das superfícies das quatro amostras foi feita com o seguinte arranjo:

- Fonte : Cu  $K\alpha_1$ , foco linha.
- Monocromador: 4-cristais, Ge(111).
- Analisador: Si (333).

Com esta configuração, a largura do perfil de difração do analisador medido com feixe direto do monocromador foi de 41 segundos de arco.

A figura 4.1 mostra os perfis de difração de todas as amostras já devidamente ajustados e suas intensidades normalizadas, inclusive o perfil do feixe incidente. Observa-se, claramente, que a qualidade de espelhos afeta os perfis dos feixes refletidos. A baixa qualidade, maior erro de ondulação, incrementa o FWHM. Além disto, as bases dos perfis são alteradas devido à rugosidade [25]. Para a amostra A4 o FWHM medido foi de 152 segundos de arco e para A3 obteve-se 49 segundos de arco. Isto estava previsto, pois, como vimos em seção do capítulo anterior, as amostras A4 e A3 são peças visivelmente (por interferência) de qualidade inferior. O mesmo não ocorre na reflexão com as

amostras A2 e A1, sendo seus FWHM medidos de 40 e 42 segundos de arco respectivamente.



**Fig. 4.1 – Comparação entre os perfis de difração dos feixes refletidos e feixe incidente nas quatro amostras.**

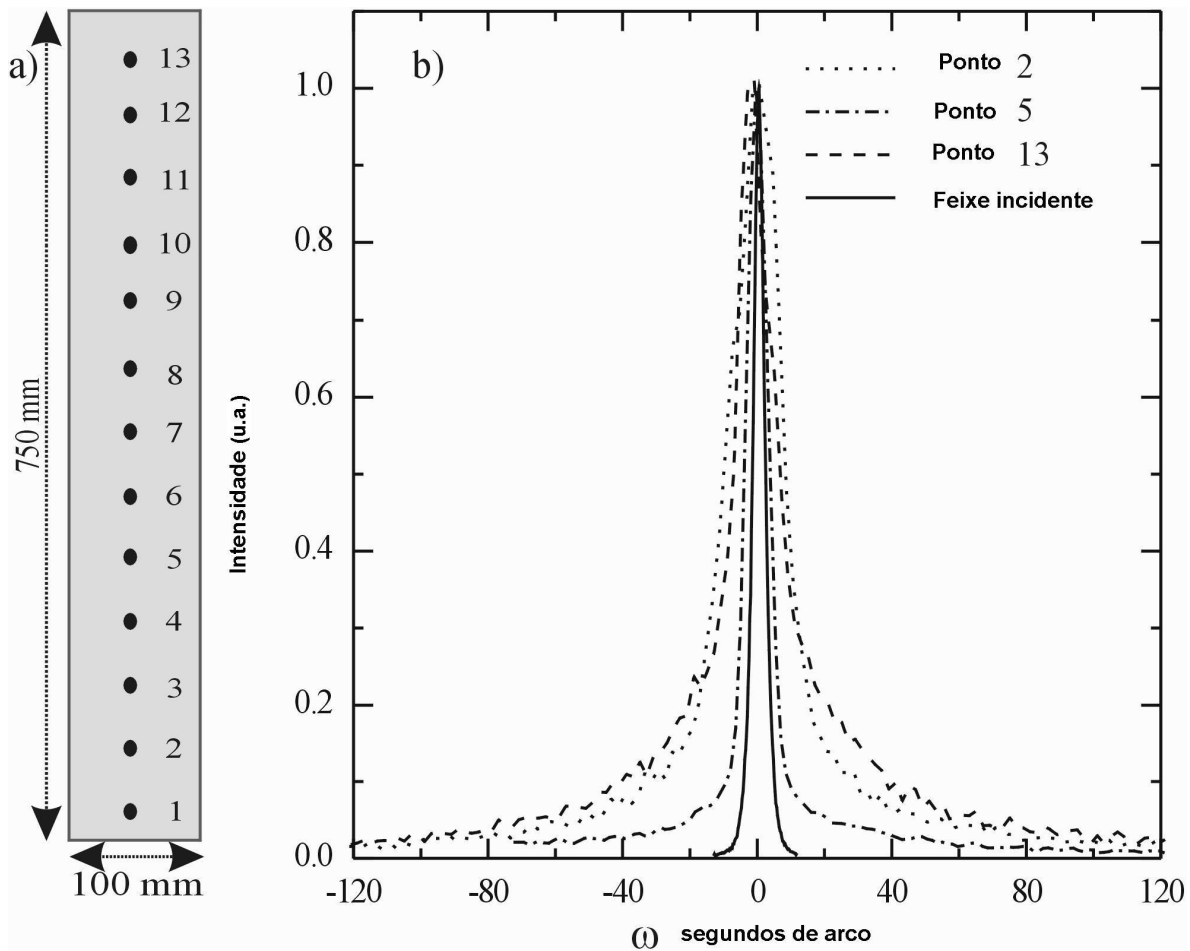
As amostras A1 e A2 têm os valores de FWHM medidos com as diferenças quase imperceptíveis em comparação com o feixe direto. Mesmo assim pode-se

verificar na figura 4.1 a diferença visível das bases dos perfis, mostrando considerável influência da rugosidade.

