



PRESIDENCIA DA REPUBLICA  
SECRETARIA DA CIENCIA E TECNOLOGIA

**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

INPE-5405

RPQ--659

**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM  
ESPECTRÔMETRO DE MASSA DO  
TIPO SETOR MAGNÉTICO**

Renato Sérgio Dallaqua  
Gerson Otto Ludwig  
Antonio Montes

INPE  
São José dos Campos  
Agosto de 1991

**Publicado por:**

**Divisão de Ensino e Documentação - DED**

**Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE**

**Caixa Postal 515**

**12201 - São José dos Campos - SP - Brasil**

**Telex: 123.3530 INPE BR**

**Fone: (0123) 41.8977 - Ramal 324**

**Fax: 0123-21-8743**

- Solicita-se intercâmbio
- We ask for exchange
- Si sollecita intercambio
- On demande l'échange
- Mann bittet um Austausch
- Pidesse canje
- Просим обмена
- 歡迎著作交換
- 出版物交換のお願い

**Publicação Externa - É permitida sua reprodução para interessados.**

**SECRETARIA DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

INPE-5405 (RPQ/659)

(RPQ-659)

**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM  
ESPECTRÔMETRO DE MASSA DO  
TIPO SETOR MAGNÉTICO**

**Renato Sérgio Dallaqua  
Gerson Otto Ludwig  
Antonio Montes**

**INPE  
São José dos Campos  
Agosto de 1991**

621.384.8

DALLAQUA, R.S.; LUDWIG, G.O.; MONTES, A.  
Projeto e construção de um espectrômetro de massa do tipo setor magnético. /  
R.S. Dallaqua; G.O. Ludwig; A. Montes. --  
São José dos Campos: INPE, 1991. --  
(INPE-5405-RPQ/659)

1. Espectrômetro de massa. I. Título

## **RESUMO**

Neste relatório são apresentados detalhes do projeto e construção de um espectrômetro de massa do tipo setor magnético. As diversas partes que compõem o instrumento são: fonte de íons, grades (extratora, de análise da energia e aceleração dos íons), lente eletrostática, setor magnético e detetor. Todos estes componentes do instrumento estão montados dentro de uma câmara de vácuo acoplada a um sistema de bombeamento turbomolecular.

# DESIGN AND CONSTRUCTION OF A MAGNETIC SECTOR MASS SPECTROMETER

## ABSTRACT

In this work we describe the design and construction of a sector magnetic mass spectrometer. The main parts of the instrument are: ion source, grids (extraction, energy analysis and ion acceleration), electrostatic lens, magnetic sector and detector. All these components are kept inside a vacuum chamber evacuated by a turbomolecular pump.

## SUMÁRIO

	Pag.
<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	viii
<b>CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO</b> .....	1
<b>CAPÍTULO 2 MOTIVAÇÃO PARA A CONSTRUÇÃO DE UM ESPECTRÔMETRO DE MASSA NO LABORATÓRIO ASSOCIADO DE PLASMA DO INPE</b> . . .	3
<b>CAPÍTULO 3 ESQUEMA DO ESPECTRÔMETRO DE MASSA CONSTRUÍDO</b> .....	5
3.1 FONTE DE ÍONS .....	5
3.2 GRADES: EXTRATORA, PARA ANÁLISE DE ENERGIA E ACEL- ERADORA DOS ÍONS .....	11
3.3 LENTE ELETROSTÁTICA .....	14
3.4 SETOR MAGNÉTICO .....	23
3.4.1 CORREÇÃO AO FRANJAMENTO DO CAMPO MAGNÉTICO . .	25
3.5 DETETOR .....	26
3.5.1 DETETOR DE ÍONS DO TIPO COLETOR DE FARADAY .....	28
3.5.2 MULTIPLICADOR DE ELÉTRONS .....	30
3.6 SISTEMA DE VÁCUO .....	38
3.7 CIRCUITO DE CONTROLE DAS FONTES DE ALIMENTAÇÃO . .	39
3.8 RESOLUÇÃO DO INSTRUMENTO .....	39
3.8.1 RESOLUÇÃO TEÓRICA .....	39
3.8.2 RESOLUÇÃO EXPERIMENTAL .....	43
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	45
<b>APÊNDICE A ESTÁGIO ATUAL DE DESENVOLVIMENTO</b> .	47

## LISTA DE FIGURAS

		Pag.
2.1	Foto da Centrifuga de Plasma. . . . .	3
3.1	Esquema do espectrômetro. . . . .	6
3.2	Curvas da seção de choque de gases com elétrons. (a) gases nobres; (b) outros gases . . . . .	8
3.3	Esquema da fonte de íons. . . . .	10
3.4	Logaritmo da corrente de íons versus potencial aplicado à grade 3. . . . .	13
3.5	Esquema da extração dos íons e posicionamento das grades. . . . .	14
3.6	Parâmetros de uma lente eletrostática. . . . .	15
3.7	Esquema da lente eletrostática. . . . .	17
3.8	Curva P-Q. . . . .	18
3.9	Abertura $\Delta r$ do feixe. . . . .	18
3.10	Fator de preenchimento $\eta$ . . . . .	19
3.11	Circuito de varredura de tensão. a) esquema do circuito; b) forma de onda na saída . . . . .	20
3.12	Circuito de varredura de tensão. a) esquema do circuito; b) forma de onda na saída. . . . .	21
3.13	Circuito de varredura de tensão. a) esquema do circuito; b) forma de onda na saída . . . . .	22
3.14	Setor magnético construído. . . . .	24
3.15	Regra de Barber. . . . .	25
3.16	Campo magnético entre os pólos. a) ideal; b) real, que mostra o franjamento nas bordas dos pólos . . . . .	26
3.17	a) perfil do campo fora dos pólos; b) correção para minimizar o efeito do franjamento. . . . .	27
3.18	Detetor do tipo coletor de Faraday. . . . .	28
3.19	Circuito conversor de corrente em tensão, acoplado ao detetor do tipo coletor de Faraday. . . . .	29
3.20	Esquema do detetor multiplicador de elétrons. . . . .	31
3.21	Esquema do canal multiplicador de elétrons. . . . .	32
3.22	Multiplicador de elétrons. a) canal multiplicador de elétrons CEM 4013; b) ganho como função da tensão de polarização . . . . .	33
3.23	Circuito de polarização da channeltron. . . . .	34
3.24	Circuito conversor de corrente em tensão acoplado à CEM 4013. . . . .	35
3.25	Ganho da channeltron. a) como função da energia dos íons; b) como função da massa dos íons . . . . .	37
3.26	Voltímetro digital para controle das fontes de alimentação . . . . .	40
3.27	Obtenção experimental da resolução . . . . .	43
A.1	Foto do espectrômetro de massa. . . . .	48
A.2	Sistema de vácuo do instrumento. . . . .	49
A.3	Gabinete contendo medidores de vácuo e parte elétrica do instrumento. . . . .	50

**A.4 Montagem da fonte de ions, grades, lente eletrostática e setor magnético. 51**

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

O objetivo da espectrometria de massa é dizer o que está presente numa determinada amostra de material e quanto. Para realizar tal tarefa utiliza-se um instrumento denominado espectrômetro de massa.

Um espectrômetro de massa possui basicamente as seguintes partes:

- uma fonte de íons onde os átomos ou moléculas neutras são transformados em íons (geralmente íons positivos).
- uma região do espaço que contém :
  - 1) só campo elétrico (estático ou dinâmico).
  - 2) só campo magnético.
  - 3) campo elétrico seguido de campo magnético.
  - 4) campo elétrico e magnético que atuam na mesma região do espaço.

O(s) campo(s) que atua(m) sobre os íons faz com que eles sejam separados de acordo com a razão  $m/q$  ( $m$  = massa do íon e  $q$  = carga do íon).

- Um detetor que coleta os íons separados de acordo com a razão  $m/q$ , gerando um sinal elétrico que pode ser observado na tela de um osciloscópio (ou microcomputador) ou registrador  $X - Y$ .

Um bom espectrômetro de massa envolve um bom casamento entre todas as partes que o compõe.

O primeiro espectrômetro de massa foi construído por Thomson em 1911 (1) sendo possível identificar os isotópicos de Neônio. O termo espectrometria de massa foi usado pela primeira vez por Aston em 1919 (2), visto a grande similaridade com a espectrometria ótica.

Desde o trabalho de Thomson, o espectrômetro de massa desempenhou um papel fundamental na Física Nuclear entre 1911 e 1950, e muitos estudos foram feitos para melhorar o desempenho deste instrumento durante estes anos. Em particular, foram feitos estudos para entender qual a melhor maneira de se fazer a separação dos íons e, em especial, a melhor forma do "prisma" magnético.

Dentre os trabalhos de espectrometria de massa feitos na Física Nuclear, destaca-se o trabalho de Bainbridge em 1933 (3) que, através da análise da reação  ${}^1\text{H} + {}^7\text{Li} \rightarrow 2{}^4\text{He}$ , pode fazer a primeira prova experimental da famosa relação massa-energia de Einstein.

Hoje em dia, o espectrômetro de massa deixou de ser um instrumento voltado somente para a ciência pura, mas possui também uma grande aplicação industrial.

Entre os campos da ciência pura em que o espectrômetro de massa é utilizado podem-se citar: Física Nuclear, Física de Plasma, Ciência Espacial, Química, Ciências Biomédicas etc. Para as aplicações industriais e tecnológicas podem ser citadas: indústria nuclear, petrolífera, química, farmacêutica, eletrônica, agricultura, alimentos, controle ambiental etc.

## CAPÍTULO 2

### MOTIVAÇÃO PARA A CONSTRUÇÃO DE UM ESPECTRÔMETRO DE MASSA NO LABORATÓRIO ASSOCIADO DE PLASMA DO INPE

O Laboratório Associado de Plasma do INPE desenvolve pesquisas em vários experimentos de plasma. Um destes experimentos é a Centrífuga de Plasma (PCEN), onde se estuda a viabilidade científica e econômica da separação isotópica de plasmas em rotação. A Figura 2.1 mostra a foto do experimento Centrífuga de Plasma.

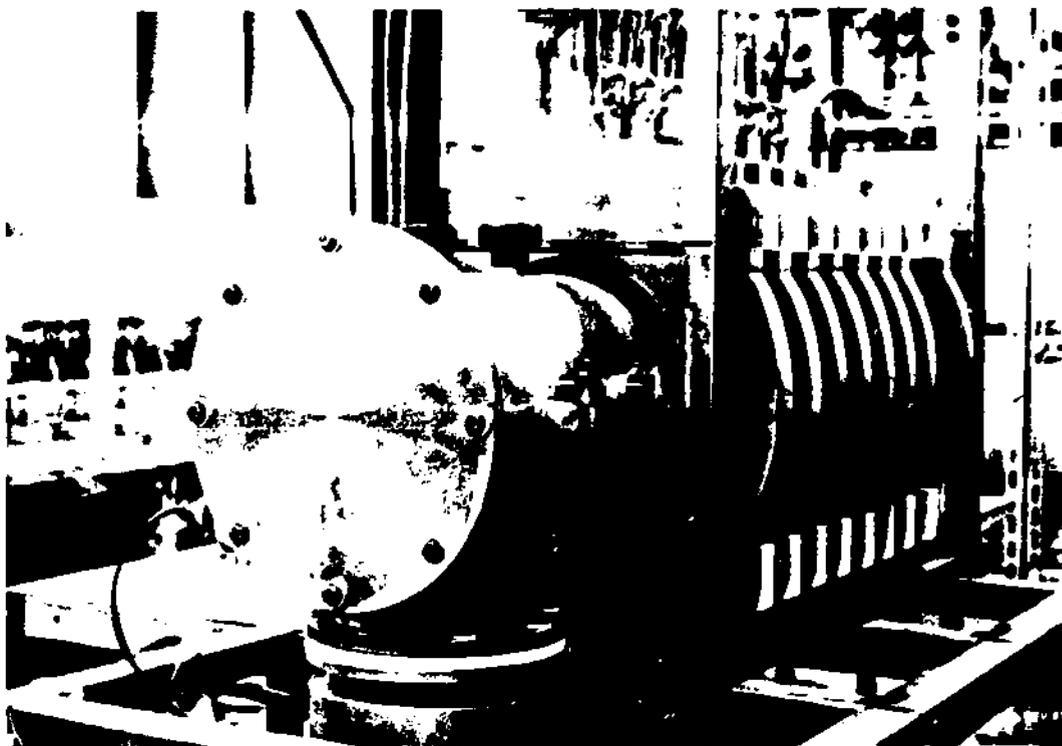


Fig. 2.1 - Foto da Centrífuga de Plasma.

Uma descrição física deste experimento é dado por Bittencourt (1,5) e medidas efetuadas do enriquecimento, por Del Bosco et al (6,7,8). Neste experimento o objetivo é estudar a separação isotópica de elementos metálicos; assim, a maior massa que se pode ter nesse experimento é a do Urânio (238). Os materiais utilizados até o presente momento foram: Carbono(12), Magnésio(24), Zinco(64), Cádmio(112) e Chumbo(208).

Além da capacidade do espectrômetro de massa detectar a razão  $m/q$ , outro parâmetro importante é a resolução do instrumento, isto é, a capacidade de distinguir entre dois valores de  $m/q$  muito próximos. Este parâmetro é dado pela razão  $m/\Delta m$ , onde  $\Delta m$  é a diferença entre as duas massas.

No caso da Centrífuga de Plasma, tem-se que discernir entre os vários isótopos de determinado elemento metálico. Para os vários materiais citados anteriormente tem-se os seguintes valores para  $m/\Delta m$ :

$$\begin{aligned} ({}^{238}\text{U}, {}^{235}\text{U}) &\longrightarrow m/\Delta m \sim 80 \\ ({}^{208}\text{Pb}, {}^{207}\text{Pb}) &\longrightarrow m/\Delta m \sim 216 \\ ({}^{112}\text{Cd}, {}^{113}\text{Cd}) &\longrightarrow m/\Delta m \sim 120 \\ ({}^{67}\text{Zn}, {}^{68}\text{Zn}) &\longrightarrow m/\Delta m \sim 70 \\ ({}^{24}\text{Mg}, {}^{25}\text{Mg}) &\longrightarrow m/\Delta m \sim 25 \\ ({}^{12}\text{C}, {}^{13}\text{C}) &\longrightarrow m/\Delta m \sim 15 \end{aligned}$$

Um outro parâmetro é o tempo de varredura do espectro de massa. Na Centrífuga de Plasma, tem-se um pulso de plasma com duração aproximada de 12 ms, e o espectro deve ser obtido neste intervalo de tempo.

Pode-se então resumir os parâmetros do espectrômetro de massa a ser desenvolvido para ser usado na PCEN como:

- razão massa do íon pela sua carga:  $m/q \leq 250$ .
- resolução :  $m/\Delta m \leq 250$ .
- tempo de varredura:  $\Delta t \leq 10$  ms.

Com este instrumento poderão ser estudados:

- variação do enriquecimento como função do campo magnético aplicado na PCEN.
- variação com o tempo do enriquecimento.
- variação radial do enriquecimento.
- variação do enriquecimento com a massa atômica e
- variação do enriquecimento com o estado de ionização do elemento metálico.

## CAPÍTULO 3

# ESQUEMA DO ESPECTRÔMETRO DE MASSA CONSTRUÍDO

A Figura 3.1 mostra o esquema do espectrômetro de massa construído. Têm-se as seguintes partes: fonte de íons, grades (extratora, análise da energia e aceleradora dos íons), lente eletrostática, setor magnético e detetor dos íons (coletor de Faraday ou multiplicador de elétrons (channeltron)). A seguir apresentam-se os detalhes da função e a construção de cada uma destas partes que constituem o espectrômetro.

### 3.1 FONTE DE ÍONS

Para haver a deflexão pelo campo magnético e posteriormente detectada por um sensor elétrico a amostra a ser analisada, ela primeiro deve ser ionizada, o que é feito pela fonte de íons.

Há vários tipos de fonte de íons em uso, e a escolha de uma delas depende entre outras coisas da amostra a ser analisada e do tipo de espectrômetro usado.

