UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS

CONSTRUÇÃO DE UM ACELERADOR
DE ELÉTRONS E SUA UTILIZAÇÃO PARA O
ESTUDO DA EMISSÃO SECUNDÁRIA
EM MATERIAIS DIELÉTRICOS
Roberto Hessel

Tese apresentada ao Instituto de
Física e Química de São Carlos-USP
para a obtenção do título de
Doutor em Ciências (Física Aplicada)

OK
USP / FQMC / 891

6-2-000005

Orientador: Prof. Dr. Bernhard Gross

DEPARTAMENTO DE FÍSICA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS
São Carlos - 1990

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE ROBERTO HESSEL APRESENTADA AO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS, DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, EM 25 DE MAIO DE 1990.

COMISSÃO JULGADORA:

Bernhard Gross

Prof. Dr. Bernhard Gross

Valdir Ubac Roda

Prof. Dr. Valdir Ubac Roda

Rene Ayres Carvalho

Prof. Dr. Rene Ayres Carvalho

Robert Lee Zimmerman

Prof. Dr. Robert Lee Zimmerman

Giorgio Moscati

Prof. Dr. Giorgio Moscati

À Ziza e ao João Paulo; sem a presença destes entes queridos, pacientes e compreensivos em minha vida, este trabalho teria sido muito mais árduo;

e

à memória de meu pai, um homem honrado para quem, pelo seu modo de viver e conviver com as pessoas, a morte não deve ter trazido maiores problemas.

AGRADECIMENTOS

Um trabalho como este, pela sua própria natureza, não poderia ter sido executado sem a colaboração de um grande número de pessoas. A elas estou imensamente grato e só não ousei citá-las todas com receio de omitir algum nome. Entretanto a participação ou envolvimento, em maior ou menor grau, de algumas delas acabou sendo, em algum ponto da pesquisa, decisivo por me terem permitido ou ajudado a dar o passo seguinte. Sinto que não seria justo para com elas se não tentasse, mesmo sob o risco de deixar alguém de lado, registrar aqui os seus nomes. Assim quero agradecer especialmente

- Ao Prof. Bernhard Gross pelo privilégio de ter trabalhado sob sua orientação. Com ele aprendi, entre outras coisas, a me organizar e a me disciplinar, pois o modo como acompanha o andamento do trabalho, nos obriga a manter um diário de pesquisa sempre completo.

- Ao Prof. Guilherme F. Leal Ferreira (um homem bastante ocupado, mas sempre disponível), que supriu a orientação necessária durante as ausências ocasionais do Prof. Gross e que nos auxiliou pacientemente, por mais de uma vez, a analisar os resultados.

- À Prof. Mariangela T. Figueiredo a quem recorri com mais frequência nas dificuldades e aos demais professores do Grupo de Eletretos, Milton S. Campos, Roberto M. Faria e José A. Giacometti.

- Ao colega Mauro M. Costa pela confecção da amostra de metil-metacrilato e aos demais colegas envolvidos em programas de mestrado ou doutorado.

- Ao ex-técnico, Dante L. Chinaglia, que participou, ativamente discutindo e sugerindo modificações, desde a fase do detalhamento do projeto do acelerador até a sua execução e montagem.

- Aos técnicos do Grupo de Eletretos, Ademir Soares, José R. Bertho, Níbio J. Mangerona e Luís H. C. Mattoso pela dedicação e empenho demonstrados ao resolverem os diversos problemas que lhes foram apresentados.

- Aos estudantes de Engenharia Elétrica cumprindo o programa de iniciação científica no Grupo de Eletretos, Cássio R. N. Maule e Hilton Spiller, pelas inúmeras vezes que me ajudaram a resolver problemas relacionados com eletrônica.

- Aos Professores, Renê A. M. Alfaro e Makoto Yoshida pelas inúmeras discussões que mantivemos durante a análise dos resultados e ao Prof. Fernando D. Prado pela ajuda que me prestou das mais diversas formas e em inúmeras ocasiões (São todos professores da UNESP de Rio Claro-Dep. de Física).

- Aos Professores Jiro Takahashi e Yamato Miyao do Dep. de Física Experimental (Instituto de Física da USP) pelas sugestões e pela atenção que me dispensaram no início deste trabalho.

- Ao técnico Rui A. Prioli (Dep. de Física-UNESP de Rio Claro) por me ter indicado a Ref.83 que me foi de grande utilidade na construção das bobinas responsáveis pela varredura do feixe eletrônico.

- À Maristela C. Rebustini (Dep. de Física-UNESP de Rio Claro) pela paciência e esmero com que datilografou este trabalho.

- Ao Gilberto Girello (Dep. de Estatística-UNESP de Rio Claro) também pela paciência e esmero com que fez os mais diversos desenhos.

Finalmente resta dizer que este trabalho pôde ser feito graças

- Ao apoio prestado pela Oficina Mecânica, Oficina Eletrônica, Instrumentação, Oficina de Enrolamento e Laboratório de Criogenia do DFCM de São Carlos-USP.

- Ao afastamento parcial concedido pela UNESP de Rio Claro.

- À colaboração e às facilidades proporcionadas pelo Dep. de Física da UNESP de Rio Claro nas mais diversas ocasiões.

- Aos diversos auxílios concedidos pela TELEBRÁS, FAPESP, CNPq e CAPES(PICD).

ÍNDICE

RESUMO.....	i
ABSTRACT.....	ii

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO.....	1
I.1. Considerações Gerais.....	1
I.2. O primeiro acelerador de elétrons construído no Grupo de Eletretos.....	7
I.3. Objetivos de nosso trabalho.....	9

CAPÍTULO II

A EMISSÃO SECUNDÁRIA.....	14
II.1. Introdução.....	14
II.2. O coeficiente de emissão total e secundária de metais e isolantes.....	17
II.3. A emissão secundária e o estado da superfície.....	19
II.4. Profundidade de escape dos elétrons secundários.....	20
II.5. Teoria semi-empírica da emissão secundária.....	20
II.5.1. Teoria Elementar baseada na Lei de Whiddington.....	20
II.5.2. Teoria baseada na Lei de Potência Generalizada.....	22
II.5.3. Teoria incluindo efeitos de espalhamento.....	24
II.5.4. A curva de rendimento reduzido para os isolantes.....	27
II.6. O rendimento da emissão secundária em função do ângulo de incidência.....	29
II.7. Medida da emissão secundária . Métodos convencionais.....	30

CAPÍTULO III

TEORIA DE MEDIDA - ASPECTOS GERAIS.....	33
III.1. Introdução.....	33
III.2. A corrente total através da amostra durante a irradiação.....	34

CAPÍTULO IV

MÉTODO DE MEDIDA DINÂMICA.....	40
IV.1. Introdução.....	40
IV.2. Obtenção da seção da curva $\sigma \times E$ à esquerda do 1º ponto de cruzamento	41
IV.3. Obtenção da seção da curva $\sigma \times E$ entre os dois pontos de cruzamento..	42
IV.4. Obtenção da seção da curva $\sigma \times E$ à direita do 2º ponto de cruzamento.....	43
IV.5. Extensão do método para medir a emissão secundária em condutores.....	44
IV.6. Procedimentos para descarregar a amostra.....	45
IV.6.1. Amostra carregada negativamente com elétrons de energia efetiva inicial menor que a energia do 1º ponto de cruzamento.....	45
IV.6.2. Amostra carregada positivamente com elétrons primários de energia maior que a energia do 2º ponto de cruzamento e energia efetiva inicial entre as energias dos 1º e 2º pontos de cruzamento.....	45
IV.6.3. Amostra carregada negativamente com elétrons de energia efetiva inicial maior que a energia do 2º ponto de cruzamento.....	48
IV.7. O mecanismo de "auto-regulação" e suas consequências.....	49
IV.7.1. O mecanismo de auto-regulação.....	49
IV.7.2. Energia efetiva inicial e energia dos elétrons primários menores que a energia do 2º ponto de cruzamento. Curva de corrente.....	50
IV.7.3. Utilização do mecanismo de auto-regulação para descarregar a amostra.....	51
IV.8. O Potencial da superfície.....	52
IV.8.1. Medida direta do potencial da superfície.....	52
IV.8.2. Determinação do potencial de superfície a partir da curva de corrente através da amostra	53

CAPÍTULO V

O MÉTODO DO PULSO INTRODUZIDO NESTE TRABALHO.....	55
V.1. Introdução.....	55
V.2. Descrição do Método.....	56
V.3. Obtenção das seções da curva $\sigma x E$ à esquerda do 1º ponto de cruzamento ou entre os 1º e 2º pontos de cruzamento pelo método do pulso.....	57
V.4. Obtenção da seção da curva $\sigma x E$ à direita do segundo ponto de cruzamento pelo método do pulso.....	58

CAPÍTULO VI

A CONSTRUÇÃO DO ACELERADOR DE ELÉTRONS.....	59
VI.1. Introdução.....	59
VI.2. Detalhes de construção e montagem dos diversos elementos do sistema optico-eletrônico.....	62
VI.2.1. Material empregado	62
VI.2.2. Construção e montagem dos eletrodos.....	62
VI.2.3. Montagem e alimentação do filamento.....	65
VI.2.4. A bobina focalizadora	66
VI.2.5. A polarização dos diversos eletrodos.....	67
VI.3. Detalhes relacionados com a operação dos diversos elementos do sistema optico-eletrônico.....	71
VI.3.1. A vida do filamento.....	71
VI.3.2. A temperatura do filamento em função do seu diâmetro e da corrente que o atravessa.....	73
VI.3.3. O ajuste do feixe na tela.....	74
VI.3.4. O ajuste da corrente do feixe.....	74
VI.4. A tela para visualizar uma seção reta do feixe.....	75
VI.4.1. A construção da tela.....	75
VI.4.2. A energia mínima para excitar a tela.....	77

VI.5. A construção de um sistema para fazer o feixe varrer a amostra.....	78
VI.5.1. Introdução.....	78
VI.5.2. Construção e montagem das bobinas defletoras.....	79
VI.5.3. Frequências de varredura.....	82
VI.5.4. A alimentação das bobinas defletoras.....	83
VI.6. Vista completa do acelerador e sistema de sustentação.....	83

CAPÍTULO VII

OS SISTEMAS DE MEDIDA.....	85
VII.1. A câmara de amostra.....	85
VII.2. Descrição de uma base experimental típica.....	89
VII.2.1. Introdução.....	89
VII.2.2. O copo de Faraday e a medida da corrente do feixe.....	91
VII.2.3. O suporte de amostra.....	92
VII.2.4. Medida de potencial de superfície pelo método do capacitor vibrante.....	93
VII.2.5. O dispositivo eletromecânico que faz a amostra vibrar.....	96
VII.3. As chaves e os conectores de UHF.....	100

CAPÍTULO VIII

MEDIDAS PRELIMINARES.....	101
VIII.1. Introdução.....	101
VIII.2. Medida de densidade de corrente.....	102
VIII.3. Estabilidade da corrente do feixe.....	106
VIII.4. Elétrons com energia efetiva abaixo da energia do 1º ponto de cruzamento. Corrente negativa através da amostra.....	109
VIII.5. Queda brusca da corrente através da amostra após deflagrado o mecanismo de auto-regulação.....	114
VIII.6. O potencial de superfície da amostra após ter sido deflagrado o mecanismo de auto-regulação.....	116

VIII.7. Retirada de uma amostra carregada da câmara de amostras e o efeito Paschen.....	119
VIII.8. A capacitância da amostra.....	124
VIII.9. A calibração do capacitor vibrante.....	133
VIII.10. Medidas com o capacitor vibrante.....	135

CAPÍTULO IX

A INFLUÊNCIA DA CARGA DA AMOSTRA SOBRE A EMISSÃO SECUNDÁRIA.....	139
IX.1. Introdução.....	139
IX.2. O coeficiente de emissão total para o Teflon FEP em função da energia dos elétrons incidentes, medido segundo o método descrito por von Seggern.....	140
IX.3. Primeira evidência de que a carga na amostra pode interferir na emissão secundária.....	142
IX.4. Os fatores responsáveis pela redução na emissão secundária.....	147
IX.5. Profundidade de escape média e máxima dos secundários.....	149
IX.6. A carga negativa e a redução na emissão secundária.....	151
IX.7. A carga negativa em excesso e a redução na emissão secundária.....	152
IX.8. Modulação sobre a emissão exercida pelos buracos em amostras carregadas negativamente. Evidências experimentais.....	154

CAPÍTULO X

MEDIDAS DE EMISSÃO SECUNDÁRIA PELO MÉTODO DO PULSO.....	162
X.1. Introdução.....	162
X.2. Procedimentos preliminares.....	163
X.2.1. A preparação das amostras.....	163
X.2.2. Determinação da energia do 2º ponto de cruzamento.....	165
X.2.3. Determinação da energia do 1º ponto de cruzamento.....	169

X.3.	A forma dos pulsos de corrente.....	171
X.3.1.	Introdução.....	171
X.3.2.	A forma dos pulsos de corrente positiva.....	173
X.3.3.	A forma dos pulsos de corrente negativa.....	177
X.3.4.	Pulso de corrente durante a descarga.....	180
X.4.	Curvas de σ versus E obtidas pelo método do pulso.....	183
X.5.	Curvas Universais.....	191
X.6.	Determinação do expoente n na lei do alcance.....	196

CAPÍTULO XI

CONSIDERAÇÕES FINAIS, CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....		199
XI.1.	Considerações finais e conclusões	199
XI.1.1.	Sobre o acelerador e os sistemas de medidas.....	199
XI.1.2.	Sobre as medidas.....	201
XI.2.	Sugestões para trabalhos futuros.....	208
XI.2.1.	Relativas ao acelerador.....	208
XI.2.2.	Relativas às medidas.....	209
ANEXO I.....		211

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	212
---------------------------------	-----

RESUMO

Construímos um acelerador de elétrons de baixa energia (opera na faixa de 0,4 - 20 keV) que dispõe dos recursos necessários para ser utilizado como instrumento de pesquisa em áreas relacionadas com os isolantes. Neste trabalho, ele foi empregado para estudar a emissão secundária em polímeros ou, mais especificamente, para mostrar que um novo método de medida de emissão secundária, que designamos "Método de Medida Dinâmica", descrito por H. von Seggern [IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-32, p.1503 (1985)] não permite, ao contrário do que se esperava, obter a verdadeira curva de emissão secundária, devido à influência exercida pela carga positiva acumulada sobre a emissão. Contudo, no decorrer do trabalho, mostramos que a montagem descrita por ele ainda pode ser utilizada com vantagem para i) medir precisamente a energia do 2º ponto de cruzamento e ii) para levantar a verdadeira curva de emissão se, ao invés irradiarmos o alvo continuamente, usarmos pulsos de corrente.

Além disso pudemos, analisando o modo como a carga positiva age sobre a emissão nas mais diversas situações, I) estimar a profundidade de escape máxima e média dos secundários; II) mostrar que a carga positiva líquida numa amostra carregada positivamente fica próxima da superfície e III) mostrar que em amostras carregadas negativamente as cargas positivas ficam próximas da superfície e as negativas, em maior número, no volume do material.

ABSTRACT

We have constructed an accelerator for the generation of low energy electrons (in the 0.4 to 20 keV range). The accelerator is equipped with some devices especially designed for the investigation of the electrical properties of electron-irradiated dielectrics. In this work we have employed it for the study of the secondary electron emission of irradiated polymers.

Reference is made to a method proposed by H. von Seggern [IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-32, p.1503 (1985)] which was intended for the determination of the electron emission yield especially between the two cross-over points in a single run, here called the dynamical method. We have been able to prove that, contrary to expectation, this method does not give correct results over the entire emission curve. Rather it gives yield values which are too low by 25% in the region where the emission exhibits a maximum, due to the interaction between the electron emission process and the positive surface charge of the dielectric.

However the method needs not to be dismissed entirely. As it is, it can be used advantageously for the precise determination of the energy of the second cross-over point. In addition, with the same set up, the method could be improved by replacing the continuous irradiation of the sample by a pulsed irradiation, leading to results essentially the same as those shown in the literature.

Finally, analysing the process of interaction between the positive charge of the dielectric and the mechanism of electron emission in several situations, we were able: I) to determine the maximum value and the average value of the escape depth of the emitted electrons; II) for a sample with a net positive charge, to show that the positive charge resides very near the surface of incidence; III) for a sample with a net negative charge, to show that the positive charge also resides near the surface while the (prevalent) negative charge resides in the bulk of the material.

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

I.1. Considerações Gerais

A técnica de irradiar materiais sólidos com feixe de elétrons tem se revelado poderoso instrumento de pesquisa em áreas relacionadas com isolantes. Gross ⁽¹⁻³⁾, por exemplo, num trabalho pioneiro, realizado em fins da década de 50, mostrou que placas de certos dielétricos, quando irradiadas com feixe de elétrons monoenergéticos com energia suficiente para penetrar apenas uma fração da espessura do material, eram capazes de aprisionar cargas (negativas no caso), que apresentavam decaimento extremamente lento à temperatura ambiente. Tais cargas fixavam-se a uma profundidade bem definida e o dielétrico, assim carregado, apresentava comportamento semelhante aquele de um eletreto. Subsequentemente o método foi estendido não só para carregar folhas finas de polímeros metalizadas numa ⁽⁴⁾ ou em ambas as faces ⁽⁵⁾, como também, no início da década de 70, para estudar o comportamento desses materiais, quer quanto aos aspectos de armazenagem e decaimento de carga quer quanto aos processos que ocorrem durante ou imediatamente após a irradiação ⁽⁶⁻⁹⁾, visando obter eletretos de longa vida.

Nessa época as perspectivas de aplicação de eletretos, que haviam sido ampliadas desde a descrição, em 1962, do primeiro microfone usando como transdutor eletro-acústico um eletreto feito com folha fina de polímero ⁽¹⁰⁾, impulsionavam as pesquisas na área. O feixe de elétrons mostrou-se, então, ferramenta de trabalho muito valiosa pois permite exercer o controle sobre parâmetros como a densidade, distribuição superficial e profundidade de carga injetada ⁽¹¹⁾.

Do ponto de vista da confecção de um eletreto, a injeção direta de carga às custas de um feixe de elétrons pode ser considerada como um efeito útil.

Há certas situações, entretanto, em que isso pode trazer efeitos indesejáveis. É o caso, por exemplo, dos satélites em órbitas geosíncronas, que, em determinadas ocasiões, ficam sujeitos a um intenso fluxo de elétrons com energia na faixa de 3 a 200 keV, provenientes do Sol. Partes exteriores de um satélite revestidas com dielétricos podem, então, carregar-se até o ponto de provocar descargas ⁽¹²⁾ de maneira semelhante a que foi descrita por Gross ⁽¹⁾, pela primeira vez, em 1957. Esse fenômeno pode não só perturbar temporariamente os sistemas de controle como também danificar superfícies óticas, células solares ou as superfícies responsáveis pelo controle térmico do satélite ⁽¹³⁾. A fim de se precaver contra os efeitos adversos associados a essas descargas, é essencial entender o comportamento dos materiais utilizados quando submetidos ao bombardeio de partículas carregadas. Para isso, reproduz-se o fenômeno em terra irradiando com feixe de elétrons materiais isolantes colocados dentro de uma câmara de vácuo que simula o meio ambiente do satélite ^(14,15).

A situação descrita acima não é a única em que a acumulação de carga resultante da injeção direta de elétrons pode causar problemas ou impor limitações. A face plana de um tubo de raios catódicos típico é recoberta por uma fina camada de material fluorescente que tem, em geral, uma resistência específica na faixa de 10^{12} - 10^{14} ohm.cm. A resistência específica dos vidros utilizados para confeccionar o tubo, por sua vez, está dentro da faixa de 10^{11} - 10^{13} ohm.cm. Desta maneira, a tela como um todo constitui um dielétrico que poderá carregar-se ao receber o feixe eletrônico, a menos que se encontre uma maneira de remover a carga injetada por ele. Um método prático de remover a carga é lançar mão da emissão secundária, um tema que será discutido em detalhes no Cap.II. Vamos, portanto, no que segue resumir o essencial, apenas para dar sequência à exposição.

A emissão de elétrons por um sólido pode ser induzida de várias formas - uma delas é irradiar sua superfície com elétrons. Se a superfície for bombardeada com elétrons de energia E , emitirá outros cujas energias variarão na faixa de 0 a E . Os que têm energia entre 0 e 50eV, que são em maior número,

costumam ser designados elétrons secundários ou verdadeiros secundários. O coeficiente de emissão secundária (δ), definido como a razão entre o número de secundários e o número de primários (elétrons incidentes), depende, entre outras coisas, das características do material e da energia dos elétrons do feixe.

Para a maioria dos corpos sólidos, incluindo aí os materiais normalmente utilizados na fabricação de telas, o valor máximo de δ excede a unidade. Por outro lado é igual a um somente em duas energias características, E_I e E_{II} , ou em dois pontos característicos, a e b, conhecidos, respectivamente, como 1º e 2º pontos de cruzamento (Fig. I.1).

Fig. I.1 Coeficiente de emissão secundária em função da energia dos primários.

Imaginemos, agora, para simplificar, um tubo de raios catódicos que tenha um cátodo (aterrado), um único anodo (com orifício central) a um potencial $V_A > 0$ e uma tela inicialmente descarregada. O potencial de superfície inicial, $V_{s,i}$, da tela é tal que $0 < V_{s,i} \leq V_A$ (Fig. I.2).

Fig. I. 2 Canhão (simples) de elétrons.

Nestas condições, os elétrons emitidos pelo cátodo que conseguem passar pelo orifício central do anodo têm uma energia, ao sair do orifício, igual a eV_A (onde e é o módulo da carga do elétron). O que acontece, posteriormente, com os elétrons que se dirigem para a tela depende do potencial (V_s) da tela em relação ao do anodo ou de sua evolução durante a irradiação. De qualquer forma, a energia de

cada elétron que atinge a tela, ou seja, sua energia efetiva E_{ef} , será igual a eV_s , que, em relação à curva da emissão secundária (Fig. I.1) pode estar abaixo de E_p , entre E_i e E_{II} ou acima de E_{II} . Levando-se em conta o fenômeno da emissão secundária é possível mostrar que ⁽¹⁶⁾:

- 1º) Se a energia efetiva inicial ($E_{ef,i}$) for menor que E_i , a tela acumulará carga negativa até que seu potencial se estabilize no potencial do cátodo, quando então a luminescência cessará (pois os elétrons não mais atingirão a tela),
- 2º) Se $E_{ef,i}$ estiver entre E_i e E_{II} , a tela acumulará carga positiva até que seu potencial fique ligeiramente mais positivo que o potencial do anodo (por isso costuma-se dizer que o potencial da tela, neste caso, estabiliza-se no potencial do anodo) e
- 3º) Se $E_{ef,i}$ for maior que E_{II} , a tela começa a carregar-se negativamente, um campo desacelerador instalar-se-á entre o anodo e a tela, desencadeando, como consequência, um processo de redução da energia efetiva dos elétrons que será interrompido somente quando $E_{ef} = E_{II} = eV_{II}$, ou seja, quando $\delta=1$.

V_{II} , chamado 2º potencial crítico ou "striking potential" do isolante, é um dos parâmetros importantes da tela pois define a máxima energia com que um elétron do feixe pode atingi-la. O fato de existir um potencial limite para a tela é equivalente a dizer que um aumento no potencial do anodo não resulta, como consequência, num aumento no brilho emitido pela tela no momento de apagar o feixe, pois esse brilho depende da energia efetiva E_{ef} do elétron, cujo limite é eV_{II} . O 2º potencial crítico, por sua vez, também está limitado, pois o seu valor, considerando-se os materiais mais frequentemente utilizados na fabricação de telas, está na faixa de 5 a 25 kV. Assim, independentemente do potencial do anodo, a máxima energia com que um elétron atingirá a tela não deve exceder, na melhor das hipóteses, 25keV. Acontece, porém, que imagens mais nítidas e brilhantes somente são obtidas com energias mais altas, de modo que neste caso não é possível usar a emissão secundária para remover a carga acumulada na tela.

Um método alternativo foi descoberto por Ehrenberg⁽¹⁷⁾, em 1937 na Inglaterra, quando, trabalhando no desenvolvimento de tubos de raios catódicos que utilizavam alta tensão aceleradora, observou que o material fluorescente normalmente isolante utilizado nas telas tornava-se apreciavelmente condutor quando exposto a elétrons rápidos. Imediatamente aproveitou a idéia para desenvolver um tubo experimental⁽¹⁸⁾ em que a face exposta ao feixe foi coberta com uma película condutora, ligada eletricamente ao último anodo do canhão, antes de receber a camada de material fluorescente. Com isso, os elétrons que atingem a tela o fazem com uma energia que é função apenas da tensão aceleradora e não mais do potencial da tela (pois tela e último anodo estão, agora, a um mesmo potencial).

De modo semelhante, Epstein e Pensak⁽¹⁹⁾, investigando o mesmo problema mas trabalhando nos Estados Unidos, usaram um método, ainda hoje empregado, que consiste em aplicar uma película condutora por cima do material fluorescente.

Em ambos os casos a solução foi possível graças à alteração da condutibilidade elétrica do isolante quando exposto ao feixe, um fenômeno conhecido como condutibilidade induzida pela irradiação com elétrons.

Um parâmetro importante, quando tratamos com a condutibilidade induzida por elétrons (CIE) é o fator de ganho(g), isto é, o número de transportadores secundários produzidos por um único elétron primário. Os primeiros trabalhos realizados sobre a CIE revelaram ganho extremamente baixo, da ordem de 10^{-5} - 10^{-4} ou menos ao passo que a aplicação, bem sucedida, da CIE para remover a carga acumulada na tela de tubos de raios catódicos indicavam que g deveria ser da ordem da unidade⁽²⁰⁾. Não é para estranhar, portanto, que as mesmas pessoas que estavam trabalhando para resolver esse problema, como Ehrenberg e Pensak, entre outros, passassem a se interessar pela condutibilidade induzida por elétrons^(21,22) e estivessem entre os primeiros a sugerir sua aplicação prática, tendo em vista que as pesquisas iniciais indicavam,

considerando certos isolantes e sob condições apropriadas, valores de g da ordem de várias centenas.

Desde aquela época o feixe de elétrons tem se mostrado um meio poderoso no sentido de liberar transportadores nos isolantes e, desta forma, permitir o estudo de suas propriedades eletrônicas independentemente das restrições que a excitação ótica impõe (A condutibilidade induzida no dielétrico por fótons somente é possível se suas energias caírem dentro de uma das bandas no espectro de absorção do dielétrico ⁽²¹⁾).

Nos exemplos acima mostramos como, às vezes, a injeção direta de carga espacial pode ser útil e de como, em outras vezes, pode causar problemas ou impor limitações (E as referências citadas objetivavam apenas dar exemplos de como, utilizando-se o feixe eletrônico como ferramenta básica de trabalho, as pesquisas na área podem ser conduzidas).