Para analisar o erro de ondulação nas amostras A1 e A2, foi necessário o aumento da sensibilidade da configuração. Para tanto, a diminuição do FWHM do feixe de incidente foi conseguida através do arranjo abaixo:

- Fonte: Cu  $K\alpha_1$ , foco linha.
- Monocromador: 4-cristais, **Ge(440)**.
- Analisador: Si (333)

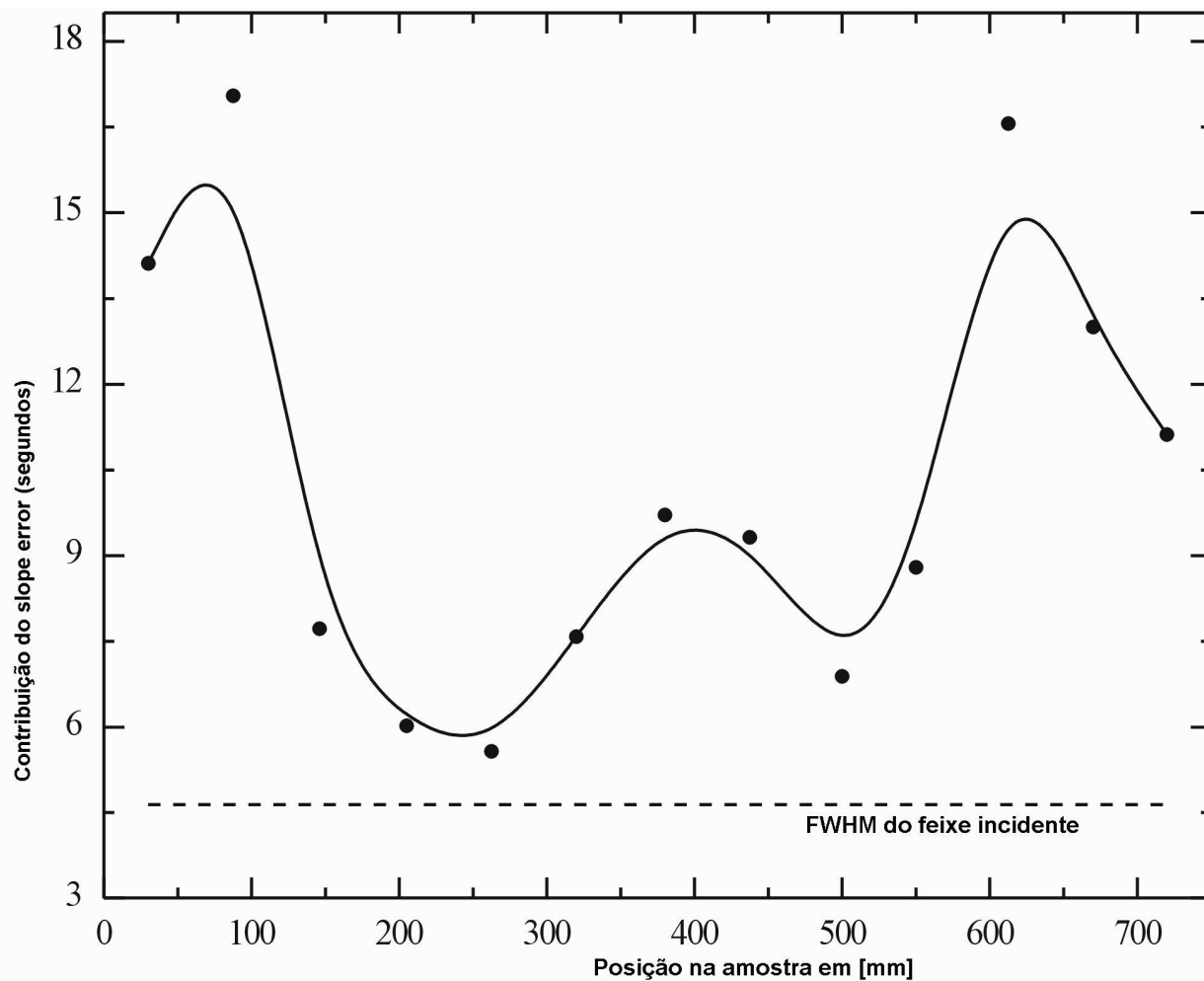
Esse novo arranjo mostrou-se útil para a análise da amostra A1. O perfil de difração do analisador teve sua largura diminuída para 4,6 segundos de arco. Sendo A1 um espelho longo e foi usado o foco linha, permitindo iluminar pequenas áreas na superfície, vários pontos na superfície puderam ser analisados. A figura 4.2(a) mostra onde 13 pontos foram localizados na superfície; a figura 4.2(b) mostra os perfis, normalizados, em três dos pontos (pontos 2,5 e 13) em comparação com o perfil do feixe incidente. O acréscimo do FWHM causado pela estrutura da superfície pôde ser medido.