As características desejáveis de uma fonte de íons são:

- Dispersão mínima de energia- os íons devem ser produzidos todos com aproximadamente a mesma energia.
- Sensibilidade - razão alta de íons produzidos por amostra de átomo neutro ou molécula introduzida.
- Espécies iônicas produzidas - às vezes é preciso ionizar a molécula da amostra em estudo, mas outras vezes é necessário que a fonte consiga fragmentar a molécula, para se estudar a estrutura molecular.
- Efeito de gases residuais - este efeito deve ser mínimo sendo devido a todos os gases que não são da amostra como, por exemplo, gases residuais do sistema de vácuo e dos materiais de construção do instrumento.
- Efeitos de memória - quando se troca a amostra mas no espectro da nova amostra ainda aparecem traços da antiga.

- Discriminação de massa - como pode haver campo magnético e elétrico na fonte e seus efeitos não são iguais para massas diferentes pode surgir discriminação de massa e este efeito deve ser minimizado.
- Estabilidade da corrente de íons e ruídos - a corrente de íons deve ser a mais estável possível durante a análise da amostra, e os ruídos devem ser minimizados para a obtenção de um bom espectro.

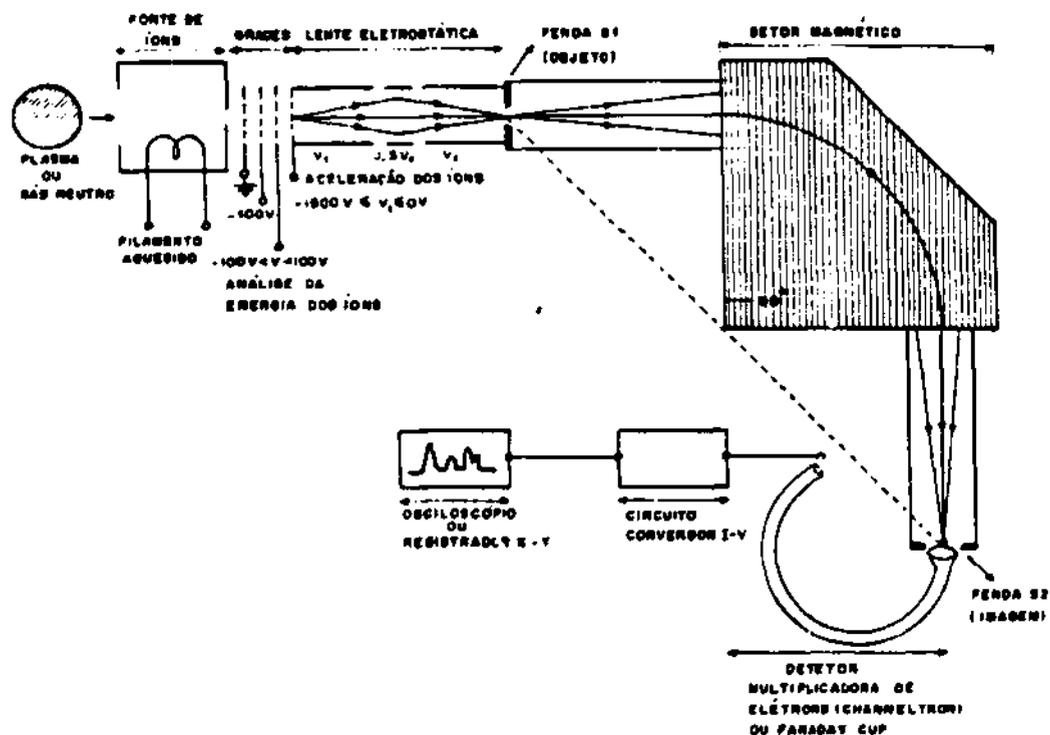


Fig. 3.1 - Esquema do espectrômetro.

Para amostras na forma gasosa e sendo o espectrômetro de massa ora construído do tipo focalização simples (focalização simples e dupla serão discutidas mais adiante), a fonte de íons mais apropriada é a que produz íons por impacto de elétrons.

As principais características desta fonte são:

- dispersão de energia -  $\Delta E \sim 0,1 - 5 \text{ eV}$ .
- alta sensibilidade.
- boa estabilidade na corrente de íons.

A operação e construção desta fonte é muito simples. Um filamento de tungstênio é aquecido, fazendo passar por ele uma corrente de alguns ampères, e elétrons são emitidos. Estes elétrons são acelerados por uma diferença de potencial, e os íons são produzidos pelo impacto dos elétrons com os átomos ou moléculas neutras que compõem a amostra a ser analisada.

Para haver produção máxima de íons, os elétrons devem ser acelerados por uma diferença de potencial de aproximadamente 70 V. Este valor é decorrente do fato de que a seção de choque para impacto de elétrons com a maioria dos gases é máxima para este valor de energia dos elétrons, conforme mostrado na Figura 3.2(a,b), Brown (9),

Na fonte construída foi utilizado fio de Tungstênio de  $107 \mu\text{m}$  de diâmetro e 5 cm de comprimento. A resistência do fio é dada por Ferreira (10),

$$R_f = \frac{4\rho l}{\pi d^2}, \quad (3.1)$$

onde  $l$  é o comprimento do fio,  $d$  é o diâmetro e  $\rho$  a resistividade do Tungstênio, dada por:

$$\rho = [3,54 \times 10^{-10} T_f(K) - 1,43 \times 10^{-7}] (\Omega/\text{m}) \quad (3.2)$$

para temperaturas no intervalo entre 2000 K e 3000 K.

A densidade de corrente de elétrons emitida pelo filamento é dada por:

$$J = AT_f^2 e^{-W/k_B T_f} (\text{A}/\text{cm}^2), \quad (3.3)$$

onde  $T_f$  em K,  $W = 4,5 \text{ eV}$ ,  $A = 60 \text{ A}/\text{cm}^2 \text{K}^2$ ,  $k_B = 1,38 \times 10^{-23} \text{ J}/\text{K}$ .

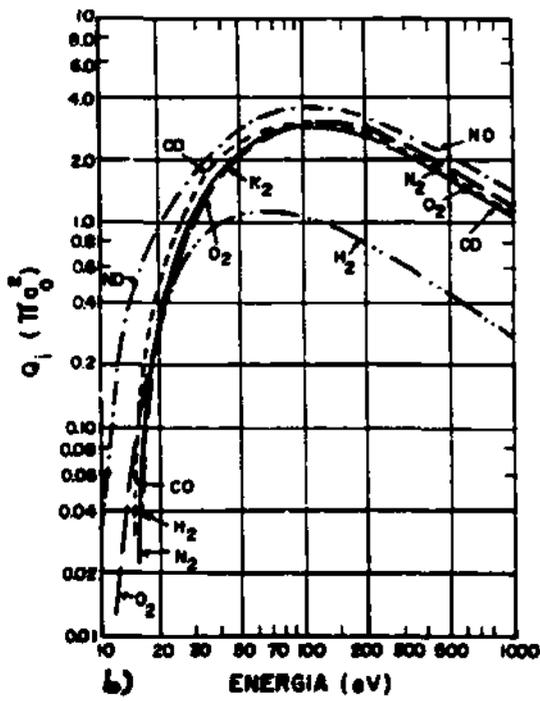
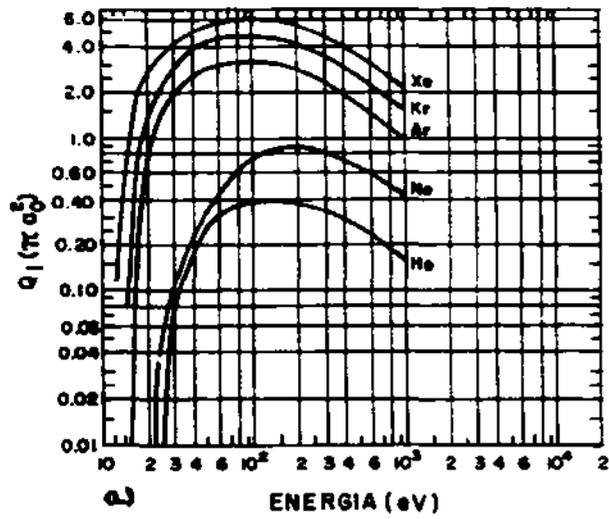


Fig. 3.2 - Curvas da seção de choque de gases com elétrons. (a) gases nobres; (b) outros gases

Para  $T_f = 2000$  K,  $l = 5$  cm,  $d = 107 \mu\text{m}$ , obtém-se:

- resistência do filamento =  $2,8 \Omega$ ,
- corrente emitida pelo filamento =  $185 \mu\text{A}$ .

Para  $T_f = 2500$  K têm-se:

- resistência do filamento =  $4,3 \Omega$ ,
- corrente emitida pelo filamento =  $50$  mA.

Os componentes desta fonte de íons são:

- fio de Tungstênio com diâmetro  $107 \mu\text{m}$  e de  $l = 5$  cm de comprimento.
- fonte de tensão para passar a corrente ( $\sim 2$  A) através do fio de Tungstênio. Fonte Tectrol TCA 40-10 (40 V, 10 A) com regulação melhor que 0.01%
- fonte de tensão para dar uma energia de aproximadamente 70 eV para os elétrons emitidos pelo filamento. Fonte Tectrol TCA 120-02 (120 V, 2 A), regulação melhor que 0.01%.
- ímãs permanentes com campo de aproximadamente 200 Gauss na superfície para aprisionamento dos elétrons emitidos e consequente melhora da eficiência na produção de íons.

A Figura 3.3 mostra o esquema da fonte de íons e a disposição dos ímãs permanentes para melhorar a produção de íons.

Pode-se agora fazer uma estimativa da corrente de íons ( $I_i$ ) a ser obtida da fonte de íons.

Em termos da corrente de elétrons, emitida pelo filamento ( $I_e$ ), da pressão do gás na fonte de íons ( $p$ ) e do livre caminho médio ( $l_e$ ), tem-se:

$$I_i = I_e l_e p \tag{3.4}$$

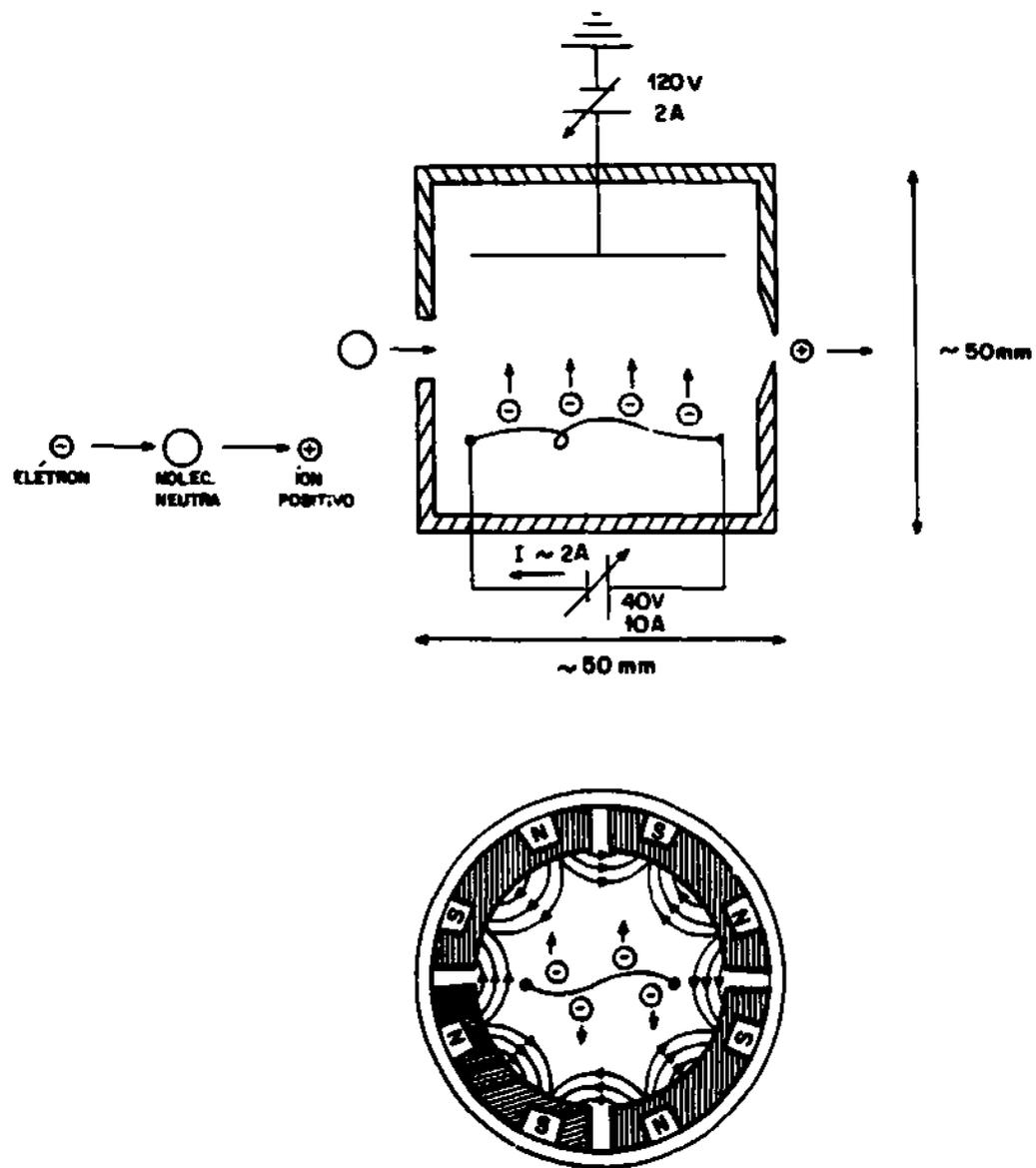


Fig. 3.3 - Esquema da fonte de íons.

Os seguintes valores são razoáveis:  $I_s = 100 \mu\text{A}$ ,  $l_s = 1 \text{ cm}$  e  $p = 1 \times 10^{-4} \text{ mmHg}$ . Com estes valores obtém-se  $I_i = 1 \times 10^{-8} \text{ A}$ . Esta corrente tem de ser extraída da fonte de íons e guiada até o detetor. Assim a corrente  $i$  que chega ao detetor é bem menor que a calculada, podendo-se escrever

$$i = CI_i, \quad (3.5)$$

onde  $C \ll 1$ .

O valor de  $C$  é difícil de calcular, sendo bem razoável assumir  $C \simeq 1/100$  o que resulta em  $i = 1 \times 10^{-10} \text{ A}$ . Dependendo da pressão de trabalho, fendas para definir a resolução do instrumento etc., esta corrente pode ter valores ainda menores.

Este tipo de fonte de íons produz um plasma com os seguintes parâmetros típicos:

- densidade de partículas carregadas ( $n$ ) =  $10^9 - 10^{10} \text{ cm}^{-3}$
- temperatura de elétrons ( $T_e$ ) =  $1 - 3 \text{ eV}$ .
- temperatura de íons ( $T_i$ ) =  $0,1 - 0,5 \text{ eV}$ .

Destes dados obtém-se um parâmetro que será utilizado na próxima seção Este parâmetro é o comprimento Debye ( $\lambda_D$ ), dado pela expressão:

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k_B T_e}{ne^2}}, \quad (3.6)$$

onde  $\epsilon_0 = 8,85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ ,  $k_B = 1,38 \times 10^{-23} \text{ J/K}$ ,  $e = 1,6 \times 10^{-19} \text{ C}$ .

Utilizando os valores típicos de  $n$  e  $T_e$ , obtém-se  $\lambda_D = 0,2 \text{ mm}$ .

### 3.2 GRADES: EXTRATORA, PARA ANÁLISE DE ENERGIA E ACELERADORA DOS ÍONS

Os íons criados na fonte de íons têm agora de ser extraídos dela. Isto pode ser feito por um conjunto de eletrodos ou por grades com determinado espaçamento entre seus fios.

O feixe de íons que deixa a fonte de íons e entra na lente eletrostática deve possuir uma divergência angular pequena. Um valor máximo permitido para a divergência angular ( $\theta$ ) é  $3^\circ (\theta \leq 3^\circ)$ .

O ângulo de divergência do feixe ao passar por uma grade pode ser determinado a partir da expressão, Forrester (11),

$$\theta = \frac{b}{6S_0}, \quad (3.7)$$

onde  $S_0 \sim 2\lambda_D$  e  $b$  é o espaçamento entre os fios da grade.