Mas cargas elétricas não são injetadas apenas por feixe de elétrons. Quando um isolante é submetido a um campo elétrico, vários fenômenos podem ocorrer: Cargas espaciais internas movem-se sob a influência do campo elétrico aplicado, dipolos são parcialmente orientados ao longo da direção desse campo, íons podem migrar e, sob certas condições, cargas podem ser transferidas nas interfaces (em particular, o eletródio pode injetar carga no dielétrico). Da mesma forma que discutimos no início deste Capítulo, estes efeitos, no todo ou em parte, podem ora favorecer ora limitar a execução de um determinado propósito. Quer numa quer noutra situação seria altamente desejável entender, da forma mais completa possível, os processos físicos envolvidos a fim de sermos capazes de controlá-los, por exemplo no preparo de um eletreto ou, ao contrário, para evitar a formação de condições de ruptura, no caso do material ser usado como isolante em cabos de alta tensão ou em capacitores. Para isso é preciso conhecer a distribuição de carga espacial ou de polarização no volume do material ⁽²³⁾.

As primeiras medidas nessa direção foram feitas, cortando-se mecanicamente o material em finas fatias e medindo-se a polarização de cada fatia por meio de corrente termoestimulada ⁽²⁴⁾. O método apresentava limitações e não se

aplicava a filmes finos de polímeros; por isso outras abordagens foram sugeridas, principalmente a partir de 1976.

As novas técnicas baseiam-se em medidas de variações de grandezas elétricas enquanto o material está sofrendo, gradualmente, modificações ao longo de sua espessura pela difusão de um pulso térmico⁽²⁵⁾, pela propagação de um pulso acústico⁽²⁶⁾ ou pela excitação com um feixe de elétrons⁽²⁷⁾.

A utilização de um feixe de elétrons como se fosse uma sonda, embora sendo um método destrutivo, tem permitido medidas diretas de alta-resolução^(28,29). A técnica se apoia em dois fatos: 1º) A profundidade de penetração do feixe no material depende da energia dos elétrons do feixe e 2º) Na região irradiada a mobilidade é maior que na região não irradiada. A montagem consiste em colocar a amostra entre dois eletrodos, aterrados via medidores de corrente, e fazer o feixe incidir num deles. Uma medida das correntes fluindo através dos dois eletrodos pode levar à distribuição de carga contida na região irradiada. Variando-se, então, a energia dos elétrons incidentes, é possível varrer a espessura total da amostra e com isso levantar o perfil da distribuição de carga no seu interior.

Tendo em vista as considerações feitas até aqui, visando ilustrar a versatilidade do feixe de elétrons como um instrumento de pesquisa na área dos isolantes, é natural supor que, mais dia menos dia, o Grupo de Eletretos viesse a pensar em ter um acelerador de elétrons apropriado para pesquisas nessa área.

1.2 O primeiro acelerador de elétrons construído no Grupo de Eletretos

A instalação do primeiro acelerador de elétrons no Grupo de Eletretos deve-se ao entusiasmo e empenho do Prof. B.Gross e ao trabalho dedicado de seu orientado, Bel. Gilberto M. Sandonato⁽³⁰⁾ (O prof. Gross, em particular, já vinha utilizando feixe de elétrons em suas pesquisas sobre filmes finos de polímeros nos "AT&T Bell Laboratories" em Murray Hill, New Jersey, onde, à convite da empresa, fazia visitas periódicas de trabalho desde 1972⁽³¹⁾).

A idéia desenvolvida, em princípio bastante simples, consistia em utilizar como fonte de elétrons o canhão utilizado pelos fabricantes de tubos de cinescópios em branco e preto. Esse canhão apresenta numa estrutura rígida, o catodo, que é uma superfície plana recoberta com óxido e aquecida indiretamente por um filamento, e o conjunto de lentes eletrostáticas responsáveis pela focalização do feixe na tela.

Como qualquer protótipo, o acelerador construído, utilizando esse canhão, apresentou alguns problemas, principalmente de ordem prática. O levantamento de alguns deles e sugestões para corrigi-los foram feitos pelo próprio Gilberto em sua Dissertação de Mestrado (Ver Ref. 30, p.111) e outros foram levantados por nós quando iniciamos o trabalho. Os principais problemas estavam relacionados com o sistema emissor de elétrons, com o divisor de tensão utilizado para polarizar os diversos eletrodos do canhão (num total de 5) e com a centralização do feixe sobre a amostra.

Todos esses problemas acabaram sendo resolvidos naturalmente depois que concluímos ser mais interessante projetar um outro acelerador, tendo em vista a avaliação preliminar que havia sido feita, a natureza das medidas pretendidas (de imediato e a longo prazo) e a pesquisa bibliográfica que vínhamos fazendo.

O novo acelerador, que será descrito em detalhes no Capítulo VI, tem como emissor um filamento metálico aquecido diretamente e, como sistema acelerador e focalizador, um conjunto de eletrodos (grade, 1^o e 2^o anodos) e mais uma bobina focalizadora (lente de projeção principal). Os problemas ficaram resolvidos porque:

- 1^o) Um filamento metálico aquecido diretamente é o emissor apropriado para ser usado em sistemas que precisam ser abertos com frequência ou nos quais o vácuo é relativamente pobre ($\sim 10^{-6}$ torr), como acontece no nosso caso ou na maioria dos microscópios eletrônicos, por exemplo. Ao contrário do emissor de óxido, não se deteriora facilmente quando bombardeado com íons positivos nem se torna inativo quando exposto ao ar depois de esfriado^(32,33),

- 2º) A configuração escolhida para focalizar e acelerar o feixe tornou viável a utilização de fontes ligadas em série para polarizar os diversos eletrodos. Isto não só eliminou os problemas com o divisor de tensão como tornou a operação do acelerador muito mais prática e cômoda e
- 3º) A centralização do feixe sobre a amostra passou a ser feita simplesmente inclinando o eixo da bobina focalizadora, ao passo que antes era a amostra que se deslocava sob o feixe.

1.3. Objetivos de nosso trabalho

Os objetivos de nosso trabalho podem ser resumidos em dois itens:

- A) Construir, tomando como ponto de partida o trabalho de G.M. Sandomato, um novo acelerador de elétrons que opere na faixa de energia de 1 a 20 keV, no mínimo, e que disponha de recursos necessários para que possa ser utilizado como um instrumento de pesquisa para investigar determinadas propriedades dielétricas de polímeros como Teflon FEP, Mylar, Kapton etc e
- B) Utilizar o feixe de elétrons monoenergéticos parcialmente penetrantes obtido com o acelerador para estudar, especificamente, alguns problemas relacionados com a medida da emissão secundária em polímeros.

No Capítulo VI trataremos da construção do acelerador e dos problemas correlatos. Já o Capítulo VII será reservado especificamente para tratar da câmara de amostra e dos sistemas de medidas, que incorporam conceitos e elementos originais. A emissão secundária, de um modo geral será discutida no Capítulo II.

A emissão secundária é um assunto sempre atual. Do ponto de vista prático, por exemplo, são as características da emissão secundária em função da constituição e da topografia de uma certa amostra que permitem o Microscópio Eletrônico de Varredura formar imagens de superfícies de materiais metálicos e não-metálicos⁽³⁴⁾. São, também, as características de emissão secundária de certos dielétricos que permitem empregá-los como eficientes emissores em vários tipos de dispositivos modernos⁽³⁵⁾. Por outro lado, para simular, em terra, os efeitos da acumulação de carga em superfícies de satélites em órbitas geosíncronas (sujeitos periodicamente a um intenso fluxo de elétrons) e assim poder avaliar os riscos de descargas eletrostáticas, é preciso conhecer entre outras coisas, as características de emissão secundária dos materiais dielétricos utilizados em revestimentos^(36,37).

Os procedimentos adotados comumente para medir a emissão secundária em isolantes, em particular, são mais complexos que aqueles adotados para os condutores, pois os isolantes acumulam carga quando bombardeados com elétrons. Os métodos tradicionais utilizados procuram minimizar ou eliminar a acumulação de carga na superfície durante a medida⁽³⁸⁾. Entretanto, quando Gross et al⁽³⁹⁾ mostraram, em 1984, como carregar positivamente amostras de Teflon FEP, metalizadas numa única face e polarizadas negativamente, lançando mão do fenômeno da emissão secundária, uma nova técnica começou a ser vislumbrada.

Em 1985, von Seggern⁽⁴⁰⁾, um dos co-autores do trabalho de Gross, mostra teoricamente que, conhecendo-se a evolução da carga armazenada e a evolução do potencial de superfície de uma amostra, enquanto está sendo irradiada por um feixe de elétrons parcialmente penetrantes, é possível determinar o coeficiente (δ) de emissão secundária de elétrons em função da energia (E) dos elétrons incidentes.

As medidas são obtidas a partir de uma montagem como a esquematizada na figura ao lado. Com o auxílio de um registrador acoplado a um eletrômetro, obtém-se curvas de corrente de carga em função do tempo (I_{xt}), enquanto a amostra está sendo irradiada. Essas curvas são, então, integradas para obter a carga acumulada em função do tempo (Q_{xt}) e, em seguida, o potencial de superfície em função do tempo (V_{sxt}), uma vez que a capacitância da amostra pode ser determinada (De forma análoga a que foi discutida na p.3, a curva de V_{sxt} é essencial para poder se determinar a energia efetiva dos elétrons, isto é, a energia com que chegam na superfície da amostra).

Fig. I. 3 Arranjo experimental para carregar a amostra. V_s : potencial de superfície. V_r : potencial de polarização. I : corrente medida. E : Eletrômetro. R : Registrador.

A curva $\delta \times E$ é levantada por seções (I, II e III na figura) a partir dos gráficos I_{xt} , V_{sxt} e da medida da corrente do feixe.

Fig. I. 4 Curva da emissão secundária levantada por partes (seções I, II e III).

Duas coisas chamam a atenção no método proposto. A primeira é que, ao contrário das outras técnicas, não se procura minimizar ou eliminar a carga armazenada pelo isolante durante a irradiação; a própria curva da carga acumulada em função do tempo é utilizada para obter a curva da emissão secundária. A segunda é que a curva (δxE) completa pode ser obtida trabalhando com apenas três tensões aceleradoras para o feixe (escolhidas convenientemente), ao passo que, nos métodos tradicionais é preciso variar a tensão aceleradora tantas vezes quantos forem o número de pontos necessários para construir uma boa curva (Esses e outros detalhes relativos ao método serão discutidos nos Capítulos III e IV).

Restava testar a exeqüibilidade do método. Os resultados das primeiras experiências feitas nessa direção foram apresentados por Gross et al.⁽⁴¹⁾ em 1985, na Alemanha, durante o 5th International Symposium on Electrets.

Usando a mesma montagem descrita acima, os autores levantaram a seção II da curva δxE (trecho compreendido entre E_1 e E_{II}) para quatro polímeros: Teflon FEP, Aclar, Mylar e Kapton. Os resultados, embora parciais, foram encorajadores mas haviam alguns pontos, levantados pelos próprios autores do trabalho, que precisavam ser entendidos antes que se pudesse aceitar o método como uma maneira nova, rápida e confiável de obter a curva δxE . Por exemplo, a seção I da curva δxE não pôde ser obtida porque os autores não conseguiram determinar E_1 , nem conseguiram detectar a corrente negativa que era esperada toda vez que a energia inicial dos elétrons chegando na superfície (energia efetiva inicial) fosse menor que E_1 . A teoria prevê, também, que, se a energia dos elétrons do feixe (en. adquirida às custas da tensão aceleradora) for menor que E_{II} e a amostra for polarizada negativamente de tal modo que a energia efetiva inicial dos elétrons esteja entre E_1 e E_{II} , a curva de corrente de carga em função do tempo sofrerá uma queda abrupta depois que o potencial de superfície passar pelo zero volts; nesse instante deverá aparecer um degrau na curva. Isto também não foi observado. E, finalmente, as medidas de δ pareciam estar sempre um pouco abaixo dos valores encontrados na literatura.

Investigar esses pontos é um dos objetivos de nossa pesquisa. Porque a corrente negativa, referida acima, não foi detectada? Ou porque o degrau não foi obtido? Ou, ainda: Porque as medidas de δ estavam sistematicamente abaixo dos valores encontrados na literatura? Estas questões serão tratadas, ao lado de outras, nos Capítulos VIII e IX. Um novo método de pulso para medir a emissão secundária, que surgiu em decorrência dessa investigação, será discutido no Capítulo V e utilizado no X para levantar curvas de emissão secundária em alguns polímeros.

CAPÍTULO II

A EMISSÃO SECUNDÁRIA

II.1. Introdução

Estudando a reflexão de um feixe de elétrons incidindo sobre um alvo metálico, no vácuo, Austin e Starke constataram em 1902 que, sob certas circunstâncias, os elétrons refletidos eram em maior número que os incidentes. Isto era um indício de que os elétrons do feixe (primários) ao atingirem o alvo estavam liberando elétrons do metal; isto é, elétrons secundários estavam sendo emitidos pela superfície⁽⁴²⁾. Desde então o assunto tem sido objeto de numerosas investigações teóricas e experimentais, como podemos notar observando as referências citadas em alguns trabalhos de revisão mais recentes e representativos ⁽⁴³⁻⁴⁵⁾.

Segundo Dekker⁽⁴²⁾, o fenômeno da emissão secundária pode ser pensado como ocorrendo da seguinte forma: Quando um feixe de elétrons atinge a superfície de um sólido, uma certa fração é refletida elasticamente e a restante penetra no sólido. Os primários que entram no sólido perdem energia através de colisões com elétrons ligados no material, produzindo secundários no seu interior. Estes últimos, por sua vez, difundem-se através do sólido perdendo energia por meio de mecanismos inelásticos múltiplos. Alguns dirigem-se para a superfície e, se tiverem energia suficiente, dela podem emergir como elétrons secundários (verdadeiros), enquanto que os outros são completamente termalizados ⁽⁴⁶⁾.

É possível também que um elétron primário, que tenha perdido parte de sua energia dentro do sólido, retorne para escapar da superfície como resultado de um espalhamento de Rutherford; tais elétrons são chamados primários refletidos inelasticamente.

Embora no passado fosse comum empregar o termo elétrons secundários como englobando todos os emitidos pela superfície, as considerações feitas acima nos mostram que é possível separar os elétrons deixando a superfície em três categorias:

- a) Primários refletidos elasticamente.
- b) Primários refletidos inelasticamente e
- c) Secundários "verdadeiros", que são os elétrons produzidos no interior do material, que emergem da superfície depois de passarem por um processo de difusão.

Tal distinção é frequentemente necessária ao se comparar dados experimentais com a teoria.

A energia que é tomada como a linha divisória entre os elétrons secundários verdadeiros e os retro-espalhados é a de 50eV. Esta energia é bastante arbitrária, mas desde que a maioria dos elétrons tem normalmente uma energia muito menor que esta, a posição exata da linha divisória não é tão importante. A figura abaixo, que é uma curva típica da distribuição de energia dos elétrons deixando a superfície de um material que está sendo irradiado por um feixe eletrônico, ilustra este fato.

Fig. II. 1 Distribuição de energia dos elétrons deixando a superfície de um alvo de prata bombardeado com elétrons de 155 eV. (Ver Ref. 44, p. 253).

O pico indicado por a corresponde aos primários refletidos elasticamente. Os dois pequenos picos b correspondem a elétrons que sofreram perdas discretas de energia. A maior parte dos elétrons deixando a superfície, que correspondem ao pico c, têm baixas energias; estes são secundários "verdadeiros", ou seja, são os elétrons que inicialmente ocupavam estados ligados no cristal.

A distribuição de energia dos elétrons secundários "verdadeiros" liberados por elétrons primários (EP) com energia maior que 100eV é essencialmente independente da energia dos primários e é caracterizada pela energia mais provável $E_{ES,m}$ e pela largura da curva (LM) tomada a meio caminho do valor máximo. Tanto $E_{ES,m}$ quanto LM dependem da constituição da superfície e LM é menor para isolantes e semicondutores que para metais ^(45,47). No caso específico dos metais, medidas recentes ⁽⁴⁵⁾ têm mostrado que $1\text{eV} \leq E_{ES,m} \leq 5\text{eV}$ e $3 \leq LM \leq 15\text{eV}$.

Fig. II. 2 Distribuição de energia de elétrons secundários emitidos por superfícies metálicas e isolantes (Ver Ref. 45).

Feitas estas considerações e seguindo a tendência moderna ⁽⁴⁵⁾, vamos, no que segue, considerar como elétrons secundários emitidos (ES) todos aqueles que tiverem energia $E \leq 50\text{eV}$ e como elétrons refletidos (ER), elástica ou inelasticamente, todos aqueles que tiverem energia $50\text{eV} < E \leq E_p$, onde E_p , energia dos primários (EP), é maior que 100eV.

II.2. O coeficiente de emissão total e secundária de metais e isolantes

No que segue vamos usar as seguintes definições:

δ (coeficiente-ou rendimento-de emissão secundária de elétrons:

$$(n^\circ \text{ de ES}) / (n^\circ \text{ de EP})$$

η (coeficiente de retro-espalhamento) : $(n^\circ \text{ de ER}) / (n^\circ \text{ de EP})$

σ (coeficiente de emissão total) : $\delta + \eta$

Os coeficientes δ e η dependem da energia dos elétrons incidentes de modo diferente e por isso é melhor tratá-los separadamente.

A figura abaixo representa, esquematicamente, o coeficiente de emissão secundária em função da energia dos primários. A forma geral é a mesma para todos os materiais: Começando com elétrons primários de baixa energia, δ aumenta com E_p até atingir o valor máximo, δ_m , em $E = E_{p,m}$. Quando E_p é elevada além de $E_{p,m}$, δ decresce pois agora elétrons secundários são gerados a profundidades crescentes dentro do material de modo que para muitos deles a probabilidade de atingir a superfície e dela escapar diminui. Para os metais, os valores de δ_m jazem entre 0,35 e 1,6 e para os isolantes entre 1,0 e 10⁽⁴⁵⁾.

Fig. II. 3 Coeficiente de emissão secundária em função da energia dos primários.

A reta $\delta = 1$ (nos casos em que $\delta > 1$) cruza a curva em dois pontos, a e b, conhecidos respectivamente como 1º e 2º pontos de cruzamento, que correspondem às energias $E_i = eV_i$ e $E_{ii} = eV_{ii}$, características de cada material. Os potenciais V_i e V_{ii} , por sua vez, são conhecidos, respectivamente, como 1º e 2º potenciais críticos.

Muitas vezes a montagem escolhida para estudar a emissão secundária permite medir apenas σ . Se quisermos, então, comparar os dados experimentais com a teoria, precisamos conhecer o coeficiente de retro-espalhamento η para que, através da equação $\sigma = \delta + \eta$, possamos determinar δ .

O coeficiente de retro-espalhamento tem sido medido por vários pesquisadores, principalmente em metais. Neste caso específico podemos concluir, analisando os dados disponíveis ^(38,43-45), que:

- i) η geralmente cresce com o nº atômico Z ,
- ii) η é praticamente independente da energia dos primários, considerando elementos de baixo nº atômico, e cresce com a energia dos primários no caso de elementos de números atômicos mais altos e
- iii) Se $E_p > 10\text{keV}$, η independe de E_p e aumenta monotonicamente com o nº atômico Z .

Para polímeros, em particular, os dados são muito escassos. O trabalho mais citado na literatura consultada tem sido o de Matskevich⁽⁴⁸⁾ que apresenta curvas de η versus E_p , com $0,2\text{keV} \leq E_p \leq 2,0\text{keV}$, de oito polímeros. Para aqueles contendo H, C, N e O, como o Nylon e o Kapton por exemplo, a dependência entre η e E_p pode ser expressa, segundo Burke⁽³⁷⁾, pela relação empírica

$$\eta = 0,115.E_p^{-0,223} \quad , \quad (\text{II. 1})$$

onde E_p é dado em keV.

Apesar de Burke não especificar em que faixa de energia a equação acima é válida, acreditamos que ela possa ser empregada no mínimo até 10keV ou 15keV. Quando $E_p > 10\text{keV}$ há evidências de que η independa de E_p , como no caso dos metais. De fato, se tomarmos, por exemplo, o polimetil-metacrilato (lucite) para o qual conhecemos ⁽⁴⁹⁾ a dependência entre η e E_p até 25keV, veremos que η é constante e aproximadamente igual a 0,06 desde 16 até 25keV (Esse valor, por sinal, é também o valor de η para o carbono - ver ref. 44, p. 273, fig. 10).

II.3. A emissão secundária e o estado da superfície

A emissão secundária depende enormemente das condições da superfície, isto é, seu grau de contaminação e seu tratamento (Ver Ref. 38, p. 70). Metais, por exemplo, podem ter suas características de emissão completamente alteradas se sofrerem oxidação. Por isso, sempre que possível, as superfícies devem ser cuidadosamente preparadas e as medidas realizadas em ambiente de ultra-alto-vácuo. No caso dos polímeros, que é o tema de nosso interesse, a situação é mais complexa pois é difícil tratar sua superfície sem carregá-la eletricamente. Mas, por outro lado, os polímeros não sofrem oxidação que é o grande problema com a maioria dos metais. De modo que, para se ter uma medida confiável (em nossa opinião) no caso dos polímeros, basta realizar o experimento numa câmara em que se fez um vácuo limpo, isto é, um vácuo que impeça a absorção ou deposição de impurezas.

Além disso certos parâmetros são mais dependentes do estado da superfície do que outros. Por exemplo, acredita-se que a energia correspondente ao 1º ponto de cruzamento depende fortemente do estado ou das propriedades da superfície, ao passo que o coeficiente máximo, δ_m , seria inteiramente controlado pelas propriedades de volume do material ⁽⁵⁰⁾.

II.4. Profundidade de escape dos elétrons secundários

Somente os elétrons secundários excitados próximos da superfície podem atingi-la e dela escapar. Normalmente supõe-se que a probabilidade de escape dos elétrons produzidos a uma distância x da superfície decresça com $\exp(-x/\lambda)$, onde λ é a profundidade de escape média. Algumas medidas dão a profundidade de escape média, λ , enquanto outras dão a profundidade de escape máxima, T . Considerando os metais, $\lambda \approx 0,5 - 1,5\text{nm}$ ($5 - 15 \text{ \AA}$) e $T \approx 5\text{nm}$ ($50 \text{ \AA}$); no caso dos isolantes $\lambda \approx 10 - 20\text{nm}$ ($100 - 200 \text{ \AA}$) e $T \approx 75\text{nm}$ ($750 \text{ \AA}$)⁽⁴⁵⁾.

II.5. Teoria semi-empírica da emissão secundária

II.5.1. Teoria Elementar baseada na Lei de Whiddington

Segundo Dekker⁽⁴⁴⁾, a teoria elementar desenvolvida por Salow, Bruining e outros está baseada na suposição de que o rendimento da emissão secundária δ em função da energia E_p dos elétrons primários pode ser escrita na forma

$$\delta = \int n(x, E_p) f(x) dx. \quad (\text{II.2})$$

onde $n(x, E_p)$ representa o número de secundários produzidos por um elétron primário de energia E_p a uma distância x abaixo da superfície e $f(x)$ representa a probabilidade de um secundário migrar para a superfície e dela escapar.

Para calcular δ são feitas, também, as seguintes suposições:

- i) $n(x, E_p)$ é proporcional à dissipação média da energia por unidade de comprimento da trajetória, isto é,

$$n(x, E_p) = -\frac{1}{\epsilon} \frac{dE}{dx} ,$$

onde ϵ representa a energia de excitação média necessária para produzir um secundário (suposição para a qual existem evidências experimentais⁽⁵¹⁾) e

ii) $f(x) = B \exp(-x/\lambda)$, onde B é uma constante menor que a unidade e λ é a profundidade média de escape dos secundários.

Levando as duas expressões acima para a equação II.2, resulta

$$\delta = -\frac{B}{\epsilon} \int \frac{dE}{dx} \exp\left(-\frac{x}{\lambda}\right) dx. \quad (II.3)$$

A maioria das teorias elementares utiliza esta equação como ponto de partida; a física é introduzida via dE/dx , que determina a forma da curva $\delta \times E_p$.

As primeiras teorias propostas admitiam que a perda de energia dos primários era governada pela Lei de Whiddington, isto é, $dE/dx = -A/E(x)$, onde A é uma constante característica do sólido. Partindo desse pressuposto, Baroody⁽⁵²⁾ mostrou, pela primeira vez, que era possível obter uma curva associada à emissão secundária que fosse independente dos parâmetros B , A e ϵ . Ou: Mostrou que, se δ_m representa o rendimento de emissão secundária máximo, ocorrendo em $E_p = E_{p,m}$, então o gráfico do rendimento reduzido, δ/δ_m , versus energia reduzida, $E_p/E_{p,m}$, resulta numa curva que é independente dos parâmetros B , A e ϵ , que são característicos do sólido em estudo. De acordo com esta teoria as curvas de rendimento reduzido deveriam todas seguir uma curva universal, se para todos os materiais se pudesse aplicar a Lei de Whiddington.

No caso dos metais os dados experimentais existentes parecem cair dentro de uma estreita faixa, indicando a existência de uma certa curva "universal", entretanto a curva teórica proposta por Baroody desvia-se

consideravelmente da curva experimental para metais, particularmente na região além do máximo (Fig. II.4).

II.5.2. Teoria baseada na Lei de Potência Generalizada

Lye e Dekker⁽⁵³⁾ suspeitaram que a discrepância acima poderia residir no fato da Lei de Whiddington não descrever corretamente as perdas de energia dos primários. De fato, por esta lei conclui-se que o alcance R dos primários é proporcional a E_p^2 ao passo que Young⁽⁵⁴⁾ havia concluído, analisando medidas de transmissão de elétrons em filmes de óxido de alumínio, que R é proporcional a $E_p^{1,35}$. Como esperavam que essa relação não mudasse significativamente de um absorvedor para outro, concluíram que o fato de R ser proporcional a $E_p^{1,35}$ e não a E_p^2 era um indício de que a Lei de Whiddington não poderia dar resultados dignos de confiança no caso de ser aplicada para explicar a emissão secundária em metais.

Em virtude disso tentaram estabelecer uma teoria elementar da emissão secundária (Lei da Potência Generalizada) propondo uma lei de dissipação de energia para os primários na forma

$$\frac{dE}{dx} = - \frac{A}{E^n(x)} \quad , \quad (II.4)$$

pois essa expressão, quando integrada entre 0 e R , conduz a um alcance R que é proporcional a $E_p^{1,35}$, se $n = 0,35$ (A é uma constante característica do material e n é, provisoriamente, um expoente arbitrário).

Essa expressão, quando levada para a equação II.3, também nos conduz, depois de uma série de manipulações algébricas (Ver Ref. 44, pp. 264-5), a uma curva universal de rendimento reduzido, se n for o mesmo para todos os materiais. Tendo em vista os resultados obtidos por Young e esperando que n não

varie muito de um material para outro, podemos adotar $n = 0,35$ na teoria proposta por Lye e Dekker. De fato, observando na Fig. II.4 a curva que foi obtida com $n = 0,35$, designada "Power Law", percebe-se que, no caso dos metais, a concordância com os pontos experimentais é consideravelmente melhor do que aquela conseguida com a curva de Baroody.

Fig. II.4 Curvas de rendimento reduzido obtidas a partir de diferentes modelos. Os pontos experimentais foram incluídos para comparação (Ver Ref. 44, p. 266).

A principal razão para isto é que, no caso das energias E_p grandes quando comparadas com $E_{p,m}$, $\delta/\delta_m \propto E_p^{-n}$ na Lei da Potência Generalizada, isto é, proporcional a $E_p^{-0,35}$ para $n = 0,35$, ao passo que na Teoria de Baroody $\delta/\delta_m \propto E_p^{-1}$, nesta região (53).