**Fig. 4.2 – (a) Amostra A1 e os pontos de medições.**

**b) Perfis de difração do feixe refletido nos diferentes pontos (2,5,13) e o perfil do feixe incidente.**

Os valores da contribuição do erro de ondulação nos pontos medidos da amostra A1 estão mostrados na figura 4.3. A qualidade apresentou-se pior nas extremidades e melhor nas regiões centrais. O gráfico da figura 4.3 mostra que é possível medir e apresentar resultados localmente semelhantes ao long-trace surface profiler (LTP).

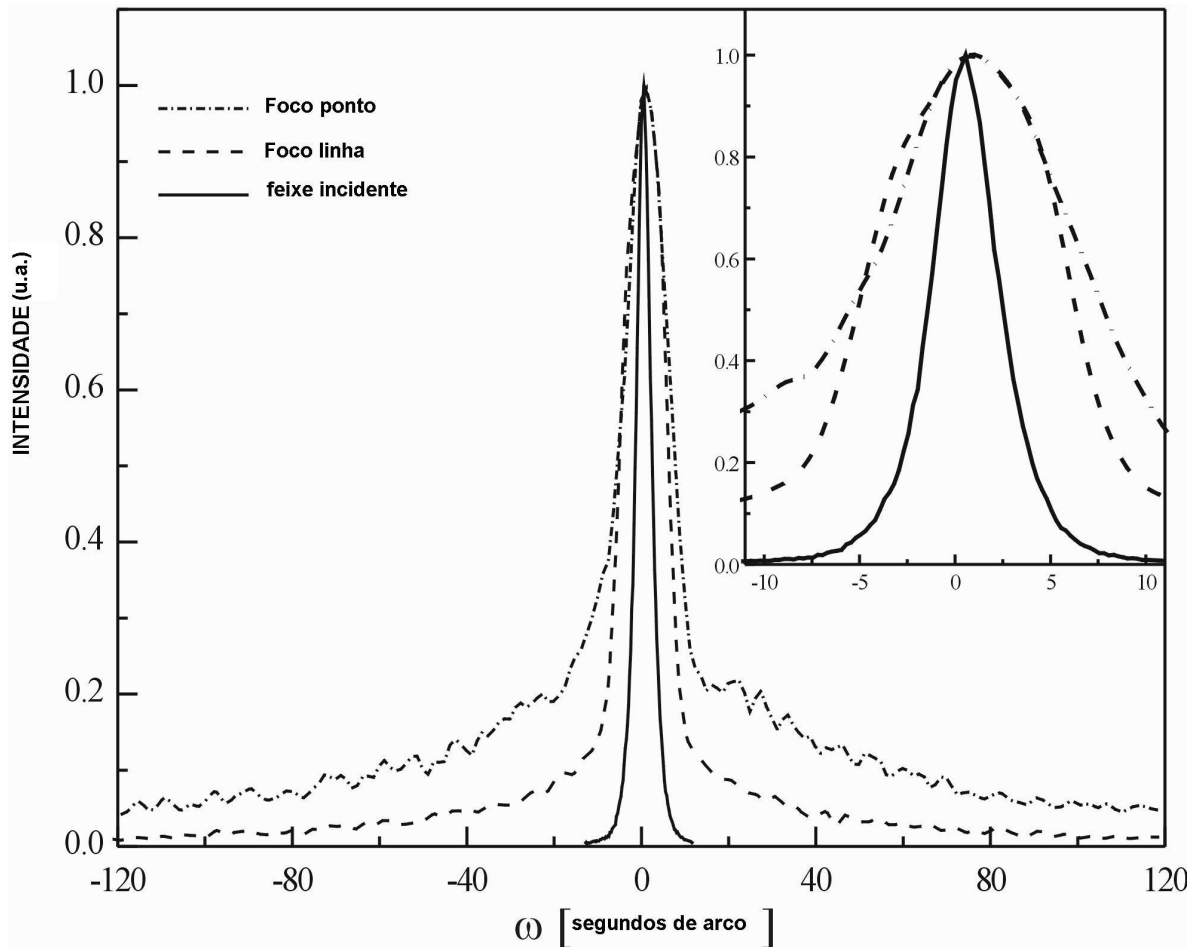


**Fig. 4.3 – Contribuição da ondulação nos vários pontos de medida.**

Ainda com amostra A1, um novo arranjo foi implementado com a seguinte configuração:

