



**UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA**  
**Faculdade de Ciências e Tecnologia**  
**Departamento de Física**

# **Projecto e Construção de um Aparelho para a Medição da Taxa de Emissão de Electrões Secundários**

**Bobbie-Jean Áine Shaw**

Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências e Tecnologia da  
Universidade Nova de Lisboa para obtenção do  
Grau de Mestre em Engenharia Física

Orientadora: Prof. Doutora Ana Cristina Gomes Silva

**FCT/UNL Outubro 2010**

**(Revisto)**

## Agradecimentos

---

Gostaria de agradecer a todas as pessoas que, de alguma forma, contribuíram para a concretização desta dissertação.

As minhas primeiras palavras de agradecimento são para a minha orientadora, a Prof. Doutora Ana Cristina Silva, pelos conselhos e apoio incansável demonstrado desde o início.

Um muito obrigado ao Doutor Nenad Bundaleski, pela disponibilidade, pelo contagiado entusiasmo, pelas conversas inspiradoras e pelos seus ensinamentos durante a realização desta dissertação.

Ao Prof. Doutor Orlando Teodoro pela disponibilidade e apoio que sempre manifestou.

Aos meus colegas de curso e de laboratório pelo companheirismo e bons momentos de descontração. Um obrigado especial ao Jorge e ao Gonçalo que estiveram sempre dispostos a ajudar-me.

Quero agradecer também a ajuda do Doutor Alexander Tolstoguzov, do Doutor Hugo Pedroso Marques, dos doutorandos Amjad Ghumman e Christina Yin Vallgren e do Sr. Mesquita.

Ao Sr. Faustino e ao Sr. Eduardo pelo magnífico trabalho realizado.

À minha melhor amiga Lia e ao meu namorado Luís, pelo amor e carinho...por serem as pessoas mais fantásticas que conheço. Sem vocês eu não sei o que seria de mim.

Dedico esta tese aos meus pais, Noeleen e David Shaw, pelo encorajamento e amor incondicional que sempre me deram. *I am who I am today because of you. Thankyou.*

## Resumo

---

A formação de uma nuvem de electrões no interior dos aceleradores de partículas leva à deterioração da qualidade do feixe de partículas. Esta nuvem é o resultado da ionização do gás residual pelo feixe de partículas e pelos electrões resultantes da colisão do feixe com as paredes internas do acelerador. Os electrões da nuvem electrónica, ao colidirem com as paredes do sistema de vácuo, são multiplicados de acordo com a taxa de produção de electrões secundários da superfície (SEY) e interagem com o feixe de alta energia, reduzindo desta forma a sua qualidade.

Uma forma de prevenir a deterioração do feixe é empregar materiais que sejam emissores pobres de electrões secundários. De entre as várias soluções até ao momento conhecidas, os revestimentos de carbono depositados por cátodo magnetrão parecem ser a solução mais promissora [1, 2]. Contudo, mais tarde detectou-se um aumento da SEY destes materiais em função da exposição prolongada ao ar, não tendo por isso sido encontrada a solução ideal. Nesse sentido o trabalho aqui desenvolvido pretende ser uma contribuição, que se espera significativa, para o estudo e compreensão destes processos. Nesta óptica foi projectado, construído e implementado um aparelho para medição da SEY de diversos materiais. Foram ainda realizados testes de funcionamento do aparelho e da sua aptidão para os estudos previstos, tendo sido comprovada a sua fiabilidade.

As experiências foram realizadas a uma pressão de  $10^{-6}$  mbar em duas amostras de grafite. As medidas efectuadas permitiram o estudo da influência de parâmetros cruciais na taxa de emissão de electrões secundários, nomeadamente o ângulo de incidência do feixe de electrões e a rugosidade da superfície da amostra. Estudou-se ainda a percentagem relativa de electrões reflectidos presentes na taxa de emissão de electrões secundários.

O aparelho desenvolvido foi acoplado ao aparelho multitécnicas da linha de Investigação “Ciência e Engenharia de Superfícies e Tecnologia de Vácuo” do CEFITEC, proporcionando ao sistema mais uma forma de análise.

## Abstract

---

The formation of an electron cloud inside particle accelerators leads to the deterioration of beam quality. The e-cloud arises from beam losses and electrons produced by collisions with the accelerator walls, both of which lead to the ionization of the residual gas. When the electrons of the e-cloud collide with the vacuum chamber walls, they are multiplied according to the secondary electron yield of the surface (SEY) and interact with the high-energy beam, decreasing its quality.

One way of preventing the deterioration of beam quality is to employ materials with low secondary electron emission. Among several feasible solutions, carbon coatings deposited by magnetron sputtering seem to be the most promising [1, 2]. However the ideal candidate has yet to be discovered, as further studies regarding secondary electron emission revealed an increase of the SEY as a function of air exposure time. In light of this observation, the work carried out in the duration of this thesis hopes to aid the study and comprehension of these processes. A device for measuring the SEY of a given material was projected and manufactured. Furthermore, tests were carried out on the device, testifying to its reliability and accuracy.

Experiments were performed on two different types of graphite, at a pressure of  $10^{-6}$  mbar. The measurements taken enabled the study of key parameters in the secondary electron emission yield, specifically the electron beam incidence angle and sample surface roughness. Moreover, an experiment was carried out in order to determine the relative percentage of backscattered electrons in the total secondary electron yield.

The device created was mounted on the multitechnique surface analysis system of the CEFITEC research group of "Surface Science and Engineering and Vacuum Technology", enabling the system to perform a new type of surface analysis.

## Lista de Acrónimos

---

AES	<i>Auger Electron Spectroscopy</i>
CEFITEC	Centro de Física e Investigação Tecnológica
CERN	Organização Europeia para a Pesquisa Nuclear
ECE	<i>Electron Cloud Effect</i>
FAT	<i>Fixed Analyzer Transmission</i>
FC	<i>Faraday Cup</i>
FCT	Faculdade de Ciência e Tecnologia
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
HOPG	<i>Highly Ordered Pyrolytic Graphite</i>
ISS	<i>Ion Scattering Spectroscopy</i>
IST	Instituto Superior Técnico
LHC	<i>Large Hadron Collider</i>
NIST	<i>National Institute of Standards and Technology</i>
RE	Electrão Reflectido Elasticamente
SEY	<i>Secondary Electron Yield</i>
SEE	<i>Secondary Electron Emission</i>
SE	Electrão Secundário
SGL	<i>Gaussian and Lorentzian Sum form</i>
SIMS	<i>Secondary Ion mass Spectrometry</i>
STM	<i>Scanning Tunneling Microscope</i>
PE	Electrão Primário
RI	Electrão Reflectido Inelasticamente
UHV	<i>Ultra High Vacuum</i>
XPS	<i>X-ray Photoelectron Spectroscopy</i>

## Nomenclatura

---

$I_T$	Corrente total de electrões emitidos
$I_P$	Corrente de electrões primários
$I_S$	Corrente de electrões secundários verdadeiros
$I_{FC}$	Corrente de electrões colectada no copo de Faraday
$I_{RE}$	Corrente de electrões reflectidos elasticamente
$I_{RI}$	Corrente de electrões reflectidos inelasticamente
$I_b$	Corrente total de electrões reflectidos
$\eta$	Taxa de emissão de electrões reflectidos elasticamente
$\gamma$	Taxa de emissão de electrões reflectidos inelasticamente
$\sigma$	Taxa de emissão de electrões secundários verdadeiros
$\delta$	Taxa de emissão de electrões secundários
$E_0, E_p$	Energia do feixe incidente
$\delta^m$	Valor máximo de $\delta$
$E_p^m$	Energia correspondente a $\delta^m$
$s$	Distância percorrida
$R$	Profundidade de penetração
$\lambda$	Profundidade de escape efectiva
$\rho$	Densidade do material
$x_m$	Profundidade média
$\theta$	Ângulo de incidência
$\Phi$	Função trabalho
$T$	Temperatura
$A$	Constante de Richardson
$k$	Constante de Boltzmann
$b$	Constante de correcção

# Índice

---

---

1. Introdução.....	1
2. Fundamentos Teóricos.....	3
2.1 Emissão de Electrões Secundários.....	3
2.1.1 Fenomenologia Básica .....	3
2.1.2 As Principais Componentes da Taxa de Emissão de Electrões Secundários.....	4
2.1.3 Processo Emissivo de Electrões Secundários Verdadeiros.....	6
2.1.4 Taxa de Emissão de Electrões Secundários em Função da Energia do Feixe Incidente.....	8
2.1.5 Lei Universal Semi-Empírica para a Emissão de Electrões Secundários.....	9
2.1.6 Factores Decisivos na Emissão de Electrões Secundários .....	11
2.1.7 Efeito da Nuvem Electrónica nos Aceleradores de Partículas.....	13
2.2 Gaiola de Faraday e Possíveis Configurações .....	15
2.3 Canhão de Electrões e Emissão Termiónica .....	16
3. Projecto e Concepção do Aparelho de Medição da Taxa de Emissão de Electrões Secundários.....	18
3.1 Componentes do Aparelho .....	18
3.1.1 Filamento do Canhão de Electrões .....	20
3.2 Simulação da Trajectória dos Electrões em SIMION <sup>®</sup> .....	20
3.3 Métodos de Medição da Taxa de Emissão de Electrões Secundários....	22
4. Implementação do Aparelho para Medição da Taxa de Emissão de Electrões Secundários.....	26

4.1	Sistema Multitécnicas .....	26
4.1.1	Sistema de Vácuo e Bombeamento.....	28
4.2	Montagem Experimental .....	29
4.2.1	Procedimento para Substituição de Amostras .....	30
5.	Medição e Análise da Taxa de Emissão de Electrões Secundários .....	32
5.1	Amostra de Grafite (superfície rugosa) .....	33
5.2	Amostra Grafite (superfície lisa) .....	35
5.3	Análise de Resultados .....	36
6.	Conclusão .....	39
	Referências Bibliográficas .....	41
	Anexos.....	44
	Custos Do Projecto .....	45
	Análises Complementares da Amostra (grafite rugosa) .....	46
	Desenhos Técnicos .....	52



## Índice de Figuras

<b>FIGURA 2.1.</b> CONTRIBUIÇÃO EFECTIVA DE CADA TIPO DE ELECTRÃO SECUNDÁRIO PARA A SEY EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE [7].	4
<b>FIGURA 2.2.</b> ESPECTRO DA ENERGIA MEDIDA $d\delta/dE$ DE UMA AMOSTRA DE AÇO INOXIDÁVEL A $E_0 = 300$ eV, INCIDÊNCIA NORMAL [9].	6
<b>FIGURA 2.3.</b> PRODUÇÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS: (A) ATRAVÉS DA ENTRADA DE ELECTRÕES PRIMÁRIOS NA AMOSTRA, E (B) PELA SAÍDA DE ELECTRÕES REFLECTIDOS INELASTICAMENTE [10].	6
<b>FIGURA 2.4.</b> MODELO DO PROCESSO EMISSIVO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS VERDADEIROS [34].	7
<b>FIGURA 2.5.</b> TAXA TOTAL DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS $\delta$ EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE $E_p$ [11].	8
<b>FIGURA 2.6.</b> ALTERAÇÃO DA PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO CONSOANTE O ÂNGULO DE INCIDÊNCIA DO FEIXE DE ELECTRÕES PRIMÁRIOS [8].	12
<b>FIGURA 2.7.</b> DEPENDÊNCIA DE $\delta$ NA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE PARA DIFERENTES ÂNGULOS DE INCIDÊNCIA [11].	12
<b>FIGURA 2.8.</b> COMPARAÇÃO DA TRAJECTÓRIA DE UM ELECTRÃO EMITIDO POR UMA SUPERFÍCIE RUGOSA E POR UMA SUPERFÍCIE PLANA [8].	13
<b>FIGURA 2.9.</b> ESQUEMA ALUSIVO À FORMAÇÃO DE UMA NUVEM ELECTRÓNICA DENTRO DE UM ACELERADOR DE PARTÍCULAS DEVIDO À FOTOEMIÇÃO E EMISSÃO SECUNDÁRIA [14].	14
<b>FIGURA 2.10.</b> COPOS DE FARADAY. O SÍMBOLO H INDICA QUE O COPO OPERA NUM CAMPO MAGNÉTICO [33].	16
<b>FIGURA 3.1.</b> ESQUEMA DO APARELHO DE MEDIÇÃO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS REALIZADO EM CORELDRAW®	18
<b>FIGURA 3.2.</b> DESENHO DAS PEÇAS CONSTITUINTES DO APARELHO DE MEDIÇÃO DA SEY. DE DENTRO PARA FORA: SUPORTE PARA O PORTA-AMOSTRAS, PORTA-AMOSTRAS, COPO DE FARADAY, CILINDRO ISOLADOR, ELÉCTRODO SUPRESSOR E SUPORTE EXTERNO.	19
<b>FIGURA 3.3.</b> FILAMENTO DO CANHÃO DE ELECTRÕES COM UMA GEOMETRIA DO TIPO HAIRPIN, UM DIÂMETRO DE 0,15 MM E UMA ALTURA DE 9 MM. [18].	20
<b>FIGURA 3.4.</b> IMAGEM DO FEIXE DE ELECTRÕES EM SIMION® COM UMA RESOLUÇÃO DE 0,1 MM (I.E. 1 PONTO = 0,1 MM). DA ESQUERDA PARA A DIREITA: FILAMENTO, ELÉCTRODO DE WENHOLT, ELÉCTRODO DE EXTRACÇÃO, ELÉCTRODO DE FOCAGEM, ELÉCTRODO EXTERIOR, ELÉCTRODO SUPRESSOR, COPO DE FARADAY E PORTA-AMOSTRAS.	21
<b>FIGURA 3.5.</b> FOTOGRAFIA DOS VÁRIOS PORTA-AMOSTRAS.	22
<b>FIGURA 3.6.</b> ILUSTRAÇÃO DO MÉTODO DE MEDIÇÃO DAS CORRENTES $I_{FC}$ E $I_p$ .	23
<b>FIGURA 3.7.</b> ILUSTRAÇÃO DO MÉTODO DE MEDIÇÃO DAS CORRENTES $I^-$ E $I^+$ .	24
<b>FIGURA 4.1.</b> FOTOGRAFIA DO SISTEMA MULTITÉCNICAS: A) ANALISADOR DE ENERGIA, B) DETECTOR, C) FONTE DE ELECTRÕES, D) DETECTOR DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS, E) FONTE DE RAIOS-X, F) BOMBA CRIOGÉNICA, G) BOMBA DE SUBLIMAÇÃO DE TITÂNIO, H) BOMBA IÓNICA, I) CÂMARA DE ANÁLISE, J) PRÉ-CÂMARA, K) APARELHO DE MEDIÇÃO DO SEY, L) FONTE DE IÕES, M) EVAPORADOR.	27

<b>FIGURA 4.2.</b> FOTOGRAFIA DA MONTAGEM FINAL DO APARELHO DE MEDIÇÃO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS .....	29
<b>FIGURA 4.3.</b> FOTOGRAFIA DO INTERIOR DA CÂMARA DE INTRODUÇÃO DE AMOSTRAS, ONDE SÃO VISÍVEIS OS FIOS DE LIGAÇÃO E O SUPORTE PARA OS PORTA-AMOSTRAS DA PRÉ-CÂMARA. ....	30
<b>FIGURA 4.4.</b> FOTOGRAFIA DA PARTE SUPERIOR DO SUPORTE EXTERNO E DOS FIOS DE LIGAÇÃO DO COPO DE FARADAY (AMARELO) E DO PORTA-AMOSTRAS (BRANCO). ....	31
<b>FIGURA 5.1.</b> FOTOGRAFIA DA ZONA DE INCIDÊNCIA DO FEIXE DE ELECTRÕES. A MANCHA, COM FORMA ELÍPTICA, TEM APROXIMADAMENTE 1,25 MM DE ALTURA E 2 MM DE LARGURA. ....	32
<b>FIGURA 5.2.</b> GRÁFICO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS $\delta$ EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE $E$ , PARA QUATRO ÂNGULOS DE INCIDÊNCIA DIFERENTES. ....	33
<b>FIGURA 5.3.</b> GRÁFICO DA TAXA TOTAL DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS E DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES REFLECTIDOS EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE $E$ .....	34
<b>FIGURA 5.4.</b> GRÁFICO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS $\delta$ EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE $E$ PARA AS DUAS AMOSTRAS DE GRAFITE.....	35
<b>FIGURA 5.5.</b> GRÁFICO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS $\delta$ EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE $E$ , PARA DUAS AMOSTRAS DIFERENTES DE GRAFITE.....	36
<b>FIGURA A.</b> GRÁFICO DA INTENSIDADE DA LINHA C 1S EM FUNÇÃO DA ENERGIA DE LIGAÇÃO.. ....	47
<b>FIGURA B.</b> GRÁFICO DA INTENSIDADE DA LINHA O 1S EM FUNÇÃO DA ENERGIA DE LIGAÇÃO.....	47
<b>FIGURA C.</b> ESPECTRO DA ENERGIA DOS ELECTRÕES SECUNDÁRIOS VERDADEIROS EJECTADOS.....	50
<b>FIGURA D.</b> ESPECTRO DA ENERGIA DOS ELECTRÕES REFLECTIDOS ELASTICAMENTE DA AMOSTRA.....	50
<b>FIGURA E.</b> ESPECTRO DA ENERGIA DOS ELECTRÕES REFLECTIDOS ELASTICAMENTE DA AMOSTRA PARA DOIS VALORES DIFERENTES DE CORRENTE PRIMÁRIA.....	51

# 1. INTRODUÇÃO

---

O trabalho realizado para a presente dissertação desenvolveu-se no âmbito de uma colaboração científica com o CERN em que o objecto último é analisar os diferentes tipos de revestimentos e superfícies usados. Por outro lado, pretende-se compreender o fenómeno da emissão de electrões secundários e da sua dependência com diferentes tratamentos da superfície, tendo como finalidade a descoberta de materiais e revestimentos que apresentem uma baixa taxa de emissão de electrões secundários, responsáveis pela formação da indesejável nuvem de electrões.

A emissão de electrões por sólidos e superfícies pode ser induzida por vários meios: temperaturas altas, campos eléctricos fortes e bombardeamento com fotões ou partículas, particularmente partículas carregadas. O fenómeno, conhecido por emissão de electrões secundários, foi descoberto em 1902 por Austin e Starke, enquanto estudavam a reflexão de electrões nos metais [3].

