

FCT Fundação para a Ciência e a Tecnologia

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E ENSINO SUPERIOR



Programa Operacional Ciência e Inovação 2010

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, INOVAÇÃO E ENSINO SUPERIOR

PROJECTOS DE INVESTIGAÇÃO CIENTÍFICA E DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO

RELATÓRIO DE PROGRESSO

Relatório de Execução Material
Relatório de Execução Financeira

REFERÊNCIA DO PROJECTO Nº POCI/CTM/60685/2004

RELATÓRIO REFERENTE AO 2.º ANO DE EXECUÇÃO



União Europeia – Fundos Estruturais



Governo da República Portuguesa

Data de Entrada _____ Data de Verificação _____
Nº de Registo _____ Assinatura _____

Espaço reservado à Fundação para a Ciência e a Tecnologia

Referência do projecto: POCI/CTM/60685/2004 _____

Título do projecto: Instalação de análise em Feixe Externo na Microsonda iónica

Data de Início do Projecto: 4 / Julho / 2005 _____

Duração: 36 Meses

Identificação da instituição proponente

Nome ou designação social Instituto Tecnológico e Nuclear

Morada E.N. 10, Física,

Localidade Sacavém Código postal 2686-953

Telefone 219946000 Fax 219550117 Email jms@itn.pt

Unidade responsável pela execução do projecto

Nome Instituto Tecnológico e Nuclear

Morada E.N. 10, Física

Localidade Sacavém Código postal 2686-953

Telefone 219946000 Fax 219550117 Email jms@itn.pt

Identificação do investigador responsável

Nome Rui Manuel Coelho da Silva

Telefone 219946083 Fax 219941525 Email rmcs@itn.pt



Instituições que participam no projecto

(preencher só em caso de haver alterações)

	DESIGNAÇÃO
Instituição 1	
Instituição 2	
Instituição 3	
Instituição 4	

Equipa de investigação

(preencher só em caso de haver alterações)

NOME	CARGO/FUNÇÃO	TAREFAS	% TEMPO

Esforço global do projecto, expresso na unidade pessoa*mês

(referente ao ____ 2.º ____ ano de execução)

	Unidade: em número
Instituição Proponente	<input type="text"/> 8.4
Instituição 1	<input type="text"/> <input type="text"/>
Instituição 2	<input type="text"/> <input type="text"/>
Instituição 3	<input type="text"/> <input type="text"/>
Instituição 4	<input type="text"/> <input type="text"/>



Resumo dos trabalhos desenvolvidos

Concepção e desenho estável de ponteira de extracção de feixe com porta-janelas de transmissão de feixe e sistema de montagem das janelas ultrafinas de nitreto de silício.

Aquisição de matérias-primas, consumíveis e equipamento.

Execução, montagem e teste de componentes de fim de linha do sistema de feixe externo:

- Suporte para o detector de raios-X
- Suporte para o detector de partículas
- Campânula de retenção e ejeção de hélio para o detector de partículas

Alinhamento mecânico do sistema.

Estabelecimento das condições de operação.

Realização dos primeiros testes com janelas ultrafinas de nitreto de silício (espessura de 100 nm) para extracção de feixe.

Determinação das dimensões do feixe na posição do alvo, a 3 mm de distância da janela de extracção, em atmosfera normal e com inundação com hélio da zona de análise.

Obtenção dos primeiros espectros de raios-X e de partículas, em atmosfera normal e com inundação de hélio na zona analisada, com e sem varrimento de feixe.

Missão ao Centro Nacional de Aceleradores em Sevilha, Espanha.



Indicadores de realização física

(Referente ao 2º ano de execução)

	Unidade: em número	
A- Publicações		
Livros	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Artigos em revistas internacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Artigos em revistas nacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
B- Comunicações		
Em congressos científicos internacionais	<input type="text"/>	<input type="text" value="1"/>
Em congressos científicos nacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
C- Relatórios	<input type="text"/>	<input type="text"/>
D- Organização de seminários e conferências	<input type="text"/>	<input type="text"/>
E- Formação Avançada	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Teses de Doutoramento	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Teses de Mestrado	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Outra	<input type="text"/>	<input type="text"/>
F- Modelos	<input type="text"/>	<input type="text"/>
G- Aplicações computacionais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
H- Instalações Piloto	<input type="text"/>	<input type="text"/>
I- Protótipos laboratoriais	<input type="text"/>	<input type="text"/>
J- Patentes	<input type="text"/>	<input type="text"/>
L- Outros (discriminar)	<input type="text"/>	<input type="text"/>



