



Prof. Arnaldo Naves de Brito



Aluno: Jean Erzind BRISSON

Relatório final

Inst.de física “Gleb wataghin” –UNICAMP

<http://portal.ifi.unicamp.br/br/pessoas/128-professores/274-141>

Aluno: Jean Erzind BRISSON

Orientador: Prof.Dr. Arnaldo Naves de Brito

Coordenador: Prof.Dr. José Joaquín

Lunazzi

AGLADECIMENTO

Agradeço ao Prof. Arnaldo por inúmeras vezes que me ajudou que sempre disposto a ouvir minhas perguntas e me ajuda bastante e orientando me indicando todos os passos a seguir sempre com paciência.

Agradeço a todas as pessoas especialmente pessoal do meu grupo que me ajudaram vencer. Umas com palavras, outras com tolerância.

Agradeço a minha Madrina Marie Ginette Brisson que sempre está perto de mim apesar de estamos cada um num país diferente.

Título:

Construção de um instrumento para registro da Produção total de elétrons e íons.

Resumo

Esse trabalho foi realizado, desenvolvendo um instrumento para registro da produção de elétrons e íons , nele variamos a tensão de 9 V até 36 V para poder recolher o máximo de elétrons possível, para coleção dos elétrons utilizá-se um eletrodo que foi definido durante o desenvolvimento do projeto (metal em ouro) - figura 1 -. Tal eletrodo estava em um potencial específico que permitiu a extração do maior número possível de fotoelétrons, Este trabalho nós possibilitará aquisição de conhecimentos na área de física de superfície de amostras aquosas. Além disto, adquirimos experiência no planejamento, construção de instrumentação científica. Medidas de produção total de elétrons em função da energia do fótons incidentes foram realizadas.

Introdução

Na perspectiva de obter conhecimento sobre os equipamentos que pretendemos utilizar para realizar nosso projeto, trabalhamos no projeto no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS). Vale ressaltar que os trabalhos realizados lá foram muito importante, na medida que eles permitiram obter informações básicas sobre os equipamentos e seu funcionamento. Entre esses equipamentos figuram-se a câmara “*Scienta*” e o sistema de “*micro-jato*” . O primeiro sistema é o analisador de elétrons e conta uma câmara experimental, e, o segundo é constituído de um sistema de injeção de amostras líquidas em vácuo.

Para realizar nosso trabalho no laboratório, nós começamos a limpar e instalar as peças. Ao fazer o estudo de superfícies aquosas a nível molecular utilizamos luz (radiação) síncrotron (LS) para ionização de elétrons de camada interna através do conhecido efeito foto-elétrico. A técnica de produção total de elétrons (PTE) consiste em coletar todos os elétrons produzidos no processo de ionização em função da energia do fóton. No caso de LS a energia dos fótons incidentes pode ser variada facilmente. A espectroscopia PTE vai permitir determinar a estrutura eletrônica e a composição de superfícies de amostras líquidas do ponto de vistas molecular . É importante ressaltar que LS é uma das mais importantes ferramentas experimentais para o estudo de superfícies líquidas. Este projeto pode ser dividido basicamente em três partes: Pesquisa, Planejamento e Construção.

DESENVOLVIMENTO E CONSTRUÇÃO

Começamos limpando a câmara e o capilar de uma lâmpada de He. Também, foi feito um trabalho de manutenção, conseguimos usar uma câmara experimental dita Scienta na qual está acoplado um analisador de elétrons de alta resolução. O nome da câmara vem da fábrica do analisador. Começamos limpando a câmara e o capilar da lâmpada de He. Também, foi feito um trabalho de manutenção do sistema que determina o fluxo de fótons da lâmpada de He ou da LS. Vale especificar aqui que este sistema consiste de uma grade de ouro assim como de um foto-diodo. Os dois componentes são movimentados por um posicionador linear. Instalamos a lâmpada de hélio na câmara. Além disto, instalamos um espectrômetro de massa do tipo quadrupolo na câmara. O espectrômetro de massa do tipo quadrupolo é, como seu nome indica, constituído por quatro varetas cilíndricas definidas, paralelos uns aos outros no qual, o quadrupolo é o componente do instrumento responsável pela filtragem de íons da amostra, com base na sua razão massa por carga. Os íons são separados no quadrupolo com base na estabilidade das suas trajetórias nos campos elétricos oscilantes que são aplicadas às hastes.