II.5.3. Teoria incluindo efeitos de espalhamento

Se a lei de dissipação de energia para os primários é dada pela equação II.4, a taxa de perda de energia é maior próximo ao final da trajetória. Como consequência a maioria dos secundários será gerada a uma profundidade quase igual a R , pois admitiu-se que o número de secundários produzidos, em média, por um elétron primário é proporcional ⁽⁵¹⁾ a dE/dx . Além disso, ao se deduzir de II.4 que $R \propto E_p^{n+1}$, está se admitindo, tacitamente, um único valor para o alcance de todos os elétrons de um feixe mono-energético; ou seja, é como se todos os elétrons penetrassem em linha reta no sólido. Mas na realidade não é bem isso o que acontece. O espalhamento de elétrons primários dentro do material faz com que os pontos finais de suas trajetórias estejam distribuídos em camadas e não num único plano. Este efeito, naturalmente, tenderá a fazer a produção de secundários ficar mais uniforme que o previsto no item II.5.2.

Como consequência do espalhamento, a perda de energia efetiva por unidade de comprimento, avaliada por elétron incidente, também será diferente daquela calculada sobre as bases de um alcance único para todos os primários. Analisando resultados experimentais obtidos por Young ⁽⁵⁵⁾ sobre dissipação de energia de elétrons de baixa energia em óxido de alumínio, Lye e Dekker ⁽⁵³⁾ concluíram que a contribuição para a dissipação de energia por unidade de comprimento por elétron incidente é praticamente constante e dada por

$$\frac{dE}{dx} = - \frac{E_p}{R(E_p)} \quad (II.5)$$

Levando esta expressão para a equação II.3 e efetuando a integração entre 0 e R , resulta

$$\delta = \frac{B E_p \lambda}{R_e} \left[1 - \exp \left(- \frac{R}{\lambda} \right) \right] \quad (II.6)$$

Admitindo-se que o alcance possa ser dado por

$$R = C E_p^{n+1} \quad , \quad (II.7)$$

onde C é uma constante, obtém-se

$$\begin{aligned} \delta &= \frac{B}{\epsilon \frac{C}{\lambda} E_p^n} \left[1 - \exp \left(- \frac{C}{\lambda} E_p^{n+1} \right) \right] = \frac{B}{\epsilon} \left(\frac{\lambda}{C} \right)^{\frac{1}{n+1}} \frac{1 - \exp(-z^{n+1})}{z^n} = \\ &= \frac{B}{\epsilon} \left(\frac{\lambda}{C} \right)^{\frac{1}{n+1}} g_n(z) \quad , \end{aligned} \quad (II.8)$$

onde fizemos

$$z = \left(\frac{C}{\lambda} \right)^{\frac{1}{n+1}} E_p \quad (II.9)$$

e

$$g_n(z) = \frac{1 - \exp(-z^{n+1})}{z^n} \quad (II.10)$$

Derivando δ com relação a z é possível mostrar que a função II.8 tem um máximo δ_m em $z = z_m = 1,843$ no caso de $n = 0,35$. Fazendo, então, uso de II.9 e II.10, mais uma vez se chega a uma curva universal dada por

$$\frac{\delta}{\delta_m} = \frac{1}{g_n(z_m)} g_n \left(z_m \frac{E_p}{E_{p,m}} \right) \quad , \quad (II.11)$$

onde $z_m = 1,843$.

A função II.11, para $n = 0,35$, está representada na Fig. II.4 pela curva designada "Constant Loss", onde ela pode ser comparada com as outras duas e com os pontos experimentais obtidos para vários metais. Note-se que, na região de baixa energia as curvas "Constant Loss" e "Power Law" essencialmente coincidem, enquanto que, além do máximo, a primeira ajusta-se um pouco melhor aos pontos experimentais. Além disso, para $E_p \gg E_{p,m}$, $g_n(z) \rightarrow z^{-n}$, de modo que δ/δ_m (ou δ simplesmente) é proporcional a E_p^{-n} .

Embora a concordância entre a curva de rendimento reduzido e os dados experimentais até $\approx 4E_{p,m}$ (Ver Fig. II.4) seja satisfatória, desvios começam a ocorrer em energias mais altas (Ver Fig. II.5). Além disso os dados experimentais disponíveis mostram que não existe uma curva comum a todos os materiais, ou seja, não existe uma curva universal (56).

Fig. II. 5 Curvas de rendimento reduzido para o Ni, Mo, Ge e MgO. A curva A representa a eq. obtida por Baroody. A curva B representa a eq. II.11 para $n=0,35$ (Ver Ref. 44, p. 271).

Para explicar porque as curvas de rendimento reduzido diferem de um material para outro, de um modo geral, ou porque uma curva teórica nem sempre se ajusta adequadamente aos pontos experimentais obtidos para um certo material, é preciso apelar para mecanismos de geração e escape de secundários mais detalhados e sofisticados. Quando esses mecanismos são considerados ao se estabelecer um modelo para a emissão, o ajuste da curva teórica com os dados experimentais pode ser sensivelmente melhorado.

Verificou-se, por exemplo, que os elétrons retro-espalhados contribuem significativamente para a geração de secundários enquanto estão se dirigindo para a superfície ⁽⁵⁷⁾. Como o coeficiente de retro-espalhamento depende fortemente do número atômico Z do elemento ou do número atômico efetivo Z_{ef} do material composto em estudo, nenhum modelo que tente explicar a emissão secundária pode ignorar ⁽⁵⁶⁾ Z ou Z_{ef} ou o coeficiente de retro-espalhamento η . Kanaya e Kawakatsu ⁽⁵⁸⁾ estudando a contribuição dos elétrons retro-espalhados para a geração de secundários conseguiram curvas que se ajustam bem melhor aos dados experimentais. Isto fica patente quando comparamos as curvas da Fig. II.5 com aquelas da Fig. II.6 obtidas pelos autores supracitados (Atentar, principalmente, para os pontos do Ni, MgO e Ge que são comuns nos dois gráficos).

Fig. II.6 Curvas de rendimento reduzido obtidas por Kanaya e Kawakatsu, levando em conta a contribuição de retro-espalhados para a geração de secundários. Pontos experimentais de diferentes fontes são fornecidos para comparação (Ver Ref.58).

II.5.4. A curva de rendimento reduzido para os isolantes

Quanto ao aspecto geral as curvas de rendimento reduzido para os isolantes não diferem essencialmente daquelas para metais ou semi-condutores. Isto pode ser visto nas figuras II.5 e II.6 onde estão representados materiais das três

categorias. Curvas para polímeros (isolantes orgânicos), que não aparecem nessas figuras, também têm o mesmo aspecto geral, conforme veremos em seguida, embora decaiam mais rapidamente.

Se isolantes inorgânicos têm sido relativamente bem estudados, quer experimental quer teoricamente ⁽⁵⁹⁾, o mesmo não se pode dizer dos polímeros, que são isolantes orgânicos. Aparentemente, o primeiro trabalho experimental sobre essa classe de isolantes foi feito por Matskevich ⁽⁴⁸⁾ e a primeira tentativa de estabelecer uma curva universal para essa classe foi feita por Willis e Skinner ⁽⁶⁰⁾. Entretanto, em nosso entender, a análise feita por estes dois últimos autores ficou prejudicada pois o que se estudou foi σ/σ_m em função de $E_p/E_{p,m}$ e não δ/δ_m em função de $E_p/E_{p,m}$. Quando o coeficiente de retro-espalhamento η do material em estudo é pequeno em relação a δ , a diferença entre fazer um ou outro estudo pode não ser muito significativa, do ponto de vista de se estabelecer comparações com as várias teorias existentes, mas quando um dos materiais é o Teflon, que tem um coeficiente de retro-espalhamento relativamente grande ⁽⁴⁸⁾ ($\eta \cong 0,2$) na faixa de energia considerada por eles e um $\delta_m \cong 2$, a distinção deixa de ser desprezível.

Burke ⁽³⁷⁾, analisando o trabalho de Matskevich ⁽⁴⁸⁾ mostrou que os dados por ele obtidos obedeciam todos a uma curva universal (Fig. II.7).

Fig. II.7 Curva universal de rendimento reduzido seguida pelos polímeros estudados por Matskevich (Ver Ref. 37).

A curva mostrada na Fig. II.7 representa a função II.11 se se fizer $n = 0,725$ na expressão II.7 do alcance. Se $n = 0,725$, o valor de z para o qual δ , em II.8, atinge o seu valor máximo será $z_m = 1,284$; neste caso $g_n(z_m)$, dado pela equação II.10, será igual a 0,6552. De modo que, levando-se estes valores para a equação II.11, obtém-se

$$\frac{\delta}{\delta_m} = 1,526 g_n \left(1,284 \frac{E_p}{E_{p,m}} \right), \quad (\text{II.12})$$

expressão que representa a curva universal seguida pelos polímeros estudados por Matskevich.

O fato de n ser igual a 0,725, neste caso, parece reforçar a sugestão de que um expoente único na lei do alcance (equação II.7) ou mesmo na lei da dissipação (equação II.4), não pode descrever adequadamente o comportamento de primários penetrando em alvos diversos.

II.6. O rendimento da emissão secundária em função do ângulo de incidência

No tratamento dado até aqui à emissão secundária, tem sido admitido implicitamente que os primários incidem perpendicularmente à superfície, ou seja, com ângulo de incidência $\theta = 0^\circ$, se medirmos θ em relação à normal à superfície.

Para elétrons primários de uma dada energia, δ aumenta, à medida que θ cresce, de acordo com a lei ⁽⁴⁴⁾

$$\delta(\theta) = \delta_0 (\cos \theta)^{-\frac{1}{n+1}}; \quad \delta_0 = \delta (\theta = 0^\circ), \quad (\text{II.13})$$

onde η pode variar entre 0,35 e 0,75, se considerarmos os metais, semicondutores e isolantes. Além disso, à medida que δ aumenta com θ crescente, δ_m , $E_{p,m}$ e $E_{||}$ também aumentam ⁽⁶¹⁾.

II.7. Medida da emissão secundária . Métodos convencionais

De um modo geral, as montagens descritas na literatura ^(39,43,62) para se estudar a emissão secundária nos mais diversos materiais incluem, como elementos básicos, a fonte de elétrons primários, o material alvo a ser investigado e um eletrodo coletor, que deve ter uma geometria adequada para coletar todos os elétrons secundários emitidos pelo alvo.

As técnicas modernas utilizam um canhão de elétrons como fonte de elétrons primários e um coletor hemisférico como esquematizado abaixo.

Fig.II.8 Diagrama esquemático de uma montagem para medida de emissão secundária. i'_s e i'_η são correntes associadas a elétrons secundários formados na superfície do coletor respectivamente por i_s e i_η .

O canhão deve ser cuidadosamente projetado de modo a fornecer um feixe de elétrons mono-energéticos bem colimado (para que possa passar pela entrada do coletor sem tocá-lo) e que seja focalizável numa ampla faixa de tensão aceleradora.

No caso de alvos condutores é possível medir direta ou indiretamente as correntes i_η , i_s e i_p , produzidas respectivamente pelos elétrons refletidos, secundários e primários durante a irradiação do alvo, polarizando convenientemente o coletor e a grade ⁽⁶³⁾. Por exemplo, $i_s + i_\eta$ pode ser medida primeiramente se mantivermos os potenciais do coletor (V_c) e da grade (V_g) positivos em relação ao alvo. Em seguida, se $V_g = -50$ volts, mede-se i_η diretamente e i_s indiretamente a partir de $i_\eta + i_s$. Além disso se a corrente i através do alvo é medida, então i_p também estará determinada, pois $i_p = i - (i_\eta + i_s)$. Os coeficientes δ , σ e η serão dados respectivamente, por

$$\delta = \left| \frac{i_s}{i_p} \right| ; \quad \sigma = \left| \frac{i_s + i_\eta}{i_p} \right| \quad \text{e} \quad \eta = \left| \frac{i_\eta}{i_p} \right| .$$

A distribuição de energia dos secundários pode ser estudada variando-se V_g entre -50 volts e 0 volts.

A função da grade G é impedir que os elétrons secundários gerados no coletor voltem para o alvo e falseiem as correntes que estão sendo medidas, quando fazemos o potencial da grade negativo com relação ao alvo. Para isso a grade é mantida a um potencial negativo de -50 volts com relação ao coletor, pois dessa forma os secundários gerados no coletor retornam para ele.

No caso dos isolantes as medidas não são tão diretas quanto às realizadas com os condutores, pois eles acumulam cargas superficiais enquanto estão sendo irradiados, as quais podem interferir nos resultados (Ver Ref. 44, p.258). Por isso é preciso minimizar ou eliminar, durante a medida, o carregamento da superfície irradiada ⁽³⁸⁾. Algumas vezes isto é feito preparando o isolante na forma de filme fino depositado sobre um substrato condutor, de modo a manter o potencial da superfície sempre próximo do potencial do substrato às custas de correntes de fuga através da amostra. Outras vezes aumenta-se a condutibilidade do isolante às custas do calor ⁽⁶⁴⁾ ou utiliza-se a própria condutibilidade induzida pela irradiação para descarregar a amostra.

O método mais versátil para se fazer medidas de emissão secundária em isolantes é o método do pulso usado pela primeira vez por Salow ⁽⁶⁵⁾. Este método minimiza o carregamento do isolante, reduzindo a carga necessária para uma medida. Nesse sentido é usado um pulso de elétrons primários de baixa densidade de corrente e de curta duração e o potencial de superfície do isolante é restabelecido entre pulsos sucessivos ⁽⁶⁴⁾. Além disso, para reduzir a variação do potencial da superfície durante a ação do pulso, procura-se trabalhar com amostras de grande capacitância, isto é, amostras finas. As medidas são realizadas numa montagem semelhante a da Fig. II. 8, substituindo o feixe contínuo por um feixe pulsado. A Fig. II.9 representa, esquematicamente, o método. O gerador de sinal envia um pulso positivo para a grade do canhão de elétrons provocando uma curta avalanche de elétrons que se dirige para o alvo. A resposta do alvo é amplificada e depois levada para um osciloscópio onde poderá ser observada, fotografada ou memorizada. A determinação do coeficiente δ envolve a razão de dois pulsos: O pulso de corrente secundária que é medido mantendo o coletor em +50volts com relação ao alvo e o pulso primário que é medido mantendo o coletor em -50volts com relação ao alvo.

Medidas com esta técnica podem ser feitas com cargas tão pequenas quanto 10^4 elétrons por pulso ⁽⁶⁶⁾.

Fig.II.9 Diagrama esquemático de uma montagem para medida de emissão secundária pelo método do pulso (Ver Ref. 38).

CAPÍTULO III

TEORIA DE MEDIDA - ASPECTOS GERAIS

III.1. Introdução

Nos métodos convencionais apresentados no Cap. II para medir a emissão secundária em isolantes a carga acumulada pela amostra enquanto está sendo irradiada pode i) alterar a energia dos elétrons do feixe à medida que se aproximam da superfície da amostra ⁽³⁵⁾ ou ii) pode bloquear a ação do coletor, se a amostra se carregar positivamente a tal ponto de seu potencial de superfície ficar mais positivo que o potencial do coletor. Eis porque é preciso minimizar o carregamento durante a medida e eliminar a carga após cada medida, como foi feito no método do pulso descrito no Cap. II.

No método originado do trabalho de Gross et al. ⁽³⁹⁾ de 1984, descrito por von Seggern ⁽⁴⁰⁾, a preocupação com a carga acumulada deixa de existir. O coletor como elemento de medida é eliminado e a emissão secundária passa a ser estudada a partir da própria evolução temporal da carga armazenada e do potencial de superfície, enquanto o alvo está sendo irradiado pelo feixe. Este método, que será descrito no capítulo seguinte, pressupõe, no entanto, que a carga do dielétrico não interfere no processo de emissão, ao contrário do que pudemos constatar no decorrer de nossa pesquisa, quando experiências que realizamos (Ver Cap. IX) demonstraram que a carga em excesso, acumulada pela amostra durante a irradiação, interfere de fato na emissão.

Apesar dessa interferência o método não perde o seu interesse. Primeiro porque as curvas de emissão assim obtidas também têm a sua serventia. E segundo porque ainda é possível, utilizando-se a mesma montagem mas modificando-se a forma de realizar a medida (Ver Cap. V), obter o coeficiente de emissão total sem que essa interferência se manifeste.

Neste capítulo, em particular, vamos estabelecer a teoria da medida que servirá de base para os métodos que serão descritos nos dois capítulos seguintes. A descrição que apresentaremos foi sugerida, em linhas gerais, pelo trabalho de von Seggern, mas haverá diversos elementos novos. Um deles, por exemplo, é o fato de usarmos uma expressão mais geral para a corrente total através da amostra e um outro é que em vez de δ determinaremos σ , porque na prática é o que o método permite medir (Von Seggern discute apenas o caso em que $\eta \ll \delta$, de modo que pôde fazer $\delta \cong \sigma$). Do ponto de vista da montagem a ser utilizada, a novidade é a colocação de uma tela metálica aterrada cobrindo a abertura sobre a amostra.

III.2. A corrente total através da amostra durante a irradiação

Na Fig. III.1, que mostra o esquema do circuito utilizado, o filamento emissor está a um potencial $V_F < 0$ e a tela metálica, cuja função é uniformizar o campo elétrico entre a abertura e a amostra, está aterrada. A traseira da amostra, que é metalizada, pode ser polarizada a um potencial V_r . V_s é o potencial da superfície que recebe os elétrons incidentes e $U = V_s - V_r$ é a diferença de potencial a que fica submetida a amostra depois de ter adquirido uma certa carga. Se a espessura d da amostra for bastante pequena com relação à distância D entre a tela metálica e a amostra, U será devida apenas ao excesso de carga na amostra.

Admitindo-se que a carga seja puramente superficial, distribuída uniformemente, e que as dimensões laterais sejam grandes com relação a d , U pode ser escrito como

$$U = \int_0^d E(x) dx = \sigma_s \frac{d}{\epsilon} \quad , \quad (\text{III.1})$$

onde E é a intensidade do campo elétrico no material, σ_s a densidade de carga superficial, d a espessura da amostra e ϵ a constante dielétrica do material

isolante em estudo. Como podemos ver na Fig. III.1, os elétrons emitidos pelo filamento são acelerados em direção à tela metálica e atravessam-na com uma energia cinética $E_p = -eV_F$, onde e é o módulo da carga do elétron. No espaço entre a tela e a superfície superior da amostra a energia cinética de um elétron sofre uma variação eV_s , de modo que a energia com que atinge a superfície, ou seja, sua energia efetiva, será dada por

$$E_{ef}(t) = E_p + eV_s(t) = e[V_s(t) - V_F] \quad , \quad (III.2)$$

onde

$$V_s(t) = U(t) + V_r \quad . \quad (III.3)$$

Fig. III.1 Diagrama esquemático de uma montagem para carregar amostras.

V_s : potencial de superfície.

V_r : potencial de polarização.

I : corrente medida.

I_σ : corrente dos emitidos.

I_p : corrente do feixe.

I_{re} : corrente dos emitidos recapturados.

V_F : potencial do filamento.

A corrente $I(t)$ que atravessa a amostra, medida por um eletrômetro ligado ao eletrodio traseiro (acoplado a um registrador), será dada, na sua forma mais geral, por

$$I(t) = I_p + I_\sigma(t) + I_{re}(t) \quad , \quad (III.4)$$

onde

I_p é a corrente do feixe,

I_σ é a corrente associada aos ES + ER e

I_{re} é a corrente associada à fração dos ES+ER que, eventualmente, venham a ser recapturados pela superfície pelo fato da amostra poder estar carregada positivamente.

Essa expressão generaliza a equação da corrente usada por von Seggern pela inclusão da parcela I_{re} , cuja presença se fez necessária pelo fato do campo elétrico entre a tela e a amostra poder ser tal que permita todos os ES+ER escaparem da superfície e atingirem a tela (quando então $I_{re} = 0$) ou permita que apenas os de mais alta energia o façam.

Para analisar a evolução temporal da corrente é conveniente estudar, separadamente, os casos em que $V_s \leq 0$ e $V_s > 0$.

1º Caso: Potencial de superfície negativo ou zero.

Se, na Fig. III.1, $V_s \leq 0$, nenhum elétron secundário ou refletido será chamado de volta, portanto $I_{re} = 0$. Neste caso a equação III.4 se reduz a

$$I(t) = I_p + I_\sigma(t) \quad . \quad (III.5)$$

O coeficiente de emissão total (Ver Seção II.2), por outro lado, será dado por

$$\sigma[E_{ef}(t)] = - \frac{I_\sigma(t)}{I_p} \quad , \quad (III.6)$$

onde o sinal negativo foi introduzido para deixar σ sempre positivo, uma vez que I_σ e I_p são de sinais contrários.

Das equações III.5 e III.6 resulta, então, se $V_s \leq 0$,

$$I(t) = I_p \{ 1 - \sigma [E_{ef}(t)] \} \quad (\text{III.7})$$

ou

$$\sigma [E_{ef}(t)] = 1 - \frac{I(t)}{I_p} . \quad (\text{III.8})$$

Esta última, em particular, é a expressão a que se reduz a equação 9 da Ref.40, para o caso de $V_s \leq 0$, se substituirmos δ por σ (Nota: Na Ref. 40, V_s é designado V_e).

2º Caso: Potencial de superfície positivo.

Se $V_s > 0$, nem todos os ES e ER conseguirão escapar da superfície e alcançar a tela metálica; na realidade somente atingirão a tela elétrons emitidos com $E' > eV_s$. Para determinar a fração dos que chegam na tela é preciso conhecer a função distribuição de energia de todos os elétrons deixando a superfície da amostra. A função distribuição de energia dos ES+ER normalizada, $g(E')$, que tem o aspecto da Fig. II.1, está esquematizada na Fig. III.2.

Fig. III.2 Função distribuição de energia, normalizada, dos elétrons secundários (ES) mais refletidos (ER).

Nessa figura ilustramos a situação em que $eV_s < E_p$; os elétrons refletidos elasticamente têm energia $E_{er} = eV_s + E_p$. A área hachurada representa a fração dos elétrons, num dado instante, que conseguem vencer o campo elétrico entre a tela e a amostra e deixá-la definitivamente. Esta fração, a qual realmente contribue para a corrente $I(t)$, é dada por

$$\int_{eV_s}^{E_{er}} g(E') dE'. \quad (\text{III.9})$$

A área não hachurada, igual a

$$\int_0^{eV_s} g(E') dE', \quad (\text{III.10})$$

corresponde à fração dos elétrons que são recapturados pela superfície e que portanto não contribuem para a corrente. Como a soma das duas frações é igual a um, ou seja,

$$\int_0^{E_{er}} g(E') dE' = 1, \quad (\text{III.11})$$

podemos escrever ainda a seguinte identidade:

$$\begin{aligned} I_\sigma &= I_\sigma \int_0^{E_{er}} g(E') dE' = I_\sigma \int_0^{eV_s} g(E') dE' + I_\sigma \int_{eV_s}^{E_{er}} g(E') dE' = \\ &= -I_{re} + I_\sigma \int_{eV_s}^{E_{er}} g(E') dE', \end{aligned} \quad (\text{III.12})$$

pois a primeira parcela corresponde aos elétrons que são recapturados (I_{re} e I_{σ} são de sinais contrários).

Levando III.12 para III.4 e lembrando que $I_{\sigma} = -\sigma[E_{ef}(t)]I_p$ (por III.6) resulta, finalmente,

$$I(t) = I_p \left\{ 1 - \sigma[E_{ef}(t)] \int_{eV_s}^{E_{ef}} g(E') dE' \right\} \quad , \quad \text{se } V_s > 0. \quad (\text{III.13})$$

A equação III.13 difere da equação 5 da Ref. 40 apenas pelo fato de aparecer σ em vez de δ e E_{ef} no limite superior da integral em vez de 50. Para von Seggern, além disso, a integral é zero toda vez que $V_s > +50$ volts, quando então $I(t) = I_p$, ao passo que para nós ela será sempre diferente de zero para $V_s > 50$. A consequência disto, do ponto de vista experimental, é que I_p não pode ser medida simplesmente considerando $I(t) = I_p$ enquanto $V_s > +50$ volts como o foi, erroneamente, na Alemanha por Gross ⁽⁴¹⁾ e colaboradores. Como aproximação, este procedimento será aceitável apenas quando $\eta \ll 1$; em geral a corrente I_p deverá ser medida separadamente. É por isso que decidimos construir um copo de Faraday na própria câmara de amostra pois esta foi a maneira que encontramos de medir a corrente do feixe de forma independente e inequívoca (Ver Cap. VII).

CAPÍTULO IV

MÉTODO DE MEDIDA DINÂMICA

IV.1 Introdução

A vantagem do método descrito por von Seggern ⁽⁴⁰⁾ é que a curva $\sigma \times E$ completa pode ser obtida trabalhando-se com apenas três tensões aceleradoras para o feixe (escolhidas convenientemente), ao passo que nos métodos tradicionais é preciso variar a tensão aceleradora tantas vezes quantas forem o número de pontos necessários para construir uma boa curva. Daí a designação "Método de Medida Dinâmica".

Segundo von Seggern, se escolhermos na montagem esquematizada na Fig. III.1, situações em que $V_s \leq 0$ durante toda a irradiação, poderemos utilizar a equação III.8 para levantar a curva $\sigma \times E$. Para ver como isso é feito, é conveniente reescrever a expressão III.8 como

$$\sigma [E_p + eV_s(t)] = 1 - \frac{I(t)}{I_p} \quad , \quad (IV.1)$$

onde a equação III.2 foi usada para explicitar E_{ef} . Desta equação vemos claramente que, uma vez conhecidos I_p , $I(t)$ e $V_s(t)$, σ em função de E fica determinado.

A fim de obter as correntes $I(t)$ e I_p usamos, respectivamente, um registrador acoplado ao eletrômetro da Fig. III.1 e um copo de Faraday especialmente projetado (Ver Capítulo VII, Seção VII.2.2). $V_s(t)$ pode ser obtido diretamente pelo método do capacitor vibrante (Ver Capítulo VII, Seção VII.2.4), que será o adotado neste trabalho, ou indiretamente a partir da capacitância da amostra e da integração da curva de corrente $I(t)$. Uma vez de posse dessas medidas, calculamos, considerando vários instantes, os valores de $E_{ef} = E_p + eV_s(t)$ e σ a partir do gráfico $V_s \times t$ e da equação IV.1, respectivamente. Com o

conjunto de pares (E_{ef}, σ) assim obtidos levantamos a curva $\sigma \times E$.

Em princípio toda a curva $\sigma \times E$ pode ser contruída realizando apenas três experiências (ou seja, com apenas três conjuntos de curvas $I \times t$ e $V_s \times t$), embora isso nem sempre seja o mais indicado do ponto de vista experimental. O procedimento consiste em dividir a curva em três seções (Ver Fig. I.4). A primeira fica à esquerda do primeiro ponto de cruzamento, a segunda entre os primeiro e segundo pontos de cruzamento e a última à direita do segundo ponto de cruzamento (Fig. I.1).

Para obter cada seção da curva, existe, como veremos a seguir, um modo apropriado de polarizar a amostra e de escolher a energia dos primários.

