



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E DO ENSINO SUPERIOR

INSTITUTO TECNOLÓGICO E NUCLEAR

FÍSICA

ESTRADA NAC. Nº 10 – Apartado 21 – 2686-953 SACAVÉM – TEL.: +351-21 994 60 00 – FAX: +351-21 994 15 25
<http://www.itn.pt>

Relatório da Missão

A missão realizou-se em Paris, França, de 22 a 26 de Julho de 2007, no âmbito do projecto “POCI/CTM/60685/2004 – MicroFEx: Microsonda em Feixe Externo”.

Dela participaram os Investigadores Luís M.C. Alves e Paula Alexandra Rodrigues, directamente envolvidos no projecto referido.

Nesta, visitou-se o AGLAE (Accélérateur Grand Louvre pour l'Analyse Élémentaire), pertencente ao C2RMF (Centre de Recherche et Restauration des Musées de France) para discussão de questões e soluções técnicas relativas ao desenvolvimento, instalação e utilização de um feixe externo usando uma microsonda nuclear. Foram abordados e discutidos os problemas de alinhamento e focagem do feixe, medição de carga e suporte dos objectos a analisar, assim como a geometria da saída de feixe, o sistema de detectores utilizados e o sistema de fluxo de hélio.

Paralelamente, acompanhou-se e apoiou-se uma equipa constituída por Augusta Lima do Departamento de Conservação e Restauro da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa e Ana Teresa Ramos do Departamento de Química e Bioquímica da Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, que se deslocou àquelas instalações, ao abrigo do programa EU-ARTECH, com o projecto "Analysis of archaeological filigrane glass from the Monastery of Sta. Clara-a-Velha, Coimbra (Portugal)".

A instalação visitada explora um acelerador *tandem* 6SDH-2 da NEC (National Electrostatic Corporation), de 2 MV, estando o feixe externo instalado na linha de feixe a 30°. A linha de feixe externo tem as seguintes características:

- Focagem assegurada por um sistema da Oxford Microbeams constituído por um tripleto de quadrupolos
- Secção recta rectangular típica com $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ no plano de análise (amostra), a 3-4 mm da janela de extracção, com possibilidade de diminuição até $10 \times 10 \mu\text{m}^2$.



Fig. 1 – Vista geral do fim-de-linha em funcionamento

A exploração do feixe externo baseia-se em análise elementar por:

- Espectrometria X (PIXE) com 2 detectores de Si(Li) a 45° do feixe
 - Detector para baixas energias (0,5 – 10 keV) – GRESHAM de 10 mm², resolução de 102 eV a 677 eV, com janela AP3 Ultrathin Polymer MOXTEK, com a seguinte composição:

1	1 – Alumínio 30 nm
2	2 – Nitreto de boro 20 nm
3	3 – Polímero 300 nm
4	4 – Estrutura de silício micromaquinada

Este detector tem acoplado um conjunto de 16 magnetos, para desvio das partículas retrodispersas, de modo a evitar a degradação do cristal detector. Os magnetos usados são da GOUDSMIT, *Neoflux* (NdFeB)

- Detector de altas energias – GRESHAM de 50 mm², com conjunto de filtros de raios-X
- Espectrometria γ (PIGE) com detector HPGe da Ortec que não está permanente ou precisamente colocado junto à saída de feixe
 - Utilização de módulo electrónico DSP CANBERRA 9660, para processamento digital do sinal



- Espectrometria de partículas retrodispersas (RBS) com detector colocado a 45°.