A ideia aqui é determinar a qualidade do vácuo obtido depois que realizássemos um “baking”. Note que por “baking” nos referimos ao processo onde a temperatura do sistema experimental é aumentada para que o maior número possível de moléculas dissolvam das paredes da câmara experimental e sejam retiradas pelas bombas turbos moleculares. Desta forma depois de se abaixar a temperatura do sistema experimental a pressão final do sistema atinge valores de 10^{-9} mbar ou menor. De fato a câmara experimental passou por um processo de limpeza anterior. Ao longo do trabalho continuamos conectando a lâmpada de Hélio. Também foi conectado ao sistema de entrada de gás um cilindro de Xenônio. Outra operação que realizamos foi localizar uma bomba para a lâmpada de Hélio, além da fonte de alta tensão para a Lâmpada de He. Tentamos resolver o problema de vazamento da água no regulador que liga a água na conexão do tipo Swagelok[®] de 1 /4 de polegada através de um cabo para resfriar a lâmpada de He. Ligamos o gás de hélio em uma saída do tipo CF16, conectamos o medidor de pressão no sensor da máquina assim achamos as pressões da lâmpada de hélio e da câmara que são $3,9 \cdot 10^{-3}$ mbar e $8,10 \cdot 10^{-4}$ mbar respectivamente.

Também ligamos o regulador de pressão que mantém a pressão constante independente da pressão atmosférica no cilindro de Xe. Fizemos um teste variando a pressão de He na lâmpada e a tensão nos eletrodos da lâmpada de He. Essa tensão pode variar de zero a 5 KV. Obtemos uma condição em que a lâmpada funciona continuamente, por isso sugerimos a mudança de parâmetro da pressão de acordo com a tabela a seguir.

Pressão em mbar	Tensão em volts	Intensidade em mA
8.10 ⁻²	500	20
4.10 ⁻²	500	20
5.10 ⁻²	500	20
7,9.10 ⁻⁴	500	20

Em seguida, para operar o analisador temos que conectar o caixa interlock para o analisador Scienta[®]. Essa caixa teve que ser modificada, pois só estava preparada para operar numa das linhas de luz do LNLS. Neste caso foi colocado uma fonte interna de 24 V que era a tensão de operação do relê. Essa caixa de interlock é muito importante, porque protege o detector no analisador de elétrons para o caso que a pressão suba mais do que cerca de $5 \cdot 10^{-6}$ mbar. O seu princípio de funcionamento é relativamente simples: Um medidor de vácuo abre um contato quando uma pressão estipulada no medidor é ultrapassada. Isto faz com que uma relé dentro da caixa de interlock abra uma segunda chave que desconectará a fonte e energia para as fontes de alta tensão do analisador. Em particular isto desligará o detector de elétrons do tipo *micro-channel plate* que não pode operar acima de determinadas pressões.

Por fim fizemos os testes variando a pressão de entrada do Xe no analisador. Nessa situação consideramos que esta normal porque a intensidade não varia além do limite de pressão necessária para obter um bom fluxo de foto-elétron.

Continuando trabalhar no analisador de elétrons visando transportá-lo para a linha de luz chamada SGM que é “Spherical Grating Monochromator beamline”. Desmontamos o analisador tirando as partes (peças), desconectando os cabos e *bellows*, por exemplo: bombas, unidade de sensor, amostra de xenônio, fonte de alta voltagem que é ligada com cabo de alta tensão ao analisador de elétron entre outras. Procedemos o arejamento do analisador com nitrogênio puro para evitar que as paredes do analisador recebessem a água. As moléculas de

água impactam negativamente na obtenção de ultra-alto vácuo no analisador. Alinhamos a agulha com o feixe de luz para que ele bata na parte de ouro da agulha. O processo foi bem interessante, ficamos observando atentamente nas janelas de vácuo (acima, a direita, a esquerda), assim conseguimos alinhar melhor o feixe de luz com a agulha

