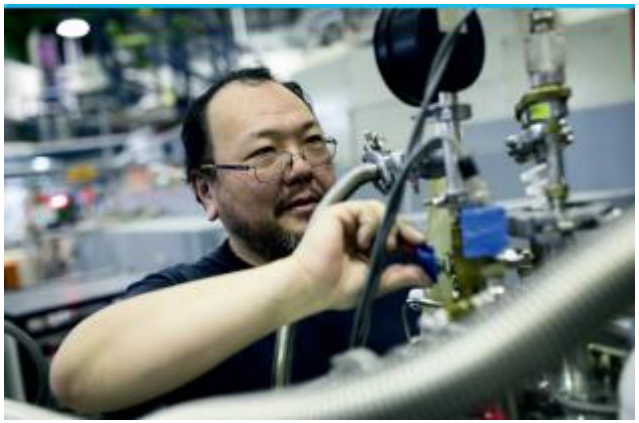


Minicurso 1: Caracterização de materiais por difração e espalhamento de raios X e neutrons a baixo ângulo

Prof. Fabiano Yokaichiya
Prof. Guinther Kellermann
LORXI: Laboratório de Ótica de Raios X e Instrumentação

Professor Fabiano Yokaichiya



Professor do Departamento de Física da UFPR, LORXI
Formado em Engenharia Elétrica pela UFPR
Mestrado e Doutorado em Física pela UNICAMP

Áreas de Pesquisa:

Caracterização de Materiais pelas técnicas de raios-X e nêutron (difração, espalhamento, tomografia):

- Materiais magnéticos: supercondutores, metais, cerâmicos
- Materiais cimentícios: geopolímeros, cimento
- Materiais biológicos: carreadores de fármacos

Projetos e Simulação de instrumentos de nêutrons e raios-X
Machine Learning aplicado a Medicina



LORXI

Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

LORXI
Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

Crystal alignment and monochromator devices







LORXI

Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

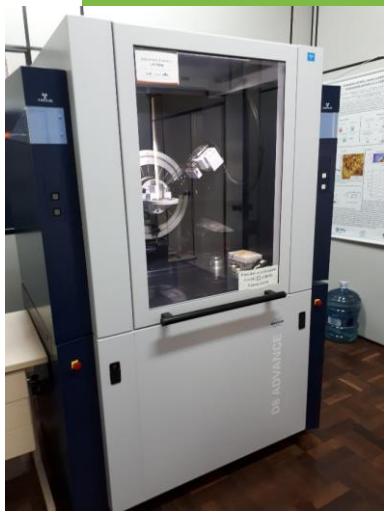
xrd.ufpr.lorxi@gmail.com

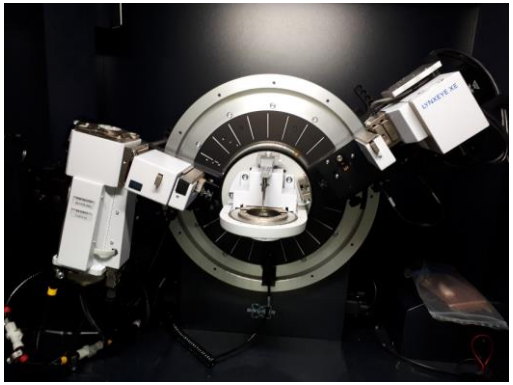
Shimadzu: Powder diffractometer





Brucker: Powder diffractometer



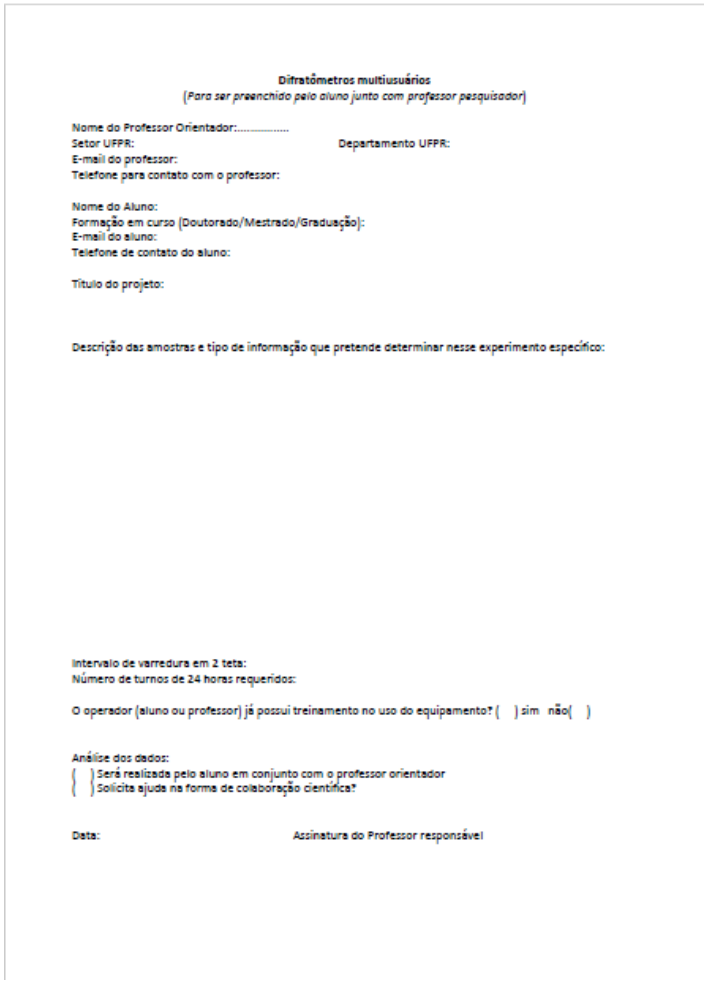


Brucker: diffractometer



LORXI
Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

xrd.ufpr.lorxi@gmail.com



Difratômetros multiusuários

(Para ser preenchido pelo aluno junto com professor pesquisador)

Nome do Professor Orientador:.....
Setor UFPR: Departamento UFPR:
E-mail do professor:
Telefone para contato com o professor:

Nome do Aluno:
Formação em curso (Doutorado/Mestrado/Graduação):
E-mail do aluno:
Telefone de contato do aluno:

Título do projeto:

Descrição das amostras e tipo de informação que pretende determinar nesse experimento específico:

Intervalo de varredura em 2 teta:
Número de turnos de 24 horas requeridos:

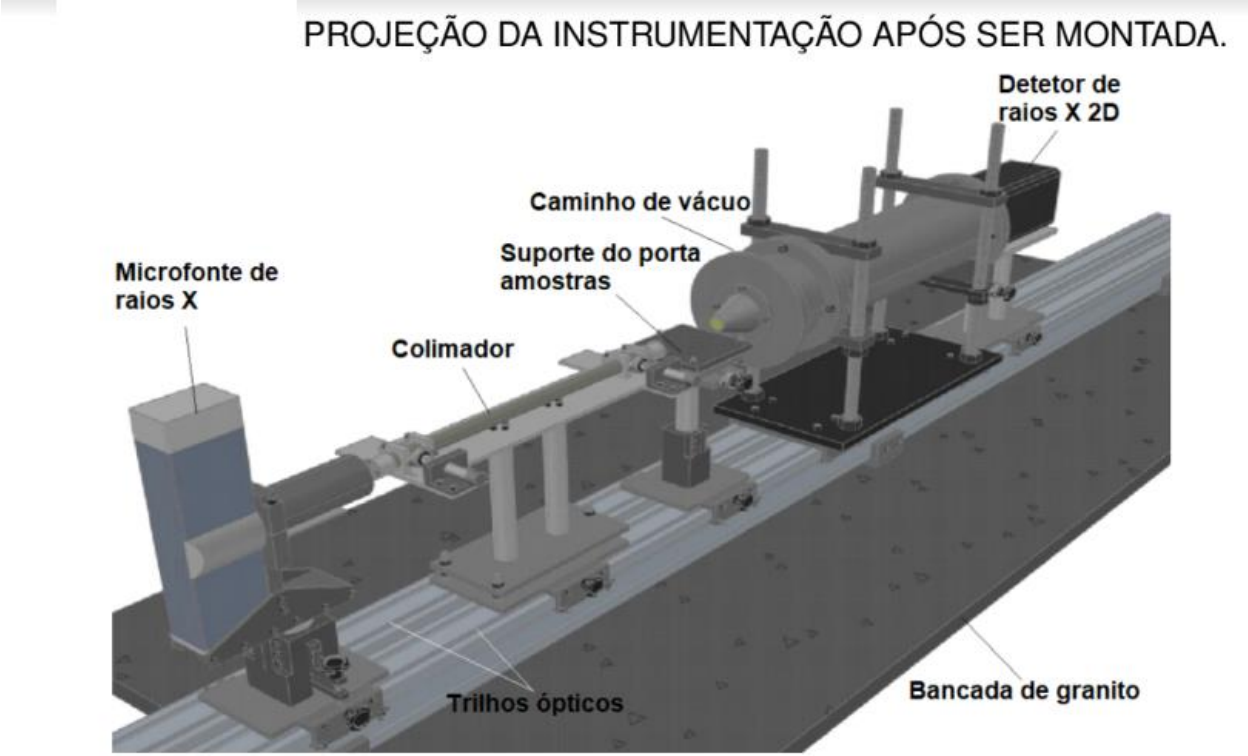
O operador (aluno ou professor) já possui treinamento no uso do equipamento? ( ) sim não( )

Análise dos dados:
( ) Será realizada pelo aluno em conjunto com o professor orientador
( ) Solicita ajuda na forma de colaboração científica?

Data: Assinatura do Professor responsável

LORXI
Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

New SAXS instrument

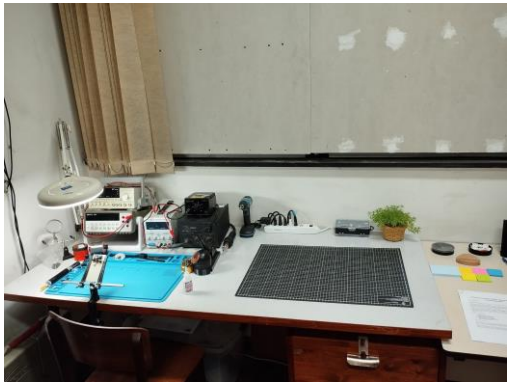


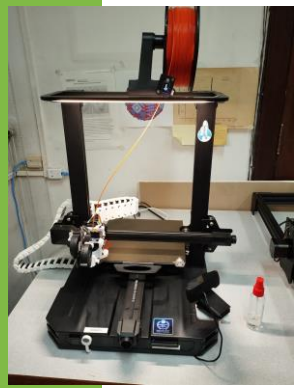
LORXI
Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

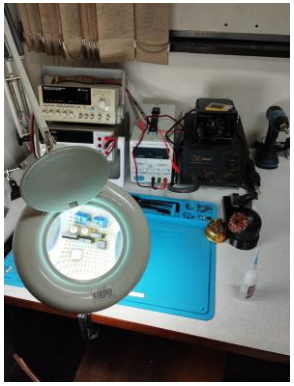
Eletronic Laboratory

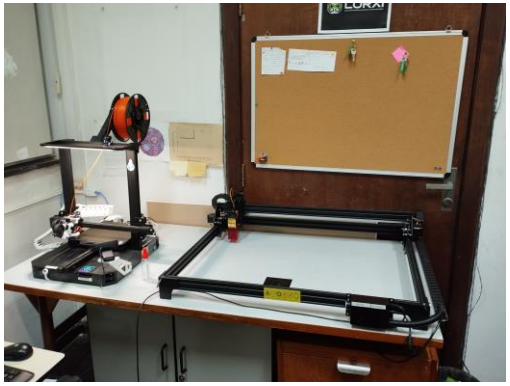












LORXI

Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

Professors




Technician



Master´s students








IC´s students





TCC´s students





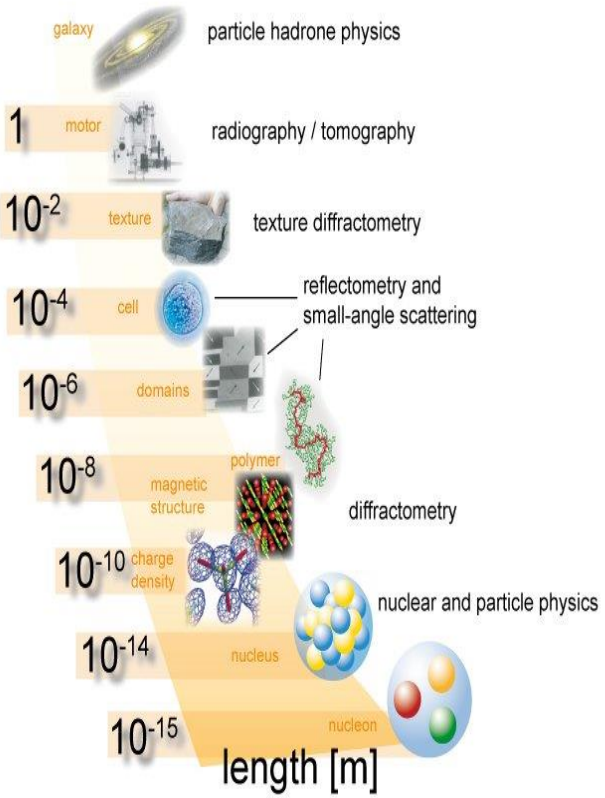
LORXI

Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

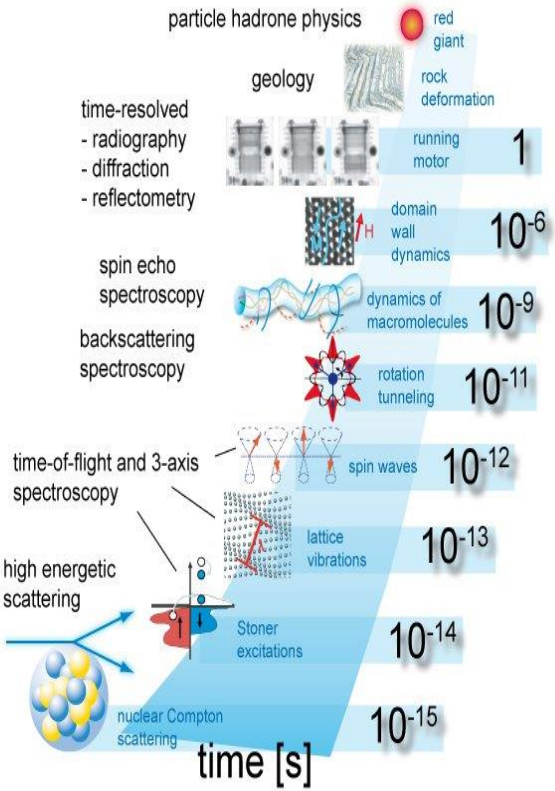
Follow us in the instagram



@lorxi_ufpr



Spatial



Temporal

Thomas Brückel - Neutron Scattering_ Lectures of the JCNS Laboratory Course Held at Forschungszentrum Jülich and at the Heinz Maier-Leibnitz Zentrum Garching In Cooperation with RWTH Aach

Lista de Sincrotrons ao redor do mundo:

https://nucleus.iaea.org/sites/accelerators/lists/synchrotron/allitems.aspx



Lista de Fontes de Neutrons:

https://www.ncnr.nist.gov/nsources.html

https://neutronsources.org/neutron-centres/





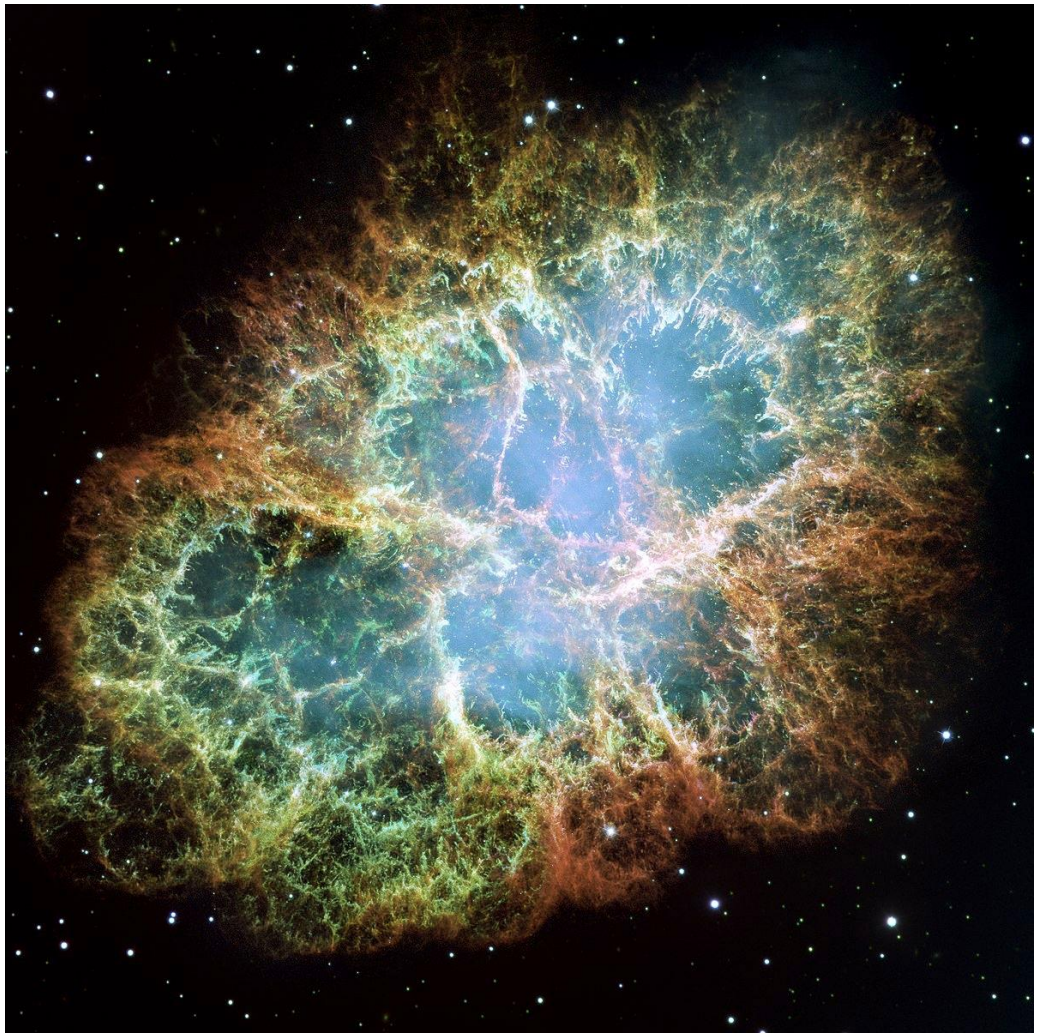
Outline:

- Propriedades e produção do raios X
- Propriedades e produção de nêutrons
- Geometria dos Cristais
- Lei de Bragg
- Difração de Pó
- Método Rietveld
- Difratometros

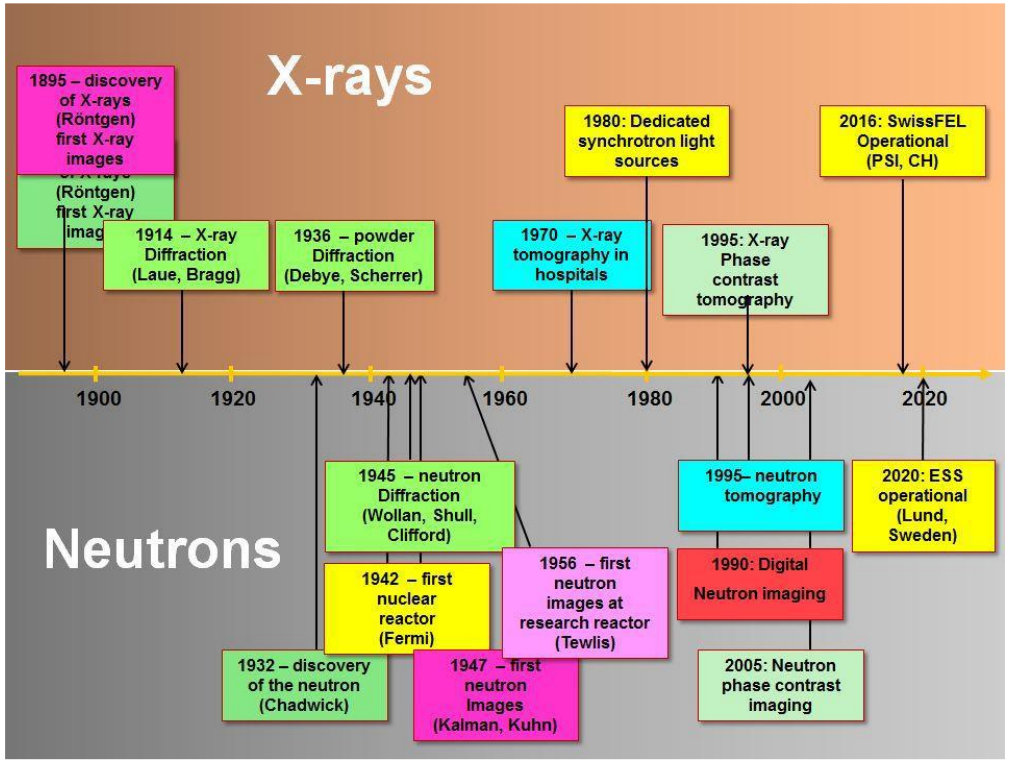
Outline:

- Propriedades e produção do raios X
- Propriedades e produção de nêutrons
- Geometria dos Cristais
- Lei de Bragg
- Difração de Pó
- Método Rietveld
- Difratometros

Propriedades e produção do raios X



Propriedades e produção do raios X



ELSEVIER
CrossMark
Available online at www.sciencedirect.com
ScienceDirect
Physics Procedia 88 (2017) 140 – 147
Physics Procedia

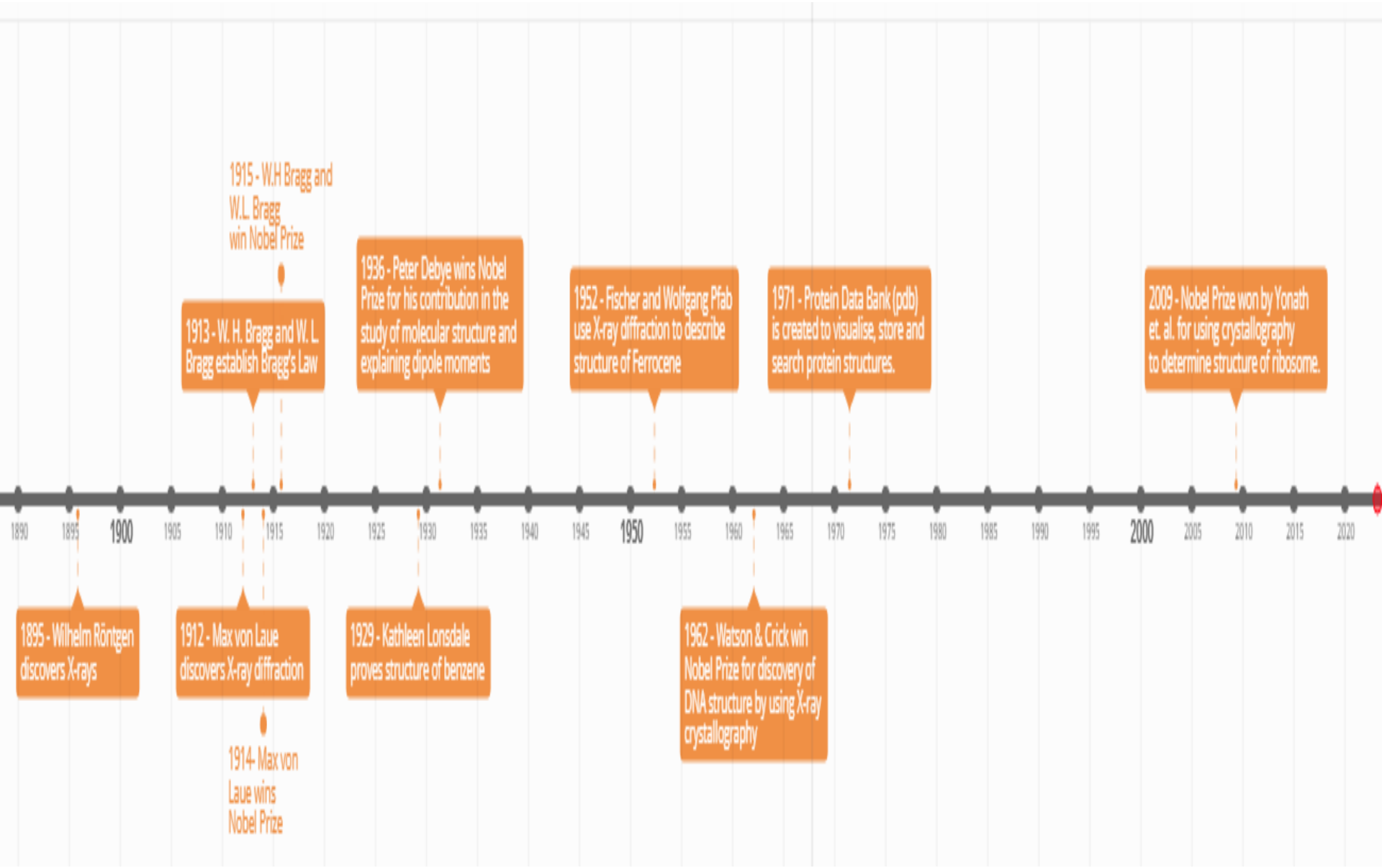
8th International Topical Meeting on Neutron Radiography, Beijing, China, 4-8 September 2016

Status and perspectives of neutron imaging facilities

E. Lehmann[1]*, P. Trtik[1], D. Ridikas[2]

[1]Neutron Imaging & Activation Group, Paul Scherrer Institut,CH-5232 Villigen PSI
[2]Physics Section, International Atomic Energy Agency, Box 100, A-1400 Vienna

V escola de verão



History of X-Ray Diffraction

1895 X-rays discovered by Roentgen 

1914 First diffraction pattern of a crystal made by Knipping and von Laue 

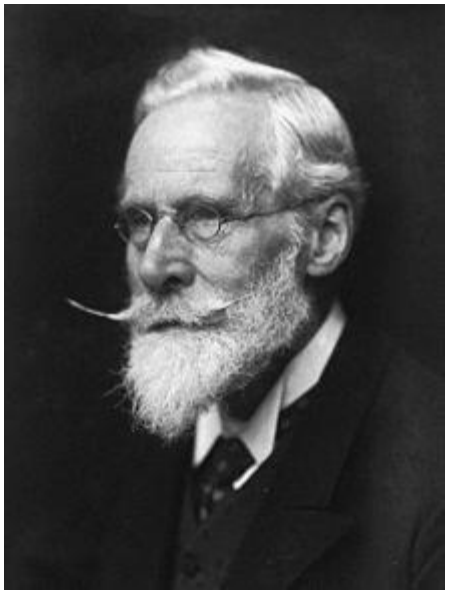
1915 Theory to determine crystal structure from diffraction pattern developed by Bragg. 

1953 DNA structure solved by Watson and Crick 

Now Diffraction improved by computer technology; methods used to determine atomic structures and in medical applications

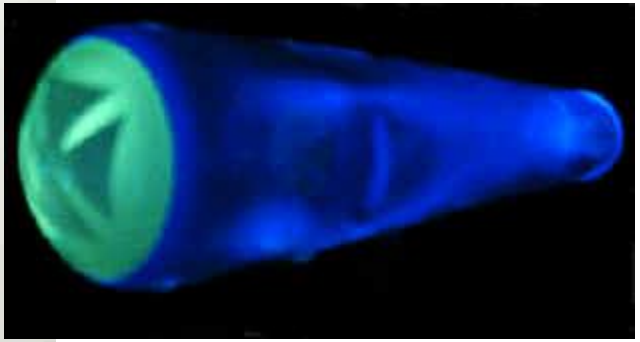
Maltese Cross Crookes Tube (ca. 1910-1940)





Sir William Crookes

17 June 1832 – 4 April 1919



First medical X-ray by Wilhelm Röntgen of his wife Anna Bertha Ludwig's hand



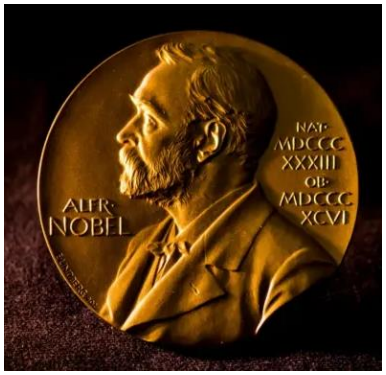


Wilhelm Conrad Röntgen

27 March 1845 – 10 February 1923



The Nobel Prize in Physics 1901





Wilhelm Conrad Röntgen

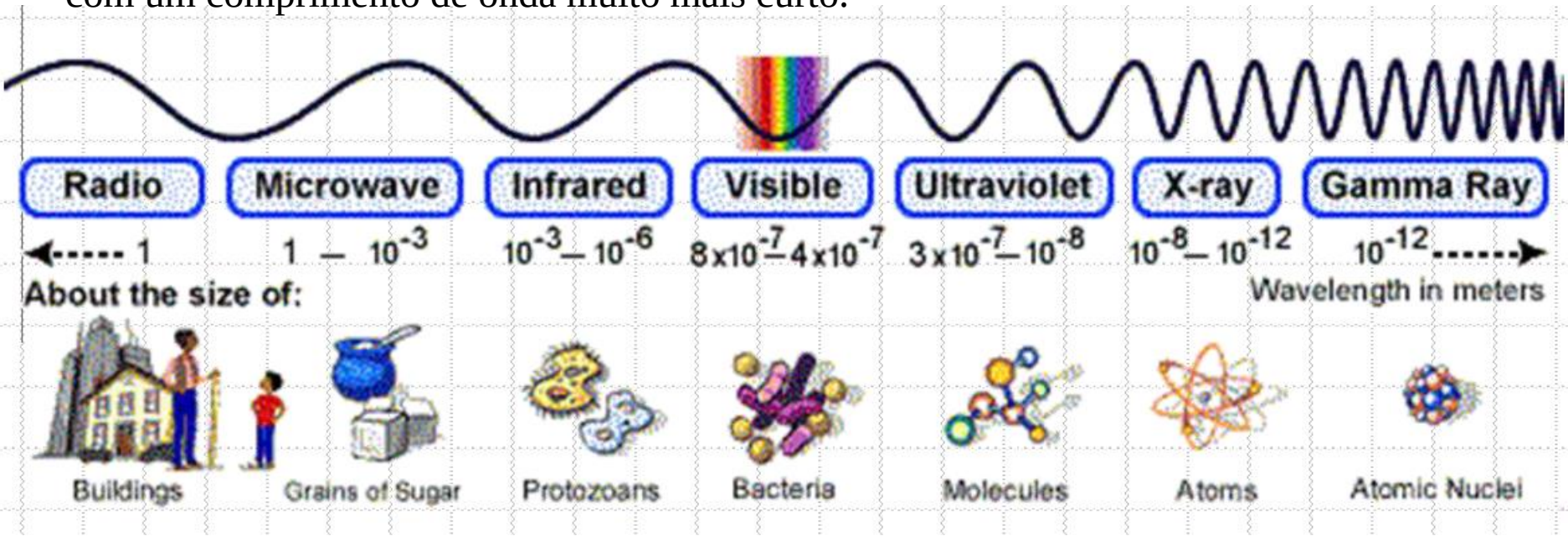
The Nobel Prize in Physics 1901 was awarded to Wilhelm Conrad Röntgen "in recognition of the extraordinary services he has rendered by the discovery of the remarkable rays subsequently named after him."

