

Luis Henrique de Lima e Richard Landers

Instituto de Física “Gleb Wataghin” - IFGW - Universidade Estadual de Campinas, Brasil

lhlima@ifi.unicamp.br

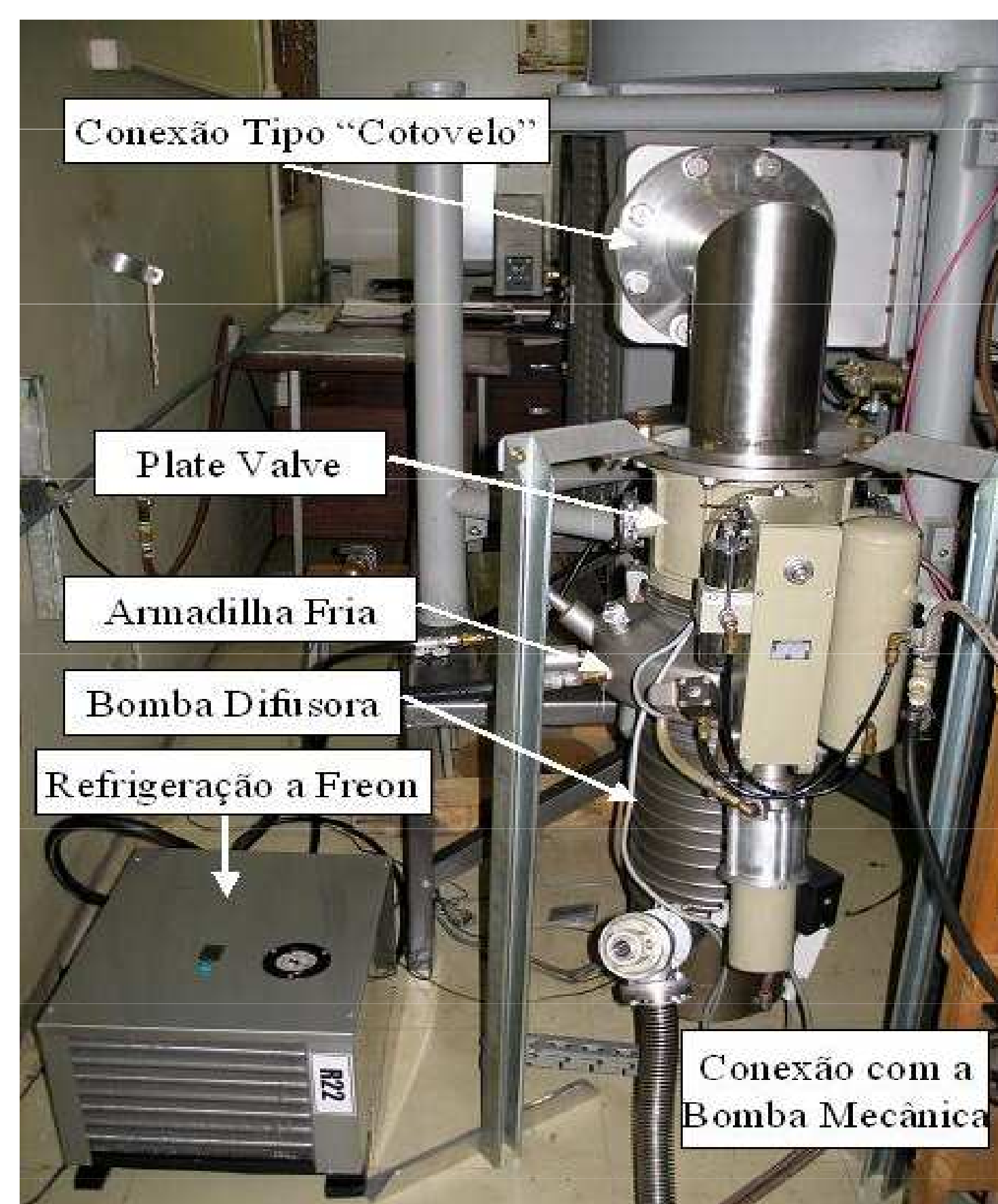
PIBIC/CNPq

XPS –Instrumentação – Raio-X

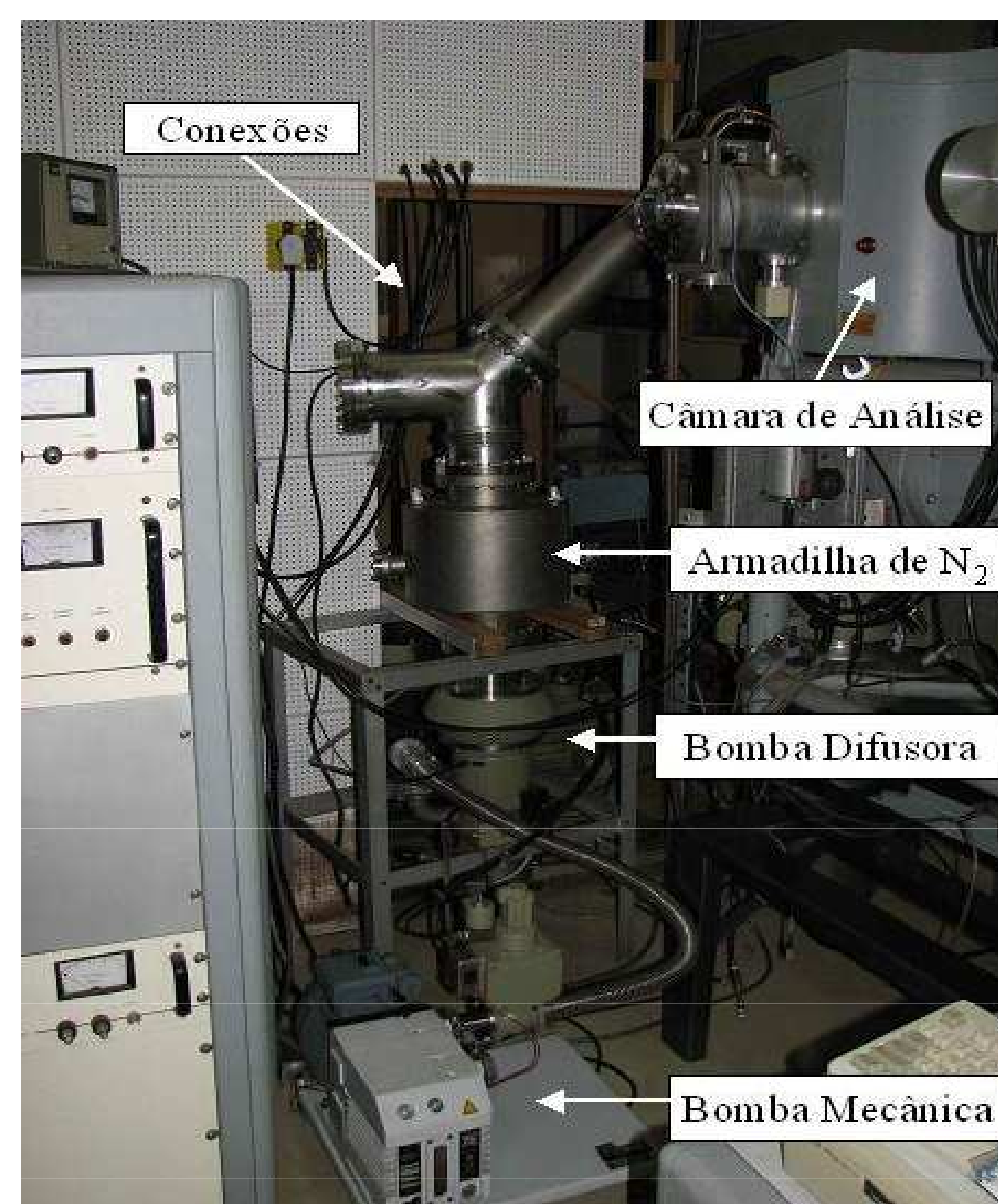
## Introdução

Este trabalho propôs a reconstrução de um Sistema ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis), conhecido também como XPS (X-Ray Photon Electron Spectroscopy) e foi desenvolvido no Grupo de Física de Superfície (GFS) do IFGW. Essencialmente quase toda análise de superfície emprega elétrons de uma forma ou de outra e a razão para isso está em dois fatores experimentais. Primeiro, elétrons com energia cinética entre 15 e 1000 eV têm um livre caminho