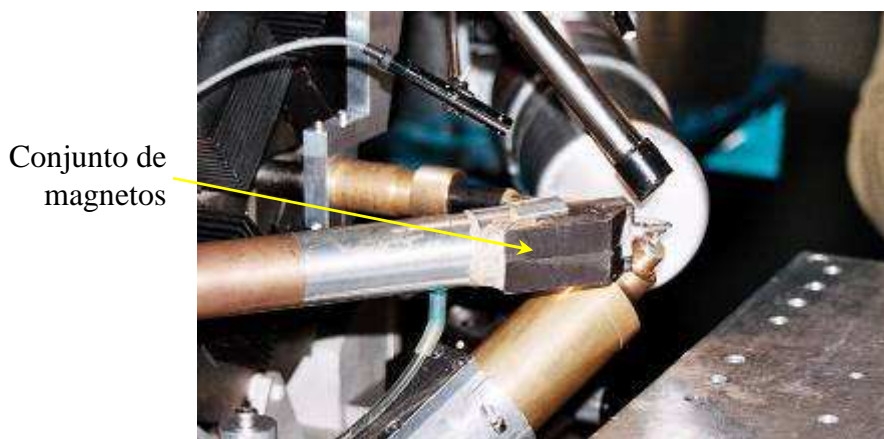


Fig. 2 – Pormenor dos magnetos no detector de baixas energias

Tanto os detectores de raios-X (incluindo um detector PIN *diode*, arrefecido por efeito de Peltier, para monitorização do feixe) como o de partículas estão colocados sobre mesas de deslocamento com parafusos micrométricos de precisão OWIS. O detector de raios- γ está sobre uma placa de alumínio, colocada ao lado da linha e que se desloca paralelamente a esta sobre calhas.

Outras características do sistema:

- Existência de uma válvula de corte rápido, colocada antes dos quadrupolos.
- Janelas de extracção de feixe em nitreto de silício (Si_3N_4) de 100 nm de espessura com caixilho de silício de 200 μm de espessura.

1. Alinhamento do feixe e posicionamento da amostra: é feita uma correcção do alinhamento em cada dia de utilização. O método usado consiste na centragem do sistema relativamente ao feixe pelo desvio mecânico do tubo de extracção por meio de parafusos micrométricos a 90° (XX' e YY'). Esta operação, tal como a de posicionamento das amostras, é realizada usando a fluorescência causada pelo feixe numa lamela de vidro e é facilitada por um sistema de fibra óptica e uma câmara de vídeo para iluminar e observar a zona a analisar, respectivamente. Quando as amostras não apresentam fluorescência causada pelo feixe, o posicionamento é auxiliado pela utilização de um laser verde colocado no interior da linha, colinear com o feixe. A luz emitida pelo laser incide no mesmo ponto da amostra que o feixe de análise.

- Existem 2 câmaras: uma apontada à área de análise – ELMO NH i = 15 Macro – e a outra colocada de topo para que se monitorize a aproximação da amostra à saída de feixe
- Sistema de fibra óptica – SCHOTT KL1500.