Espectro Eletromagnético

Os raios X são radiações eletromagnéticas exatamente da mesma natureza que a luz, mas com um comprimento de onda muito mais curto.

Espectro Eletromagnético

Os raios X são radiações eletromagnéticas exatamente da mesma natureza que a luz, mas com um comprimento de onda muito mais curto.



Unit of measurement in x-ray region is Å and nm.
1 Å = 10^{-10}m, 1 nm = 10 Å = 10^{-9}m
X-ray wavelengths are in the range 0.5 –2.5 Å.
Wavelength of visible light ~ 6000 Å.

Propriedades das Ondas Eletromagnéticas

A radiação eletromagnética pode ser considerada como movimento ondulatório de acordo com a teoria clássica.

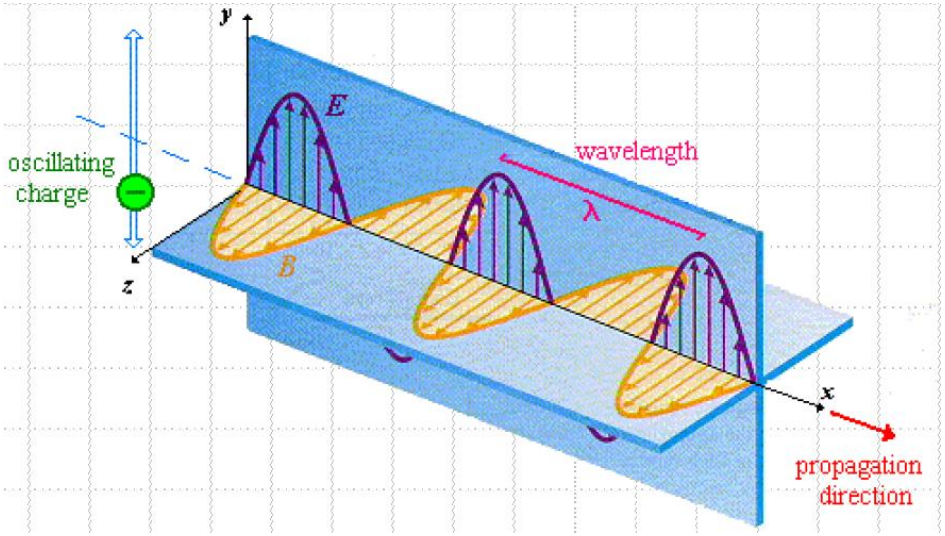
$$E = A\exp(i\omega t - \varphi)$$

A – amplitude of the wave
ω – frequency ($\omega = 2\pi\nu$)
φ – phase ($\varphi = \nu t$)

De acordo com a teoria quântica, a radiação eletromagnética também pode ser considerada como uma partícula chamada fóton. Cada fóton tem associado a ele uma quantidade de energia:

$$E = h\nu \qquad h = 6.63\times10^{-34}\ \text{Js}$$

Intensidade – a taxa de fluxo de energia de radiação eletromagnética através da unidade de área perpendicular à direção do movimento da onda.



Relação entre comprimento de onda e frequência:

$$\lambda = c/\nu$$

c – velocity of light ($\sim 3\times10^{8}$ m/s)

Espectro de raios X

Os raios X são produzidos quando elétrons acelerados colidem com o alvo.

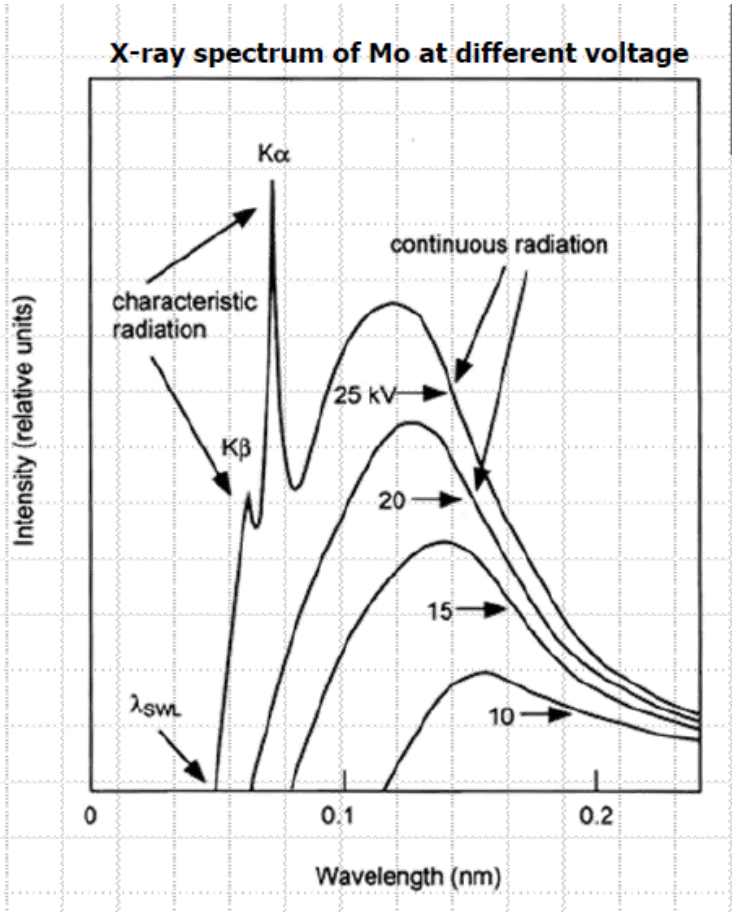
A perda de energia dos elétrons devido ao impacto é manifestada como raios-x.

A radiação de raios X é produzida em um tubo de raios X.

A maior parte da energia cinética dos elétrons que atingem o alvo é convertida em calor, menos de 1% sendo transformada em raios-x.

$$E_K = eV = \frac{1}{2}mv^2$$

e – electron charge (1.6×10^{-19} C)
E_K – kinetic energy, V – applied voltage,
m – mass of the electron (9.11×10^{-31} kg),
v – electron velocity (m/sec)



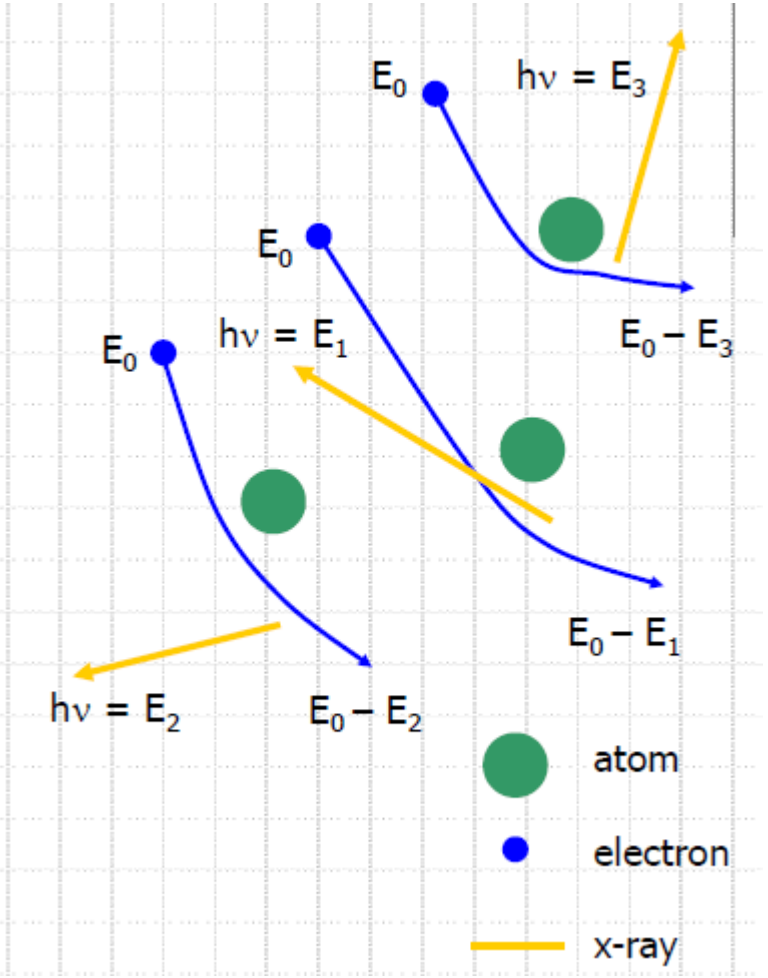
Espectro Contínuo de Raios-X

O espectro contínuo surge devido à desaceleração dos elétrons que atingem o alvo.

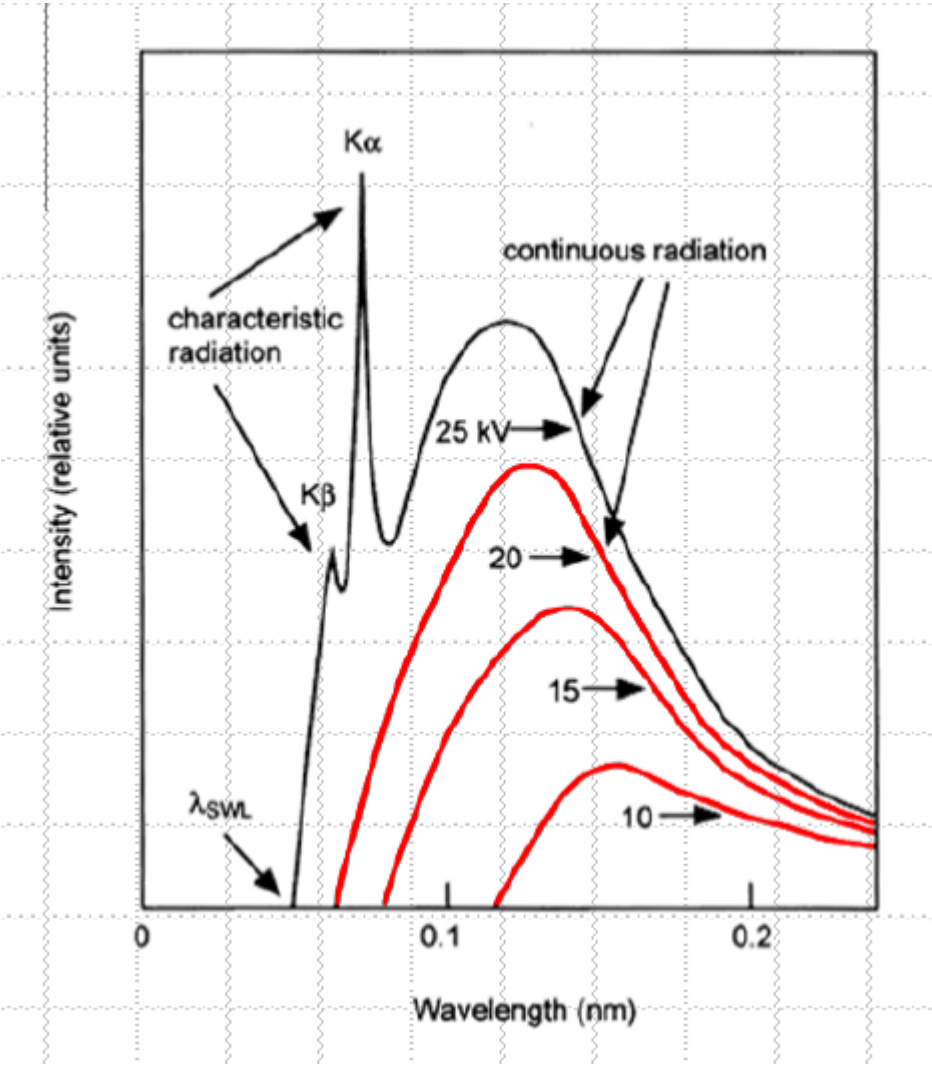
Este tipo de radiação é conhecido como bremsstrahlung, que significa “radiação de frenagem” em alemão.

Também é chamada de radiação policromática, contínua ou branca.

Alguns elétrons perdem toda a energia em uma única colisão com um átomo alvo



Propriedades do Espectro Contínuo



Função suave e monótona de intensidade versus comprimento de onda.

A intensidade é zero até um determinado comprimento de onda - limite de comprimento de onda curto

$$\lambda_{SWL}$$

Os elétrons transferem toda a sua energia em energia de fótons:

$$eV = h\nu_{\max}$$

$$\lambda_{SWL} = \frac{c}{\nu_{\max}} = \frac{hc}{eV}$$

$$\boxed{\lambda_{SWL} = \frac{12.398 \times 10^3}{V}}$$

λ- in Å
V– in volts

Propriedades do Espectro Contínuo

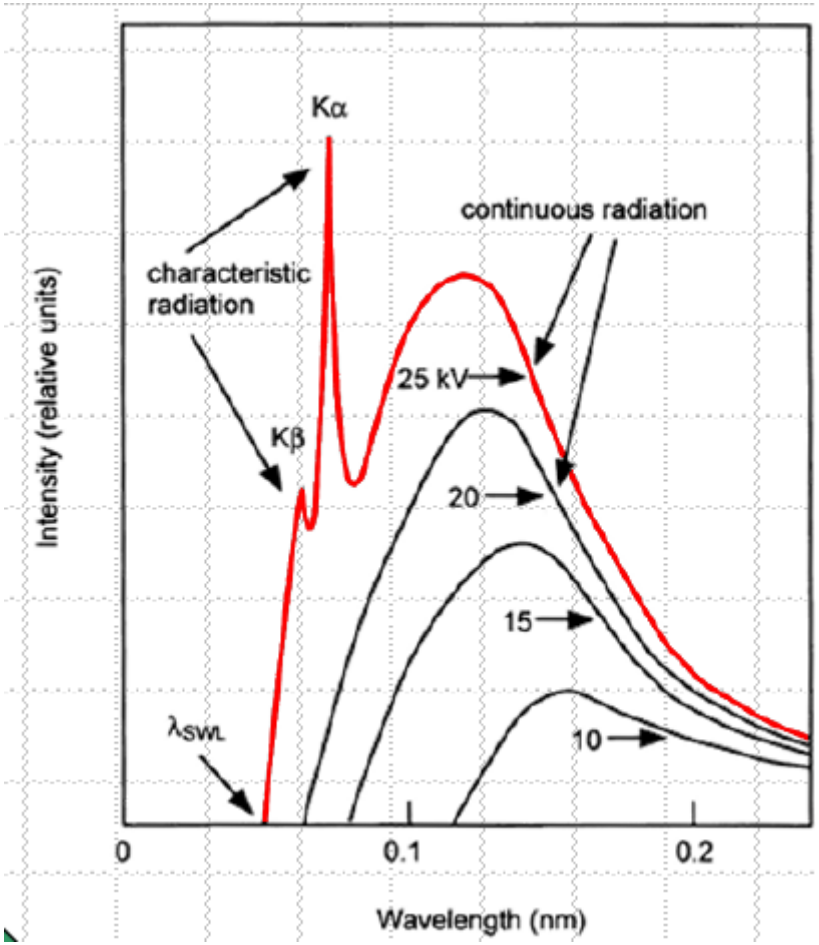
A energia total de raios X emitida por segundo depende do número atômico Z do material alvo e da corrente do tubo de raios X.
Essa intensidade total de raios X é dada por

$$I_{cont.} = AiZV^m$$

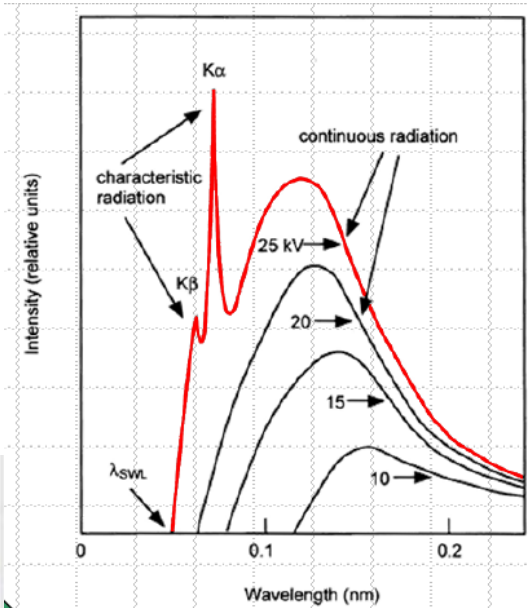
A – proportionality constant
i – tube current (measure of the number of electrons per second striking the target)
m – constant ≈ 2

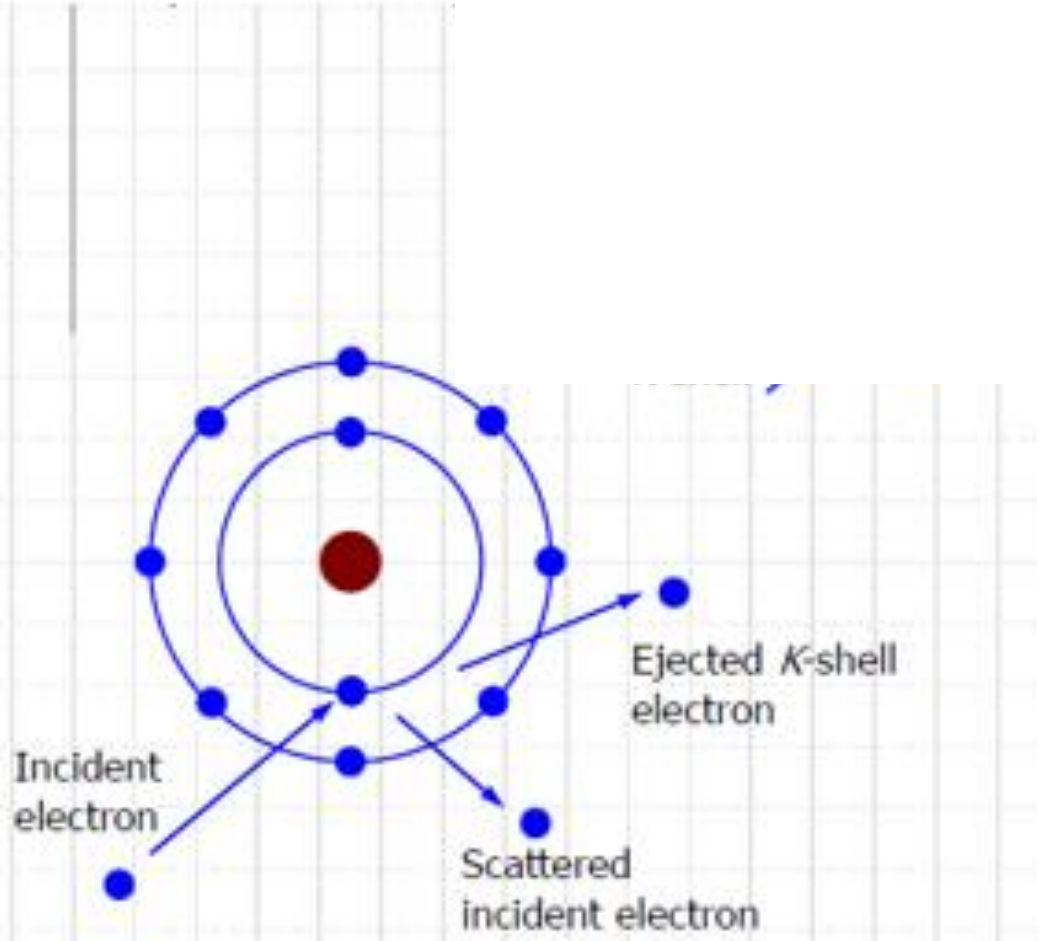
O espectro característico

Descoberto por W. H. Bragg e sistematizado por H.G. Moseley

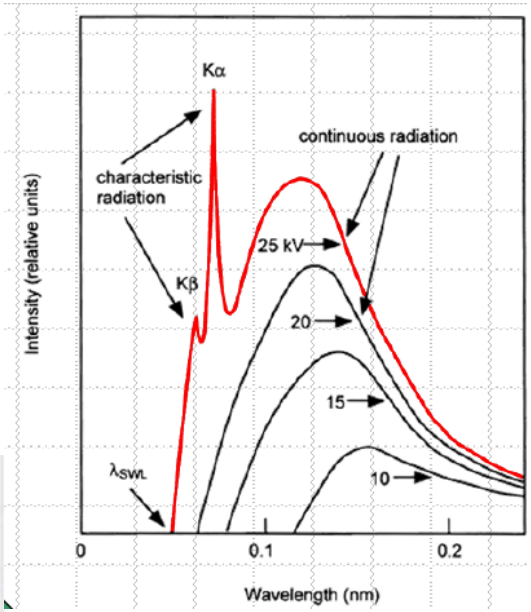


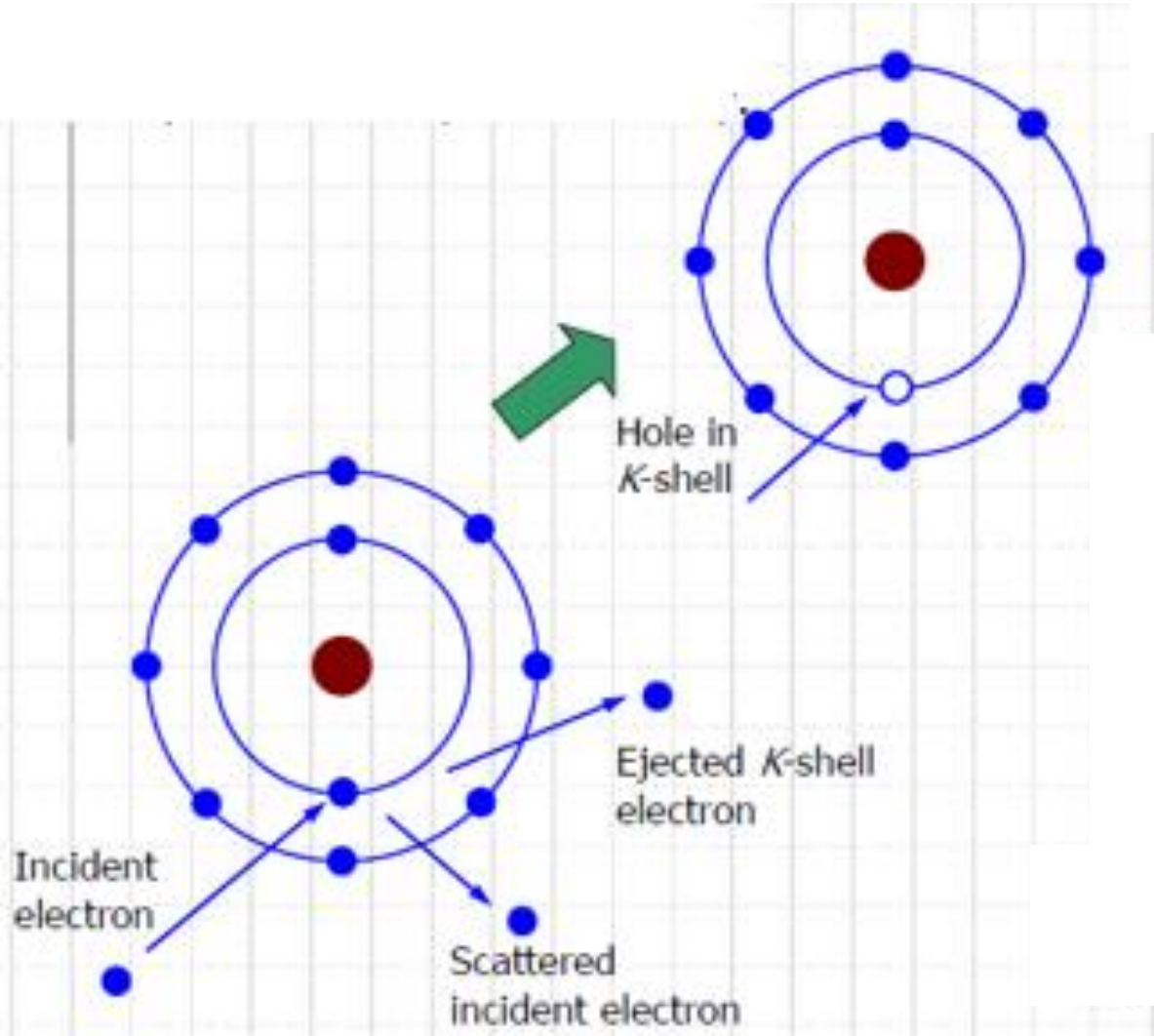
O espectro característico



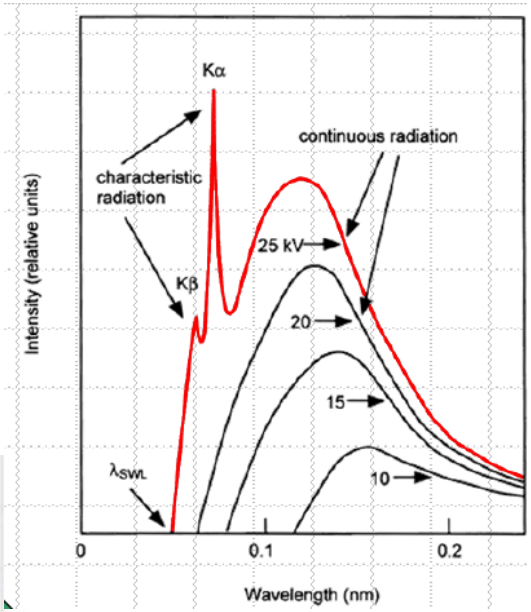


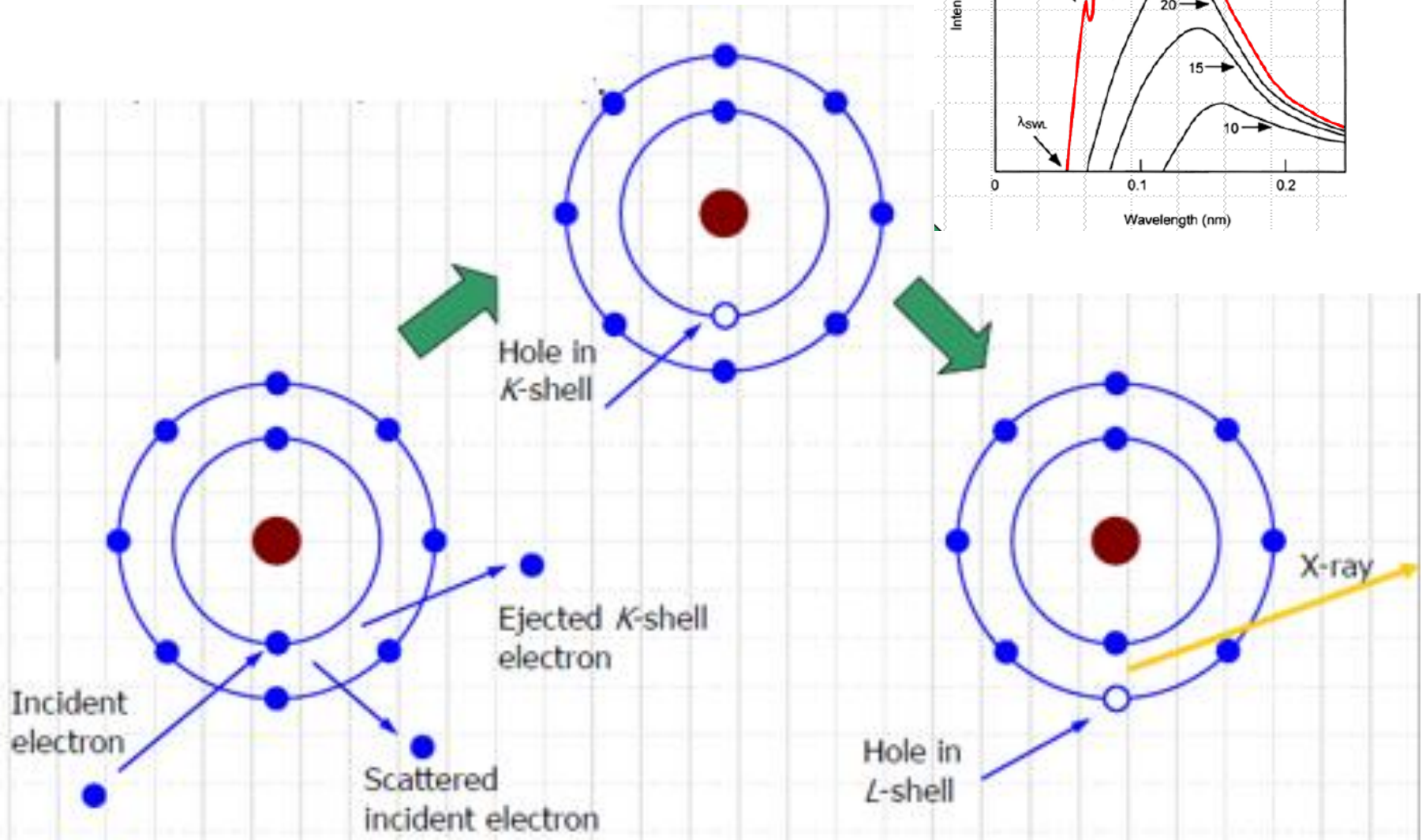
O espectro característico





O espectro característico

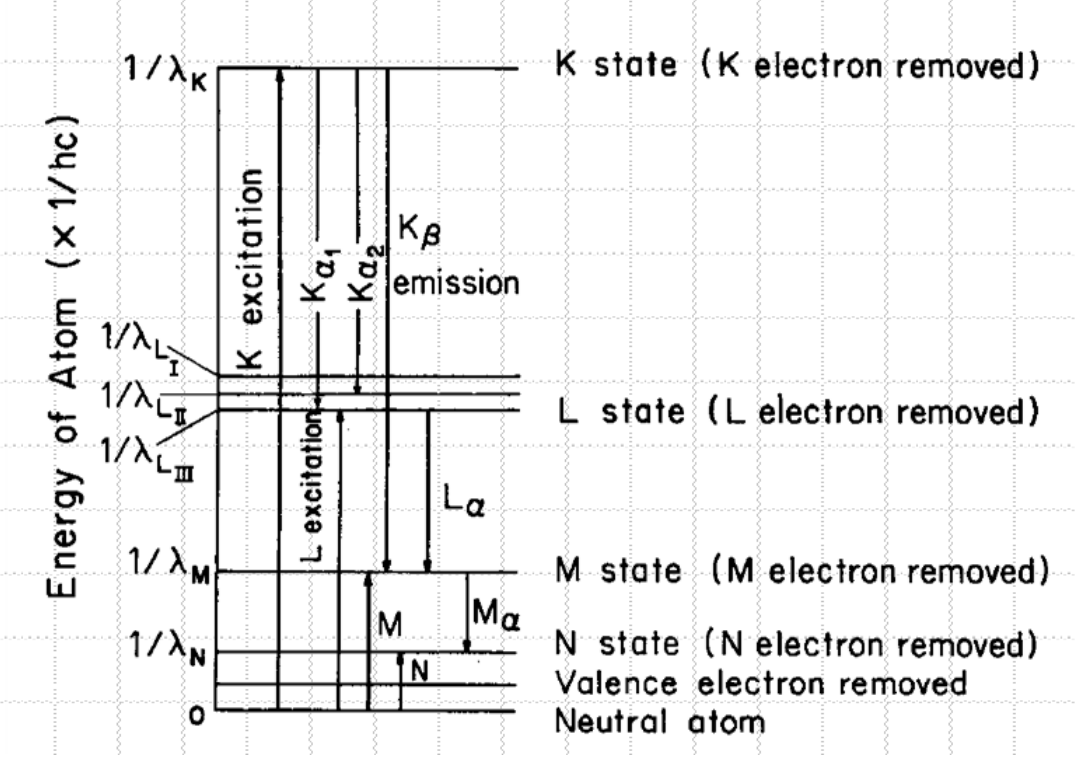




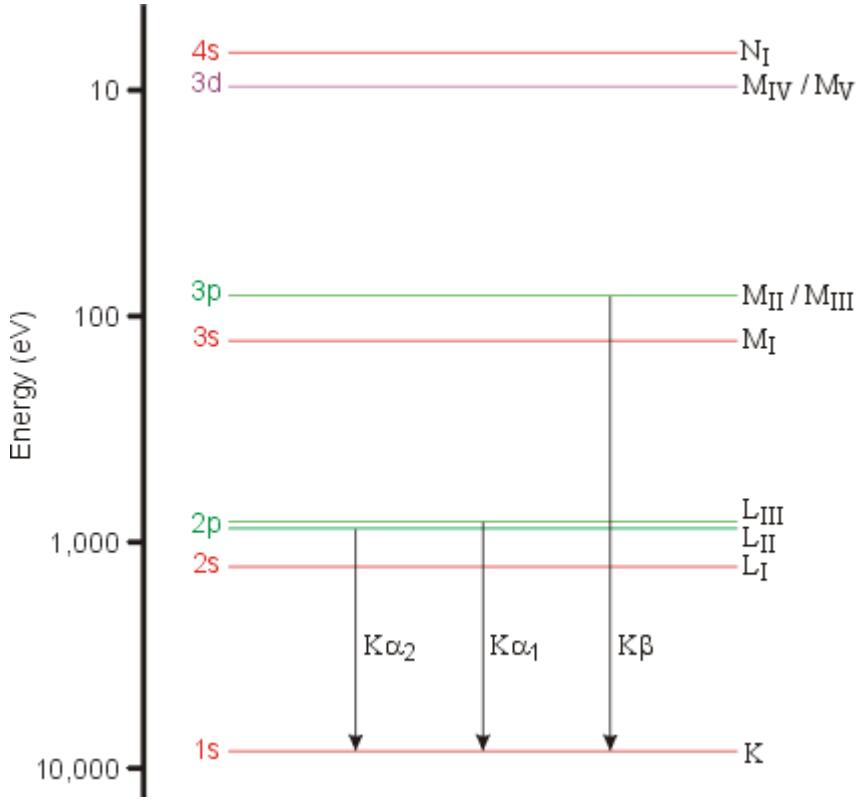
O espectro característico

O pico característico é criado quando um buraco na camada interna, criado por um evento de colisão, é preenchido por um elétron da camada de maior energia.