Para alcançar nosso objetivo, usamos 4 baterias de 9V em série que foram ligados por presilhas numa caixa dita fonte de tensão, Amplificador Jean de Tensão (AJT) (figura-2). O instrumento foi construído por nós mesmos sendo que algumas partes, tais como caixa metálica, conectores e seletor de circuito (fig. 3) foram gentilmente cedido pelo Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. Utilizamos uma oficina ligada ao anel síncrotron destinada a dar suporte aos usuários quando estes precisam de pequenos serviços. Instalamos no AJT conectores do tipo BNC e o seletor de voltagem afim de variar a tensão de 9 V até 36 V. Após testado o novo equipamento, fizemos um teste variando a tensão. Este teste constituiu-se da seguinte montagem. Utilizamos um manipulador (fig. 4 e 6) para posicionar uma agulha de dosagem (fig. 1) coberta de ouro. Esta agulha permitiu que se introduzisse gás (Argônio e Nitrogênio) na câmara experimental. Devido as dimensões da agulha e do seu comprimento um jato colimado de gás se formou. Tal jato foi posicionado para que intersectasse o feixe de raios-x de forma otimizada. Os foto-elétrons produzidos pela interação do feixe de raios-x com o gás eram atraídos pela agulha que estava num potencial fornecido pela nossa caixa de tensão. Tivemos que ter um cuidado de isolar eletricamente o tubo que conduzia o gás até a agulha do resto da câmara. O isolamento teve que ser feito de tal forma que a estanqueidade do tubo não fosse comprometida. De fato o gás introduzido só poderia escapar pela ponta da agulha. Os foto-elétrons coletados geraram uma foto-corrente medidas por um amperímetro de alta precisão (fig. 8 e 9). Obtivemos resultados conforme apresentados nas tabelas a seguir.

ARGÔNIO

Tensão (V)	Fotocorrente (pA)
0	18
9	77
18	120
27	170

36	190
----	-----

NITROGÊNIO

Tensão (V)	Fotocorrente (pA)
0	1,4
9	2,5
18	3,5
27	4
36	4,4

Tensão em volt e fotocorrente medida em amperes (pA)

Com a ajuda do AJT conseguimos tirar um espectro de produção total de elétrons. (veja Figura 11). A diferença deste espectro para o procedimento apresentado no teste descrito anteriormente foi que a energia dos raios-x incidentes foi variada. Para cada energia do feixe incidente um valor de foto-corrente era registrada. O AJT permitiu aumentar a foto-corrente medida substancialmente de tal forma que o sinal ruído no espectro foi muito satisfatório.

Conclusão

Conseguimos executar o projeto, depois de fazer um trabalho de manutenção no analisador, e iniciar o projeto do equipamento pretendido que foi construído em seguida. Determinamos a qualidade do vácuo, resolvemos algum problema de vazamento. Alguns testes foram feitos que nos permitiu mudar alguns parâmetros. Tudo isso foi feito afim de capturar melhor os foto-elétrons o que resultou no espectro de produção total de elétrons apresentado na Figura 11. É importante enfatizar que este trabalho nos possibilitou adquirir conhecimentos na área de tecnologia de vácuo. Além disto, adquirimos experiência no planejamento e construção de instrumentação científica.

Durante a apresentação em forma de painéis deste trabalho recebemos várias visitas assim como perguntas. Ocorreu que as perguntas não estavam relacionadas com o conteúdo e forma de apresentação do trabalho.

Meu orientador concordou com o expressado neste relatório e deu a seguinte opinião:

Tendo lido com cuidado o relatório final acredito que o mesmo represente bem os progressos realizados. Vários trabalhos de preparação para instalar o sistema de coleção de produção total de elétrons foram feitos e o estudante aprendeu muito sobre a parte de tecnologia de vácuo e sobre o analisador de elétrons que fez parte do sistema de medidas utilizado em projeto de pesquisa em soluções aquosas. O estudante também achou uma solução para coletar os foto-elétrons que permitiu solucionar vários problemas de posicionamento do coletor. Tendo dito tudo isto fico satisfeito que o programa proposto foi cumprido a contento.



figura 1- Agulha recoberta com ouro para ser usada alvo e para ao mesmo tempo servir como coletora de elétron.