Utilizando o valor calculado de  $\lambda_D$  para a fonte de íons ( $\lambda_D = 0,2 \text{ mm}$ ) e a tela de aço inox com malha de 270 linhas/polegada.  $b = 58 \mu\text{m}$ . obtém-se  $\theta = 1,2^\circ$ . A transparência desta tela é 40%.

O processo de extração dos íons é efetuado por duas grades. A primeira grade está aterrada (potencial zero) formando uma bainha com largura  $S_0 \sim 2\lambda_D$ . Toda a queda de potencial, entre o plasma (potencial  $V_p$ ) e a grade 1 (potencial zero) ocorre na bainha. A segunda grade está a um potencial negativo ( $V_e$ ), podendo ser variado no intervalo  $-100 \leq V_e \leq 0 \text{ V}$  (esta é a grade que extrai os íons da bainha formada pela primeira grade).

O potencial entre a grade 1 e a grade 2 seguiria a lei de Child-Langmuir (se os íons tivessem velocidade zero),

$$V(x) = \left(\frac{m_i}{2e}\right)^{1/3} \left(\frac{J_i}{\epsilon_0}\right)^{2/3} \left(\frac{3x}{2}\right)^{4/3}, \quad (3.8)$$

onde  $V(x) = 0$  para  $x = 0$  (grade 1) e  $V(a) = V_e$  para  $x = a$  (grade 2).

Esta forma de potencial é modificada, pois os íons penetram na bainha com uma velocidade dada por:

$$v \sim \sqrt{\frac{kT_e}{m_i}} \quad (3.9)$$

A terceira grade tem como função a análise da energia dos íons. Quando o instrumento for utilizado somente como espectrômetro de massa, esta

grade deve ficar no mesmo potencial da grade 2. Quando o instrumento for utilizado na Centrifuga de Plasma, esta grade possibilitará a análise da energia dos íons gerados na PCEN.

Esta análise é possível aplicando potenciais  $V_{ac} > 0$  V, isto é, potenciais retardadores aos íons. Ao aumentar o potencial positivo, menos íons vão chegar ao detector, e a curva da corrente coletada (logaritmo da corrente) de íons versus o potencial aplicado à grade 3 dará uma curva como mostrada na Figura 3.4, de cujo coeficiente angular obtém-se a energia dos íons.

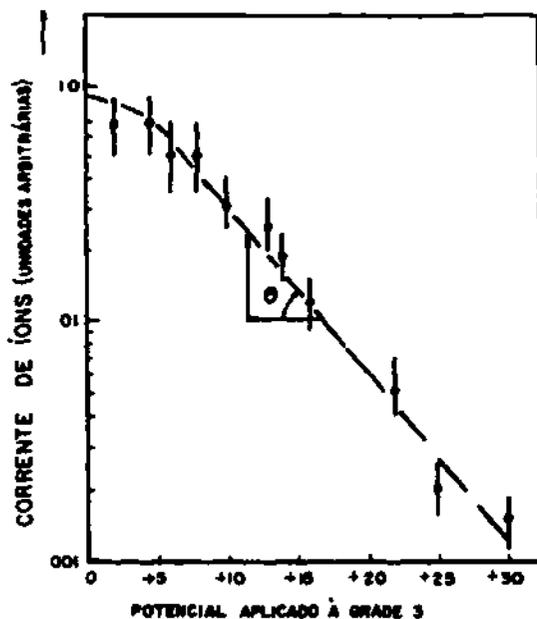


Fig. 3.4 - Logaritmo da corrente de íons versus potencial aplicado à grade 3.

A quarta grade está ligada à lente eletrostática e sua função é dar uma energia adicional aos íons extraídos da fonte de íons. A necessidade de dar uma energia adicional aos íons será visto mais adiante.

O potencial nesta grade varia entre os valores  $-1500 \leq V_4 \leq 0$  V, sendo obtido através de um circuito de varredura, cujos detalhes serão mostrados na próxima seção. Fazendo a varredura de tensão nesta grade, obtém-se o espectro de massa.

Foram utilizados na construção e polarização destas grades:

- tela de aço inox, 270 linhas/polegada, fio de diâmetro  $\phi = 36 \mu\text{m}$ , distância entre fios  $b = 58 \mu\text{m}$ , transparência 40%.
- duas fontes de tensão Tectrol TC300-002 (300 V, 200 mA), com regulação melhor que 0.01%.
- fonte de tensão Tectrol TCH3000-005 (3 KV, 5 mA), com regulação melhor que 0.005%.
- circuito de varredura construído no Laboratório Associado de Plasma.

A Figura 3.5 mostra a disposição, polarização, distâncias etc. deste conjunto de grades.

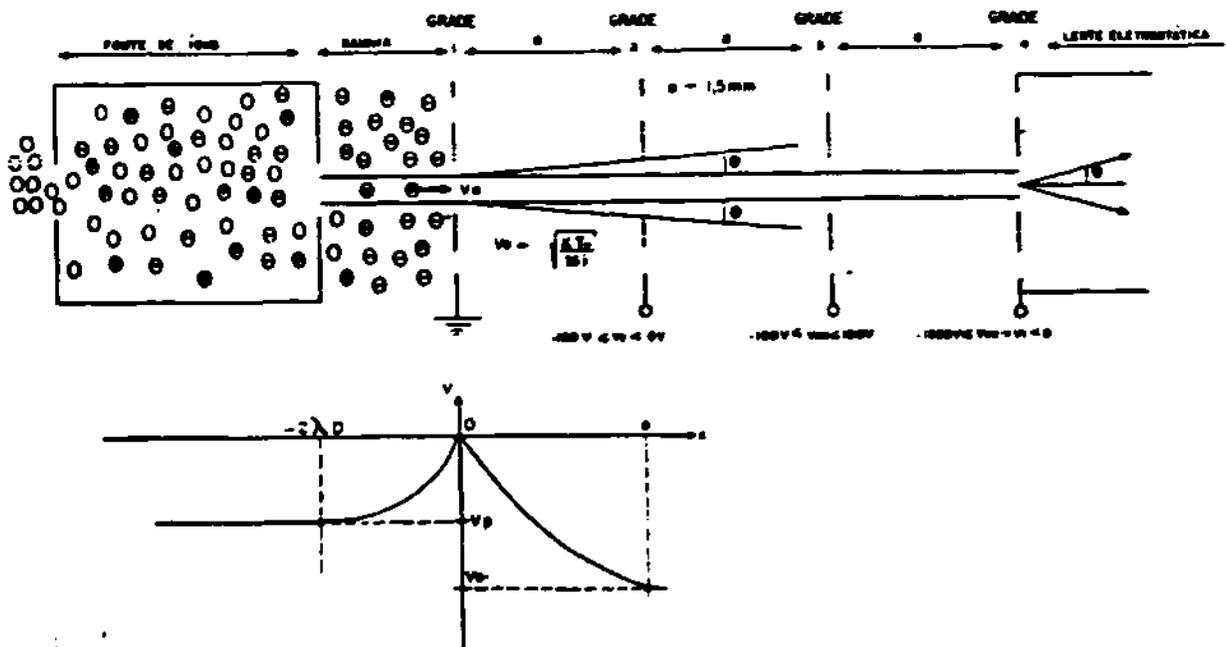


Fig. 3.5 - Esquema da extração dos íons e posicionamento das grades.

### 3.3 LENTE ELETROSTÁTICA

Os íons uma vez criados e extraídos vão agora ser colimados o mais possível para atingir a fenda  $S_1$  (objeto) e penetrarem no setor magnético.

A lente construída é do tipo "einzel" ou unipotencial. A lente é composta de três elementos em que o primeiro e o terceiro estão num mesmo potencial  $V_1$  e o elemento central está numa tensão maior ou menor que  $V_1$ . Tal lente não altera a energia dos íons, isto é, a energia de entrada é igual à energia de saída da lente eletrostática.

O dimensionamento, os gráficos, as figuras etc. da lente eletrostática foram obtidos de Harting (12). A Figura 3.6 mostra alguns parâmetros de uma lente eletrostática.

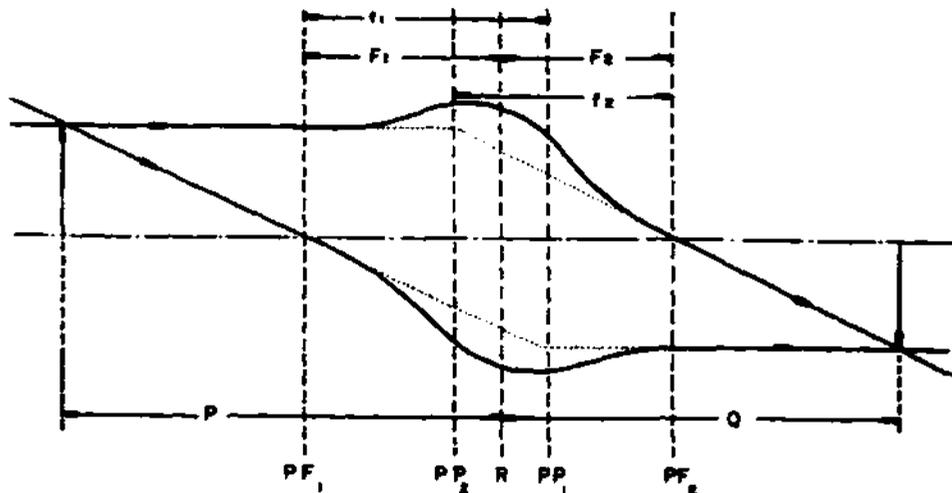


Fig. 3.6 - Parâmetros de uma lente eletrostática.

A identificação dos parâmetros da Figura 3.6 é dada a seguir:

- $R$  - é um plano de referência, usualmente um plano de simetria por reflexão.
- $P$  - distância conjugada do objeto.
- $Q$  - distância conjugada da imagem.
- $F_1$  - distância focal.
- $F_2$  - distância focal.
- $f_1$  - meia distância focal.
- $f_2$  - meia distância focal.

- $PP_1$ -primeiro plano principal.
- $PP_2$ -segundo plano principal.
- $PF_1$ -primeiro foco principal.
- $PF_2$ -segundo foco principal.

Tem-se a relação de Newton para lentes espessas:

$$(P - F_1)(Q - F_2) = f_1 f_2 \quad (3.10)$$

A ampliação linear  $M$  é dada por:

$$M = \frac{-f_1}{P - F_1} = \frac{Q - F_2}{-f_2} \quad (3.11)$$

O comprimento total da lente é dado por:

$$L = P + Q = \left[ F_1 - \frac{f_1}{M} \right] + [F_2 - M f_2] \quad (3.12)$$

O diâmetro da lente é dado por:

$$D = \frac{L}{F_1 + f_1 + F_2 + f_2} \quad (3.13)$$

O coeficiente de aberração esférica em termos da ampliação linear é:

$$C_S(M) = C_{S0} + C_{S1}M^{-1} + C_{S2}M^{-2} + C_{S3}M^{-3} + C_{S4}M^{-4} \quad (3.14)$$

A Figura 3.7 mostra o desenho da lente do tipo "einzel", construída utilizando tubo de aço inox (tubos cilíndricos).

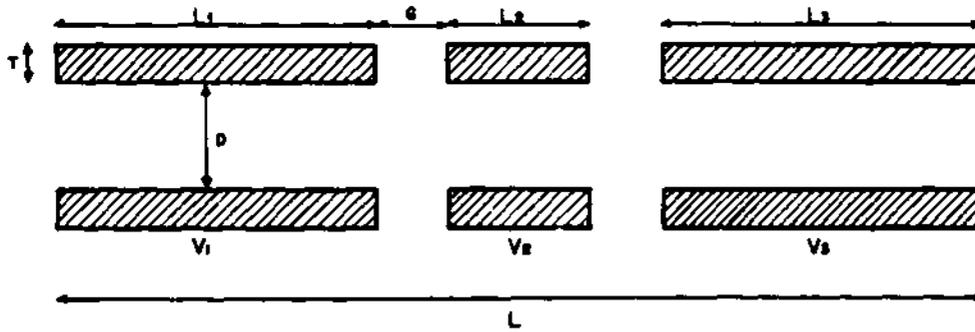


Fig. 3.7 - Esquema da lente eletrostática.

Os parâmetros da lente eletrostática são:

$L = 100 \text{ mm}$	$V_2 = 0,3V_1$	$M = -1$
$D = 8 \text{ mm}$	$P = Q = 50 \text{ mm}$	$C_{S0}/D = 144$
$G = 0,1D = 0,8 \text{ mm}$	$F_1/D = 3,11$	$C_{S1}/D = -555$
$l_1 = l_3 = 45,6 \text{ mm}$	$F_2/D = 3,11$	$C_{S2}/D = 822$
$l_2 = 7,2 \text{ mm}$	$f_1/D = 3,15$	$C_{S3}/D = -555$
$t = 1 \text{ mm}$	$f_2/D = 3,15$	$C_{S4}/D = 144$
$V_1 = V_3$		

A Figura 3.8 mostra a localização da lente na curva  $P - Q$ .

Como foi visto na seção anterior, o feixe de íons depois de ser extraído possui uma divergência angular  $\theta$  ( $\theta \sim 1,2^\circ$ , calculado). Isto faz com que o feixe ao sair da lente tenha uma abertura  $\Delta r$ , como mostrado na Figura 3.9.

O valor de  $\Delta r$  é obtido a partir da expressão:

$$\Delta r = L\theta^3 g_2, \quad (3.15)$$

onde

$$g_2 = \frac{C_{S0} - C_{S1} + C_{S2} - C_{S3} + C_{S4}}{D} \frac{D}{F_1 + f_1 + F_2 + f_2} \quad (3.16)$$

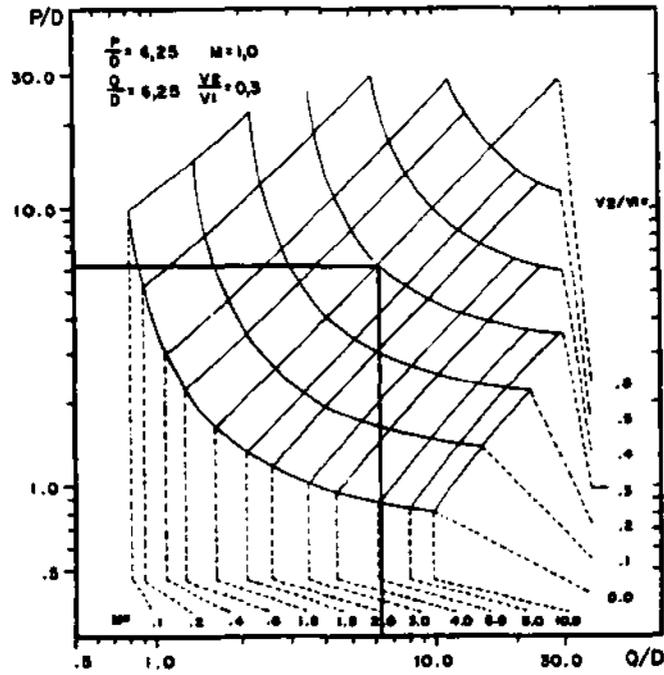


Fig. 3.8 - Curva P-Q.

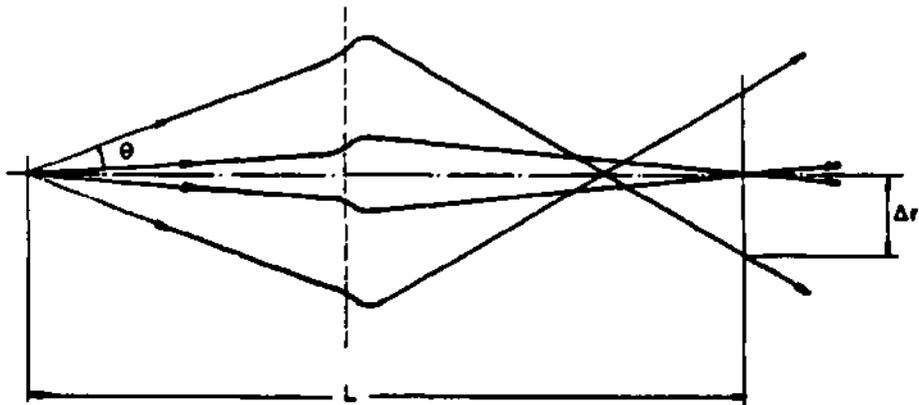


Fig. 3.9 - Abertura  $\Delta r$  do feixe.