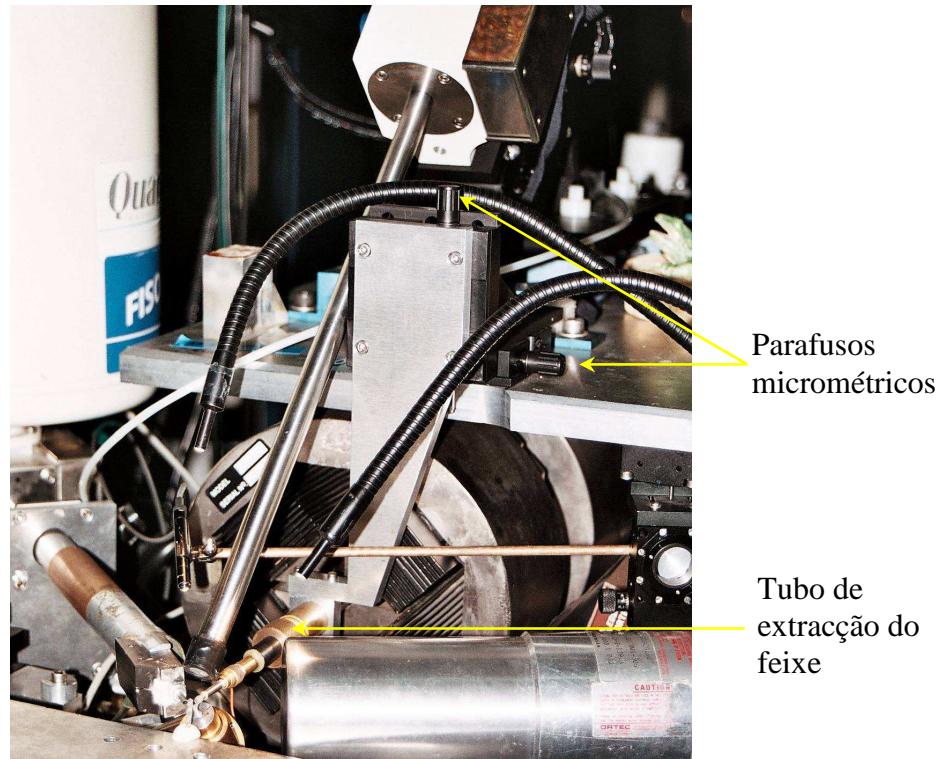


Fig. 3 – Vista do tubo de extracção de feixe com indicação da localização dos parafusos micrométricos para centragem do sistema relativamente ao feixe.

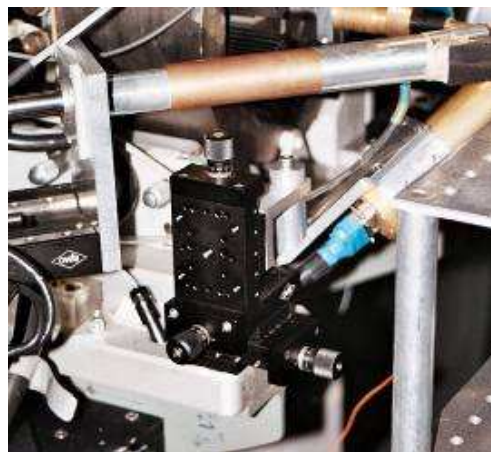
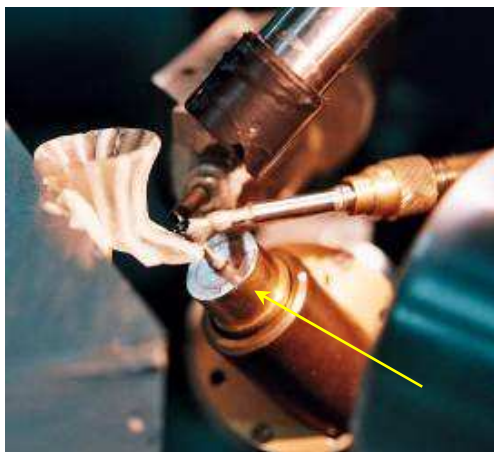


Figs. 4 e 5 – Câmara de vídeo e respectivo sistema de posicionamento (indicados pelas setas amarelas).

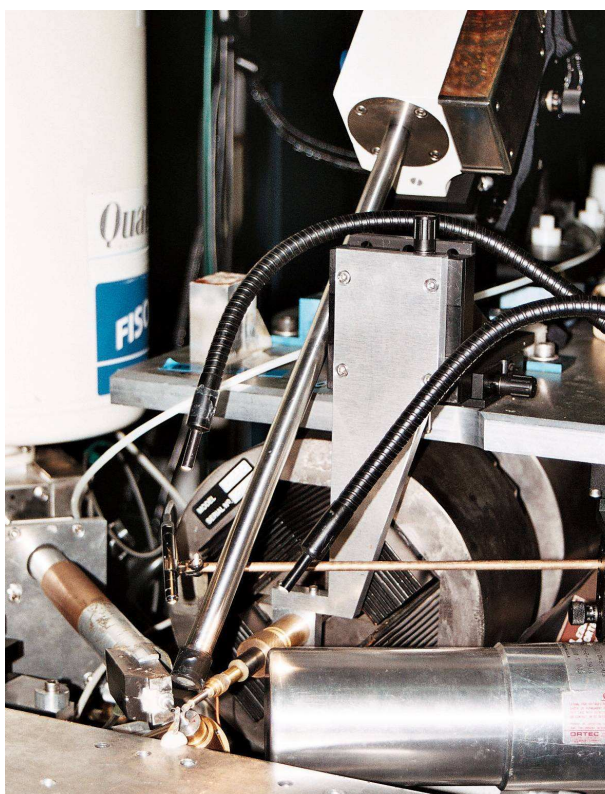
2. Focagem: a linha tem um triplo de quadrupolos para a focagem. Esta operação é facilitada pelo sistema da câmara de vídeo e cabo de fibra óptica, utilizando a fluorescência provocada na lamela de vidro.
3. Monitorização do feixe e medição de carga: usa-se os raios-X emitidos na passagem dos prótons pela janela de extracção do feixe, colocada a 45°, de modo a serem apenas visíveis pelo detector PIN *diode*, colocado a 45° no plano vertical. Note-se que não se recorre à técnica de RBS para efeitos de medição/normalização à carga. É