médio muito curto na matéria condensada ( $< 10 \text{ \AA}$ ). Segundo, a energia de ligação dos elétrons de caroço é uma função que depende do tipo de átomo analisado e das ligações químicas que ele faz com seus vizinhos. Portanto, medidas da energia cinética de fotoelétrons ejetados de sólidos, permite obter informações fundamentais da superfície.

## Sistema de Vácuo



Sistema de Vácuo 1



Sistema de Vácuo 2

O Sistema de Vácuo 1 evacua a câmara do analisador. É obtido com este sistema uma pressão de  $10^{-8}$  Torr.

O Sistema de Vácuo 2 evacua a Câmara da Amostra. A pressão nesta câmara é de  $10^{-7}$  Torr, adequada para o objetivo de analisar substâncias não reativas que degasam muito, e que comprometem a obtenção de pressões menores.

No novo projeto para a fonte de raios-x do aparelho, substituímos a alta tensão negativa aplicada no filamento, por alta tensão positiva aplicada no anodo (12KV). Foi projetado portanto, um tubo de quartzo com 145 mm de comprimento e 32 mm de diâmetro externo, necessário para isolar eletricamente o anodo do restante da câmara.



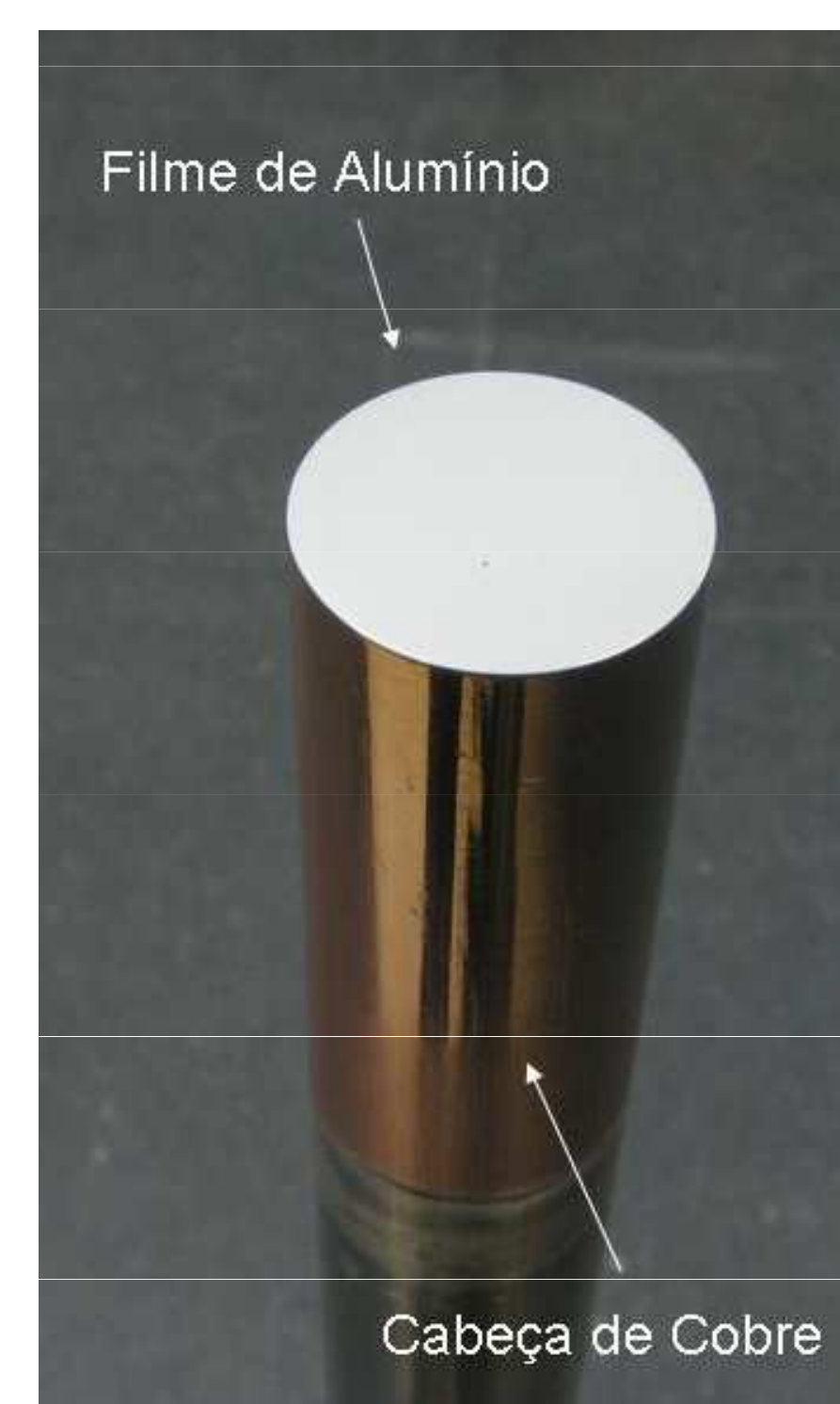
Para a fixação, foram confeccionadas diversas peças em alumínio, utilizando anéis de Viton pra vedação. A refrigeração do anodo é com água gelada destilada (que tem maior resistência elétrica) e há uma caixa de refrigeração, com 7 m de mangueira isolante para aumentar a resistência para uma possível corrente de fuga, já que estamos aplicando um alto potencial elétrico no anodo.