Com  $g_2 = 177$ ,  $L = 100$  mm.  $\theta = 1,2^\circ = 0,02$  rd. obtém-se  $\Delta r \simeq 0,14$  mm.

Como foi salientado antes,  $\theta$  deve ser pequeno, visto que  $\Delta r$  depende com  $\theta^3$ .

Um outro fator importante é o fator de preenchimento  $\eta$ , que deve ser mantido menor que 50%. Este fator é definido pela expressão:

$$\eta = \frac{2\theta \frac{L}{2}}{D} \quad (3.17)$$

A Figura 3.10 mostra como é obtido o fator  $\eta$ . Com os valores de  $\theta$ ,  $L/2$  e  $D$ , obtém-se  $\eta = 0,25$ (25%).

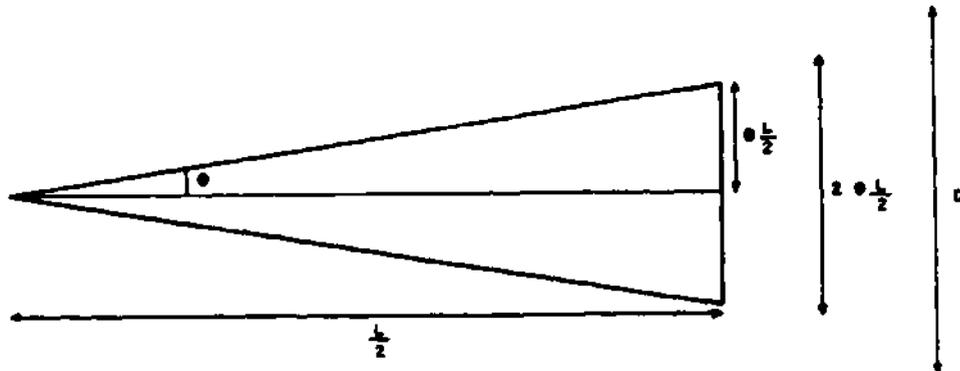


Fig. 3.10 - Fator de preenchimento  $\eta$ .

A tensão nos elementos da lente eletrostática é suprida por um gerador de varredura, construído no Laboratório Associado de Plasma do INPE. O gerador de varredura possui três alternativas para alimentar a lente eletrostática e a grade aceleradora ligada na entrada da lente (4a. grade).

As alternativas são:

1) O circuito mostrado na Figura 3.11a supre a lente eletrotática pela carga de um capacitor. O capacitor  $C_1 = 0,1 \mu\text{F}/2,5 \text{KV}$  ou  $C_2 = 1 \text{KpF}/3 \text{KV}$  é carregado através do resistor  $R_1 = 2 \text{M}\Omega(2\text{W})$  em série, com  $R_2 = 1,5 \text{M}\Omega$  (variável), pela fonte de tensão  $V$ . Na Figura 3.11a são mostradas três saídas onde  $V_1$  é aplicado ao

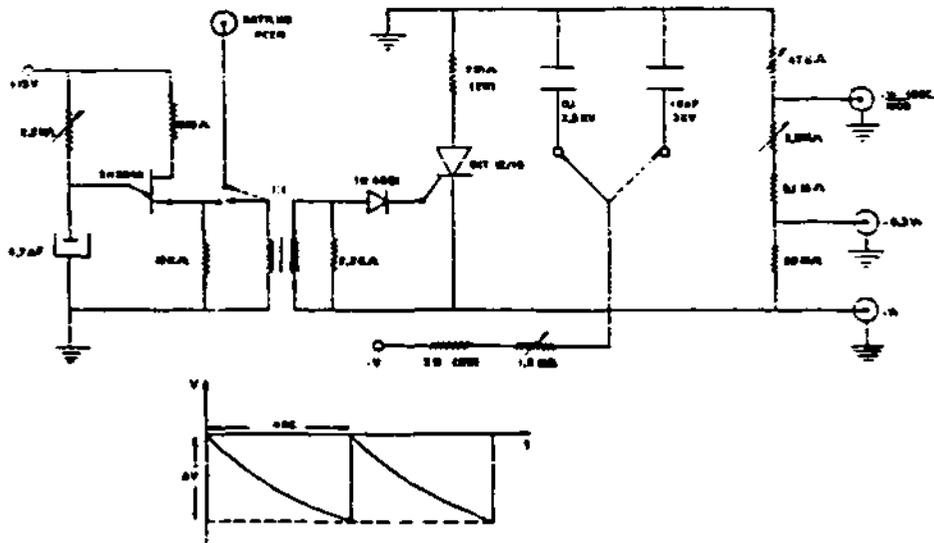


Fig. 3.11 - Circuito de varredura de tensão. a) esquema do circuito; b) forma de onda na saída

primeiro e terceiro elemento da lente e  $0,3V_1$  é aplicado ao elemento central. A saída  $V_1/1000$  serve para a varredura ser observada num osciloscópio.

O tempo de duração da varredura é dado por  $\tau \sim 4RC$ . Se se ajustar  $R = R_1 + R_2 = 3\text{ M}\Omega$  têm-se duas possibilidades: a)  $C_1 = 0,1\ \mu\text{F}$ , obtém-se  $\tau \sim 4RC_1 = 1,2\text{ s}$ ; b)  $C_2 = 1\ \text{KpF}$ , obtém-se  $\tau \sim 4RC_2 = 12\text{ ms}$ .

A condição  $\tau = 12\text{ ms}$  é para ser usada na PCEN, pois, como já foi dito tem-se um pulso de plasma com duração aproximada de 12 ms neste experimento.

O tempo entre duas varreduras de tensão, isto é, carga e descarga do capacitor, é controlado pelo SCR-SKT 12/16 (12 A, 1600 V). O acionamento do SCR é feito de acordo com a aplicação do instrumento.

Quando utilizado na PCEN (condições transitórias), o acionamento do SCR é feito através do gatilho da PCEN, ou seja, está sincronizado com a formação do plasma. Quando em outra aplicação (condições DC), o acionamento é feito através do transistor de unijunção (UJT) 2N2646, e o intervalo de acionamento é definido pelo capacitor  $C_3 = 4,7\ \mu\text{F}$  e o resistor variável  $R_3 = 2,2\ \text{M}\Omega$ .

A amplitude máxima que poderá ser utilizada neste circuito é  $\Delta V = -1500\text{ V}$ , visto que o valor máximo de tensão reversa do SCR é 1600 V. Figura 3.11b

mostra a forma do pulso de tensão aplicada à lente eletrostática e da aceleração dos ions. 4a. grade.

2) O circuito mostrado na Figura 3.12a supre a lente eletrostática com uma tensão do tipo dente de serra, como mostrada na Figura 3.12b.

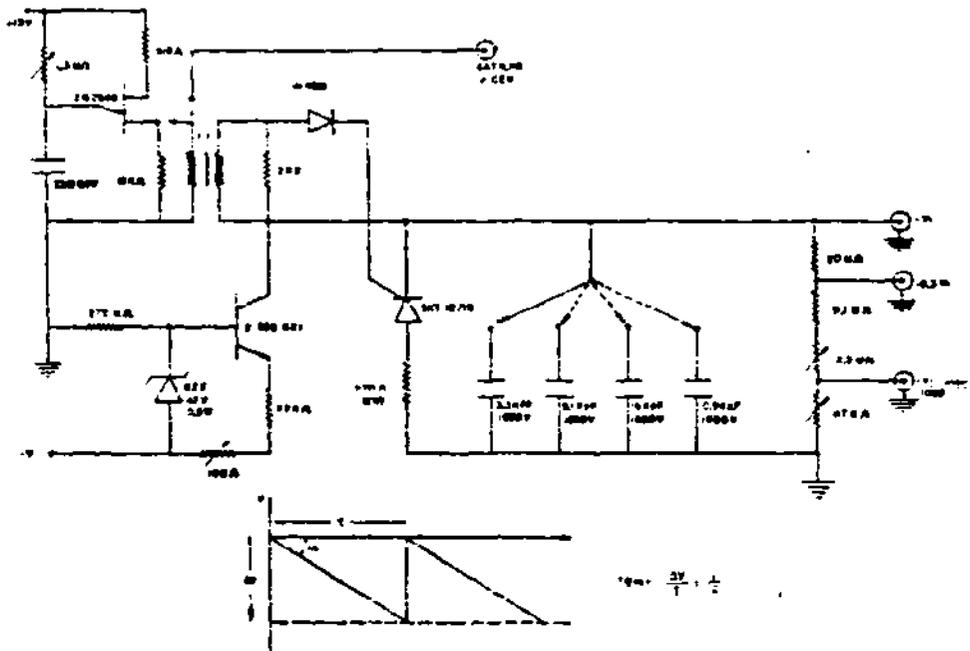


Fig. 3.12 - Circuito de varredura de tensão. a) esquema do circuito; b) forma de onda na saída.

Tem-se a relação :

$$i = C \frac{\Delta V}{\tau} \tag{3.18}$$

ou

$$\tau = C \frac{\Delta V}{i} \tag{3.19}$$

Este circuito utiliza um transistor NPN de potência modelo 2SDB621 com  $V_{(BR)CEO} = 900 \text{ V}$ , ou seja,  $\Delta V_{max} = -900 \text{ V}$ . A corrente ( $i$ ) da Expressão 3.18

e 3.19 é definida pela malha formada pelo diodo zener BZX (47 V, 0.5 W) e pelos resistores colocados no emissor do transistor.  $R_{E1} = 22 \text{ K}\Omega$  e  $R_{E2} = 10 \text{ K}\Omega$  (variável).

O tempo  $\tau$  é agora determinado pelo capacitor  $C$  e como mostrado na Figura 3.12a, têm-se:  $C_1 = 3,3 \text{ KpF}$ ,  $C_2 = 8,1 \text{ KpF}$ ,  $C_3 = 16 \text{ KpF}$  e  $C_4 = 0,94 \mu\text{F}$ . Por exemplo, se a chave for colocada no capacitor  $C_4 = 0,94 \mu\text{F}$ , com  $\Delta V_{\text{max}} = 900 \text{ V}$  e  $i = 1,5 \text{ mA}$ , obtém-se a partir da Relação (3.19),  $\tau = 0,6 \text{ s}$ .

O tempo entre pulsos do dente de serra é controlado pelo SCR e este é acionado, como antes, tanto pelo gatilho da PCEN como pelo transistor de uniunção (UJT) 2N2646.

3) O circuito mostrado na Figura 3.13a também supre a lente eletrostática com um pulso de tensão do tipo dente de serra, como mostrado na Figura 3.13b. A única diferença em relação ao circuito da Figura 3.12a é a utilização de um transistor NPN de potência (2SD1541), com  $V_{(BR)CEO} = 1500 \text{ V}$ , ou seja,  $\Delta V_{\text{max}} = -1500 \text{ V}$ .

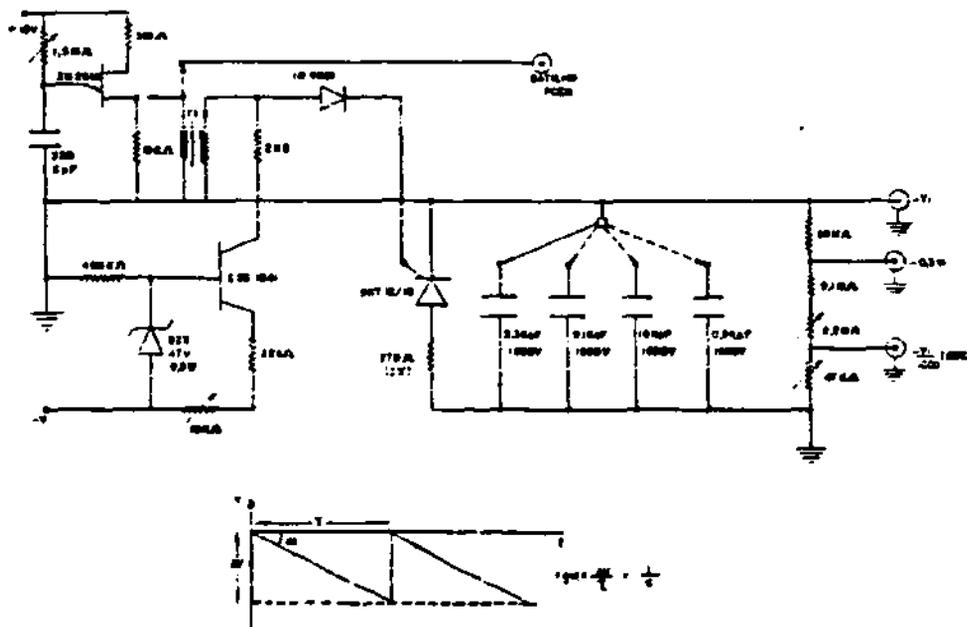


Fig. 3.13 - Circuito de varredura de tensão. a) esquema do circuito; b) forma de onda na saída

Todos os três circuitos são alimentados por uma fonte de tensão da Tectrol modelo TCH3000-005 (3 KV, 5 mA), com regulação melhor que 0,005%.

### 3.4 SETOR MAGNÉTICO

A equação que governa o movimento dos íons num campo magnético estático uniforme é:

$$\frac{mv^2}{R} = ZevB. \quad (3.20)$$

onde a velocidade dos íons é dada por:

$$v = \sqrt{\frac{2}{m}(E_i + ZeV_a)} \quad (3.21)$$

Na Expressão 3.20,  $E_i$  é a energia com que os íons são criados na fonte de íons,  $ZeV_a$  é a energia dada aos íons pela grade aceleradora que está ligada à entrada da lente eletrostática ( $V_a = V_{ac} = V_1$ ,  $Ze =$  carga do íon ( $Z = 1, 2, 3, \dots$ )).

Como será visto mais adiante, ao ser discutida a resolução ( $m/\Delta m$ ) do instrumento, deve-se ter  $ZeV_a \gg E_i$ . Neste caso, obtém-se a partir das Relações 3.20 e 3.21,

$$\frac{m}{Z} = \frac{eR^2B^2}{2V_a} \quad (3.22)$$

Fixando-se o raio  $R$  da entrada dos íons no setor magnético, o espectro de massa é obtido variando  $B$  ou  $V_a$ . Decidiu-se usar ímãs permanentes e, então, o espectro foi obtido variando  $V_a$ . O potencial acelerador deve ser tal que  $ZeV_a \gg E_i$ , onde pelo tipo de fonte escolhido  $0,1 \leq E_i \leq 5$  eV. O potencial acelerador é fornecido pelos circuitos mostrados nas Figuras 3.11, 3.12 e 3.13 os quais podem fornecer  $0 \leq V_a \leq 1500$  V. O setor magnético escolhido tem um ângulo de  $90^\circ$ .

A Figura 3.14 mostra o setor magnético de  $90^\circ$ , construído utilizando ímãs permanentes de bário-estrôncio e aço 1010/1020. Foi utilizada uma disposição quadrada de ímãs permanentes (P.M.) com 50 mm de altura e 120 mm de lado e, para completar o circuito magnético, chapa de aço 1010/1020 na forma mostrada na Figura 3.14. A distância entre os pólos (gap) é de 3 mm.