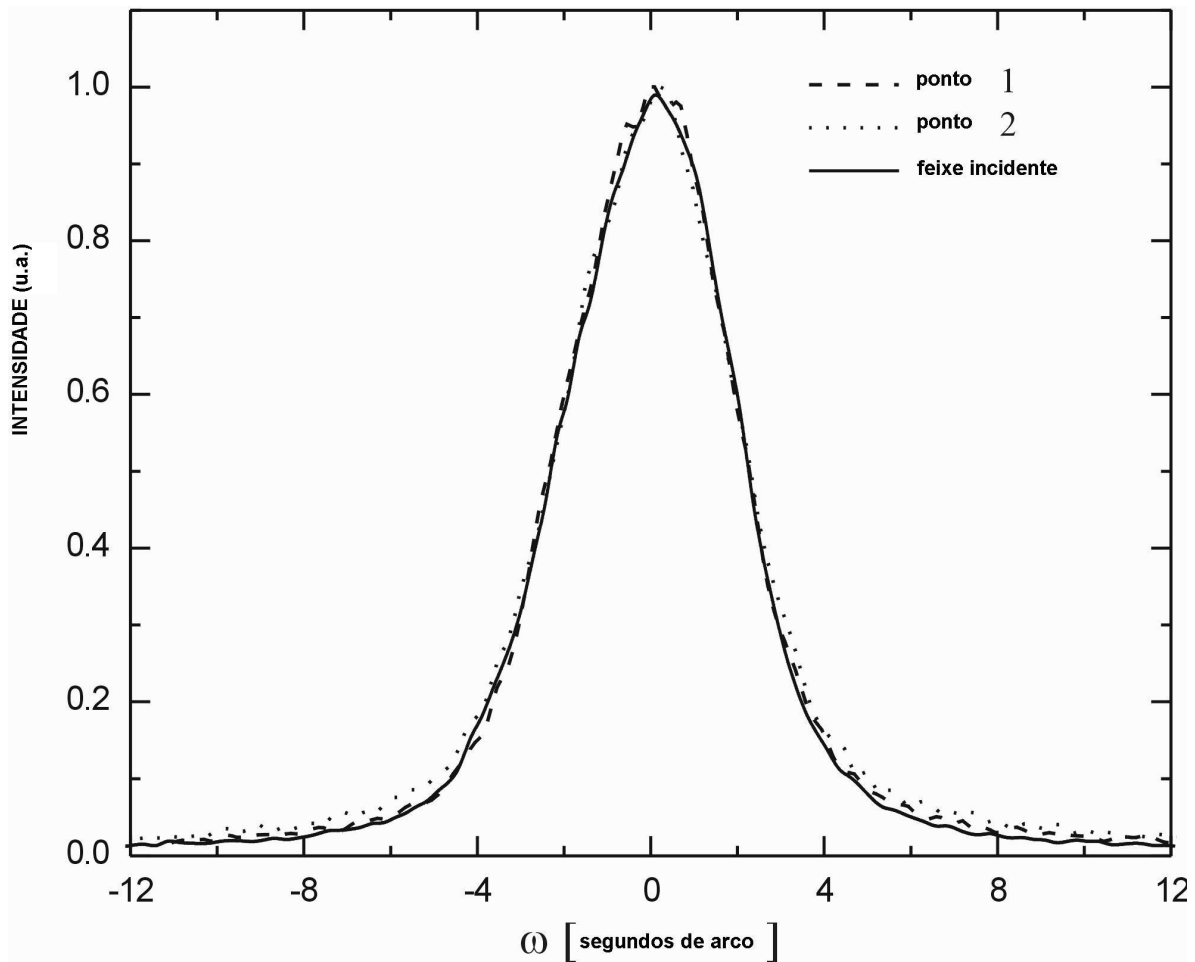
- Fonte: Cu  $K\alpha_1$ , **foco ponto**.
- Monocromador: 4-cristais, Ge(440).
- Analisador: Si (333)

O objetivo foi iluminar uma região do espelho, aproximadamente do ponto três ao ponto 10 (figura 4.2a). A contribuição da ondulação foi de 10,4 segundos de arco, que corresponde ao valor médio da contribuição da área iluminada. A figura 4.4 mostra a comparação entre os perfis obtidos nas duas configurações (foco ponto e foco linha) e do feixe incidente. O ponto comparado usando a configuração foco linha foi o ponto 7. A média calculada desses mesmos pontos é 7,7 segundos de arco. A diferença entre o valor calculado e o medido pode ser considerada como devido a uma curvatura do espelho. A estimativa do raio de curvatura pode ser calculada pela deconvolução da contribuição do erro de ondulação na configuração foco ponto e na configuração foco linha. O raio de curvatura calculado foi cerca de 12 km. Yamaoka *et al.* [15] estimou o raio de curvatura de um espelho através da diferença entre o FWHM do feixe incidente e do refletido, mas não considerou as conseqüências do alargamento da divergência do feixe refletido devido à ondulação. Um ponto interessante aqui foi a caracterização do espelho em condições similares às de uso nas linhas de luz, iluminando toda a superfície.



**Fig. 4.4 - Comparação entre as duas configurações: foco ponto e foco linha (ponto 7 da Fig. 4.2) e o feixe incidente como referência.**

A figura 4.5 mostra perfis de difração ajustados de dois pontos analisados (configuração foco linha) em comparação com o feixe incidente, para a mesma configuração e amostra A2. Pode-se observar que a diferença entre as larguras é imperceptível.