Publicações

(listar as publicações com origem no projecto)

ICNMTA2006 - 10TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON NUCLEAR MICROPROBE TECHNOLOGY AND APPLICATIONS, Singapore, 9-14 July, 2006: L.C. Alves, P.A. Rodrigues, M. Vilarigues, R.C. da Silva; External Microbeam end-station at ITN Nuclear Microprobe (painel); 2006



RELATÓRIO DE EXECUÇÃO MATERIAL

Foi concebida e executada uma nova ponteira de extracção de feixe com um sistema de encaixe fácil, seguro e robusto das janelas de transmissão de feixe. Esta ponteira é de fácil colocação e ajuste e assegura o fecho de vácuo por esmagamento de dois anéis de elastómero. A nova geometria adoptada permite uma maior aproximação da amostra à saída de feixe e aos detectores, diminuindo assim as perdas de energia e melhorando a resolução. Foram fabricadas três destas novas ponteiras (as imagens destas peças encontram-se em anexo), de modo a garantir a sua troca imediata no caso de ocorrer algum dano na janela de nitreto de silício.

A experiência mostrou que a geometria e dimensões da ponteira conferem-lhe uma condutância suficientemente baixa para, em caso de ruptura da janela de transmissão, evitar a sobrecarga imediata do sistema de vácuo, permitindo o isolamento sem danos, e sem necessidade de recorrer a sistemas de protecção complexos e onerosos.

Foi igualmente concebido e executado um sistema composto por duas peças mecânicas para uma montagem segura das novas janelas de nitreto de silício na ponteira (as imagens deste sistema encontram-se em anexo). Estas janelas, com 1 mm^2 de área e uma espessura de 100 nm, estão montadas em caixilhos de silício com espessura de 200 μm , sendo, por isso, muito frágeis. O sistema de montagem concebido permite a colocação das janelas na ponteira de forma simples, prática e eficiente, sem arriscar a integridade estrutural das mesmas.

As novas janelas foram testadas tendo em conta os seguintes parâmetros:

- Solidez e resistência mecânica da colagem das janelas com cola epoxídica
- Resistência mecânica das janelas e isolamento de vácuo, sem feixe e sob irradiação, em condições de extracção de feixe.
- Extracção do feixe através da membrana de Si_3N_4

Os resultados obtidos foram plenamente satisfatórios já que a colagem por meio da cola epoxídica é eficaz, a resistência mecânica das janelas e isolamento do vácuo são elevadas, permitindo manter pressões $\leq 10^{-7}$ torr no interior do sistema por um número elevado de ciclos de funcionamento, com uma extracção eficiente e sem provocar uma dispersão significativa do feixe.

Foram concebidos e executados um suporte de alumínio para o detector de raios-X e um suporte de latão para o detector de partículas (as imagens destas peças encontram-se em anexo). Foi igualmente concebida e executada uma campânula de *nylon* para o detector de partículas. Esta campânula tem a função dupla de manter uma atmosfera de hélio na zona do detector e de ejectar o mesmo gás para a zona de análise, permitindo diminuir as perdas de energia e a dispersão das partículas.

Efectuou-se a medição das dimensões do feixe, a uma distância de 3 mm da janela de extracção, com condições experimentais idênticas às condições de operação normal da microsonda, também as que são previstas para o funcionamento com feixe externo:

- Feixe: protões
- Energia: 2 MeV
- Abertura dos anteparos objecto: $(x,y) = (500 \mu\text{m}, 500 \mu\text{m})$
- Abertura dos anteparos de colimação: $(x,y) = (1 \text{ mm}, 1 \text{ mm})$
- Corrente: $\approx 1 \text{ nA}$ (na janela de extracção do feixe)
- Sistema de exploração/aquisição: OMDAQ.