Figura 2- Caixa formando com pilhas, BNC, seletor de voltagem

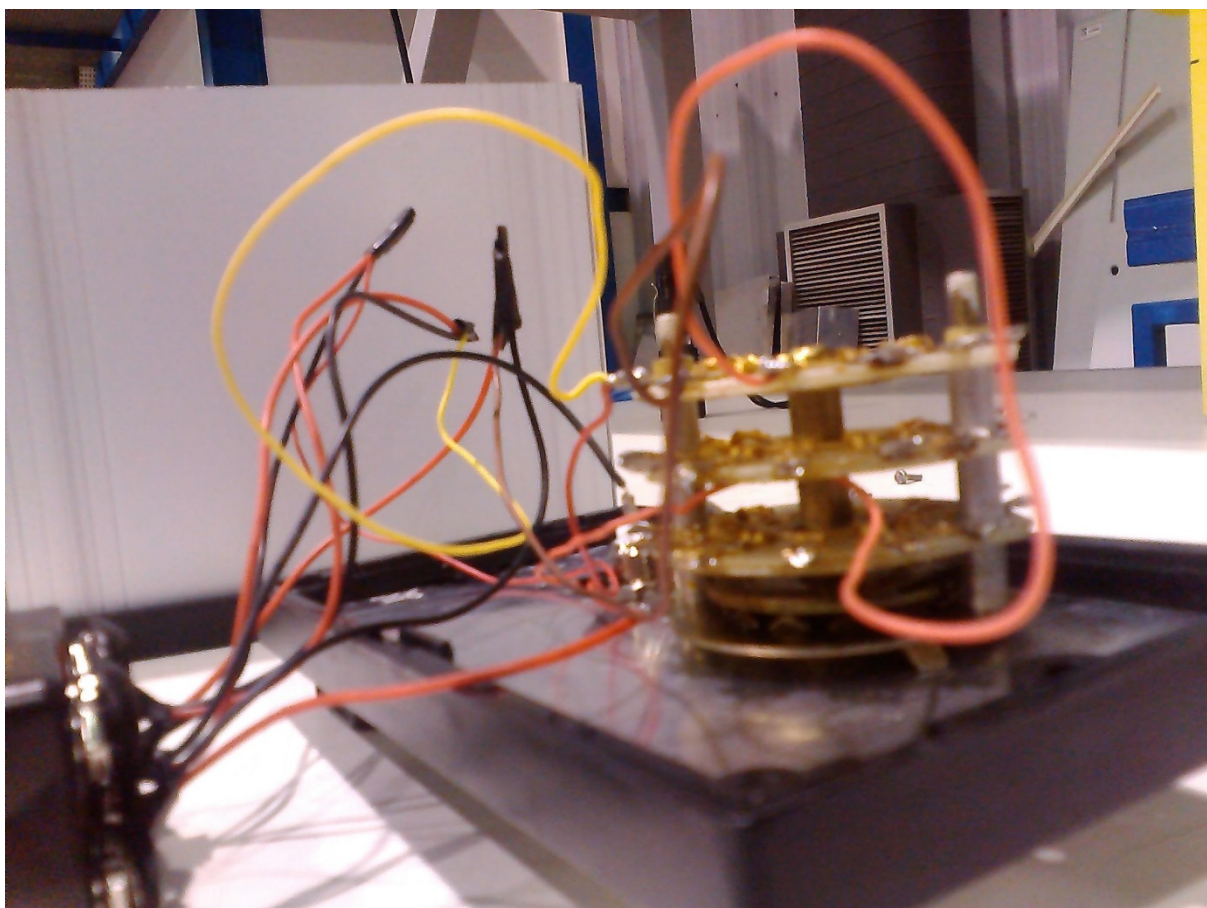


Figura-3-O que está dentro da caixa

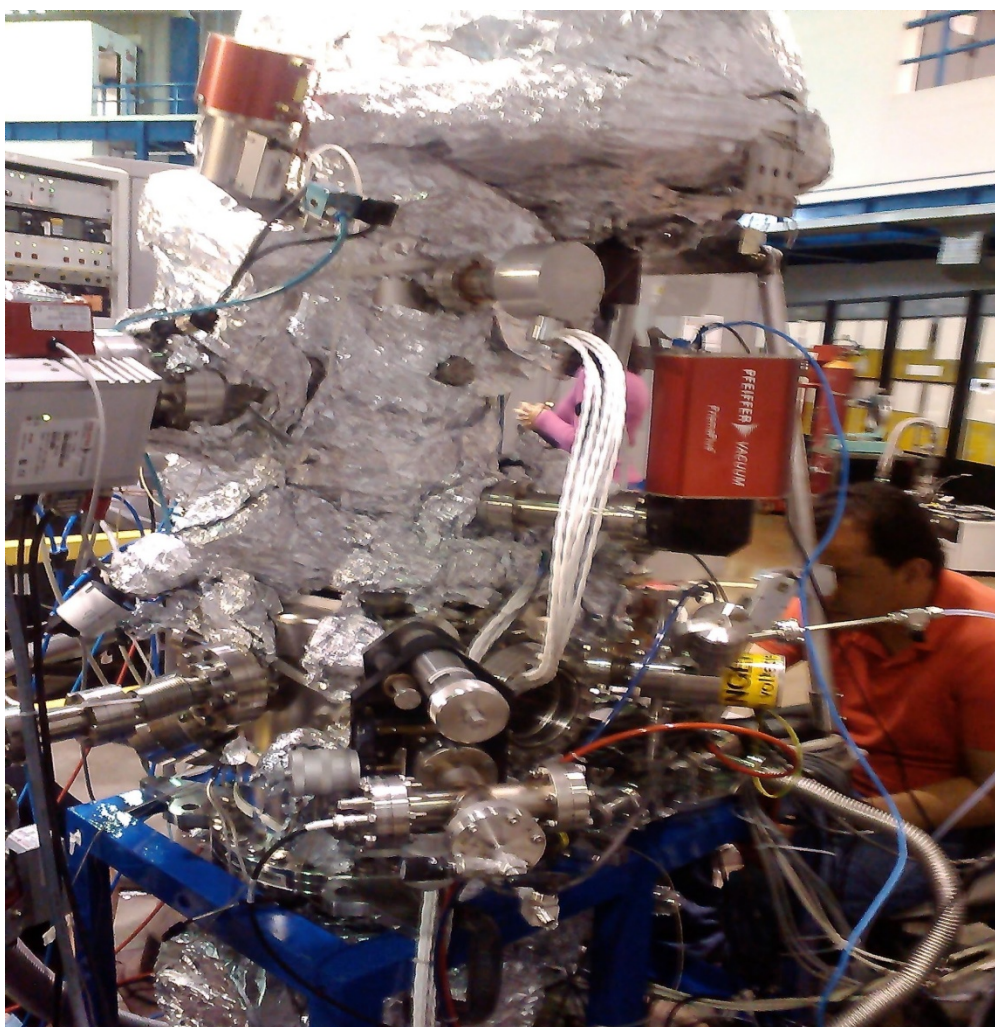


Figura 4- Foto do analizador de elétrons