Deixe um elétron da camada K ser eliminado - a vaga pode ser preenchida por um elétron da camada L (Kα radiacão) ou da camada M (Kß radiacão).



O espectro característico



As linhas características deste tipo de espectro são chamadas de K, L, M,... e correspondem a transições para orbitais com números quânticos principais 1, 2, 3,... Quando os dois orbitais envolvidos na transição são adjacentes (por exemplo, 2 → 1), a linha é chamada de α. Quando os dois orbitais são separados por outra camada (por exemplo, 3 → 1), a linha é chamada de β. Como a transição para β é maior que para α, ou seja, $\Delta E\beta > \Delta E\alpha$, então $\lambda\beta < \lambda\alpha$.

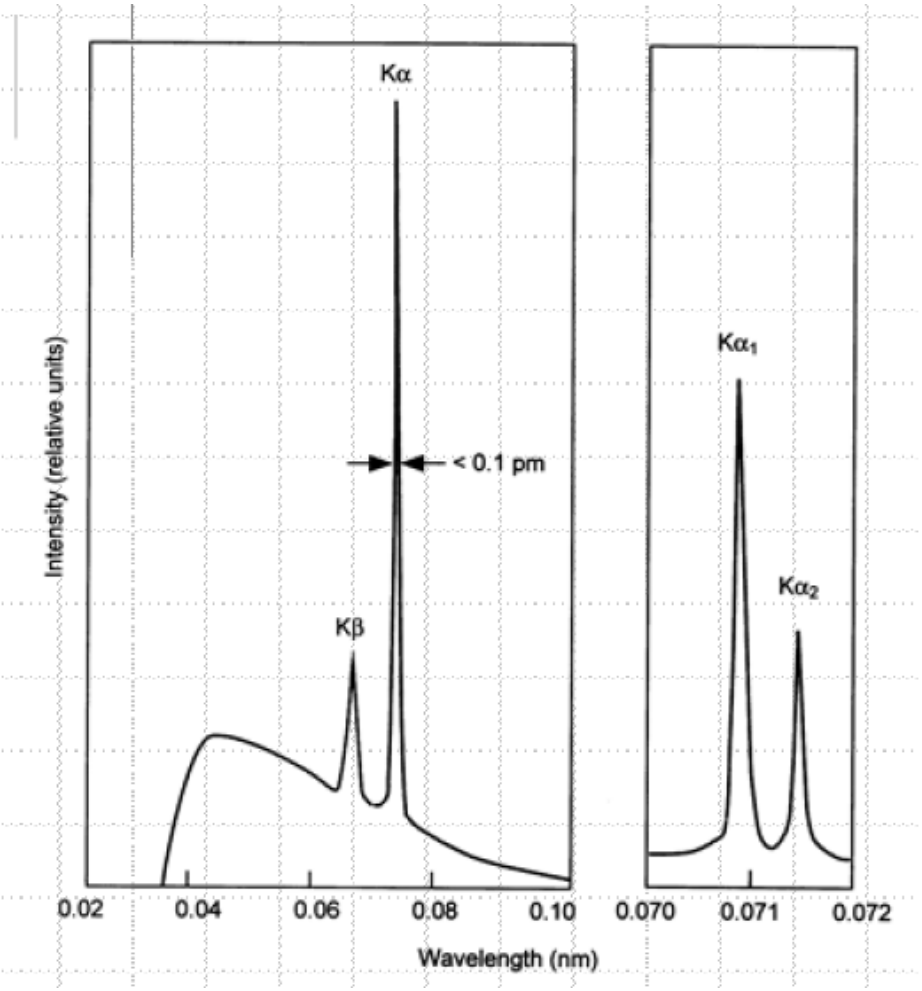
Propriedades do Espectro Característico

Normalmente, apenas as linhas K são úteis na difração de raios X.

Existem várias linhas no conjunto K. Os mais fortes são Kα1 , Kα2 , Kβ1 .

Os componentes α1 e α2 nem sempre são resolvidos – dubleto Kα.

Kα1 é sempre cerca de duas vezes mais forte que Kα2, enquanto a proporção de Kα1 para Kβ1 é em média de 5/1.



Propriedades do Espectro Característico

Normalmente, apenas as linhas K são úteis na difração de raios X.

Existem várias linhas no conjunto K. Os mais fortes são Kα1 , Kα2 , Kβ1 .

Os componentes α1 e α2 nem sempre são resolvidos – dubleto Kα.

Kα1 é sempre cerca de duas vezes mais forte que Kα2, enquanto a proporção de Kα1 para Kβ1 é em média de 5/1.

Some Commonly Used X-ray *K* wavelengths (Å)

Element	$K\alpha$ (av.)	$K\alpha_1$	$K\alpha_2$	$K\beta_1$
Cr	2.29100	2.28970	2.29361	2.08487
Fe	1.93736	1.93604	1.93998	1.75661
Co	1.79026	1.78897	1.79285	1.62079
Cu	1.54184	1.54056	1.54439	1.39222
Mo	0.71073	0.70930	0.71359	0.63229

Absorção de raios-X

Quando os raios X encontram qualquer forma de matéria, são parcialmente transmitidos e parcialmente absorvidos.
Foi encontrado experimentalmente que

$$I \propto x$$

I – intensity
x – distance

Em forma diferencial

$$-\frac{dI}{I} = \mu dx$$

onde μ- é o coeficiente de absorção linear

Absorção de raios-X

Após a integração

$$I_x = I_0 e^{-\mu x}$$

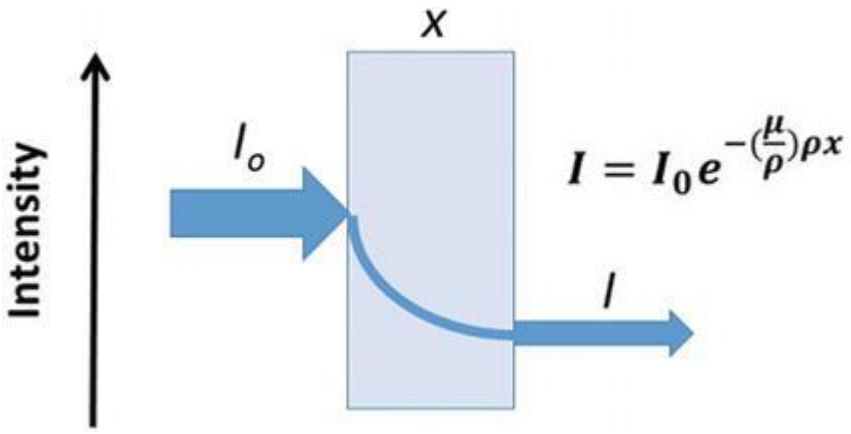
I_0 – incident beam intensity

I_x – transmitted beam intensity

Vamos introduzir o coeficiente de absorção de massa – μ/ρ (ρ - densidade). É constante e independente do estado físico (sólido, líquido ou gás). Então

$$I_x = I_0 e^{-(\mu/\rho)\rho x}$$

Os valores do coeficiente de absorção de massa μ/ρ são tabulados.

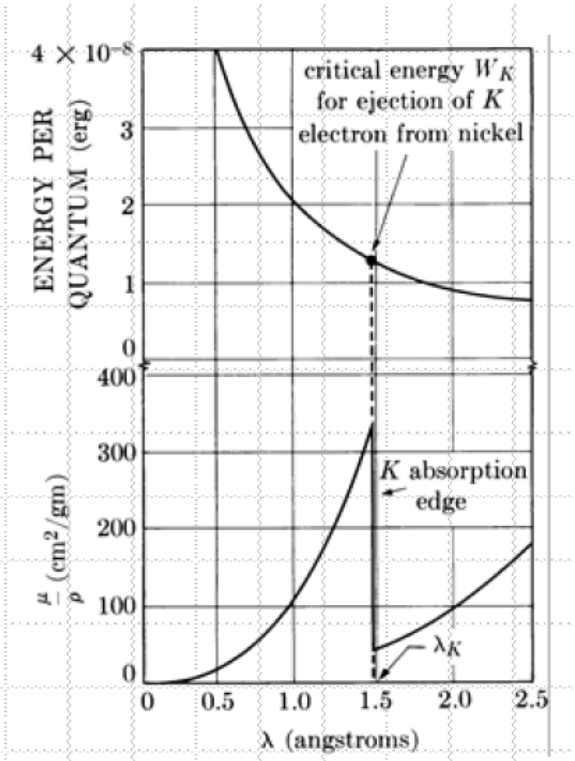


Propriedades do coeficiente de absorção

Há uma descontinuidade acentuada na dependência do coeficiente de absorção na energia (comprimento de onda) na energia correspondente à energia necessária para ejetar um elétron de casca interna.
A descontinuidade é conhecida como uma borda de absorção.
Longe de uma borda de absorção, cada "ramo" da curva de absorção é dado por:

$$\frac{\mu}{\rho} = k\lambda^3 Z^3$$

k – a constant
Z – atomic number of absorber

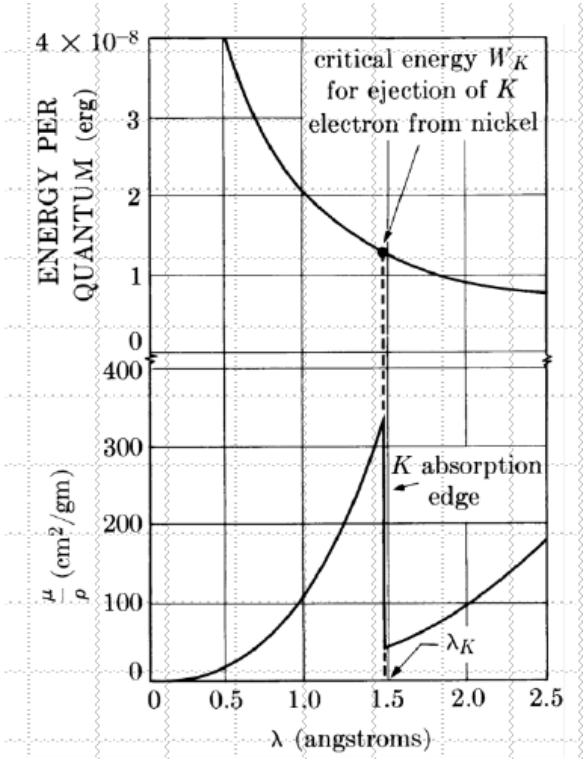


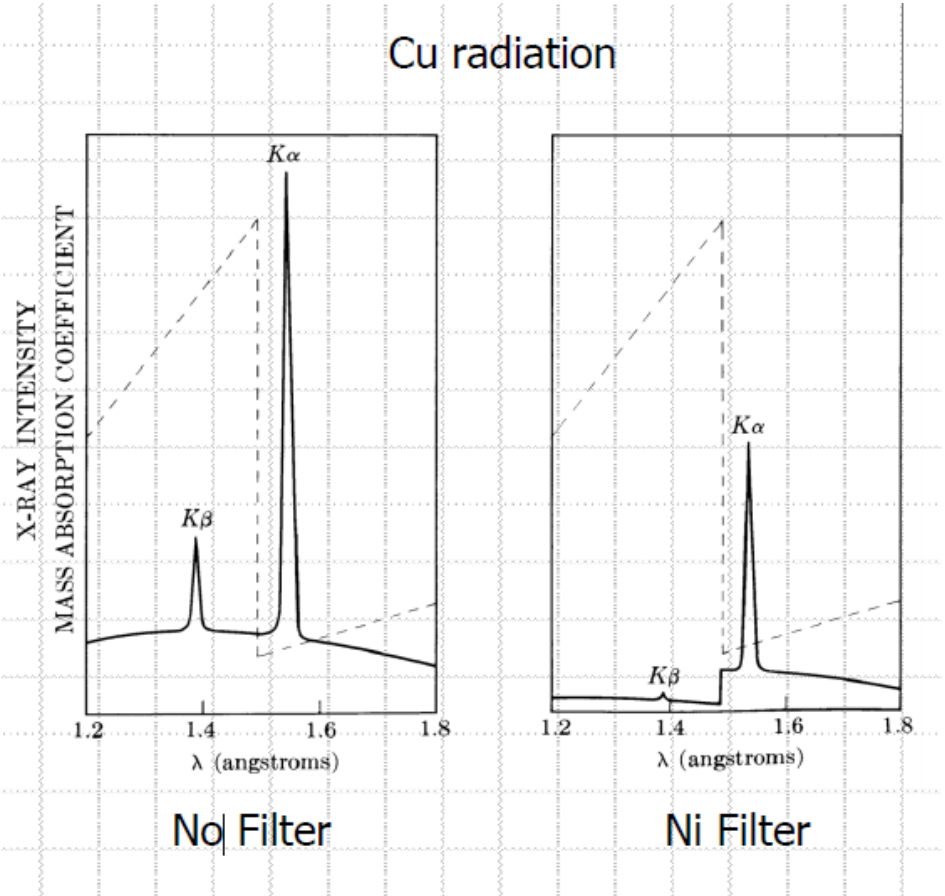
$$I_x = I_0 e^{-(\mu/\rho)\rho x}$$

Filtros de raios X

Normalmente, os experimentos de difração de raios X requerem radiação monocromática.

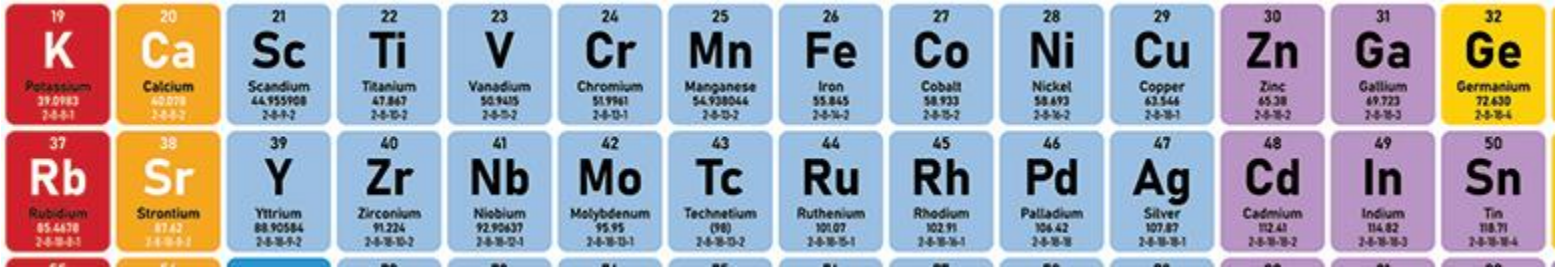
O comprimento de onda indesejável pode ser suprimido passando o feixe através de um absorvedor (filtro) cuja borda de absorção fica logo acima do comprimento de onda parasita.





Filtros de raios X

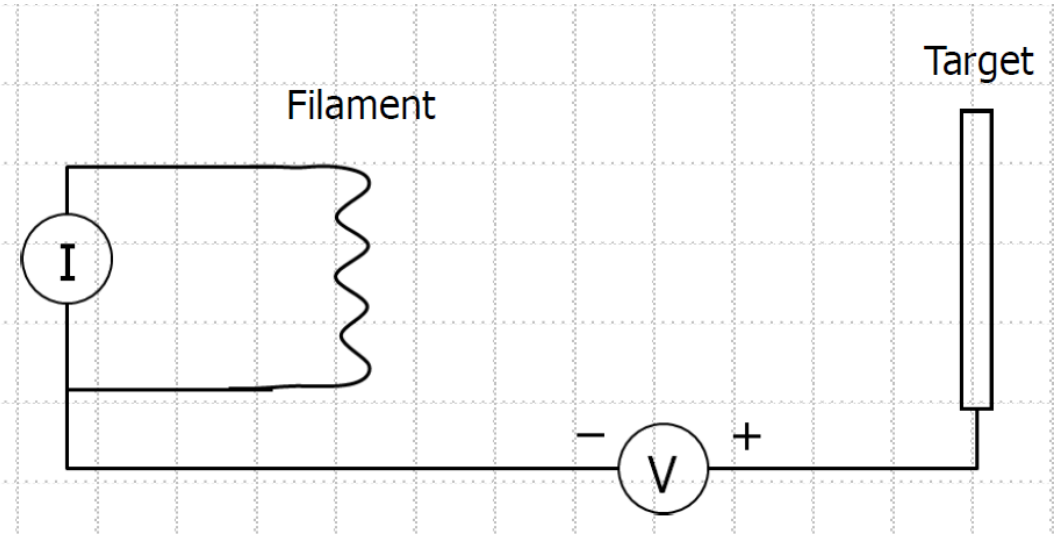
A filtragem nunca é perfeita. Quanto mais espesso o filtro, melhor a supressão do componente Kβ, mas isso também resulta em Kα mais fraco. Há sempre um compromisso.



Filters for Suppression of $K\beta$ Radiation

Target	Filter	Incident beam* $\frac{I(K\alpha)}{I(K\beta)}$	Filter thickness for $\frac{I(K\alpha)}{I(K\beta)} = \frac{500}{1}$ in trans. beam		$\frac{I(K\alpha) \text{ trans.}}{I(K\alpha) \text{ incident}}$
			mg/cm²	in.	
Mo	Zr	5.4	77	0.0046	0.29
Cu	Ni	7.5	18	0.0008	0.42
Co	Fe	9.4	14	0.0007	0.46
Fe	Mn	9.0	12	0.0007	0.48
Cr	V	8.5	10	0.0006	0.49

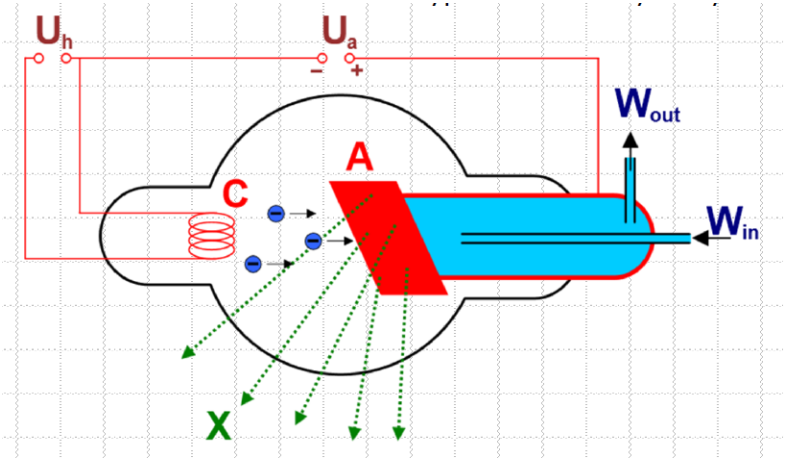
Fontes de raios X



O tubo deve ter:

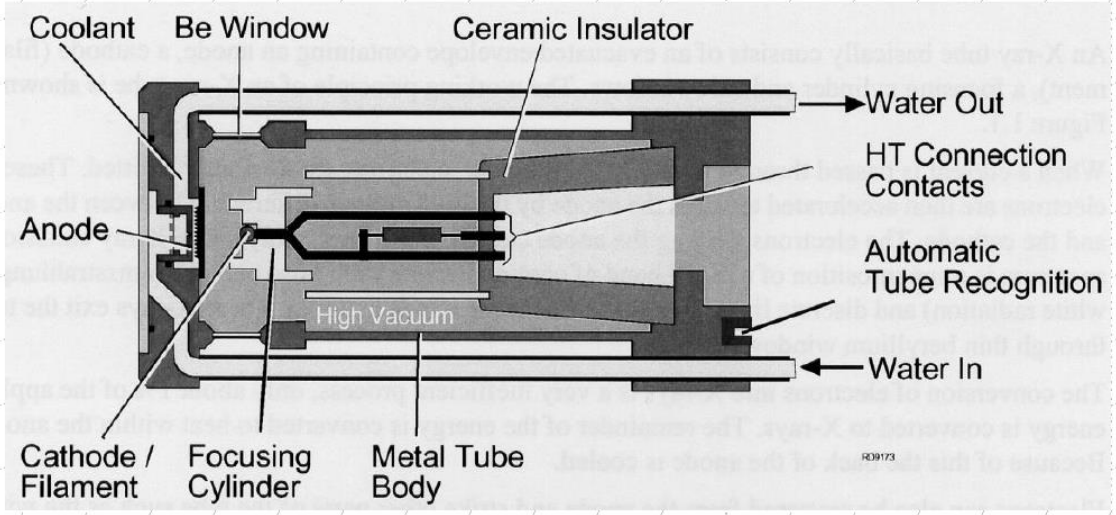
- fonte de elétron
- salta tensão de aceleração
- alvo de metal

Tipos de tubos de raios-X:
Tubo de gás – o tubo de raios X original→ obsoleto.
Tubo de filamento – o tipo mais comum de fonte de raios X de laboratório.



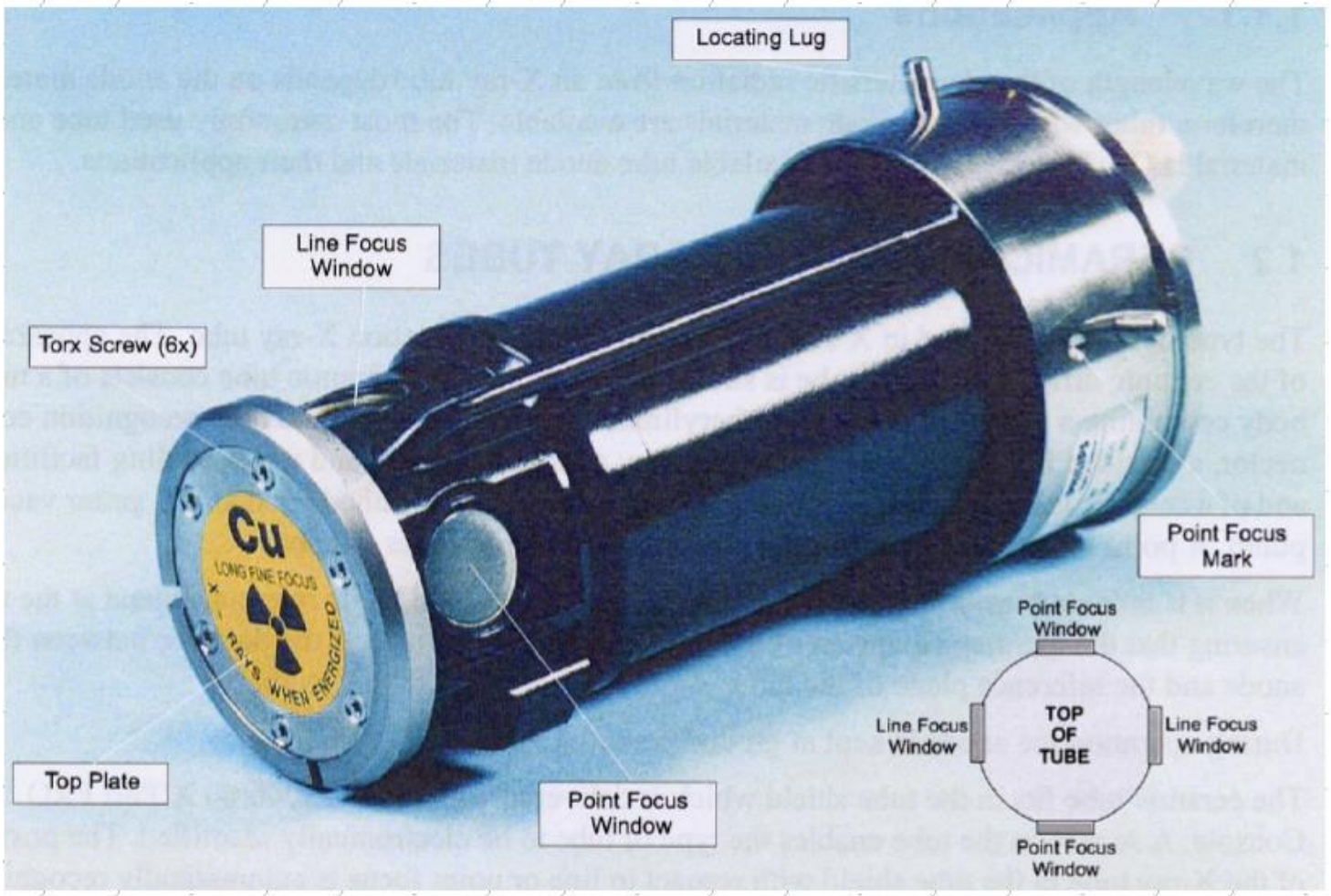
Tubo de raios X de filamento

Inventado por Coolidge em 1913.
A fonte de raios-X de laboratório mais amplamente utilizada.
Os principais componentes são um alvo resfriado a água (ânodo) e um filamento de tungstênio (cátodo) que emite elétrons.
Um alto potencial (até 60 kV) é mantido entre o filamento e o ânodo, acelerando os elétrons para o ânodo e gerando raios-X.
A água de resfriamento circula pelo ânodo para evitar que ele derreta (> 99% da energia de entrada gera calor).
O interior do tubo é evacuado pelo feixe de elétrons; finas janelas de berílio transmitem os raios-X.



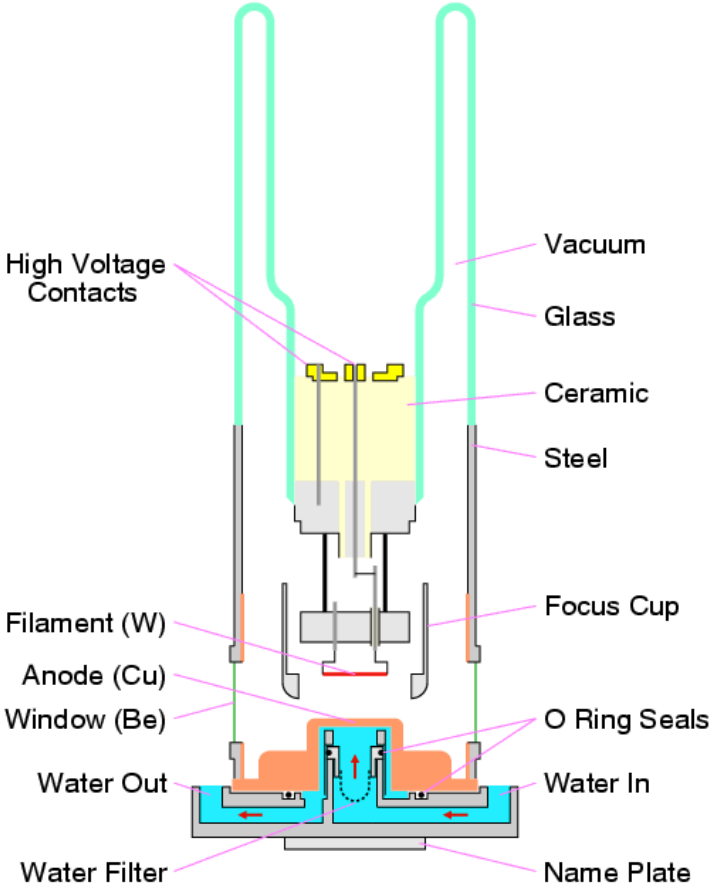
Tubo Cerâmico de Raios-X por Difração - Visualização Esquemática

Tubo de raios X de filamento

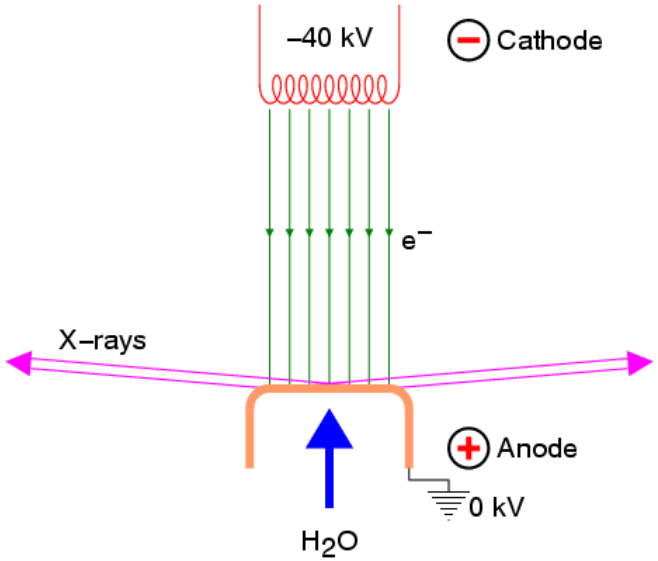


Tubo de raios X de difração de cerâmica - Visão física

Tubo de raios X de filamento







Aspectos do projeto e operação do tubo de raios X

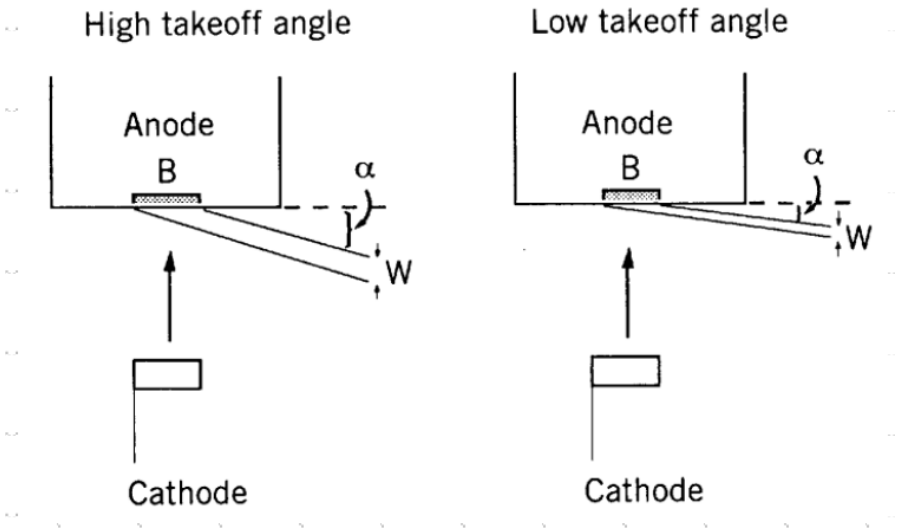
O feixe de elétrons produzido e controlado pela corrente que passa pelo filamento.
São necessárias fontes de alimentação estáveis de alta tensão e corrente de filamento (transformadores de estilo antigo → alimentação de alta frequência).
Potência nominal: corrente de feixe de elétrons potencial aplicada (exemplo: 50 kV e 40 mA → 2 kW).
Potência máxima determinada pela taxa de remoção de calor (sem água, um tubo pode ser destruído em segundos → bloqueios de fluxo)..
O ânodo é aterrado eletricamente, enquanto o filamento é mantido em kVs negativos (o ânodo resfriado a água não entra em curto e o filamento é protegido por isolamento de vidro).
As janelas de berílio são frágeis e tóxicas:

- não quebre (mecanicamente ou termicamente).
- não toque (e não prove!).