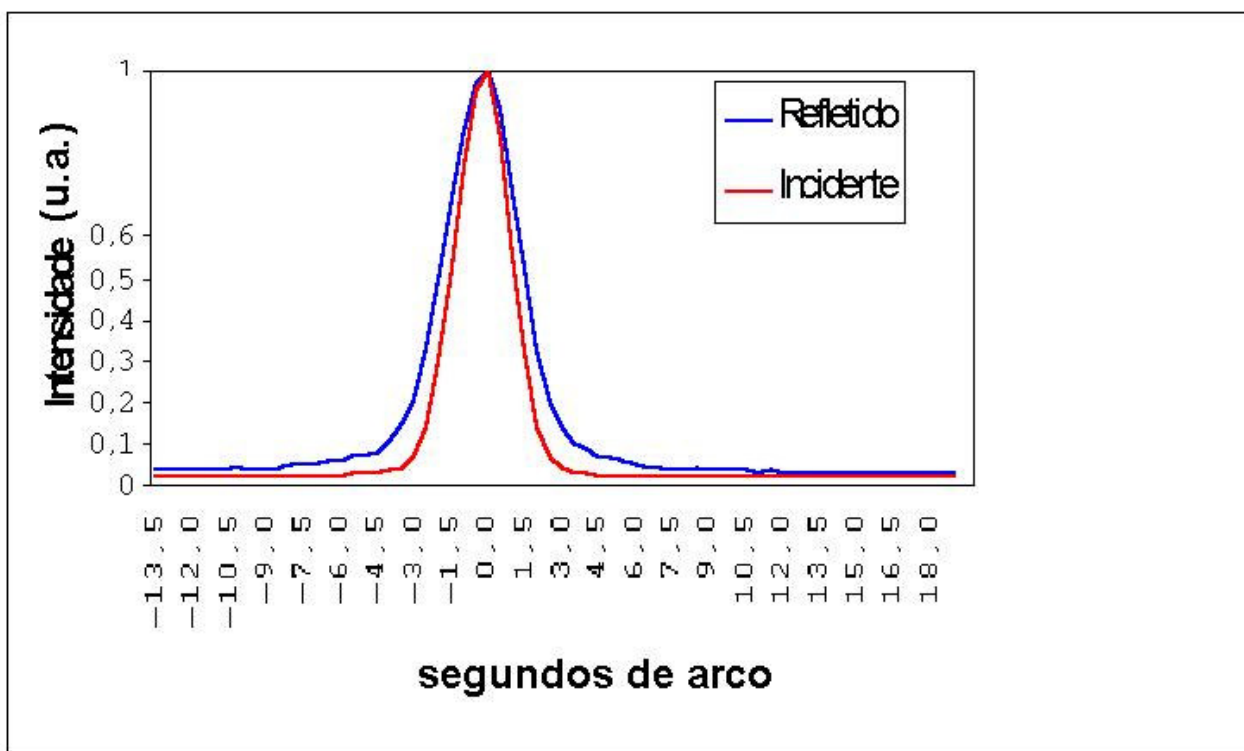


**Fig. 4.5 - Perfis de difração em dois pontos da amostra A2 em comparação com o feixe incidente.**

Uma nova configuração foi montada para aumentar a sensibilidade do conjunto óptico, conforme disposto abaixo:

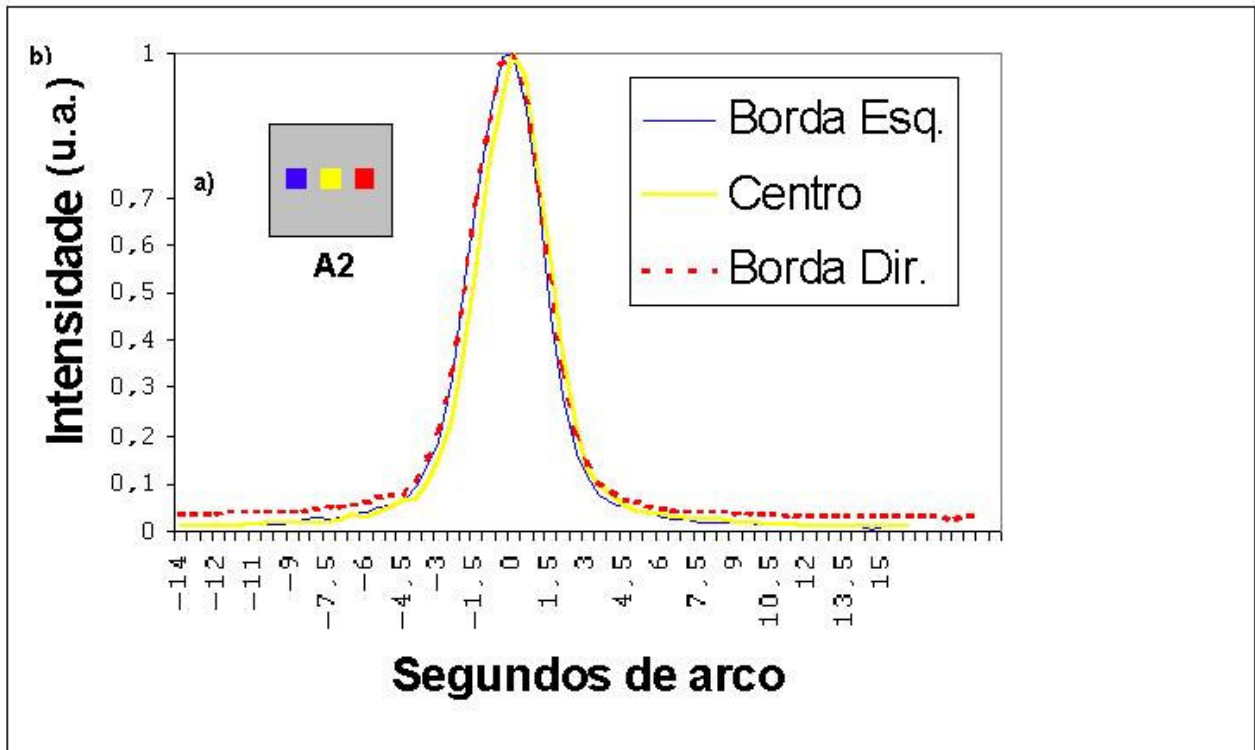
- Fonte: Cu  $K\alpha_1$ , **foco linha**.
- Monocromador: 4-cristais, **Si(440)**.
- Analisador: **Si (440)**