IV.2. Obtenção da seção da curva $\sigma \times E$ à esquerda do 1º ponto de cruzamento

Se a amostra da Fig. III.1 encontra-se inicialmente descarregada, a diferença de potencial U é igual a zero e, pela equação III.3, o potencial de superfície inicial $V_{s,i}$ é igual a V_r . Assim, se fizermos $V_r < 0$, $V_{s,i}$ será negativo e a energia efetiva inicial $E_{ef,i}$ do elétron incidindo na amostra poderá ser escrita, usando a equação III.2, como

$$E_{ef,i} = E_p + eV_{s,i} = E_p + eV_r = E_p - e|V_r|. \quad (IV.2)$$

Se, além disso, escolhermos V_r de tal forma que $0 < E_{ef,i} < E_1$ então a 1ª. seção da curva $\sigma \times E$ poderá ser obtida. De fato, se $E_{ef,i} < E_1$, σ será menor que um, a amostra começará a se carregar negativamente e seu potencial de superfície irá ficando cada vez mais negativo até a $E_{ef} = E_p + eV_s(t) = e[V_s(t) - V_F]$ igualar-se a zero, quando então os elétrons não mais atingirão a amostra. Nesse instante dizemos que o potencial da superfície estabilizou-se no potencial do catodo, V_F , pois $E_{ef} = 0$ para $V_s = V_F$.

E_{ef} decresce desde um valor inicial $E_p - e|V_r|$ até zero eletrôn-volts. A parte cheia da curva na Fig. IV.1 é a seção que pode ser obtida polarizando-se a amostra da forma como foi descrita. Da Fig. IV.1 vemos também que é interessante escolher $E_{ef,i}$ ligeiramente abaixo de E_I para poder se obter uma fração representativa da 1a. seção da curva.

Fig. IV.1 Primeira seção da curva $\sigma \times E$.

IV.3. Obtenção da seção da curva $\sigma \times E$ entre os dois pontos de cruzamento

Para construir a seção da curva entre os dois pontos de cruzamento, começamos, na Fig. III.1, com a amostra descarregada, a fim de que $V_{s,i}$ seja igual a V_r , e escolhemos V_r (negativo) convenientemente, de modo que $E_{ef,i}$ dado por IV.2, cumpra a condição $E_I < E_{ef,i} < E_{II}$. Além disso fazemos também $E_p > E_{II}$ (Se fizermos $E_p < E_{II}$, a seção da curva considerada não se estenderá até E_{II}). Neste caso a amostra começa a se carregar positivamente (pois $\sigma > 1$ se $E_I < E_{ef,i} < E_{II}$) e o potencial de superfície vai ficando cada vez menos negativo até que

$$E_p + eV_s(t) = e[V_s(t) - V_r] = E_{II} = eV_{II} \quad , \quad (IV.3)$$

quando $\sigma = 1$ e $I(t) = 0$. Por esta equação vemos que o potencial da superfície estabilizar-se-á em $V_s = V_{s,f} = V_{II} + V_F$. Esse potencial é negativo pois, para $E_p > E_{II}$, a desigualdade $E_p - E_{II} = -eV_{s,f} > 0$ deve ser satisfeita.

A E_{ef} cresce desde um valor inicial $E_p - e|V_F|$ até E_{II} . Se $E_{ef,i}$ for ligeiramente maior que E_I , uma fração significativa da 2a. seção poderá ser obtida, como mostra a Fig. IV.2.

Fig. IV.2 Segunda seção da curva $\sigma \times E$.

IV.4. Obtenção da seção da curva $\sigma \times E$ à direita do 2º ponto de cruzamento

Para obter a seção da curva à direita do 2º ponto de cruzamento, começamos, considerando a Fig. III.1, com uma amostra descarregada e aterrada e com $E_p > E_{II}$. Neste caso $V_{s,i} = 0$, $E_{ef,i} = E_p$ e $\sigma < 1$. Iniciada a irradiação, a amostra começa a acumular carga negativa, o potencial da superfície vai se tornando cada vez mais negativo e a energia efetiva vai decrescendo, pois $E_{ef} = E_p + eV_s$. A acumulação de carga continua até que $E_{ef} = -e(V_F - V_s) = E_{II} = eV_{II}$, quando $\sigma = 1$ e $I(t) = 0$. O potencial de superfície final obedecerá à relação

$$V_{s,f} = V_{II} + V_F \quad (IV.4)$$

A E_{ef} decresce desde um valor inicial $E_{ef,i} = E_p$ até E_{II} . Nessas condições, a fração da 3a. seção que pode ser obtida depende, evidentemente, da E_p que se fixar no início do experimento.

Fig. IV.3 Terceira seção da curva $\sigma \times E$.

IV.5. Extensão do método para medir a emissão secundária em condutores

O método que acabamos de descrever pode ser estendido para se estudar a emissão de elétrons em condutores metálicos, bastando para isso metalizar a superfície superior de uma película isolante com o metal em vista. Neste caso a experiência será realizada mais facilmente porque a superfície irradiada será sempre uma equipotencial, independentemente do feixe depositar ou não cargas na superfície de uma maneira uniforme, e porque V_s pode ser medido diretamente através de um divisor capacitivo ⁽³⁹⁾. Com os isolantes os cuidados precisam ser maiores porque a densidade superficial de carga deve ser, em cada instante, sempre uniforme em toda extensão da área irradiada. Isto nos obrigou a projetar um acelerador de elétrons que cumpra essa exigência, isto é, que deposite uniformemente a carga sobre a superfície (Em caso contrário, cada ponto da superfície estaria a um potencial diferente durante a irradiação).

IV.6. Procedimentos para descarregar a amostra

Nos casos descritos no item anterior tomamos o cuidado de iniciar o experimento sempre com a amostra descarregada. Para isso diferentes amostras virgens podem ser utilizadas ou uma mesma amostra pode ser descarregada, depois de cada medida, às custas do próprio feixe eletrônico, para o que é necessário conhecer o potencial de superfície, V_s , uma vez que o procedimento a ser seguido em cada caso depende de V_s . Em vista disso é conveniente reconsiderar separadamente as três situações estudadas nas seções anteriores.

IV.6.1. Amostra carregada negativamente com elétrons de energia efetiva inicial menor que a energia do 1º ponto de cruzamento.

Ao final do experimento descrito na seção IV.2 a amostra encontra-se carregada negativamente e seu potencial de superfície está ao mesmo potencial do catodo. Para descarregar a amostra completamente, o 1º passo é aterrará-la. Eis, esquematicamente, a situação do potencial de superfície antes e após o aterramento:

Fig. IV. 4 a Potencial de superfície após o término da irradiação.

Fig. IV. 4 b Potencial de superfície após o aterramento.

O potencial $V'_{s,f} = V_F - V_R$ é menor que zero, pois o potencial do eletródio inferior é zero e a amostra está carregada negativamente. Isto também pode ser visto algebricamente. De fato, se no início da irradiação, o feixe conseguiu chegar na amostra é porque, pela equação IV.2 $E_{ef,i} = E_p + eV_R = -eV_F + eV_R > 0$, o que nos conduz a $V_R > V_F$ e $V'_{s,f} = V_F - V_R < 0$. Por outro lado, havia a condição inicial $E_{ef,i} < E_i = eV_i$ que nos leva a $E_{ef,i} = -eV_F + eV_R = -e(V_F - V_R) < eV_i$ ou a $-(V_F - V_R) < V_i$. Como $V_F - V_R < 0$, podemos escrever ainda que

$$|V'_{s,f}| = |V_F - V_R| < V_i. \quad (IV.5)$$

O segundo passo para descarregar a amostra consiste em irradiá-la com elétrons de energia $E_p = E_{||} = eV_{||}$. Se $E_p = E_{||}$ e o potencial de superfície inicial para esta nova irradiação é $V_F - V_R < 0$, então $E_{ef,i} = E_{||} + e(V_F - V_R)$. Por outro lado, se por IV.5 $|V_F - V_R| < V_i$, então $E_{ef,i} = eV_{||} + e(V_F - V_R) = eV_{||} - e|V_F - V_R|$ será maior que $eV_{||} - eV_i$. Mas $eV_{||} - eV_i > eV_i$ pois sabemos, experimentalmente, que $V_{||} \gg V_i$. Logo $E_{ef,i} > eV_i = E_i$. Isto nos mostra que, fazendo $E_p = E_{||}$ estamos dentro das condições iniciais estabelecidas para o item IV.3, pois das considerações feitas acima o potencial de superfície no início da irradiação é negativo e $E_i < E_{ef,i} < E_{||}$.

Sendo assim, uma vez iniciada a irradiação, a amostra começa a se carregar positivamente e o potencial de superfície vai ficando cada vez menos negativo até que $E_{ef} = E_{||} + eV_s = E_{||}$, o que implica em se ter $V_s = 0$. Com isso, no término da irradiação, a amostra estará completamente descarregada.

IV.6.2. Amostra carregada positivamente com elétrons primários de energia maior que a energia do 2º ponto de cruzamento e energia efetiva inicial entre as energias dos 1º e 2º pontos de cruzamento

Ao final da experiência descrita no item IV.3 a amostra encontra-se carregada positivamente e o seu potencial de superfície é $V_{s,f} = V_{II} + V_F$. Como antes, o 1º passo para descarregá-la é aterrará-la. Os esquemas abaixo representam a situação do potencial de superfície antes e após o aterramento.

Fig. IV. 5a Potencial de superfície após o término da irradiação.

Fig. IV. 5b Potencial da superfície após o aterramento.

Como já foi visto na seção IV.3, $V_{s,f} = V_{II} + V_F < 0$ decorre do fato de $E_p > E_{II}$. Por outro lado, $V'_{s,f} > 0$ decorre do fato de $E_{ef,i} < E_{II}$. De fato, se $E_{ef,i} = -eV_F + eV_r < eE_{II}$, então $-(V_F - V_r) < V_{II}$. Disto concluímos que $V'_{s,f} = V_{II} + V_F - V_r = V_{II} - [-(V_F - V_r)] > 0$. Esse resultado era esperado pois a amostra está carregada positivamente e a sua superfície inferior metalizada encontra-se aterrada.

O 2º passo para descarregar a amostra consiste em irradiá-la com elétrons de energia $E_p = E_{II} = eV_{II}$. Se isto é feito, $E_{ef,i} = eV_{II} + eV'_{s,f} > E_{II}$, pois $V'_{s,f} > 0$. Iniciada a irradiação, a amostra começa a se carregar negativamente de forma rápida, porque, além de σ ser menor que 1, uma certa fração dos emitidos, que pode ser significativa dependendo da intensidade de $V'_{s,f}$, é trazida

de volta para a superfície, pelo fato de $V'_{s,f} > 0$. Este processo continua até que toda carga positiva tenha sido compensada, o que ocorre quando $E_{ef} = E_{||} + eV_s = E_{||}$, ou seja, quando $V_s = 0$. Nesse instante a amostra estará completamente descarregada.

IV.6.3. Amostra carregada negativamente com elétrons de energia efetiva inicial maior que a energia do 2º ponto de cruzamento

Ao final da experiência descrita na seção IV.4, a amostra encontra-se carregada negativamente e seu potencial de superfície está estabilizado em $V_{s,f} = V_{||} + V_F$ (equação IV.4). Esse potencial, evidentemente é negativo pois a amostra está aterrada e carregada negativamente. Neste caso o procedimento para descarregar a amostra não é único. Se $V_F + V_{||} < 0$ é tal que, ao se fazer $E_p = E_{||}$, resultar $E_i < E_{ef,i} < E_{||}$, estaremos dentro das condições descritas em IV.6.1. e a amostra poderá ser descarregada completamente numa única etapa. Para isto é preciso que $0 < |V_F + V_{||}| < V_{||} - V_i$, desigualdade que decorre da condição $E_i < E_{ef,i} < E_{||}$.

Se, por outro lado, $|V_F + V_{||}| > V_{||} - V_i$, o descarregamento deverá ser feito por etapas. Começa-se primeiramente, com $E_p > E_{||}$, escolhido de forma a obedecer à desigualdade $E_i < E_{ef,i} < E_{||}$. Iniciada a irradiação a amostra começa a se carregar positivamente e parte de sua carga negativa é compensada. Com isto o potencial de superfície final $V_{s,f}$ fica um pouco menos negativo. O procedimento deverá prosseguir até que $|V_{s,f}| < V_{||} - V_i$, quando então bastará fazer $E_p = E_{||}$ se quisermos descarregar a amostra completamente.

Os procedimentos descritos são indicados quando queremos descarregar completamente a amostra. O inconveniente em aplicá-los é que em todas as situações tratadas a E_{ef} aproxima-se de $E_{||}$ de forma muito lenta (às vezes é preciso esperar meia hora ou mais para que o potencial de superfície estabilize-se em zero volts). No item seguinte descreveremos um mecanismo que permitirá descarregar a amostra quase completamente de uma forma mais rápida.

IV.7. O mecanismo de "auto-regulação" e suas consequências

IV.7.1. O mecanismo de auto-regulação

Na experiência descrita em IV.3 uma das condições estabelecidas dizia que E_p deveria ser maior que E_{II} . Esta condição adicional foi imposta para que E_{ef} pudesse crescer desde um pequeno valor acima de E_I até E_{II} ; se não fosse assim E_{ef} não chegaria em E_{II} .

Suponhamos, por um instante, que $E_p < E_{II}$ e que, para um $V_r < 0$ conveniente, $E_I < E_{ef,i} < E_{II}$. Com o início da irradiação a amostra começa, como no caso tratado em IV.3, a acumular carga positiva e o potencial de superfície vai ficando cada vez menos negativo. Quando V_s atingir o valor zero, E_{ef} será igual a E_p (pela equação III.2), que, por sua vez, é menor que E_{II} por hipótese. Nesse instante, portanto, o número total de elétrons emitidos pela superfície ainda é maior que o número de primários. Poder-se-ia esperar, então, que a amostra continuaria a se carregar positivamente até que E_{ef} atingisse o valor E_{II} , quando $I(t) = 0$. Isto, porém, não é o que ocorre. A razão é que a partir do momento em que V_s começa a ficar positivo, depois de passar pelo zero, o campo elétrico entre a tela metálica e a amostra muda de sentido e elétrons emitidos de baixa energia começam a ser chamados de volta, isto é, a equação III.7 deixa de valer e passa a vigorar a equação III.13 que é válida para $V_s > 0$. O equilíbrio entre o n^o de elétrons incidentes e emergentes estabelece-se quando o n^o de elétrons emitidos menos o n^o de recolhidos torna-se igual ao n^o dos primários, ou em termos de corrente, quando $I(t) = I_p + I_\sigma(t) + I_{re} = 0$ (equação III.4).

Lembrando que $\sigma = -I_\sigma/I_p$, a corrente associada aos elétrons emitidos que são recapturados para que o equilíbrio se estabeleça poderá ser escrita como

$$I_{re} = -I_\sigma \left(1 - \frac{1}{\sigma}\right), \quad (IV.6)$$

ou como

$$\int_0^{eV_s} g(E') dE' = 1 - \frac{1}{\sigma (E_p + eV_s)} \quad , \quad (IV.7)$$

uma vez que a fração dos recapturados - I_{re}/I_σ é dada pela equação III.10. Este último resultado também poderia ter sido obtido a partir da equação III.13, como era de se esperar.

Considerando que a maior parte dos emitidos têm energia da ordem de 1 a 2 eletrôn-volts, basta que o potencial da superfície fique ligeiramente positivo para que o ponto de equilíbrio seja atingido.

Esse processo pelo qual o potencial de superfície estabiliza-se num valor um pouco acima de zero volts quando $E_i < E_{ef,i} < E_{ii}$ e $E_p < E_{ii}$, foi designado "mecanismo de auto-regulação" por Gross e colaboradores que o discutiram em detalhes na Ref. 39.

IV.7.2. Energia efetiva inicial e energia dos elétrons primários menores que a energia do 2º ponto de cruzamento. Curva de corrente

No caso que acabamos de tratar a corrente total $I(t)$ ainda pode estar longe de zero pouco antes do potencial de superfície se tornar positivo. Entretanto, quando V_s começa a ficar positivo a corrente deve cair bruscamente para zero, pois, como vimos, basta que o potencial de superfície eleve-se 1 a 2 volts acima de zero para que um grande número de elétrons seja chamado de volta, o que faz com que a corrente $I(t)$ dada pela equação III.4 vá para zero rapidamente. Neste caso a curva I_{xt} deve apresentar um degrau (Figura IV.6).

Esse fenômeno, que será discutido em mais detalhes no capítulo VIII, permite verificar a correção da teoria ou da montagem, pois somente será observado se a deposição de carga for feita de maneira absolutamente uniforme

e a emissão, considerando várias regiões da amostra, for regular.

Fig. IV.6 Curva de corrente através da amostra apresentando uma queda abrupta (degrau) no instante t' .

IV.7.3. Utilização do mecanismo de auto-regulação para descarregar a amostra

Nas situações descritas no item IV.6, amostras com excesso de carga foram descarregadas usando elétrons com energias $E_p = E_{||}$. A operação é lenta porque a corrente $I(t)$ através da amostra, que em última análise é a responsável pela compensação da carga em excesso, e o potencial de superfície $V_s(t)$ caem simultânea e lentamente para zero à medida que $\sigma \rightarrow 1$ (ou $E_{ef} \rightarrow E_{||}$), pois σ varia muito pouco nas proximidades de $E_{||}$.

Se, por outro lado, $E_p < E_{||}$ as coisas se passarão de maneira bem diferente, porque $V_s(t)$ chega em zero antes que $I(t)$ o faça. Como a amostra precisa carregar-se muito pouco, depois que V_s passar pelo zero, para que $I(t) = I_p + I_\sigma(t) + I_{re}(t) = 0$, a estabilização do potencial V_s ocorrerá num tempo relativamente curto quando comparado com a situação em que se usou $E_p = E_{||}$. Além disso, desde que o potencial V_s excede o zero por cerca de 1 a 2 volts, podemos dizer que a amostra encontra-se quase que totalmente descarregada, quando

o potencial V_s se estabiliza. Para a maioria das situações práticas esse pequeno excesso é perfeitamente tolerável.

IV.8. O Potencial da superfície

IV.8.1. Medida direta do potencial da superfície

O método proposto no item IV.1 para levantar a curva $\sigma \times E$ requer o conhecimento de I_p , $I(t)$ e $V_s(t)$ para que se possa utilizar a equação IV.1. As correntes $I(t)$ e I_p podem ser obtidas, respectivamente, por meio de um registrador acoplado ao eletrômetro da Fig. III.1 e um copo de Faraday. O potencial $V_s(t)$ pode ser medido diretamente ou determinado indiretamente a partir da capacitância da amostra e da integração da curva de corrente $I(t)$.

Se a superfície superior da amostra também estiver metalizada, como no caso da situação tratada na Seção IV.5, o potencial de superfície poderá ser medido diretamente através de um divisor capacitivo ⁽³⁹⁾. Mas tanto neste caso quanto naquele em que a superfície superior não está metalizada, o potencial também poderá ser medido, de modo semelhante àquele empregado por Moreno e Gross ⁽⁶⁷⁾, pelo método do capacitor vibrante, que será o adotado neste trabalho. A amostra, posta a vibrar, induz um pequeno sinal A.C. num resistor R de medida, cujo valor eficaz (da ordem de micro-volt) é medido por um amplificador lock-in e relacionado, por meio de uma calibração, com o potencial de superfície da amostra. Com esse sistema podemos registrar a evolução temporal do potencial de superfície durante a irradiação, pois o amplificador lock-in, da mesma forma que o eletrômetro, também pode ser acoplado a um registrador. Os detalhes da técnica e da montagem adotada serão discutidos no Cap. VII.

IV.8.2. Determinação do potencial de superfície a partir da curva de corrente através da amostra.

Num sistema capacitivo como o esquematizado na Fig. III.1, onde as dimensões laterais da amostra são grandes quando comparadas com sua espessura, a corrente $I(t)$ através do material pode, em geral, ser expressa como

$$I(t) = a \frac{dD(x,t)}{dt} + I_c(x,t) , \quad (IV.8)$$

onde a é a área da amostra, D o deslocamento elétrico, I_c a corrente de condução e x e t as coordenadas espacial e temporal respectivamente. Se o material isolante em estudo puder ser considerado ideal, isto é, se as fugas puderem ser desprezadas, $I_c = 0$, $D = \epsilon E$ e a equação IV.8 poderá ser escrita como

$$I(t) = C \frac{dV_s(t)}{dt} , \quad (IV.9)$$

onde C é a capacitância da amostra. Integrando a expressão (IV.9) podemos determinar $V_s(t)$ pela relação

$$V_s(t) - V_s(0) = \frac{1}{C} \int_0^t I(t) dt . \quad (IV.10)$$

Para determinar a integral na equação IV.10, medimos a área correspondente no gráfico Ixt com o auxílio de um planímetro. Para determinar C , metalizamos ambas as faces de uma amostra idêntica à que será irradiada ou a própria amostra depois de ter sido utilizada e medimos sua capacitância por meio de uma ponte.

Essa forma de determinar $V_s(t)$ apresenta, de um modo geral, duas desvantagens em relação à medida direta do potencial:

- 1º O potencial de superfície não é, exatamente, aquele dado pela expressão IV.10, uma vez que a carga armazenada localiza-se a uma certa profundidade abaixo da superfície. Este problema agrava-se à medida que trabalhamos com amostras cada vez menos espessas ou à medida que aumentamos a energia do feixe.
- 2º O método funciona, sem maiores precauções somente para materiais isolantes em que I_c possa ser desprezada. Se houver corrente de fuga devemos inserir um capacitor bloqueante de valor suficientemente pequeno entre a amostra a ser investigada e a fonte de polarização, a fim de garantir que o potencial de superfície da amostra flutue livremente ⁽⁴⁰⁾. Há casos, entretanto, em que I_c deve ser considerada. Por exemplo, quando estamos investigando o transporte de cargas através de isolantes não ideais, o mecanismo de condução deve ser representado por intermédio da corrente de condução $I_c(x,t)$. Nessas ocasiões a medida direta de V_s é mais interessante.

CAPÍTULO V

O MÉTODO DO PULSO INTRODUZIDO NESTE TRABALHO

V.1. Introdução

O método do pulso criado para medir o coeficiente de emissão secundária em isolantes, descrito no final do Cap. II, minimiza o carregamento do isolante, reduzindo a carga necessária para cada medida. Esta providência, ao lado do uso de amostras de grande capacitância, minimiza, também, a variação do potencial de superfície da amostra, durante a ação do pulso, impedindo, com isso, que venha a ultrapassar aquele do coletor e evitando que a energia dos elétrons que estão se dirigindo para a amostra sofra alterações significativas. Quanto mais se observar estas condições preliminares melhor será a medida. Além disso, considera-se que esta é uma medida de δ não distorcida uma vez que o campo elétrico desenvolvido na amostra sob a ação do pulso não é suficiente para interferir na emissão secundária ⁽⁶⁴⁾.

No método descrito por von Seggern ⁽⁴⁰⁾, por outro lado, a emissão secundária é estudada a partir da própria evolução temporal da carga armazenada e do potencial de superfície à medida que o alvo está sendo irradiado pelo feixe. De modo que enquanto num método a carga acumulada é um empecilho para a medida, se certos cuidados não forem tomados, no outro ela é fundamental para a medida, pois provoca a variação do potencial de superfície e consequentemente a variação de energia dos elétrons que atingem a amostra, o que permite percorrer toda a curva $\sigma \times E$ com somente três operações.

Von Seggern, no entanto, pressupõe que a carga armazenada pelo dielétrico não interfere no processo da emissão, o que não é verdade, conforme tivemos oportunidade de observar no decorrer deste trabalho (Ver Cap.IX). De sorte que, medidas de σ realizadas como ele sugeriu são medidas que apresentam distorção, ou em outras palavras, são medidas que permitem estudar a emissão

secundária em materiais isolantes carregados, o que, diga-se de passagem, pode ser tão importante quanto estudar a emissão secundária em isolantes neutros (Ver Capítulo Final). Mas com uma modificação no método é possível, usando ainda a montagem esquematizada na Fig. III.1, medir σ sem distorção, embora tenhamos, com isso, de abandonar o princípio de uma medida dinâmica, para recair numa medida estática.

V.2. Descrição do Método

Com relação ao método descrito por von Seggern ⁽⁴⁰⁾ a interferência na emissão secundária só não acontece no início da irradiação quando a amostra ainda está descarregada. Ocorreu-nos, então, levantar a curva $\sigma x E$ levando em conta unicamente correntes iniciais. A relação básica a ser usada ainda é a equação III.8, mas tomada apenas no instante t igual a zero. Assim, se fizermos $I(t=0) = I_i$ e $E_{ef}(t=0) = E_{ef,i}$, ela poderá ser reescrita como

$$\sigma(E_{ef,i}) = 1 - \frac{I_i}{I_p} \quad (V.1)$$

Para obter a curva $\sigma x E$, variamos convenientemente a $E_{ef,i}$, às custas da polarização V_p aplicada na parte de trás da amostra (Fig. III.1) ou da energia E_p dos elétrons do feixe, dependendo da seção da curva que estiver sendo construída (Fig. I.4). Entre uma irradiação e a seguinte, utilizamos o próprio feixe para descarregar a amostra. A diferença entre este procedimento e aquele descrito no Cap. IV, é que agora cada seção da curva $\sigma x E$ (Fig. I.4) é obtida a partir de um conjunto de curvas de corrente versus tempo (pulsos de corrente, na realidade, em que apenas o valor inicial da corrente é considerado) e não a partir de uma única curva. Além do mais não há necessidade de registrar a evolução do

potencial de superfície uma vez que somente o valor inicial desse potencial, que será sempre ajustado previamente, nos interessa.

Esse método é semelhante ao do pulso descrito no final do Cap. II. A diferença maior está na montagem que permite obter as seções I e II (Fig. I.4) da curva $\sigma x E$, como se verá em seguida, fixando-se a energia E_p dos elétrons do feixe e variando-se apenas V_r , o que facilita enormemente a medida. Além disso, os pulsos de corrente são registrados diretamente com o auxílio de um registrador e não por meio de um osciloscópio (como se faz no método convencional) pois a capacitância das amostras utilizadas nos autoriza a trabalhar com instrumento com tempo de resposta maior que o de um osciloscópio.

V.3. Obtenção das seções da curva $\sigma x E$ à esquerda do 1º ponto de cruzamento ou entre os 1º e 2º pontos de cruzamento pelo método do pulso

Para construir as seções I ou II da curva $\sigma x E$ pelo método do pulso, começamos com a amostra da Fig. III.1 descarregada e polarizada negativamente. Fixamos E_p num valor um pouco abaixo de E_{II} , por conveniência, e medimos a corrente do feixe (I_p) com um copo de Faraday (Ver Seção VII.2.2). A energia efetiva inicial será dada pela equação IV.2, reescrita como segue:

$$E_{ef,i} = E_p + eV_r \quad (V.2)$$

Para a seção I escolhemos V_r de modo que $E_{ef,i}$ cumpra a condição $0 < E_{ef,i} < E_I$; para a seção II, V_r deve ser tal que $E_I < E_{ef,i} < E_{II}$.

O feixe, ajustado sobre o alvo, é então liberado por alguns segundos apenas, já que somente o valor da corrente atravessando a amostra no instante zero nos interessa. Em seguida a amostra é aterrada e reirradiada para que seja

descarregada e esteja em condições de receber o pulso seguinte (É por isso que se escolhe E_p um pouco menor que E_H , pois assim fica assegurado que o potencial de superfície estará muito próximo de zero volts no término do processo de neutralização da carga em excesso, conforme ficou estabelecido em IV.7.3).