Figura 5- Imagem de espectrômetro de massa do tipo quadrupolo na câmara

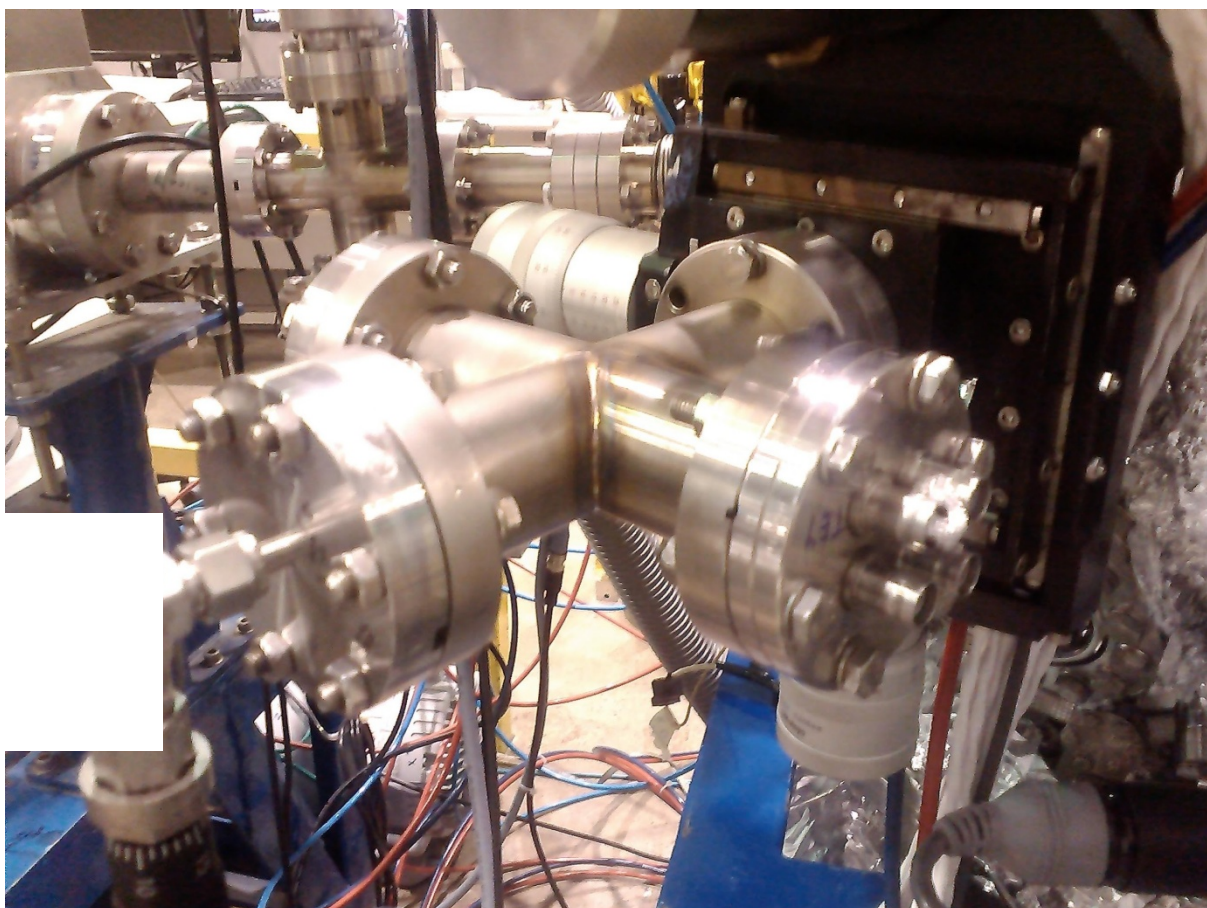


Figura 6- Esse é um “T” nele passa uma agulha que se chama normalmente “agulha de inserção de gás.

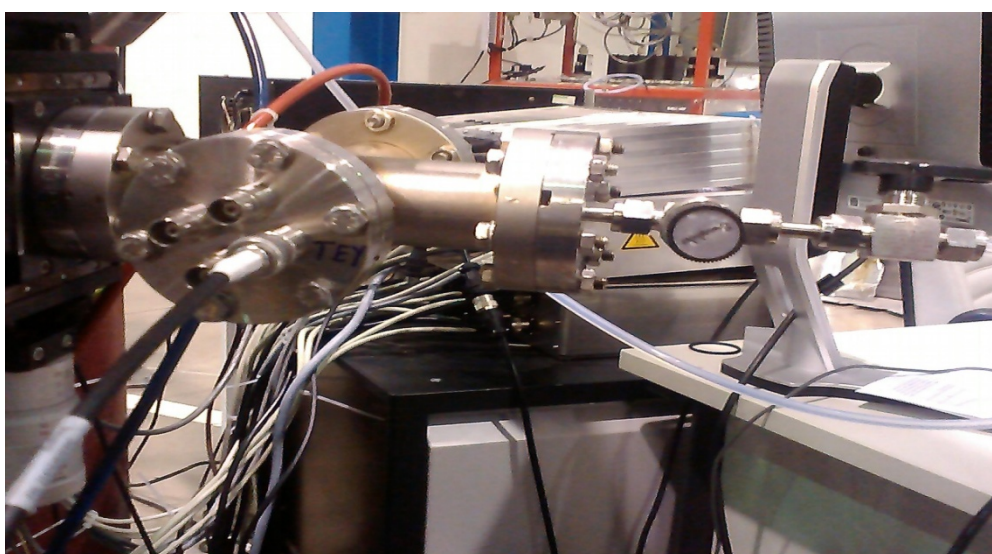


Figura 7- aqui está ligado o cabo de BNC no “TEy”



Figura 8- Amperímetro e caixa de controle de tensão usado no experimento



Figura-9a imagem de cone



Figura 9b- aqui está o cabo liga da caixa até o Amperimetro.