igualmente efectuada a medição directa da corrente do feixe, em vazio, mediante amostragem por fio condutor colocado antes da saída de feixe. No final do último dia de feixe, mediu-se a carga directamente a partir de uma gaiola Faraday (neste caso, constituída por um tubo de grafite com cerca de 10 mm de diâmetro e 70 mm de comprimento), colocada em frente ao feixe, à distância típica de análise.



Figs. 6 e 7 – Pormenor do detector PIN *diode* para monitorização do feixe (indicado pela seta amarela) e respectivo sistema de posicionamento.



- 1 – Saída de feixe
- 2 – Detector Si(Li) baixas energias
- 3 – Detector Si(Li) altas energias
- 4 – Detector HPGe
- 5 – Detector PIN *diode*
- 6 – Quadrupolos
- 7 – Câmara de vídeo
- 8 – Cabo de fibra óptica

Fig. 8 – Vista geral do fim-de-linha com indicação dos principais elementos.



4. Suporte: para a colocação dos objectos a analisar, foi construído um sistema motorizado de deslocação XYZ (Fig. 3), especificamente para o fim pretendido. O posicionamento é primeiramente feito à mão, de modo grosseiro, sendo depois ajustado, utilizando os controlos dos motores de precisão. O movimento do conjunto pode ser bloqueado, com o auxílio de travões hidráulicos. Este sistema de suporte é também utilizado como sistema de varrimento das amostras, permanecendo, pois, o feixe estático.



Fig. 9 – Sistema utilizado para suporte das amostras e varrimento mecânico

5. Sistema de fluxo de hélio: o sistema de hélio está ligado ao detector de baixas energias e ao detector de partículas, quando este está em funcionamento. É a partir das câmpulas ligadas aos detectores que o hélio inunda a região de análise. É utilizado um fluxo de 2 L/min, quando se trabalha com prótons, e 5 L/min, quando se utilizam partículas alfa. O fluxo de hélio é automaticamente reduzido para 0,5 L/min quando não está a ser adquirido qualquer espectro, para maior economia.
- Controlador digital de fluxo mássico AALBORG DFC 26.
 - Torneiras e tubos LEGRIS, em poliuretano.

Foi desenvolvido *software* específico em LABVIEW, para controlar todas as operações necessárias à análise das amostras:



S.  R.

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E DO ENSINO SUPERIOR

INSTITUTO TECNOLÓGICO E NUCLEAR

FÍSICA

ESTRADA NAC. Nº 10 – Apartado 21 – 2686-953 SACAVÉM – TEL.: +351-21 994 60 00 – FAX: +351-21 994 15 25
<http://www.itn.pt>

- Abertura e fecho da válvula de corte do feixe
- Ligar/desligar iluminação
- Ligar/desligar o laser
- Posicionamento da amostra
- Controlo do fluxo de hélio
- Determinação das condições experimentais
- Aquisição dos espectros
- Disposição da informação de cada aquisição em folha de cálculo.

Foi também desenvolvido um *software*, TRAUPIXE, a partir do GUPIX, para associar os espectros provenientes dos dois detectores de raios-X e efectuar o respectivo tratamento automático. A análise quantitativa é efectuada a partir do programa GUPIX, em base DOS sob Windows 95/98 (última versão).

Os Executantes da Missão

Luís Manuel Cerqueira Alves
(Investigador Auxiliar)

Paula Alexandra Pinto Rodrigues
(Bolseira)

O Investigador Responsável

Rui M.C. da Silva
(Inv. Principal)