Tendo as correntes I_{i1} , medida a partir do 1º pulso registrado, e I_p , medida previamente, determinamos $\sigma_1(E_{ef,i1})$, pela equação V.1. A fim de obter $\sigma_2(E_{ef,i2})$, $\sigma_3(E_{ef,i3})$, ... $\sigma_n(E_{ef,in})$, alteramos, sucessivamente, a polarização para V_{r2} , V_{r3} , ..., V_{rn} e, para cada V_r fixado, repetimos as operações descritas acima.

V.4. Obtenção da seção da curva $\sigma x E$ à direita do segundo ponto de cruzamento pelo método do pulso

Para construir a seção à direita do segundo ponto de cruzamento, começamos, antes de cada pulso, com a amostra descarregada e aterrada ($V_r = 0$). Como consequência $E_{ef,i} = E_p$ (equação IV.2).

Os pontos da curva são obtidos irradiando-se a amostra, sucessivamente, com elétrons de energia E_p (maior que E_H) igual a E_{p1} , E_{p2} , ..., E_{pn} . A partir dos pulsos registrados e das correntes I_{p1} , I_{p2} , ..., I_{pn} medidas determinamos, então, $\sigma_1(E_{p1})$, $\sigma_2(E_{p2})$, ..., $\sigma_n(E_{pn})$ pela equação V.1.

O procedimento neste caso, embora análogo ao anterior, exige um pouco mais de trabalho, pois entre um pulso e o seguinte será preciso ajustar o feixe para a nova energia E_p , assim como medir a corrente a ele associada. Além do mais, para zerar o potencial de superfície antes de cada pulso, a amostra deve ser irradiada com elétrons de energia E_p um pouco menor que E_H , o que implica em novo ajuste do feixe.

CAPÍTULO VI

A CONSTRUÇÃO DO ACELERADOR DE ELÉTRONS

VI.1. Introdução

Tendo em vista as medidas pretendidas para o presente trabalho e medidas futuras com polímeros, utilizando feixe de elétrons de baixa penetração, decidimos construir um acelerador de elétrons obedecendo às seguintes especificações:

- i) Que possa operar, no mínimo, na faixa de energia de 1 a 20 keV,
- ii) Que forneça uma corrente variável entre 10^{-6} A e 10^{-10} A, que seja praticamente independente da energia dos elétrons do feixe,
- iii) Que produza um feixe de elétrons com seção reta circular cujo diâmetro, medido no plano da amostra, possa ser escolhido entre 1mm e 80mm, isto é, que possamos trabalhar com feixe focalizado ou desfocalizado,
- iv) Que permita depositar uniformemente a carga sobre a amostra, sempre que desejado e
- v) Que o emissor de elétrons tenha vida de algumas dezenas de horas, no mínimo, e que seja compatível com o fato do sistema ter de ser aberto com frequência para substituição de amostras.

Para atender a essas especificações optamos por um sistema óptico eletrônico conhecido como tetrodo (catodo, grade moduladora, primeiro e segundo anodos) em associação com uma bobina (lente de projeção principal), para focalizar magneticamente o feixe (Fig. VI.1). Como emissor de elétrons (catodo) optamos por um filamento metálico de tungstênio não toriado no formato de um "V", aquecido diretamente por uma corrente que o atravessa (Ver Ref. 17, Cap. II, para mais detalhes).

Fig. VI.1 Diagrama de um canhão de elétrons, tipo tetrodo, com focalização magnética.

A configuração tetrodo, ao contrário daquela mais simples conhecida como triodo (catodo, grade e primeiro anodo), permite trabalhar com uma corrente de feixe que é praticamente independente da diferença de potencial entre o filamento e o segundo anodo (que determina a energia dos elétrons do feixe) uma vez que o campo elétrico nas vizinhanças do filamento vem do primeiro anodo. Esta característica torna mais cômodo o ajuste do feixe nas ocasiões em que variamos sua energia, principalmente quando a faixa de operação é tão ampla quanto a que estabelecemos em i). Além disso a diferença de potencial entre a grade e o filamento necessária para interromper o feixe, isto é, a tensão de corte do feixe, é menor neste caso (Ver Ref. 16, em especial o Cap. 4).

Do ponto de vista da óptica-eletrônica um sistema misto como o descrito (lentes eletrostáticas mais lente magnética) apresenta inúmeras vantagens (aberrações menores, abertura maior e melhor aproveitamento da corrente do catodo) sobre os sistemas que empregam somente lentes eletrostáticas (Ver Ref. 16 p.311-5). Entretanto, no caso de um aparelho como o nosso que não tem (nem

precisa ter) o mesmo grau de sofisticação de um microscópio eletrônico, por exemplo, não são apenas essas vantagens que determinam sua escolha; são principalmente as considerações de ordem prática. Em geral é muito difícil, dadas as dificuldades naturais de construção, fazer com que o eixo óptico do sistema coincida com o eixo de todo o conjunto mecânico, que é composto por vários cilindros em série e supostamente coaxiais. Por esta razão o feixe dificilmente se apresentará centrado depois que todos os eletrodos estiverem polarizados. Se a configuração óptica-eletrônica empregar uma bobina para fazer a focalização principal, a centralização poderá ser feita de modo muito simples, inclinando-se ligeiramente o eixo da bobina, conforme se verá mais adiante.

Por outro lado aprendemos por experiência que, se o acelerador deve trabalhar numa faixa ampla de energia, é mais fácil, de um modo geral, construir, ajustar e operar um sistema que adote focalização (principal) magnética do que um sistema que adote focalização eletrostática.

Por sua vez a escolha de um filamento metálico, de tungstênio ou tântalo, como emissor é a opção natural quando o vácuo durante a operação é relativamente pobre (10^{-6} - 10^{-5} torr), como acontece em muitos sistemas não selados que precisam ser abertos com frequência para substituição de amostras ⁽⁶⁸⁾. Ao contrário do emissor de óxido, não é vulnerável ao bombardeio de íons positivos quando em uso nem se torna inativo quando exposto ao ar depois de esfriado ^(32,33). A menos que um propósito específico exija a utilização de um outro tipo de emissor ⁽⁶⁹⁾, o filamento metálico continuará sendo, em virtude das facilidades de obtenção e construção, uma boa opção mesmo que as condições de vácuo sejam melhores. Certos pesquisadores, por exemplo, embora usando como fonte de elétrons um canhão comercial para tubo de TV ou osciloscópio, preferem até, por uma ou outra razão, substituir o emissor de óxido, comumente utilizado nesses canhões, por um filamento ou tira de tungstênio ^(70,71).

VI.2. Detalhes de construção e montagem dos diversos elementos do sistema optico-eletrônico

VI.2.1. Material empregado

As partes metálicas foram confeccionadas em aço inoxidável 304 pois, além de ser o menos magnetizável dentre os aços austeníticos (liga com alto teor de níquel) da série 300, é um dos materiais preferidos na construção de aparelhos de alto-vácuo, por ser duro, razoavelmente fácil de ser trabalhado, resistente à corrosão, fácil de limpar após a fabricação e de custo relativamente baixo ⁽⁷²⁾.

Para fixar a grade, o primeiro anodo e o filamento usamos cerâmica de alumina que é o material isolante mais indicado nesses casos (Ver Ref. 72, item 5.6.3). Para isolar a cabeça do acelerador, que pode ficar a um potencial de até -20kV, do segundo anodo que é aterrado, usamos o acrílico.

VI.2.2. Construção e montagem dos eletrodos

Nas figuras VI.2, em escala, e VI.3 estão representadas as dimensões adotadas para os diversos eletrodos e/ou a forma como alguns deles foram montados. Tanto para este sub-ítem quanto para os que seguem, nos valem de informações valiosas e detalhadas contidas, principalmente, em duas obras recentemente publicadas. A primeira é a Ref. 17 (particularmente o Cap. 2), que é dirigida especificamente a pesquisadores que trabalham com condutibilidade induzida por feixe de elétrons. A segunda é a Ref. 72 (especificamente as Seções 1.2, 3.5 e Cap.5) que pode ser considerada como uma versão complementar ou atualizada da obra clássica de J. Strong sobre procedimentos em física experimental (J. Strong. "Procedures in Experimental Physics"- Prentice-Hall, Englewood Cliff, N.J., 1938). A Ref. 72, em particular, apresenta não só detalhes técnicos de montagem e construção como também referências bibliográficas suficientes sobre a óptica-eletrônica para a execução de projetos mais elaborados que o nosso.

Fig. VI. 2 Seção longitudinal do canhão de elétrons mostrando detalhes e a maneira como estão dispostos o catodo, grade moduladora, 1º e 2º anodos. Os terminais para as ligações elétricas não estão representados.

O filamento F mostrado na Fig. VI.2 possui três graus de liberdade de movimento. Girando o terminal isolante TI, podemos movimentá-lo segundo a direção perpendicular ao plano que contém o orifício central da grade sem quebrar o vácuo, pois a haste metálica HM está isolada do exterior por um fole metálico (FM), de bronze-fosforoso. Este movimento pode ser feito mesmo com o acelerador em serviço. Os deslocamentos laterais, que servem para centrar a extremidade do filamento em relação ao orifício da grade no ato da montagem, podem ser feitos através de quatro parafusos (P) colocados nas extremidades de diâmetros mutuamente perpendiculares.

Para confeccionar a grade (G) e o 1º anodo (A1), foram fresadas, inicialmente, três canaletas na parede lateral de um único cilindro de aço, que havia sido prévia e cuidadosamente torneado, paralelas ao eixo do cilindro e deslocadas de 120° uma da outra. Desse cilindro saíram a grade e o primeiro anodo. As canaletas laterais em G e A1 que se adaptam perfeitamente às varetas de alumina indicadas na Fig. VI.3 permitem guiar G e A1 para as posições desejadas, onde são então mantidos firmemente por meio de anéis de pressão.

O segundo anodo (A2) é isolado da parte superior do acelerador por um disco de acrílico, conforme mostra a Fig. VI.3. Fixação da grade moduladora e primeiro anodo em varetas de alumina.

VI.2.3. Montagem e alimentação do filamento

O filamento de tungstênio não torçado que empregamos (cedido graciosamente pela G.E. de Brasil) tem um diâmetro de 0,1mm e comprimento de aproximadamente 8mm. Um filamento com esse diâmetro, aquecido a uma temperatura em torno de 2300 K - 2500 K garante, numa montagem como a nossa, uma corrente de feixe na faixa de 10^{-6} A a 10^{-10} A e uma vida de algumas dezenas de horas, como desejamos (Ver Ref. 17, Cap. II e Ref. 32, p.171).

Em aparelhos comerciais o filamento é fixado, geralmente, em duas hastes de tungstênio por meio de solda a ponto. Nós preferimos fixá-lo amassando as extremidades de dois capilares de aço inoxidável com diâmetro externo de 1mm e interno de 0,55mm nas quais havia sido introduzido previamente (Fig.VI.4).

Fig.VI.4 Fixação do filamento.

Bases de alumina que haviam sido utilizadas num Microscópio Eletrônico fabricado pela firma Zeis, modelo EM9S-2, e que nos foram cedidas gentilmente pela Dra. Carmina da Cruz Landim, do Instituto de Biociências /UNESP "Campus" de Rio Claro, foram reaproveitadas para fixar esses capilares.

O filamento, uma vez montado, deve parecer-se mais como um grampo de cabelo (hairpin) do que, propriamente, com um "V", pois observamos que a qualidade da figura observada numa tela quando o feixe está desfocalizado (ou mesmo focalizado) depende muito disso. Quando a montagem se assemelha a um grampo de cabelo o ajuste da figura na tela fica mais fácil (Ver Seção VI.3.3).

O filamento pode ser alimentado diretamente pelo secundário de um transformador com isolamento suficiente para suportar no mínimo 20kV. Neste caso o primário é alimentado por auto-transformador (VARIAC) que, por sua vez, está ligado a um transformador de núcleo saturado de modo a garantir uma estabilização mínima de 5% para a corrente do feixe. Ou pode também ser alimentado por uma fonte D.C. estabilizada em corrente que deve ser desacoplada da rede elétrica por meio de um transformador desacoplador, também com isolamento suficiente para suportar 20kV (para mais detalhes ver Seção VI.2.5).

VI.2.4. A bobina focalizadora

A bobina focalizadora, enrolada com fio de cobre esmaltado nº 18 num carretel de PVC, cujas dimensões estão dadas na Fig. VI.5. tem 1300 espiras dispostas em aproximadamente 14,5 camadas. A potência necessária para fornecer uma força magneto-motriz de 1600 Axespira, a máxima com a qual operamos (o comum é operar na faixa de 200 a 500 Axesp) é cerca de 15 watts. Essa potência é bem dissipada numa bobina com tais dimensões, de modo que não há risco de aquecimento excessivo, mesmo em regime de máxima solicitação.

Fig. VI.5 Bobina focalizadora.

O diâmetro interno da bobina, é 4mm maior que o diâmetro do 2º anodo que é envolvido por ela. Isto permite, se necessário, inclinar ligeiramente o eixo da bobina para centralizar o feixe, o que é feito com o auxílio

de três parafusos dispostos nos vértices de um triângulo equilátero cujo baricentro (O') está no eixo da bobina (Fig. VI.6). A mesa que contém esses parafusos também pode ser movimentada para cima ou para baixo.

A alimentação é feita por uma fonte D.C. estabilizada em corrente.

Fig. VI.6 Mesa de sustentação para bobina focalizadora.

VI.2.5. A polarização dos diversos eletrodos

Para polarizar os diversos eletrodos, três alternativas foram consideradas:

- a) A primeira consistia em utilizar um divisor de tensão feito com um conjunto de resistores em série,
- b) A segunda também consistia em construir um divisor de tensão, mas agora usando películas resistivas de carbono de grande comprimento (30 a 50cm) e resistência, que permitiriam uma variação contínua do potencial e seriam mais apropriadas para suportar alta-tensão e

c) a última consistia, simplesmente, em eliminar o divisor de tensão e adotar fontes de tensão ligadas em série.

Uma versão modificada, usando chaves rotativas (sugeridas por G.M. Sandonato), de um divisor de tensão descrito por Hepp ⁽⁷³⁾ foi construída e testada em bancada. Películas resistivas de carbono com 10 cm de comprimento e construídas segundo a técnica utilizada na fabricação de uma certa categoria de potenciômetros comerciais ^(74,75), que consiste em aplicar e depois polimerizar uma mistura homogênea de negro de fumo com resina fenólica dissolvida em álcool sobre tiras de fenolite, também chegaram a ser testadas.

No primeiro caso, tivemos problemas, logo de início, ao tentar adquirir no mercado nacional resistores apropriados para fazer um bom divisor para alta-tensão e depois problemas com os contatos nas chaves rotativas. No segundo caso os problemas surgiram na aplicação da película sobre as tiras de fenolite; com a técnica rudimentar que estávamos utilizando, não tínhamos nenhum controle sobre a deposição, de modo que a resistência total de uma película dificilmente podia ser antecipada.

A alternativa que nos pareceu mais viável, e que acabou prevalecendo tendo em vista o equipamento disponível e a experiência adquirida com os divisores de tensão, foi então a terceira; isto é, decidimo-nos a polarizar os diversos eletrodos empregando fontes de tensão ligadas em série. As ligações elétricas estão esquematizadas na Fig. VI.7. Devido às características do acelerador e/ou das medidas pretendidas, o segundo anodo que termina numa câmara de amostras, deve ser aterrado o que nos obriga a polarizar negativamente o filamento e todos os outros elementos do sistema óptico-eletrônico. As fontes F2, F3 e F4 devem ser isoladas eletricamente da rede e ter seus terminais com isolamento suficiente para que possam ser ajustadas pelo operador, mesmo quando a diferença de potencial entre o 2º anodo e o filamento for de 20kV. O potencial mais baixo será sempre o da grade para que ela possa exercer a sua função que é a de modular ou bloquear o feixe quando necessário.

Fig. VI.7 Diagrama indicando a disposição das fontes de tensão que polarizam os diversos elementos do sistema óptico-eletrônico.

As fontes F2 e F4 são isoladas eletricamente da rede às custas de transformadores de isolamento (transformadores desacopladores). Estes podem ter seus enrolamentos isolados por óleo (Ver Ref. 17, p.38), por resina de poliéster⁽⁷⁶⁾ ou mesmo pelo ar. Esta última alternativa, já usada com sucesso no IF-USP para desacoplar da rede a fonte que alimenta o filamento do canhão de elétrons do Acelerador Linear, foi a escolhida, pois nos pareceu a mais viável.

O secundário desse transformador é enrolado num carretel de PVC que tem uma bucha de Teflon em cada extremidade (Fig. VI.8a.). As espiras mais externas do secundário ficam a mais de 5cm, tomando um caminho pelo ar, de qualquer ponto aterrado (núcleo e caixa de alumínio de proteção), de modo que em princípio a isolação oferecida pelo ar deve suportar, em dias úmidos, no mínimo 50kV. Dentro de nossas possibilidades, eles foram testados até 28kV sem apresentar quaisquer problemas.

Fig. VI. 8a Carretel para enrolar o secundário do transformador de isolação.

Fig. VI. 8b Forma do núcleo do transformador de isolação.

No caso específico que estamos tratando as buchas de Teflon poderiam ser dispensadas. No entanto, esses transformadores têm sido utilizados também para alimentar fonte em série com eletrômetro, de modo que correntes de fuga do secundário para o núcleo aterrado seriam registradas como correntes espúrias pelo eletrômetro (Ver Cap. VII). Nesse caso as buchas de Teflon são necessárias.

Esses transformadores são de construção relativamente simples e econômica, e exigem pouca ou nenhuma manutenção por longo tempo se forem protegidos contra a poeira. Contudo precisam ser projetados e empregados com certo cuidado. Por razões técnicas (espaço, material disponível etc) as chapas do núcleo são no formato de um "U" ao contrário do convencional em "E", que permitiria uma transformação mais eficiente (Fig. VI.8.b). Em vista disso, para se

ter uma transformação de 1:1, é preciso enrolar o secundário com mais espiras que o primário, isto é, se N_1 e N_2 forem respectivamente o número de espiras do primário e secundário então $N_2 = kN_1$ com $k > 1$. O valor de k depende da potência solicitada pela fonte a ser alimentada e deve, portanto, ser determinado para cada caso. (Por exemplo, para alimentar uma fonte que consome 150 watts enrolamos um transformador com $N_1 = 900$ e $N_2 = 1150$ espiras de fio nº 20, de modo que $k \approx 1,28$ nesse caso). Assim, se um transformador for projetado para alimentar uma fonte que solicita 150 watts não deverá ser empregado para alimentar uma outra que solicite 10 watts, pois a tensão na saída do secundário, para um consumo dessa ordem, pode ultrapassar os limites de tolerância para a alimentação especificados pelo fabricante.

Por outro lado, a dispersão relativamente grande das linhas de campo magnética nesse tipo de transformador provoca perturbações no feixe de elétrons, principalmente naqueles de baixa energia. Um transformador desses colocado a 50cm do corpo do acelerador é capaz de induzir uma varredura de 60Hz de cerca de 1cm de extensão num feixe de elétrons de 1keV, de modo que fica impossível focalizá-lo. Por isso esses transformadores têm sido colocados a uma distância mínima de 2,5m do corpo do acelerador (solução mais econômica que procurar blindá-los).

VI.3. Detalhes relacionados com a operação dos diversos elementos do sistema optico-eletrônico

VI.3.1. A vida do filamento

Num meio em que a pressão é da ordem de 10^{-6} (ou às vezes 10^{-7} torr) como é o nosso caso, a vida do filamento depende principalmente da taxa de evaporação do metal ⁽⁶⁸⁾, ou seja, depende basicamente da sua temperatura quando em serviço. Examinando as curvas apresentadas por Bloomer⁽⁷⁷⁾, num trabalho sobre vida de filamento em microscópios eletrônicos, é possível inferir que, se um filamento de tungstênio de aproximadamente 0,1mm de

diâmetro operasse a uma temperatura de 2500 K no interior de um microscópio eletrônico hipotético em que o vácuo fosse igual ao nosso e em que a tensão aceleradora fosse de 20kV, igual à máxima para o nosso acelerador, deveria durar cerca de 100 horas.

A nossa experiência confirma esse resultado pois, trabalhando a uma temperatura que raramente tem ultrapassado os 2500 K, a vida de nossos filamentos facilmente tem excedido as 100 horas (Na realidade nenhum deles chegou a ficar inutilizado pelo tempo de uso; as substituições têm sido feitas apenas por precaução ou por causa de acidentes acontecidos durante a operação ou limpeza da máquina). Atribuímos essa vida longa não só à temperatura e vácuo relativamente alto, mas também ao fato do filamento poder ficar isolado da câmara de amostra através de uma válvula de gaveta que é fechada toda vez que aquela é aberta para colocação ou retirada de amostras. Esse procedimento reduz o contato do filamento com o ar ou o vapor de água que, segundo Bloomer ⁽⁷⁷⁾, são fatores que também limitam a vida de um filamento.

Diga-se de passagem, que vida longa para o emissor é um dos benefícios que lucrámos ao nos decidirmos pela construção deste acelerador. É muito comum nos dias de hoje, dada a disponibilidade em muitos centros de pesquisa, utilizar microscópios eletrônicos de varredura em experiências como as que descrevamos no Cap. I, ao contrário do que acontecia na década de 50, por exemplo, quando cada pesquisador, visando uma finalidade específica, montava seu próprio equipamento (Como fizeram Ansbacher e Ehrenberg ⁽²¹⁾, só para citar um exemplo). Ora, segundo o prof. B. Gross, que trabalhou com microscópios eletrônicos, nos "AT&T Bell Laboratories" em Murray Hill, New Jersey (Estados Unidos) e em Darmstadt na Alemanha, as condições a que são submetidos, nesses casos, reduzem drasticamente a vida do filamento (cerca de 10 e 3 horas, em Murray Hill e em Darmstadt, respectivamente), o que traz sérias limitações no planejamento de certos experimentos. É por esta razão que se estabeleceu a especificação v) logo na introdução deste capítulo.

VI.3.2. A temperatura do filamento em função do seu diâmetro e da corrente que o atravessa

Do que acabamos de expor conclui-se que a corrente que aquece o filamento deve ser cuidadosamente ajustada, se quisermos preservá-lo, pois, uma vez fixado o diâmetro, a temperatura passa a depender apenas da corrente. Felizmente a temperatura em função da corrente e do diâmetro de um fio de tungstênio já foi bastante estudada no passado, de modo que podemos nos ver livres da tarefa incômoda que seria ter de medi-la diretamente.

Da tabela abaixo, cujos dados foram extraídos de um artigo de Jones & Langmuir ⁽⁷⁸⁾, podemos notar que as correntes necessárias para aquecer um filamento de tungstênio de 0,1mm de diâmetro até 2300K e 2500K são, respectivamente, 1,3A e 1,5A que são os limites entre os quais as nossas medidas têm sido feitas. Para isso utilizamos, atualmente, uma fonte D.C. estabilizada em corrente a menos de 0,2% que foi projetada e construída pelo pessoal técnico em eletrônica do próprio departamento. Ela possui mostrador digital com três dígitos e ajuste fino de corrente.

TABELA VI. 1

Temperatura do filamento em função do seu diâmetro e da corrente que o atravessa.

T (K)	$I_d^{-3/2}$ (A x cm ^{-3/2})
2000	1022
2100	1119
2200	1217
2300	1319
2400	1422
2500	1526
2600	1632
2700	1741
2800	1849
2900	1961
3655	2838 (ponto de fusão)

VI.3.3. O ajuste do feixe na tela

O ajuste mais importante e delicado se dá logo após a montagem de um novo filamento. A figura observada numa tela apropriada, depois que o feixe for desfocalizado e centrado com o auxílio da bobina, deve apresentar-se aproximadamente circular e iluminada de uma maneira aparentemente uniforme, sem regiões mais claras ou escuras. Isto é feito, principalmente, variando a altura da extremidade do filamento em relação à grade ⁽⁷⁹⁾, enquanto ela (grade) está ligeiramente mais negativa (1,5-3,0 volts) ou ao mesmo potencial do filamento e o 1º anodo está cerca de 100 a 500 volts mais positivo que o filamento. Se o ajuste for bem feito, o feixe, quando focalizado, deverá ocupar uma área circular com diâmetro de 1-2mm, dependendo da energia utilizada. Como regra geral, a distância do filamento em relação à grade e a diferença de potencial entre a grade e o filamento que dão a melhor qualidade de imagem para uma dada energia dos elétrons do feixe, servirão também para outras energias, de modo que esses parâmetros podem permanecer inalterados por longo tempo, a menos que alguma outra razão justifique alterações. A diferença de potencial entre a grade e o 1º anodo, que é a responsável pela extração dos elétrons do catodo, pode ser alterada, se desejado, sem que se observe grandes alterações na qualidade da imagem (A alteração maior se dará na intensidade da iluminação vista na tela).

A operação do acelerador, uma vez feitos esses ajustes iniciais, torna-se assim bastante simples. No início de cada sessão basta ajustar a diferença de potencial entre o filamento e a tela, que definirá a energia dos elétrons com a qual se vai trabalhar, e a corrente na bobina focalizadora para obter a figura desejada. Uma vez feito isto, procura-se ajustar a corrente do feixe necessária para a experiência em vista.

VI.3.4. O ajuste da corrente do feixe

Num acelerador como o nosso a corrente do feixe depende basicamente de fatores

- i) Geométricos , como diâmetro de filamento, distância entre extremidade de filamento e grade e entre grade e 1º anodo, dos diâmetros das aberturas na grade e 1º anodo e,
- ii) Elétricos , como corrente de aquecimento, diferença de potencial entre grade e filamento e entre grade e 1º anodo.

Por sua vez, a qualidade da figura observada na tela enquanto está aparando o feixe também depende de alguns desses parâmetros. De modo que é preferível, ao ajustar a corrente do feixe, procurar variar parâmetros que não interfiram sensivelmente na figura que está sendo observada e que deve ter sido ajustada previamente. Pela ordem podemos tentar, então,

- 1º) Variar a corrente de aquecimento do filamento (O que em geral é suficiente),
- 2º) Variar a tensão entre a grade e o 1º anodo e a corrente de aquecimento,
- 3º) A tensão entre a grade e o filamento e, em último caso,
- 4º) A distância entre a extremidade do filamento e a grade.

Se essas tentativas não forem suficientes, considerando algum experimento em particular, só nos resta abrir o acelerador e alterar outros parâmetros geométricos (O que é possível, uma vez que o acelerador é totalmente desmontável, embora nunca tenhamos precisado chegar a esse extremo).

VI.4 A tela para visualizar uma seção reta do feixe

VI.4.1. A construção da tela

A tela foi construída segundo a técnica da polvilhação descrita por Bachman⁽⁸⁰⁾ e recomendações fornecidas pelo prof. A. Berraissoul, na ocasião trabalhando na Technical University of Darmstadt (Alemanha), que foi também quem nos enviou, gentilmente, a tela utilizada nos primeiros testes com o acelerador.