A membrana de Si_3N_4 foi substituída por uma placa de vidro para o alinhamento e focagem iniciais. Com a ponteira de extracção com a membrana de Si_3N_4 fotografou-se a fluorescência produzida pelo feixe numa lâmina de vidro com escala graduada (ver imagens em anexo), colocada na posição do alvo, a 3 mm da janela de extracção do feixe. Analisaram-se as imagens registadas. Recorreu-se ao *software* de tratamento e análise de imagem, ImageJ (*shareware*), para determinar a largura a meia-altura da curva de distribuição de intensidade registada. Esta largura a meia-altura é tomada como o parâmetro característico, indicador das dimensões do feixe na posição de referência do alvo.

Foram efectuadas medições em atmosfera normal e em presença de fluxo de hélio não controlado. Na tabela 1 abaixo indicam-se os resultados obtidos.



Tabela 1: dimensões do feixe no alvo

	Altura	Largura
Sem hélio	75 μm	70 μm
Com hélio	65 μm	60 μm

Foram também recolhidos nas mesmas condições de operação, em atmosfera normal, espectros, de raios-X e partículas, de uma grelha de cobre de 50 *mesh* (malha de 508 μm), por meio de varrimento do feixe (ver imagem obtida a partir dos raios-X no anexo), utilizando o sistema de exploração de varrimento da microsonda. Nestes varrimentos obtiveram-se mapas de distribuição de intensidade dos raios-X do cobre. Por análise das distribuições de intensidades registadas, entre 10% e 90% das diferenças máximo (patamar)-fundo, calcularam-se as dimensões do feixe em 60 μm ×55 μm .

Os resultados mostram, assim, que é possível obter um feixe com dimensões de 75 μm ×70 μm ou inferiores, aproximando-se dos objectivos propostos, com recurso apenas aos procedimentos habituais de alinhamento e focagem típicos da utilização microsonda em vácuo, sem complexidades adicionais. A constatação de que a ejeção de hélio em frente à saída de feixe resulta na diminuição de cerca de 15% nas dimensões do feixe na posição do alvo, indica que será possível melhorar o desempenho do sistema e atingir os objectivos propostos para as dimensões do feixe (50 μm ×50 μm). Para tal prevê-se a utilização da campânula ejectora para inundar toda a região fronteira aos detectores e ao alvo com um fluxo controlado de hélio, em conjunto com a optimização da focagem do feixe.

Foram adquiridos 2 lasers (classe 2, c.d.o. 635 nm) com feixes pontual e em linha (largura nominal indicada pelo fabricante: 50 μm), que serão utilizados no alinhamento do feixe e posicionamento dos alvos.

Foram adquiridos 2 detectores de partículas, Camberra PIPS, e electrónica de aquisição e processamento de sinais.

Foi iniciada a consulta para a aquisição de

- Câmara de captura de imagem para visualização dos alvos e auxílio nas operações de alinhamento e posicionamento,
- Equipamento para injeção controlada de hélio na campânula ejectora.

Foi efectuada uma consulta prospectiva para avaliação das opções aquisição de um sistema completo vs. aquisição de componentes, para o sistema de posicionamento – mesa XYZ de posicionamento – dos objectos a analisar.

Em Junho de 2006, visitou-se o Centro Nacional de Aceleradores em Sevilha, Espanha, para discussão de questões e soluções técnicas. Foram focados em particular os problemas de alinhamento do sistema, focagem e medição de carga. Em consequência desta visita discutiram-se as possíveis soluções a adoptar, em particular, na medição de carga do feixe e normalização para efeitos de análise quantitativa.

A visita ao Laboratório LABEC (Laboratorio di Tecniche Nucleari Applicate ai Beni Culturali) do INFN (Istituto Nazionale di Fisica Nucleare) de Florença, Itália, programada para o fim de 2006, não pôde realizar-se devido a limitações da equipa local, prevendo-se que se possa realizar no primeiro trimestre de 2007. Do mesmo modo prevê-se que se possa realizar, no primeiro semestre de 2007, uma visita similar ao C2RMF-AGLAE (Centre de Recherches et de Restauration des Musées de France, Accélérateurs Grand Louvre d'Analyse Élémentaire), Museu do Louvre, Paris, França.

Em Julho de 2006, os resultados obtidos até ao momento, no que respeita aos aspectos técnicos, em particular as dimensões conseguidas para o feixe na posição do alvo, e a apresentação dos primeiros espectros obtidos, foram divulgados em forma de painel através da participação na conferência internacional ICNMTA, International Conference on Nuclear Microprobe Technology and Applications, conforme planeado.