Como pode ser visto na Figura 3.14, o ângulo de  $90^\circ$  está entre as duas linhas pontilhadas, ou seja, as faces do setor magnético estão a cerca de 3 mm

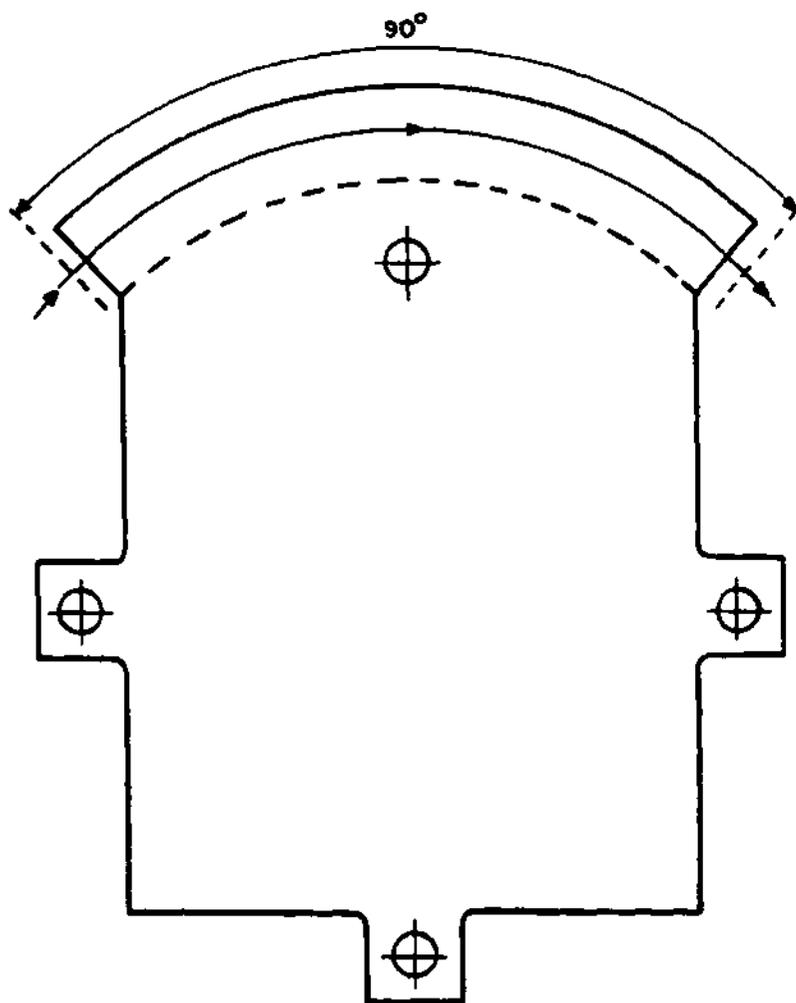
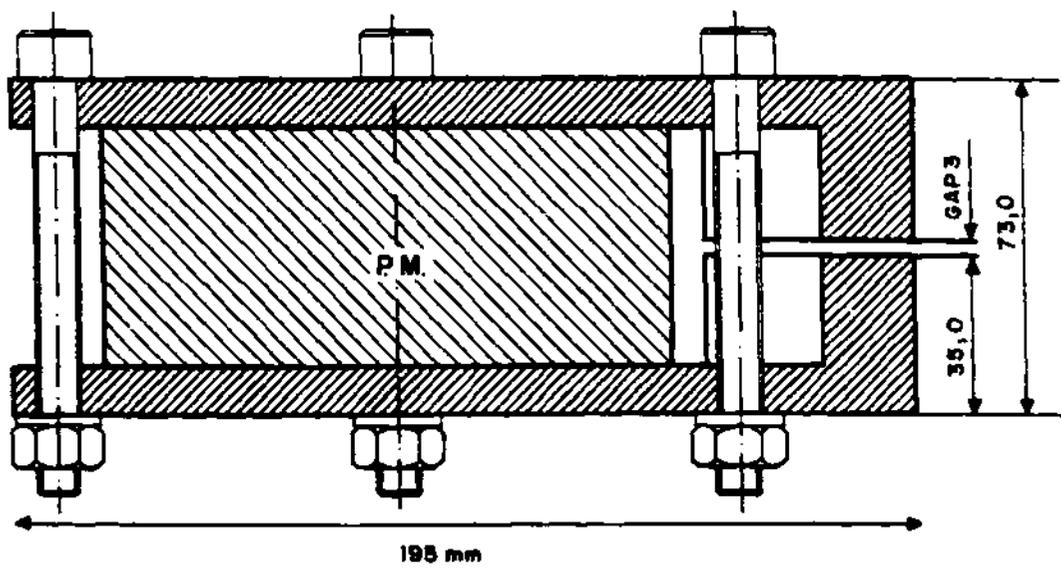


Fig. 3.14 - Setor magnético construído.

da linha pontilhada (igual à distância entre os pólos). Esta é uma maneira de corrigir o efeito do franjamento do campo, o que será visto com detalhes mais adiante.

Na saída da lente eletrostática é colocada uma fenda  $S_1$  que define o objeto e na entrada do detetor, uma outra fenda  $S_2$  que define a imagem. A disposição da fenda  $S_1$ , vértice do setor magnético, e da fenda  $S_2$  não é qualquer uma mas segue a regra de Barber (13). Esta regra diz que a fenda  $S_1$ , o vértice e a fenda  $S_2$  devem estar numa mesma linha reta, como indicado na Figura 3.15. Os íons entram e saem fazendo um ângulo de  $90^\circ$  com as faces do setor magnético.

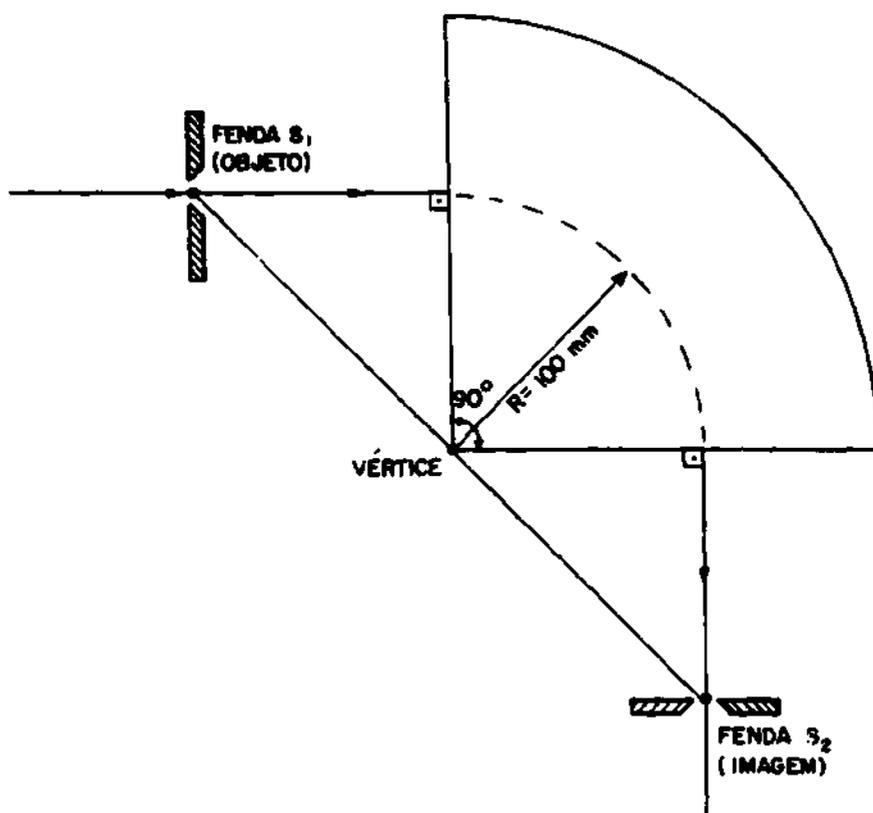


Fig. 3.15 - Regra de Barber.

### 3.4.1 CORREÇÃO AO FRANJAMENTO DO CAMPO MAGNÉTICO

Nos cálculos da "ótica" do sistema considera-se que o campo B tem um contorno bem definido, como indicado na Figura 3.16a. Na prática ocorre um franjamento do campo, como indicado na Figura 3.16b. Desse modo, os íons começam a sentir os efeitos do campo antes de atingirem as bordas do setor magnético. O efeito deste franjamento é um alargamento da imagem.

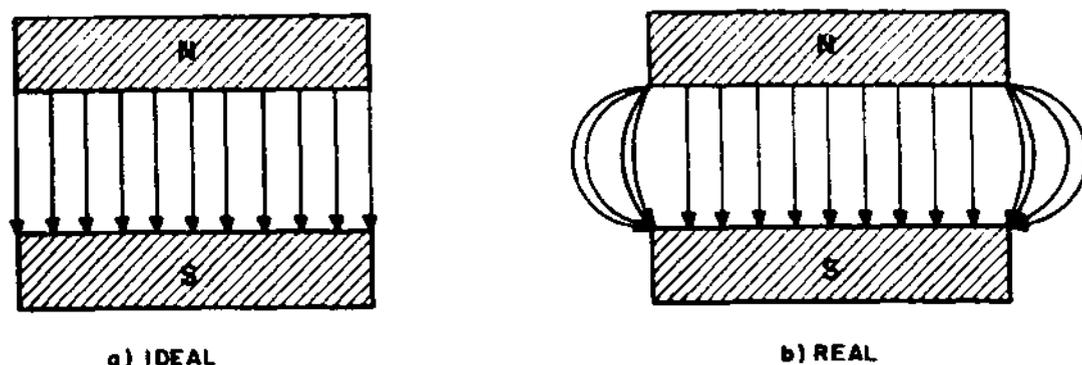


Fig. 3.16 - Campo magnético entre os polos. a) ideal: b) real. que mostra o franjamento nas bordas dos polos

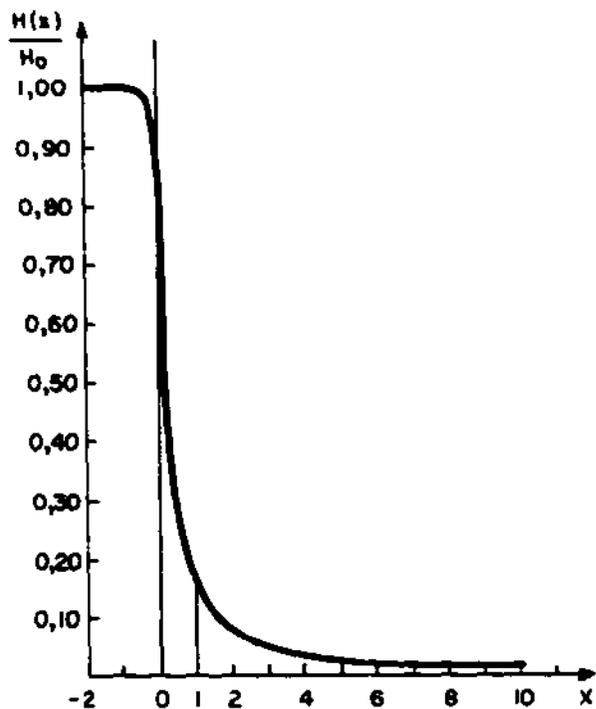
A Figura 3.17 dá o perfil do campo fora dos polos. Vê-se que a maior parte do campo se concentra numa distância igual à existente entre os polos ( $x$  está em unidades de distância entre os polos,  $x = 1$  é a distância entre os polos.).

Há vários métodos para corrigir este efeito, sendo o mais usado o que corta as faces laterais dos polos de uma distância igual à distância entre os polos, conforme indicado na Figura 3.17b. Na prática, além de se fazer esta correção, o setor magnético é movimentado até ser encontrada a posição para a melhor focalização

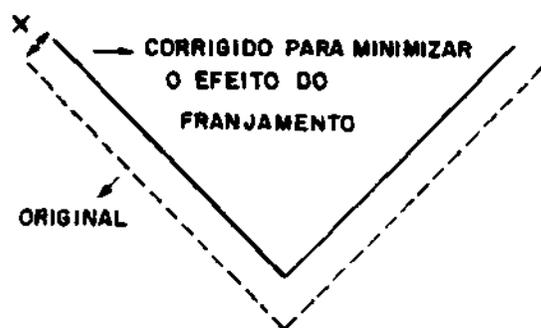
### 3.5 DETETOR

Os íons que deixam a fenda  $S_2$  entram num detetor; a corrente de íons coletada é transformada num sinal de tensão por um conversor corrente/ tensão e esta tensão é mostrada num registrador  $X - Y$  ou na tela de um osciloscópio (ou microcomputador). Como foi dito anteriormente, com a varredura da tensão de aceleração  $V_a$ , obtém-se o espectro de massa.

Os dois detetores mais usados são: o detetor simples do tipo coletor de Faraday e o multiplicador de elétrons.



a)  $x = \text{DIST\AA}NCIA \text{ ENTRE OS POLOS}$



b)

Fig. 3.17 - a) perfil do campo fora dos p\u00f3los; b) corre\u00e7\u00e3o para minimizar o efeito do franjamento.

### 3.5.1 DETETOR DE ÍONS DO TIPO COLETOR DE FARADAY

Este é o mais simples dos detetores. Consiste em um "copo" metálico onde os íons coletados por esse "copo" formam uma corrente e esta é diretamente convertida num sinal de tensão por um circuito elétrico. O comprimento do copo deve ser, pelo menos, cinco vezes o seu diâmetro.

A Figura 3.18 mostra o esquema deste tipo de detetor. Os íons com energia no intervalo 0 – 1500 eV que atingem as paredes do detetor liberam elétrons secundários. Se estes elétrons deixarem o detetor, haverá aumento da corrente de íons coletados, ou seja, os elétrons secundários não podem deixar o detetor.

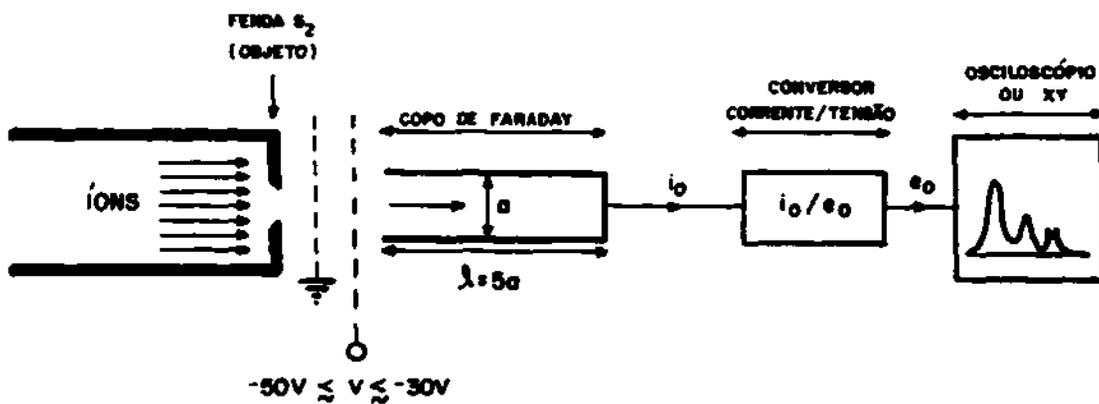


Fig. 3.18 - Detetor do tipo coletor de Faraday.

Para evitar esta fuga de elétrons, normalmente é colocada uma grade supressora como mostrado na Figura 3.18, com uma tensão negativa de 30 – 50 V. Uma grade aterrada é colocada na frente da grade supressora para evitar que o campo criado por esta penetre na direção do feixe de íons incidente.

A Figura 3.19 mostra o circuito conversor de corrente em tensão construído. Basicamente este circuito consiste em um amplificador operacional e um resistor. Devido às correntes a serem detetadas estarem no intervalo  $10^{-10} - 10^{-12}$  A, os resistores utilizados estão na faixa  $10^9 - 10^{12} \Omega$ ; assim, os operacionais usados devem ter entrada FET, ou seja, impedância de entrada da ordem de  $10^{12} \Omega$ . O operacional usado (3160) tem impedância de entrada de  $1,5 T\Omega$  e corrente de polarização típica de 5 pA.