Um disco de alumínio no qual foram torneadas várias pistas circulares e concêntricas, em posições pré-determinadas, serviu como substrato para a construção da tela (Fig. VI.9a). Para isso, as pistas foram preenchidas com material catodo-luminescente (silicato de zinco fosforoso, por exemplo, fornecido pela firma SIGMA Chemical Company segundo o nº de código Z4500) usando como agregante o collodium lustroso (uma espécie de laca) dissolvido em butanol e acetato de metila na proporção em massa de 9,4% , 22,6% e 68% , respectivamente (Na tela enviada pelo prof. Berraissoul o collodium foi dissolvido em butanol e butilacetato, na proporção em massa de 4,1% , 24% e 71,9% , respectivamente).

Uma tela assim construída permite medir facilmente (na altura da amostra) o diâmetro do feixe, se for difuso, ou o tamanho do quadro se for feita a varredura, pois o silicato de zinco fosforoso utilizado (branco no seu estado natural) emite luz verde quando irradiado com elétrons e as saliências circulares que separam as pistas entre si são pintadas de preto.

Fig.VI.9a Tela para ajustar o feixe.

Fig.VI.9b Fixação da tela.

A tela está instalada na extremidade de um "feed-through", de modo que pode ser movimentada para a direita ou para a esquerda (Fig. VI.9b) sem que o vácuo seja quebrado. Isto permite posicionar a tela de modo que fique concêntrica com a abertura circular sobre a amostra (Ver Cap. VII) e recolhê-la

depois que o feixe tiver sido ajustado.

VI.4.2. A energia mínima para excitar a tela

Os materiais capazes de emitir luz sob a ação de um bombardeio de elétrons são chamadas fósforos ou materiais catodo-luminescentes. O fenômeno da luminescência catódica é causado pela transição de elétrons em níveis de energia mais alta (para os quais foram elevados às custas da energia de elétrons do feixe) para quaisquer outros níveis mais baixos; durante essa transição um fóton é produzido (Ver Ref. 16, Cap. 6, para mais detalhes). A maioria dos fósforos usados comercialmente são substâncias cristalinas com condutibilidade elétrica muito baixa (10^{12} - 10^{14} ohm.cm). Entretanto esses materiais não podem ser considerados como dielétricos, pois há níveis locais permitidos dentro de uma faixa proibida razoavelmente larga (1,5 a 2,0eV) que ocorrem devido a impurezas e defeitos na rede cristalina. Desta maneira, pelas propriedades físicas, os fósforos estão mais próximos dos semicondutores extrínsecos e a presença de níveis complementares na banda proibida, que determinam suas propriedades semi-condutoras, desempenham um importante papel no processo luminescência. De modo que uma conversão adequadamente eficiente da energia dos elétrons do feixe em luminescência catódica pode ser obtida somente pela presença de níveis locais na banda proibida. Em alguns casos uma pequena quantidade de doadores, chamados ativadores, é adicionada ao material (ou nele já está presente originalmente) para obter uma luminescência específica. No material que estamos utilizando esse ativador deve ser o Mn, tendo em vista a cor verde que observamos quando o material é irradiado com elétrons.

Segundo Zhigarev (Ref. 16, Cap. 6), a energia mínima dos elétrons necessária para excitar os diferentes fósforos varia entre 30eV e 300eV, algo que permanece sem uma explicação teórica, uma vez que a largura da banda proibida nos materiais normalmente utilizados não excede uns poucos elétron-volts. A existência de um valor mínimo para a excitação estaria associada, ainda

segundo Zhigarev, à presença de uma camada superficial inativa sobre os cristais de fósforo; os elétrons deveriam ter uma energia mínima para vencer essa camada. Embora nada tenha sido dito sobre a natureza dessa camada inativa, é óbvio que uma camada inativa em torno dos grãos de fósforo também é formada logo após completada a evaporação do solvente no qual o agregante foi dissolvido. A energia mínima de excitação dependeria, então, da razão entre a quantidade do agregante que vai ser dissolvido e a quantidade de solvente. Com a tela que fabricamos já pudemos observar feixe de elétrons de até 260eV (embora não saibamos se esse é o limite inferior). Se tivéssemos usado mais agregante para a mesma quantidade de solvente talvez não pudéssemos ter conseguido isso. Temos uma evidência para fazer essa afirmação: Uma tela utilizada no Acelerador Linear do IF-USP, para ajustar feixe de elétrons com energia da ordem de MeV, na qual se usou cola (Araudite) como agregante, não pôde ser excitada em nosso acelerador nem com um feixe de elétrons de 10keV (energias maiores não foram tentadas).

Assim, para visualizar um feixe de elétrons de baixa energia é mais seguro usar o agregante numa proporção semelhante a que indicamos. É claro que uma tela confeccionada desse modo é um objeto relativamente frágil e deve ser manuseada com cuidado. A injeção de ar na câmara de medidas, em particular, deve ser feita lentamente para que não surjam crateras na tela.

VI.5. A Construção de um sistema para fazer o feixe varrer a amostra

VI.5.1. Introdução

Em certas aplicações é interessante depositar a carga na amostra de maneira uniforme durante a irradiação. Se a abertura sobre o alvo tem diâmetro de uns poucos milímetros, pode-se usar um feixe difuso com seção reta de diâmetro várias vezes maior que o da abertura. Neste caso desfocaliza-se o feixe, variando-se a corrente na bobina focalizadora e/ou a tensão entre a grade e o 1º anodo.

Se, por outro lado, a área a ser irradiada for relativamente grande, convém fazer o feixe eletrônico varrer a amostra periodicamente ⁽⁸¹⁾ - uma técnica que também tem sido utilizada para implantar íons, uniformemente, em substratos cristalinos ⁽⁸²⁾.

A varredura pode ser feita por meio de sistemas defletores eletrostáticos ou magnéticos (Ver Ref. 16, Cap. 5). Nós optamos pelo sistema magnético por três razões principalmente:

- 1^o) Por uma questão de ordem prática - o sistema de deflexão magnética, montado na parte externa do 2^o anodo (tubo cilíndrico), não é ligado mecanicamente aos outros elementos do canhão, de modo que a montagem (ou ajuste) do conjunto é uma operação independente.
- 2^o) Porque, em vista das frequências relativamente baixas a serem utilizadas e do pequeno ângulo de deflexão necessário para fazer o feixe cobrir a área de interesse, não é difícil construir bobinas defletoras que mantenham a focalização do feixe e a linearidade da deflexão enquanto estiverem operando e,
- 3^o) Porque, se U_a é a tensão que acelera os elétrons do feixe, a sensibilidade da deflexão magnética, ϵ_m (mm/Amp.xespira), é proporcional a $U_a^{-1/2}$ enquanto a sensibilidade da deflexão eletrostática, ϵ_e (mm/volts), é proporcional a U_a^{-1} . Isto simplifica a eletrônica necessária para gerar as tensões defletoras, pois variações em U_a afetam ϵ_m menos que ϵ_e .

VI.5.2. Construção e montagem das bobinas defletoras

Para defletir magneticamente o feixe, foram construídos dois pares de bobinas montadas de modo a uma se contrapor à outra em cada par (Fig.VI.10a); configuração em que os fluxos magnéticos são somados em série (Fig.VI.10b).

Fig. VI.10 a Disposição das bobinas em torno do 2º anodo.

Fig. VI.10 b Sistema de deflexão magnética em que os fluxos magnéticos são somados em série.

São bobinas chatas, no formato retangular (Fig. VI.11), que foram enroladas (dentro do possível) de tal forma que a densidade de espiras começasse mínima no centro e crescesse em direção às bordas segundo uma lei em cosseno a fim de possibilitar a criação de um campo magnético homogêneo dentro de um pequeno volume (Ver Ref. 16, p.331-2). O suporte (a fôrma) necessário para enrolá-las consta de três partes: duas laterais (sendo uma removível) e uma central (núcleo); ambas as laterais tem quatro fendas ou cortes ⁽⁸³⁾ (Fig. VI.12).

Fig. VI.11 Bobina defletora.

Antes de começar o enrolamento colocamos um pedaço de linha em cada fenda para fazer a amarração das espiras. Depois de enrolar um certo número de espiras, a operação é interrompida para que as linhas sejam amarradas, uma de cada vez, em

volta do enrolamento já feito. A operação é recomeçada e interrompida, outra vez, para nova amarração. O processo todo é repetido até completar o enrolamento. Uma vez removida da fôrma, a bobina, mantida sem se desmanchar pelas linhas amarradas, é encurvada em torno de um cilindro de madeira (que simula o 2º anodo) e aí fixada, a fim de receber um banho de verniz que a manterá na sua forma encurvada depois de secado. Concluídas essas operações, a bobina, que agora se assemelha a uma sela, estará pronta para ser instalada e ajustada em torno do 2º anodo.

Fig.VI.12 Detalhes da fôrma para bobinas defletoras.

A tabela VI.2 apresenta os dados relativos às bobinas responsáveis pelas deflexões horizontal e vertical do feixe que foram construídas.

TABELA VI.2 Parâmetros relativos às bobinas defletoras

Bobina	Fio Nº	Espira por bobina	Resistência do par (ohms)	Indutância do par a 1kHz (mH)
Horizontal	28	266	30	45
Vertical	32	650	176	93

VI.5.3. Frequências de varredura

Na seção anterior cuidados foram tomados no projeto da bobina para se conseguir campo magnético homogêneo dentro de um pequeno volume. Somente essa precaução, contudo, não garante a linearidade da deflexão, ou seja, a uniformidade da deposição. É necessário também fazer com que a corrente na bobina cresça linearmente durante um intervalo de tempo pré-estabelecido.

Essa condição é razoavelmente satisfeita se bobinas com pequena indutância forem excitadas por tensões alternadas periódicas "triangulares" de baixa frequência. A faixa mais adequada deve ser determinada alimentando um dos pares de bobinas com uma fonte de tensão alternada "triangular" de frequência variável (um gerador de funções, por exemplo) e monitorando o comportamento da corrente que a atravessa com o auxílio de um osciloscópio. Agindo desse modo, pudemos estabelecer que, se a frequência não ultrapassar algumas dezenas de hertz, a corrente atravessando quaisquer um dos pares também terá a forma triangular. À medida que a frequência aumenta, a figura observada no osciloscópio vai se assemelhando a uma senóide (os vértices dos triângulos vão sendo arredondados).

Os diâmetros da seção reta do feixe focalizado na tela e da área irradiada das amostras utilizadas em nosso trabalho medem, respectivamente, cerca de 2mm (ou um pouco menos) e 30mm, de modo que para cobrir inteiramente a área de interesse (um quadro) necessitamos de aproximadamente 60 linhas distribuídas numa faixa de 40mm de largura, que representa uma densidade de linhas de 1,5 linhas/mm.

Isto significa dizer que: Se f_h e f_v são, respectivamente, as frequências com que o feixe varre a amostra nas direções horizontal e vertical, a razão entre elas deve ser igual a 60, ou seja, $f_h/f_v = 60$.

Valores típicos de f_v estão na faixa de 10 a 30 hertz de modo que f_h deve variar entre 600 e 1800 hertz, faixa em que a corrente na bobina não mantém o formato triangular. Neste caso convém aumentar o comprimento do quadro na direção horizontal para estarmos seguros de que, pelo menos sobre a amostra a deflexão do feixe será linear em ambas as direções. Para esse fim, um quadro de

VI.6. Vista completa do acelerador e sistema de sustentação

A Fig. VI.13 mostra uma vista do acelerador, da câmara de amostra, que será descrita no Capítulo VII, da estrutura de sustentação e da mesa de trabalho.

CAPÍTULO VII

OS SISTEMAS DE MEDIDAS

VII.1. A câmara de amostra

A câmara de amostra consta de um corpo cilíndrico e uma base (disco) removível, mantida no lugar pela pressão atmosférica, que deve conter, tendo em vista uma experiência em particular, os elementos necessários para efetuar as medidas desejadas.

O corpo cilíndrico, construído em aço inoxidável 304 e separado do acelerador por uma válvula de gaveta, tem quatro grandes entradas laterais: uma para o visor (em acrílico), uma para a bomba difusora e duas outras com extensões cilíndricas providas de "feed-through". Além dessas há mais três entradas menores: Uma para o ar, a outra para o medidor de baixo vácuo e a última para a bomba de vácuo mecânica (vácuo primário).

As Figuras VII.1a, b e c representam vistas da câmara segundo cortes variados. Um dos "feed-through" está sempre comprometido com a tela, necessária para visualizar o feixe, e o outro permanece livre para receber dispositivos diversos. Pode ser utilizado, por exemplo, para fixar uma "sonda", que se desloca por cima de um copo de Faraday sob a ação de uma manivela M (Fig. VII.1a). A sonda deste exemplo e mais a base esquematizada nas figuras VII.1 permitiram, em particular, fazer as medidas de densidade de corrente ao longo de uma seção reta do feixe, apresentadas no Cap. VIII).

Um dos pontos importantes no projeto desta câmara é deixar a parte inferior do corpo cilíndrico completamente desimpedida e pronta para admitir a instalação de bases com as mais diversas montagens.

Fig VII. 1a. Câmara de amostra vista segundo o CORTE-A-A'

Fig. VII. 1b. Câmara de amostra vista
segundo o CORTE - C C'.

Fig. VII. 1c. Câmara de amostra vista
segundo o CORTE-B B'.

VII.2 Descrição de uma base experimental típica

VII.2.1 Introdução

A base mostrada na Fig. VII.2 foi utilizada para realizar a maioria das experiências descritas no Capítulo VIII e aquelas descritas nos Capítulos IX e X. Ela dispõe de um copo de Faraday para medida da corrente do feixe, de um suporte apropriado para fixar amostra acoplado a um dispositivo eletromecânico para vibrá-lo, que é acionado toda vez que se pretende medir potencial de superfície, e de quatro conectores de UHF para ligar os instrumentos de medida. O conjunto é protegido contra a ação de elétrons secundários e terciários indesejáveis por um envoltório cilíndrico com tampa, em aço inoxidável.

A tampa, isolada do envoltório cilíndrico por espaçadores de Teflon, pode trabalhar aterrada ou polarizada, dependendo da conveniência, e dispõe de duas aberturas: uma sobre o copo de Faraday e outra sobre o suporte de amostra. Nesta última fixamos uma tela metálica isolada por um anel de Teflon, cuja função é uniformizar o campo elétrico entre a abertura e a amostra e permitir que medidas de potencial de superfície sejam feitas pelo método do capacitor vibrante.

Fig. VII.2 Corte longitudinal de uma base experimental típica mostrando o vibrador eletromecânico representado pela mola, cargaça, armadura, núcleo e bobina.

VII.2.2. O copo de Faraday e a medida da corrente do feixe

Um copo de Faraday corretamente projetado deve impedir a fuga de elétrons secundários (ou terciários) e boa parte dos refletidos gerados no seu interior, pois a perda de um deles cancela o efeito de um primário incidente. Para evitar que isso aconteça, duas providências costumam ser tomadas (Ver Ref.72, p. 319-21):

- 1a.) Projetar o copo de modo que sua profundidade seja no mínimo cinco vezes o seu diâmetro e
- 2a.) Recobrir sua abertura com uma tela metálica polarizada.

No nosso projeto, o copo e a tampa com a abertura é que são polarizados convenientemente enquanto que a tela metálica é aterrada, conforme mostra a Fig. VII.3.

Fig.VII.3 Copo de Faraday.

O campo elétrico limitado pelo copo e pela tela metálica impedem que secundários gerados pelos elétrons primários incidentes ou terciários gerados pelos refletidos escapem do interior do copo, enquanto que a razão escolhida entre a profundidade e o diâmetro cria condições para que poucos refletidos sejam perdidos. O campo elétrico acima da tela, por sua vez, impede que secundários gerados na tampa pela fração do feixe que é bloqueada por ela ou que secundários gerados na própria tela penetrem no copo.

A medida da corrente é feita diretamente com um eletrômetro, deslocando e centrando o feixe sobre a abertura do copo com o auxílio das bobinas defletoras e da tela revestida com material catodo-luminescente. A corrente (I_c) lida no eletrômetro multiplicada por $1,5^2 = 2,25$ dá a corrente (I_p) associada à fração do feixe que incide na amostra, uma vez que, por questão de espaço disponível, o diâmetro da abertura sobre o copo é 1,5 vezes menor que aquele sobre a amostra (Ver Fig. VII.2.). Assim, $I_p = 2,25I_c$ (É claro que este procedimento só se justifica se soubermos de antemão que a densidade de corrente, quando medida em diferentes regiões de uma seção reta do feixe, é constante).

VII.2.3. O suporte de amostra

O suporte de amostra (Fig.VII.4) consiste numa base com eletrodo central, onde a amostra é assentada, e numa tampa (com rosca interna e abertura) cuja função é fixar a amostra na base e cobrir sua parte não metalizada. Esta última função é essencial no caso de estarmos medindo potencial de superfície com o amplificador lock-in. Uma amostra virgem, por mais cuidado que se tome, sempre possui cargas em excesso em regiões localizadas (como nas bordas do bastidor) ou aleatoriamente distribuídas, difíceis de serem eliminadas. Se não forem ocultadas da tela metálica, induzirão um sinal A.C. no resistor R de medida (Ver Seção VII.2.4.) quando a amostra for posta a vibrar. Esse sinal somar-se-á aquele induzido pela região carregada em estudo e distorcerá os resultados.

Fig.VII.4 Suporte de amostra.

VII.2.4. Medida de potencial de superfície pelo método do capacitor vibrante

Algumas das montagens utilizadas atualmente para medir o potencial de superfície em polímeros carregados originaram-se de uma proposta de Zisman⁽⁸⁵⁾, feita em 1932, para determinar a diferença de potencial de contato entre duas amostras de metais distintos.

No sistema descrito por Zisman (Fig.VII.5) duas placas metálicas paralelas, A e B, uma das quais é mantida continuamente em vibração, formam um capacitor de capacitância modulada (designado capacitor vibrante).

Fig.VII.5 Circuito com um capacitor vibrante em série com um resistor R de medida e uma fonte de tensão variável.

A corrente elétrica alternada induzida no circuito gera uma diferença de potencial no resistor R que pode ser facilmente detectada por um osciloscópio ou amplificada e captada por um detector adequado. A idéia é variar V_G convenientemente até que o detector não mais acuse qualquer sinal. Isto acontece quando o campo elétrico entre as duas placas se anula, o que significa dizer que ambas estão a um mesmo potencial. A indicação na fonte de tensão variável dá, então, o valor do potencial de superfície procurado.

Essa técnica foi posteriormente adaptada para o estudo de dielétricos por Perlman e Reedky ⁽⁸⁶⁾. O sistema por eles construído permite acompanhar variações no potencial de superfície automaticamente, uma vez que uma fonte de tensão realimentada é usada para manter nulo, durante todo o tempo da medida, o campo elétrico entre a amostra e a placa vibrante; um princípio que tem sido utilizado, também, na construção de equipamentos comerciais ⁽⁸⁷⁾.

A técnica do capacitor vibrante com leitura nula no detector deriva, na realidade, de uma outra oriada por Kelvin ⁽⁸⁸⁾, razão pela qual os métodos que se baseiam nesse princípio costumam ser denominados, genericamente, métodos de Kelvin ⁽⁸⁹⁾. Do ponto de vista teórico, é o melhor dos métodos, pois no momento em que o campo elétrico entre a amostra e a placa vibrante é anulado para que a medida seja realizada, a amostra encontra-se na condição de circuito aberto ⁽⁹⁰⁾. Sob o aspecto experimental, contudo, existem limitações. Experiências como aquelas descritas nos Capítulos III e IV, por exemplo, não são compatíveis com a condição de campo nulo, de modo que nesse caso o método, como foi originalmente proposto, não poderia ser aplicado para se estudar a evolução do potencial de superfície enquanto a amostra estivesse sendo carregada pelo feixe eletrônico.

Em situações semelhantes a solução é abandonar a condição ideal de circuito aberto e passar a analisar diretamente a queda de tensão no resistor R, usando um detector apropriado. Para isso, basta manter os eletródios afastados de tal modo que o campo elétrico entre eles (entre amostra e placa) possa ser considerado desprezível quando comparado com o campo no interior da amostra.

Em 1976 Moreno e Gross ^(67,89) seguiram esse caminho para medir o potencial de superfície de uma amostra durante a deposição de íons por descarga corona. O capacitor vibrante era constituído pela superfície superior da amostra, mantida em constante vibração, e por uma tela metálica fixa que permitia a passagem dos íons. A montagem deles pode ser adaptada facilmente para o caso de carregamento por feixe eletrônico. O esquema, na Fig.VII.6., em que D >> d mostra, então, como é realizada a medida.

Fig.VII.6 Montagem que permite medir $I(t)$ e $V_s(t)$ simultaneamente durante o carregamento de uma amostra acoplada a um vibrador.

Se a amostra vibra senoidalmente em torno da posição de equilíbrio, com amplitude $\delta \ll D$, e se E é o campo elétrico (modulado) entre a tela metálica e a superfície livre da amostra, pode-se mostrar ^(67,89) que a corrente induzida pela vibração tem, além de componentes contínuas, duas componentes alternadas: uma, $i'(t)$, em quadratura e a outra, $i''(t)$ em fase com o campo E . As componentes $i'(t)$ e $i''(t)$ provocam as quedas de tensões alternadas $v_R'(t)$ e $v_R''(t)$, em R , cujos valores eficazes são dados, respectivamente, por ⁽⁶⁷⁾:

$$V_R'(t) = k\omega V_s(t) \quad (\text{VII.1})$$

e

$$V_R''(t) = k \frac{dV_s(t)}{dt} \quad (\text{VII.2})$$

onde ω é a frequência angular de vibração e V_s o potencial de superfície definido pela equação III.3.

O que nos interessa é medir $V'_R(t)$ porque é ele que nos permite determinar diretamente $V_S(t)$ através da equação VII.1. Isto pode ser feito facilmente usando um detector síncrono (amplificador lock-in) sintonizado com $V'_R(t)$. O fator k é determinado experimentalmente. Para uma dada geometria, depende unicamente da resistência R de medida e da amplitude da vibração, que por isso deve ser mantida constante durante todo tempo.

Em princípio, tanto V'_R como V''_R podem ser medidos, todavia o sinal correspondente a V'_R é muito maior que o de V''_R pois nas situações que estudamos $\omega V_S \gg dV_S/dt$.

Abandonar a condição de circuito aberto não era uma novidade, em 1976, por ocasião do trabalho de Moreno e Gross; Freedman e Rosenthal ⁽⁹¹⁾ já haviam feito o mesmo, em 1950, numa montagem que descreveram para estudar decaimentos em eletretos sob condições variadas. Entretanto, o que chama a atenção no trabalho de Moreno e Gross e que o coloca em posição de destaque são dois pontos:

- 1^o) Foi a primeira montagem a permitir acompanhar a evolução do potencial de superfície de uma amostra quer durante quer após o carregamento e
- 2^o) A análise cuidadosa que foi feita da medida em si, tanto do ponto de vista teórico quanto experimental, que conduziu à escolha correta do detector.

É por isto que o seu trabalho passou a ser referência de consulta obrigatória para todos aqueles que pretendem medir potencial de superfície em polímeros durante o processo de carga por corona ou feixe eletrônico (Ver Ref. 81, p. 31).

VII.2.5. O dispositivo eletromecânico que faz a amostra vibrar

Os dispositivos utilizados para fazer vibrar a amostra têm sido os mais variados. Referências úteis podem ser encontradas num artigo recente de Baikie et al. ⁽⁹²⁾ ou num artigo de revisão mais antigo, de Surplice e D'Arcy ⁽⁹³⁾.

Nas montagens em uso no Grupo de Eletretos, associadas à técnica de corona, o suporte de amostra é vinculado rigidamente à membrana de um alto-falante energizado por um oscilador de frequência variável. No presente trabalho, entretanto, em que chegamos a irradiar amostras com elétrons de energia tão baixa quanto 400eV, essa não é uma boa solução porque o imã que acompanha o auto-falante pode provocar perturbações no feixe, se uma blindagem magnética eficiente não for construída.

Em vista disso optamos por um dispositivo eletromecânico, com o qual já estávamos familiarizados ^(94,95), que confina naturalmente as linhas de campo magnético num caminho de baixa relutância magnética, representado na parte inferior da Fig. VII.2 pelo núcleo, carcaça e armadura confeccionados em aço SAE 1020.

A armadura e o suporte de amostra a ela vinculado passam a vibrar quando a bobina (600 espiras de fio nº 26) é excitada periodicamente por pulsos de tensão retangulares estreitos, que devem ir também como sinal de referência para o amplificador lock-in (O gerador de pulsos deve ter uma derivação apropriada para esse fim).

A amplitude δ da vibração depende do entreferro (distância, da ordem de 1mm, entre a armadura e o núcleo), que pode ser ajustado subindo ou descendo o disco D, com rosca, (Ver Fig. VII.2) e da amplitude (V_p) do pulso de tensão.

O gerador de pulsos retangulares que alimenta a bobina (Ver Anexo 1) foi projetado de modo a permitir o ajuste da amplitude (V_p) do pulso, da sua largura (τ) e do tempo de espera (τ_e) entre o término de um e o início do seguinte.

Fig.VII.7 Pulsos de tensão retangulares que alimentam o vibrador.

Esses recursos são necessários porque é através de uma escolha adequada da frequência de vibração, $f_{vi} = (\tau + \tau_e)^{-1}$, e da razão τ/τ_e que se consegue fazer o suporte de amostra vibrar senoidalmente.

Os valores de f_{vi} e τ/τ_e mais indicados para um dado conjunto massa-mola são determinados experimentalmente com o auxílio da montagem esquematizada na Fig. VII.8, em que um disco metálico simula o suporte de amostra (A área desse disco e a amplitude δ de vibração são maiores que os adotados na montagem final e D é um pouco menor, a fim de que o sinal induzido pela vibração no resistor R possa ser observado com um bom osciloscópio).

Fig. VII.8 Montagem para testar o vibrador de amostra.

A constatação de que o disco vibra senoidalmente é feita de maneira indireta. Pode-se mostrar, usando os resultados de Moreno e Gross ⁽⁸⁹⁾, que, se o deslocamento do disco em torno de sua posição de equilíbrio é do tipo $\Delta = \delta \sin \omega t$ e se $\delta \ll D$, então a diferença de potencial desenvolvida no resistor R de medida será dada por:

$$V'_R(t) = k\omega V_r \cos \omega t \quad , \quad (\text{VII.3})$$

onde k é uma constante, $\omega = 2\pi f_{vi}$ e V_r é a polarização aplicada no disco. Assim, se a figura observada no osciloscópio tiver a forma de uma "senóide", com frequência idêntica a f_{vi} , teremos uma indicação de que o disco deve estar vibrando senoidalmente.

Valores típicos para f_{vi} e τ/τ_e utilizados na nossa montagem são, respectivamente, 250Hz, que está um pouco abaixo da frequência de ressonância, e 1/3.

Em princípio vibrações não senoidais também seriam aceitáveis; nesse caso a diferença de potencial desenvolvida no resistor R de medida seria representada por uma série de Fourier. O amplificador lock-in, por construção, forneceria na saída o valor eficaz apenas (ou praticamente) da componente fundamental da série (o 1º harmônico), que tem a mesma frequência dos pulsos que excitam a bobina e que servem, também, como sinal de referência para o amplificador lock-in. As componentes cujas frequências são múltiplos ímpares da fundamental são atenuadas; ruídos que não mantêm coerência de fase com a referência e as componentes cujas frequências são múltiplos pares da fundamental dão em média uma contribuição nula na saída ⁽⁹⁶⁾. Como consequência e dependendo dos harmônicos presentes no sinal de entrada, poderia haver uma redução efetiva na resposta do amplificador lock-in ⁽⁹⁷⁾.