Esquema do aparelho ESCA-36 da marca McPherson utilizado neste projeto. A principal particularidade deste modelo, é a utilização de duas câmaras, uma para a amostra e outra para o analisador. Substituímos o antigo sistema de vácuo, por dois novos sistemas para cada câmara, fazendo vácuo ( $10^{-8}$  Torr) na câmara do analisador e vácuo ( $10^{-7}$  Torr) na câmara da amostra. Este bombeamento diferencial permite analisar amostras que degasam muito, sem afetar o vácuo do detector, o que atualmente não pode ser analisado no Brasil por este tipo de técnica.

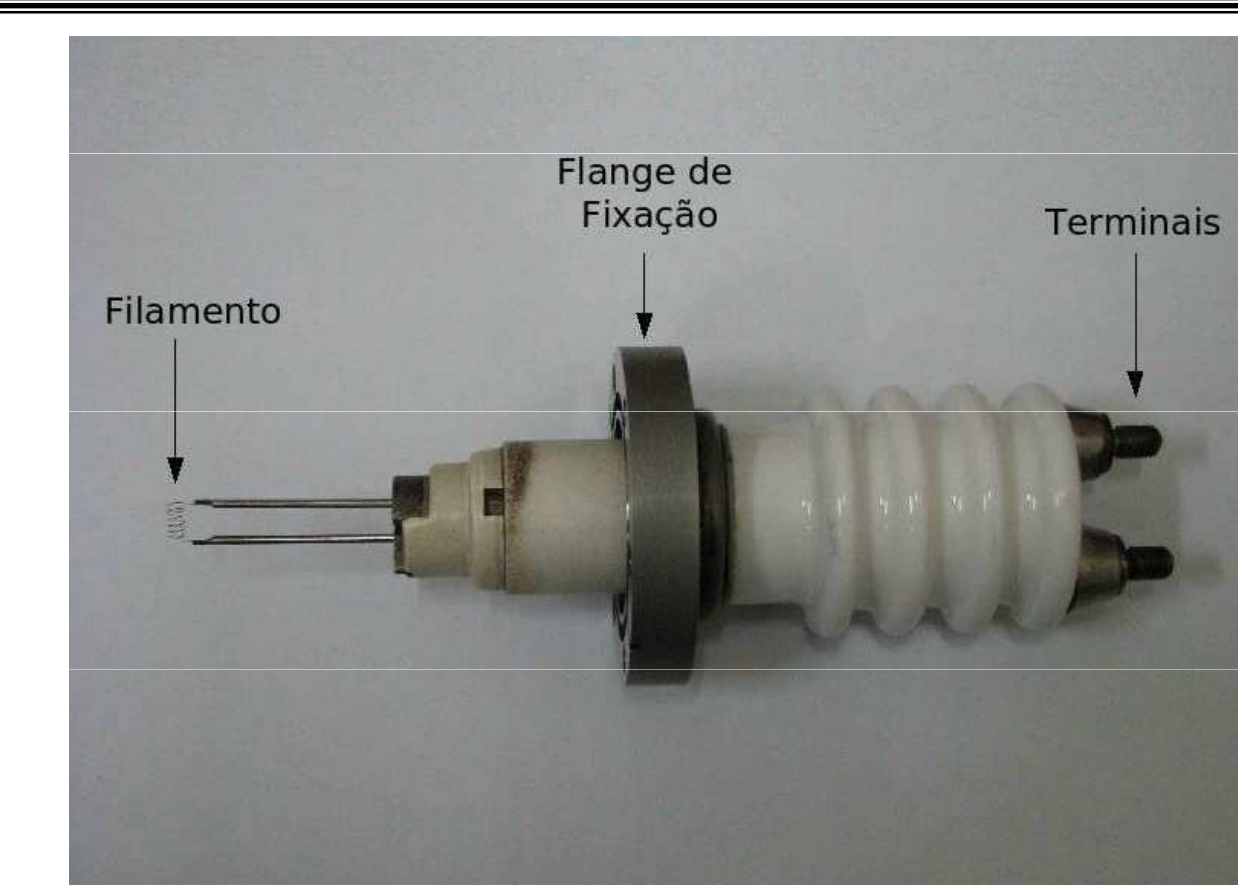
## Anodo de Raios-X

Em uma fonte de Raios-x convencional, elétrons emitidos por um filamento aquecido, são acelerados contra um alvo (alumínio) e ao serem desacelerados no interior do material produzem radiação característica e bremsstrahlung. No projeto original do ESCA-36 o filamento era polarizado negativamente, espalhando elétrons em todas as direções. Modificamos isto, substituindo pela polarização positiva do alvo, que agora passa a atrair os elétrons, preservando principalmente uma fina janela de alumínio que anteriormente era danificada com frequência.