Com esta configuração, a medida do FWHM do perfil de difração do analisador iluminado pelo feixe incidente, resultou em 2,2 segundos de arco. Na amostra A2, a contribuição do erro de ondulação foi de 0,6 segundo de arco. A figura 4.6 evidencia a diferença.



**Fig. 4.6 – Perfis de difração do feixe refletido e incidente com o analisador Si (440) e monocromador Si (440) .**

Medidas do FWHM de três regiões foram efetuadas e a figura 4.7 as apresenta juntamente com um esquema representativo dos pontos iluminados.



**Fig. 4.7 – a) desenho representativo do posicionamento das regiões medidas na amostra A2**

**b) Gráfico dos perfis de difração nos respectivos pontos.**

As diferenças foram muito pequenas, como pode ser visto na figura. Os valores encontrados foram 2,88 segundos de arco para o ponto central, 2,80 segundos de arco para o ponto direito e 2,9 segundos de arco para o ponto da esquerda. Mais uma vez, a rugosidade foi mostrada nas abas do perfil e mostra alguma diferença entre as três regiões medidas.

## 5. DISCUSSÕES E CONCLUSÕES.

O tempo requerido para a caracterização das superfícies efetuada com as amostras A4, A3 e A1 foram poucos minutos. Este tempo depende da óptica e da fonte de raios x utilizada. No caso da amostra A2, a sensibilidade da óptica alcançada através do aumento da ordem da reflexão, implicou baixa da intensidade detectada. Depois de comprovado que a óptica seria suficiente, através das primeiras medidas, foi aumentada a precisão elevando o tempo de aquisição para cinco horas. Certamente o tempo poderia ser reduzido utilizando-se o feixe de raios x de uma linha de luz de um síncrotron.

Os métodos de caracterização de superfícies existentes na literatura são acompanhados de algumas dificuldades intrínsecas como longas distâncias entre a fonte e a amostra [6,15,21,25] e a sofisticação exigida [21]. A sensibilidade alcançada por equipamentos como LTP e o LSP é de aproximadamente 0.5 Å e 0,2  $\mu$ rad para rugosidade e erro de ondulação respectivamente. Estes equipamentos sofisticados possuem características de operação e método tais que as medidas efetuadas exigem esforços e cuidados especiais como, por exemplo, salas limpas (*clean room*) dotadas de controle de temperatura da ordem de 0,1 °C.

O presente método permite analisar erros de ondulação e curvatura de superfícies. Os valores medidos da contribuição do erro de ondulação na amostra A1, cuja média do valor foi 7,7 segundos de arco, estão de acordo com a caracterização feita no departamento de metrologia do ESRF. Para esta amostra,

a rugosidade, embora não estudada em detalhes, foi mostrado que a rugosidade pode ser determinada com este método. Ainda na amostra A1, a curvatura tornou-se importante na configuração foco ponto onde a área iluminada era 23 vezes maior do que na configuração foco linha.

A óptica utilizada nos experimentos alcançou a sensibilidade necessária para detectar a contribuição da ondulação na ordem de 0,6 segundo de arco representando aproximadamente 30% da largura do perfil de difração do feixe incidente (caso da amostra A2). O método mostrou-se muito vantajoso, pois o espelho pode ser testado utilizando-se o próprio feixe de luz síncrotron, mas a principal vantagem está no fato de medir-se a realidade do feixe refletido, ao contrário de outras técnicas que medem os defeitos no espelho e apenas utilizam-se dos dados para simulações do feixe refletido.

## 6. BIBLIOGRAFIA.

- <sup>1</sup> Kirkpatrick, P. and Baez, A.V. ,Journal of Optical Society of American,**38**, 766-74, 1948.
- <sup>2</sup> Matsushita, T. and Hashizume, H., Handbook on Synchrotron Radiation, Ed. E. Kock, **Vol. 1** ,261-314. North Holland, Amesterdan, 1983.
- <sup>3</sup> Rodrigues, A.R.D; Cusatis, C.; Mazzaro, I. Construção, Calibração e Exemplos de Aplicações de um Difratorômetro de Duplo Eixo. Revista de Física Aplicada e Instrumentação, **2**(4), 1987.
- <sup>4</sup> Honnicke, M. G.; Mazzaro, I.; Cusatis, C.; Etagens, V. H., A Versatile X-Ray Topographic Camera with Elastic Translation. Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 43. No. 8A, 2004.
- <sup>5</sup> P.Z. Takacs, S.N. Quian, and J. Colbert. Proc. Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng. **749**, 59 (1987).
- <sup>6</sup> S.Sato, Y. Higashi, S. Haya, M. Otsuka, and H. Yamamoto. Rev. Sci. Instrum. **63**, 1490 (1992).