Imaginemos, por exemplo, os sinais representados nas figuras VII.9, ambos com amplitude V_m e frequência ω .

Fig. VII.9a Tensão senoidal:

$$v = V_m \sin \omega t$$

Fig. VII.9b Tensão triangular:

$$v = 0,81 V_m \sin \omega t + 0,090 V_m \sin 3 \omega t + 0,032 V_m \sin 5 \omega t + \dots$$

(representação por série de Fourier).

Se esses sinais fossem injetados no amplificador lock-in, um de cada vez, a leitura fornecida por ele seria $V_m/\sqrt{2}$ para o primeiro e $0,81V_m/\sqrt{2}$ para o segundo. Em outras palavras: A intensidade da segunda resposta é 81% da primeira; a presença de harmônicos, neste caso, reduziu a resposta do lock-in.

VII.3. As chaves e os conectores de UHF

As correntes com as quais temos trabalhado são, normalmente, da ordem de 10^{-9} A de modo que correntes de fuga (total) através de cabos, chaves, conectores de UHF e transformadores de isolação consideradas toleráveis seriam da ordem de 10^{-12} A. Por outro lado, a corrente de fuga entre a malha e o núcleo dos cabos coaxiais que utilizamos está em torno de 1×10^{-12} A/(metro de cabo) para cada quilovolt aplicado no núcleo, de maneira que, se estabelecermos, por exemplo, 2×10^{-12} A como limite máximo para a corrente de fuga total, quando trabalhando com polarização de 2kV, aquela através dos outros elementos (exceto os cabos) deverá estar abaixo de 10^{-12} A. Isto significa dizer que chaves comerciais de baquelita, porcelana etc não poderão ser empregadas. Precisam ser cuidadosamente projetadas, blindadas eletrostaticamente, protegidas contra a poeira e fiapos e construídas utilizando Teflon como material básico de isolação. Os mesmos cuidados devem ser tomados com os conectores de UHF (Fig. VII.10).

Fig. VII. 10 Um conector de UHF típico.

CAPÍTULO VIII

MEDIDAS PRELIMINARES

VIII.1 Introdução

Um dos objetivos de nossa pesquisa, como já dissemos (Ver Cap. I, Seção I.3), é analisar a viabilidade de um novo método de medida de emissão secundária, originado de um trabalho de Gross et al. ⁽³⁹⁾ (particularmente útil no estudo da emissão secundária em isolantes) que foi descrito por von Seggern ⁽⁴⁰⁾ em 1985.

Quando esse método foi testado pela primeira vez por Gross ⁽⁴¹⁾ e colaboradores na Alemanha, as curvas de emissão secundária obtidas não foram como as esperadas e várias questões ficaram sem resposta. Urgia, pois, investigar o que acontecera. Teria havido algum problema com a montagem em si? Ou com o acelerador utilizado?

As medidas que serão discutidas no decorrer deste capítulo, definidas genericamente como medidas preliminares, enquadram-se em duas categorias. Na primeira estão aquelas que foram realizadas na tentativa de responder a algumas das questões levantadas por Gross ⁽⁴¹⁾ e colaboradores durante os experimentos que realizaram na Alemanha (Ver Cap. I, seção I.3) e aquelas que consolidam as exposições apresentadas nos Capítulos III e IV. Na segunda estão as que dizem respeito à operação do acelerador e dos sistemas de medidas, sem as quais não seria possível fazer uma interpretação correta e segura de dados obtidos durante um experimento. Através destas últimas procuramos responder à questões como:

- 1^o Quais as características da deposição de carga sobre a amostra quando a irradiamos com um feixe difuso?

- 2º O sistema construído para fazer o feixe varrer a amostra periodicamente está cumprindo sua função, i.e., está depositando carga de maneira uniforme sobre a área de interesse (um círculo com diâmetro de 30mm)?
- 3º Que tempo devemos esperar para que a corrente do feixe se estabilize?
- 4º as medidas feitas com o capacitor vibrante acoplado ao amplificador lock-in são confiáveis?

VIII.2. Medida de densidade de corrente

Nas considerações feitas nos Capítulos III e IV sempre deixamos subentendido que o feixe eletrônico deposita carga uniformemente sobre a amostra. Se assim não fosse, o potencial de superfície não evoluiria por igual em toda a área irradiada, elétrons não atingiriam todos os pontos da superfície com a mesma energia e, conseqüentemente, cada região da amostra estaria emitindo secundários a uma taxa diferente. Mesmo no caso do método do pulso, discutido no Cap. V, em que essa condição não é imprescindível, uma vez que somente o valor inicial do potencial de superfície interessa, é conveniente que a deposição se processe de maneira uniforme a fim de que a corrente do feixe possa ser medida inequivocamente com o copo de Faraday.

Começemos então analisando a deposição resultante de uma irradiação com feixe difuso, passando em seguida para a situação em que o feixe varre periodicamente a amostra sob a ação das bobinas defletoras descritas no Cap. VII.

Esse trabalho é feito utilizando a montagem esquematizada na Fig. VIII.1. A placa metálica com um orifício circular de 5mm de diâmetro no centro, montada no "feed-through" disponível numa das extensões cilíndricas no corpo da câmara (Ver Figuras VII.1) pode ser deslocada suavemente sobre um copo de Faraday sem quebrar o vácuo (Trata-se de um copo com dimensões diferentes daquele descrito na Seção VII.2.2). A haste que sustém a placa móvel está acoplada, através de polias, ao cursor de um divisor de tensão, construído com um potenciômetro linear

de fio ($10k\Omega$) e 10 voltas), de precisão, de modo que uma relação linear entre posição do orifício sobre a abertura do copo e tensão U_x no resistor R_x pode ser estabelecida.

Fig. VIII.1 Diagrama esquemático de uma sonda para medir densidade de corrente ao longo de uma seção reta do feixe.

A tensão associada a uma certa posição x do orifício vai para um dos canais de um registrador XY; o outro está ligado à saída do eletrômetro que mede a corrente associada à fração do feixe que atravessa o orifício no centro da placa. Desse modo pode-se registrar o comportamento da densidade de corrente segundo a direção de deslocamento do orifício sobre o copo de Faraday. O orifício móvel funciona como uma sonda para explorar o feixe.

A Fig. VIII.2 ilustra um dos resultados conseguidos com feixe difuso. Como era de se esperar ^(98,99), as curvas, neste caso, são aproximadamente gaussianas.

Fig. VIII. 2 Densidade de corrente do feixe versus posição da sonda, medida a partir do centro da abertura, considerando um feixe difuso de elétrons com energia de 3910 eV.

As Figuras VIII.4, por sua vez, mostram a densidade de corrente, medida segundo duas direções mutuamente perpendiculares, no caso em que fazemos o feixe focalizado varrer periodicamente um quadro retangular de 40mmx80mm centrado sobre a abertura do copo de Faraday. Para a primeira medida o quadro é posicionado de tal modo que o deslocamento da sonda possa ser feito segundo a sua largura (Fig. VIII.3a); a segunda medida é feita logo em seguida depois de girar o quadro de 90° (operação que é executada girando as bobinas defletoras), a fim de que a sonda possa ser deslocada segundo o seu comprimento (Fig. VIII.3b).

(a)

(b)

Fig. VIII. 4 Curvas de densidade de corrente do feixe versus posição da sonda, medida a partir do centro da abertura. Para obtê-las fizemos um feixe de elétrons de 3000 eV, focalizado, varrer periodicamente a abertura de um copo de Faraday a uma frequência de 29,5 quadros/s ($f_v = 14,75 \text{ Hz}$ e $f_h = 686 \text{ Hz}$) e deslocamos a sonda, a) ora segundo a largura do quadro b) ora segundo o seu comprimento.

Fig. VIII.3 Direções de movimento da sonda sobre a superfície varrida pelo feixe (quadro).

Como podemos notar a densidade de corrente, neste caso, é constante ao longo da largura; ao longo do comprimento é praticamente constante (cresce cerca de 2% a 3%, em geral, quando nos dirigimos do centro para as bordas). Resultados semelhantes também têm sido obtidos com energias diferentes de 3keV.

Essas experiências serviram não só para testar o desempenho do conjunto responsável pela varredura como também para nos auxiliar a escolher os parâmetros (como frequências de varredura, dimensões do quadro etc) que melhores resultados apresentavam.

VIII.3 A estabilidade da corrente do feixe

Em condições de trabalho relativamente pouco severas como as nossas ($T_{\text{filamento}} \leq 2500 \text{ K}$), variações na corrente do feixe e na temperatura do filamento estão intimamente relacionadas; uma acompanha a outra.

As variações do tipo flutuações estão claramente associadas, como tivemos oportunidade de observar, à estabilidade da fonte que aquece o filamento. Quando, por exemplo, passamos de uma fonte como o secundário de um transformador

de isolamento acoplado a um outro de núcleo saturado para uma fonte D.C. estabilizada em corrente a menos de 0,2% , as flutuações na corrente do feixe, que eram da ordem de 5% , se tornaram praticamente imperceptíveis.

As variações lentas , por sua vez, estão relacionadas com as trocas de calor que ocorrem entre o filamento e sua base ou todo o meio que o circunda; são necessárias algumas horas para que o conjunto emissor (canhão) alcance sua temperatura final de operação. Esta dependência foi verificada através de algumas experiências simples. Numa delas, por exemplo, interrompemos a corrente do feixe por alguns minutos, aplicando um potencial adequado na grade - portanto sem cortar a corrente de aquecimento. Como podemos notar na Fig.VIII.5, quando o feixe é liberado novamente a corrente do feixe reinicia sua subida no mesmo ponto em que deveria estar se o feixe não tivesse sido bloqueado.

Fig.VIII.5 Gráfico da subida da corrente do feixe versus tempo na fase inicial do aquecimento, ilustrando uma situação em que o feixe foi bloqueado 6 minutos e, em seguida, liberado. Dados: $E_p = 1800$ eV, frequências de varredura: 15 Hz e 700 Hz e corrente no filamento: 1,34 A .

Numa outra experiência esperamos a corrente do feixe estabilizar e soprámos ar, ora frio ora quente, sobre a extremidade do acelerador que contém o conjunto emissor; a corrente do feixe caiu ligeiramente no primeiro caso e subiu da mesma forma no segundo.

Se flutuações podem ser reduzidas facilmente, empregando uma fonte estabilizada em corrente, o mesmo não acontece com as variações lentas, embora ambas possam ser eliminadas (ou drasticamente reduzidas) concomitantemente por meio de um circuito estabilizador apropriado ⁽¹⁰⁰⁾. A solução para o problema está baseada no fato de que, desprezando variações na própria superfície do filamento, que são pequenas durante sessões de 6 a 8 horas de trabalho, a resistência é função apenas da temperatura. Assim, se a resistência é mantida constante de algum modo ⁽¹⁰⁰⁾, a temperatura e consequentemente a corrente do feixe também permanecerão constantes.

Apesar dessa ser uma solução definitiva no sentido de estabilizar a corrente do feixe, optamos por uma outra que nos pareceu mais viável na ocasião. Em geral a temperatura final de operação começa a ser alcançada somente depois de 2 horas de aquecimento, de modo que, se tivermos de esperar até que a temperatura se estabilize, certos experimentos se tornariam impraticáveis. Este problema, contudo, pode ser contornado da seguinte maneira. Começamos aquecendo o filamento com uma corrente maior que a necessária. Nestas condições, 1h ou 1.5h depois a corrente do feixe estará bem acima do valor pretendido para uma dada experiência. A corrente de aquecimento é, então, reduzida até que a corrente do feixe se situe em torno do valor desejado. Se o procedimento foi acertado, a corrente do feixe cairá lentamente durante os próximos 10 minutos e depois estabilizar-se-á por longo tempo (Fig. VIII.6).

Essa solução, embora não definitiva, porque continuam ocorrendo pequenas variações associadas à alterações na temperatura ambiental, tem apresentado resultados plenamente satisfatórios. Na maioria das vezes conseguimos, com esse procedimento, manter a corrente do feixe praticamente constante ou variando apenas cerca de um a dois por cento em períodos de mais de

uma hora.

As seções ascendentes nas curvas mostradas nas Figuras VIII.5 e 6 representam um comportamento típico da corrente do feixe na fase de aquecimento; quando elas se desviam desse padrão, alguma coisa errada está acontecendo. É preciso, então, verificar todo o sistema, a começar pelas isolações.

Fig. VIII. 6 Gráfico da subida da corrente do feixe versus tempo na fase inicial do aquecimento, ilustrando uma situação em que se começou com uma corrente no filamento de 1,44 A que, 1,5 h mais tarde, foi reduzida para 1,42 A. Dados : $E_p = 1500$ eV e frequências de varredura : 17 Hz e 700 Hz.

VIII.4 Elétrons com energia efetiva abaixo da energia do 1º ponto de cruzamento. Corrente negativa através da amostra.

Retomemos a montagem esquematizada no início do Cap. III (Fig. III.1). Se a amostra for polarizada negativamente (Fig. VIII.7) e a energia inicial dos elétrons que nela incidem ($E_{ef,i}$) for tal que $0 < E_{ef,i} = E_p + eV_r < E_i$, será carregada

negativamente (Ver Seção IV.2), porque o n° de elétrons secundários emitido é menor que o n° dos incidentes (abaixo do 1° ponto de cruzamento $\sigma < 1$). Os elétrons fluindo para a Terra através do eletrômetro constituem, de acordo com a convenção habitual, uma corrente negativa, pois equivalem a um fluxo de partículas positivas subindo da Terra para a amostra através do eletrômetro.

Fig. VIII.7 Corrente negativa através da amostra e convenção da corrente.

As primeiras tentativas no sentido de observar essa corrente foram feitas na Alemanha por Gross ⁽⁴¹⁾ e colaboradores em 1985 e depois por nós, utilizando montagem semelhante a deles, quando começamos a avaliar o método descrito por von Seggern; tanto lá quanto aqui a corrente sempre se manifestou na forma de um pequeno pulso positivo, portanto contrário ao que havia sido previsto.

Ao refletirmos sobre esse resultado inesperado, nossas primeiras suspeitas recaíram na montagem em si; mais especificamente sobre a abertura acima da amostra (Fig. VIII.8a), que no trabalho original de Gross e colaboradores era

totalmente livre. Acreditávamos que uma abertura livre, que se comporta como uma lente eletrostática, poderia interferir na deposição de elétrons de baixa energia (da ordem de 10eV em experiências desta natureza) sobre a amostra. Resolvemos, então, introduzir na abertura uma tela metálica com transparência ótica de 0,81, fabricada com fios de aço inoxidável de diâmetro 0,05mm.

Fig. VIII.8 Aberturas sobre a amostra : a) livre e b) com tela metálica.

O resultado foi imediato; logo na primeira tentativa apareceu o pulso de corrente negativa esperado (Fig. VIII.9).

Fig. VIII.9 Pulso de corrente negativa através de uma amostra de Mylar de $36\mu\text{m}$ observado quando, polarizada com -890 V , foi irradiada com elétrons de 900 eV .

A introdução da tela metálica apresenta de imediato duas vantagens. A primeira é delimitar de maneira bem definida e isolar eletrostaticamente as regiões em que os elétrons são inicialmente acelerados e em seguida desacelerados, que são, respectivamente, as regiões I e II na Fig. VIII.10a. A segunda é uniformizar o campo entre a tela e a superfície da amostra, eliminando a ação da lente eletrostática representada pela abertura.

Na ausência da tela as superfícies equipotenciais confinadas na região II da Fig. VIII.10a deformam-se e as mais próximas da abertura dela sobressaem - Ver Ref. 79, p. 76-77. (O quanto estas equipotenciais se estendem para além do plano da abertura depende, principalmente, do diâmetro da abertura e do potencial de polarização aplicado na amostra). Como consequência a região II (Fig.VIII.10b) expande-se e o conjunto de equipotenciais, agora deformado, comporta-se como uma lente eletrostática divergente, de sorte que ao penetrarem nessa região os elétrons são simultaneamente desacelerados e desviados para fora.

Fig.VIII.10 Regiões I e II em que os elétrons são, respectivamente, acelerados e desacelerados enquanto se dirigem para a amostra. a) Com tela metálica sobre a abertura; b) Sem tela.

Em vista destas considerações conclui-se que uma fração dos elétrons que se dirigem para a amostra poderá não atingi-la, se a tela não estiver presente.

Se com essas explicações procuramos mostrar que a abertura sem tela não se coaduna com a deposição de elétrons de baixa energia na amostra, resta explicar porque favoreceria o aparecimento de um pulso positivo de corrente.

Uma hipótese que nos parece razoável é a seguinte. No início deste trabalho, quando as primeiras medidas foram feitas, as tampas com abertura eram confeccionadas em alumínio, que é atacado rapidamente pelo oxigênio do ar para formar uma camada de óxido, dura e isolante (Ver Ref. 72, p.318). Por outro lado a energia dos elétrons do feixe difuso com diâmetro duas a três vezes maior que o da abertura, utilizado nessas experiências, estava em torno de 1keV, de maneira que, ao ser bombardeada com esses elétrons, a camada isolante de óxido de alumínio deveria carregar-se positivamente, pois o coeficiente de emissão secundária do óxido de alumínio para essa energia (verificado experimentalmente) é maior que a unidade. Mas, em virtude do mecanismo de auto-regulação discutido na Seção III.5, a carga acumulada crescerá apenas até que o potencial de superfície atinja o valor de 1 a 2 volts positivos. O eletrômetro acusará, então, um pulso de corrente positiva, pois essas cargas induzirão, na ausência da blindagem eletrostática que seria proporcionada pela tela metálica se estivesse presente, cargas negativas na face metalizada da amostra (o que equivale a um fluxo de cargas positivas descendo para a Terra através do eletrômetro).

Com a introdução da tela, portanto, eliminamos a interferência da lente representada pela abertura e isolamos eletrostaticamente a região acima do plano da tela, permitindo que as medidas fossem feitas sem interferência.

Posteriormente a tela metálica colocada na abertura veio se mostrar fundamental na questão da deposição uniforme de cargas (Seção VIII.5) e na medida do potencial da superfície com o auxílio do amplificador lock-in (Seção VIII.2.3), de maneira que acabou sendo incorporada em todas as montagens experimentais que fizemos daí para frente.

VIII.5. Queda brusca da corrente através da amostra após deflagrado o mecanismo de auto-regulação

Na Seção IV.7.2 vimos que, se $E_p < E_{II}$ e se V_r (negativo) é escolhido de tal maneira que $E_1 < E_{ef,II} = E_p + eV_r < E_{II}$, a amostra começa a acumular carga positiva, o potencial da superfície vai ficando cada vez menos negativo e, logo após atingir zero volts, a corrente através dela (Fig. III.1) anular-se-á bruscamente por força do mecanismo de auto-regulação. A curva de corrente contra o tempo terminará, então, abruptamente, isto é, num degrau (ver Fig. IV.6). É óbvio, por outro lado, que o degrau somente será observado se todos os pontos da superfície irradiada pelo feixe atingirem o zero volts simultaneamente; o que pressupõe, desprezando efeitos de borda e a menos que a face da amostra que recebe o feixe também tenha sido metalizada, uma deposição bastante uniforme de carga. Se ambas as faces estiverem metalizadas, o degrau aparecerá independentemente de como tenha sido feita a deposição pois a superfície será sempre uma equipotencial.

As curvas de corrente nas figuras seguintes, obtidas numa situação em que as deposições de carga sobre as amostras foram feitas ora de maneira não uniforme ora uniforme, evidenciam bem essas idéias. Na primeira o degrau está presente, embora a deposição não tenha sido feita de maneira uniforme porque ambas as faces da amostra foram metalizadas (Fig. VIII.11a). Nas duas últimas, em que as amostras tinham uma face não metalizada exposta ao feixe, o degrau não aparece em uma e aparece na outra, porque em uma (Fig. VIII.11b) a deposição (com feixe difuso) não foi feita uniformemente e na outra (com feixe varrendo a amostra) o foi (Fig. VIII.12).

Fig. VIII.11 Curvas de corrente de carga versus tempo. Em a) uma amostra de Teflon FEP de $25\mu\text{m}$, metalizada em ambas as faces e polarizada com -700V , foi irradiada com um feixe difuso de elétrons, de 756eV ; em b) uma amostra de Teflon FEP de $50\mu\text{m}$, metalizada numa única face e polarizada com -1450V , foi irradiada com feixe difuso de elétrons, de 1500eV .

Fig. VIII.12 Curva de corrente de carga versus tempo de uma amostra de Teflon FEP de $27\mu\text{m}$. Ela foi polarizada com -700V e varrida periodicamente por um feixe focalizado de elétrons, de 800eV , à razão de 20 quadros/s ($f_v = 10\text{Hz}$ e $f_h = 500\text{Hz}$).

De modo geral esses resultados consolidam algumas das idéias apresentadas nos Capítulos III e IV. A curva de corrente mostrada na Fig. VIII.12, em particular, foi também a primeira evidência que tivemos de que o sistema montado para fazer o feixe varrer a amostra estava funcionando satisfatoriamente (Uma vez que as medidas de densidade de corrente-seção VIII.2 - só vieram a ser feitas posteriormente), porém, mais importante do que isto, é que foi também a primeira evidência de que a emissão secundária em polímeros como o Teflon FEP ou Mylar, por exemplo, estava sendo feita de maneira regular (Se, para uma dada energia efetiva dos elétrons, o coeficiente de emissão secundária variasse de uma região para outra da amostra, dificilmente se obteria o degrau, mesmo com deposição uniforme de carga). Interessante também é que este resultado independe do fato de usarmos o material (com o qual confeccionamos a amostra) como vem de fábrica ou lavado com álcool-isopropílico puro, por exemplo. De certa forma isto confirma o que já dissemos no Cap. II (Seção II.3), ou seja, que o estado da superfície em metais e polímeros, no que diz respeito à emissão secundária, é mais importante para o primeiro que para o segundo.

VIII.6. O potencial de superfície da amostra após ter sido deflagrado o mecanismo de auto-regulação

O potencial de superfície da amostra depois do mecanismo de auto-regulação ter sido deflagrado é pequeno; cerca de 1 a 2 volts (Ver Seção IV.7.1). Esta é a razão da queda abrupta na curva de corrente pois dependendo da capacitância da amostra e da corrente do feixe a carga que deve ser acrescentada na amostra para elevar seu potencial de superfície cerca de 1 a 2 volts pode ser fornecida num tempo muito curto quando comparado com a duração total da experiência.

O valor V_s desse potencial de superfície é governado pela equação IV.7, reescrita em seguida,

$$\int_0^{eV_s} g(E') dE' = 1 - \frac{1}{\sigma(E_p + eV_s)} \quad , \quad (\text{VIII.1})$$

que representa, justamente, a fração dos emitidos que devem ser recapturados pela superfície da amostra para que a corrente através dela se anule. V_s é zero para $E_p = E_I$ ou $E_p = E_{II}$, pois $\sigma(E_I) = \sigma(E_{II}) = 1$, e é máximo ($V_s = V_{s,m}$) quando a energia dos primários (E_p) for igual a energia ($E_{p,m}$) em que a emissão é máxima ($\sigma = \sigma_m$).

Experimentalmente esse potencial pode ser estudado de duas maneiras no mínimo. Uma delas é utilizar a técnica empregada por Giacometti ⁽⁸⁷⁾ em sua Tese de Doutorado para medir potenciais de superfície, que consiste em se retirar a amostra da câmara após o término da irradiação e medir seu potencial de superfície com o auxílio de um dispositivo acoplado a um aparelho comercial (Voltímetro Eletrostático Monroe - 144S-4) capaz de acusar potenciais de superfície de décimos de volts; a outra é integrar um pulso de corrente. Foi com a primeira que pudemos confirmar experimentalmente, por mais de uma vez, que de fato o potencial de superfície de amostras que tenham sido irradiadas por algum tempo com elétrons de energia $E_p = E_{II}$ é zero. Foi dessa forma, também, que pudemos estabelecer que $V_{s,m}$ para o Teflon FEP, cuja emissão máxima ocorre ao ser irradiado com elétrons de 400eV (aproximadamente), estava em torno de 2 volts.

Para a medida acima escolhemos o Teflon FEP porque, com exceção dele, a energia dos elétrons incidentes para a qual ocorre a emissão máxima em outros polímeros está abaixo de 400eV, que é também a energia limite para a qual podemos ajustar o feixe do nosso acelerador. De qualquer modo é de se esperar que $V_{s,m}$ para outros polímeros não seja muito diferente de 2 volts porque muitos deles têm σ_m parecidos com o do Teflon e porque a função $g(E')$, que comparece na eq. VIII.1,

não deve diferir muito de um polímero para outro (Ver Seção II.1.).

Em outra ocasião, trabalhando ainda com amostra de Teflon FEP não polarizada e inicialmente descarregada, chegamos a um resultado semelhante integrando um pulso de corrente (Fig. VIII.13), que só pôde ser obtido depois que reduzimos a corrente do feixe para aproximadamente $4 \times 10^{-10} \text{ A}$ (um valor cerca de 10 vezes menor que o habitualmente empregado). A partir da área abaixo deste pulso e da capacitância da amostra (0,25 nF) pudemos estimar o potencial de superfície $V_{s,m}$ como estando em torno de 2 volts.

Fig. VIII.13 Pulso de corrente positiva observado quando uma amostra aterrada de Teflon FEP de $50 \mu\text{m}$ e capacitância de 0,25 nF foi irradiada com elétrons de 400 eV.

Se, independentemente do polímero irradiado, o valor máximo que o potencial de superfície pode alcançar depois que o mecanismo de auto-regulação atuou é cerca de 2 volts, valores menores devem ser esperados quando uma certa amostra for irradiada com elétrons de energia $E_p < E_{p,m}$ mas diferente de $E_{p,m}$. De fato, quando medimos o potencial de superfície pela técnica de Giacometti numa amostra de Mylar, material para o qual $E_{p,m} = 200\text{eV}$, que havia sido previamente irradiada com elétrons de 500eV , o valor encontrado foi de 1,2 volts.

Essas experiências, de modo geral, confirmam a estimativa que havíamos feito para V_s na seção IV.7, quando tratamos do mecanismo de auto-regulação e suas consequências.

VIII.7. Retirada de uma amostra carregada da câmara de amostras e o efeito Paschen

A maioria das medidas de potencial de superfície relatadas na seção anterior foram feitas examinando as amostras fora da câmara (depois de terem sido devidamente irradiadas com o feixe eletrônico), com o auxílio do dispositivo montado para tal fim por Giacometti⁽⁸⁷⁾, o que, evidentemente, só pôde ser feito após a pressurização da câmara. Durante este procedimento não poderia ocorrer algum problema, i.e., a densidade superficial de carga não poderia se alterar durante o processo de pressurização? Nós procuramos injetar o ar lentamente na câmara pois já tínhamos aprendido que um fluxo intenso de ar ou qualquer outro gás varrendo o polímero poderia carregá-lo. Mas, mesmo tomando esse cuidado, não poderiam ocorrer rupturas, por exemplo?