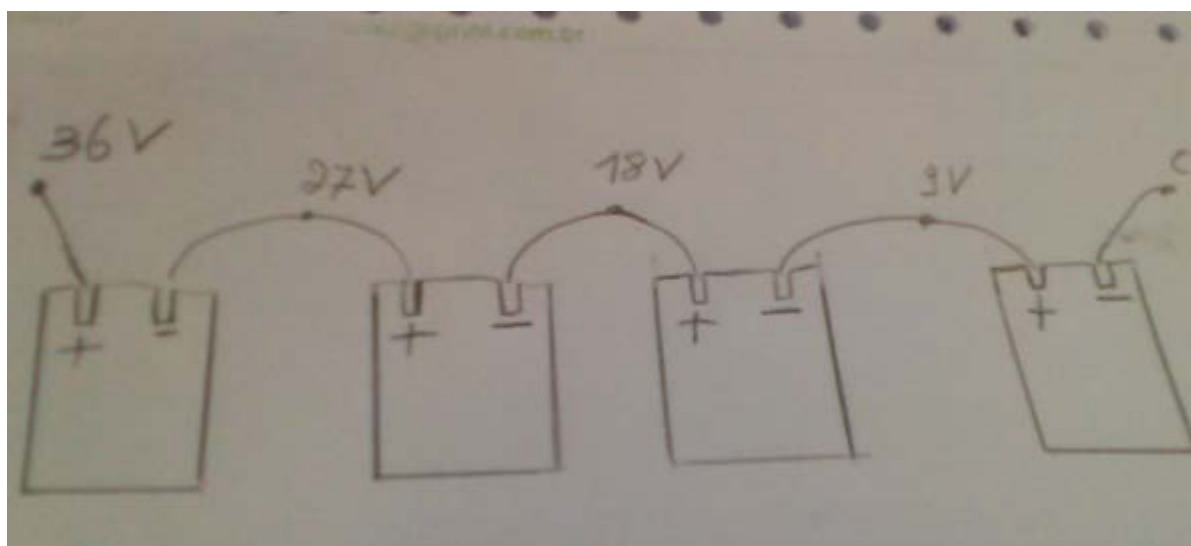


Figura 10 - Montagem das pilhas.(C-terra).