A formação de uma nuvem de electrões no interior de um acelerador de partículas pode induzir um vasto leque de processos indesejáveis que levam à deterioração da qualidade do feixe de partículas: aumento da emitância (razão entre a energia irradiada por um material e a energia irradiada pelo corpo negro à mesma temperatura [4] ), acoplamento entre trens de impulsos do feixe e sobrecarga térmica, que por sua vez resulta num aumento de pressão e subsequente dispersão do feixe no gás residual.

A indesejada nuvem de electrões é devida à ionização do gás residual pelo feixe de partículas e pelos electrões resultantes da colisão do feixe com as paredes do acelerador. Os electrões da nuvem electrónica (i.e. electrões primários), ao colidirem com as paredes do sistema de vácuo, são multiplicados de acordo com o rácio de produção de electrões secundários da superfície e interagem com o feixe de alta energia, reduzindo desta forma a sua qualidade.

A taxa de emissão de electrões secundários (SEY) é definida como sendo o número de electrões emitidos por electrão incidente. É conhecido da literatura que se a SEY das superfícies interiores do acelerador for menor que o limiar de 1.3, a nuvem de electrões pode ser completamente suprimida [5]. Este limiar é característico dos

metais puros, mas infelizmente não das superfícies técnicas (i.e. as que resultam da maquinação necessária para produzir partes para vácuo), que apresentam uma SEY mais elevado.

Obter materiais ou revestimentos que apresentem uma taxa de emissão de electrões secundários pequeno é um dos principais objectivos do estudo de superfícies tecnológicas e, de entre as várias alternativas até ao momento conhecidas, os revestimentos de carbono depositados por cátodo magnetron parecem ser a solução mais promissora [1, 2]. Este facto deve-se ao pormenor do carbono, no seu estado grafitico, ser um dos piores emissores de electrões secundários, apresentando uma SEY aproximadamente unitário [6]. Porém, mais tarde detectou-se um aumento da SEY em função da exposição prolongada ao ar. Desconhecem-se, até à data, as razões para as modificações da composição da superfície que são responsáveis por este envelhecimento.

O trabalho desenvolvido constitui uma componente indispensável deste processo e consistiu no projecto, concepção, implementação e realização de testes de funcionamento de um aparelho para medição da taxa de emissão de electrões secundários. Amostras de grafite foram usadas para testar o funcionamento do aparelho implementado de modo a avaliar a sua aptidão para o estudo de amostras tecnológicas, possuindo características das superfícies usadas nos aceleradores. O aparelho de medição da SEY foi projectado de modo a ser possível o seu acoplamento ao aparelho multitécnicas da linha de Investigação “Ciência e Engenharia de Superfícies e Tecnologia de Vácuo” do CEFITEC. O aparelho multitécnica de análise de superfícies foi requalificado para incluir esta nova técnica de análise.

A dissertação encontra-se subdividida em seis capítulos. No segundo estão referidos os fundamentos teóricos indispensáveis para a compreensão deste trabalho. No terceiro capítulo é apresentado o aparelho e a técnica usada para medição da SEY, e no quarto segue a sua implementação no sistema multitécnicas. Os resultados experimentais e respectiva análise perfazem o capítulo cinco. No último capítulo são expostas as conclusões finais, bem como algumas considerações relativamente ao trabalho desenvolvido e sugestões de aperfeiçoamento. Encontram-se ainda anexadas os desenhos técnicos do aparelho desenvolvido, uma estimativa do orçamento do projecto realizado e análises adicionais de uma das amostras (i.e. grafite rugosa).

## 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

---

Neste capítulo descrevem-se os conceitos físicos essenciais para a compreensão deste trabalho.

### 2.1 EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS

Quando partículas carregadas electricamente, com energia suficiente, incidem na superfície de um sólido, este último emite electrões. Estes electrões são chamados de electrões secundários, e os electrões incidentes são conhecidos por electrões primários.

#### 2.1.1 FENOMENOLOGIA BÁSICA

Uma das grandezas mais utilizadas no estudo do processo de emissão de electrões secundários é a taxa de emissão de electrões secundários, também conhecido pelo seu acrónimo SEY, do inglês *Secondary Electron Yield*.

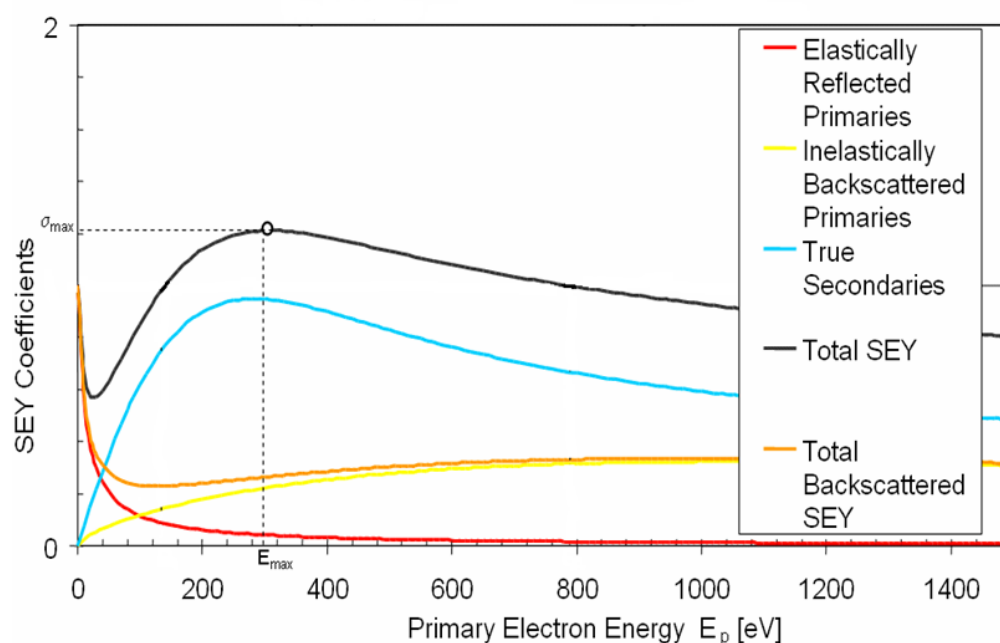
Consideremos um feixe de electrões focado na superfície de um alvo. A taxa total de emissão de electrões secundários  $\delta$  (figura 2.1: *total SEY*) pode ser definida como sendo a razão entre a corrente total de todos os electrões emitidos pela superfície,  $I_T$  (i.e. electrões secundários verdadeiros, electrões reflectidos inelasticamente e electrões reflectidos elasticamente), e a corrente de electrões do feixe incidente,  $I_P$ :

$$\delta = \frac{I_T}{I_P}. \quad (2.1)$$

A taxa de emissão  $\delta$  depende fortemente da energia cinética e do ângulo de incidência do feixe incidente (i.e. primário), do material da amostra e do seu estado de condicionamento e tratamento.

## 2.1.2 AS PRINCIPAIS COMPONENTES DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS

A emissão de electrões secundários é um dado importante para a microanálise de superfícies em áreas de investigação fundamental, ciência, desenvolvimento e aplicação tecnológica de materiais.



**Figura 2.1.** Contribuição efectiva de cada tipo de electrão secundário para a SEY em função da energia do feixe incidente [7].

A imagem convencional da emissão secundária pode ser sintetizada do seguinte modo: quando um feixe de electrões primários,  $I_p$ , colide com uma superfície, uma certa porção é reflectida elasticamente,  $I_{RE}$  (figura 2.1: *elastically reflected primaries*), enquanto o restante penetra no material. Alguns destes electrões difundem-se pelos átomos no interior do material e são reflectidos para fora deste. Estes são denominados de electrões reflectidos inelasticamente (figura 2.1: *inelastically backscattered primaries*), pois são electrões que despendem alguma da sua energia em colisões, cuja corrente corresponde a  $I_{RI}$ . Os restantes electrões interagem com o material segundo processos em cascata de difusão e absorção e estes são conhecidos como os electrões secundários verdadeiros (figura 2.1: *true*

*secondaries*), cuja corrente designaremos por  $I_S$ . A figura 2.1 ilustra a contribuição efectiva de cada tipo de secundário para a taxa de emissão de electrões secundários em função da energia do feixe incidente.

Analisando as curvas do gráfico da figura 2.1, conclui-se que a reflexão elástica é predominante a energias mais baixas, enquanto a energias mais elevadas predominam as reflexões inelásticas [8].

Por convenção costumam definir-se duas regiões de energia, em que os electrões secundários verdadeiros possuem uma energia inferior a 50 eV e os reflectidos uma energia entre 50 eV e a energia do feixe incidente [9].

A taxa de emissão de cada tipo de electrão emitido pode então ser escrita como [9],

$$\eta = \frac{I_{RE}}{I_P}, \quad (2.2)$$

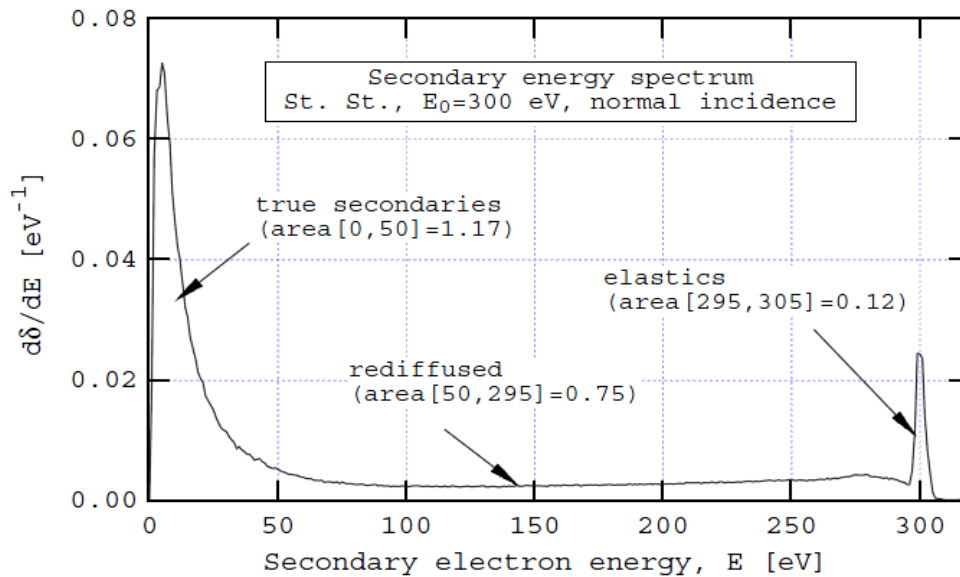
$$\gamma = \frac{I_{RI}}{I_P}, \quad (2.3)$$

$$\sigma = \frac{I_S}{I_P}, \quad (2.4)$$

podendo definir-se deste modo a taxa de emissão de electrões secundários por,

$$\delta = \eta + \gamma + \sigma. \quad (2.6)$$

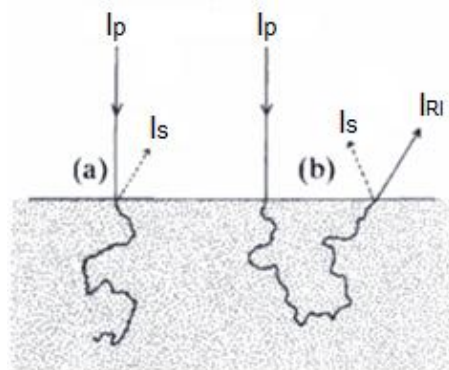
Na prática, uma das formas de distinguir as diferentes origens dos electrões emitidos pela superfície e/ou sólido baseia-se no conhecimento das gamas de energia cinética características de cada um deles, e daí as medidas separadas de  $\sigma$ ,  $\gamma$  e  $\eta$ . O critério é baseado em três regiões fundamentais, na energia dos electrões secundários  $E$ , exibida por  $d\delta/dE$ . A figura 2.2 ilustra as gamas de energia dos três componentes da SEY para o caso de um feixe de electrões primários com uma energia incidente  $E_0 = 300 \text{ eV}$ , que atinge a superfície de uma amostra de aço inoxidável [9].



**Figura 2.2.** Espectro da energia medida  $d\delta/dE$  de uma amostra de aço inoxidável a  $E_0 = 300$  eV, incidência normal [9].

### 2.1.3 PROCESSO EMISSIVO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS VERDADEIROS

Os electrões secundários verdadeiros podem ser gerados de duas formas distintas: pelo impacto directo de electrões primários do feixe incidente ou pela saída de electrões reflectidos inelasticamente da amostra (figura 2.3).

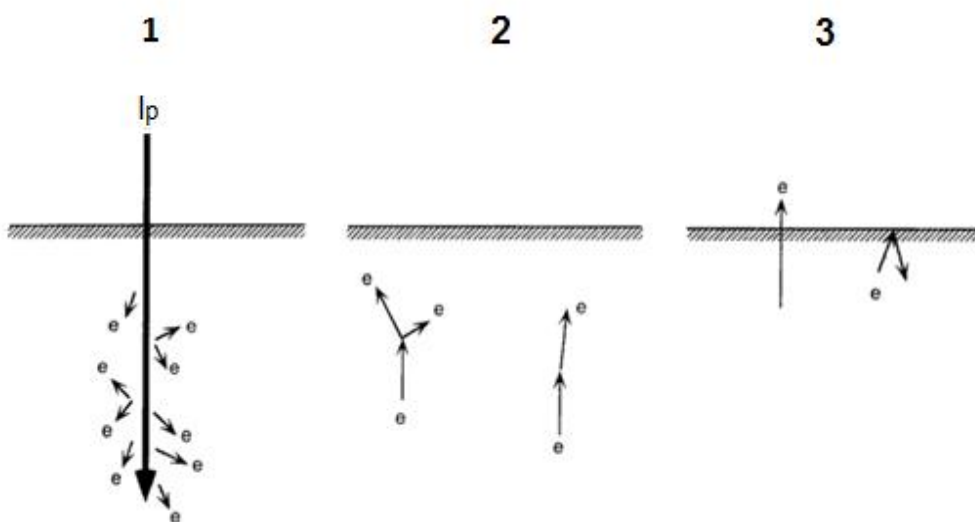


**Figura 2.3.** Produção de electrões secundários: (a) através da entrada de electrões primários na amostra, e (b) pela saída de electrões reflectidos inelasticamente [10].



O fenómeno da emissão de electrões secundários é retratado como sendo um processo físico que ocorre em três passos (figura 2.4):

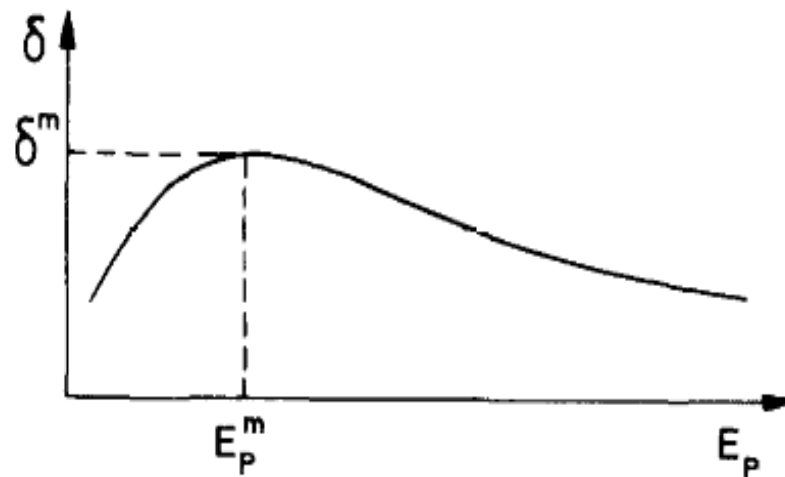
- 1) Geração de electrões secundários internos através do impacto cinético dos electrões primários do feixe incidente, ou seja, um electrão primário penetra na amostra e excita um electrão do material dissipando parte da sua energia no processo;
- 2) Difusão dos electrões secundários internos pelo interior do material até à superfície. Neste passo os electrões perdem energia nas colisões sucessivas com outras partículas (e.g. electrões, iões);
- 3) Escape dos electrões secundários pela interface sólido-vácuo. Alcançando a barreira, apenas uma fracção dos electrões gerados conseguem escapar, nomeadamente aqueles que possuem energia suficiente para vencer a função trabalho do material para serem emitidos.



**Figura 2.4.** Modelo do processo emissivo de electrões secundários verdadeiros [34].

### 2.1.4 TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS EM FUNÇÃO DA ENERGIA DO FEIXE INCIDENTE

A emissão de um electrão secundário de um material depende da transferência de energia cinética de um electrão primário para um electrão da rede cristalina da amostra. Desta forma torna-se evidente a lógica de medir a taxa de emissão de electrões secundários em função da energia do feixe incidente (figura 2.5). Electrões primários perdem energia em função da profundidade de penetração através de processos de difusão e absorção [8].



**Figura 2.5.** Taxa total de emissão de electrões secundários  $\delta$  em função da energia do feixe incidente  $E_p$  [11].

Cada electrão primário é capaz de gerar mais electrões secundários com o aumento da sua energia, e conseqüentemente  $\delta$  apresenta um aumento inicial com o aumento da energia do feixe incidente até um valor máximo  $\delta^m$ . Contudo, à medida que a energia do feixe continua a aumentar, os electrões primários penetram mais profundamente no material, de onde a maioria dos electrões secundários são originários. Quanto mais penetram no material, maior é a probabilidade dos electrões secundários sofrerem colisões durante o seu percurso até a barreira sólido-vácuo (e.g. electrão-fonão, electrão-electrão). As colisões sucessivas traduzem-se em perdas de energia por parte dos electrões secundários e, conseqüentemente, assiste-se a uma

diminuição do número de electrões emitidos, logo o valor de  $\delta$  decresce [6]. O resultado deste processo é um gráfico em forma de sino que é característico da maioria dos materiais. Um dos pontos significativos da curva do gráfico é o valor máximo da taxa de emissão de electrões secundários,  $\delta^m$ , que ocorre a uma energia primária,  $E_p^m$ , para a qual a profundidade de penetração é aproximadamente igual à profundidade de escape [12].