Seleção do tubo de raios-X para aplicação

A forma do feixe incidente depende da projeção focal do filamento de e para o material do ânodo.
Feixes de raios-X que são paralelos com ampla projeção do filamento têm uma forma focal de uma linha.
Feixes de raios X que são paralelos com a projeção de seta do filamento têm uma forma focal aproximada de um quadrado, que geralmente é rotulado como um ponto.
Essas duas projeções focais estão separadas por 90° no plano normal ao eixo filamento-ânodo.
À medida que o ângulo da superfície do ânodo aumenta, a intensidade do feixe aumenta, mas o ponto também fica menos focado.

Os ângulos de decolagem estão tipicamente na faixa de 3 a 6°.



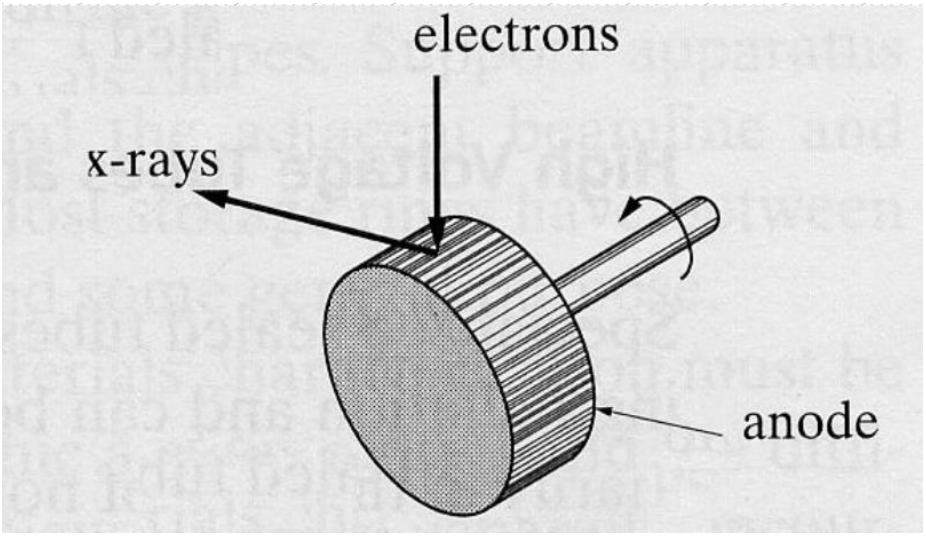
Seleção de tubos XRD de acordo com o material do ânodo

Material do Ânodo	Número atômico	Aplicação
Cobre (Cu)	29	Adequado para a maioria dos exames de difração - material de ânodo mais amplamente utilizado.
Molibdênio (Mo)	42	Preferencialmente usado para exames em aços e ligas metálicas com elementos na faixa Titânio (Ti) (nº atômico = 22) a aprox. Zinco (Zn) (nº atômico = 30)
Cobalto (Co)	27	Frequentemente usada com amostras ferrosas, a radiação de fluorescência de Ferro (Fe) causaria interferência e não pode ser eliminada por outras medidas.
Ferro (Fe)	26	Exame de amostras ferrosas. Também para uso com minerais onde tubos de Co e Cr não podem ser usados.
Cromo (Cr)	24	Usado para substâncias orgânicas complexas e também medições de tensão radiográfica em aços.
Tungstênio (W)	74	Usado onde um espectro branco intensivo é mais interessante do que a característica.

Gerador de Raios-X de Ânodo Giratório

A potência máxima de um gerador de raios X pode ser grandemente aumentada se uma nova superfície resfriada for continuamente apresentada ao feixe de elétrons

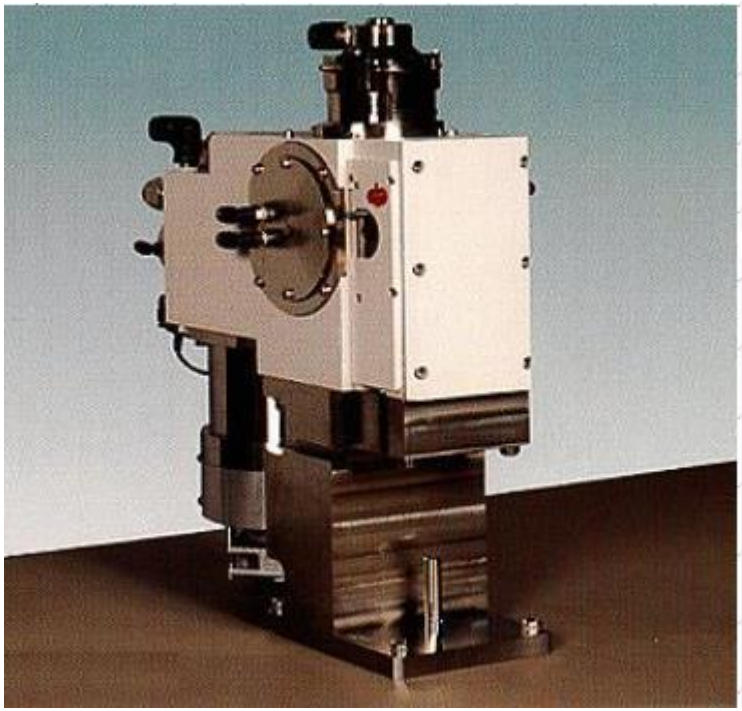
Geradores de anodo rotativos típicos operam de 12 kW a 18 kW (60 kV/300 mA); geradores especializados vão até 90 kW (60 kV/1500 mA)



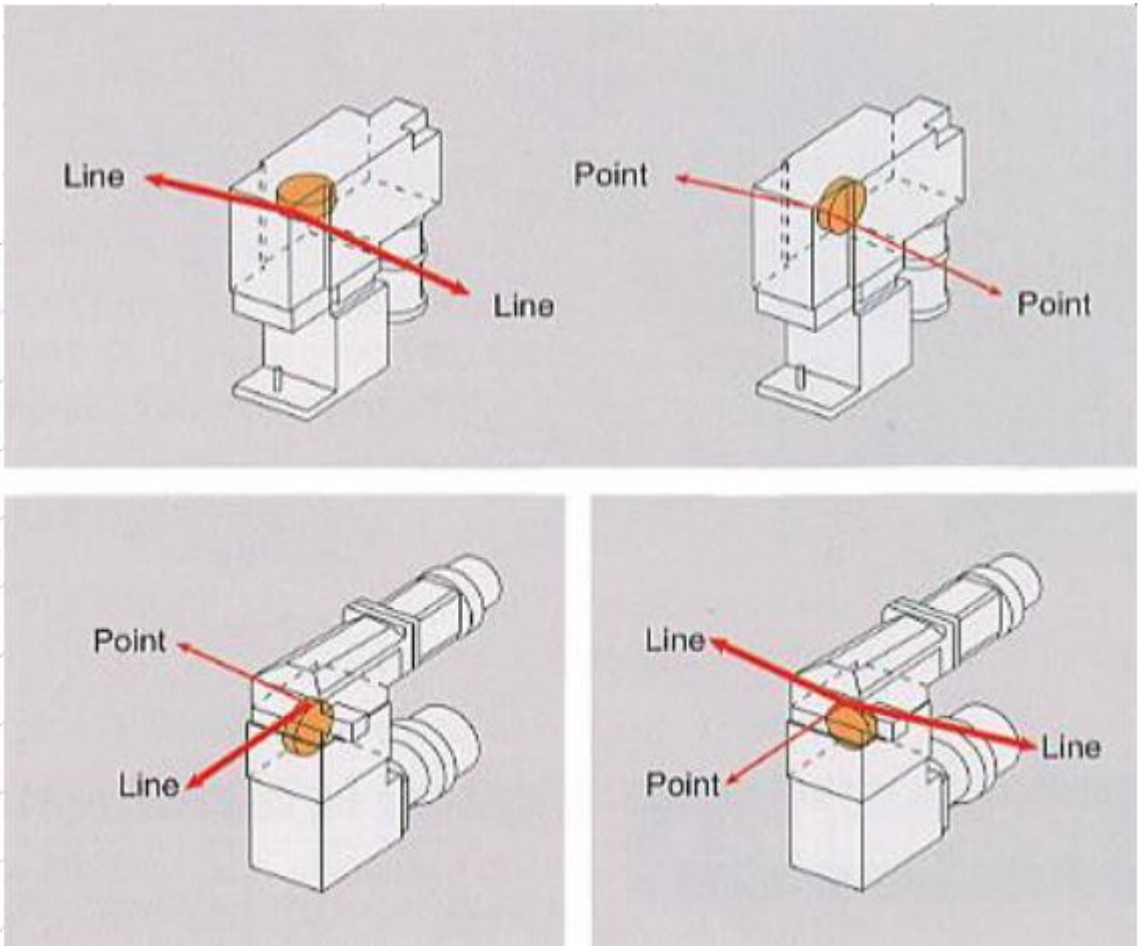


ânodo rotatório da Rigaku

Gerador de Raios-X de Ânodo Giratório



Carcaça de tubo de ânodo rotativo



Projetos de carcaça de tubo

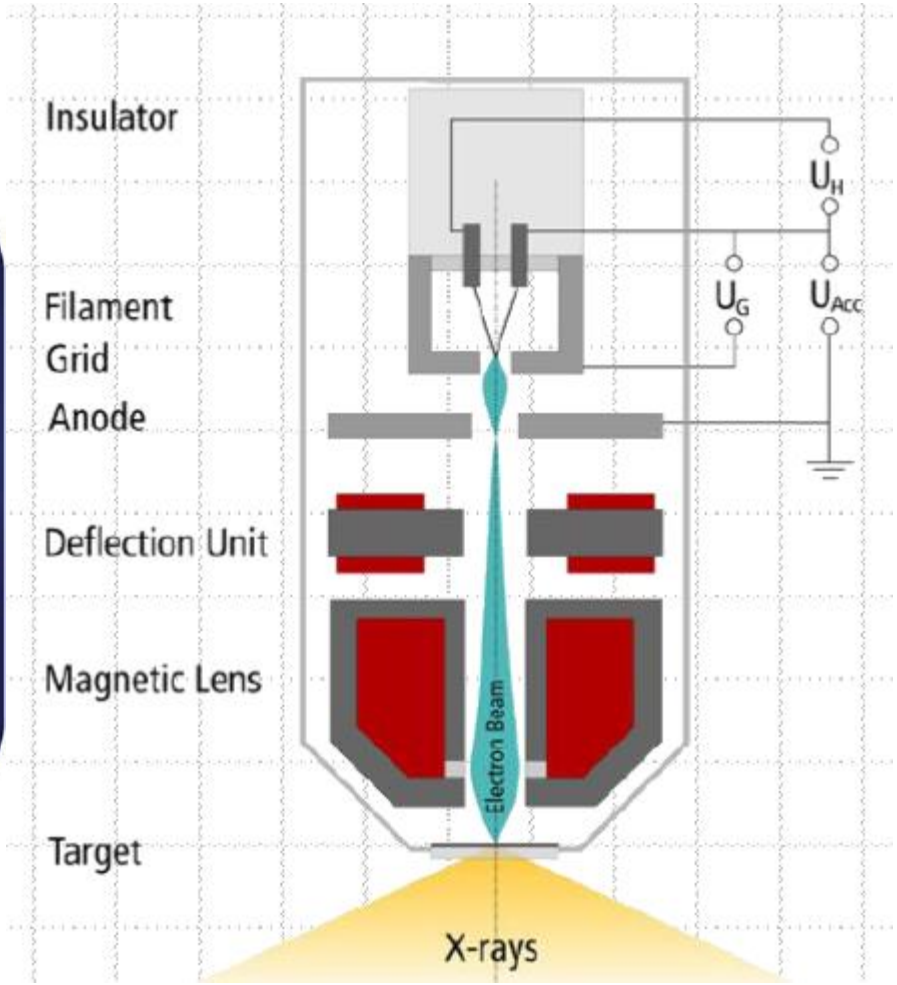
Aspectos dos Geradores de Raios-X de Ânodo Rotativo

O ânodo (cerca de 100 mm de diâmetro 40 mm de largura) gira a velocidades de 2400 rpm até 6000 rpm.
Balanceamento dinâmico excepcional é necessário.
O ânodo rotativo reside em um ambiente de alto vácuo (melhor que 10-6Torr) com passagem de rotação e passagem de água.
Taxas de fluxo de água impressionantes são necessárias.
Correntes de feixe de elétrons superiores a 0,3 A a 60 kV.

Os geradores de ânodo rotativo são caros e requerem alta manutenção, mas são a fonte de raios X de laboratório mais poderosa disponível – fluxos de raios X mais altos requerem um síncrotron.

Fonte de raios-x microfoco

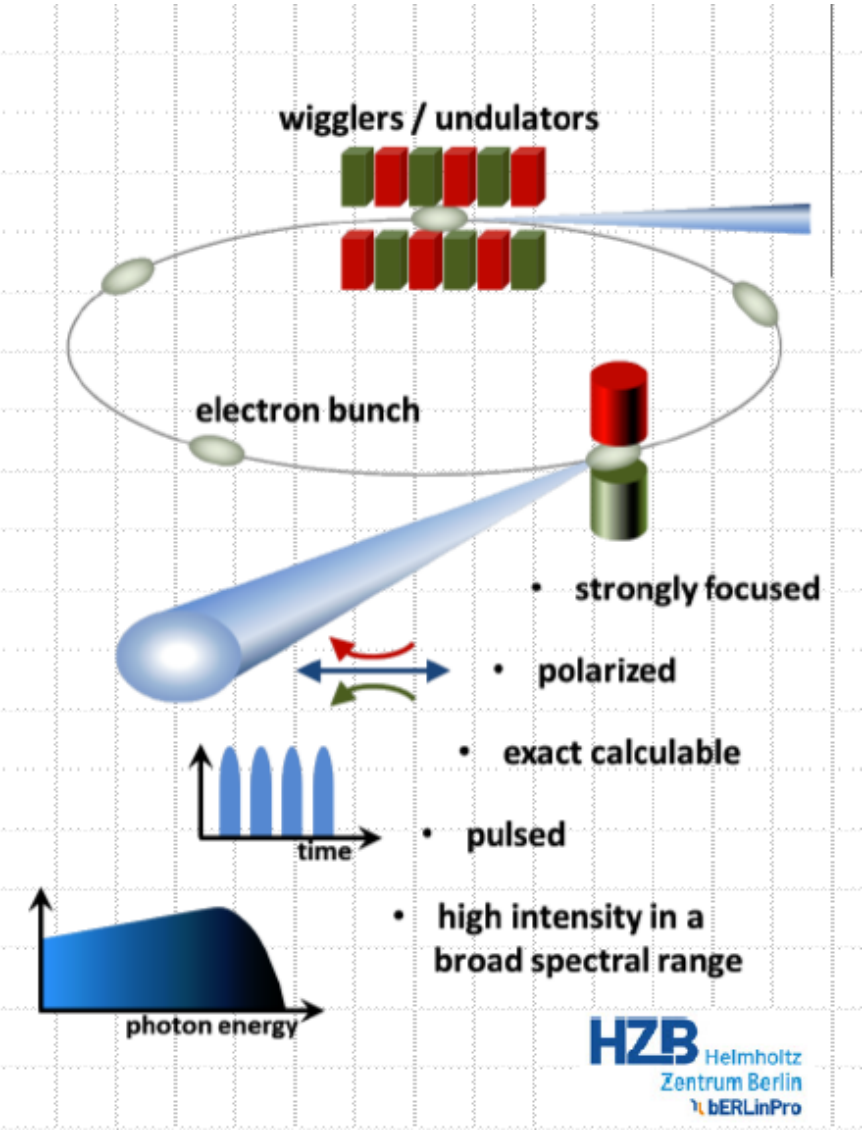




Fontes de radiação síncrotron

A radiação síncrotron é gerada quando as partículas carregadas são aceleradas perpendicularmente à sua trajetória.
Isso geralmente é obtido por campos magnéticos, por ex. ímãs de dobra ou dispositivos magnéticos periódicos (os chamados dispositivos de inserção). Devido à energia relativística das partículas, a luz gerada tem propriedades superiores:

- O espectro contínuo emitido é de alta intensidade.
- A divergência natural da radiação é muito pequena e os colimadores reduzem ainda mais esses valores.
- Polarização linear ou circular distinta, que pode ser selecionada dependendo da aplicação.