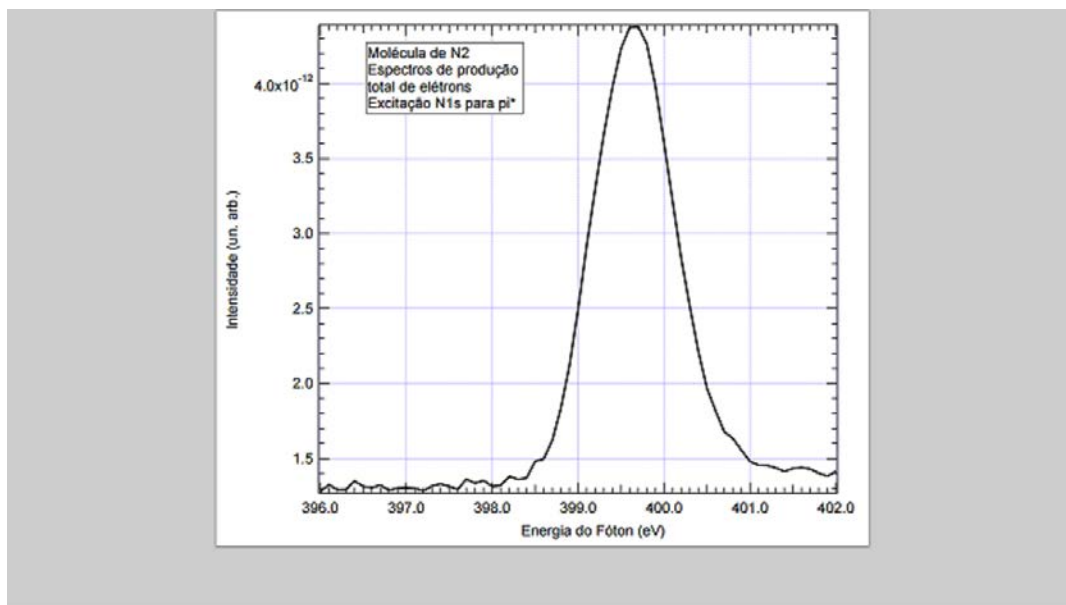


Figura 11 - Espectro de produção total de elétrons em função da energia do fóton. Molécula de N₂. No espectro foi realizado a ionização de elétrons N1s para orbitais desocupados do tipo pi*

Resumo descritivo

<https://www-ssrl.slac.stanford.edu/stohr/nexafs.htm>

Resumindo o que foi tratado nesse site, podemos dizer que :

Este tratamento abrangente dos princípios e aplicações de espectroscopia NEXAFS fundamentais desenvolve todos os conceitos a partir de um nível elementar, apresentando uma imagem unificada dos mais recentes resultados teóricos e experimentais. O poder desta técnica é demonstrada, em particular, na aplicação a moléculas de baixo-Z ligados a superfícies, sistemas de especial interesse em química de superfície, onde NEXAFS revela as propriedades eletrônicas e estruturais das moléculas.

http://fisica.ufpr.br/grad/espectroscopia_rx.pdf

Os termos tratados nesse site são basicamente:

raio-x que são de dois tipos: moles e duros , os raio-x interagem com a matéria em absorção fotoelétrico e espalhamento de Compton,

PRODUÇÃO DE RAIOS-X onde foi produzido raio-x por colisão de elétron, o espectro de raios-X gerados pode ser contínua devido ao elétron ser desacelerado ou radiação de Bremsstrahlung devido ao elétron ser parado quando esta desacelerado ou radiação fluorescência devido ao liberta um excesso de energia através da emissão de um fóton X, de energia igual à diferença de energia de ligação dos níveis entre os quais se deu a transição.

RADIAÇÃO SÍNCROTRON recebe este nome de um tipo de acelerador de partículas. Entretanto, radiação Síncrotron tem se tornado um termo genérico para descrever

radiação de partículas carregadas viajando em velocidades relativísticas em um campo magnético que as força a viajar ao longo de um caminho curvado, XAS é uma ferramenta única para estudar, em escalas atômicas e molecular, a estrutura local em torno de um elemento selecionado que está contido em um material. Foi tratado também

O LABORATÓRIO NACIONAL DE LUZ SÍNCROTRON ESPECTROSCOPIA DE FOTOEMIÇÃO DE RAIOS-X, ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X, Física de XAFS, Fundamentos Teóricos de EXAFS.

<http://www.fisica.net/quantica/efeito-fotoeletrico/>

O que foi tratado nesse site é basicamente

[Teoria do Efeito Fotoelétrico](#) que consiste na emissão de elétrons pela matéria sob a ação da luz. [fóton](#) um fóton atua como uma particular também se comporta como onda, [pressão da luz](#) onde maxwell usa a teoria da eletromagnética da luz para dizer que a luz exerce uma pressão sobre os objetos em que incide.

http://cge2012.impmc.upmc.fr/ppt/fervey_met_exp_2010.pdf

Em breve: Método experimental de raio-x, como realizar um experimento de difração de raio-x, tubo de raio-x e mecanismo de produção de raio-x, fonte de raio-x de síncroton.

http://www.utc.fr/~farges/master_mts/2004-2005/travaux/posters_UE_imagerie/tubes_RX.pdf

Procurando encontramos este site que fala do tubo do raio-x, radio gênio, catodo, principio evolução e funcionamento do tubo. Apesar de não usamos muito dele no projeto.

<http://finslab.com/enciclopedia/letra-a/analizador-de-massa-quadrupolo.php>

Esse site nos dá informação sobre analisador de massa quadrupolo