### **2.1.5 LEI UNIVERSAL SEMI-EMPÍRICA PARA A EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS**

A taxa de emissão de electrões secundários  $\delta(E_p)$  depende da taxa a que electrões secundários são gerados em função da profundidade,  $n(z, E)$  [13]:

$$n(z, E) = -\frac{1}{\varepsilon} \cdot \frac{dE}{ds}, \quad (2.7)$$

em que  $s$  é o caminho medido ao longo da trajectória do electrão,  $dE/ds$  é o potencial de paragem do electrão incidente, do inglês *stopping power* (i.e. taxa de transferência de energia do electrão para o material onde este se desloca) e  $\varepsilon$  é a energia efectiva necessária para produzir um electrão secundário. A probabilidade  $p(z)$  de que um electrão secundário gerado seja ejectado é então,

$$p(z) = K e^{-z/\lambda}, \quad (2.8)$$

onde  $K = 0,5$  assumindo que os electrões secundários são dispersos simetricamente dentro do material e  $\lambda$  é a profundidade de escape efectiva do electrão secundário. Desta forma,

$$\delta(E_p) = \int n(z, E) \cdot p(z) \cdot dz. \quad (2.9)$$

Para todos os materiais, a curva geral da taxa de  $\delta(E_p)$  em função de  $E_p$  adopta a forma do gráfico da figura 2.5. Como todas as curvas construídas com dados experimentais possuem a mesma forma genérica, tem havido muitas tentativas para providenciar uma descrição analítica do perfil. A forma mais simples seria assumir um potencial de paragem constante (i.e. a energia do electrão primário é dissipada dentro do material de uma forma aproximadamente constante), e então:

$$-\frac{dE}{ds} = \frac{E_{PE}}{R}, \quad (2.10)$$

onde  $R$  é a profundidade de penetração do electrão incidente. Deste modo, a equação 2.9 transforma-se em,

$$\delta = 0,5 \frac{E_{PE}}{\varepsilon} \cdot \frac{\lambda}{R} (1 - e^{-R/\lambda}). \quad (2.11)$$

A distância  $R$  como função da energia  $E_p$  vem dada por,

$$R = \frac{B}{\rho} (E_p)^n, \quad (2.12)$$

onde  $n = 1,67$  de acordo com Lane e Zaffarano,  $B = 76$  nm para  $E_p$  em kilo electron volts, e  $\rho$  é a densidade do material alvo em gramas por centímetro cúbico [13].

Foi demonstrado que quando  $\delta = \delta^m$ ,

$$\frac{R}{\lambda} = \left(1 - \frac{1}{n}\right) (e^{R/\lambda} - 1), \quad (2.13)$$

portanto para  $n = 1,67$  vem,

$$R = 1,614 \lambda. \quad (2.14)$$

Substituindo (2.14) em (2.12) obtemos,

$$E_P^m \approx 1,33 \left( \frac{\rho \cdot \lambda}{B} \right)^{0,60} . \quad (2.15)$$

A substituição de (2.15) em (2.11) resulta na equação,

$$\delta^m \approx \frac{0,33}{\varepsilon} \left( \frac{\rho \cdot \lambda}{B} \right)^{0,60} . \quad (2.16)$$

Tem sido provado que  $\delta^m/E_P^m$  é uma constante característica do material. Como  $\varepsilon$  e  $\lambda$  não são geralmente conhecidos, estes têm que ser eliminados da expressão. Isto pode ser feito combinando as equações 2.11, 2.12, 2.15 e 2.16, que dá  $\delta/\delta_m$  como função de  $E_P/E_P^m$ , que é independente do material [13]:

$$\frac{\delta}{\delta^m} = 1,28 \left( \frac{E_P}{E_P^m} \right)^{-0,67} \left( 1 - e^{-1,614(E_P/E_P^m)^{1,67}} \right) . \quad (2.17)$$

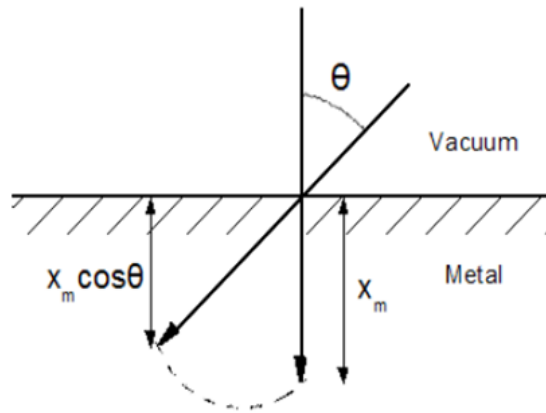
Este resultado é conhecido como a “lei universal para a taxa de emissão de electrões secundários” e fornece uma descrição convencional da fenomenologia da emissão de electrões secundários.

### **2.1.6 FACTORES DECISIVOS NA EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS**

Vários são os parâmetros que influenciam a taxa de emissão de electrões secundários numa amostra, nomeadamente o ângulo de incidência do feixe primário (i.e. o ângulo que o feixe incidente perfaz com a normal à superfície) e a rugosidade da superfície da amostra.

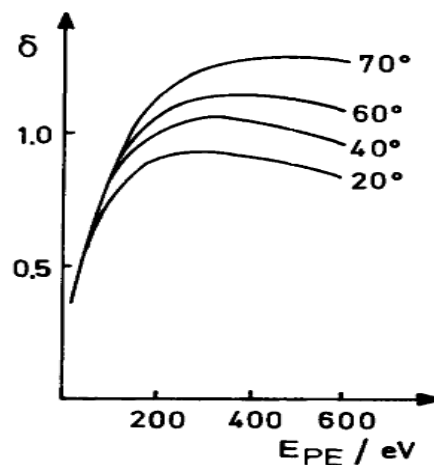
A taxa de emissão de electrões secundários aumenta para ângulos do feixe incidente mais oblíquos ( $\theta < 80^\circ$ ). A razão para este aumento pode ser entendida da

seguinte forma: se os electrões primários que incidem normalmente na superfície libertam electrões secundários a uma profundidade média  $x_m$ , quando o ângulo de incidência alterar para  $\theta$ , esta profundidade torna-se  $x_m \cos \theta$  (figura 2.6). Menos electrões são agora absorvidos antes de atingirem a superfície.



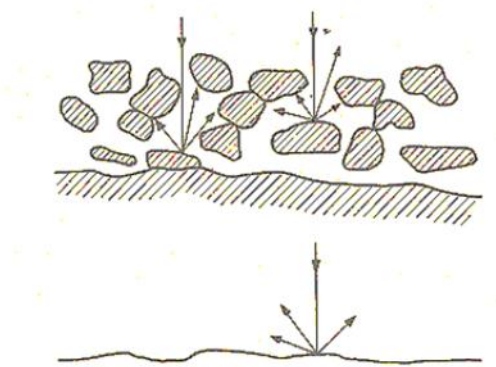
**Figura 2.6.** Alteração da profundidade de penetração consoante o ângulo de incidência do feixe de electrões primários [8].

Um exemplo da variação do valor da taxa de emissão de electrões secundários em função da intensidade do feixe de electrões primários, para vários ângulos de incidência, pode ser observada na figura 2.7. Interessa salientar que este efeito direccional não se verifica para energias primárias baixas ( $< 0,5 E_p^m$ ) [8].



**Figura 2.7.** Dependência de  $\delta$  na energia do feixe incidente para diferentes ângulos de incidência [11].

Outro factor igualmente importante é o grau de rugosidade da superfície da amostra. O desenho da figura 2.8 pretende ilustrar a trajectória de uma partícula ejectada de uma superfície rugosa e de uma superfície plana: o electrão deixa a superfície plana sem perturbações, enquanto no caso da superfície rugosa, a partícula tem uma elevada probabilidade de ser interceptado pelas paredes envolventes. Deste modo, quanto maior for a rugosidade da superfície, menos electrões serão eficazmente ejectados, logo menor será a taxa de emissão de electrões secundários.



**Figura 2.8.** Comparação da trajectória de um electrão emitido por uma superfície rugosa e por uma superfície plana [8].

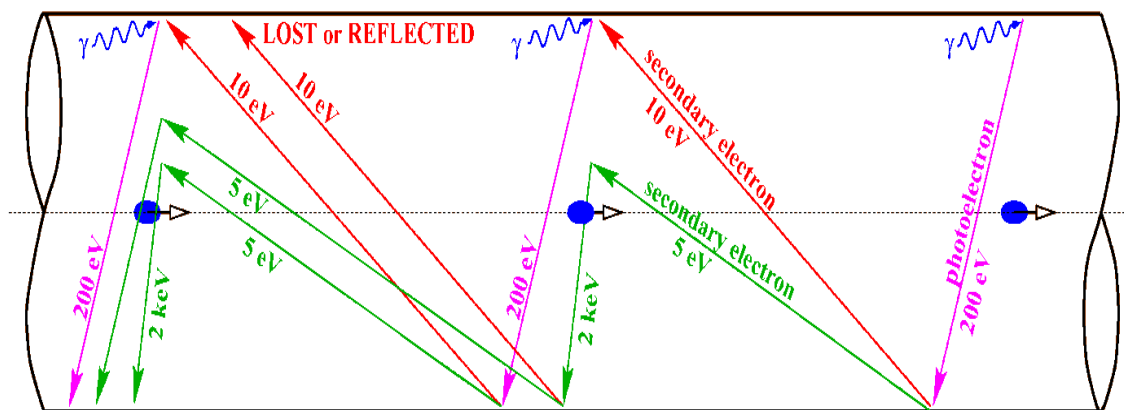
### **2.1.7 EFEITO DA NUVEM ELECTRÓNICA NOS ACELERADORES DE PARTÍCULAS**

O *Large Hadron Collider* (LHC) é o maior e mais complexo projecto construído pelo ser humana até à data. Este faz parte das instalações do laboratório Europeu CERN, localizado na periferia de Génova, na fronteira entre a Suíça e a França, e encontra-se dentro de um túnel com 27 km de circunferência, escavado a uma profundidade de 100 m.

Os aceleradores de partículas de alta energia produzem feixes intensos de partículas carregadas (e.g. feixes de electrões ou protões), com energias na ordem dos GeV ou MeV, através do disparo de um feixe contra um alvo fixo ou pela colisão de

dois feixes, visando a produção de novas partículas e o estudo de fenómenos de dispersão, em busca das leis fundamentais da física [14].

No canal destes aceleradores, por onde passa o feixe, uma nuvem electrónica pode ser gerada devido a uma variedade de processos (e.g. ionização do gás residual, fotoemissão provocada pelo embate de fótons provenientes de radiação síncrotron na superfície do acelerador, e o mais relevante, um processo do tipo avalanche envolvendo a aceleração de electrões no campo do feixe conjuntamente com uma taxa de emissão de electrões secundários médio superior à unidade), tal como ilustrado na figura 2.9.



**Figura 2.9.** Esquema alusivo à formação de uma nuvem electrónica dentro de um acelerador de partículas devido à fotoemissão e emissão secundária [14].

A nuvem electrónica induz um número de efeitos indesejáveis: pode causar instabilidades no feixe de prótons (no caso do LHC), pois estes são atraídos para a nuvem de electrões carregados negativamente, provocando um aumento do tamanho do feixe ou até levando ao seu desvio; por outro lado, pode também conduzir a um aumento de pressão devido à desorção estimulada por electrões; uma sobrecarga térmica devido à nuvem electrónica que se deposita no ecrã do feixe o que pode incitar a perda das propriedades supercondutoras dos ímanes do acelerador. Interessa salientar que a acumulação de electrões é mais pronunciada para feixes de partículas carregadas positivamente (e.g. consistindo de positrões ou prótons).

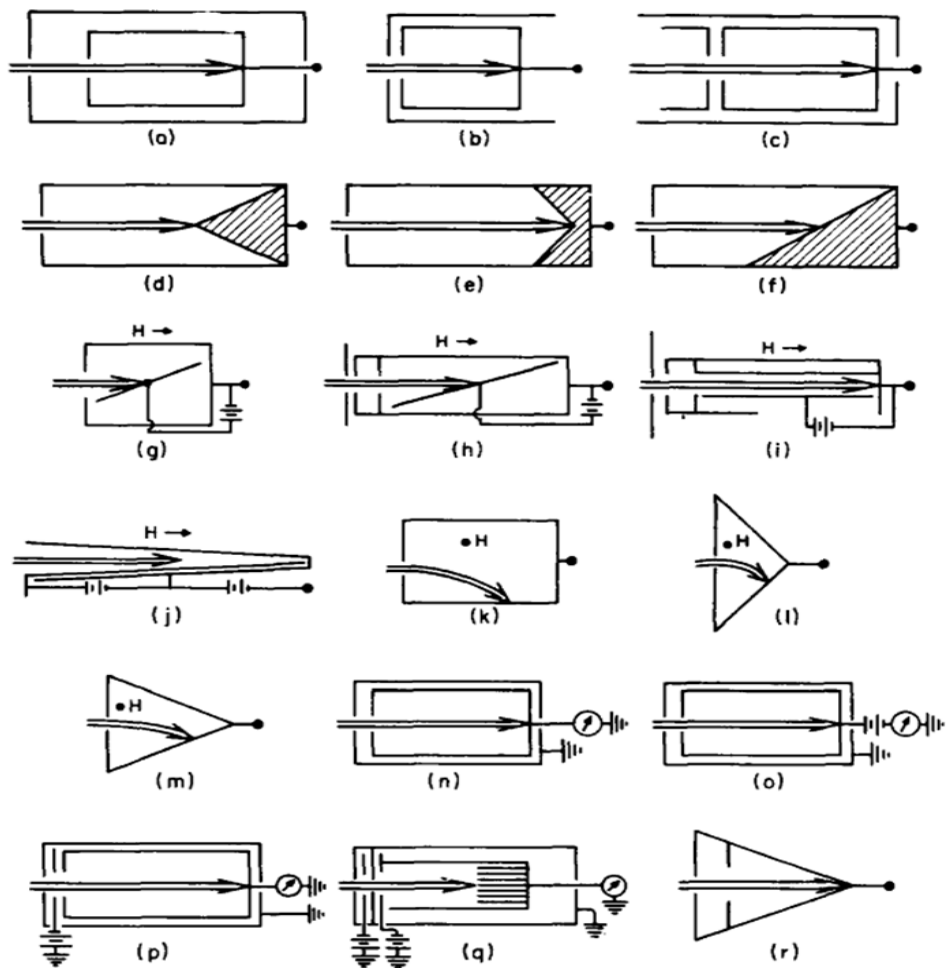


## 2.2 GAIOLA DE FARADAY E POSSÍVEIS CONFIGURAÇÕES

O aparelho agora conhecido como copo, gaiola ou cilindro de Faraday é mencionado no trabalho fundamental de Maxwell, onde o autor explica a “electrificação por indução” e ilustra um esquema de um objecto metálico oco, proposto por Faraday em 1849 [33].

A gaiola de Faraday é um aparelho de construção simples, utilizado para capturar partículas carregadas (e.g. iões, electrões), viabilizando deste modo a medição da corrente através do seu acoplamento a um electrómetro. Estes aparelhos são construídos a partir de materiais condutores, adoptando normalmente uma forma cilíndrica oca (figura 2.10). Relativamente à sua construção, o orifício de entrada do feixe tem que ser suficientemente grande para que o feixe possa entrar no copo sem ser interceptado. O copo de Faraday é envolvido por outro cilindro maior, ligado à terra, que tem o propósito de servir de escudo electrostático e prevenir que cargas externas atinjam o copo e interfiram na medição que se pretende fazer.

Quando o feixe primário incidente embate no fundo do copo, uma fracção não negligenciável é reflectido com pouca ou nenhuma perda energética, e electrões secundários pouco energéticos são gerados. A quantidade de electrões secundários e reflectidos depende principalmente do material de que é feito e o estado da superfície do copo de Faraday, sendo aconselhável o uso de materiais com uma taxa de emissão de electrões secundários baixo (e.g. grafite). Para prevenir o escape posterior dos electrões gerados, muitos autores sugerem a construção de um copo de Faraday com uma profundidade maior do que o diâmetro, e aplicação de campos eléctricos e/ou magnéticos supressores. Interessa salientar o facto que esta última medida não deverá ser aplicada quando o feixe primário é pouco energético, pois pode provocar o desvio deste [33].



**Figura 2.10.** Copos de Faraday. O símbolo H indica que o copo opera num campo magnético [33].

### 2.3 CANHÃO DE ELECTRÕES E EMISSÃO TERMÍONICA

A fonte de electrões é um aparelho que produz, acelera e foca um feixe de electrões que é direccionado para um alvo, que neste caso é a nossa amostra. Os electrões são obtidos por aquecimento do filamento devido à passagem de uma corrente eléctrica – emissão termiónica.

Posterior à emissão dos electrões pelo cátodo, estes são acelerados e focados através dos eléctrodos do canhão de electrões (e.g. eléctrodo de Wenhelt, eléctrodo de extracção, eléctrodo de focagem e eléctrodo exterior) [15].

O cátodo do canhão de electrões é composto por um filamento, normalmente de tungsténio ou tungsténio toriado.

A equação de Richardson-Dushman relaciona a densidade de corrente de uma emissão termiônica com a função de trabalho e a temperatura do material emissor,

$$j = A T^2 e^{-\frac{\Phi}{kT}} \quad (5.1)$$

onde  $A$  é designada por constante de Richardson,  $k$  é a constante de Boltzmann ( $1.3806504 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$ ),  $T$  a temperatura do cátodo em Kelvin e  $\Phi$  a sua função de trabalho. A constante de Richardson deve ser multiplicada pela constante de correcção  $b$  que depende do material da amostra (tabela 1) [16].

Os electrões são emitidos do filamento com uma energia média igual a,

$$eV = kT \quad (5.2)$$

em que  $k$  é a constante de Boltzmann ( $8.617343 \times 10^{-5} \text{ eV K}^{-1}$ ) e  $T$  a temperatura em Kelvin. Por exemplo, a uma temperatura de emissão de 2850 K, os electrões são ejectados do filamento com uma energia média de 0,25 eV [17].