- <sup>7</sup> J.M. Bennett, and L. Mattsson. *Introduction to Surface Roughness and Scattering*, Optical Society of America. Whashington, DC. 1989.
- <sup>8</sup> K. Lindsey. Nucl. Instrum. Methods. **221**, 14 (1984).
- <sup>9</sup> L. Assoufid, O. Hignette, M. Howells, S. Irick, H. Lammert, and P. Takacs. Nucl. Instrum. Methods A **467-468**, 267 (2001).
- <sup>10</sup> D.C. Mancini, and D.H. Bilderback. Nucl. Instrum. Methods **208**, 263 (1983).
- <sup>11</sup> X-M. Tong, H. Yamaoka, T. Uruga, and E. Arakawa. Jpn. J. Appl. Phys. **32**, L502 (1993).
- <sup>12</sup> E.L. Church, H.A. Jenkinson, and J.M. Zavada. Optical Eng. **18**, 125 (1979).
- <sup>13</sup> E.L. Church, and J.M. Zavada. Appl. Opt. **14**, 1788 (1975).
- <sup>14</sup> E.L. Church, H.A. Jenkinson, and J.M. Zavada. Optical Eng. **16**, 360 (1977).
- <sup>15</sup> H. Yamaoka, T. Uruga, E. Arakawa, M. Matsuoka, Y. Ogasaka, K. Yamashita, and N. Othomo. Jpn. J. Appl. Phys. **33**, 6718 (1994).
- <sup>16</sup> H.Hogrefe, and C Kuntz. Appl. Opt, **26** (1987) 2851.

- <sup>17</sup> J.A. Howell, and P. Horowitz. Nucl. Instrum. Methods **125**, 225 (1975).
- <sup>18</sup> H. Yamaoka, T. Uruga, Y. Sakurai, E. Arakawa, M. Matsuoka, Y. Ogasaka, and K. Yamashita. Proc. Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng. **1997**, 369 (1993).
- <sup>19</sup> H. Yamaoka, T. Uruga, Y. Sakurai, E. Arakawa, and M. Matsuoka. RIKEN Rev. **1**, 3 (1993).
- <sup>20</sup> E.L. Chuch, and P.Z. Takacs. Proc. SPIE **640**, 126 (1986).
- <sup>21</sup> A. Souvorov, M. Yabashi, K. Tamasaku, T. Ishikawa, Y. Mori, K. Yamauchi, K. Yamamura, and A. Saito. J. Synchrotron Rad. **9**, 223 (2002).
- <sup>22</sup> W. Ehrenberg. J. of Optical Society of America. **39**, 746 (1949).
- <sup>23</sup> E.L. Church, and P.Z. Takacs. SPIE Symposium **1160**, 323 (1989).
- <sup>24</sup> E.L. Chuch, and P.Z. Takacs. Appl. Opt. **32**(19), 3344 (1993).
- <sup>25</sup> H. Kunieda, S. Hayakawa, T. Hirano, T. Kii, F. Nagase, N. Satos, Y. Tawara, F. Makino, and K. Yamashita. Jpn. J. Appl. Phys. **25**, 1292 (1986).
- <sup>26</sup> J. Susini, R. Baker, and A. Vivo. Rev. Sci. Instrum. **66**, 2232 (1995).
- <sup>27</sup> J.H. Beaumont, and M. Hart. J. Phys. E **7**, 823 (1974).

<sup>28</sup> A. Authier. *Dynamical Theory of X-Ray Diffraction*, Oxford Science Publications, New York (2001).

## ANEXO I

### PROCEDIMENTOS DE MEDIDAS PASSO-A-PASSO

Este anexo tem por objetivo servir como um guia para a reprodução posterior dos experimentos desta dissertação.

O passo inicial é a colocação dos cristais sulcados do monocromador e o ajuste dos ângulos para a difração da raia  $K\alpha_1$ , no caso da óptica necessária aos experimentos deste trabalho. No monocromador utilizado, apresentado na seção 3.4, a seqüência ideal de ajuste é: 1) posiciona-se o detector em frente à janela de saída e coloca-se o primeiro cristal (mais próximo da fonte) já no ângulo de Bragg (visualmente) utilizando-se um transferidor e ajusta-se até achar a reflexão medida pelo detector, apertando-se imediatamente o parafuso fixador; 2) coloca-se o segundo cristal e repetem-se as ações do 1º passo. Observa-se que aqui o ajuste é mais difícil pois a largura depende da largura de Darwin.