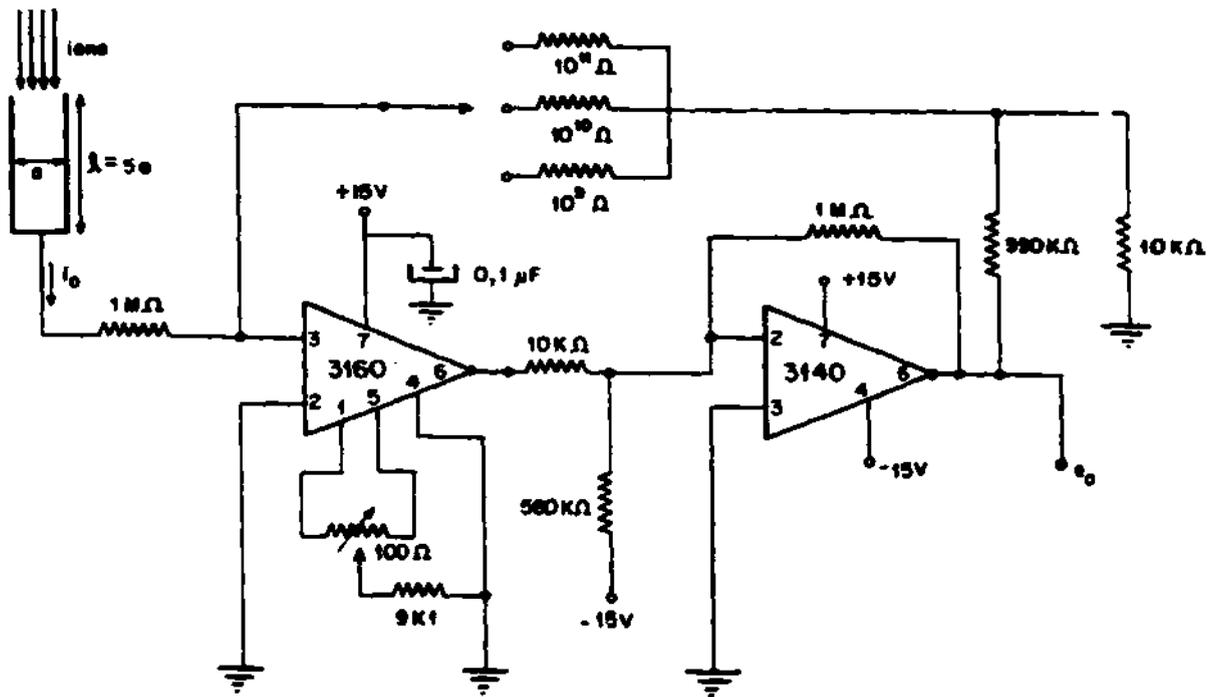


Fig. 3.19 - Circuito conversor de corrente em tensão, acoplado ao detector do tipo coletor de Faraday.

Na confecção deste circuito, dois cuidados foram tomados devido às baixíssimas correntes:

- A entrada do operacional (3160, pino 3) junto com a dos resistores ( $10^9$ ,  $10^{10}$ ,  $10^{11} \Omega$ ) estão sobre pinos de teflon, para evitar qualquer corrente de fuga (a corrente de fuga tem de ser mínima).
- Todo o circuito está dentro de uma caixa feita de lâmina de cobre para evitar ruídos.

As duas limitações do detetor do tipo coletor de Faraday são:

- A limitação na corrente de ions que pode ser detetada ( $i \geq 10^{-12} \text{ A}$ ).
- Tempo de resposta. Os resistores utilizados estão na faixa  $10^9 - 10^{12} \Omega$  e possuem capacitâncias parasitas de cerca de  $0.3 \text{ pF}$ . Por exemplo para o circuito mostrado na Figura 3.19, se a chave for colocada em  $R_1 = 10^9 \Omega$ , obtém-se  $\tau = R_1 C = 300 \mu\text{s}$ , se for utilizado  $R_2 = 10^{10} \Omega$ , obtém-se  $\tau = 3 \text{ ms}$  e para  $R_3 = 10^{11} \Omega$ ,  $\tau = 30 \text{ ms}$ .

Pretende-se utilizar este tipo de detetor no espectrômetro de massa quando acoplado à PCEN, cuja duração do plasma é cerca de  $12 \text{ ms}$ , deve-se utilizar  $R \leq 10^{10} \Omega$

A utilização deste tipo de detetor também limita a resolução do instrumento. Como será visto mais adiante, a resolução do instrumento depende da largura das fendas  $S_1$  e  $S_2$ ; as fendas mais estreitas aumentam a resolução mas diminuem a corrente de ions que atinge o detetor. Correntes menores implicam na utilização de resistores maiores, o que aumenta o tempo de resposta.

Em resumo, há um compromisso entre a simplicidade do detetor, a resolução do instrumento e o tempo de resposta.

### 3.5.2 MULTIPLICADOR DE ELÉTRONS

O segundo tipo de detetor que será utilizado no instrumento é o multiplicador de elétrons. Neste tipo de detetor a pequena corrente de ions é transformada em uma corrente de elétrons muito maior (ganho típico no intervalo  $10^6 - 10^9$ ). A Figura 3.20 mostra o esquema de um multiplicador de elétrons juntamente com a

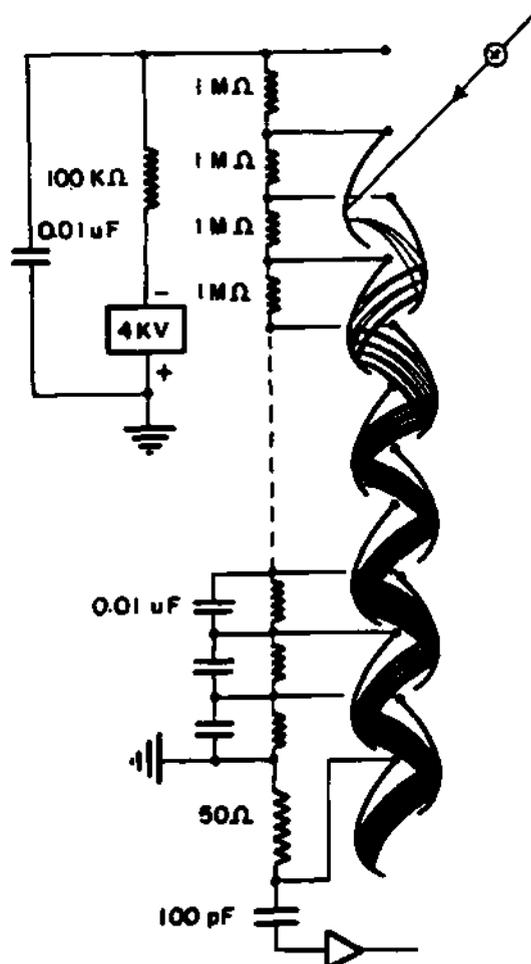


Fig. 3.20 - Esquema do detector multiplicador de elétrons.

polarização para a detecção de íons. Os íons que atingem o primeiro eletrodo do multiplicador liberam elétrons (tipicamente três elétrons por íon incidente); estes são acelerados para o segundo eletrodo onde mais elétrons são liberados e o processo continua até o último eletrodo. Normalmente os multiplicadores possuem de 10 a 20 eletrodos e o ganho obtido está no intervalo  $10^6 - 10^9$ .

A Figura 3.21 mostra o esquema do multiplicador de elétrons utilizado. Trata-se de um canal multiplicador de elétrons (channeltron) em que, diferentemente da Figura 3.20 (eletrodos discretos), há um canal contínuo de vidro cuja superfície interna é de material semiconductor, onde ocorre a multiplicação de elétrons. As vantagens deste tipo de multiplicador são: a) pequenas dimensões, b) baixo custo e c) ruidez.

A Figura 3.22 mostra o canal multiplicador de elétrons utilizado

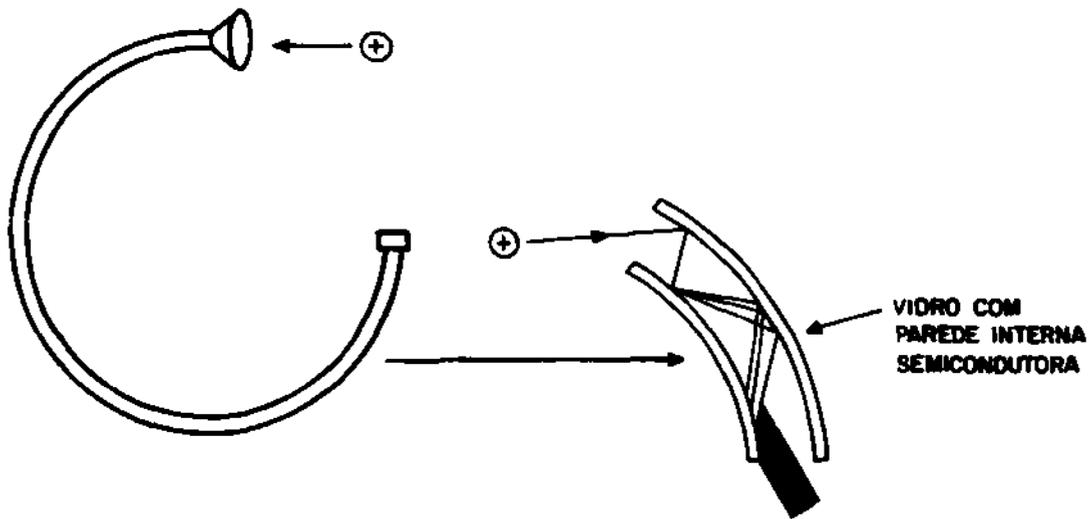


Fig. 3.21 - Esquema do canal multiplicador de elétrons.

(CEM 4013, fabricado pela Galileo Electro Optics Corp.), com suas dimensões e ganho como função da tensão de polarização

A Figura 3.23 mostra o circuito utilizado para polarizar a channeltron, onde a fonte de alta tensão utilizada é a TCH3000-005 (3 KV, 5 mA) fabricada pela Tectrol Ltda.

A corrente de elétrons obtida no extremo do canal multiplicador de elétrons é transformada num sinal de tensão pelo circuito conversor de corrente em tensão, mostrado na Figura 3.24.

As duas vantagens da utilização do multiplicador de elétrons são:

- Alta resolução temporal. Com este tipo de detetor consegue-se facilmente uma resolução temporal da ordem de  $1\ \mu\text{s}$ , o que possibilita estudos de fenômenos na faixa de MHz.
- Alta sensibilidade. Devido ao alto ganho ( $10^6$ - $10^9$ ) é possível detetar correntes no intervalo  $10^{-12} - 10^{-17}$  A.

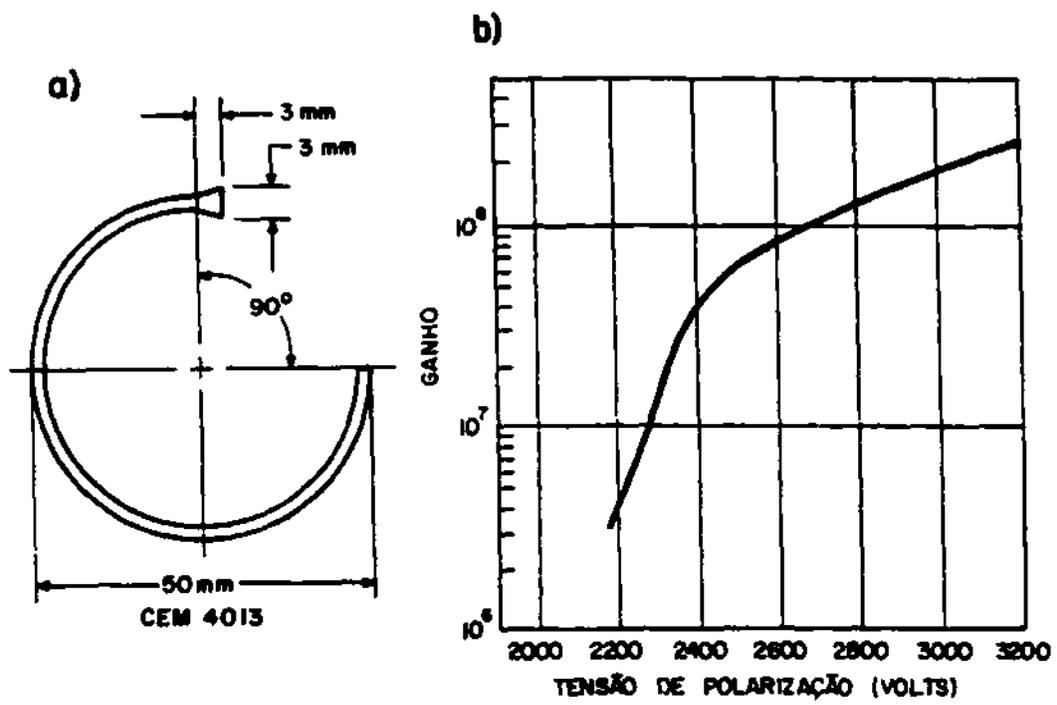


Fig. 3.22 - Multiplicador de elétrons. a) canal multiplicador de elétrons CEM 4013; b) ganho como função da tensão de polarização

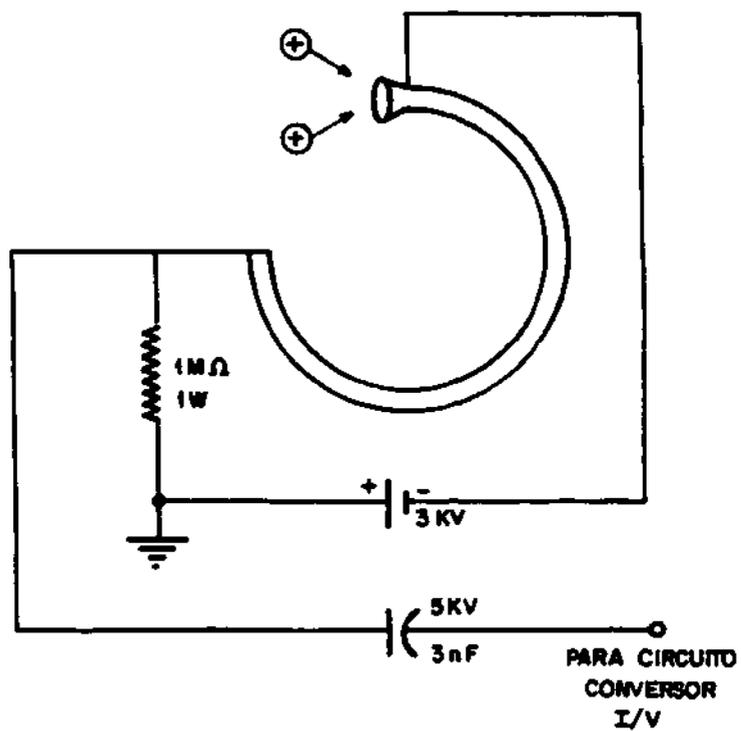


Fig. 3.23 - Circuito de polarização da channeltron.

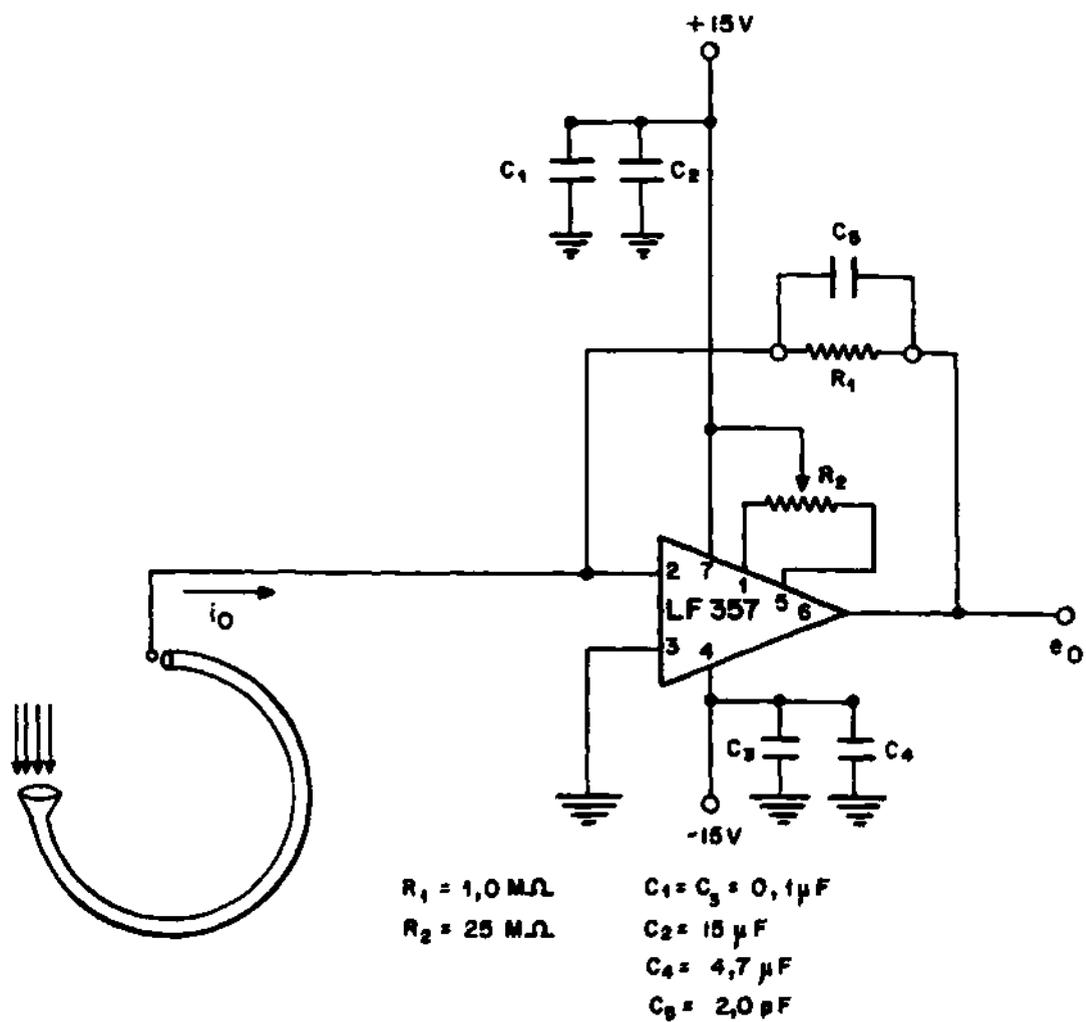


Fig. 3.24 - Circuito conversor de corrente em tensão acoplado à CEM 4013.