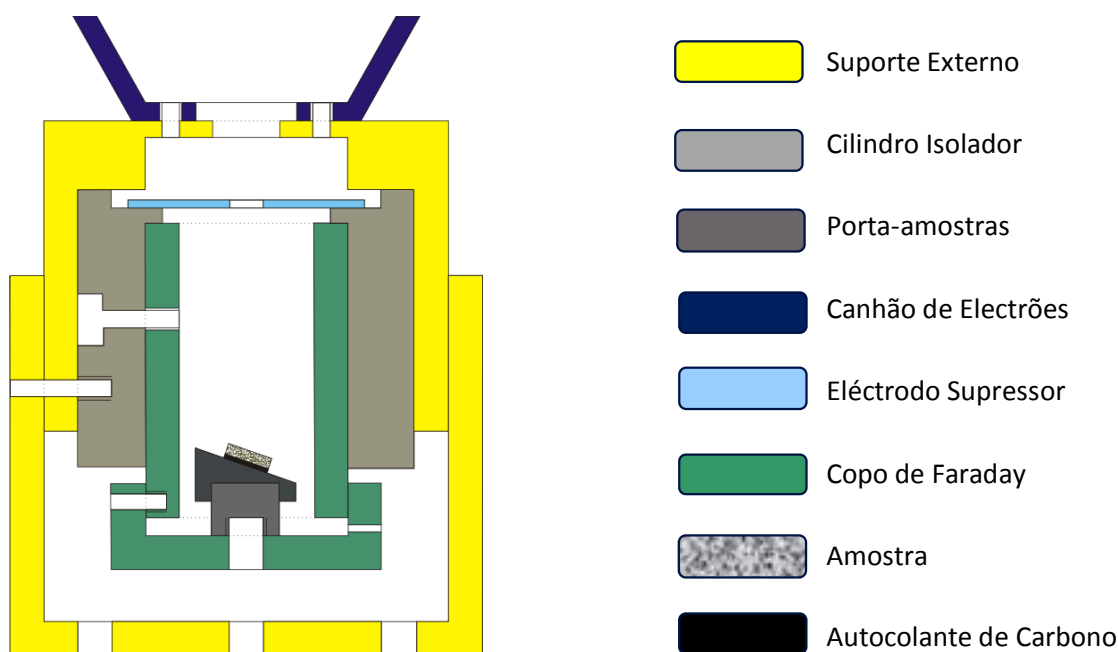
**Tabela 1.** Função de trabalho e constantes de Richardson para vários materiais.

Material	$\Phi$ [eV]	$A \cdot b$ [ $\text{A cm}^{-2} \text{ K}^{-2}$ ]
<i>Molibdénio</i>	4.15	55
<i>Níquel</i>	4.61	30
<i>Tântalo</i>	4.12	60
<i>Tungsténio</i>	4.54	60
<i>Bário</i>	2.11	60
<i>Césio</i>	1.81	160
<i>Irídio</i>	5.40	170
<i>Platina</i>	5.32	32
<i>Tório</i>	3.38	70
<i>Ba + W</i>	1.56	1.5
<i>Cs + W</i>	1.36	3.2
<i>Th + W</i>	2.63	3.0

### 3. Projecto e Concepção do Aparelho de Medição da Taxa de Emissão de Electrões Secundários

Nesta secção vêm descritos todos os processos relacionados com o projecto e concepção do aparelho de medição da taxa de emissão de electrões secundários, desde os componentes constituintes aos métodos de medição das correntes que possibilitam o posterior cálculo da taxa de emissão de electrões secundários.

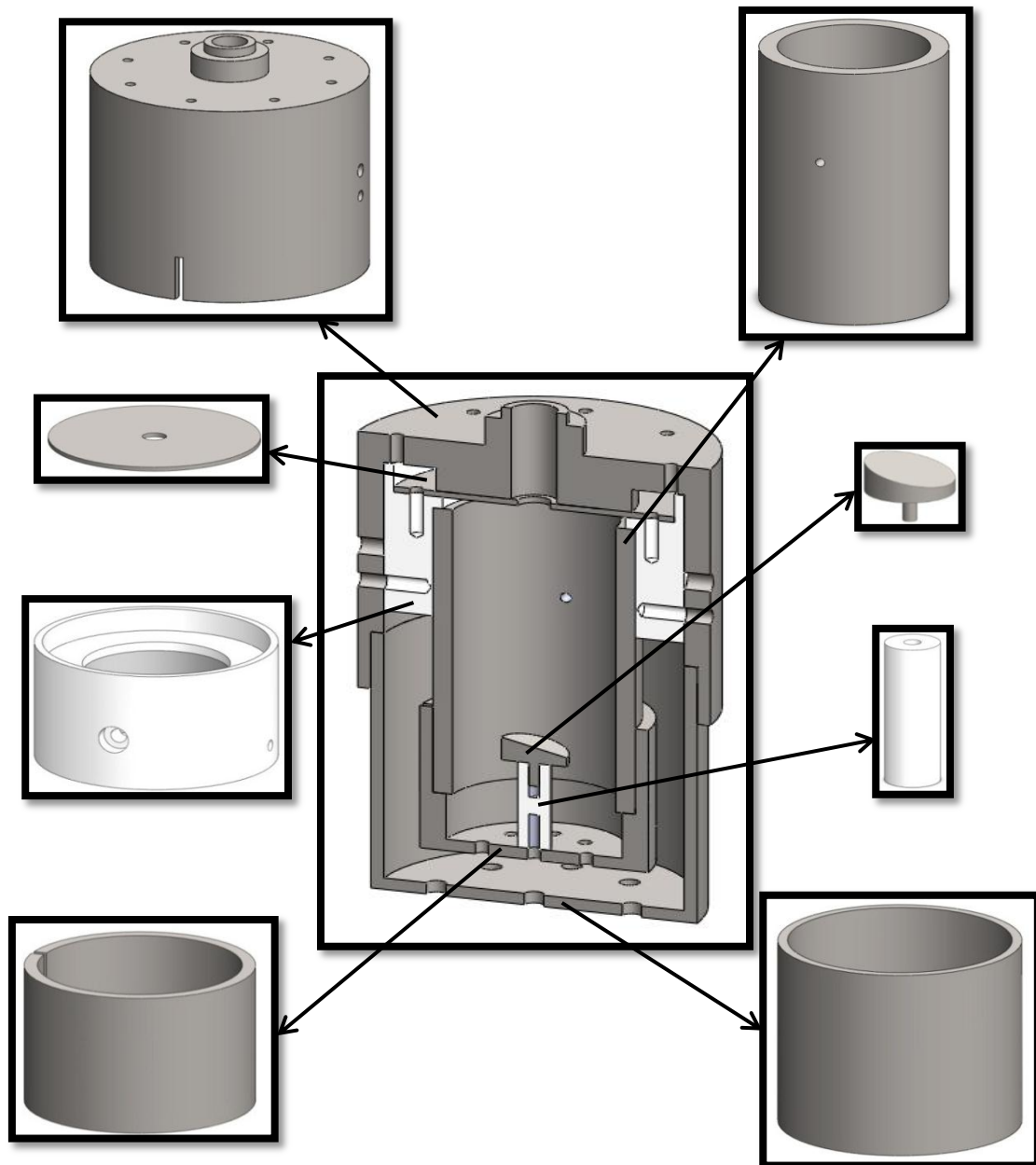
#### 3.1 COMPONENTES DO APARELHO



**Figura 3.1.** Esquema do aparelho de medição da taxa de emissão de electrões secundários realizado em CorelDraw®.

O aparelho de medição que foi projectado para efectuar medições da taxa de emissão de electrões secundários é constituído por um canhão de electrões, um porta-amostras, um suporte para o porta-amostras, um copo de Faraday (parte superior e inferior), um cilindro isolador para o copo de Faraday e um suporte externo (parte superior e inferior). A união de ambas as partes do copo de Faraday e do suporte externo é feita através de uma rosca. O suporte para o porta-amostras e o cilindro

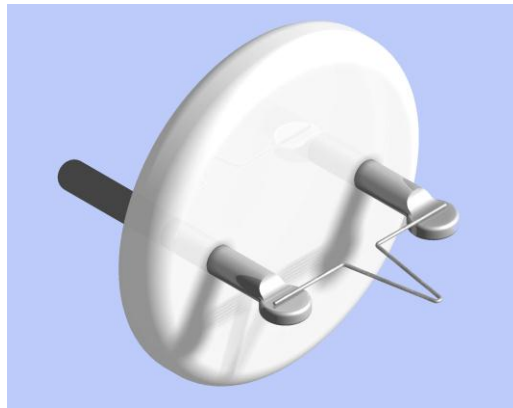
isolador foram construídos em Teflon com o propósito de permitir o isolamento eléctrico entre o copo de Faraday e o suporte externo, e entre o porta-amostras e o copo de Faraday, de modo a ser plausível a medição independente das correntes de cada componente (ver secção 3.3). As restantes peças foram confeccionadas em aço inoxidável. (Para mais informações consultar os desenhos técnicos na secção *Anexos*.)



**Figura 3.2.** Desenho das peças constituintes do aparelho de medição da SEY. De dentro para fora: suporte para o porta-amostras, porta-amostras, copo de Faraday, cilindro isolador, eléctrodo supressor e suporte externo.

### 3.1.1 FILAMENTO DO CANHÃO DE ELECTRÕES

O filamento do canhão de electrões existente encontrava-se danificado. Deste modo, procedeu-se à elaboração de um filamento novo em tungsténio toriado<sup>1</sup>, o qual foi posteriormente soldado a dois eléctrodos, que se encontram separados por uma distância de 10.8 mm.



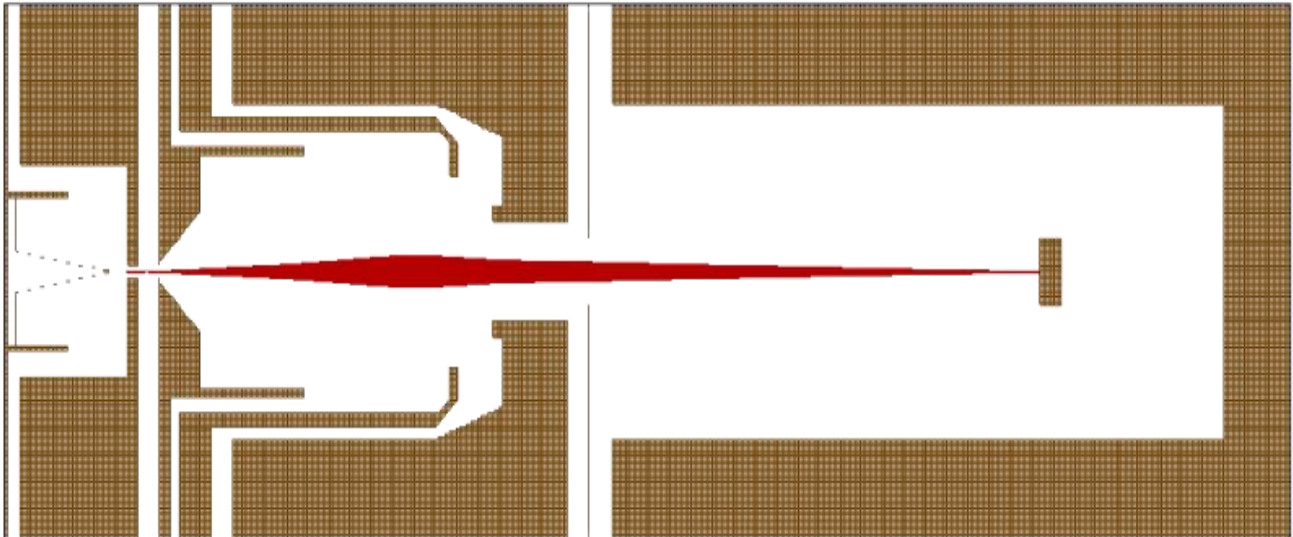
**Figura 3.3.** Filamento do canhão de electrões com uma geometria do tipo hairpin, um diâmetro de 0,15 mm e uma altura de 9 mm. [18].

## 3.2 SIMULAÇÃO DA TRAJECTÓRIA DOS ELECTRÕES EM SIMION<sup>®</sup>

Para compreender melhor o comportamento do feixe de electrões no interior do aparelho construído para medir a taxa de emissão de electrões secundários, foram realizadas várias simulações recorrendo ao programa SIMION<sup>®</sup>. Este programa possibilitou visualizar a trajetória do feixe de electrões desde o local da sua emissão (i.e. filamento do canhão de electrões) até à superfície da amostra. Mais além, permitiu estudar a influência da tensão aplicada aos eléctrodos no percurso do feixe, bem como as relações existentes entre o potencial de cada eléctrodo.

---

<sup>1</sup> Goodfellow (W99/Th 1), W 145350/2



**Figura 3.4.** Imagem do feixe de electrões em SIMION® com uma resolução de 0,1 mm (i.e. 1 ponto = 0,1 mm). Da esquerda para a direita: filamento, eléctrodo de Wenhelt, eléctrodo de extracção, eléctrodo de focagem, eléctrodo exterior, eléctrodo supressor, copo de Faraday e porta-amostras.

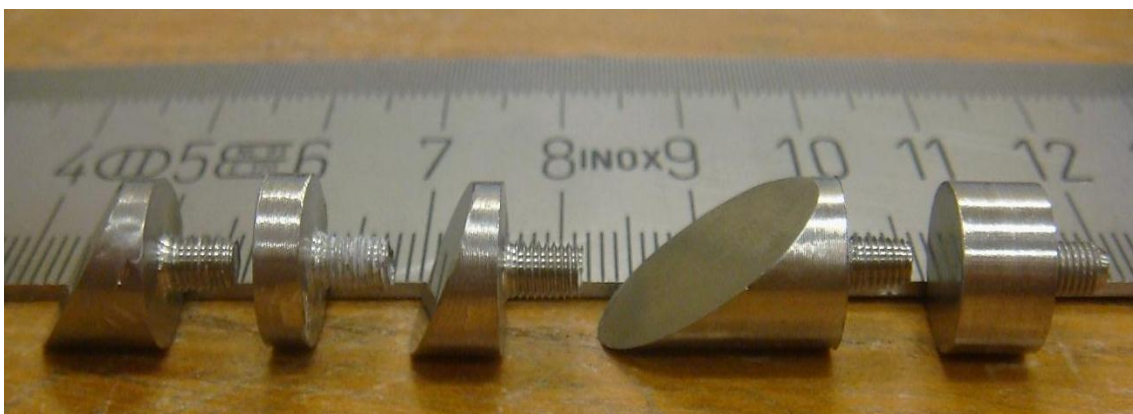
As simulações efectuadas possibilitaram a optimização do valor da tensão a aplicar a cada eléctrodo do canhão de electrões (e.g. filamento, eléctrodo de *Wenhelt*, eléctrodo de extracção, eléctrodo de focagem e eléctrodo exterior) e do aparelho de medição da SEY (e.g. eléctrodo supressor, copo de Faraday e porta-amostras) de modo a obter um feixe de electrões focado e centrado na amostra. Mais precisamente, concluiu-se que os valores óptimos de funcionamento, para valores de energia do feixe de electrões entre 10 eV e 1000 eV, são as seguintes:

- $V_{\text{FILAMENTO}} = V_{\text{FOCAGEM}}$
- $V_{\text{WENHELT}} = 0,97 \cdot V_{\text{FOCAGEM}}$
- $V_{\text{EXTRACÇÃO}} = V_{\text{EXTERIOR}} = 0$
- $V_{\text{SUPRESSOR}} = 0,10 \cdot V_{\text{FILAMENTO}}$

### 3.3 MÉTODOS DE MEDIÇÃO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS

A forma como é avaliada a taxa de emissão de electrões secundários é algo muito diversificado. Analisando múltiplos artigos [6, 19-23], constatou-se que não existe um consenso geral no modo como a taxa de emissão de electrões secundários é definido, medido e calculado. Consideremos o exemplo seguinte: alguns autores incluem tanto os electrões secundários verdadeiros (i.e. electrões ejectados da amostra com uma energia inferior a 50 eV) como os electrões reflectidos (i.e. electrões ejectados da amostra com uma energia superior a 50 eV) no cálculo da taxa de emissão de electrões secundários, enquanto outros reconhecem apenas a contribuição dos electrões secundários verdadeiros, desprezando a dos electrões reflectidos (elasticamente e inelasticamente).

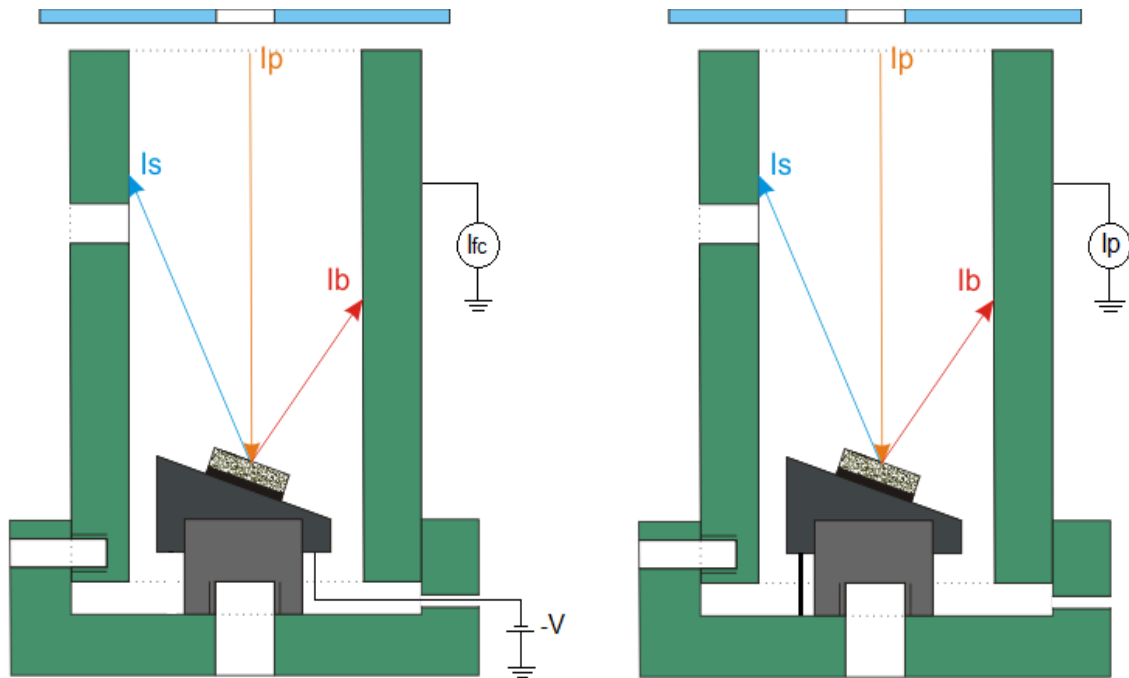
Tendo em consideração os aspectos mencionados, o aparelho foi projectado de tal modo que é possível medir a taxa de emissão de electrões secundários usando dois métodos diferentes. Além disso, a montagem experimental possui a vantagem de incluir quatro tipos de porta-amostras removíveis, com inclinações diferentes (i.e. 0°, 30°, 45° e 60°), para que possa ser estudado a influência do ângulo de incidência do feixe de electrões primários na taxa de emissão de electrões secundários (figura 3.5).