Agora se pode colocar o cristal analisador no difratômetro. Posiciona-se visualmente no ângulo de Bragg com um transferidor, manualmente e visualmente, o detector na respectiva posição  $2\theta$ . Gira-se manualmente até achar a reflexão e o ajuste fino utilizando-se o sistema de posicionamento do difratômetro. Achado o ponto máximo de contagem de fótons, inicia-se um ciclo (ajuste do ângulo vertical (*tilt*) - varredura horizontal) até achar o mínimo FWHM do perfil de reflexão. Produz-se uma varredura completa girando o cristal analisador e coletando as contagens de fótons difratados para cada ângulo de

incidência do feixe, ou seja, adquirem-se os dados necessários para o traçado da curva do perfil de difração do analisador, ajusta-se a curva e calcula-se a FWHM do perfil. Este é o padrão de referência para esta configuração fonte-monocromador-analisador.

A montagem está pronta para a colocação da amostra. A superfície da mesma já deve estar posicionada paralela ao feixe (manualmente e visualmente) e bem próxima a ele. O detector continua captando fótons que são difratados no cristal analisador. O ajuste segue um ciclo para a garantia da posição paralela: 1) Avança-se a amostra de encontro ao feixe até reduzir pela metade a contagem no detector; 2) Gira-se o eixo no sentido horizontal utilizando-se a mesa goniométrica até encontrar a máxima contagem. Volta-se ao passo 1 até um momento quando não adianta girar para nenhum lado porque a contagem apenas diminui. Este é o ponto onde a superfície da amostra está perfeitamente paralela ao feixe e interrompendo metade dele.

A partir deste ponto pode-se girar a mesa goniométrica até metade do ângulo crítico de reflexão total.

Agora o experimento encontra-se no seguinte cenário: o detector está contando fótons difratados no cristal analisador pois o mesmo está em condição de Bragg com o feixe direto (não refletidos pela superfície da amostra). Aproximadamente metade do feixe está sendo defletido com um ângulo duas vezes o ângulo de giro da mesa goniométrica. Se tudo ocorreu dentro de uma precisão razoável, isto é, com um erro de apenas algumas dezenas de segundos de arco, a próxima etapa será muito rápida.

A penúltima etapa é achar a condição de Bragg para a parte refletida do feixe. Basta girar o cristal analisador no mesmo sentido do giro ocorrido com a amostra e duas vezes o seu ângulo. Nesta posição provavelmente já está havendo contagens do detector referentes ao feixe refletido. Algumas vezes se faz necessário “procurar” a condição de Bragg devido a problemas no equipamento, incluindo, entre muitas, folgas em eixos, mancais e suportes. Coleta-se uma varredura para calcular a largura do perfil.

A última etapa consiste em ajustar a inclinação vertical do espelho para alcançar a menor largura possível do perfil de difração. Este procedimento também é um ciclo (ajuste do ângulo vertical (*tilt*) - varredura horizontal). Coleta-se a informação do menor FWHM após reflexão e compara-se com o FWHM do feixe direto.

Estas são as etapas que devem ser feitas para cada amostra. Ao se perceber que a sensibilidade do arranjo é inferior à qualidade da superfície da amostra, torna-se necessário modificar alguns elementos envolvidos. Uma primeira modificação mais rápida e simples será a troca da ordem da reflexão (troca de planos cristalinos) do cristal analisador. Embora pareça claro, é importante ressaltar que o acréscimo de divergência provocado por erro de ondulação é dependente apenas da amostra, portanto subir a ordem de reflexão diminui a largura do perfil de difração então o acréscimo da largura devido às irregularidades ópticas da amostra fica mais aparente ou definido. Também a troca do cristal analisador por um cristal cuja largura da curva intrínseca é menor seria a opção seguinte. Continuando a baixa sensibilidade parte-se para a troca da ordem de reflexão dos cristais do monocromador. E, novamente, a troca dos cristais por outros de menor largura intrínseca. Por último recorre-se à troca do alvo do tubo de raios x

procurando um comprimento de onda menor. No caso deste trabalho não houve necessidade, mas o próximo passo seria a troca do alvo de cobre por outro de mobilidênio.

Esta seqüência apresentada é completa para a verificação da média do erro de ondulação da superfície para as amostras deste trabalho. Média porque a seqüência foi definida para a configuração foco ponto. Isto significa que, nos ângulos rasantes utilizados, à parte da superfície banhada pelo feixe é grande e o resultado do acréscimo da divergência do perfil de difração passa ser uma contribuição de toda, ou grande parte, da superfície na dimensão longitudinal. Trabalhando com a configuração foco linha, a análise pode ser relativa a pequenas regiões. A configuração do tubo de raios x para foco linha é, na prática, o giro de 90 graus do tubo.

As etapas anteriormente descritas são exatamente as mesmas com a troca de configuração para foco linha. Agora uma nova etapa pode ser acrescentada ao final, a translação horizontal como visto na figura 23. Sendo a precisão da mesa de translação condizente com a sensibilidade da amostra, o ciclo de operações é: 1) avançar a amostra; 2) promover a varredura do cristal analisador. O tamanho do cristal analisador também deve ser compatível com o deslocamento, pois o avanço ocorrido na amostra, estará ocorrendo paralelamente no feixe, portanto o feixe não pode atingir os limites do analisador.