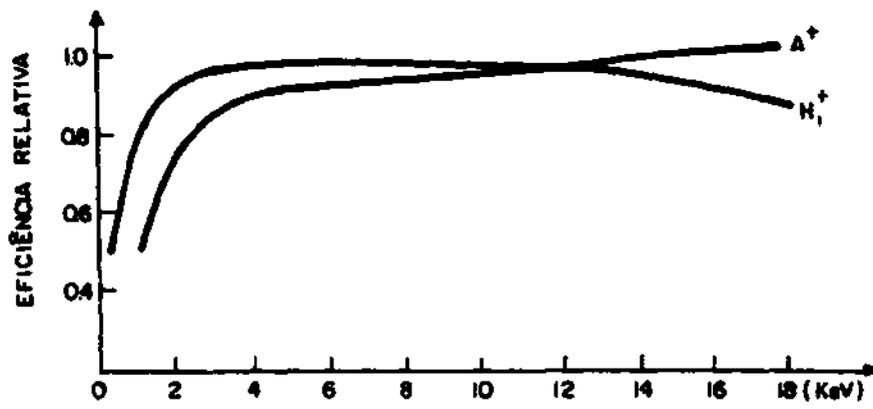
A conjunção da alta resolução temporal com a sensibilidade torna possível aumentar a resolução do espectrômetro de massa, diminuindo a largura das fendas  $S_1$  e  $S_2$ .

Alguns cuidados devem ser tomados na utilização do multiplicador de elétrons, tais como:

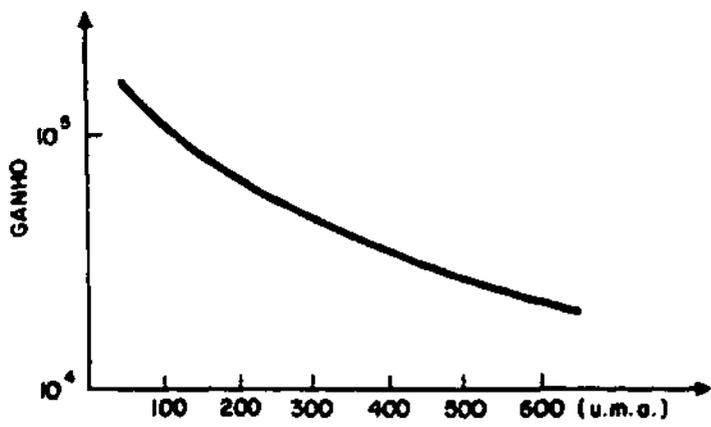
- A channeltron que estiver contaminada por óleo de bomba de vácuo não deve ser utilizada antes de ser limpa, caso contrário resultará em dano permanente,
- A tensão máxima que pode ser usada é 3500 V. O intervalo típico de operação é de 1500 – 3000 V.
- A pressão de operação recomendada é  $3 \times 10^{-6}$  torr ou menor pois alta pressão afetará significativamente o tempo de vida. Sob nenhuma circunstância deverá ser aplicada tensão para pressão acima de  $1 \times 10^{-4}$  Torr.

Os três grandes problemas na utilização do multiplicador de elétrons são:

- No início da operação o ganho muda com o tempo devido à liberação de gases que ficam impregnados na superfície da channeltron. Em outras palavras, deve haver um condicionamento do multiplicador antes de se fazer qualquer análise quantitativa.
- Variação do ganho com a energia dos íons incidentes.
- Variação do ganho com a massa dos íons incidentes. Isto é particularmente importante quando houver necessidade de uma análise quantitativa da amostra sob estudo. O ganho cae aproximadamente com  $m^{-\frac{1}{2}}$ . Nas Figuras 3.25(a,b) é mostrado esta dependência com a energia e a massa dos íons. Quando houver necessidade de uma análise quantitativa, um processo de calibração da channeltron deve ser feito.



a)



b)

Fig. 3.25 - Ganho da channeltron. a) como função da energia dos íons; b) como função da massa dos íons

### 3.6 SISTEMA DE VÁCUO

O sistema de vácuo é composto de:

- Câmara de vácuo, construída a partir de um tubo de aço inox 304, com cerca de 35 cm de diâmetro e 15 cm de altura. A câmara de vácuo tem cinco portas de acesso. Dentro desta câmara estão colocados a fonte de íons, a lente eletrostática, o setor magnético e o detetor. Três das portas de acesso possuem flanges construídas de cerâmica usinável (MACOR), com treze passadores tensão/corrente no total para alimentar as diversas partes do instrumento. Das duas portas restantes, uma é para a bomba turbomolecular e a outra é tanto para injetar a amostra a ser analisada na fonte de íons como para acoplar o instrumento na Centrifuga de Plasma.
- Medidor de vácuo do tipo Pirani, modelo Edwards/501, para medir pressão maior que  $1 \times 10^{-3}$  mbar.
- Medidor de alto vácuo ( $p \geq 2 \times 10^{-9}$  mbar), modelo Edwards/ Ion 8.

Nas condições de teste de vácuo, conseguiu-se atingir uma pressão de  $5 \times 10^{-7}$  mbar na câmara. Foram feitos testes com gás hélio para detetar possíveis vazamentos, o que revelou a boa vedação feita pelas soldas na câmara.

Duas condições limitam a obtenção de pressão menor que a citada acima.

- Na boca da bomba turbomolecular foram colocadas duas telas de aço inox superpostas para proteção do rotor da bomba turbomolecular, com isto a velocidade de bombeamento foi reduzida sensivelmente.
- Foram utilizados o'rings de borracha comum e por esta razão o aquecimento das paredes da câmara, para a liberação de gases impregnados, foi limitado.

A pressão obtida ( $5 \times 10^{-7}$  mbar) está dentro do esperado e possibilita o funcionamento do instrumento a contento.

### 3.7 CIRCUITO DE CONTROLE DAS FONTES DE ALIMENTAÇÃO

Para melhor controlar as diversas tensões aplicadas às diversas partes do espectrômetro (fonte de íons, grades, lente eletrostática, channeltron), foi construído o voltímetro digital, cujo esquema é apresentado na Figura 3.26.

### 3.8 RESOLUÇÃO DO INSTRUMENTO

#### 3.8.1 RESOLUÇÃO TEÓRICA

A resolução teórica do instrumento pode ser escrita como:

$$\frac{m}{\Delta m} = \frac{R}{L_i}, \quad (3.23)$$

onde  $R = 100$  mm é o raio que os íons descrevem no setor magnético e  $L_i$  é a largura da imagem determinada por vários fatores.

Os vários fatores que determinam a largura da imagem são:

- Largura das fendas  $S_1$  e  $S_2$  (a largura pode ser variada no instrumento construído).
- Aberração angular  $\alpha$ .
- Aberração cromática  $\beta$ .
- Efeito de carga espacial.
- Efeito da espessura das fendas  $S_1$  e  $S_2$ .
- Efeito do franjamento do campo magnético.
- Efeito do tempo de resposta do circuito associado ao detetor.

Destes fatores alguns podem ser desprezíveis, desde que se tome alguns cuidados na construção e operação do instrumento. Os fatores que predominam na determinação da máxima resolução que o instrumento pode atingir são:

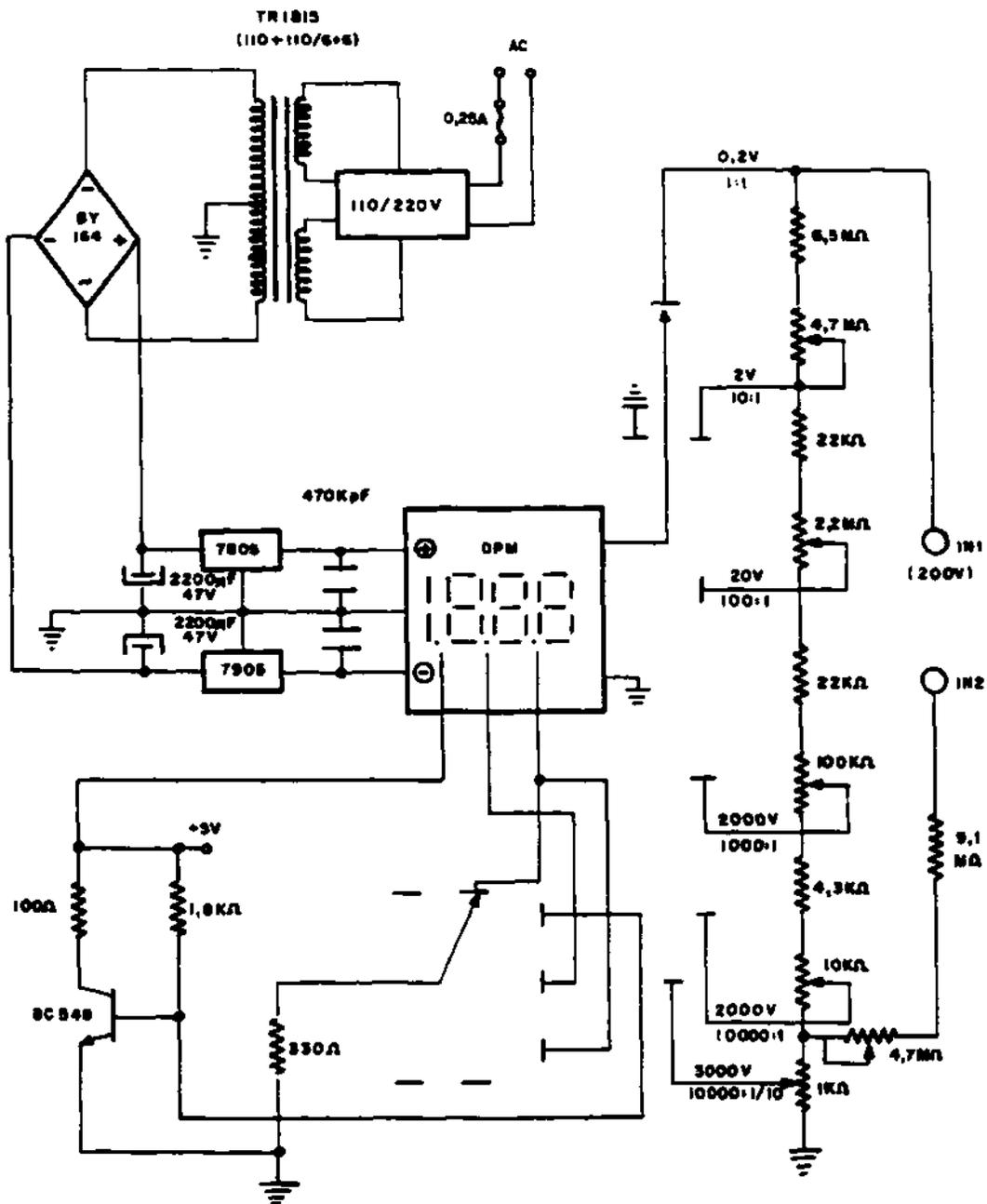


Fig. 3.26 - Voltímetro digital para controle das fontes de alimentação

- Largura das fendas -  $L_S$

Este fator contribui para a largura da imagem com:

$$L_S = S_1 + S_2, \quad (3.24)$$

onde  $S_1$  e  $S_2$  são as larguras das fendas.

- Aberração angular  $\alpha$  -  $L_\alpha$

Os íons deixam a fendas  $S_1$  com uma divergência angular total de  $2\alpha$ . Esta divergência contribui para a largura da imagem e para a ótica escolhida (regra de Barber), com:

$$L_\alpha = R(\alpha^2 + \alpha^3 + \alpha^4 + \dots) \quad (3.25)$$

Se  $\alpha \ll 1$ , os termos  $\alpha^3, \alpha^4 \dots$  tornam-se desprezíveis.

- Aberração cromática  $\beta$  -  $L_\beta$

Como foi dito anteriormente, os íons que são produzidos na fonte de íons possuem uma dispersão em energia  $E_i$  ( $0,1 \leq E_i \leq 5\text{eV}$ , para a fonte construída). Esta dispersão contribui para a largura da imagem com:

$$L_\beta = R(\beta + \beta^2 + \beta^3 + \dots), \quad (3.26)$$

onde  $\beta = E_i / ZeV_a$ ,  $Ze$ =carga do íon e  $V_a$  é o potencial acelerador. Se  $\beta \ll 1$ , somente o termo  $R\beta$  tem peso significativo.

Com estas contribuições a largura da imagem para o instrumento construído é:

$$L_i = S_1 + S_2 + R\alpha^2 + R\beta, \quad (3.27)$$

e assim a resolução máxima do instrumento é:

$$\frac{m}{\Delta m} = \frac{R}{S_1 + S_2 + R\alpha^2 + R\beta} \quad (3.28)$$

Os valores esperados na prática são:  $S_1 = S_2 = 0.2mm$ ,  $E_i \sim 1eV$ ,  $ZeV_n \sim 1000eV$ ,  $\alpha \sim 2^\circ(0,04rd)$ . Com estes valores e  $R = 100mm$ , obtém-se  $m/\Delta m \sim 150$ .

Na prática um valor menor de resolução será obtido, pois alguns fatores são desprezíveis mas não nulos.

Uma resolução maior pode ser obtida diminuindo-se a largura das fendas. Este procedimento diminui a corrente de íons que atinge o detetor, o que implica na utilização de detetores mais sensíveis (coletor de Faraday versus channeltron).

Como pode ser visto a partir da Expressão 3.28, a aberração angular e a cromática limitam a resolução do instrumento. Em termos da divergência angular e da dispersão em energia, a largura da imagem pode ser escrita como:

$$L_{\alpha\beta} = R(A_1\alpha + A_2\beta + A_{11}\alpha^2 + A_{12}\alpha\beta + A_{22}\beta^2 + \dots), \quad (3.29)$$

onde

- $A_1$ - é o coeficiente de focalização direcional de primeira ordem.
- $A_2$ - é o coeficiente de aberração cromática de primeira ordem.
- $A_{11}$ - é o coeficiente de aberração angular de segunda ordem.
- $A_{12}$ - é o coeficiente de aberração misturada que depende tanto da divergência angular quanto da cromática.
- $A_{22}$ - é o coeficiente de aberração cromática de segunda ordem.

O instrumento construído com a "ótica" mostrada na Figura 3.15 (regra de Barber) satisfaz só a condição  $A_1 = 0$ , isto é, um instrumento de focalização direcional de primeira ordem (focalização simples).

Se  $A_1 = A_2 = 0$ , tem-se a focalização dupla. Para aumentar a resolução, deve-se anular dois ou mais destes coeficientes, mas para isto deve-se utilizar um outro arranjo ótico. Na construção do instrumento optou-se pela disposição mais simples.