**Figura 3.5.** Fotografia dos vários porta-amostras.



- Método 1



**Figura 3.6.** Ilustração do método de medição das correntes  $I_{FC}$  e  $I_p$ .

O primeiro método para medir a taxa de emissão de electrões secundários pode ser repartido em duas fases, permitindo a medida independente das correntes total emitida e incidente. Numa fase inicial é aplicada uma tensão negativa ao porta-amostras e mede-se a corrente total de electrões secundários ( $I_s$  e  $I_b$ ) colectados nas paredes do copo de Faraday ( $I_{FC}$ ),

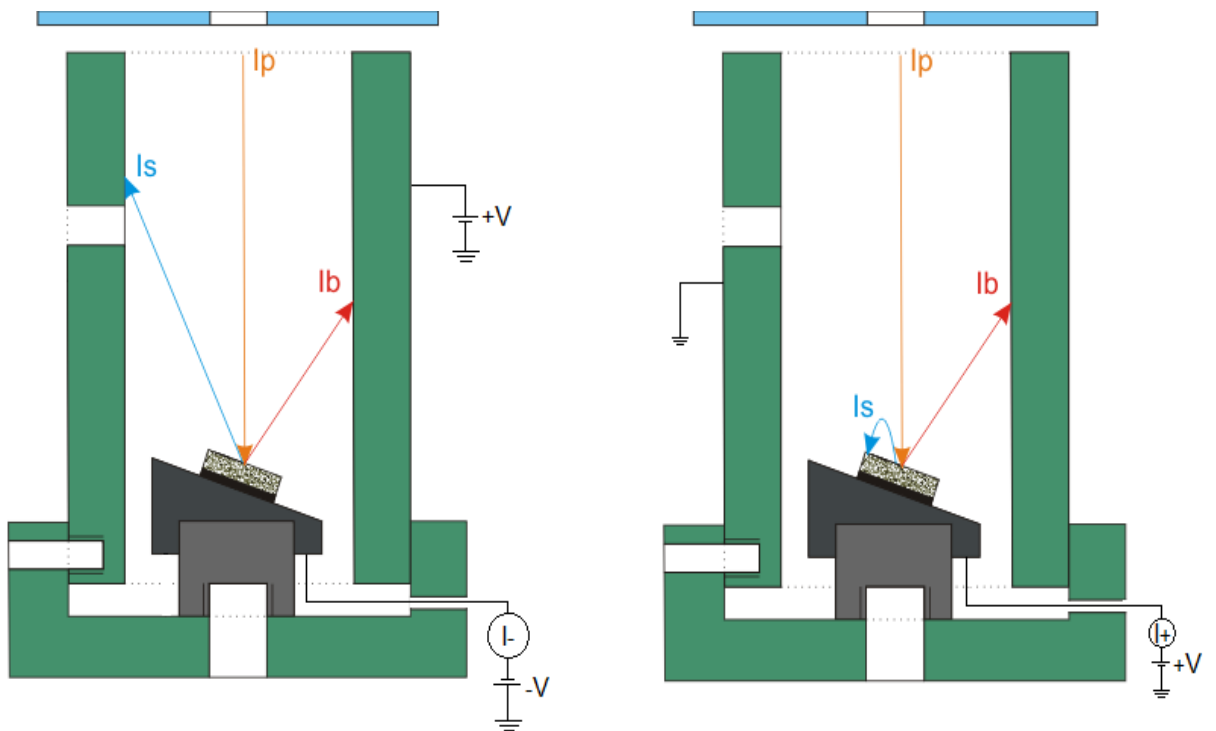
$$I_{FC} = I_b + I_s . \quad (3.1)$$

A segunda fase deste método implica fazer um curto-circuito entre o porta-amostras e o copo de Faraday, medindo-se novamente a corrente no copo de Faraday. A corrente medida corresponde à corrente do feixe de electrões incidente,  $I_p$ .

Sabendo os valores das correntes  $I_{FC}$  e  $I_P$ , o valor da taxa de emissão de electrões secundários vem dado pela razão [22],

$$\delta_{total} = \frac{I_{FC}}{I_P} = \frac{I_b + I_s}{I_P}. \quad (3.2)$$

▪ **Método 2**



**Figura 3.7.** Ilustração do método de medição das correntes  $I^-$  e  $I^+$ .

Esta alternativa encontra-se subdividida em duas medições distintas. Na primeira o copo de Faraday é colocado a uma tensão positiva, enquanto ao porta-amostras é aplicada uma tensão negativa. Consequentemente após o feixe de electrões incidente colidir com a amostra, todos os electrões secundários (i.e. reflectidos inelasticamente, reflectidos elasticamente e verdadeiros) são repelidos e atraídos para as paredes do copo de Faraday (figura 3.7).

A medição da corrente é efectuada por um electrómetro ligado ao porta-amostras, e corresponde a:

$$I_- = I_P - I_b - I_S, \quad (3.3)$$

em que  $I_P$  representa a corrente do feixe de electrões incidente,  $I_b$  a corrente total de electrões reflectidos e  $I_S$  a corrente de electrões secundários verdadeiros.

O segundo caso implica ligar o copo de Faraday à terra e aplicar uma tensão positiva ao porta-amostras, de tal modo que os electrões menos energéticos (i.e. verdadeiros electrões secundários) são novamente atraídos para a amostra. Desta forma, a corrente medida no porta-amostras ( $I_+$ ) equivale a:

$$I_+ = I_P - I_b. \quad (3.4)$$

Conhecendo os valores de  $I_-$  e  $I_+$  o valor do SEY total é dado por [19]:

$$\delta = \frac{I_+ - I_-}{I_+} = \frac{I_S}{I_P - I_b}. \quad (3.5)$$

Posteriormente analisou-se em mais pormenor a equação 3.5 e deparou-se, no denominador, com uma subtração da corrente de electrões reflectidos  $I_b$  à corrente do feixe incidente  $I_P$ , o que não tem qualquer significado físico. Mais além, certos estudos indicam que  $I_b$  pode ter uma contribuição na ordem dos 20 % para a medida da SEY total, logo o erro cometido usando esta equação seria considerável [7, 24]. Esta contribuição foi analisada em mais detalhe no capítulo 5.

Outro erro cometido assenta no facto de, no segundo caso, a corrente de electrões reflectidos,  $I_b$ , gerar electrões secundários ao chocar com paredes do copo de Faraday, sendo que estes são novamente atraídos para a amostra e medidos, sobrestimando o valor da corrente medido  $I_+$ . Deste modo, na fase de testes, decidiu-se não recorrer a este método para medir a taxa de emissão de electrões secundários.

## **4. IMPLEMENTAÇÃO DO APARELHO PARA MEDIÇÃO DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS**

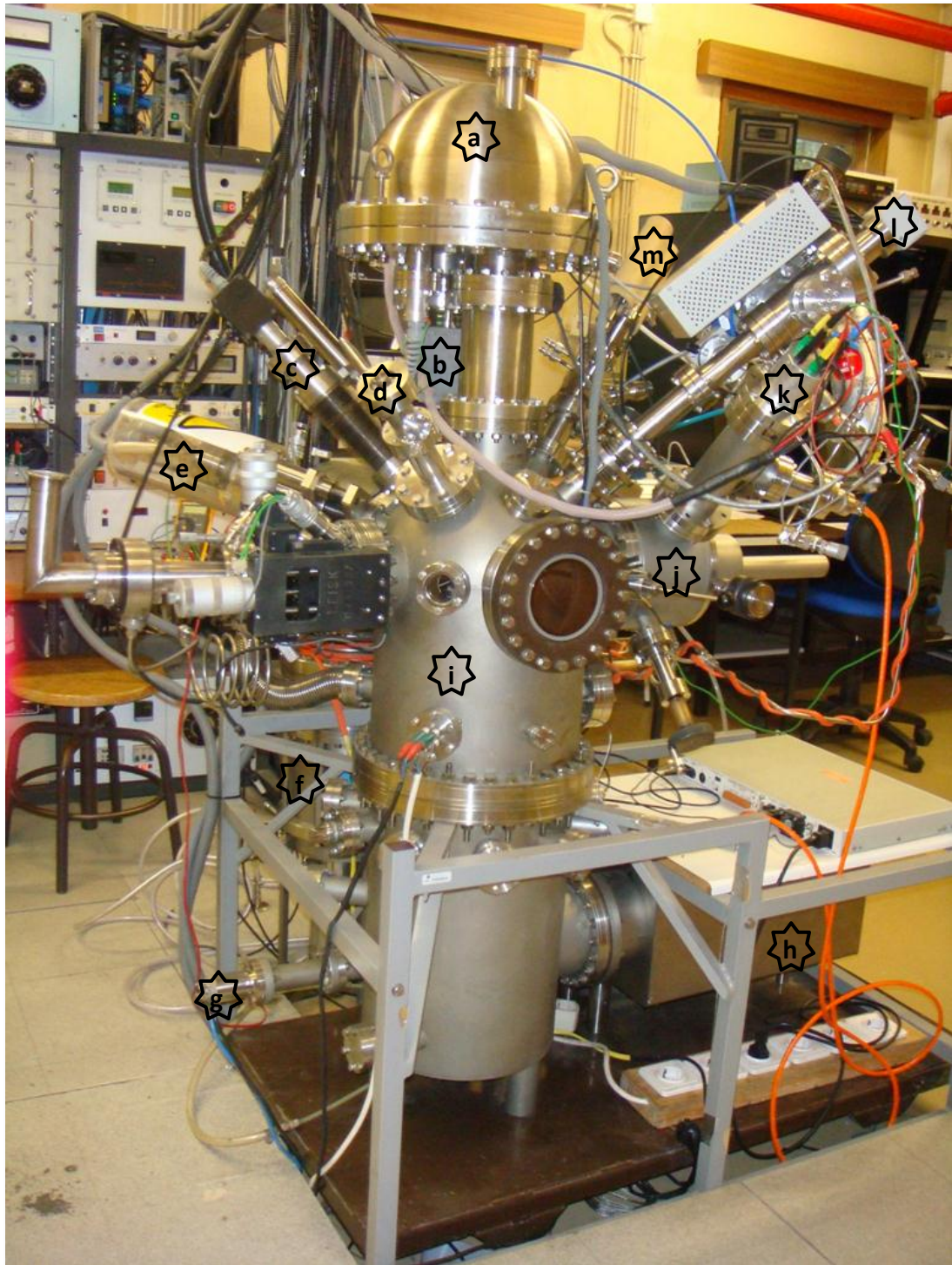
---

Neste capítulo vem descrita a montagem experimental final usada para efectuar as medições da taxa de emissão de electrões secundários, sendo feita uma apresentação breve do aparelho multitécnicas e respectivo sistema de vácuo em que se insere. Mais adiante é apresentado o procedimento a seguir para introduzir novas amostras e/ou porta-amostras no aparelho desenvolvido.

### **4.1 SISTEMA MULTITÉCNICAS**

O aparelho multitécnicas foi desenvolvido com o intuito de analisar as partículas emitidas por diversas amostras. O sistema inclui as seguintes técnicas de análise de superfícies: espectroscopia de fotoelectrões de raios-X (XPS), espectroscopia de dispersão de iões (ISS), espectroscopia de electrões de Auger (AES) e espectroscopia de massa de iões secundários (SIMS). Também permite fazer análises em forma de imagem e obter o mapeamento da função trabalho da superfície.

O sistema vem provido de duas câmaras de vácuo: a câmara de introdução de amostras e a câmara de análise. A câmara de análise, em aço inoxidável 304L, encontra-se forrada interiormente por um metal para blindar os campos magnéticos externos. Nesta câmara encontram-se acoplados a fonte de raios-X, a fonte de iões, o analisador SIMS, o evaporador e o detector de electrões secundários, direccionados para o centro onde se encontra a amostra. Na zona superior da câmara encontra-se o analisador de energia e na parte lateral uma pré-câmara por onde são introduzidas as amostras na câmara de análise. Esta pré-câmara possibilita o armazenamento de mais amostras através de um suporte localizado no seu interior. Permite ainda realizar estudos acerca da taxa de emissão de electrões secundários de uma amostra, através do novo aparelho de medição da SEY desenvolvida e que se encontra instalada nesta câmara.



**Figura 4.1.** Fotografia do sistema multitécnicas: a) analisador de energia, b) detector, c) fonte de electrões, d) detector de electrões secundários, e) fonte de raios-x, f) bomba criogénica, g) bomba de sublimação de titânio, h) bomba iónica, i) câmara de análise, j) pré-câmara, k) aparelho de medição da SEY, l) fonte de iões, m) evaporador.

### 4.1.1 SISTEMA DE VÁCUO E BOMBEAMENTO

Para estudar certas propriedades da superfície de uma amostra é fulcral que esta se encontre livre de contaminantes. Para obter e manter a superfície limpa durante o período de análise, é necessário trabalhar a pressões de ultra-alto-vácuo (i.e.  $10^{-8}$  a  $10^{-11}$  mbar).

O bombeamento do sistema multitécnicas é feita através de bombas de diafragma, turbomolecular, criogénica, iónica e sublimação de titânio, permitindo alcançar pressões na ordem de grandeza dos  $10^{-10}$  mbar na câmara de análise e  $10^{-6}$  mbar na câmara de introdução de amostras.

Numa primeira fase, as bombas de diafragma (15 l/min) e as turbomoleculares são as responsáveis pelo bombeamento até cerca de  $10^{-6}$  mbar. As bombas turbomoleculares, localizadas na zona da fonte de iões e na zona da câmara de introdução de amostras têm velocidades de bombeamento iguais a 60 l/s. Estes operam na sequência das bombas de diafragma, após estes atingirem uma pressão de aproximadamente 5 mbar.

Quando a pressão atingir um valor de cerca de  $10^{-4}$  mbar entram em funcionamento as bombas criogénica (1800 l/s) e iónica (220 l/s), e fecha-se a válvula de comunicação entre a câmara de análise e a câmara de introdução de amostras.

Quando a pressão no interior da câmara atingir uma pressão de cerca de  $10^{-6}$  mbar, inicia-se o processo de degaseificação (*baking*). O *baking* consiste no aquecimento da câmara a uma temperatura de aproximadamente 100 °C, potenciando a libertação de gases e vapores absorvidos, adsorvidos (principalmente a água) e contaminantes nas superfícies da câmara. Normalmente esta fase tem a duração de três dias.

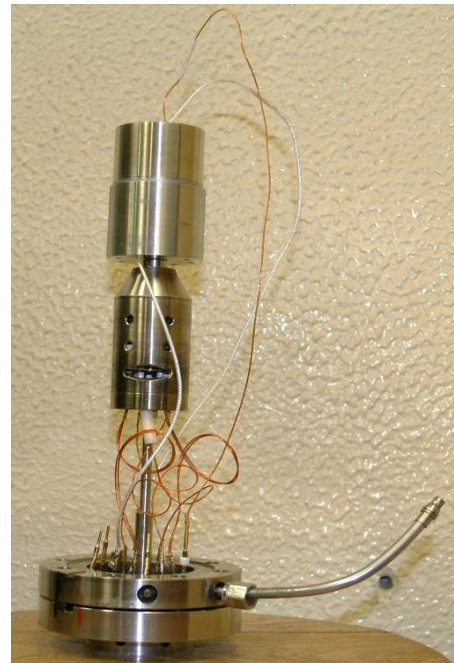
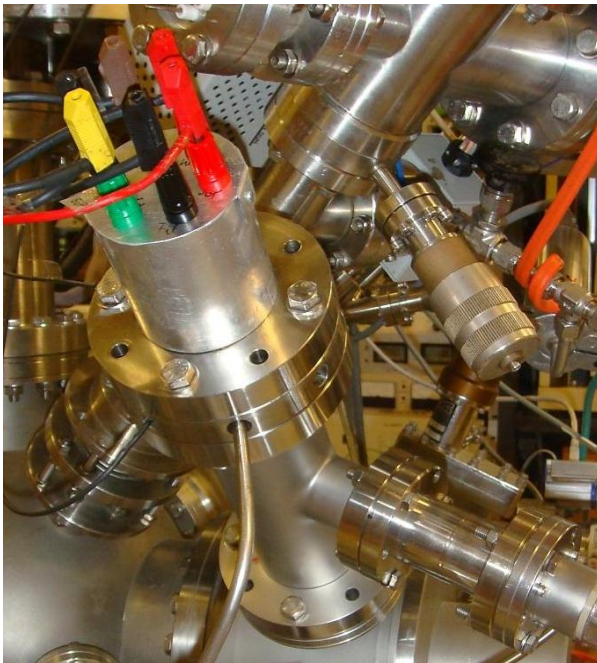
Por fim desliga-se o aquecimento, incitando uma diminuição da pressão, e liga-se a bomba de sublimação de titânio de modo pulsado, atingindo a pressão de  $10^{-10}$  mbar [25].

As medidas de pressão no aparelho multitécnica são efectuadas por um vacuómetro de *Pirani*, localizado na câmara de introdução de amostras, e manómetros de ionização, que se encontram na câmara de análise, na câmara de introdução de amostras e na fonte de iões.



## 4.2 MONTAGEM EXPERIMENTAL

O aparelho de medição da taxa de emissão de electrões secundários foi acoplado ao canhão de electrões, sendo posteriormente montados num tubo em forma de T<sup>2</sup>. Na flange central do tubo foi colocado um manómetro de ionização<sup>3</sup> para monitorizar o valor da pressão dentro da câmara no decorrer das medições (figura 4.2).



**Figura 4.2.** Fotografia da montagem final do aparelho de medição da taxa de emissão de electrões secundários

A câmara escolhida para montar o aparelho foi a de introdução de amostras, cuja pressão mínima atingível é da ordem dos  $10^{-6}$  mbar, pois um dos objectivos do projecto é estudar amostras sujeitas à exposição ao ar. A principal desvantagem desta localização baseia-se na impossibilidade de realizar tratamentos na superfície, disponíveis na câmara de análise, tais como aquecimento e pulverização com iões de árgon. Porém esta localização apresenta a vantagem do tempo de espera entre a troca de amostras e/ou porta amostras e as medições da SEY ser bastante rápido, atingindo uma pressão satisfatória passadas algumas horas.