V escola de verão

Fontes de radiação síncrotron

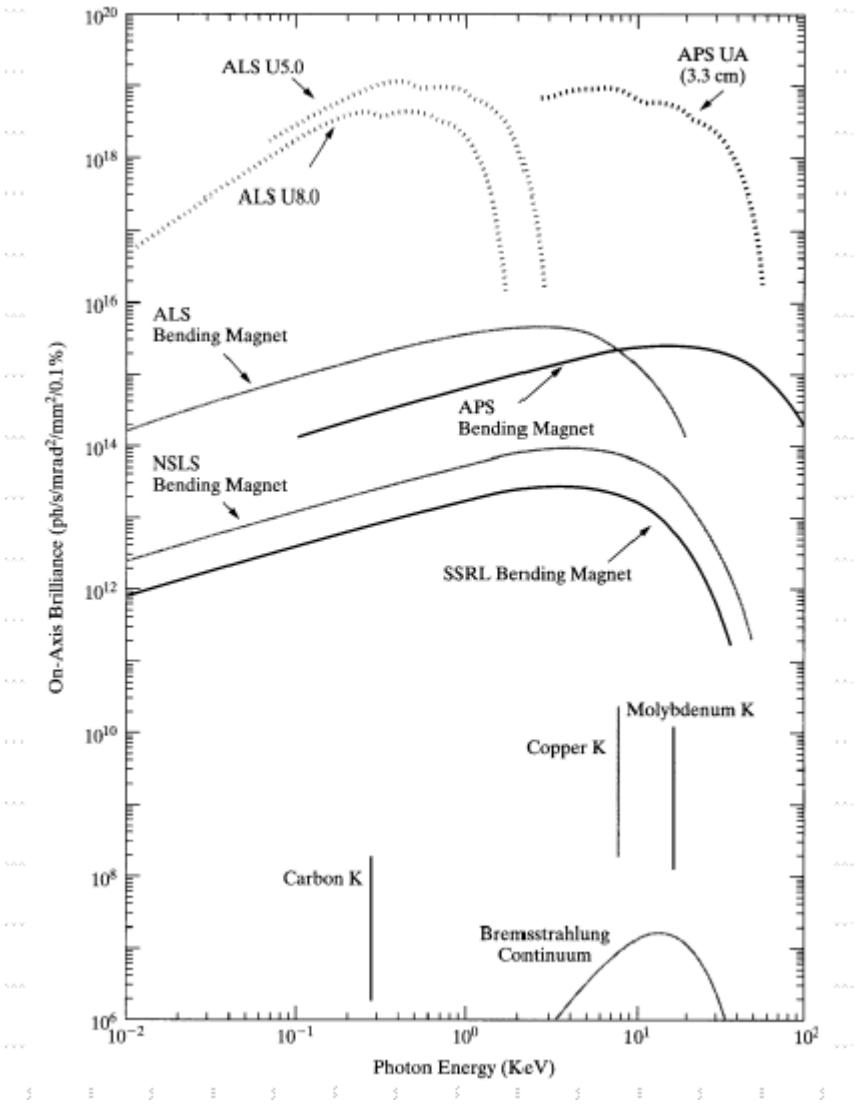
Sirius

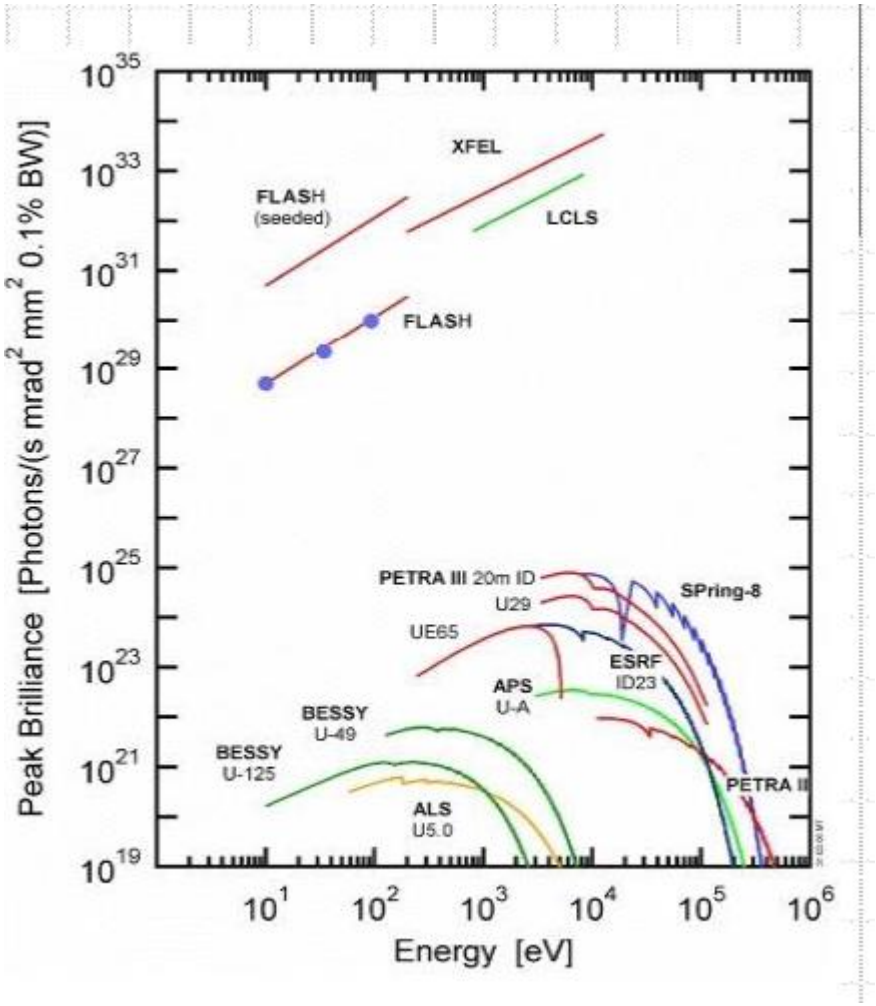


Fontes de radiação síncrotron

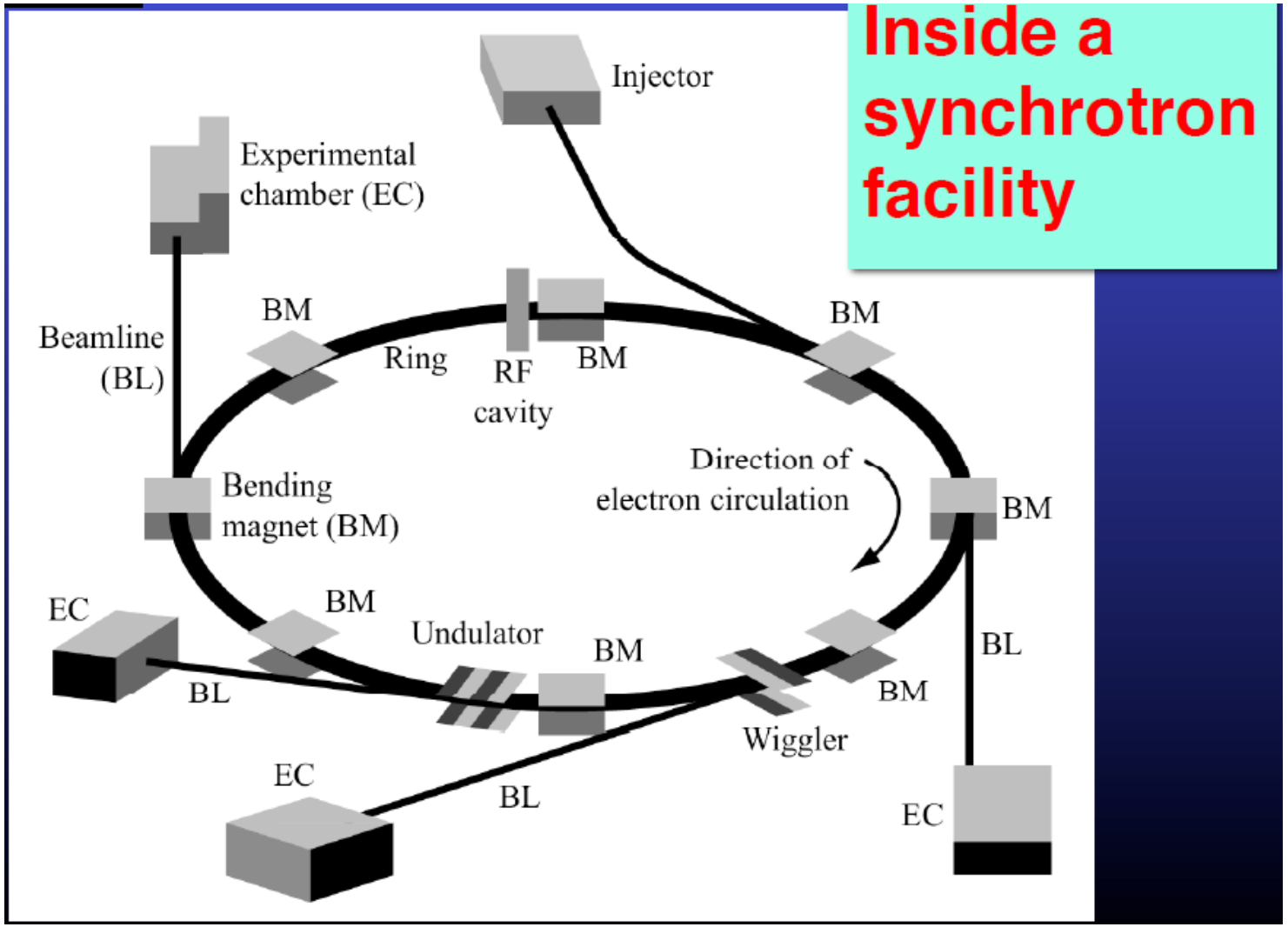


Fontes de radiação síncrotron

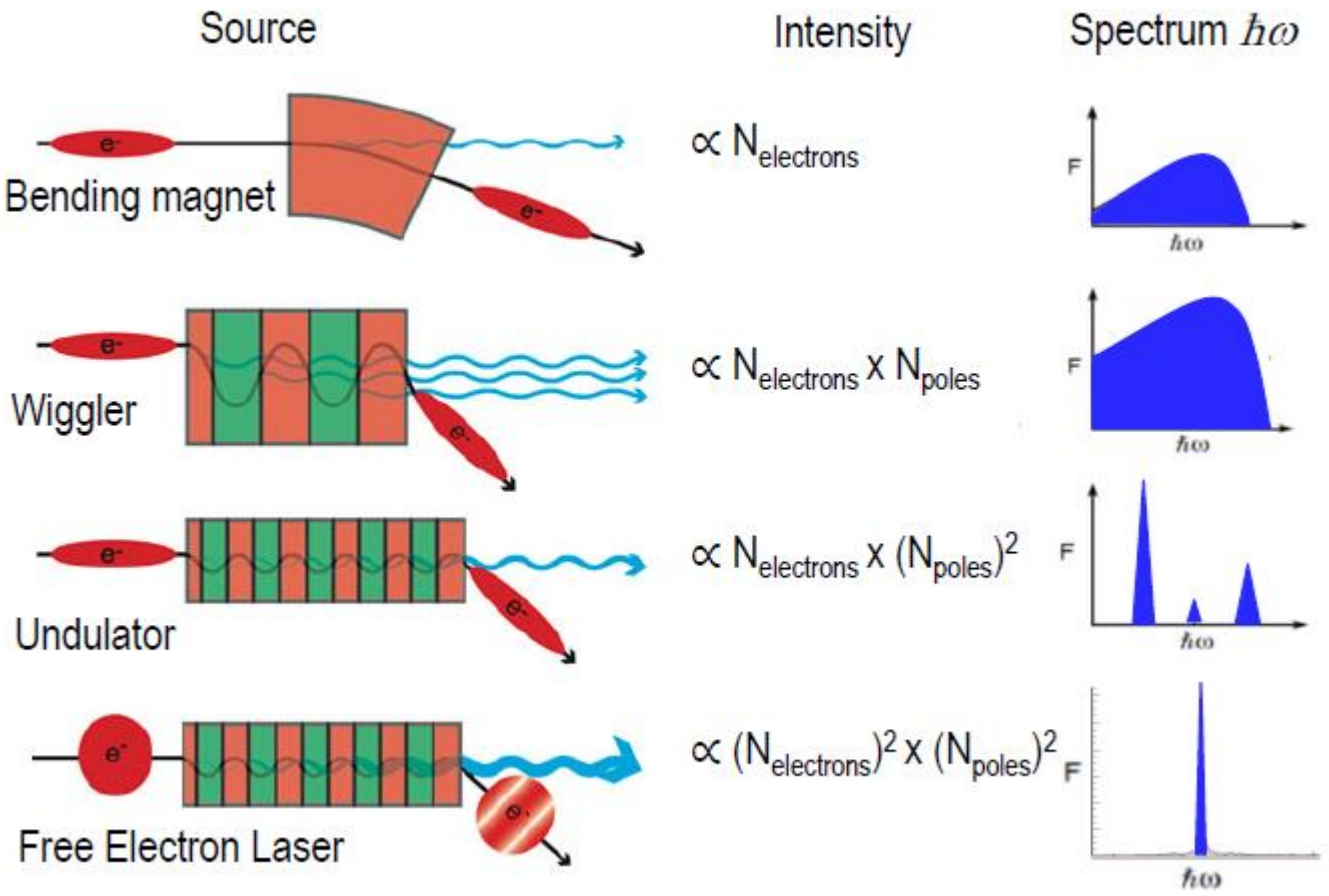




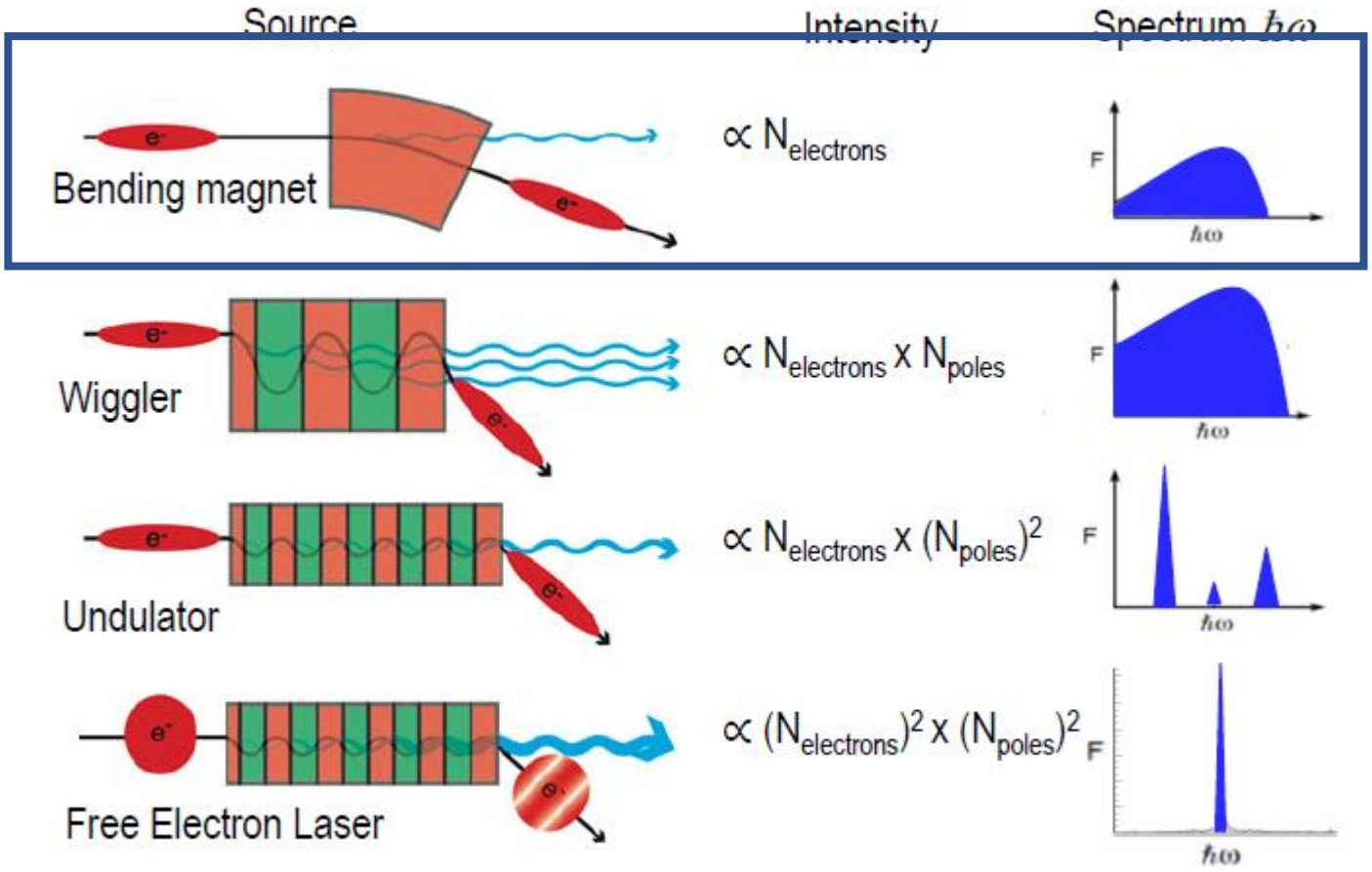
Fontes de radiação síncrotron



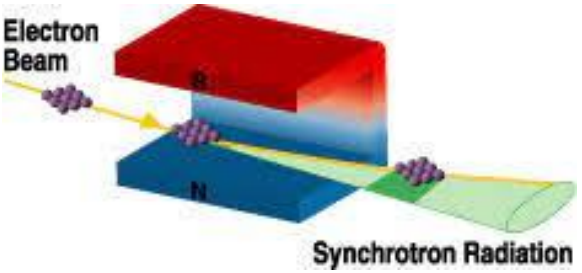
Fontes de radiação síncrotron



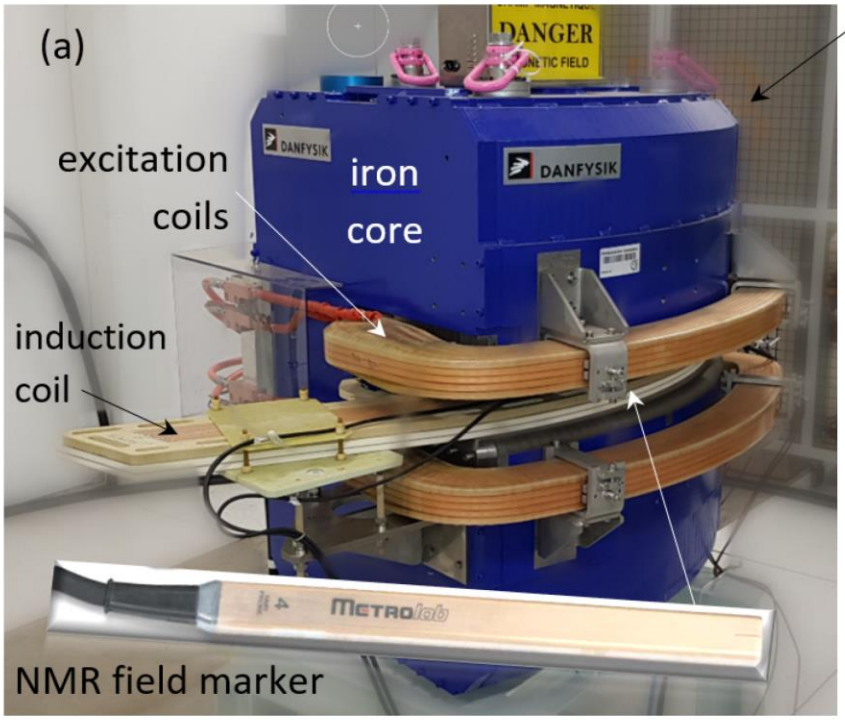
Fontes de radiação síncrotron

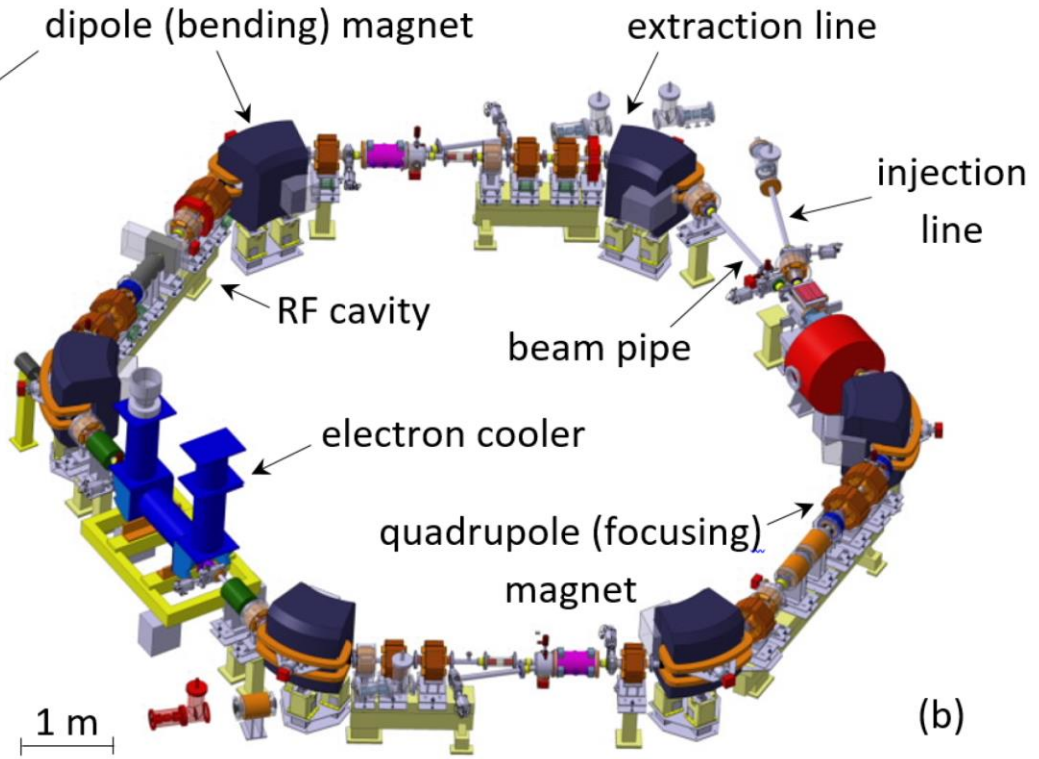


Fontes de radiação síncrotron

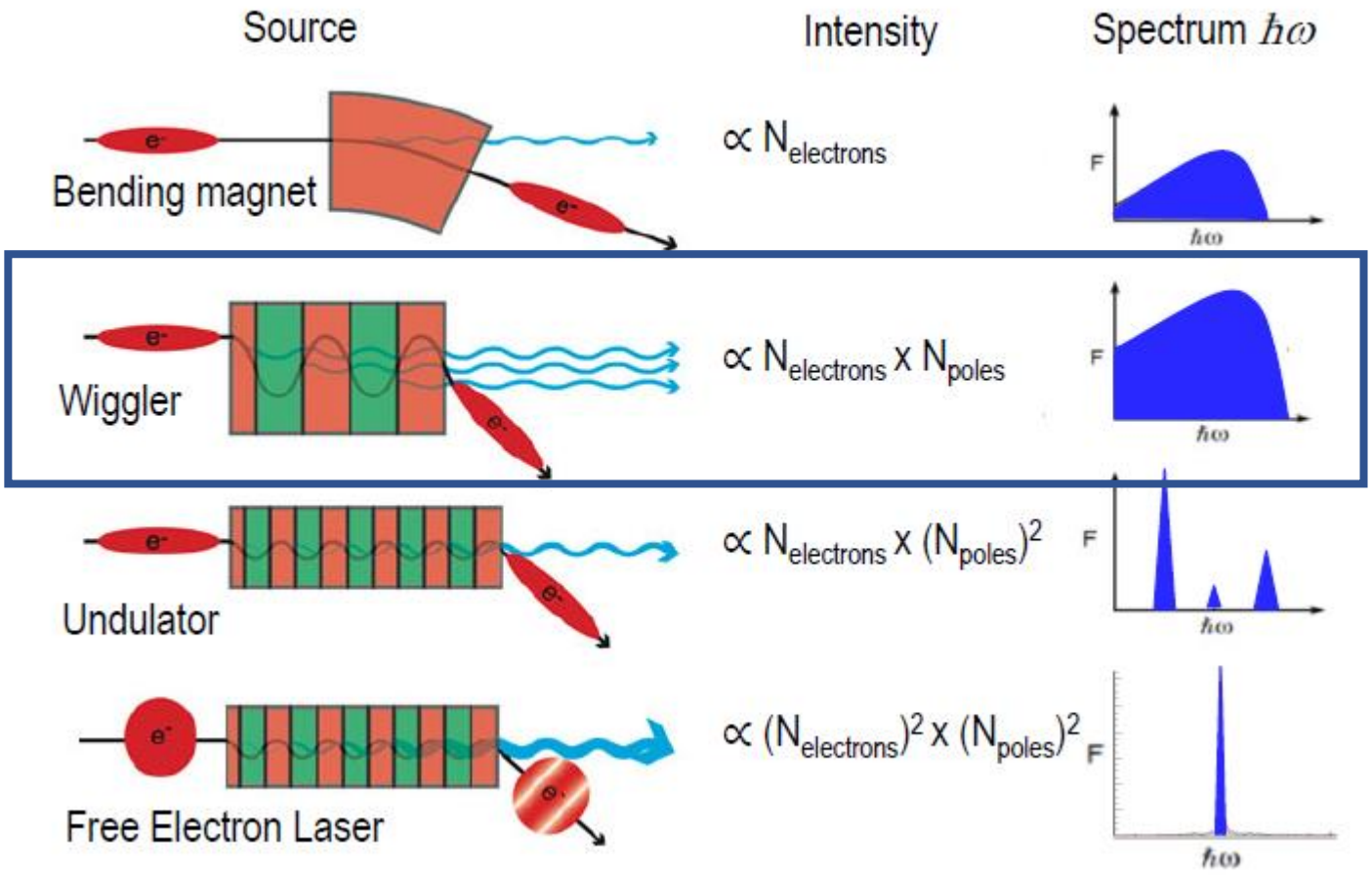


Bending Magnet



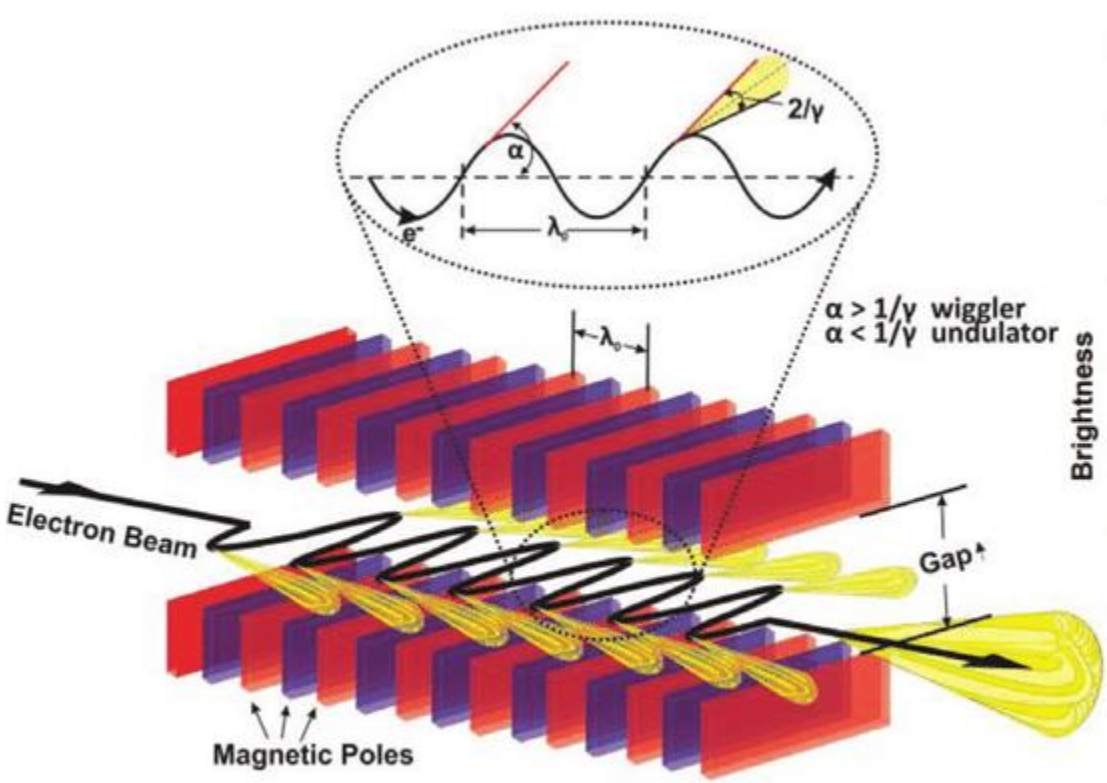


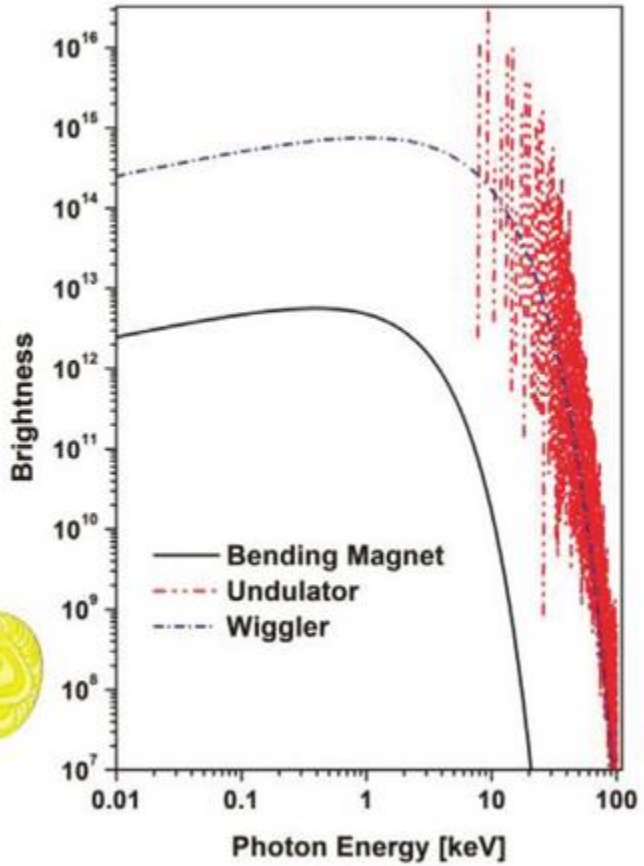
Fontes de radiação síncrotron



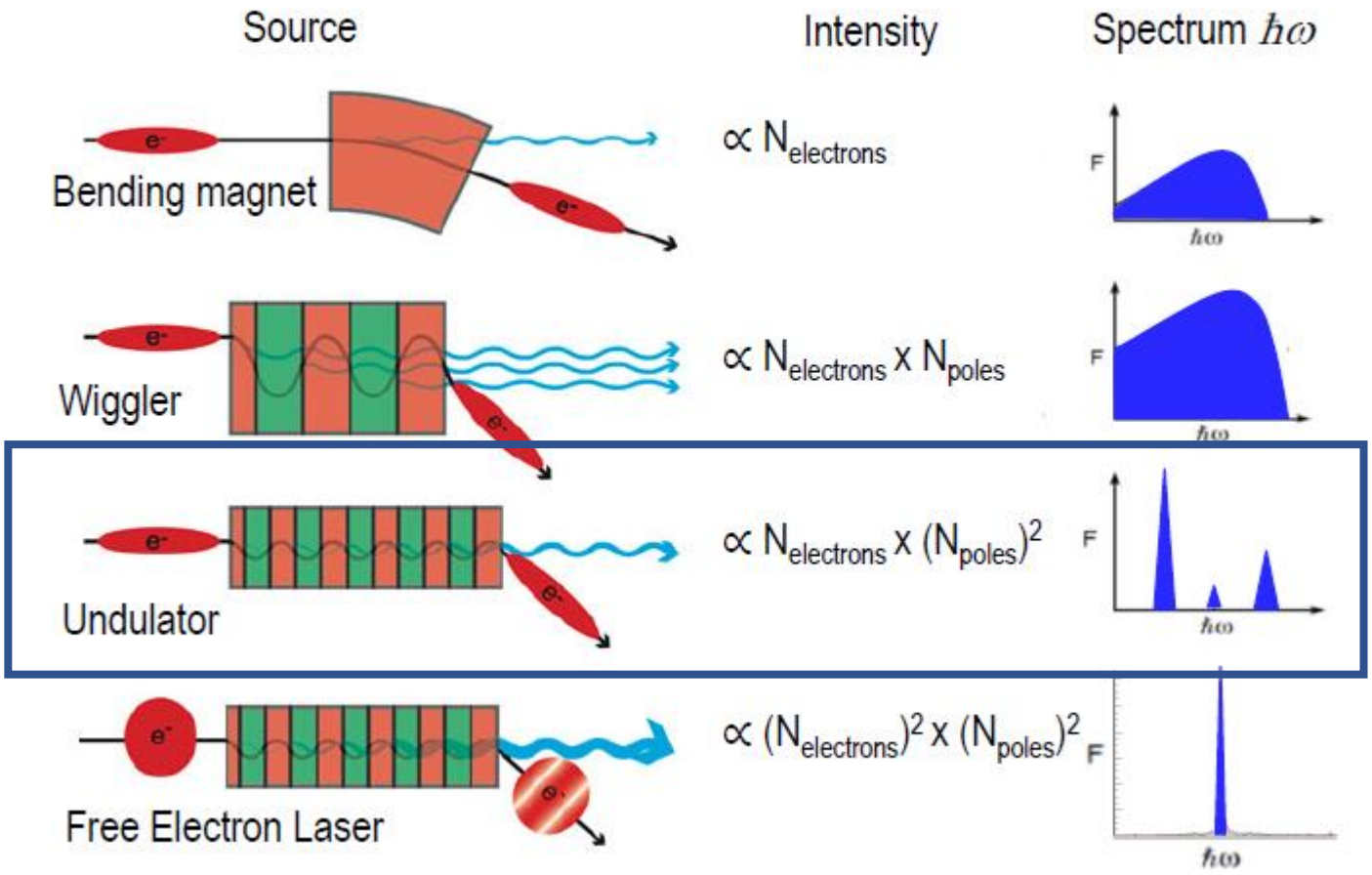
Fontes de radiação síncrotron

Wiggler

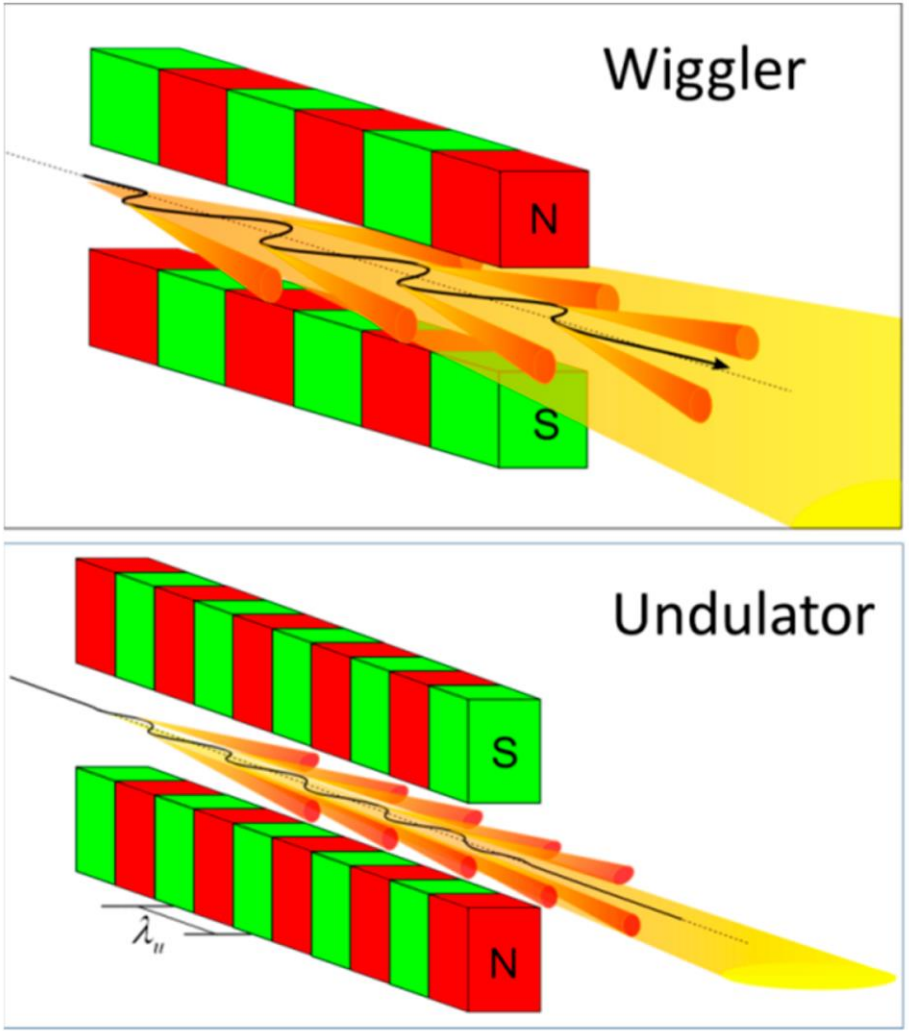




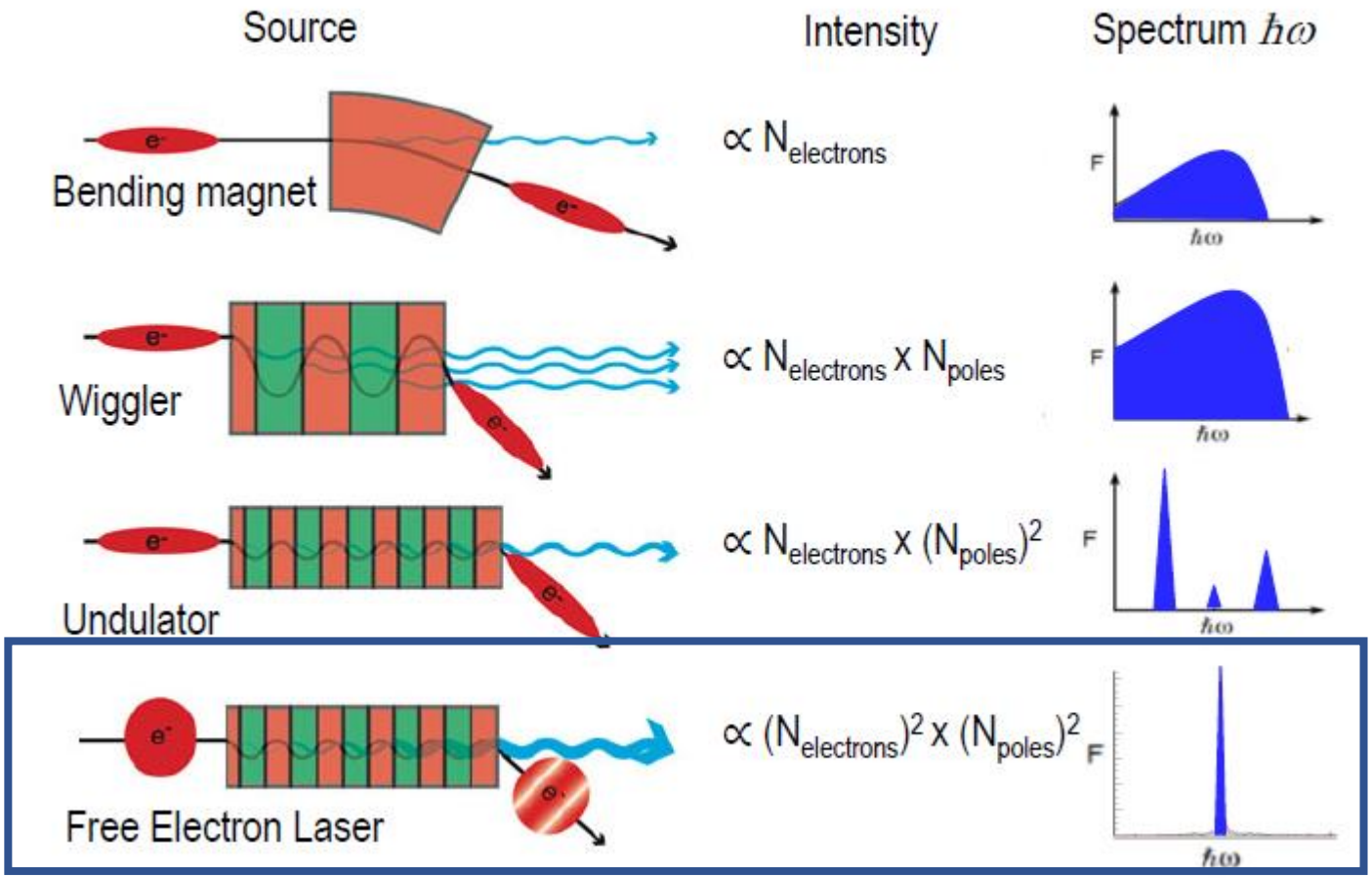
Fontes de radiação síncrotron



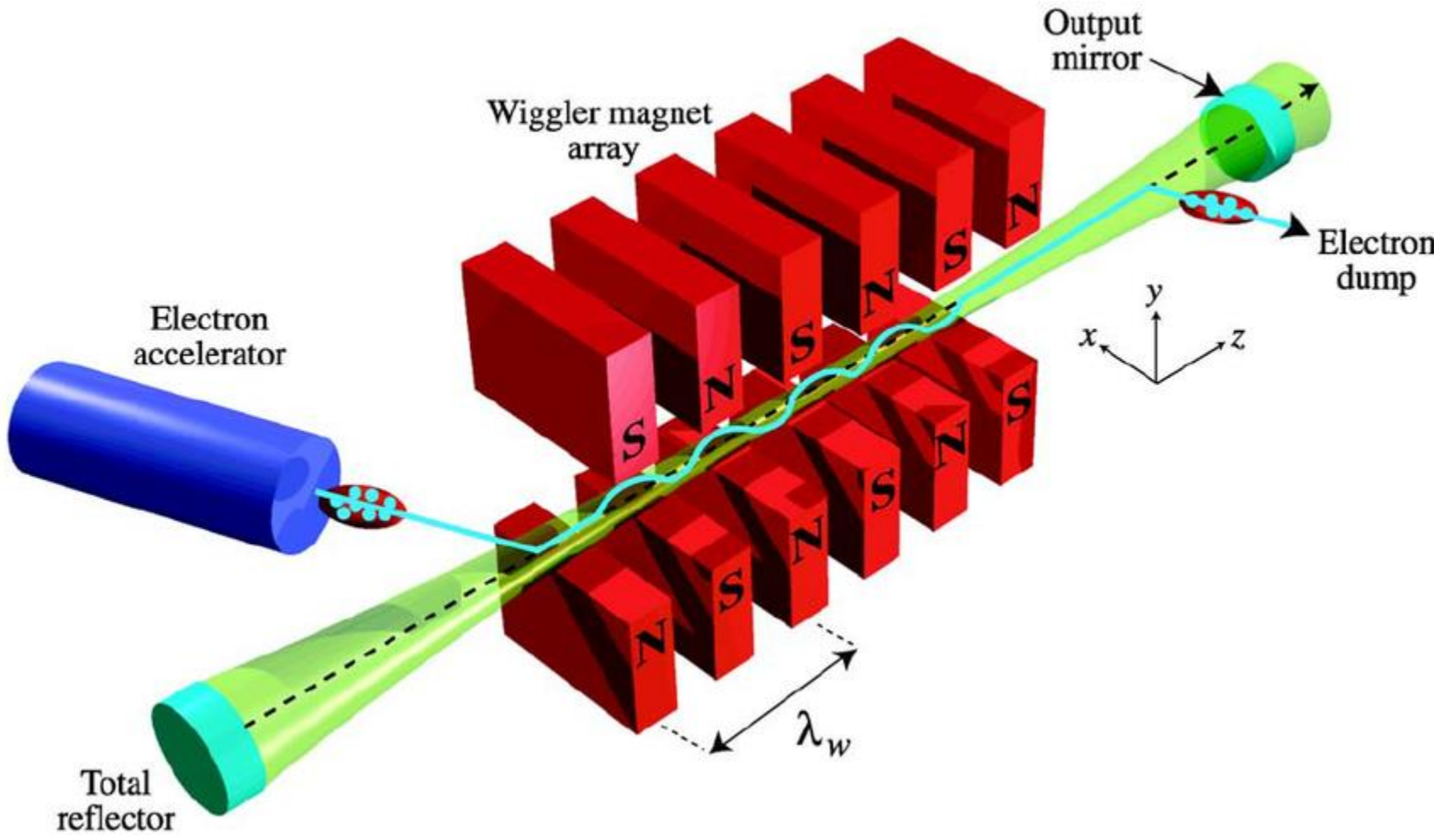
Fontes de radiação síncrotron



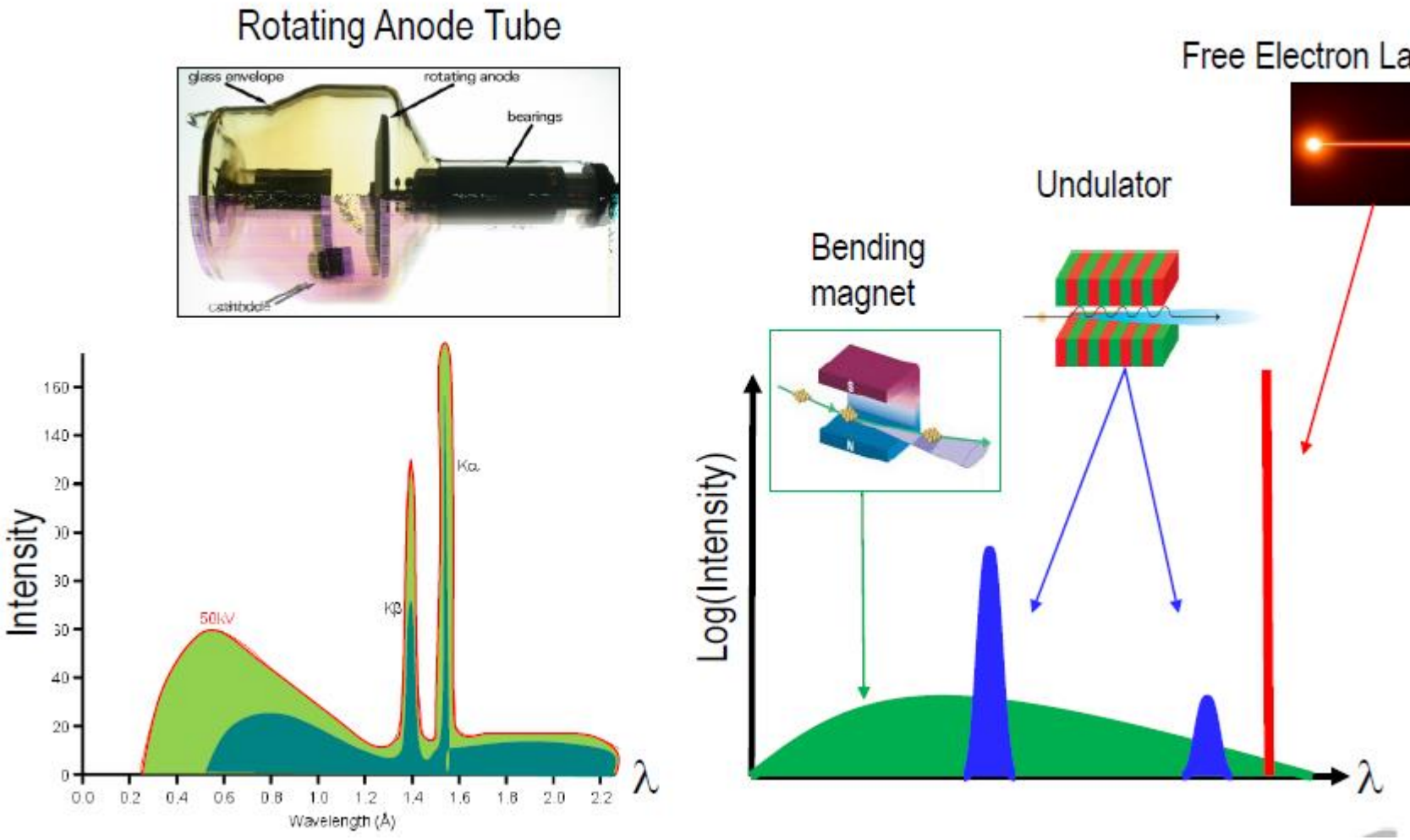
Fontes de radiação síncrotron



Fontes de radiação síncrotron



Fontes de radiação síncrotron

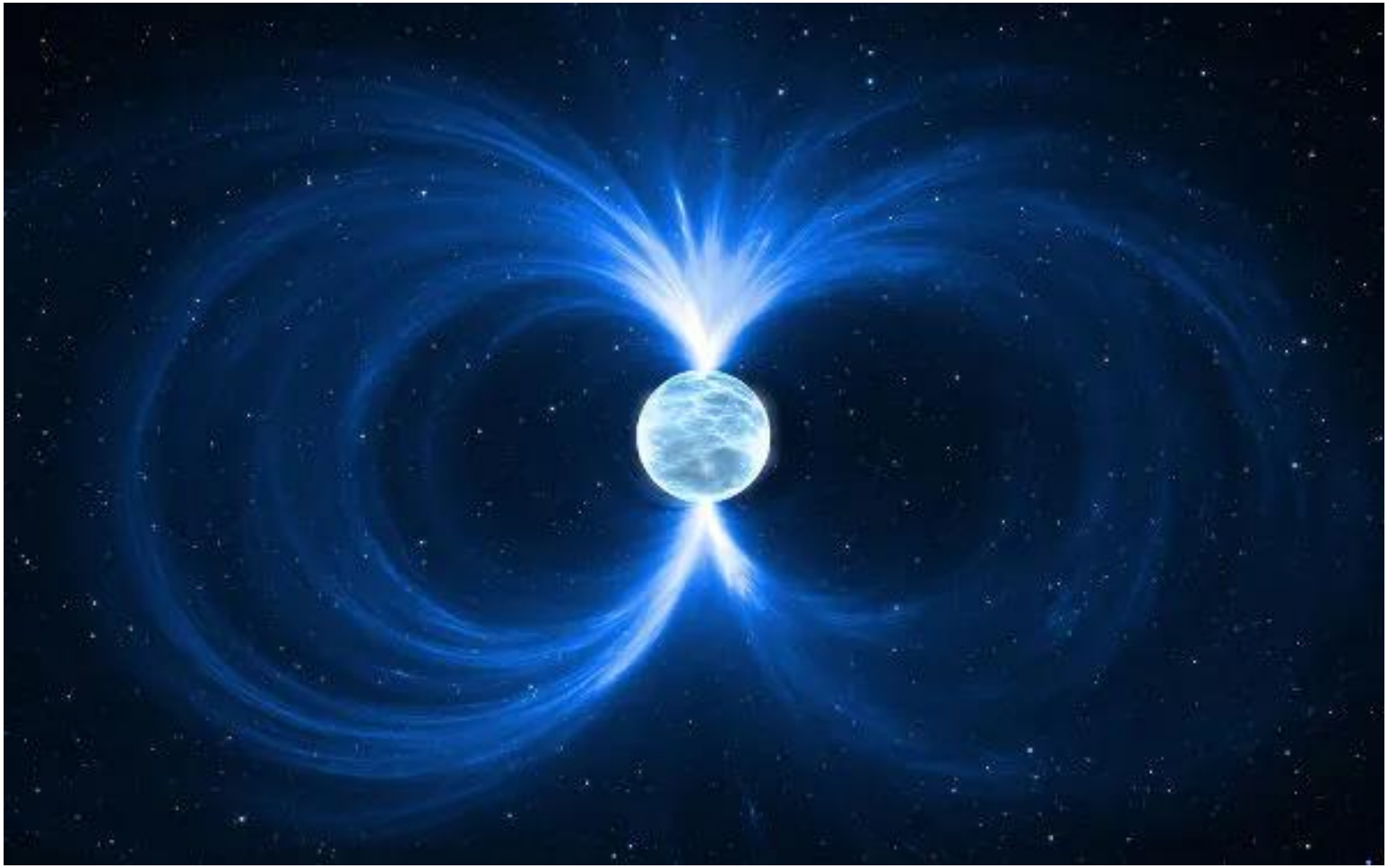


Fontes de radiação síncrotron

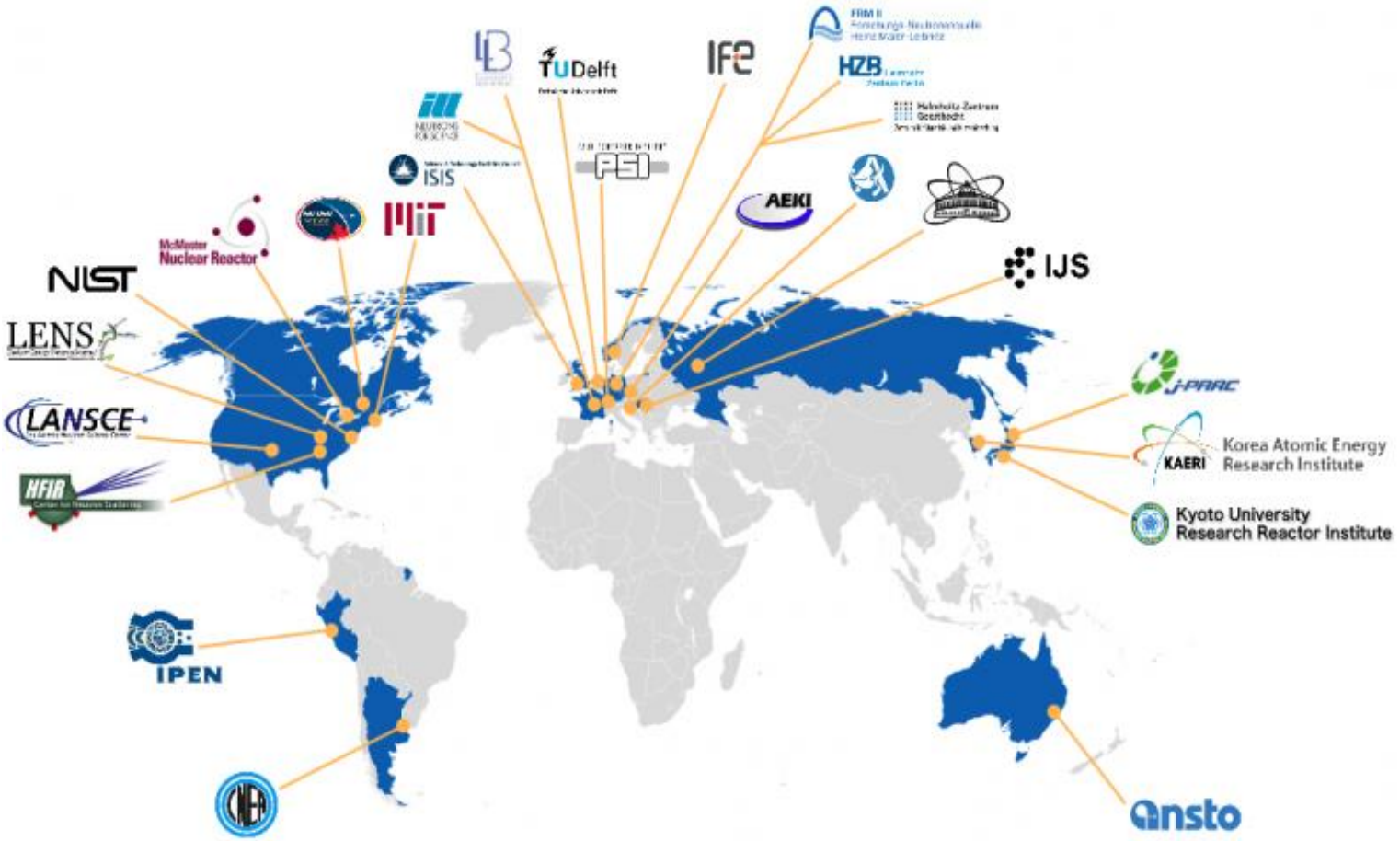
- Photons per second
- Ability to tune photon energy

	Photon Flux	Tunability	Brightness
X-ray tube	Low	No	Low (~10^7)
Light Source	High	Yes	High average (~10^{22})
FEL	Medium	Yes	High peak (~10^{33})

Propriedades e produção do neutrons



Fontes de neutron

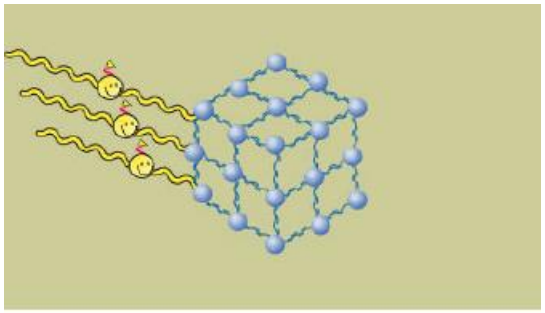


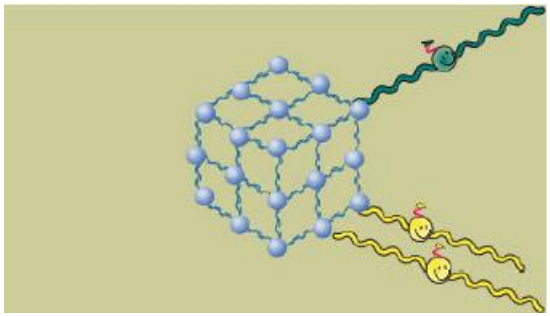
Neutron advantages:

– Wavelength comparable with interatomic spacings
– Kinetic energy comparable with that of atoms in a solid
– Penetrating => bulk properties are measured & sample can be contained
– Weak interaction with matter aids interpretation of scattering data
– Isotopic sensitivity allows contrast variation
– Neutron magnetic moment couples to B => neutron "sees" unpaired electron spins

$\lambda_{neutron} \leq$ atomic spacing

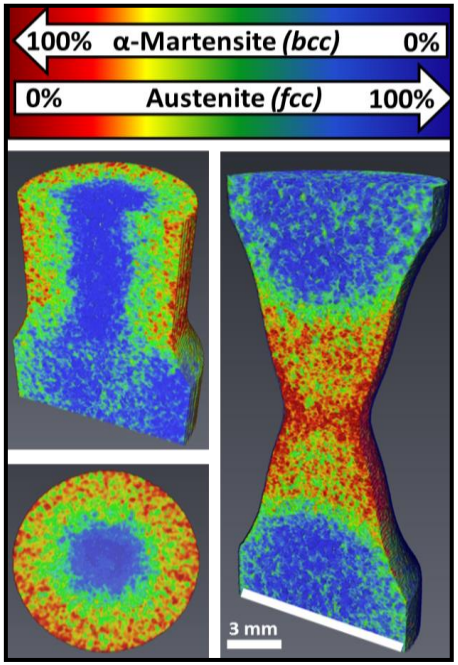
neutron WAVE : direction, length and amplitude





Neutron advantages:

– Wavelength comparable with interatomic spacings
– Kinetic energy comparable with that of atoms in a solid
– Penetrating => bulk properties are measured & sample can be contained
– Weak interaction with matter aids interpretation of scattering data
– Isotopic sensitivity allows contrast variation
– Neutron magnetic moment couples to B => neutron “sees” unpaired electron spins

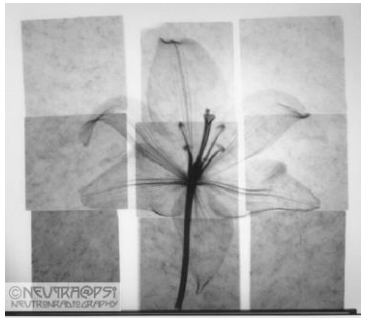


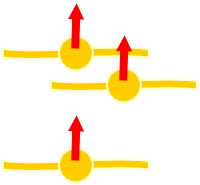
R. Woracek et al., **Advanced Materials 26** (2014)

LORXI
Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

Neutron advantages:

– Wavelength comparable with interatomic spacings