### 3.8.2 RESOLUÇÃO EXPERIMENTAL

A resolução prática é determinada a partir do espectro obtido. Na literatura não há um procedimento padrão seguido universalmente, mas sim vários métodos. É claro que o valor da resolução variará conforme o método utilizado e discrepância de um fator dois pode ser encontrado. A Figura 3.27 apresenta três métodos utilizados. Na letra a,  $\Delta m$  é medido a 10% (0,1h) da altura h do pico da massa m. Na letra b, tem-se  $\Delta m$  entre dois picos iguais e adjacentes (altura h) e um vale entre os picos de 0,1h. Na letra c,  $\Delta m$  é medido para 0,5h da altura do pico de massa m.

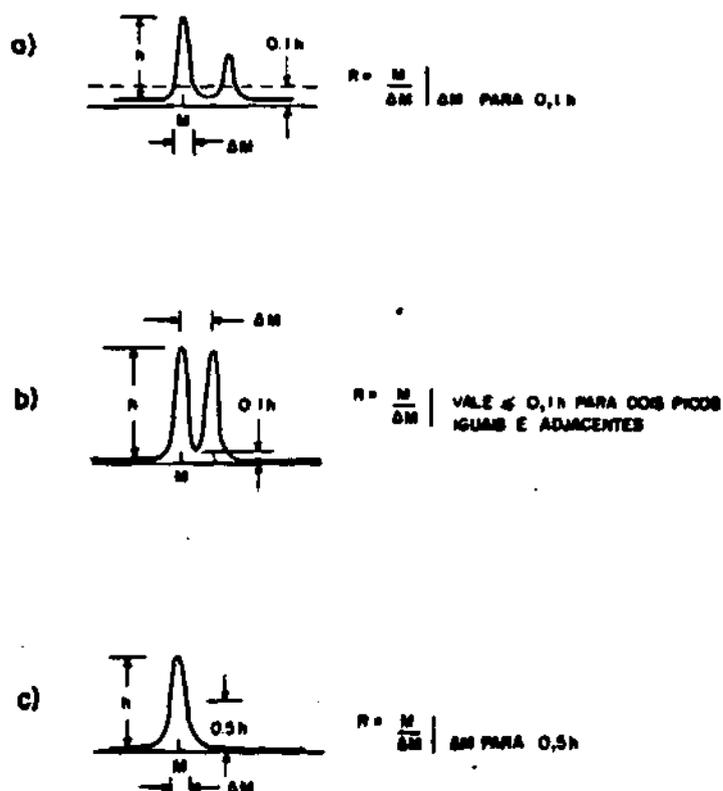


Fig. 3.27 - Obtenção experimental da resolução

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) Thomson. J.J. Rays of positive electricity. *Phil.Mag.*, 21, 225. (1911).
- (2) Aston. F.W. A positive ray spectrograph. *Phil.Mag.*, 38, 707. (1919).
- (3) Bainbridge, K.T. s.t. *Phys.Rev.*, 44, 123. (1933).
- (4) Bittencourt. J.A. *Theoretical behavior of fully ionized multiple species magnetized plasmas under rotation*. São José dos Campos, Instituto de Pesquisas Espaciais. (INPE-3915-RPE/510), (1986)
- (5) Bittencourt. J.A.; Ludwig, G.O. Steady state behavior of rotating plasmas in a vacuum-arc centrifuge. *Plasma Physics and Controlled Fusion*, 29(5), 601. (1987).
- (6) Del Bosco. E.; Dallaqua, R.S.; Ludwig, G.O. Utilização de um analisador de massa para monitoramento de plasmas de elementos metálicos. *Revista Brasileira de Aplicações do Vácuo*, 5(1,2), 160. (1985).
- (7) Del Bosco. E.; Dallaqua, R.S.; Ludwig, G.O.; Bittencourt. J.A. Isotopic enrichment in a plasma centrifuge. *Applied Physics Letters*, 50, 1716, (1987).
- (8) Del Bosco. E.; Dallaqua, R.S.; Bittencourt. J.A.; Ludwig, G.O. Vacuum-arc plasma centrifuge experiment. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 17(5), 701. (1989).
- (9) Brown. S.C. *Basic data of plasma physics*, 2ed., The M.I.T. Press. (1966).
- (10) Ferreira. J.A. *Fenômenos acústicos-iônicos lineares e não lineares em descargas multi-dipolo magnéticos*. São José dos Campos, Instituto de Pesquisas Espaciais, (INPE-4100-TDL/257), (1986).
- (11) Forrester, A.T. *Large ion beam*. John Wiley & Sons, (1988).
- (12) Harting, E.; Read, F.H. *Electrostatic Lenses*, Elsevier Scientific Publishing Company, (1976).
- (13) Barber, N.F. s.t. *Proc. Leeds Phil. Lit. Soc. Sci. Sec.*, 2, 427. (1933).

## APÊNDICE A

### ESTÁGIO ATUAL DE DESENVOLVIMENTO

É apresentado neste apêndice o estágio em que se encontra a construção do instrumento.

A Figura A.1 mostra o instrumento em sua forma atual onde se vê a câmara de vácuo e o gabinete contendo os medidores de vácuo, fontes de alimentação e os circuitos construídos mencionados nas páginas anteriores.

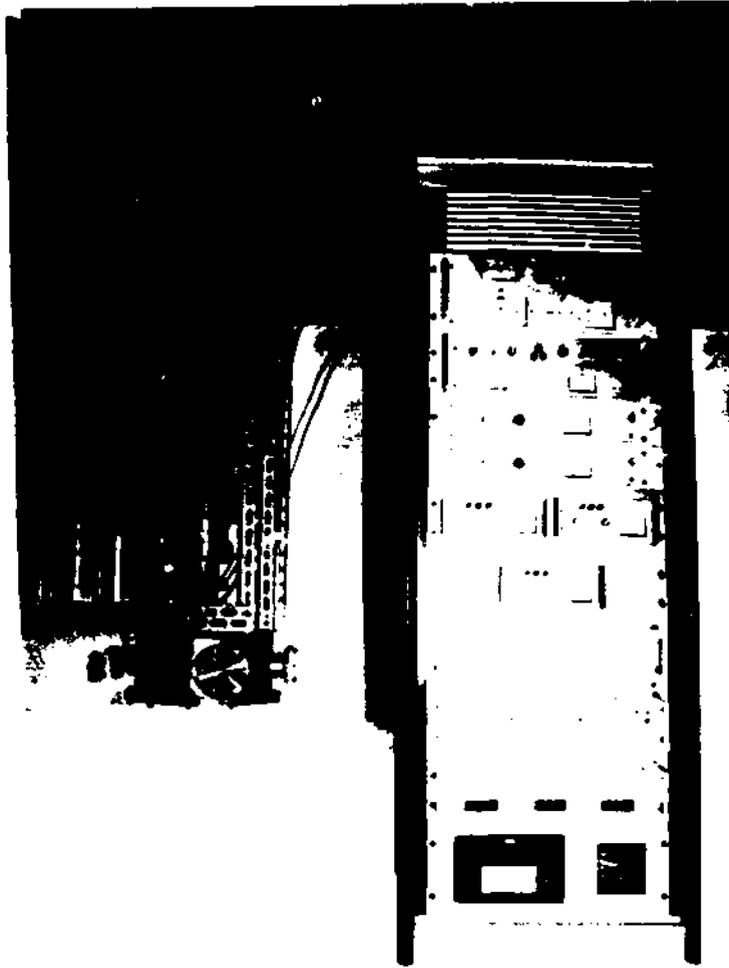
A Figura A.2 mostra com mais detalhes a câmara de vácuo onde se encontram as diversas partes que compoem o instrumento e o sistema de bombeamento turbomolecular.

A Figura A.3 mostra com mais detalhes o gabinete onde estão os circuitos, fontes de alimentação e medidores de vácuo do instrumento.

Finalmente a Figura A.4 mostra a montagem da fonte de íons, grades, lente eletrostática e setor magnético do instrumento.

Atualmente estão sendo feitas as ligações elétricas e ajustes finais nas partes mecânicas do instrumento.

Fig. A.1 - Foto do espectrômetro de massa.



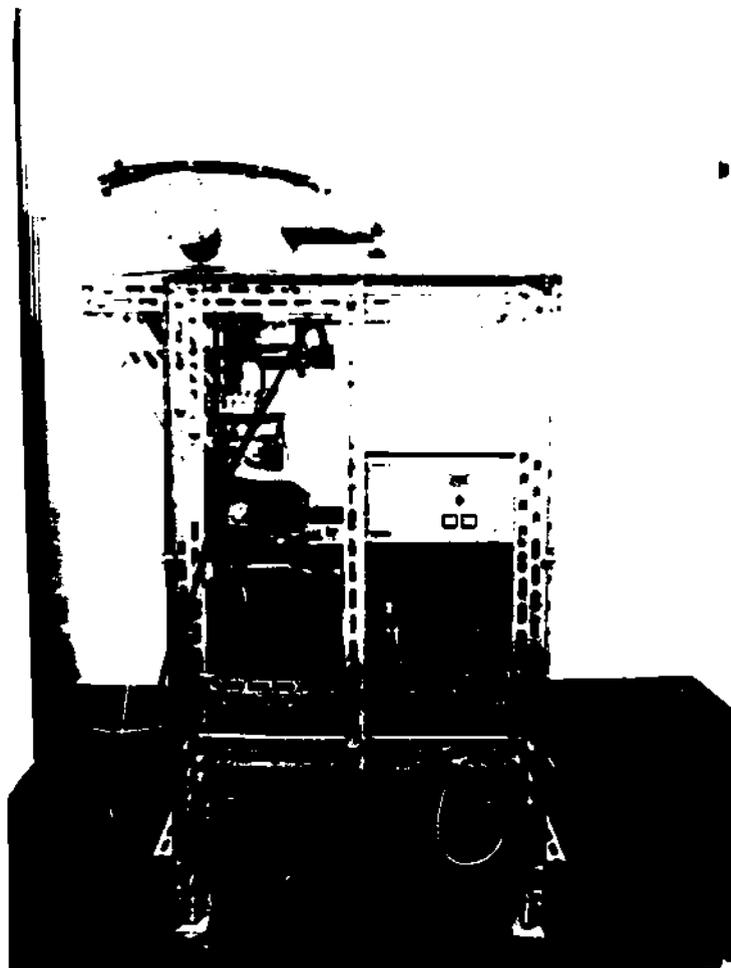


Fig. A.2 - Sistema de vácuo do instrumento.

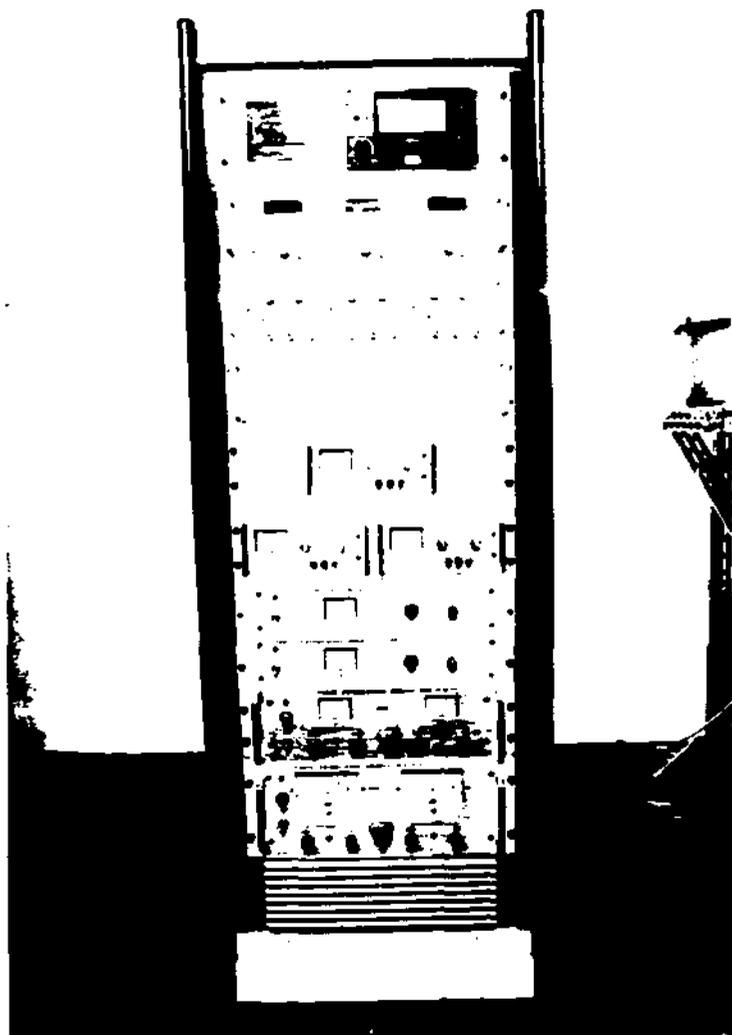


Fig. A.3 - Gabinete contendo medidores de vácuo e parte elétrica do instrumento.

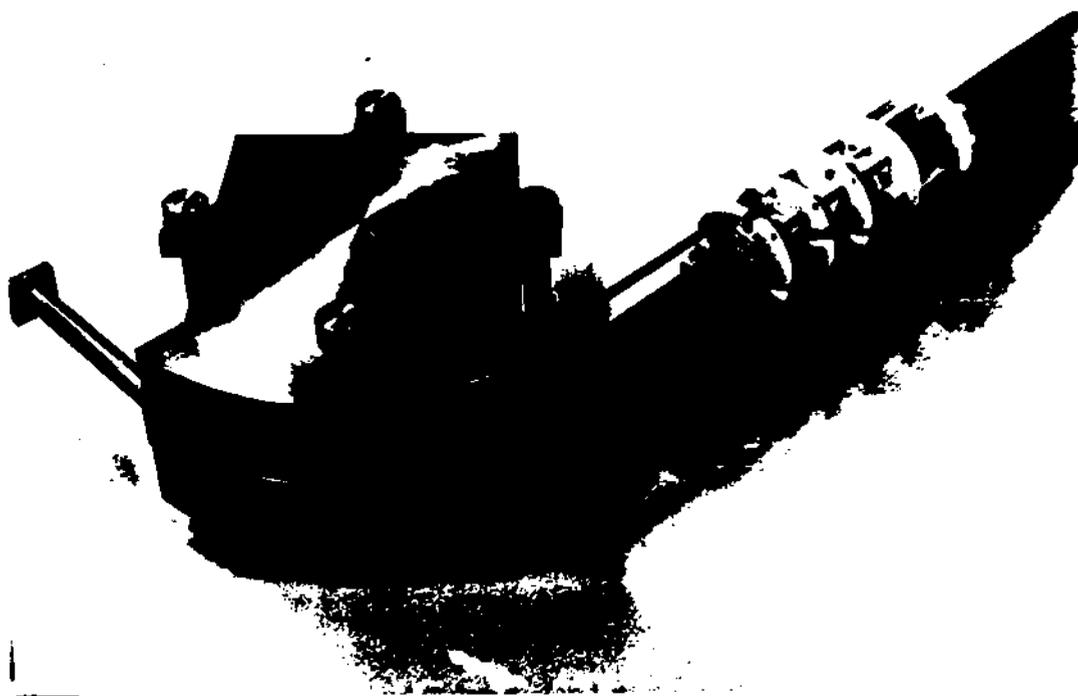


Fig. A.4 - Montagem da fonte de íons, grades, lente eletrostática e setor magnético.

**PUBLICAÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS  
EDITADAS PELO INPE**

**RELATÓRIOS DE PESQUISA**

- Reportam resultados de pesquisa tanto de natureza técnica quanto científica.

**NOTAS TÉCNICO-CIENTÍFICAS**

- Incluem resultados preliminares de pesquisa, descrição de equipamentos, software, sistemas e experimentos, apresentação de testes, dados e atlas, e documentação de projetos de engenharia.

**MANUAIS TÉCNICOS**

- Descrevem normas, procedimentos, instruções e orientações.

**PUBLICAÇÕES DIDÁTICAS**

- Apostilas, notas de aula e manuais didáticos.

**TESES E DISSERTAÇÕES**

- Teses e Dissertações apresentadas nos Cursos de Pós-Graduação do INPE.

**PUBLICAÇÕES SERIADAS**

- Periódicos Técnico-científicos: Boletim de Sensoriamento Remoto, Climanálise: Boletim de Monitoramento e Análise Climática.
- Anais de Eventos