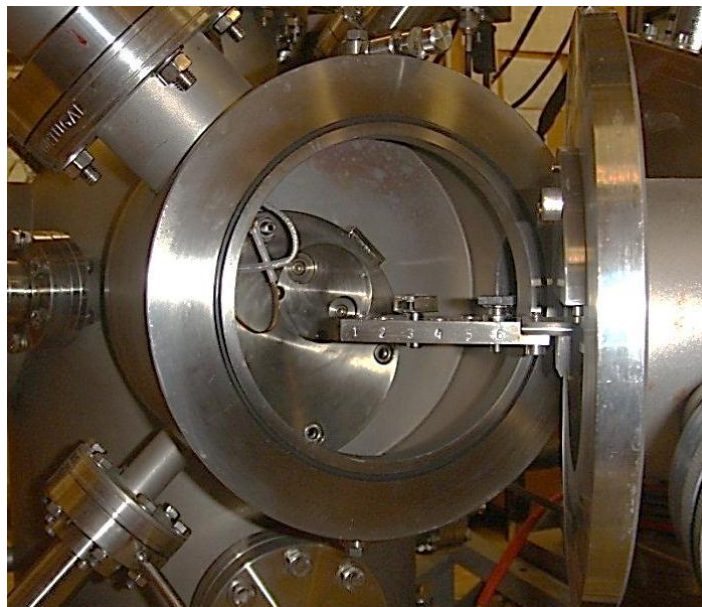
<sup>2</sup> Hositrad Vacuum Technology FTR63/35R

<sup>3</sup> ARUN Microelectronics AML PCG2

A medição das correntes  $I_{FC}$  e  $I_P$ , bem como o fornecimento da tensão do eléctrodo supressor é efectuada por um electrómetro<sup>4</sup>. As restantes tensões (i.e. eléctrodo de *Wenhelt*, eléctrodo de focagem e eléctrodo de extracção) foram controladas através de três fontes de tensão independentes<sup>5</sup>. Foram ainda usadas uma fonte de corrente e outra de tensão<sup>6</sup> para controlar o filamento do canhão de electrões.

#### 4.2.1 PROCEDIMENTO PARA SUBSTITUIÇÃO DE AMOSTRAS

O processo de substituição da amostra e/ou porta-amostras pode ser dividido em quatro passos: em primeiro lugar devem-se desligar as fontes de tensão e corrente. Seguidamente fecha-se a válvula de comunicação entre a câmara de análise e as bombas que operam neste.



**Figura 4.3.** Fotografia do interior da câmara de introdução de amostras, onde são visíveis os fios de ligação e o suporte para os porta-amostras da pré-câmara.

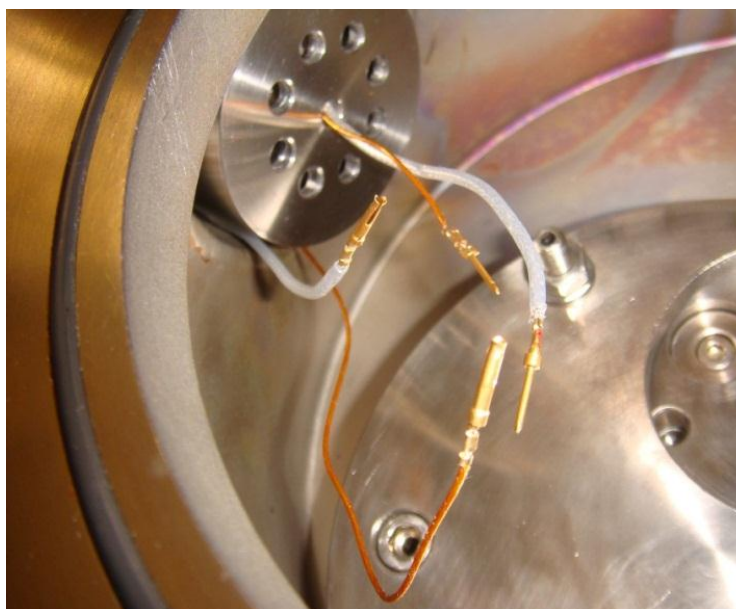
<sup>4</sup> Keithley Instruments, Model 617 Programmable Electrometer

<sup>5</sup> Wallis Electronics (10 kV, 3mA), Type VCS 103/3

<sup>6</sup> Glassman High Voltage, Series EW (1 kV)



O passo seguinte consiste em desligar a bomba turbomolecular<sup>7</sup> e fazer a admissão de árgon no sistema. A introdução do gás inerte no sistema dificulta a adsorção de água nas paredes internas, facilitando o posterior bombeamento da câmara. Após a abertura da porta de acesso à câmara de introdução de amostras (figura 4.3) fecham-se as válvulas de admissão de árgon.



**Figura 4.4.** Fotografia da parte superior do suporte externo e dos fios de ligação do copo de Faraday (branco) e do porta-amostras (amarelo).

No passo seguinte procede-se à desconexão dos fios de ligação do copo de Faraday e do porta-amostras, e desenroscam-se as partes superiores do suporte externo e do copo de Faraday (figura 4.4).

Por fim efectua-se a troca da amostra e/ou porta-amostras, sendo que a amostra encontra-se fixa ao porta-amostras através de um autocolante de carbono<sup>8</sup>.

Efectuada a troca pretendida, enroscam-se novamente as partes superiores do FC e do suporte externo nas suas partes inferiores respectivas, e conectam-se os fios. Após o fecho da porta da câmara, abre-se a válvula de comunicação entre este e as bombas turbomolecular e de diafragma. Atingindo uma pressão de cerca de 5 mbar a bomba turbomolecular é colocada em funcionamento.

---

<sup>7</sup> Pfeiffer Vacuum, D-35614 Asslar Model, TC 100

<sup>8</sup> AGAR Scientific G3357N (9mm)

## 5. MEDIÇÃO E ANÁLISE DA TAXA DE EMISSÃO DE ELECTRÕES SECUNDÁRIOS

---

Na primeira secção deste capítulo serão apresentados os resultados, bem como as condições experimentais em que estes foram obtidos. Posteriormente os resultados serão analisados, comparados e discutidos.

Os testes iniciais indicaram que as condições experimentais previstas pelas simulações realizadas em SIMION<sup>®</sup> estavam correctas, e deste modo foram respeitadas as condições referentes às tensões aplicadas que foram apresentadas no final da secção 3.2.

Um dos testes realizados estudou a influência da tensão aplicada à amostra no valor da corrente colectada no copo de Faraday,  $I_{FC}$ . Deste modo verificou-se que a tensão ideal para a realização dos testes (i.e. correspondente à máxima repulsão de electrões ejectados da amostra) corresponde a -15 V.

No decorrer dos testes, respeitando os parâmetros óptimos determinados durante as simulações, é possível visualizar através da figura 5.1 que o feixe de electrões incidente se encontra totalmente focado na amostra.

Interessa salientar que se recorreu sempre ao método 1 de medição para a realização de todas as experiências efectuadas.



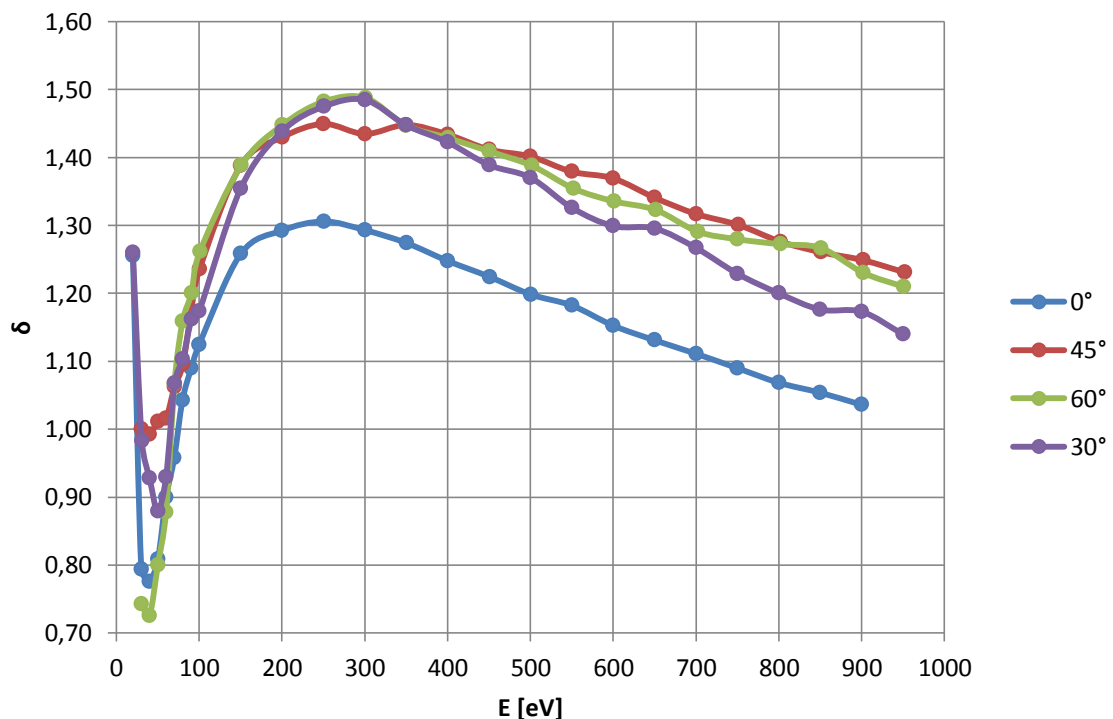
**Figura 5.1.** Fotografia da zona de incidência do feixe de electrões. A mancha, com forma elíptica, tem aproximadamente 1,25 mm de altura e 2 mm de largura.

## 5.1 AMOSTRA DE GRAFITE (SUPERFÍCIE RUGOSA)

A primeira amostra analisada foi de grafite, proveniente do IST, cujas dimensões de altura, comprimento e largura são respectivamente iguais a 2,77 mm, 11,79 mm e 9,47 mm. Posteriormente efectuaram-se várias análises à amostra, de modo a adquirir mais informação acerca da sua composição (ver secção *Anexos*).

A preparação da amostra consistiu numa limpeza com isopropanol, sendo posteriormente seca com um secador.

O gráfico seguinte representa a taxa total de emissão de electrões secundários  $\delta$ , em função da energia do feixe de electrões incidente  $E$ , para vários ângulos de incidência (i.e. 0°, 30°, 45°, 60°). Foi aplicada uma corrente de 2 A ao filamento do canhão de electrões e uma tensão de -15 V à amostra. O eléctrodo supressor foi ligado à terra no regime das energias mais baixas (i.e. entre zero e 100 eV) sendo posteriormente alterada para -30 V para as energias entre 100 e 1000 eV.

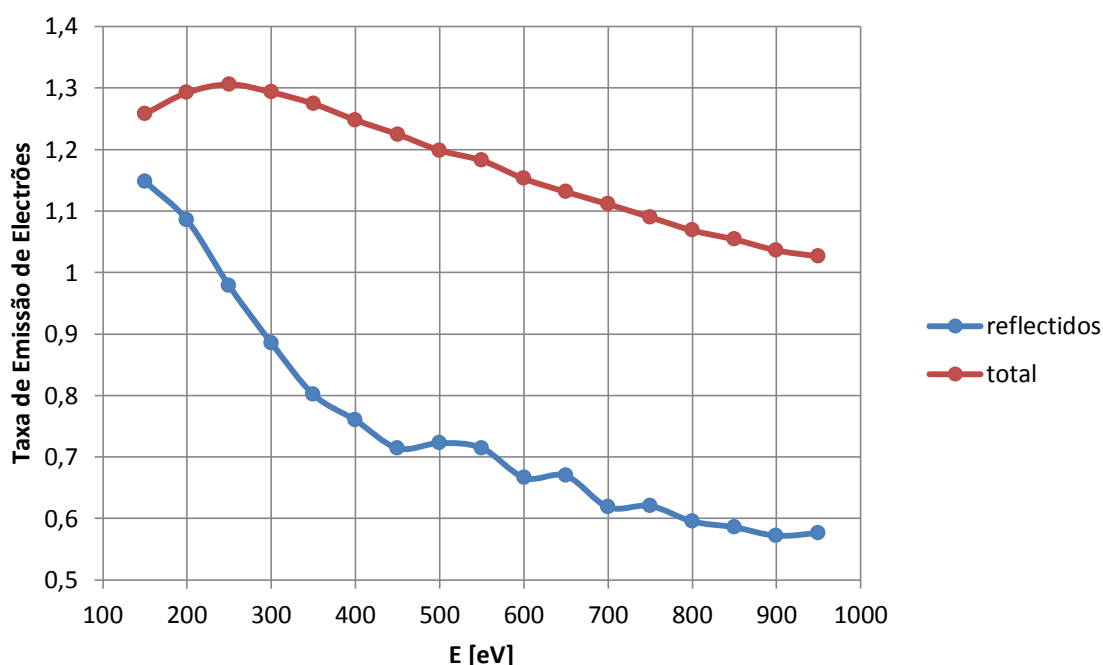


**Figura 5.2.** Gráfico da taxa de emissão de electrões secundários  $\delta$  em função da energia do feixe incidente  $E$ , para quatro ângulos de incidência diferentes.

Observando o gráfico da figura 5.2., constata-se que à medida que o ângulo de incidência do feixe aumenta, os valores da taxa de emissão de electrões secundários também aumentam, sendo esta diferença mais evidente para a mudança de ângulo de 0° para 30°.

A experiência efectuada a seguir pretende avaliar a contribuição efectiva dos electrões reflectidos (i.e. electrões ejectados do material com uma energia superior a 50 eV) para o valor da taxa total de emissão de electrões secundários (figura 5.3).

Para tal aplicou-se uma tensão positiva de 50 V à amostra, de modo a atrair os electrões secundários verdadeiros emitidos de volta à amostra, medindo-se apenas a corrente correspondente aos electrões reflectidos no copo de Faraday. Fez-se incidir o feixe de electrões primários na amostra segundo um ângulo 0°, e foi aplicada ao filamento do canhão de electrões uma corrente de 2 A e tensões desde 0 a -1000 V. A tensão aplicada ao eléctrodo supressor foi de 0 V para as energias compreendidas entre zero e 100 eV, e -30 V para as energias entre 100 e 1000 eV.



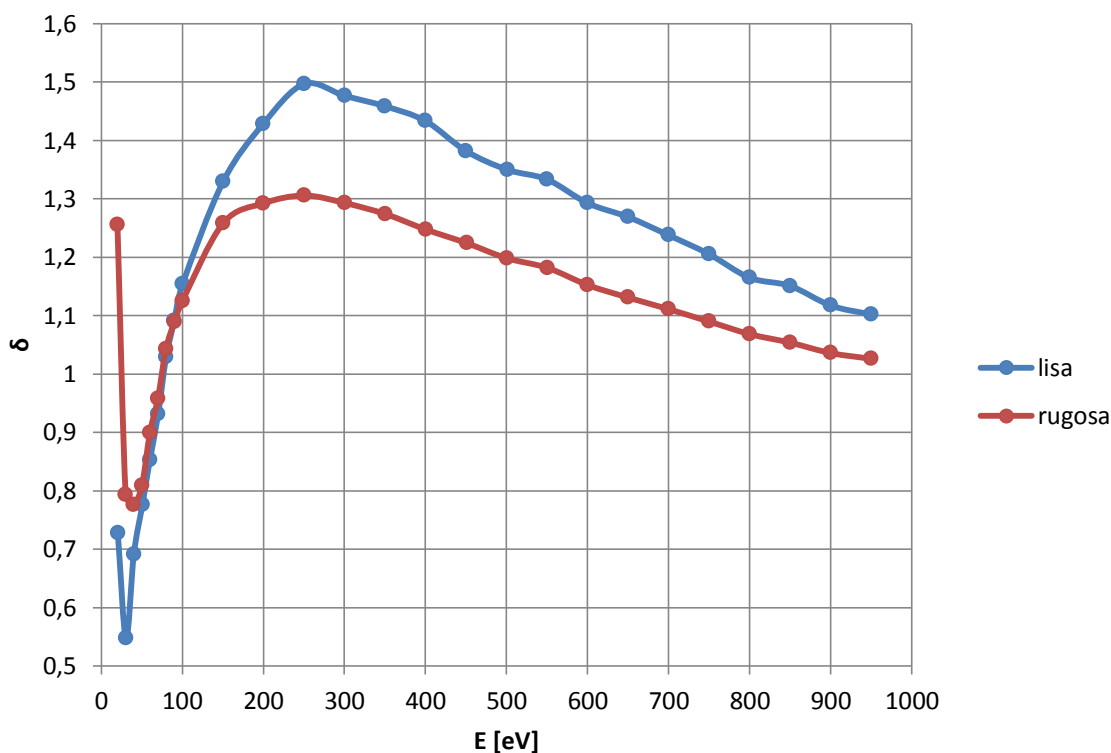
**Figura 5.3.** Gráfico da taxa total de emissão de electrões secundários e da taxa de emissão de electrões reflectidos em função da energia do feixe incidente  $E$ .

Examinando o gráfico da figura 5.3., comprova-se a grande contribuição dos electrões reflectidos para a taxa de emissão de electrões secundários.

## 5.2 AMOSTRA GRAFITE (SUPERFÍCIE LISA)

A segunda amostra de grafite analisada é do fabricante GoodFellow® (C 000430), possuindo um grau de pureza de 99,95 % e uma grossura igual a 1 mm. As restantes dimensões aproximam-se das dimensões mencionadas para a amostra anterior. Relativamente à sua preparação, esta foi idêntica à da amostra anterior.