O Anodo é um tubo oco em aço inox, com refrigeração interna a água. Devido a alta energia dissipada pela frenagem dos elétrons, a “cabeça” do anodo é confeccionada em cobre, já que este tem alta condutividade térmica, e pode ser facilmente refrigerado por água. No substrato de cobre foi depositado o filme de alumínio, que é o alvo dos elétrons e produz radiação característica de 1486,6 eV. Para a deposição foram utilizados 0,6 g de Al (99,999% de pureza) produzindo um filme de 2  $\mu\text{m}$  de espessura. Como o anodo é utilizado em vácuo, a união do substrato de cobre com o tubo de aço inox não pode ser feita com técnicas de solda convencionais, foi necessária a realização de uma brasagem em forno a vácuo, utilizando uma liga eutética de AgCuTi. (Agradecemos ao LNLS pela brasagem)

O filamento utilizado é o original, porém como era polarizado negativamente no projeto original, possui uma isolamento elétrico especial em cerâmica, que apesar de mantida, não é necessária já que ao contrário dos -12KV aplicados originalmente, agora a tensão para que ocorra emissão é em torno de 6V.



## Conclusão

O projeto foi realizado durante dois anos e todos os objetivos foram alcançados. Nesta fase final reprojetoamos a fonte de raios-X do aparelho e esperamos em breve obter um espectro de XPS de uma amostra padrão. Novos testes serão realizados.