– Kinetic energy comparable with that of atoms in a solid
– Penetrating => bulk properties are measured & sample can be contained
– Weak interaction with matter aids interpretation of scattering data
– Isotopic sensitivity allows contrast variation
– Neutron magnetic moment couples to B => neutron “sees” unpaired electron spins

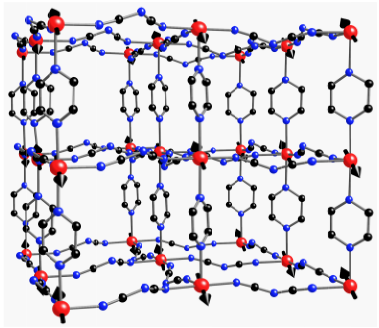




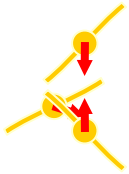
NO charge

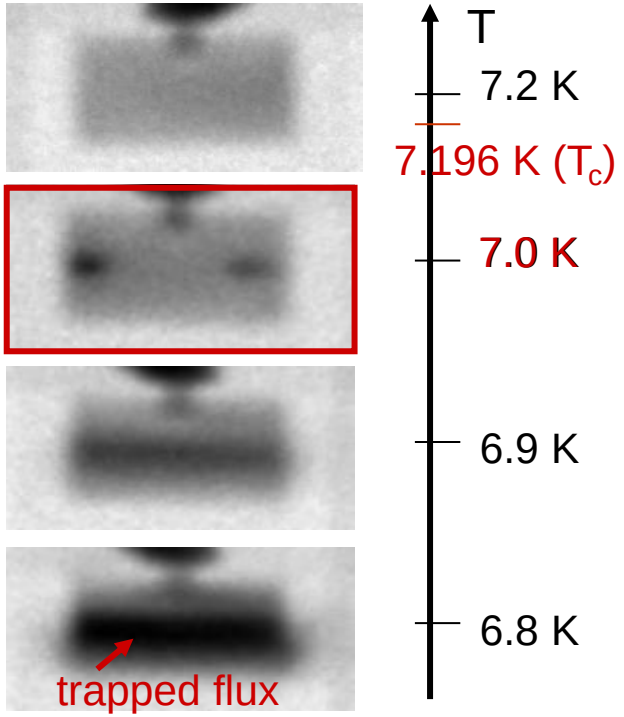
Neutron advantages:

– Wavelength comparable with interatomic spacings
– Kinetic energy comparable with that of atoms in a solid
– Penetrating => bulk properties are measured & sample can be contained
– Weak interaction with matter aids interpretation of scattering data
– Isotopic sensitivity allows contrast variation
– Neutron magnetic moment couples to B => neutron “sees” unpaired electron spins



SPIN





N. Kardjilov et al, Three-dimensional imaging of magnetic fields with polarized neutrons, Nature Physics 4, 399, 2008

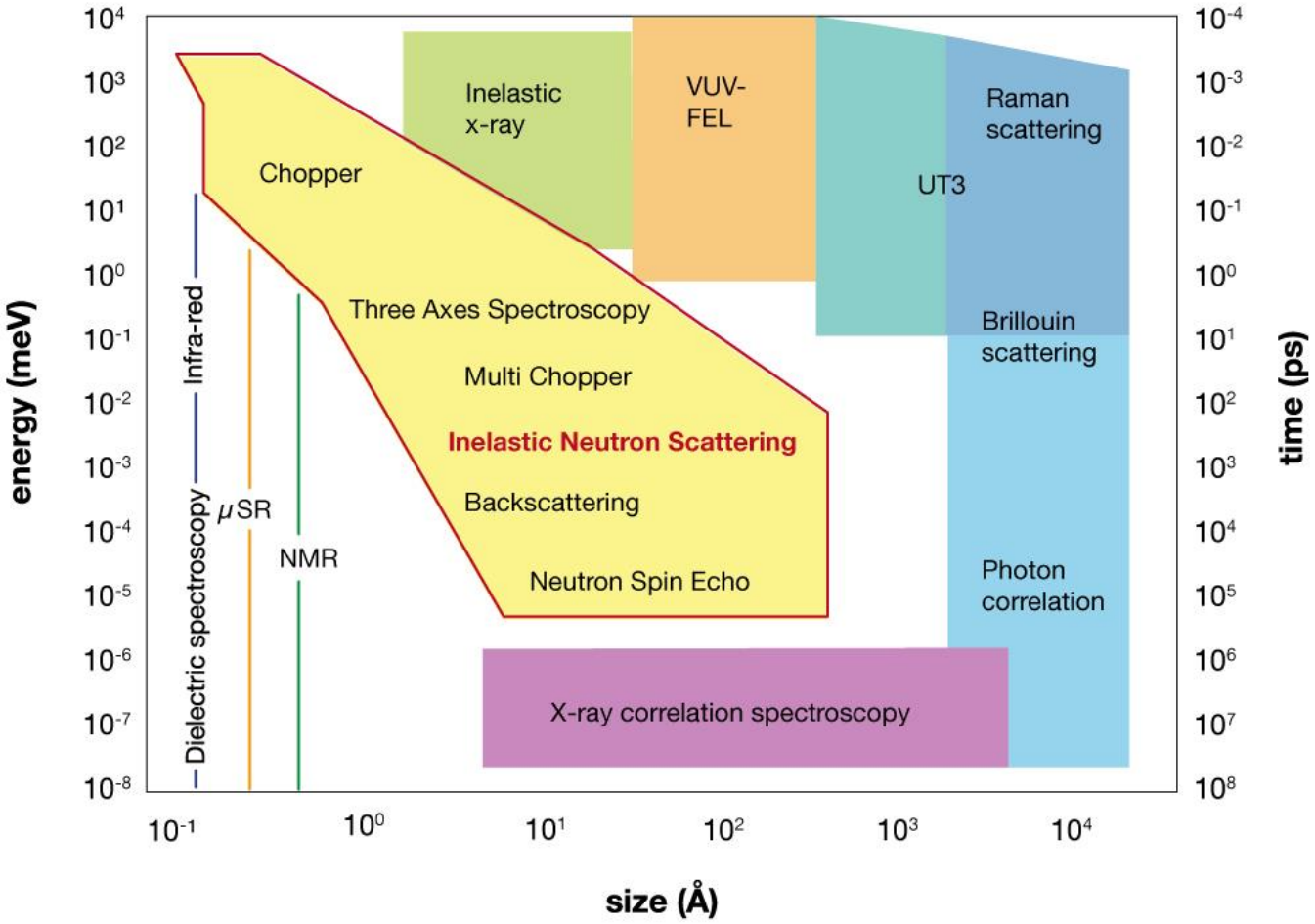


Neutron Disadvantages

– Neutron sources are weak => low signals, need for large samples etc

– Some elements (e.g. Cd, B, Gd) absorb strongly

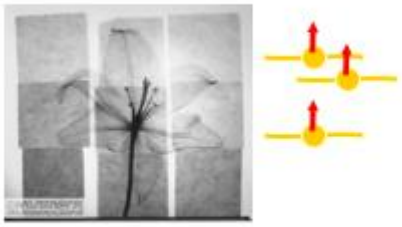
– Kinematic restrictions (can't access all energy & momentum transfers)



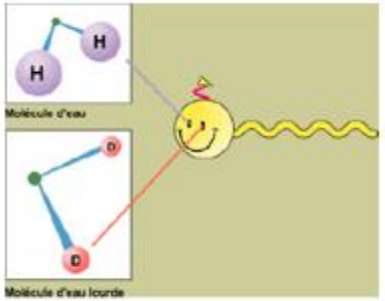
Length and time domains available with neutron scattering techniques compared to other investigation methods.

https://mlz-garching.de/englisch/research/experimental-methods/inelastic-scattering.html

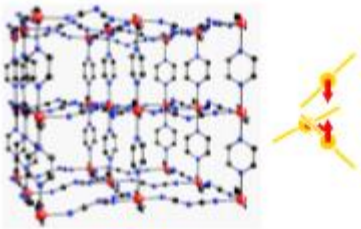
Neutrons



NO charge



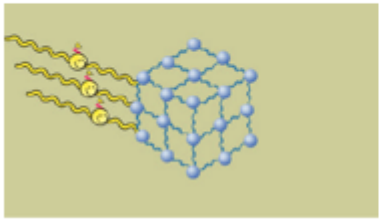
SEE the nuclei

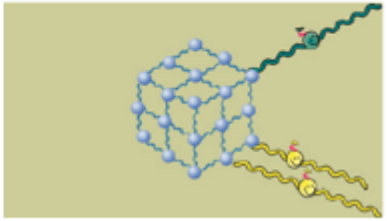


SPIN

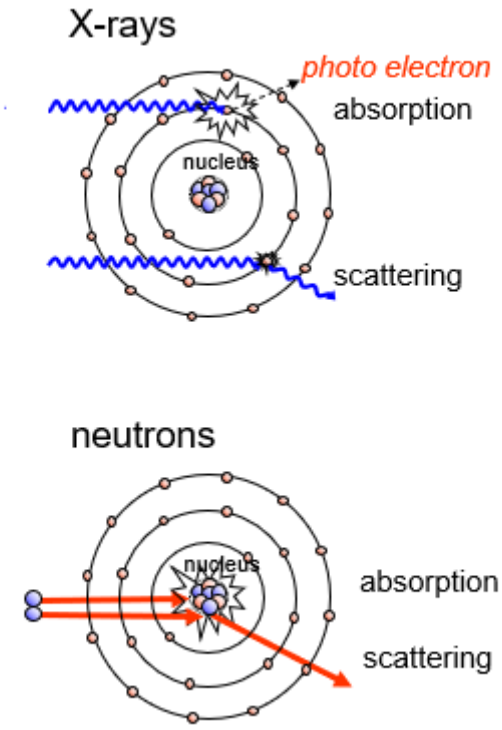
$\lambda_{neutron} \leq$ atomic spacing

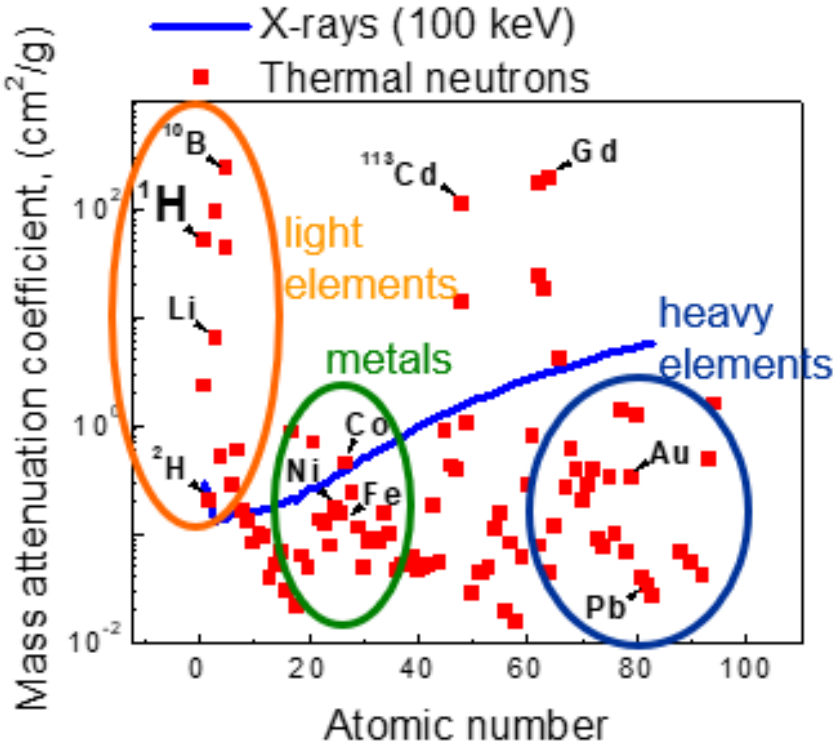
neutron WAVE :
direction, length and amplitude



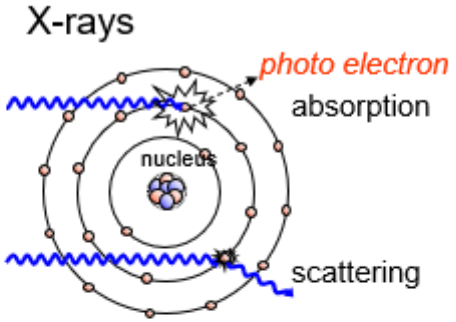


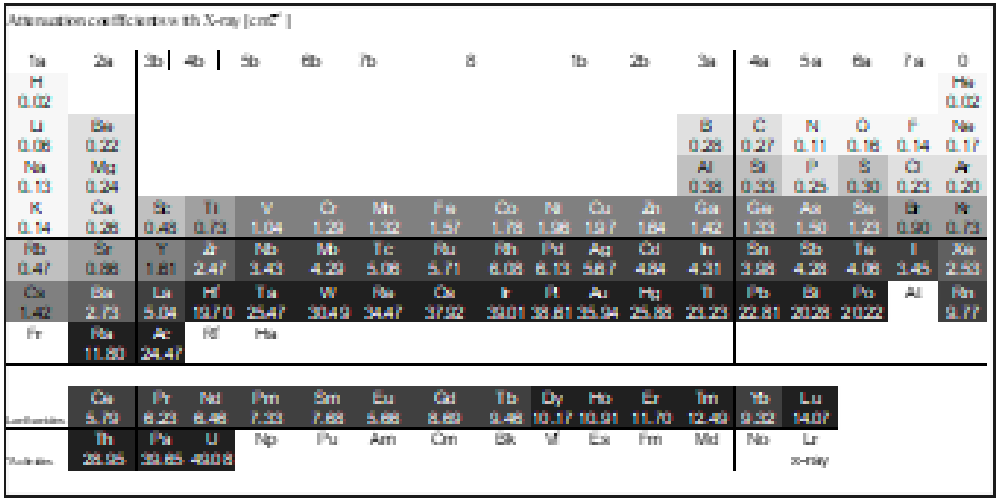
Neutrons

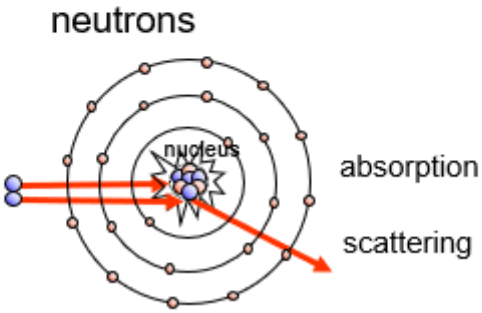

X-rays
photo electron
absorption
nucleus
scattering
neutrons
nucleus
absorption
scattering

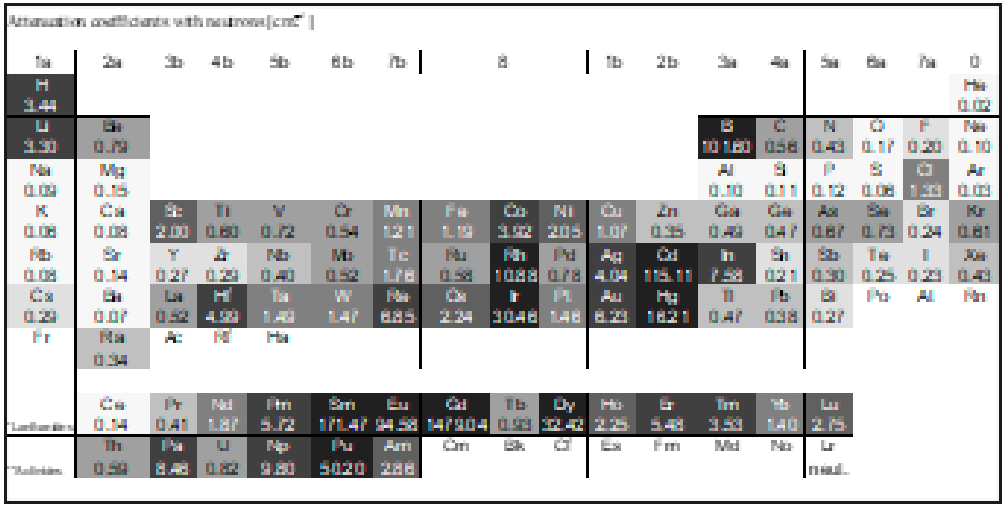

X-rays (100 keV)
Thermal neutrons
Mass attenuation coefficient, (cm²/g)
Atomic number
light elements
metals
heavy elements
¹⁰B
¹H
Li
²H
¹¹³Cd
Gd
Co
Ni
Fe
Au
Pb
10²
10⁰
10⁻²
0
20
40
60
80
100

Neutrons


X-rays
photo electron
absorption
nucleus
scattering


Attenuation coefficients with X-ray [cm⁻¹]
x-ray


neutrons
nucleus
absorption
scattering


Attenuation coefficients with neutrons [cm⁻¹]

Neutrons

Magnetismo visto por espalhamento de raios X e de neutrons

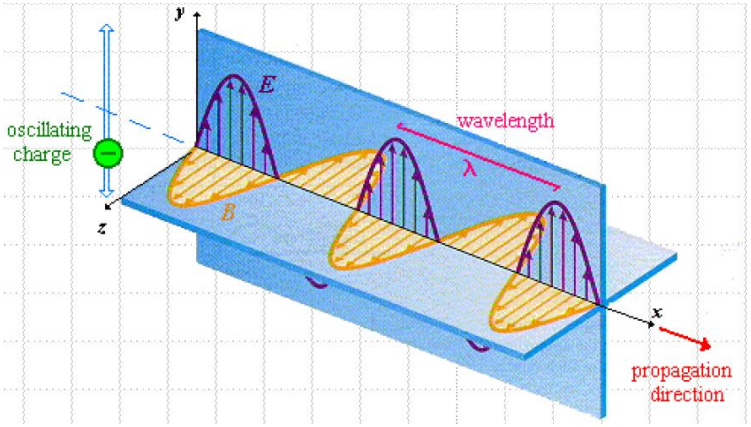
Os nêutrons podem ser descritos como sondas magnéticas adequadas para: determinação da estrutura magnética e observação da dinâmica ou flutuações dos momentos magnéticos ...