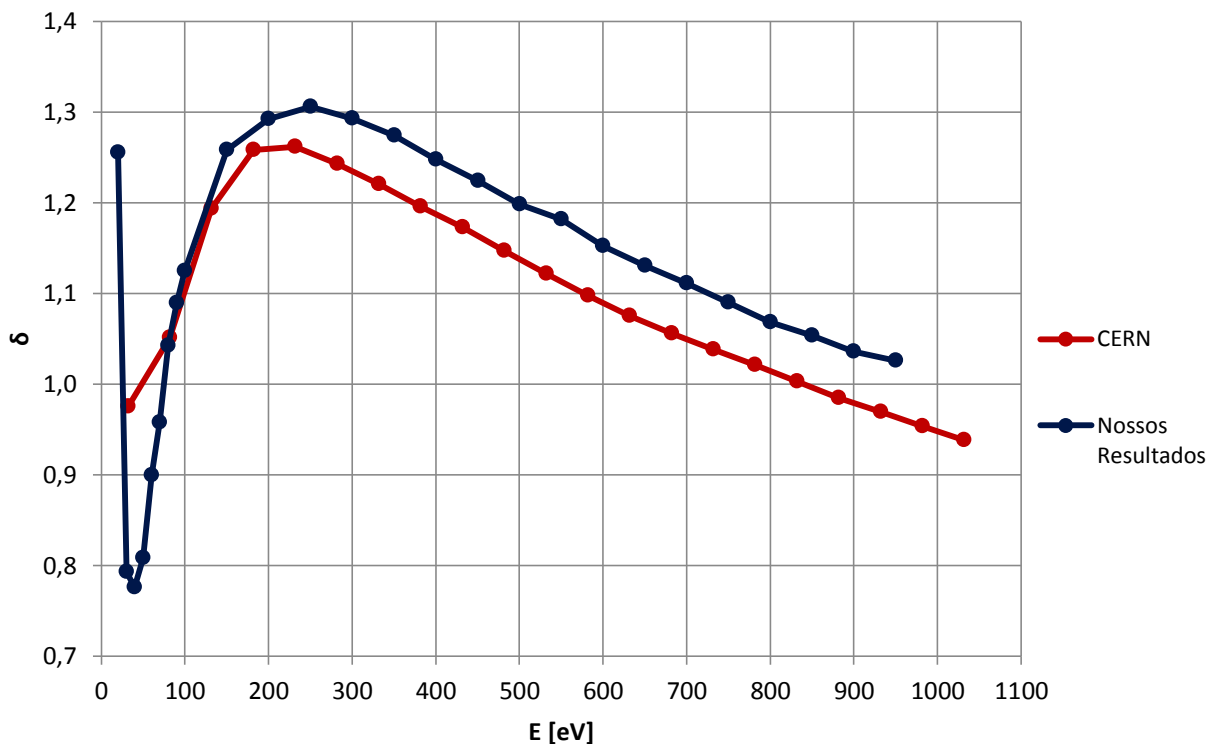
O gráfico seguinte pretende ilustrar a taxa de emissão de electrões secundários das duas amostras de grafite, com a finalidade de revelar a influência da rugosidade da superfície na emissão de electrões secundários. O ângulo de incidência do feixe de electrões foi normal à superfície, a corrente aplicada ao filamento foi de 2 A e a tensão aplicada à amostra foi de -15 V. A tensão aplicada ao eléctrodo supressor foi de 0 V para a gama de energia de zero a 100 eV, diminuindo para -30 V para as energias compreendidas entre 100 e 1000 eV.



**Figura 5.4.** Gráfico da taxa de emissão de electrões secundários  $\delta$  em função da energia do feixe incidente  $E$  para as duas amostras de grafite.

### 5.3 ANÁLISE DE RESULTADOS

O gráfico da figura que se segue visa estudar a fiabilidade das medições efectuadas, para a amostra de grafite rugosa. Para tal foram usados como referência as medidas da taxa de emissão de electrões secundários de uma amostra de grafite HOPG, facultados generosamente pelo CERN, para um ângulo de incidência do feixe primário normal à superfície e uma pressão de cerca de  $10^{-10}$  mbar. A preparação da amostra HOPG, do inglês *Highly Ordered Pyrolytic Graphite*, consistiu apenas na remoção da camada superior com fita-adesiva.



**Figura 5.5.** Gráfico da taxa de emissão de electrões secundários  $\delta$  em função da energia do feixe incidente  $E$ , para duas amostras diferentes de grafite.

Analisando o gráfico anterior conclui-se que a forma da curva e os valores obtidos para  $\delta$  estão em boa concordância com os esperados. O valor máximo de  $\delta$  por nós obtido foi de 1,30 e pelo CERN foi de 1,26. Em ambos os casos este valor máximo ocorre para uma energia do feixe incidente de cerca de 250 eV.

Uma possível explicação para a translação vertical observada no gráfico da figura 5.5 reside no facto de que apesar de ambas as amostras serem de grafite, estas não são iguais, tendo cada uma características diferentes (e.g. arranjo molecular, estado da superfície). Outra possível explicação assenta na gama de pressões em que decorreram as experiências, o que influencia o grau de limpeza da superfície das amostras.

A influência do estado da superfície foi verificada nos resultados apresentados no gráfico da figura 5.4. A curva do gráfico revela uma diminuição da taxa de emissão de electrões secundários com o aumento da rugosidade, onde  $\delta_{max} = 1,30$  no caso da amostra de grafite rugosa, e  $\delta_{max} = 1,49$  para a amostra de grafite plana. Este resultado poderá ser uma consequência dos obstáculos encontrados por uma partícula ao ser emitida de uma superfície rugosa. No caso de uma superfície plana, o electrão deixa a superfície sem perturbações, enquanto no caso da superfície rugosa, a partícula tem uma elevada probabilidade de ser interceptado pelas paredes envolventes. Vários autores apontam a rugosidade da superfície como sendo um factor com bastante influência na emissão de electrões secundários [22, 26, 27].

Quanto à forma do gráfico, a descida inicial deve-se principalmente à grande contribuição dos electrões reflectidos inelasticamente,  $\eta$ , para a medida de  $\delta$ , sendo que posteriormente esta contribuição decresce, predominando a contribuição dos electrões secundários verdadeiros,  $\sigma$ . A contribuição dos electrões reflectidos para a taxa de emissão de electrões secundários foi estimado experimentalmente e pode ser visualizada no gráfico da figura 5.3. Analisando a forma do gráfico é claro a grande contribuição dos electrões reflectidos para  $\delta$ , especialmente na gama das energias mais baixas. Este resultado está de acordo com os resultados esperados [7, 24].

Relativamente ao gráfico da figura 5.2, a influência do ângulo de incidência do feixe de electrões primários sobre a medida da taxa de emissão de electrões secundários é evidente. Analisando as curvas obtidas para cada ângulo de incidência, conclui-se que  $\delta$  aumenta com o aumento do ângulo  $\theta$ , sendo mais evidente para valores de energia mais elevadas. Uma justificação plausível para este aumento deve-se à redução da profundidade de penetração normal à superfície para ângulos mais oblíquos, resultando num aumento na probabilidade de escape de electrões

secundários [22]. Verifica-se também, que o valor de energia correspondente a  $\delta_{max}$  também aumenta.

No que diz respeito às medidas efectuadas para os ângulos de incidência  $45^\circ$  e  $60^\circ$ , podemos constatar que as curvas destes quase se sobrepõem. Muito provavelmente, esta ocorrência deve-se à elevada rugosidade da superfície da amostra. Este efeito tem sido também observado, comentado e publicado por outros autores [11, 19, 21, 22].

O erro máximo relativo foi calculado para as medições efectuadas: na gama das energias mais baixas (i.e.  $E_p \leq 60$  eV) este foi estimado em cerca de 3%, enquanto para valores de energia maiores o erro máximo relativo foi avaliado em menos de 1%.



## 6. CONCLUSÃO

---

O trabalho desenvolvido para presente dissertação permitiu o desenvolvimento de um aparelho capaz de focar um feixe de electrões numa amostra e medir a corrente de electrões incidente e emitido. Deste modo, através dos valores dessas correntes, foi possível calcular a taxa de emissão de electrões secundários da amostra.

Os esboços iniciais do aparelho desenvolvido foram elaborados a duas dimensões em CorelDraw<sup>®</sup>, sendo posteriormente desenhadas a três dimensões recorrendo ao programa SolidWorks<sup>®</sup>.

O aparelho construído permitiu a inovação do sistema multitécnicas, requalificando-o ao contribuir com mais um tipo de análise de superfícies. A unidade de medição da SEY foi acoplada à câmara de introdução de amostras do sistema multitécnicas, através de um tubo em T, juntamente com um manómetro de ionização que permitiu a monitorização da pressão no interior da câmara no decorrer das experiências.

Numa fase inaugural foram executadas várias simulações no programa SIMION<sup>®</sup>, de modo a estudar a trajectória do feixe de electrões dentro do aparelho. Posteriormente, na fase de testes, testemunhou-se a fiabilidade deste programa ao averiguar que os parâmetros reais encontravam-se em boa concordância com os obtidos nas simulações (i.e. tensão dos eléctrodos).

Embora não tivesse sido contemplado nos objectivos iniciais desta tese, após a fase de testes, procedeu-se à realização de várias experiências com o intuito de estudar alguns factores determinantes na emissão de electrões secundários, nomeadamente a intensidade do feixe de electrões incidente, o ângulo de incidência do feixe na amostra, a rugosidade da superfície e a contribuição da taxa de emissão de electrões reflectidos (i.e. elástica e inelásticamente) para a SEY.

Os resultados obtidos nas experiências permitiram concluir que a curva do gráfico da taxa de emissão de electrões secundários em função da energia do feixe primário efectivamente adopta sempre a forma de sino mencionado na literatura. Mais adiante verificou-se um aumento da SEY para ângulos de incidência mais

oblíquos, através do uso de porta-amostras com inclinações diferentes (i.e. 0°, 30°, 45° e 60°). A sobreposição observada das curvas dos gráficos, referentes aos ângulos de incidência de 45° e 60°, poderá dever-se à elevada rugosidade da superfície da amostra, o que atenua o efeito do ângulo de incidência do feixe na amostra.

No que diz respeito à medida da taxa de emissão de electrões reflectidos, constatou-se que estes contribuem de forma significativa para o valor total da SEY, principalmente na gama das energias mais baixas (i.e.  $E_p < 400$  eV).

Comparando os valores obtidos com os esperados, conclui-se que o aparelho desenvolvido é bastante fidedigno, permitindo medições rápidas e fiáveis da taxa de emissão de electrões secundários.

No futuro seria interessante estudar a taxa de emissão de electrões secundários de novos materiais e analisar outros factores que possam interferir na emissão de electrões secundários, bem como continuar os estudos que incidem sobre os factores influentes já conhecidos de modo a compreender melhor o seu efeito. Tal como foi feito para a amostra de grafite rugosa, seria estimulante também investigar com mais minúcia as propriedades físicas da amostra de grafite lisa (e.g. XPS, espectro de energia dos electrões secundários emitidos, STM). Isto possibilitaria comparar com mais rigor a composição e o estado de ambas as superfícies das amostras de grafite.

A pesquisa de procedimentos alternativos de medição também seria interessante, sendo que a optimização do aparelho seria aconselhável para eliminar certos factores de erro. Uma das melhorias a sugerir consiste na implementação de uma grelha paralelamente ao copo de Faraday, o que permitiria suprimir os electrões secundários gerados pelos electrões reflectidos ao atingirem as paredes do copo de Faraday. Pois, no caso de estes regressarem à amostra, serão medidos e contabilizados no cálculo da taxa de emissão de electrões secundários, introduzindo um factor de erro nas medições.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- [1] **N. Michiru, K. Shigeki.** Study on Secondary Electron Emission from Carbon Materials. *Journal of the Vacuum Society of Japan*. 118-120, 2005, Vol. 48.
- [2] **J. M. Ripalda, I. Monteroa, L. Vázquez, D. Raboso, L. Galán.** Secondary Electron Emission and Photoemission Studies on Surface Films of Carbon Nitride. *Journal of Applied*. 043513, 2006, Vol. 99.
- [3] **F. Seitz, D. Turnbull.** *Solid State Physics: Advances in Research and Applications*. s.l. : Academic Press, 1958. Vol. 6.
- [4] <http://en.wikipedia.org/wiki/Emissivity>.
- [5] **G. Rumolo, W. Bruns, Y. Papaphilippou.** Electron Cloud Build Up and Instability in the CLIC Damping Rings. *CERN-AB-2008-025, CLIC-Note -749*. 2008.
- [6] **A. Shih, J. Yater, P. Pehrsson, J. Butler, C. Hor, and R. Abrams.** Secondary Electron Emission from Diamond Surfaces. *J. Appl. Phys.* 82 (4), 15 August 1997.
- [7] **F. Pérez, J. de Lara, L. Galán, M. Alfonseca, I. Montero, E. Román, D. Raboso.** *Simulation of Multipactor Effect Through the Individual Simulation of Electrons*. Madrid.
- [8] **P.Kumar,** *Characterization of the Dose Effect in Secondary Electron Emission*. University of Madras, 2006.
- [9] **M. A. Furman, M. T. F. Pivi.** Simulation of Secondary Electron Emission Based on a Phenomenological Probabilistic Model. *LBNL-52807, SLAC-PUB-9912*. June 2, 2003.
- [10] **S. J. B.Reed,** *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology*. Cambridge University Press, 2005.
- [11] **H. Seiler,** Secondary Electron Emission in the Scanning Electron Microscope. *Journal of Applied Physics*. 11, November 1983, Vol. 54.
- [12] **M. Jin, W. Lei, X. Zhang, Y. Tu, H. Yin, Z. Zhang.** Simulation of Secondary Electron Emission in an Electron Gun. *Physics Procedia*. 2008, Proceedings of the Seventh International Conference on Charged Particle Optics, pp. 61-64.

- [13] **Y. Lin, D.C. Joy.** A New Examination of Secondary Electron Yield Data. *Surface and Interface Analysis*. 2005; 37: 895–900.
- [14] **F. Caspers, G.i Rumolo, W. Scandale, F. Zimmermann.** *Beam-Induced Multipactoring and Electron-Cloud Effects in Particle Accelerators*. Valencia: International Workshop in Multipactor, Corona and Passive Intermodulation (MULCOPIIM'08), 24-26 September 2008.
- [15] **R. Carrapa,** *Fonte de Electrões de Baixa Energia*. FCT UNL, 1997.
- [16] [http://simion.com/definition/richardson\\_dushman.html](http://simion.com/definition/richardson_dushman.html).
- [17] **F. Rosebury,** *Handbook of Electron Tube and Vacuum Techniques*. American Institute of Physics, 1993. 1-56396-121-0.
- [18] [http://www.kimballphysics.com/cathode/catalog\\_PDF/Tungsten%20Filaments\\_2008.pdf](http://www.kimballphysics.com/cathode/catalog_PDF/Tungsten%20Filaments_2008.pdf).
- [19] **M. E. Woods, B. J. Hopkins, G. F. Matthews, G. M. McCracken, P. M. Sewell, H. Fahrangt.** An Investigation of the Secondary Electron Emission of Carbon Samples Exposed to a Hydrogen Plasma. *J. Phys. D: Applied Physics*. 20, 1987, pp. 1136-1142.
- [20] **A. Dunaevsky, Y. Raitses, N. J. Fisch.** Secondary Electron Emission from Dielectric Materials of a Hall Thruster with Segmented Electrodes. *Physics of plasmas*. 6, 2003, Vol. 10.
- [21] **N. D. Zamoski, P. Kumar, C. Watts, T. Svimonishvili, M. Gilmore, E. Schamiloglu, J.A. Gaudet.** Secondary Electron Yield Measurements from Materials with Application to Collectors of High-Power Microwave Devices. *IEEE Transactions on plasma science*. 3, 2006, Vol. 34.
- [22] **J. S. Lapington, D. P. Thompson, P. W. May, N. A. Fox, J. Howorth, J. Milnes, V. Taillandier.** Investigation of the Secondary Characteristics of CVD Diamond Films for Electron Amplification. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. 610, 2009, pp. 253-257.
- [23] **V. Viel-Inguibert,** *Secondary Electron Emission of Ceramics used in the Channel of SPT*. ONERA/DESP 2, France.
- [24] **R. K. Yadav, R. Shanker.** Contribution of Backscattered Electrons to the Total Electron Yield Produced in Collisions of 8-28 keV electrons with tungsten. *Pramana-journal of physics*. 3, 2007, Vol. 68, pp. 507-515.

- [25] **T. Rodrigues**, *Caracterização de Superfícies Nano-Estruturadas de Interesse Catalítico*. FCT/UNL, 2008.
- [26] **V. Baglin, J. Bojko, O. Gröbner, B. Henrist, N. Hilleret, C. Scheuerlein, M. Taborelli**. *The Secondary Electron Yield of Technical Materials and its Variation with Surface Treatments*. Geneva, Switzerland: CERN. EPAC 2000. pp. 217-221.
- [27] **Y. C. Yong, J. T. L. Thong, J. C. H. Phang**. Determination of Secondary Electron Yield from Insulators due to a Low-kV electron beam. *Journal of Applied Physics*. 8, 1998, Vol. 84.
- [28] **M. C. Desjonquères, D. Spanjaard**. *Concepts in Surface Physics*. 2ª. Alemanha: Springer, 1996.
- [29] **Y. W. Chung**, *Practical Guide to Surface Science and Spectroscopy*. E.U.A. Academic Press, 2001.
- [30] <http://www.hositrad.com>.
- [31] **J. B. Hudson**, *Surface Science: An Introduction*. John Wiley & Sons, 1998.
- [32] **P. W. Hawkes**, *Advances in Electronics and Electron Physics*. Academic Press, 1990. Vol. 78.
- [33] **B. Bederson**, *Atomic and electron physics, atomic interactions, Parte 1*. Academic Press, 1968. 9780124759077.
- [34] **A. J. Neves, M. H. Nazaré**. *Properties, Growth and Applications of Diamond*. s.l. : Institution of Electrical Engineers, 2001. 0-85296-785-3.
- [35] **W. Middleton, M. E. Van Valkenburg**. *Reference Data for Engineers: Radio, Electronics, Computer and Communications*.
- [36] **A. Shih, J. Yater, C. Hor, R. Abrams**. Secondary Electron Emission Studies. *Applied Surface Science*. 1997, Vol. 111, pp. 251-258.
- [37] **M. Pivi, F. K. King, R. E. Kirby, T. O. Raubenheimer, G. Stupakov, F. Le Pimpec**. Sharp Reduction of the Secondary Electron Emission Yield from Grooved. *Journal of Applied Physics*. 104, 2008.

## **ANEXOS**

---

- **CUSTOS DO PROJECTO**
- **ANÁLISES COMPLEMENTARES DA AMOSTRA (GRAFITE RUGOSA)**
- **DESENHOS TÉCNICOS**

## CUSTOS DO PROJECTO

Artigo / Serviço	Fabricante	Código	Preço	Quantidade
Ficha banana (macho)	RS	286-1526	2,87 € / und.	12 und.
Ficha banana (fêmea)	RS	433-3348	0,866 € / und.	13 und.
Terminal de cravar (fêmea)	HOSITRAD	16757-02-A	18,14 € / 5 und.	7 und.
Cabo	RS	381-034	37,58 € / 100 m	35 m
Manga termorretráctil	TYCO	170-6715	16,41 € / 8 m	0,5 m
		170-6759	18,68 € / 3 m	0,5 m
Manga flexível	RS	389-886	4,37 € / 5 m	5 m
Manga em espiral	RS	227-980	3,49€ / 3 m	5 m
Caixa de alumínio	RS	458-0768	13,21 € / und.	1 und.
Reducer tee	HOSITRAD	FTR63/35R	179,00 € / und.	1 und.
Autocolantes de carbono	AGAR	G3357N	11,50 € / 100 und.	10 und.
Mão-de-obra	Projecto		20€ / hora	40 horas
	Construção			80 horas
	Montagem			16 horas
	Teste			16 horas
			<b>TOTAL</b>	<b>3333,10 €</b>

## ANÁLISES COMPLEMENTARES DA AMOSTRA (GRAFITE RUGOSA)

Nesta secção podem ser visualizados os resultados das análises complementares realizadas sobre a amostra de grafite rugosa (i.e. espectro de XPS e espectro de energia dos electrões secundários).