Neutrons

Magnetismo visto por espalhamento de raios X e de neutrons

Os nêutrons podem ser descritos como sondas magnéticas adequadas para: determinação da estrutura magnética e observação da dinâmica ou flutuações dos momentos magnéticos ...

... enquanto os raios X são sondas mais eletrônicos: adequados para estudos sobre a origem dos momentos magnéticos (sensibilidade a invólucros eletrônicos e elementos químicos)



Neutrons

Hidrogênio – uma bênção e uma maldição

Os nêutrons veem bem o hidrogênio – talvez muito bem.

O espalhamento incoerente de nêutrons é um espalhamento “aleatório” isotrópico de nêutrons. Esta é a base de algumas técnicas (espalhamento de nêutrons quase elástico), mas é um assassino para a difração de nêutrons, pelo menos em pó.

Deuterar para evitar problemas. Isso pode ser difícil e pode mudar o que você deseja examinar. Por exemplo, a hidratação do cimento em H2O é diferente daquela em D2O

Neutrons

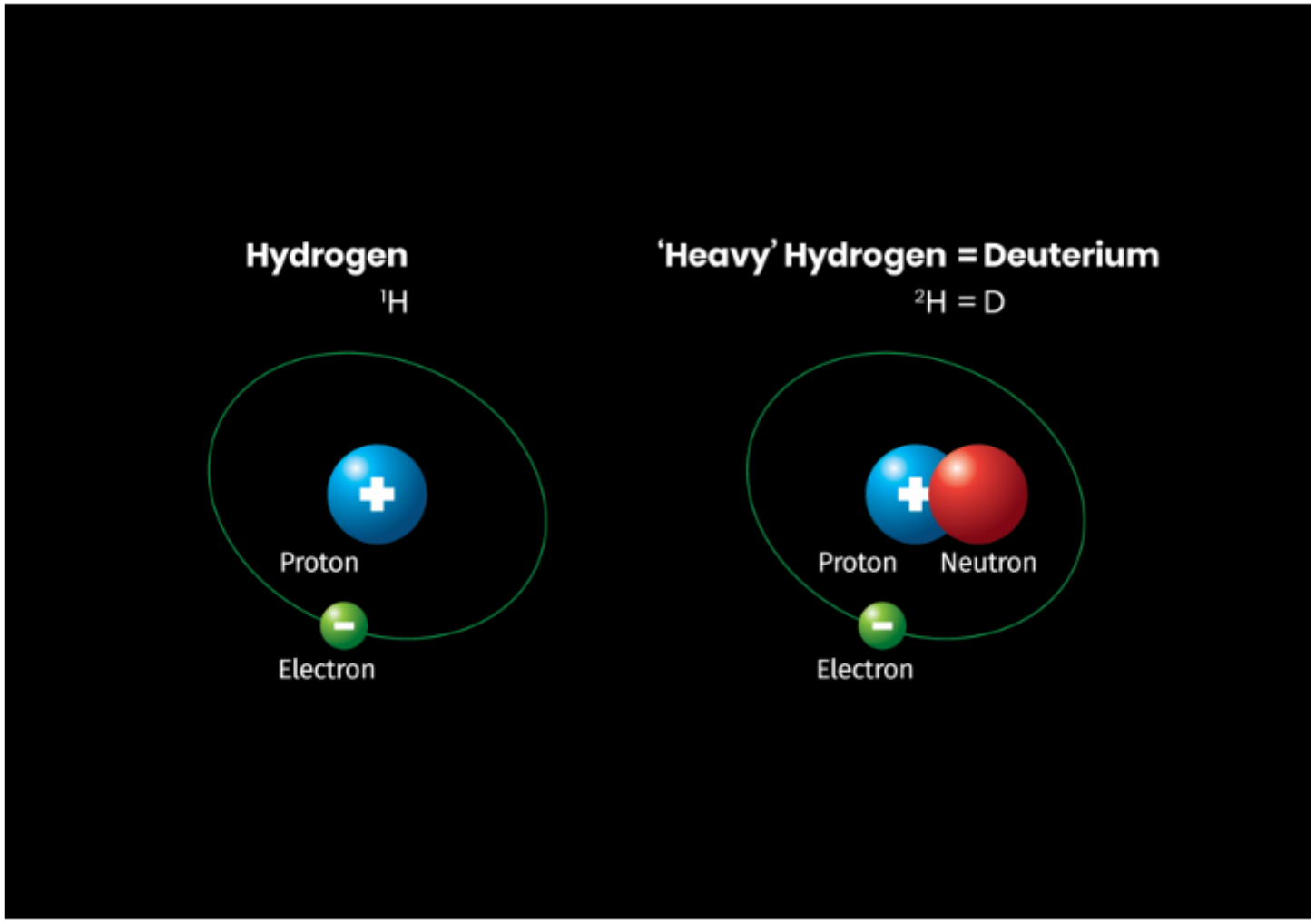


Impact | How it works | Capabilities | Applications | More information

Impact

The National Deuteration Facility is the only facility of its type in the Southern Hemisphere. It is partially funded by the National Research Infrastructure for Australia initiative. This unique facility offers molecular deuteration using both *in vivo* biodeuteration and chemical deuteration techniques.

Neutrons



Deuterated molecules can be used to improve the delivery of drugs and vaccines, enhance the metabolic properties of some biomolecules and the structural integrity of some materials.

Neutrons

Chemical Deuteration

A deuteração química envolve a deuteração de moléculas inteiras ou blocos de construção para a síntese de uma molécula desejada, expondo-os a água pesada (óxido de deutério) em altas temperaturas e pressões na presença de um catalisador. Se necessário, os compostos podem ser sintetizados a partir dos blocos de construção deuterados usando técnicas de química orgânica.

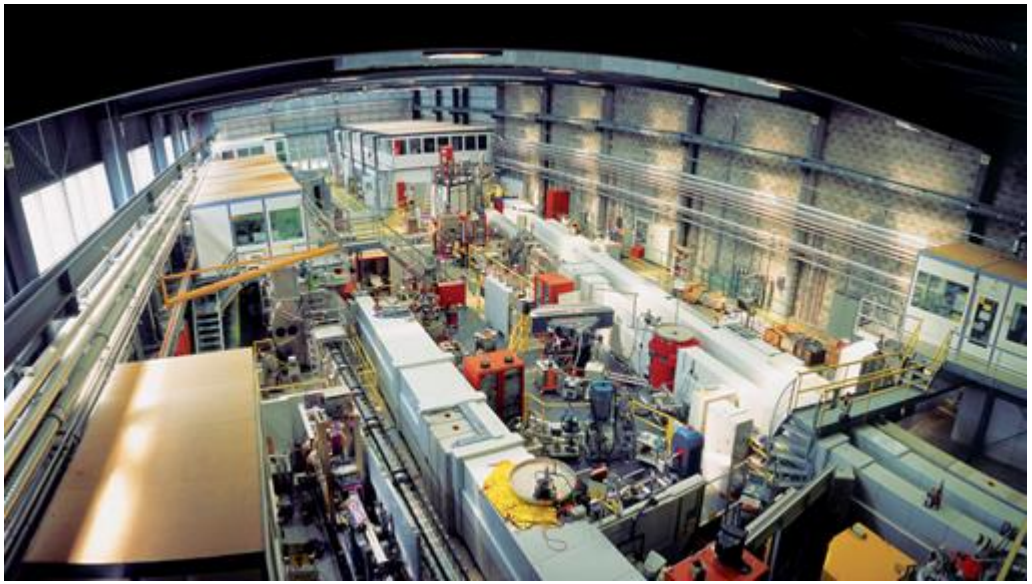
Bioeuteration

A biodeuteração envolve o crescimento de microrganismos em meio de cultura de água pesada (óxido de deutério) suplementado com substrato de carbono deuterado ou hidrogenado, dependendo do nível de deuteração necessário. A biomassa é colhida e a molécula deuterada (por exemplo, proteína) é purificada e caracterizada.

Reatores e Fonte de Espalação Pulsada

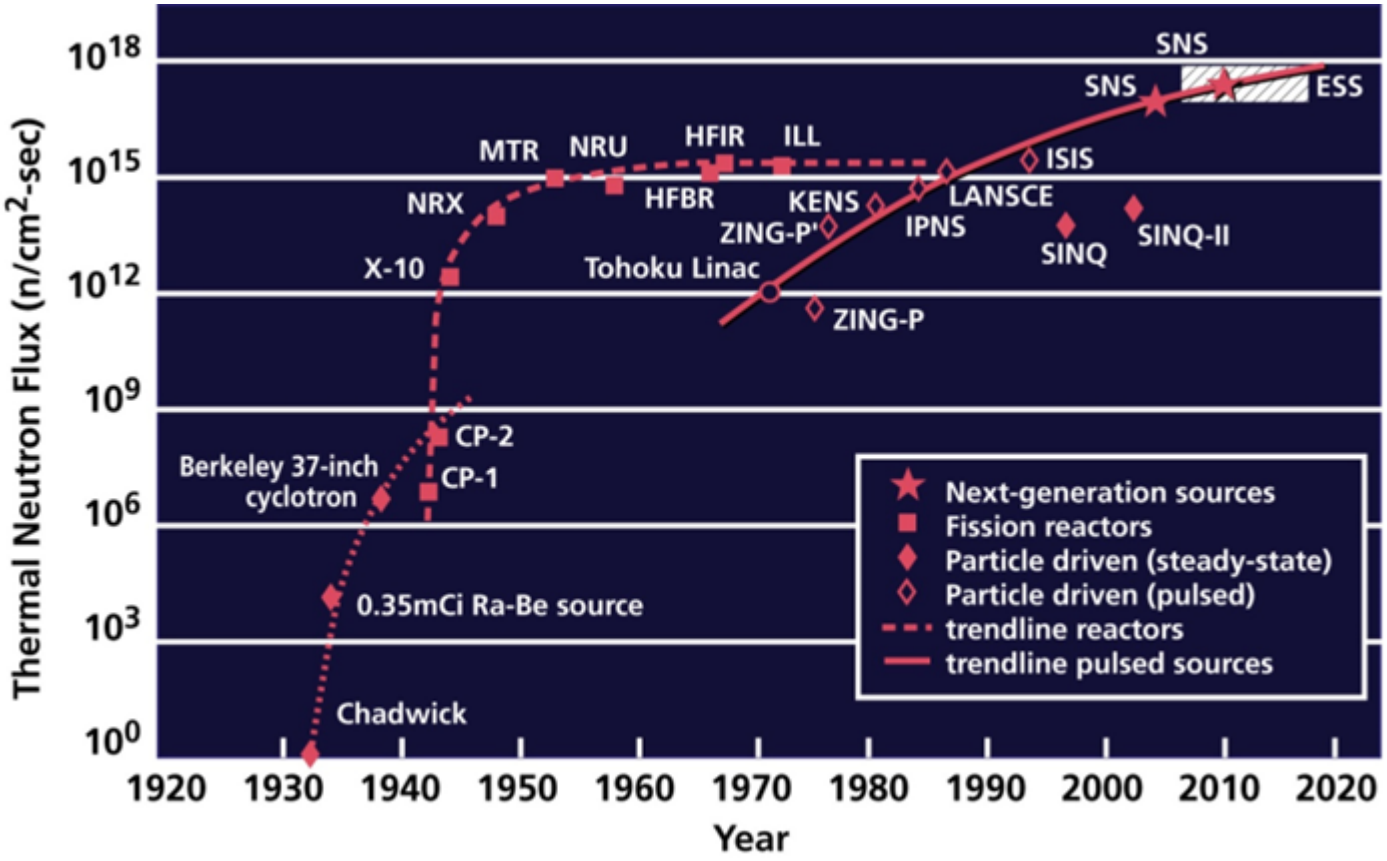


HZB



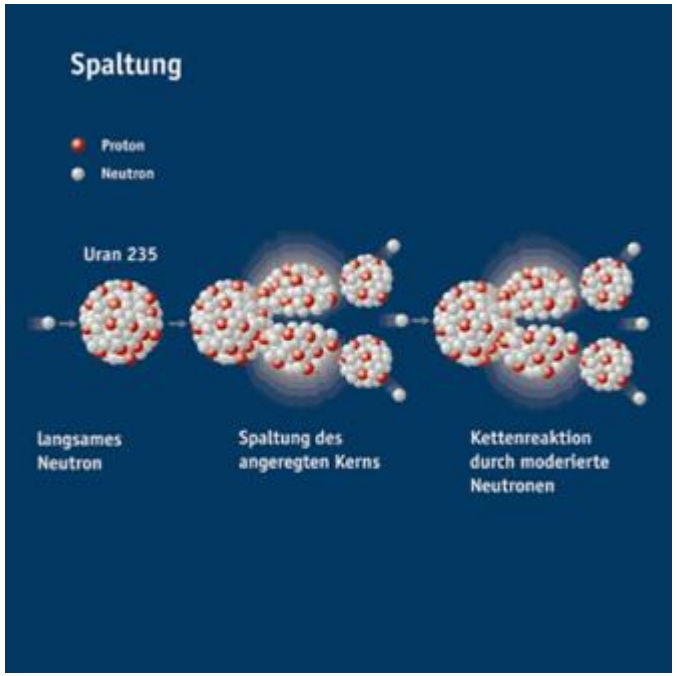
SINQ-PSI

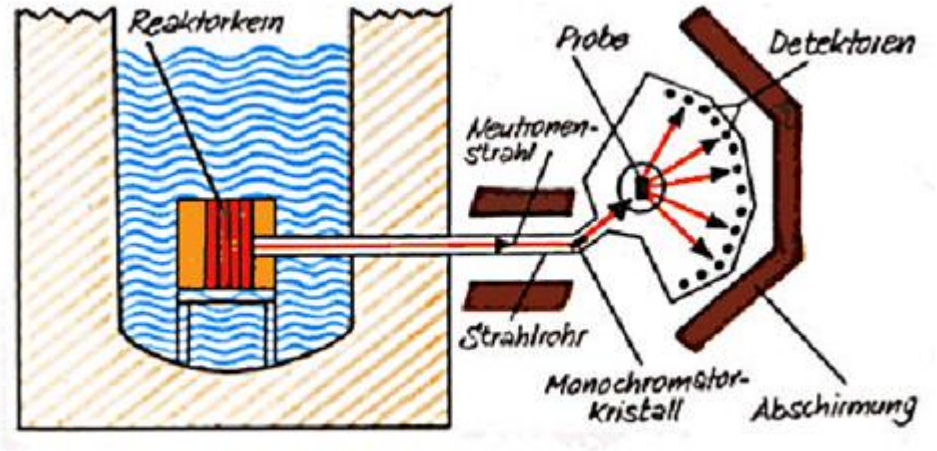
Reatores e Fonte de Espalação Pulsada



(Updated from *Neutron Scattering*, K. Skold and D. L. Price: eds., Academic Press, 1986)

Produzindo neutrons





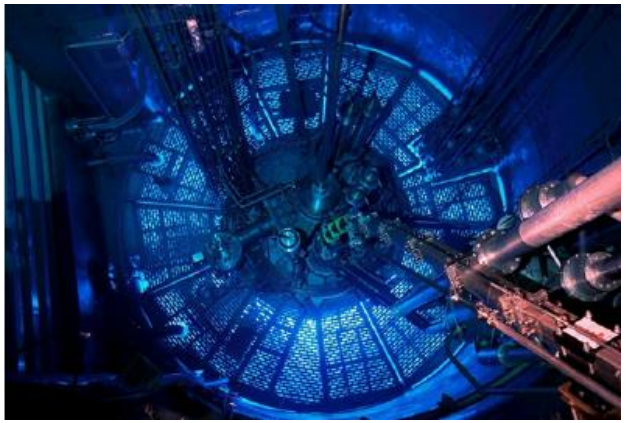
Fissão nuclear: quando um nêutron lento atinge um núcleo do isótopo de urânio-235, o núcleo tem uma certa probabilidade de se dividir em fragmentos. Este processo de fissão nuclear libera energia e dois a três nêutrons. Esses nêutrons, por sua vez, podem iniciar novos processos de fissão nos núcleos de urânio circundantes, levando a uma reação em cadeia. (Henrich/KHM-Köln)

Reatores de Neutrons

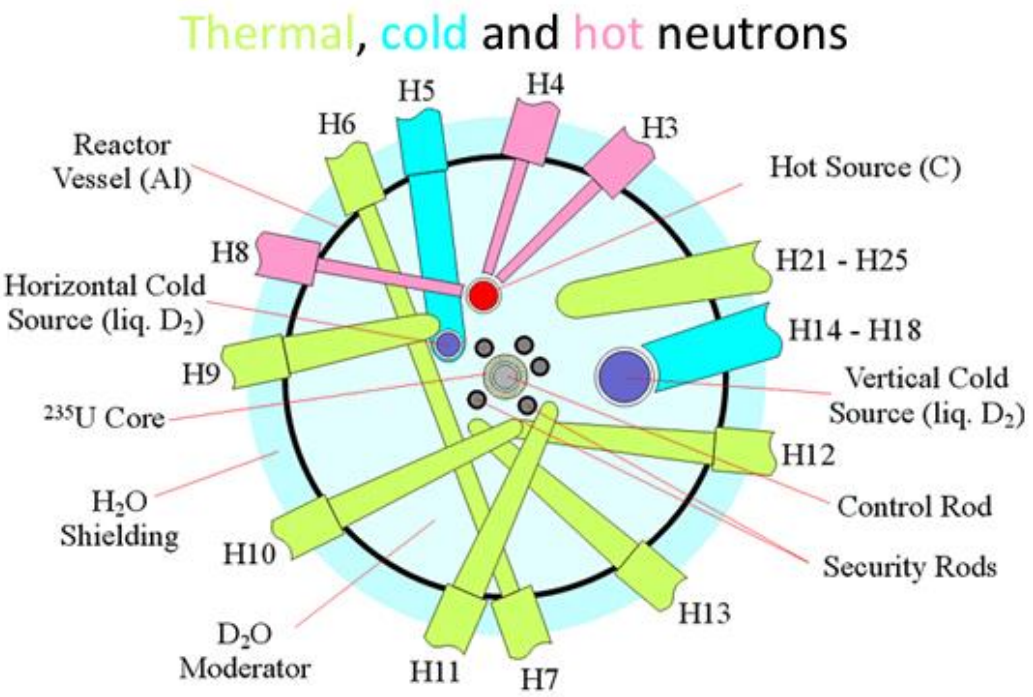
Equivalence of energy, temperature, wavelength and speed of neutrons. The limits are generally not well-defined.

Description	Energy	Temperature	Wavelength	Speed
High energetic neutrons	>20 MeV			
Fission neutrons	2 MeV			
Fast/hot neutrons	40 – 10^3 meV	2300 K	0,05 nm	5 km/s
Thermal neutrons	3 – 150 meV	300 K	0,2 nm	2,2 km/s
Cold neutrons	0,1 – 20 meV	25 K	0,2 - 25 nm	600 m/s
Ultra cold neutrons	10^{-6} – 0,01 meV	mK	10 - 1000 nm	5 m/s

Reatores de Neutrons

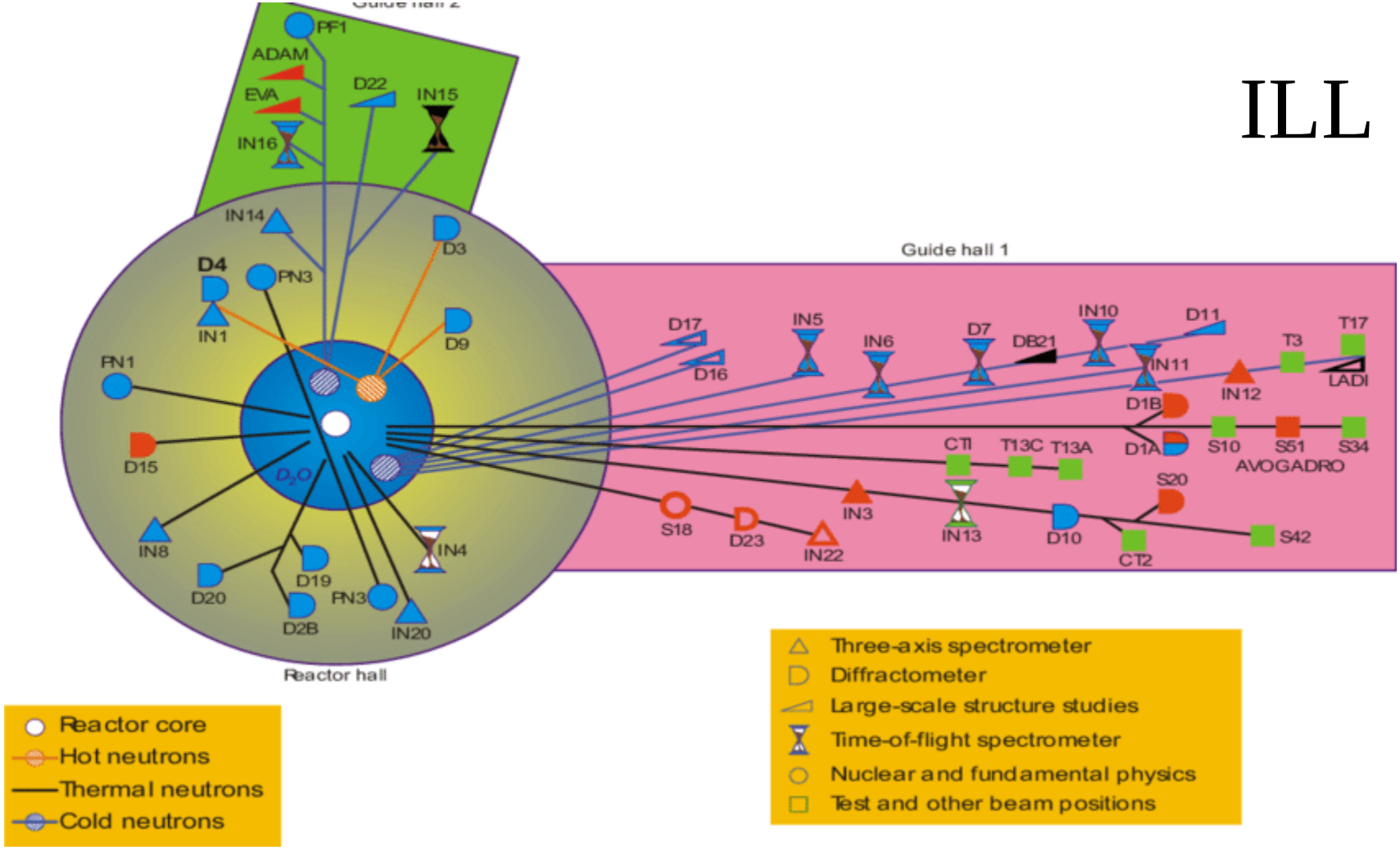


ILL



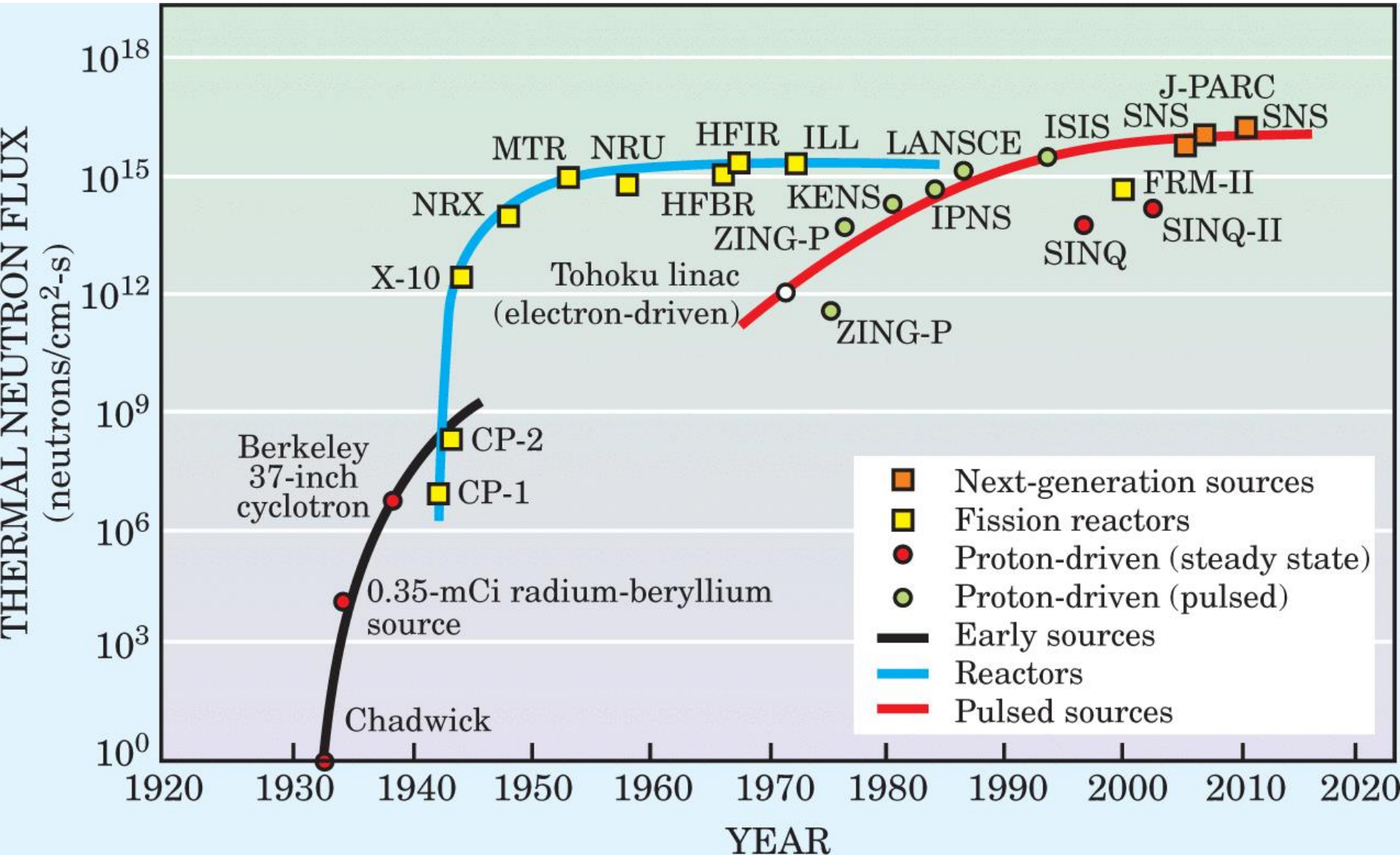
Reatores de Neutrons

ILL

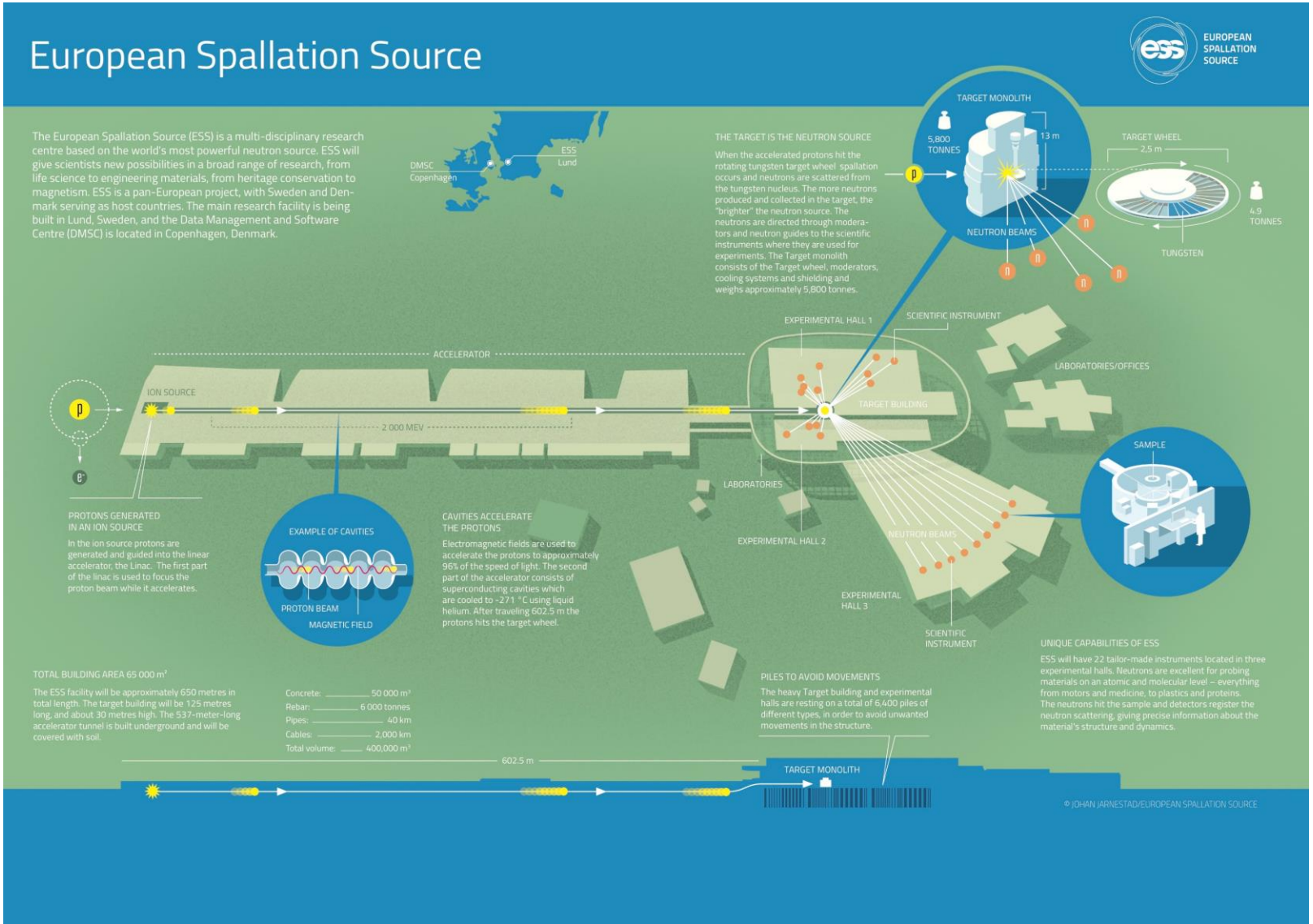


Produzindo neutrons

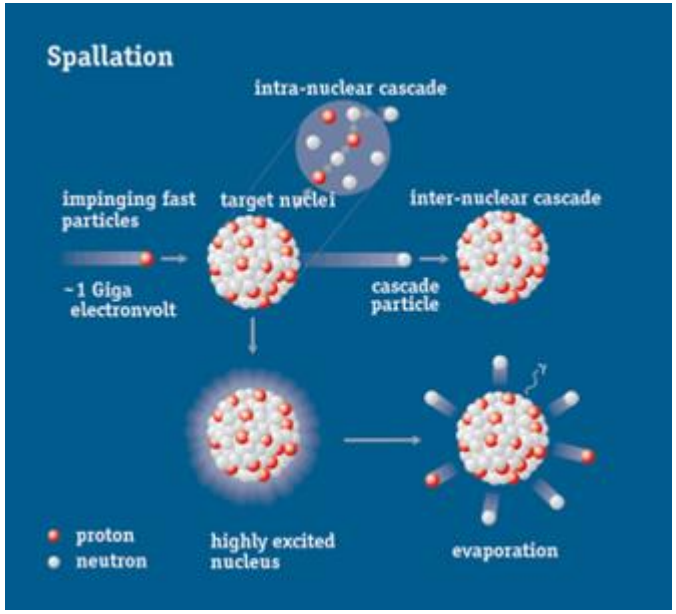
Spallation Source	Location	Proton energy	Target material
Los Alamos Neutron Science Center (LANSCE)	Los Alamos, New Mexico, USA	800 MeV	W
Rutherford Appleton Laboratory, ISIS	Chilton, Oxfordshire, UK	800 MeV	W-Ta
Neutron Complex of the INR RAS	Troitsk, Russian Federation	600 MeV	Pb
Paul Scherrer Institute, SINQ	Villigen, Swizerland	590 MeV	Pb
Oak Ridge National Laboratory, SNS	Oak Ridge, Tennessee, USA	940 MeV	Hg
Japan Proton Accelerator Resarch Complex (JPARC)	Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, Japan	3 GeV	Hg

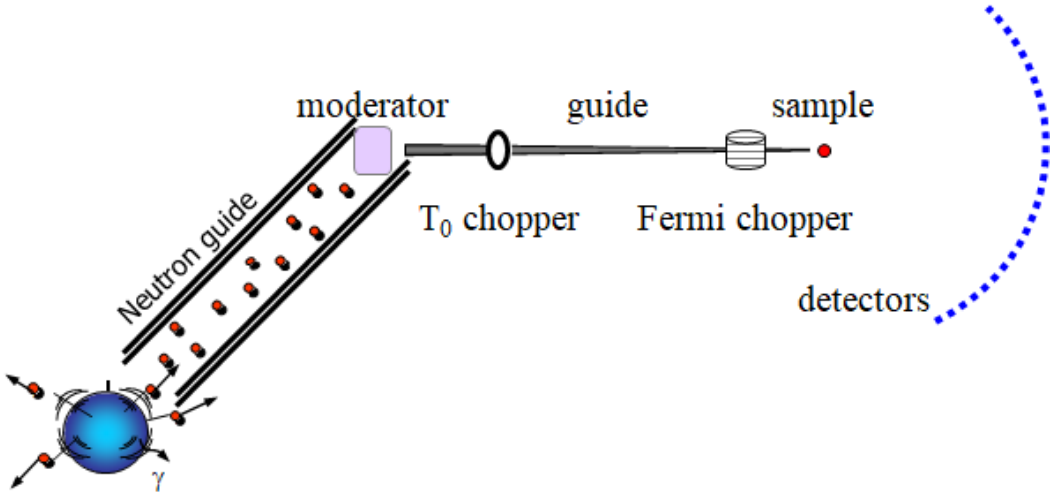

THERMAL NEUTRON FLUX
(neutrons/cm²-s)
10¹⁸
10¹⁵
10¹²
10⁹
10⁶
10³
10⁰
1920
1930
1940
1950
1960
1970
1980
1990
2000
2010
2020
YEAR
J-PARC
SNS
SNS
ISIS
LANSCE
HFIR
ILL
MTR
NRU
NRX
HFBR
KENS
ZING-P
IPNS
FRM-II
SINQ-II
SINQ
X-10
Tohoku linac
(electron-driven)
ZING-P
Berkeley
37-inch
cyclotron
CP-2
CP-1
0.35-mCi radium-beryllium
source
Chadwick
Next-generation sources
Fission reactors
Proton-driven (steady state)
Proton-driven (pulsed)
Early sources
Reactors
Pulsed sources

Produzindo neutrons



Produzindo neutrons



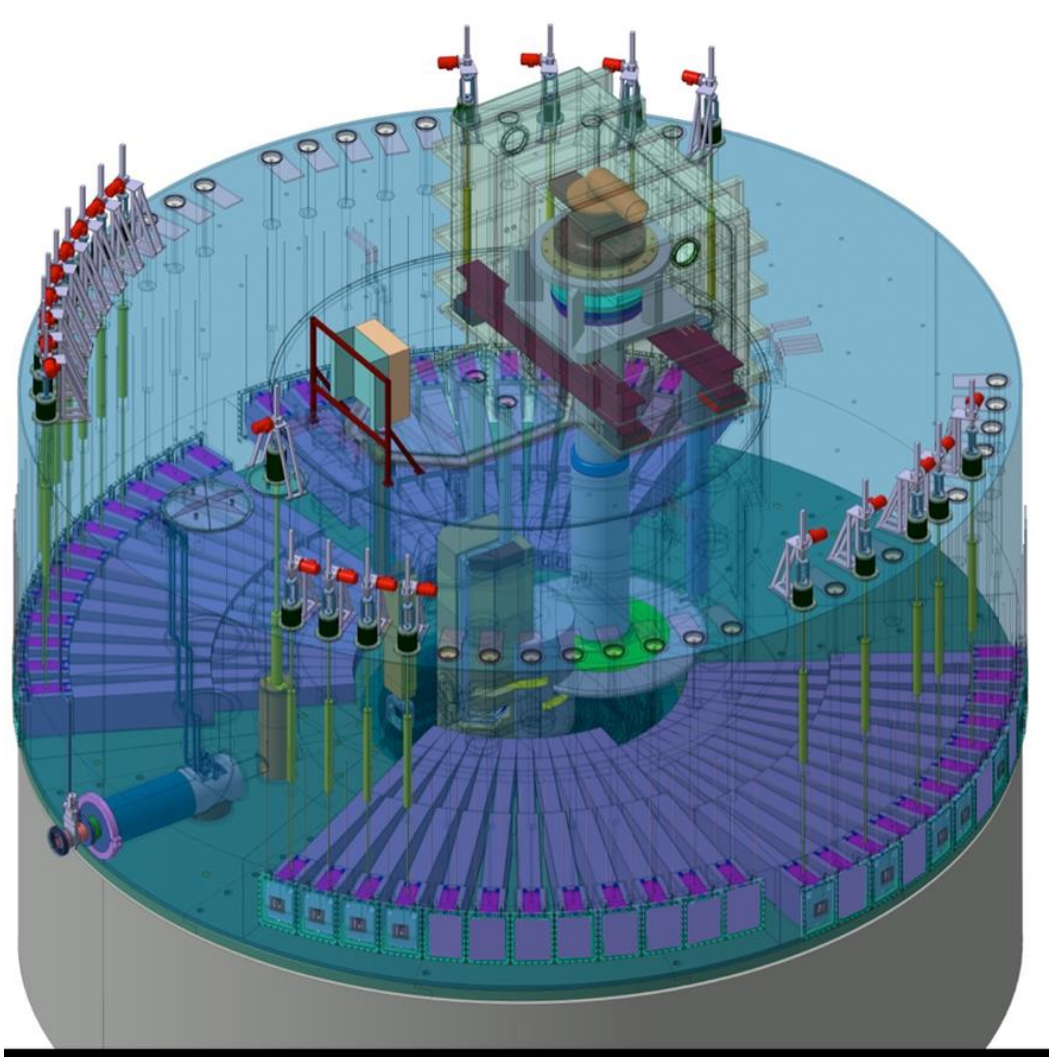


Quando uma partícula rápida, como um próton de alta energia, bombardeia um núcleo atômico pesado, uma cascata intranuclear é desencadeada, colocando núcleos individuais em um estado altamente excitado. Os núcleos então liberam energia pela evaporação de núcleos (principalmente nêutrons), alguns dos quais vão deixar o alvo, enquanto outros vão desencadear outras reações, em uma reação nuclear chamada espalação. Isso resulta em um pulso de nêutrons extremamente intenso. No processo de espalação, um núcleo “evapora” 20 a 30 nêutrons após ser bombardeado. Em uma fonte de espalação não há “combustível de reator” e, além disso, o processo de espalação para instantaneamente quando o feixe de prótons é desligado. É como desligar a luz.

Produzindo neutrons



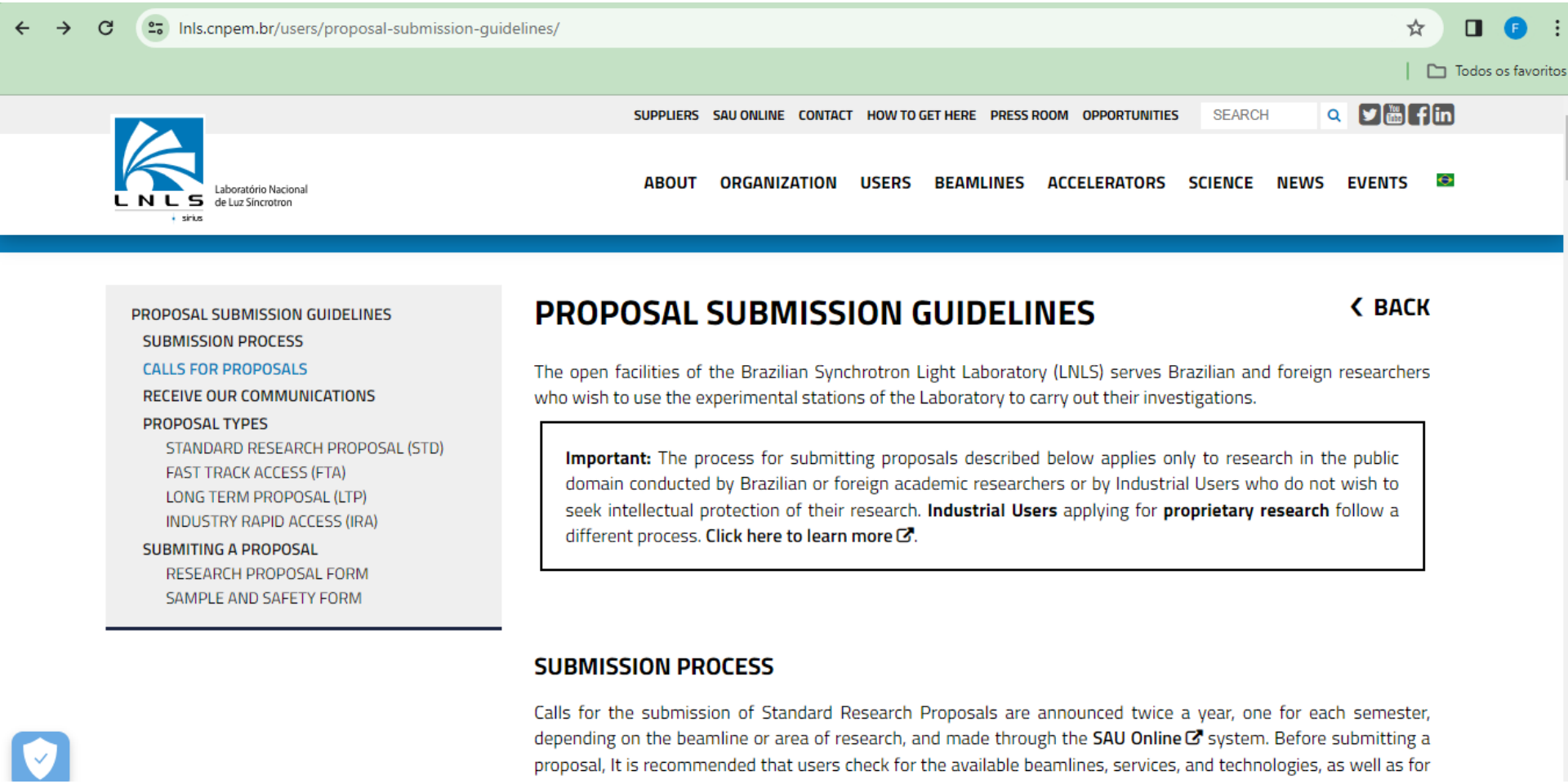
Produzindo neutrons



O alvo é um disco de aço inoxidável de 2,6 m de diâmetro contendo tijolos de um metal pesado rico em nêutrons: o tungstênio. Pesa quase cinco toneladas.A roda gira a 23,3 RPMs, sincronizada com a chegada do feixe de prótons pintado na parte externa da cobertura da roda. A unidade é resfriada por um sistema de fluxo de gás hélio conectado a um sistema de água secundário. A roda de tungstênio é uma nova tecnologia para fontes de espalação, nenhum dos projetos de alvo estabelecidos sendo adequado para o nível de potência mais alto do ESS.

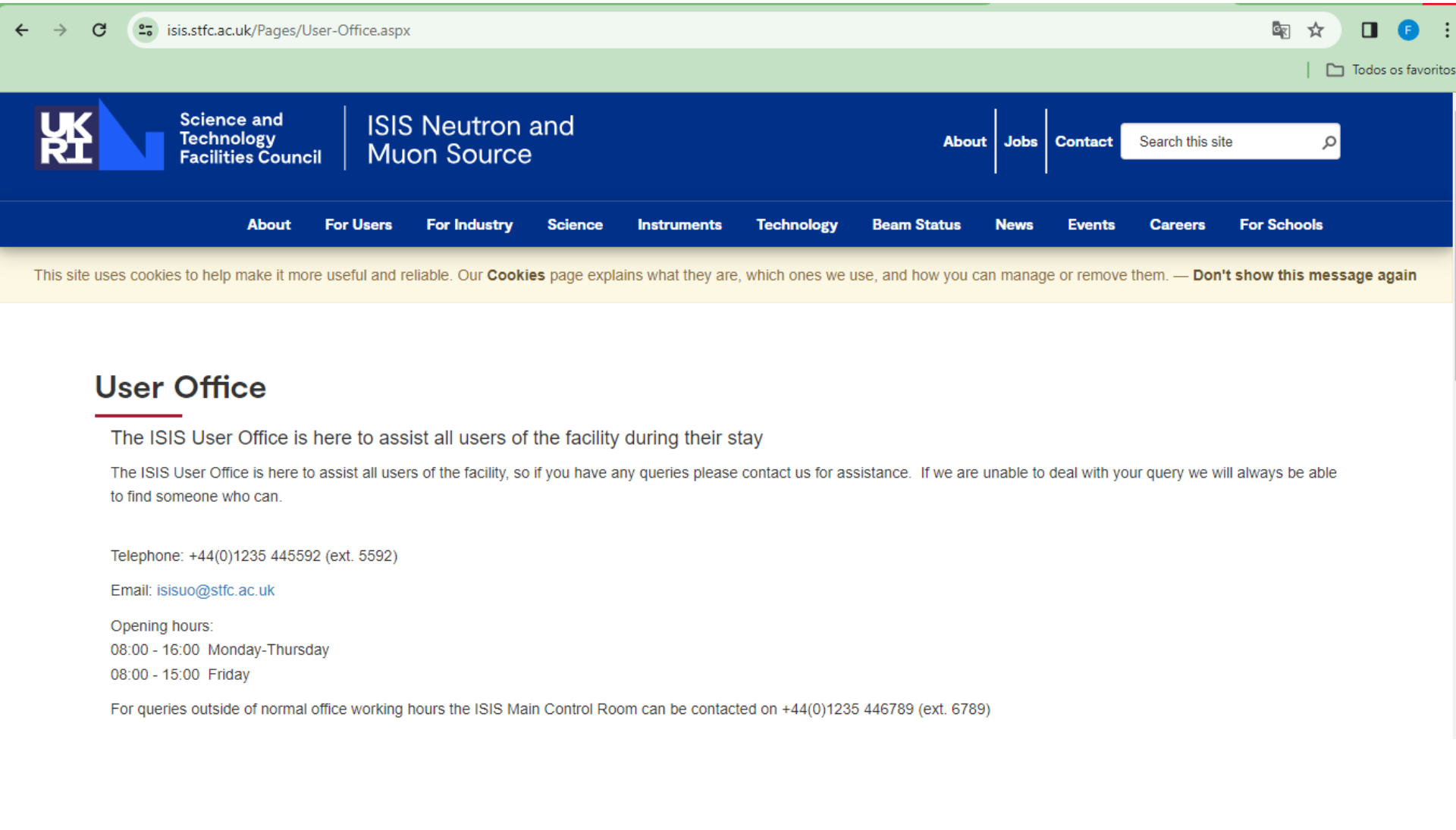
V escola de verão

Sirius



V escola de verão

ISIS-UK



V escola de verão



I Neutron Techniques Workshop Collaboration ISIS-UK / Brazil

O I Neutron Techniques Workshop é o primeiro evento envolvendo a colaboração ISIS-UK/Brazil, cujo objetivo é consolidar a comunidade usuários interessados na utilização de técnicas de nêutrons, compartilhar resultados, novas ideias e gerar um ambiente de colaborações.

Esta edição se realizará de forma presencial no dia 21 de Março de 2024 na UFPR - Curitiba/PR e contará com as conceituadas participações dos pesquisadores do Laboratório Rutherford Appleton que atuam no ISIS-Muon and Neutron Source:

Dra.Helen Walker
Dr. Goran Nielsen

e dos conceituados pesquisadores brasileiros:

Prof. Dr. Rilton A.de Freitas (Depto. de Farmácia)
Profa. Dra. Lucimara Stolz Roman (Depto. Física)
Prof. Dr. Cícero N.de Ávila Neto (Depto. Engenharia Química)
Profa. Dra. Beatriz G. Guimarães (Fundação Oswaldo Cruz)

As palestras durante o evento serão conduzidas em inglês e serão totalmente gratuitas.

O cronograma oficial e as demais informações serão enviadas por email.
Dúvidas: lorxilorxi1969@gmail.com

Coordenação do Evento
Prof. Dr. Fabiano Yokaichiya (Física, UFPR)
Dra. Margareth K. K. D. Franco (SEGRR, IPEN)
Prof. Dr. Cícero Naves de Avila Neto (Engenharia Química, UFPR)
Dra. Katia Dionísio de Oliveira (UFPR)

Apoio





Equipe de Apoio:
Thais de Oliveira (PIPE, LORXI, UFPR)
Rodrigo Rhinow (Física, LORXI, UFPR)
Vinicius Meredyk (PIPE, LORXI, UFPR)

V escola de verão

Envio de Propostas

Characterization of Nanostructured Lipid Carrier (NLC) systems for encapsulation of local anesthetics for dentistry application.

Summary:

In this project, we propose to investigate three nanostructure lipid carriers (NLC) systems to deliver local anesthetics drugs for topical applications: (a) Cetyl Palmitate (CP) + Capryol (Cap) + Pluronic F68, (b) CP + Miglyol (Mig) + F68 and (c) Mirystyl (MM) + Mig + F68 formulations and their interaction with different local anesthetics drugs (dibucaine (DBC), bupivacaine (BVC) and tetracaine(TTC)). Although those systems have been measured with small angle X-ray scattering technique at the Brazilian Synchrotron Light Laboratory (LNLS), it is necessary to use SANS technique in order to provide complementary information about the fine structure (micellar structure).

Scientific background and details description:

Solid lipid nanoparticles (SLN) and nanostructured lipid carriers (NLC) [1] (Figure 1(a)), intended for topical application, were successfully prepared as sustained release systems for the encapsulation of the local anesthetic like dibucaine (DBC), bupivacaine (BVC) and tetracaine (TTC), aiming to reduce its toxic effects and to improve its availability. The particles were prepared by two differents procedures: sonication (Son) or high pressure homogenization (HP), employing either cetyl palmitate (CP) or myristyl myristate (MM) as the solid lipid matrix, in the presence (NLC) or absence (SLN) of a mixture of capric and caprylic acids; poloxamer 188 was used as surfactant. The local anesthetics (BVC and TTC) were quantified through a validated HPLC procedure. Physico-chemical analysis of the nanoparticles included measurements of size distribution, zeta potential, morphology, local anesthetic drug encapsulation efficiency, as well as exploratory scanning calorimetry (DSC), infrared spectroscopy (FTIR), electron paramagnetic resonance (EPR) and small angle X-ray scattering (SAXS) tests were done in order to characterize the systems. In *vitro* analysis of the release profile, flow and elasticity of the particles were performed through artificial membranes while toxicity was tested in 3T3 fibroblasts and HaCaT keratinocytes in culture. Stability of the formulations as a function of time was also measured. The therapeutic activity of the formulations was determined using antinociception tests (*tail flick*) in Wistar rats. SLN and NLC produced by both methodologies were similar (~200 nm), but HP produced more stable nanoparticles. The physical stability of the nanoparticles was satisfactory during a storage period of 240 days, especially for NLC_{Cap}/HP with or without the drug anesthetic drug. All formulations showed encapsulation efficiencies higher than 70%, the greatest being assigned for NLC_{Cap}DBC/HP (90.54 ± 0.95%). FTIR and DSC revealed that DBC was molecularly dispersed in the lipid matrix of the nanoparticles. As for the SLN and NLC molecular packing, SAXS diffractograms (Figure 1(d)) indicated the existence of lamellar repeats in SLN core region, which were not disturbed by the addition of DBC while EPR data with doxyl stearate probes revealed spectra compatible with bilayers, with higher molecular order in the presence of DBC. *In vitro* assays (Figure 1(c)) confirmed the prolonged release of dibucaine from the nanoparticles, by Fickian diffusion. Nanoparticles's elasticity and flow were low showing deposition on the surface of 30 nm pore membranes. The intrinsic x cytotoxicity of DBC against both cell types was decreased, when encapsulated in SLN and NLC. The *in vivo* analgesic effect of 0.05% DBC topically applied (dispersed in carbopol gel) was significantly prolonged in the nanoparticle formulations, largely for SLNCPDBC lyophilized with maltosis as cryoprotector. For DBC formulations in SLN or NLC prepared with MM or CP are promising for the development of pharmaceutical products intended for prolonged dermal anesthesia [2].

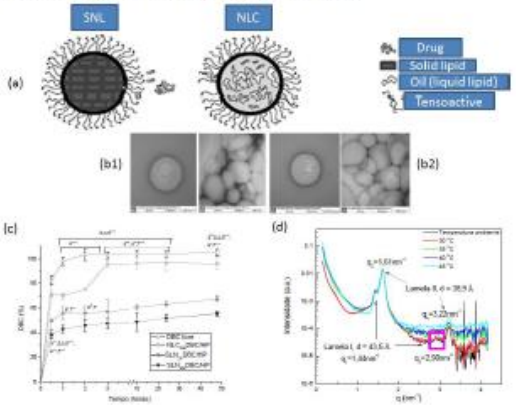


Figure 1 (a) Schematic representation of SLN and NLC systems showing structural differences [1]; (b1) Lipidic nanoparticles morphologies (NLC_{Cap}/HP) without (b2) and with DBC (NLC_{Cap}DBC/HP) observed using electronic microscopy; (c) In vitro delivery study of DBC associated to SLN and NLC; (d) SAXS results of the system SLN_{CP}DBC at 30 and 45°C.

Aim of our research:

The aim of this proposal is to characterize the formulations of three nanostructure lipid carriers (NLC) systems to deliver local anesthetics drugs for topical applications in solution of D2O with and without the drugs in order to obtain information about the fine structure of this systems (lamellar or cubic) and also observe the effect of the surface of the vesicles due to the presence of drug and as a function of the temperature. Also we expect to shed a light in the understanding of the difference between the three local anesthetic-delivery systems related to their efficiency in the drug release against pain.

Proposed experiment:

We plan to use V16 (very small angle neutron scattering, VSANS), in order to measure the structure nanostructure lipid carriers (NLC) systems to deliver local anesthetics drugs formulation with and without the drugs, as a function of temperature, from 25 °C to 50°C, in the Q range of 0.005 nm^{-1}<Q< 10 nm^{-1}. We ask 7 days at V16 to measure: (1) Cetyl Palmitate (CP) + Capryol (Cap) + Pluronic F68, (2) CP+Cap+F68+Bupivacaine (BVC), (3) CP+Cap+F68+Tetracaine (TTC), (4) CP+Cap+F68+Dibucaine (DBC),(5) CP + Miglyol (Mig) + F68, (6) CP +Mig + F68+BVC, (7) CP +Mig + F68+TTC, (8) CP +Mig + F68+DBC,(9) Mirystyl (MM) + Mig + F68, (10) MM + Mig + F68+BVC, (11) MM + Mig + F68+TTC, (12) MM + Mig + F68+DBC with deuterated water.

References:

[1] de Araujo, D. R., da Silva, D. C., Barbosa, R. M., Franz-Montan, M., Cereda, C. M., Padula, C., Santi, P., de Paula, E.; Strategies for delivering local anesthetics to the skin: focus on liposomes, solid lipid nanoparticles, hydrogels and patches, Expert Opinion on Drug Delivery, 2013, 10(11): 1-13.

[2] Barbosa, R. M.; " Preparo e Caracterizacao de Nanoparticulas Lipidicas como Carreadores do Anestesico Local Dibucaina", PhDthesis, University of Campinas- Brazil.

Summary
Scientific Background and Detailed Description
Aim of your research
Proposed Experiment
References

Envio de Propostas

Experimental Plan:

Characterization of Nanostructured Lipid Carrier (NLC) systems for encapsulation of local anesthetics for dentistry application.

Number os samples: 12 samples:

(1) Cetyl Palmitate (CP) + Capryol (Cap) + Pluronic F68, (2) CP+Cap+F68+Bupivacaine (BVC), (3) CP+Cap+F68+Tetracaine (TTC), (4) CP+Cap+F68+Dibucaine (DBC)

(5) CP + Miglyol (Mig) + F68, (6) CP +Mig + F68+BVC, (7) CP +Mig + F68+TTC, (8) CP +Mig + F68+DBC

(9) Mirystyl (MM) + Mig + F68, (10) MM + Mig + F68+BVC, (11) MM + Mig + F68+TTC, (12) MM + Mig + F68+DBC

All with deuterated water.

3 main temperatures for each sample: 25°C, 37 °C and 40°C

2 configurations: 2 and 11 meters.

4 hour/sample: In total 6/7 days experiment.

V escola de verão



I Neutron Techniques Workshop Collaboration ISIS-UK / Brazil

O I Neutron Techniques Workshop é o primeiro evento envolvendo a colaboração ISIS-UK/Brazil, cujo objetivo é consolidar a comunidade usuários interessados na utilização de técnicas de nêutrons, compartilhar resultados, novas ideias e gerar um ambiente de colaborações.

Esta edição se realizará de forma presencial no dia 21 de Março de 2024 na UFPR - Curitiba/PR e contará com as conceituadas participações dos pesquisadores do Laboratório Rutherford Appleton que atuam no ISIS-Muon and Neutron Source:

Dra.Helen Walker
Dr. Goran Nielsen

e dos conceituados pesquisadores brasileiros:

Prof. Dr. Rilton A.de Freitas (Depto. de Farmácia)
Profa. Dra. Lucimara Stolz Roman (Depto. Física)
Prof. Dr. Cícero N.de Ávila Neto (Depto. Engenharia Química)
Profa. Dra. Beatriz G. Guimarães (Fundação Oswaldo Cruz)

As palestras durante o evento serão conduzidas em inglês e serão totalmente gratuitas.

O cronograma oficial e as demais informações serão enviadas por email.
Dúvidas: lorxilorxi1969@gmail.com

Coordenação do Evento
Prof. Dr. Fabiano Yokaichiya (Física, UFPR)
Dra. Margareth K. K. D. Franco (SEGRR, IPEN)
Prof. Dr. Cícero Naves de Avila Neto (Engenharia Química, UFPR)
Dra. Katia Dionísio de Oliveira (UFPR)

Apoio





Equipe de Apoio:
Thais de Oliveira (PIPE, LORXI, UFPR)
Rodrigo Rhinow (Física, LORXI, UFPR)
Vinicius Meredyk (PIPE, LORXI, UFPR)

LORXI

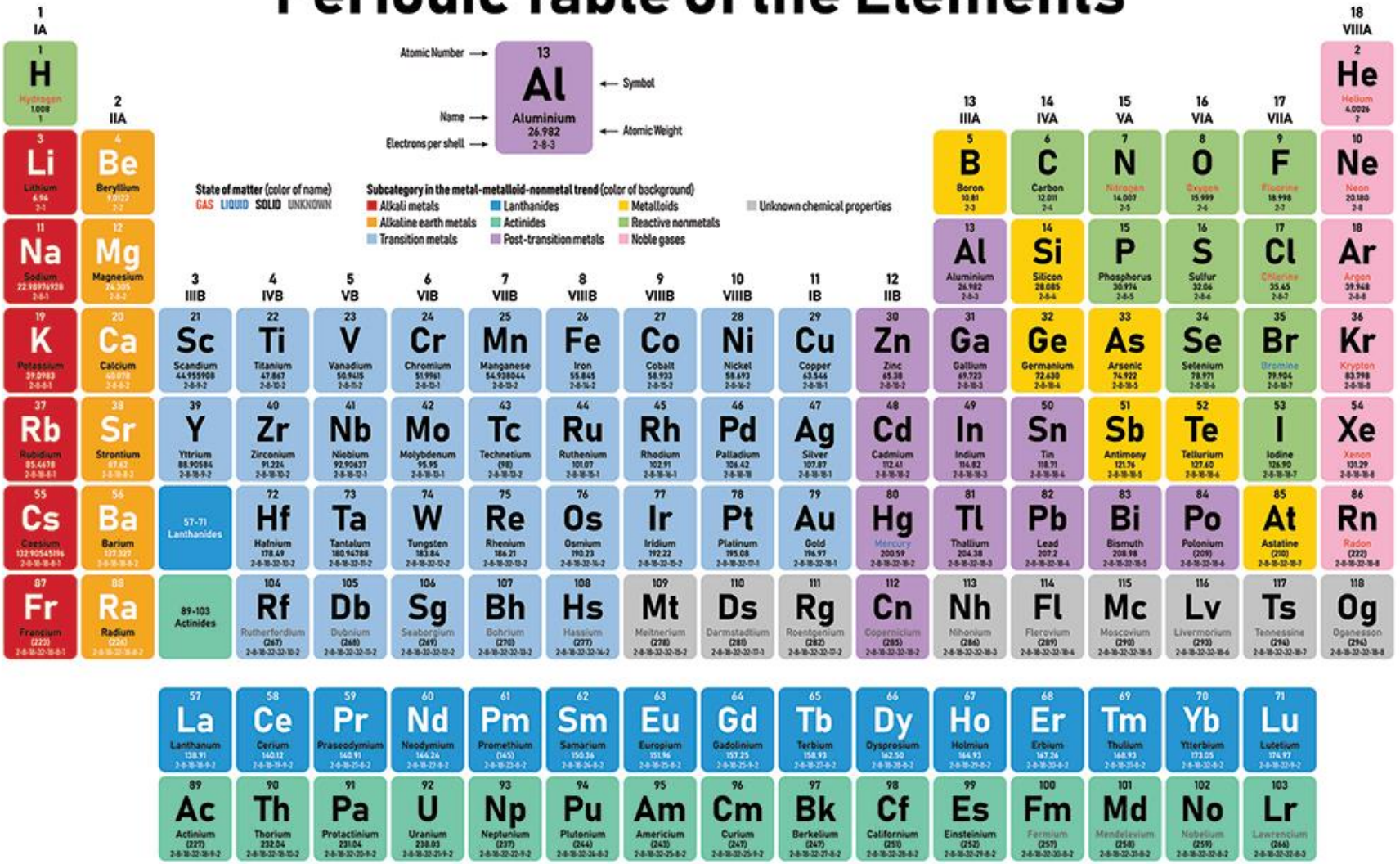
Laboratório de Óptica de Raio X e Instrumentação

Follow us in the instagram



@lorxi_ufpr

V escola de verão



http://pd.chem.ucl.ac.uk/pdnn/inst1/opentube.htm