### ▪ ESPECTRO DE FOTOELECTRÕES DE RAIOS-X

Os resultados apresentados (figuras A e B) foram obtidos usando como fonte de raios-X a linha Mg K $\alpha$  (i.e. 1253,6 eV). O espectro preliminar obtido para uma gama de energia entre zero e 1000 eV revela a presença de carbono e oxigénio à superfície da amostra: dois picos atribuídos aos electrões C 1s e O 1s, bem como linhas de Auger pertencentes ao oxigénio podem ser observados.

O espectro de energia dos picos obtidos por XPS foi adquirido no modo de transmissão fixa do analisador com uma energia de passagem igual a 22 eV (FAT 22). O passo energético (i.e. *energy step*) e a largura do canal (i.e. *channel time width*) foram de 0,1 eV e 4 s respectivamente. A pressão base na câmara de ultra-alto-vácuo do aparelho Multitécnicas era cerca de  $7 \times 10^{-10}$  mbar e a pressão de trabalho rondava  $2 \times 10^{-9}$  mbar. Somaram-se três espectros obtidos sequencialmente e sob condições idênticas, para aumentar a razão entre sinal e ruído (i.e. *signal to noise ratio*).

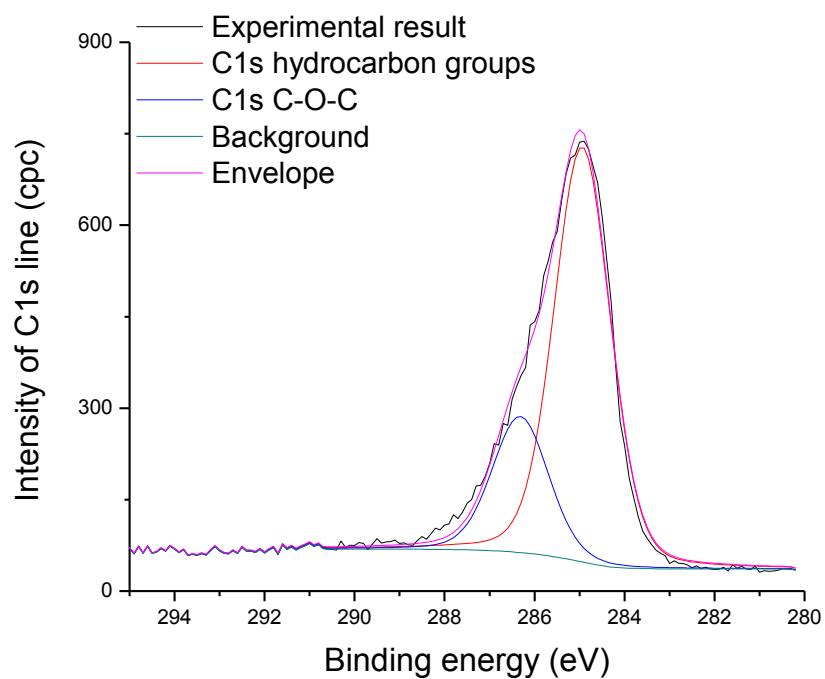
Uma razão de carbono para oxigénio  $n_C : n_O = 91,5 : 8,5$  foi obtido para a composição da amostra usando factores de sensibilidade relativos<sup>9</sup>.

As figuras seguintes revelam os picos do espectro obtidos através de XPS, bem como os respectivos resultados do ajuste dos picos (i.e. *peak fitting*).

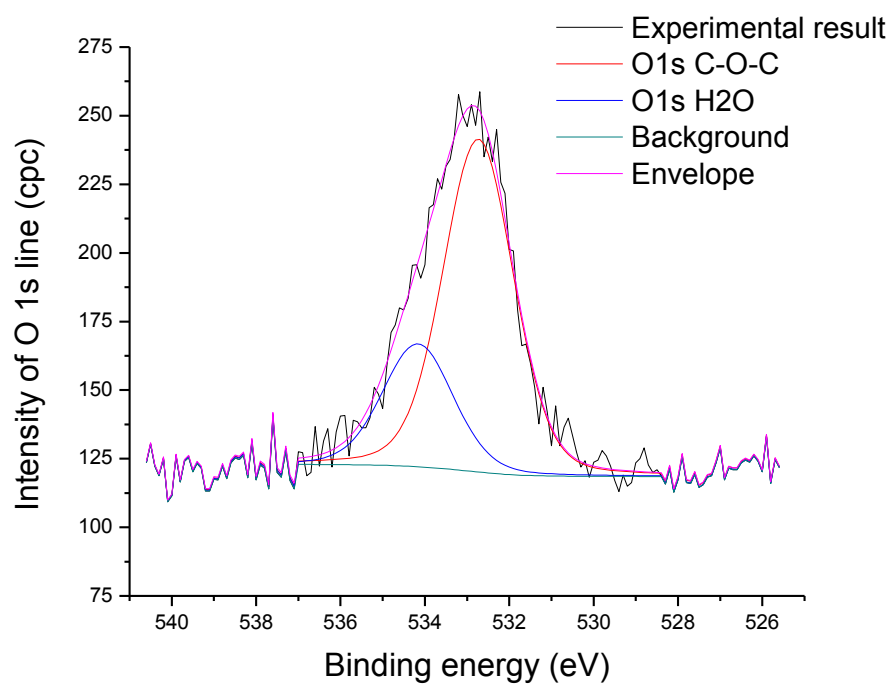
---

<sup>9</sup> Wagner C et al. *Surface Interface Analysis*, 3 ,2111981, 1981.





**Figura A.** Gráfico da intensidade da linha C 1s em função da energia de ligação.



**Figura B.** Gráfico da intensidade da linha O 1s em função da energia de ligação.

O modelo usado para fazer o ajuste dos picos foi o perfil pseudo Voigt SGL (30) (i.e. obtido através da soma de uma curva Lorentziana e Gaussiana com uma razão de intensidade 70:30 a favor da Gaussiana), e o fundo foi determinado recorrendo ao procedimento Shirley. Assumiu-se que todas as curvas dos picos tinham a mesma largura a meia altura (i.e. *Full Width at Half Maximum*, FWHM). O eixo da energia foi calibrado relativamente às linhas do ouro Au 4f<sub>7/2</sub> (83,96 eV) e da prata Ag 3d<sub>5/2</sub> (368,22 eV), conforme a recomendação do instituto nacional de padrões e tecnologia (i.e. *National Institute of Standards and Technology*, NIST). Antes das medidas de XPS, as amostras usadas para a calibração foram pulverizadas com iões de árgon, cuja finalidade é limpar a superfície da amostra.

Ambos os espectros (figuras A e B) de XPS podem ser ajustados usando duas contribuições (i.e. picos) com a mesma largura, sendo respectivamente de 1,43 eV e 1,96 eV para as linhas C 1s e O 1s.

A contribuição da linha C 1s situa-se a 284,9 eV (intensidade relativa de 74,8%) e 286,3 eV (intensidade relativa de 25,2%). Estes podem ser atribuídos ao carbono proveniente de hidrocarbonetos ou grupos de hidrocarbonetos [284,8 – 285 eV], e ao carbono das ligações C-O-C (a diferença média de energia entre os picos das duas contribuições é 1.45 eV<sup>10</sup>).

No caso da linha O 1s, as contribuições situam-se a 532,7 eV (intensidade relativa de 73 %) e 534,16 eV (intensidade relativa de 27 %). O primeiro pode ser atribuído ao oxigénio de um grupo C-O-C (a localização normal do pico é 532,6 eV<sup>10</sup>) enquanto o último deve-se muito provavelmente a água adsorvida na superfície (o pico de oxigénio, da molécula H<sub>2</sub>O, situa-se a 534,8 eV, diminuindo para 533,9 eV quando este se encontra adsorvido em metais diferentes<sup>11</sup>).

Os resultados vêm confirmar a suspeição de que a superfície da amostra não estava limpa, pois não foi observado C 1s característico da grafite (284,5 eV) ou C sp<sup>2</sup> (284,3 eV). Mais adiante, conclui-se que as impurezas eram essencialmente hidrocarbonetos e oxigénio (sob a forma C-O-C) e água adsorvida. Através da razão entre os picos, podemos estimar a abundância relativa das diferentes impurezas.

---

<sup>10</sup>G. Beamson, D. Briggs, *High resolution XPS of Organic Polymers*, The Scienta ESCA300 Database, John Wiley and Sons, 0 471 93592 1;

<sup>11</sup> National Institute of Standards and Technology (NIST).

Através do pico C 1s estima-se que  $n_{\text{hidrocarboneto}} : n_{\text{C-O-C}} = 74,8 : 25,2 = 2,9$ ; e a partir do pico O 1s estima-se  $n_{\text{H}_2\text{O}} : n_{\text{C-O-C}} = 27 : 73 = 0,37$ . Através destas duas relações podemos verificar que  $n_{\text{hidrocarbono}} : n_{\text{C-O-C}} : n_{\text{H}_2\text{O}} = 2,9 : 1 : 0,37$ , ou seja,  $n_{\text{hidrocarboneto}} : n_{\text{C-O-C}} : n_{\text{H}_2\text{O}} = 68 : 23 : 9$ .

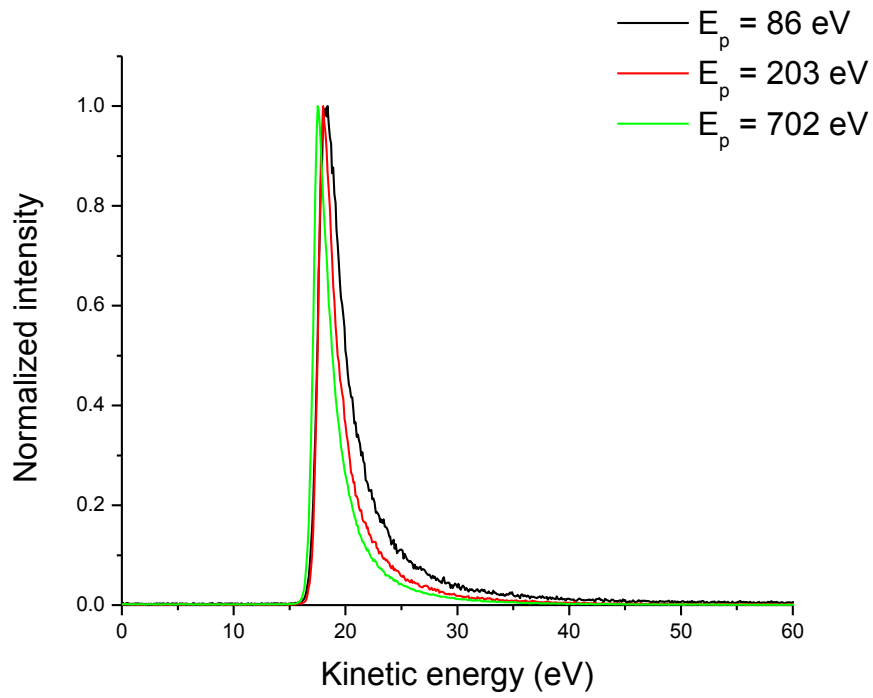
A contaminação observada deverá influenciar a função trabalho. Porém, apesar da elevada importância da função trabalho, este é apenas um dos parâmetros do material relacionado com a taxa de emissão de electrões secundários (através no terceiro passo do processo de emissão de electrões). Talvez seja devido a este facto que a SEY medido não difere muito da medida da SEY de HOPG obtido pelo CERN.

## ▪ ESPECTRO DE ENERGIA DOS ELECTRÕES SECUNDÁRIOS EMITIDOS

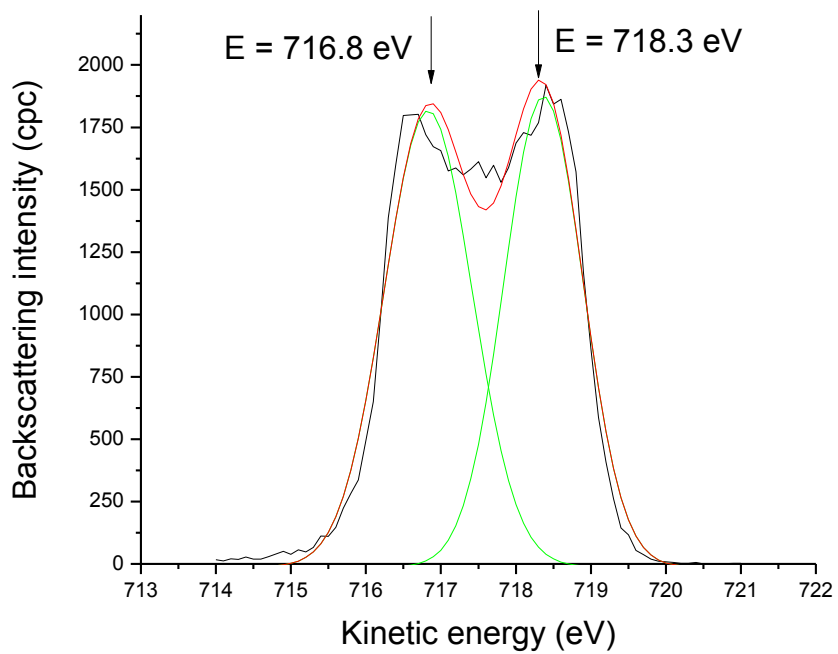
O feixe de electrões incidiu na amostra segundo um ângulo de  $45^\circ$  (i.e. a respeito da normal à superfície da amostra), sendo os electrões secundários emitidos colectados a  $0^\circ$ .

Os espectros de energia dos electrões secundários emitidos foram obtidos no modo FAT 22, para três energias do feixe diferentes (i.e. 86, 203 e 702 eV). O degrau energético (i.e. *energy step*) e a largura do canal (i.e. *channel time width*) foram de 0,1 eV e 4 s respectivamente. A pressão inicial na câmara de ultra-alto-vácuo era cerca de  $7 \times 10^{-10}$  mbar, aumentando para  $2 \times 10^{-9}$  mbar durante as medições. A amostra foi colocada a uma tensão de -10 V de modo a repelir mais eficazmente os electrões ejectados.

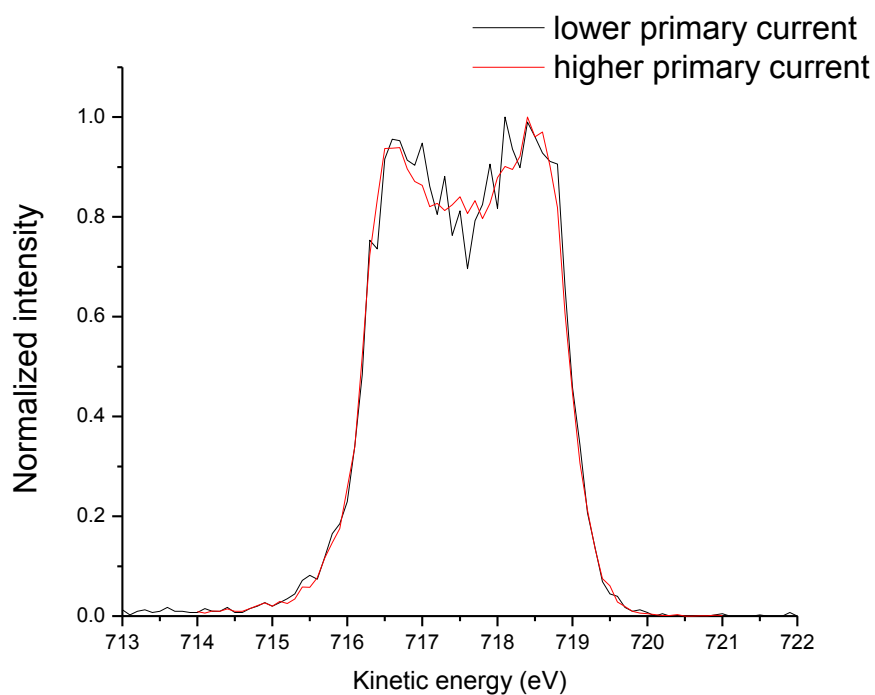
As figuras que seguem (Figuras C, D e E) correspondem ao espectro de energia dos electrões secundários emitidos pela amostra de grafite rugosa, sendo que o primeiro é relativo à contribuição dos verdadeiros electrões secundários e o último aos electrões reflectidos.



**Figura C.** Espectro da energia dos electrões secundários verdadeiros ejectados.



**Figura D.** Espectro da energia dos electrões reflectidos elasticamente da amostra.



**Figura E.** Espectro da energia dos electrões reflectidos elasticamente da amostra para dois valores diferentes de corrente primária.

O desvio observado no gráfico C deve-se à aplicação de uma tensão de -10 V à amostra. Constata-se que um aumento da energia do feixe de electrões incidente traduz-se numa deslocação para a esquerda da curva e numa diminuição do FWHM.

A forma do gráfico da figura D está relacionada com uma perda de energia, de 1,5 eV, devido a uma transição  $\pi - \pi^*$ , o que é bastante característico da grafite, mas não de outros materiais à base de carbono<sup>12</sup>. Para confirmar que a forma da curva se devia a este facto, e não à corrente do feixe de electrões, realizou-se uma nova medição usando uma corrente diferente (figura E).

<sup>12</sup> L. Calliari, S. Fanchenko, M. Filippia, *Plasmon peak inhomogeneous broadening in reflection electron energy loss spectroscopy from carbon materials*, Surface and Interface Analysis, 2007.

## DESENHOS TÉCNICOS

---

Nas páginas seguintes podem ser visualizados os desenhos técnicos pertencentes a cada peça do aparelho de medição da taxa de emissão de electrões secundários projectado e construído, nomeadamente: o porta-amostras, o suporte para o porta-amostras, o copo de Faraday (parte inferior), o copo de Faraday (parte superior), o cilindro isolador, o eléctrodo supressor, o suporte externo (parte inferior) e o suporte externo (parte superior).