Aparentemente não houve qualquer problema com aquelas experiências, primeiro porque, pelo menos no caso da determinação de $V_{s,m}$ (Ver Seção VIII.6) para o Teflon FEP, medidas feitas por dois métodos independentes, sendo uma à pressão atmosférica e outra no vácuo, resultaram praticamente iguais e segundo porque as medidas de potencial de superfície, realizadas fora da câmara, em diversas regiões

da superfície irradiada de uma amostra mostravam-se muito regulares, o que não ocorreria se tivessem havido rupturas. Mas, na verdade, era de se esperar que não houvesse nada de anormal, pois naqueles casos o potencial de superfície não tinha excedido o limite imposto pela Lei de Paschen; se fosse maior poderiam ter ocorrido rupturas.

A rigidez dielétrica de gases depende fortemente da pressão. Em altas pressões cresce devido ao decréscimo no livre caminho médio dos elétrons e em baixa pressão devido à reduzida probabilidade de colisão de elétrons com as moléculas de gás. A rigidez dielétrica depende também da distância D entre eletrodos. Quanto menor o espaçamento entre eles maior a rigidez, desde que a probabilidade de elétrons virem a colidir com moléculas no espaço entre eles decresce.

Na nossa montagem esses parâmetros são a distância D entre a tela metálica (aterrada) e a superfície não metalizada da amostra e o campo elétrico nessa região, que depende da diferença de potencial entre a tela e a superfície não metalizada (que seriam os eletrodos, no caso) e da separação D (Fig. VIII.14).

Fig. VIII.14 Eletrodos entre os quais podem ocorrer rupturas de Paschen.

Os resultados de experiências sobre rupturas em gases num campo uniforme podem ser representados por uma família de curvas, que são gráficos da tensão de ruptura (U_r) versus produto da separação (D) entre os eletrodos e a pressão (p) do gás. Esta relação, estabelecida experimentalmente, é conhecida como Lei de Paschen ⁽¹⁰¹⁾; ela sugere que a tensão de ruptura não deve variar se o produto pD permanecer constante; i.e., a tensão de ruptura é função de pD .

A curva U_{rp} versus pD , que deve ser levantada para cada gás, é caracterizada por um ponto de mínimo; no caso do ar, em particular, as coordenadas desse ponto são $\approx 1 \text{ Pa.m}$ e 327 volts (Fig.VIII.15).

Fig.VIII.15 Curva de Paschen para o ar. O ponto A corresponde a p_{atm} na nossa montagem.

Isto significa dizer que somente haverá rupturas no ato de pressurizar a câmara injetando ar no seu interior, se a tensão entre a superfície não metalizada da amostra e a tela metálica, que é dada por $U = V_s - 0 = V_s$, for maior que 327 volts. As rupturas ocorreriam da mesma forma, se introduzíssemos na câmara uma amostra previamente carregada (com corona, por exemplo) acima de 327 volts e em seguida procedêssemos à despressurização. Uma vez ocorrendo rupturas, qualquer que seja o caso, a amostra poderá ter sua densidade superficial de carga completamente alterada. As duas experiências descritas a seguir ilustram esses fatos.

EXPERIÊNCIA I

Uma amostra de Teflon FEP de $25 \mu\text{m}$ de espessura e 35mm de diâmetro, metalizada numa única face, e polarizada com -310 volts é irradiada com elétrons de 1250eV, usando um feixe difuso. Como 1250eV é menor que 1880eV (energia do 2º ponto de cruzamento do Teflon FEP) o potencial de superfície em toda região irradiada estabilizar-se-á em um valor constante ligeiramente acima de zero volts, depois

que a corrente através da amostra anular-se por força do mecanismo de auto-regulação (E isto independentemente da deposição ter sido feita de maneira uniforme ou não). No fim do processo a amostra é aterrada e retirada da câmara para que o seu potencial de superfície possa ser examinado. As figuras VIII.16 resumem as diversas etapas do experimento e mostram que potencial de superfície deveremos esperar no final.

Fig. VIII.16 Diagramas indicando potenciais de superfície de uma amostra polarizada com -310 V e irradiada com elétrons de 1250 eV . a) antes de se iniciar a irradiação; b) cessada a irradiação e c) após o aterramento.

A Fig. VIII.17, que foi obtida com o auxílio de um registrador XY, ilustra o comportamento do potencial de superfície, nesse caso, quando medido ao longo de um diâmetro arbitrário com o dispositivo montado por Giacometti. Dentro do erro experimental o resultado é idêntico ao esperado.

Fig. VIII.17 Potencial de superfície numa amostra de Teflon FEP, medida ao longo de um diâmetro arbitrário, depois que foi irradiada com feixe difuso até a corrente através dela se anular. Parâmetros: $E_p = 1250$ eV, $V_r = -310$ V e diâmetro da amostra = 35 mm.

EXPERIÊNCIA II

A experiência I foi repetida depois de alterarmos a polarização da amostra para -400 volts. Se não houvesse rupturas deveríamos esperar, após o aterramento, $V_{s,r} \cong +400$ volts, constante por toda a área irradiada. O resultado, conforme podemos notar observando a Fig. VIII.18, já não é como esperávamos; as rupturas que houveram pelo fato de termos excedido o limite de 327 volts imposto pela Lei de Paschen, no caso do ar, alteraram profundamente a densidade superficial de carga na amostra.

Fig. VIII.18 Potencial de superfície de uma amostra de Teflon FEP, medida ao longo de um diâmetro arbitrário, depois que foi irradiada com feixe difuso até a corrente através dela se anular. A fig. ilustra uma situação em que ocorreram rupturas de Paschen no ato de pressurizar a câmara de amostra. Parâmetros: $E_p = 1250$ eV, $V_r = -400$ V e diâmetro da amostra = 35 mm.

VIII.8. A capacitância da amostra

Para levantar a curva da emissão secundária em função da energia dos elétrons incidentes, segundo o método descrito por von Seggern, é preciso conhecer a evolução do potencial da superfície da amostra durante a irradiação, o que pode ser feito diretamente com a montagem descrita na Seção VII.2.4 ou indiretamente a partir da evolução da carga armazenada na amostra e da sua capacitância determinada previamente.

A capacitância pode ser medida numa ponte apropriada. Para isso o melhor é reconduzir para a evaporadora a amostra já utilizada, a fim de que a área que esteve exposta ao feixe também seja metalizada. A amostra, agora com ambas as faces metalizadas, forma um capacitor de placas paralelas cuja capacitância poderá ser medida facilmente numa ponte. Mas, em princípio, não necessitamos metalizar a área da amostra que foi exposta ao feixe para determinarmos sua capacitância. Se dispusermos da curva de corrente através dela durante o tempo em que foi irradiada e se soubermos a priori a diferença de potencial a que ficou submetida por ter sido irradiada pelo feixe de elétrons, sua capacitância poderá ser determinada a partir da eq. IV.10. A questão que se coloca, em seguida, é: A capacitância determinada desta última forma e aquela medida por meio da ponte coincidem?

Se o material da amostra for suficientemente isolante para que a corrente de fuga possa ser desprezada e se a carga depositada penetrar uma fração muito pequena da espessura total da amostra, os resultados devem coincidir.

Isso pôde ser confirmado experimentalmente. Escolhemos para esse fim uma amostra de Teflon FEP (que é um excelente isolante) de 50 μ m de espessura e 30mm de diâmetro, que foi polarizada com -800 volts e irradiada com elétrons de 900eV, fazendo o feixe varrer a amostra (Escolhemos tais parâmetros para ter certeza - ver seção VIII.7 - de que o potencial de superfície estabilizar-se-ia num valor ligeiramente acima de zero volts, depois que a corrente se anulasse). As diversas etapas da experiência podem ser resumidas através das Figuras VIII.19.

Como podemos notar, a diferença de potencial a que ficará submetida a amostra pelo fato de ser irradiada até que a corrente caia para zero é de 800 volts; essa diferença de potencial desaparecerá depois que a amostra aterrada for reirradiada.

Fig. VIII.19 Diagramas indicando os potenciais de superfície de uma amostra de Teflon FEP polarizada com $-800V$ e irradiada com elétrons de $900eV$. a) antes de se iniciar a irradiação, b) terminada a irradiação, c) após o aterramento e d) depois de reirradiada.

As figuras VIII.20a e VIII.20b mostram as curvas de corrente obtidas enquanto a amostra estava sendo, respectivamente, carregada e descarregada. A carga calculada abaixo da curva de corrente (medida com um planímetro) é, tanto num caso quanto noutro, de $195nC$ (a diferença é menor que 1%). Como a diferença de potencial é de 800 volts, a capacitância resulta $0,244nF$. A capacitância dessa mesma amostra, por outro lado, resultou igual a $0,249nF$ quando medida por meio de uma ponte, de maneira que, a menos de 2% , esses valores coincidem.

Esses resultados foram confirmados inúmeras vezes com amostras de Teflon FEP de $50\mu m$ e $25\mu m$, variando a energia dos elétrons ou a polarização e ora usando feixe difuso ora varrendo a amostra com o feixe.

A coincidência entre as capacitâncias medidas pelos dois métodos acima nos autoriza agora a seguir o caminho inverso, isto é, tendo medido C numa ponte e conhecendo a curva de corrente através da amostra, podemos usar a eq. IV.10 para determinar diferenças de potenciais ou levantar a curva V_s versus t . Além disso esses resultados nos mostram também que, pelo menos no caso do Teflon FEP, a carga positiva armazenada permanece praticamente na superfície da amostra.

Fig. VIII.20 Corrente através de uma amostra de Teflon FEP de $50\mu\text{m}$, irradiada com elétrons de 900 eV, versus tempo. a) Amostra polarizada com -800V e b) Amostra carregada com $+195\text{nC}$ e aterrada. Frequências de varredura: $f_v = 16,5\text{Hz}$ e $f_h = 700\text{Hz}$.

Completemos esta seção com alguns comentários sobre as curvas de corrente nas Figuras VIII.20. A primeira é governada pela eq. III.7 (válida somente para $V_s \leq 0$), repetida abaixo,

$$I(t) = I_p (1 - \sigma [E_{ef}(t)]) \quad (\text{VIII.2})$$

onde $E_{ef}(t) = E_p + eV_s(t)$. Ela acompanha o comportamento de $\sigma[E_{ef}(t)]$

(maior que um neste caso) que cresce, passa por um máximo e depois decresce pelo fato da energia efetiva variar continuamente de um valor inicial dado por $E_{ef,i} = 900-800 = 100\text{eV} < E_{p,m} \cong 400\text{eV}$ para o Teflon FEP, até um valor final $E_{ef,f} \cong 900\text{eV} = E_p$.

Quando o potencial de superfície começa a ficar positivo, o campo elétrico entre a tela metálica e a superfície não metalizada da amostra inverte de sentido e alguns dos elétrons emitidos começam a ser recapturados; processo este que somente é interrompido quando o número dos recolhidos atinge um valor tal que $I(t) = I_p + I_\sigma(t) + I_{re}(t) = 0$ (o que constitui o mecanismo de auto-regulação, discutido na Seção IV.7). Como esse mecanismo é deflagrado simultaneamente em todos os pontos da superfície, se a deposição foi feita de maneira uniforme (como é o caso), e num intervalo de tempo pequeno quando comparado com a duração total do experimento, a corrente cai bruscamente para zero, aparecendo então um degrau na curva, cuja altura dependerá do ponto em que estava a corrente quando V_s passou pelo zero. O potencial de superfície estabiliza-se porque, se continuasse subindo, mais elétrons emitidos seriam recolhidos, a amostra começaria a ser carregada negativamente, o potencial cairia e o equilíbrio restabelecer-se-ia.

A curva na Fig. VIII.20b, por outro lado, é governada pela eq. III.13 (válida para $V_s > 0$), também repetida abaixo,

$$I(t) = I_p \left\{ 1 - \sigma[E_{ef}(t)] \int_{eV_s}^{E_{ef}} g(E') dE' \right\}, \quad (\text{VIII.3})$$

onde o coeficiente σ é agora modulado pela integral $\int_{eV_s}^{E_{ef}} g(E') dE'$ (comparar as equações VIII.2 e VIII.3), que representa a fração dos emitidos que realmente contribue para a corrente $I(t)$, porque é a fração dos que conseguem escapar de vez da superfície.

No caso considerado, a energia efetiva dos elétrons, quando começamos descarregar a amostra, é igual a $900 + 800 = 1700\text{eV}$ (eq. III.2) e a final igual a $900 + 0^+ \cong 900\text{eV}$, de modo que o coeficiente σ cresce de 1,08 a 1,62 (Ver

Cap. X). O valor da integral $\int_{eV_s}^{E_{ef}} g(E')dE'$, por sua vez, permanece pequeno enquanto eV_s for maior que 50eV (varia na faixa de 0,1 a 0,2). Em vista destas considerações a parcela que predomina na eq. VIII.3, pelo menos enquanto eV_s for maior que 50eV, é a da corrente I_p , daí o fato da corrente $I(t)$ variar pouco durante a maior parte do descarregamento. Quando V_s , decrescendo, passa pelo 50eV, o número dos emitidos que conseguem escapar da superfície aumenta rapidamente (ou o número dos recolhidos diminui rapidamente). E no momento em que o número dos incidentes igualar o número dos recolhidos mais emitidos, a corrente cairá bruscamente para zero e o potencial de superfície estabilizar-se-á num valor ligeiramente acima de zero volts. Se o potencial de superfície continuasse a cair, mais elétrons emitidos conseguiriam escapar definitivamente da superfície, a amostra começaria a se carregar positivamente e o equilíbrio restabelecer-se-ia. É o mesmo mecanismo de auto-regulação, já descrito anteriormente, atuando desta vez no sentido contrário.

Para fins de comparação é interessante esquematizar o que descrevemos lançando mão da função distribuição de energia da totalidade dos elétrons emitidos, $g(E')$, normalizada. Nas figuras VIII.21 as áreas hachuradas representam a fração dos emitidos que deixam de vez a superfície e que por isso contribuem para a corrente $I(t)$; as áreas não hachuradas, conseqüentemente, representam a fração dos que são recapturados pela superfície pelo fato dela estar positiva. As correntes em cada caso estão representadas por setas de diferentes tamanhos. Observe que ao nos aproximarmos da fase final do carregamento e do descarregamento o número dos que escapam, respectivamente, diminui e aumenta até que $I_G + I_{re} = -I_p$.

CARREGAMENTO

Fase Inicial: $V_{s,i} < 0$

Fase Final: $V'_{s,f} = 0^+ \text{ V}$

DESCARREGAMENTO

Fase Inicial: $V'_{s,i} > 0$

Fase Final: $V_{s,f} = 0^+ \text{ V}$

Fig. VIII. 21 Diagrama esquemático, mostrando através de áreas hachuradas, a fração da totalidade dos emitidos pela superfície de uma amostra de Teflon FEP ir radiada com elétrons de 900 eV , que escapam de vez da superfície durante as fases inicial e final do carregamento e descarregamento.

O mecanismo de auto-regulação atuou em ambas as situações (embora em sentidos contrários) porque a energia $E_p = 900\text{eV}$ era menor que a energia do 2º ponto de cruzamento do Teflon FEP, que é igual a 1880eV (Ver Cap. X). Se E_p fosse maior que E_{II} , a curva na Fig. VIII.20a não apresentaria o degrau, i.e., continuaria caindo suavemente para zero (Ver Seção IV.3), e na Fig. VIII.20b a curva de corrente ainda apresentaria uma queda abrupta, embora interrompida antes de chegar a zero (Fig. VIII.22).

Fig. VIII. 22 Corrente através da amostra apresentando uma queda brusca que é interrompida no instante t' antes que chegue a zero.

A razão para isso é que, se E_p fosse maior que E_{II} , σ ainda seria menor que um quando o potencial de superfície atingisse o zero volts. Consequentemente $I(t)$ seria diferente de zero nesse instante e a amostra, que vinha se descarregando até então, começaria a carregar-se negativamente até que $E_{ef} = E_p + eV_s = E_{II}$. De sorte que a partir do instante em que V_s passasse pelo zero a corrente começaria a cair suavemente para zero. Se fôssemos, por exemplo, descarregar a amostra aterrada da Fig. VIII.19c, cujo potencial de superfície é $+800$ volts, com elétrons de 2100eV , ela se carregaria negativamente até que ficasse submetida a uma diferença de potencial de -220 volts (considerando $E_{II} = 1880\text{eV}$).

As Figuras VIII.23 ilustram algumas fases do processo.

Fig. VIII.23 Diagrama mostrando a evolução do potencial de superfície de uma amostra de Teflon FEP, cujo potencial de superfície inicial é +800V, quando irradiada com elétrons de 2100 eV.

Porém o fato mais curioso (e que nos intrigou por um bom tempo) é que o aparecimento do degrau nas curvas de descarga (Fig. VIII.20b ou Fig. VIII.22) independe da maneira como a deposição tenha sido feita, i.e., ele aparecerá quer a deposição tenha sido feita uniformemente quer não. Uma possível explicação para isso é a seguinte: Imaginemos a amostra da Fig. VIII.19c, carregada com +800 volts, sendo bombardeada com um feixe difuso cuja densidade de corrente medida numa seção reta do feixe se comporte como aquela dada na Fig. VIII.2. Como a densidade de corrente é maior no centro do feixe, a região central da amostra começa a ser descarregada mais rapidamente que as bordas, o que provoca uma deformação nas linhas de campo que acaba trazendo uma certa compensação para a não-uniformidade da deposição, uma vez que o feixe passa a ser desviado em direção às bordas (Fig. VIII.24). Com isso as diferenças entre os potenciais de superfície, considerando diversas regiões da amostra, não devem ser muito acentuadas quando o descarregamento estiver se aproximando do final, de modo que a estabilização do potencial de superfície em toda a área irradiada poderá ocorrer rapidamente e o degrau continuará aparecendo (Notemos que a deformação das linhas de campo também ocorre durante o carregamento, se a deposição não for

feita uniformemente, entretanto o desvio do feixe é agora no sentido de acentuar ainda mais a desuniformidade da deposição).

Fig. VIII.24 Diagrama mostrando deformação nas linhas de campo elétrico pelo fato da amostra não estar sendo descarregada de maneira uniforme.

VIII.9. A calibração do capacitor vibrante

Se a amostra vibra senoidalmente em torno da posição de equilíbrio, com amplitude $\delta \ll D$ (Ver Fig. VII.6), e se E é o campo elétrico (modulado) entre a tela metálica e a superfície livre da amostra, pode-se mostrar ^(67,89) que a corrente induzida pela vibração tem, além de componentes contínuas, duas componentes alternadas, das quais uma (a que nos interessa) está em quadratura com o campo E . Esta componente produz uma tensão alternada, $V'_R(t)$, no resistor R de medida (Ver Fig. VII.6), cujo valor eficaz é dado pela eq. VII.1 reescrita abaixo,

$$V'_R(t) = k\omega V_s(t) \quad , \quad \text{(VIII.4)}$$

onde ω é a frequência angular da vibração e V_s é o potencial de superfície definido pela eq. III.3 (Ver Seção VII.2.3). V'_R pode ser medido, como vimos no Cap.VII, por meio de um amplificador lock-in (detector síncrono) sintonizado com $V'_R(t)$.

A relação de proporcionalidade entre V'_R e V_s prevista pela eq. VIII.4 facilita enormemente a calibração do sistema de medida de potencial de superfície pois, em princípio, basta medir a resposta V'_R com o amplificador lock-in para dois valores de V_s conhecidos para que a constante de proporcionalidade k_w fique determinada. Além disso ela nos fornece, também, uma maneira cômoda de testar todo o sistema de medida, não só após a sua montagem como também antes do início de cada sessão experimental que envolva medida de potencial de superfície.

Os primeiros testes com o sistema foram feitos tanto à pressão atmosférica quanto no vácuo, utilizando um disco metálico no lugar da amostra. Aplicando diferentes polarizações no disco metálico e usando um registrador acoplado à saída do amplificador lock-in para registrar a amplitude das respostas, pudemos constatar que, quando tudo está bem ajustado, a amplitude da resposta é, de fato, proporcional à polarização aplicada. Resultados idênticos foram conseguidos utilizando, no vácuo, amostras de polímeros metalizadas numa única face que haviam sido prévia e completamente descarregadas. O cuidado adicional neste caso é aplicar a polarização somente depois que a câmara de amostras tiver sido despressurizada, a fim de evitar as rupturas de Paschen que carregariam a amostra se permitíssemos que ocorressem (Ver Seção VIII.7).

A partir dessas experiências, aplicar polarizações variadas numa amostra descarregada e observar as amplitudes das respostas tanto no amplificador lock-in quanto no registrador, antes do início de uma sessão experimental que envolva medida de potencial de superfície, passou a ser o procedimento padrão não só para calibrar o sistema, isto é, determinar a constante de proporcionalidade, k_w , na relação VIII.4, como também para selecionar, em cada um dos instrumentos supracitados, a sensibilidade mais indicada em cada situação.

VIII.10. Medidas com o capacitor vibrante

Uma vez feita a calibração do capacitor vibrante é preciso verificar, pelo menos uma vez, se a medida fornecida pelo amplificador lock-in num dado instante, enquanto uma amostra está sendo carregada uniformemente pelo feixe eletrônico, corresponde realmente ao potencial da superfície naquele instante. Uma maneira de verificar isto consiste em determinar V_s a partir da capacitância da amostra e da área abaixo da curva da corrente que a atravessa e comparar o resultado assim obtido com aquele fornecido pelo amplificador lock-in. A Fig. VIII.25, por exemplo, mostra os registros das evoluções temporais da corrente atravessando uma amostra de Teflon FEP de 0,25nF de capacitância, polarizada com -750 volts, e do potencial na sua superfície não metalizada, obtidos simultaneamente com um registrador de dois canais, enquanto está sendo varrida com elétrons de 850eV.

Na Tabela VIII.1 estão os potenciais que foram determinados a partir da capacitância da amostra e da área abaixo da curva de corrente (eq. IV.10) e os que foram obtidos com o amplificador lock-in (gráfico $V_s(xt)$), considerando quatro instantes. Como podemos notar, os potenciais obtidos tanto de um quanto do outro modo, para um dado instante, são praticamente idênticos.

TABELA VIII.1: Potenciais da superfície medidos por dois métodos diferentes.

t(s)	12,0	28,8	36,0	60,0
$V_s(V)$				
$V_s = \frac{Q(t)}{C} - 750$	-660	-387	-279	-49
V_s (lock-in)	-658	-385	-277	-45

Fig. VIII.25 Corrente e potencial de superfície em função do tempo numa amostra de Teflon FEP de 0,25 nF de capacitância, polarizada com -750 V e irradiada com elétrons de 850 eV. Frequências de varredura: $f_v = 16,5$ Hz e $f_h = 700$ Hz. Frequência de vibração: 250 Hz.

A mesma amostra foi então aterrada, descarregada e reirradiada com elétrons de 3500eV; as conclusões foram as mesmas, i.e., os potenciais (considerando quatro instantes diferentes) determinados a partir da capacitância e da área abaixo da curva de corrente e aquele medido com o amplificador lock-in, que é lido na curva V_{sxt} (Fig. VIII.26) são, de novo, praticamente idênticos (Ver Tabela VIII.2).

TABELA VIII.2: Potenciais de superfície medidos por dois métodos diferentes.

t(s)	80	160	260	380
$V_s(V)$				
$V_s = \frac{Q(t)}{C}$	-428	-800	-1116	-1336
V_s (lock-in)	-420	-806	-1125	-1356

Fig. VIII. 26 Corrente e potencial de superfície em função do tempo numa amostra de Teflon FEP de 0,25 nF de capacitância e inicialmente descarregada, enquanto estava sendo irradiada com elétrons de 3500 eV.

CAPÍTULO IX

A INFLUÊNCIA DA CARGA DA AMOSTRA SOBRE A EMISSÃO SECUNDÁRIA

IX.1 Introdução

No decorrer do capítulo anterior analisamos e mostramos como pudemos resolver alguns dos problemas encontrados por Gross ⁽⁴¹⁾ e colaboradores durante os experimentos que realizaram em 1985 para medir, pela primeira vez, a emissão secundária em polímeros, segundo o método descrito por von Seggern ⁽⁴⁰⁾.

Tendo, por exemplo, mostrado na seção VIII.4 que, cobrindo a abertura sobre a amostra com uma tela metálica, poderíamos obter a corrente negativa através da amostra quando fosse irradiada por elétrons cuja energia efetiva inicial estivesse abaixo da energia (E_1) do primeiro ponto de cruzamento, ficou mostrado também que seria possível obter a seção I (Ver Fig. I.4) da curva $\sigma x E$ como previra von Seggern (Ver Seção I.3).

Na Seção VIII.5 ficou evidenciado que a ausência do degrau na curva de corrente através da amostra, que era esperado quando a energia inicial dos elétrons que nela incidiam (E_{eff}) e a energia dos primários (E_p) estivessem abaixo da energia (E_{II}) do 2º ponto de cruzamento, devia ser atribuída ao fato da deposição de carga não ter sido feita de maneira rigorosamente uniforme, porque com uma deposição uniforme o degrau pôde ser observado.

Por outro lado, pela teoria de von Seggern, a corrente do feixe podia ser obtida, como o foi na Alemanha, a partir da própria curva de descarga da amostra (quando carregada positivamente). Entretanto, ao escrevermos uma expressão mais geral para a corrente através da amostra (eq. III.4), mostramos que a corrente do feixe não poderia ser obtida a partir daquela curva; seria preciso medi-la com um copo de Faraday (Ver Cap. VII Seção VII.2.1). Além do mais não foi tomada, na montagem original utilizada por eles, nenhuma precaução para impedir a captura (quando a amostra estivesse carregada positivamente) de secundários ou terciários gerados nas mais diversas partes do acelerador, fato este que poderia

falsear ainda mais a medida da corrente do feixe. Esta precaução, como pudemos constatar no decorrer do trabalho, é essencial. A curva de corrente de descarga que aparece na Fig. VIII.20b., por exemplo, que foi obtida polarizando positivamente a tampa que sustenta a tela metálica, para impedir que boa parte dos secundários gerados nela ou na tela fossem capturados pela amostra (apesar da blindagem oferecida pela tela), teria um aspecto diferente sem essa precaução. Da mesma forma as polarizações adotadas para operar o copo de Faraday também foram escolhidas de modo a minimizar esse efeito.

Tendo, então, introduzido a tela metálica na abertura sobre a amostra, uniformizado a deposição de carga e montado um dispositivo adequado para medir corretamente a corrente do feixe, restava-nos apenas repetir as medidas feitas na Alemanha, para observar se as curvas de emissão secundária levantadas segundo o método descrito por von Seggern ainda continuavam divergindo daquelas obtidas por outros métodos e encontradas na literatura.

IX.2. O Coeficiente de emissão total para o Teflon FEP em função da energia dos elétrons incidentes, medido segundo o método descrito por von Seggern.

Os pontos das curvas tracejadas na Fig. IX.1 representados por pequenos círculos vazios foram obtidos a partir de medidas que realizamos com uma amostra de Teflon FEP de 50 μ m de espessura e área metalizada de 30mm de diâmetro, utilizando o método descrito por von Seggern (que designamos "Método de Medida Dinâmica"), cuja teoria está desenvolvida no capítulo IV. Nós os determinamos por meio da eq. IV.1 usando dados conseguidos com o auxílio da montagem esquematizada na Fig. VII.6. Para obter a seção entre os pontos de cruzamento, a amostra foi polarizada com -1750V e varrida com um feixe de elétrons de energia $E_p = 1800\text{eV}$ à razão de 33 quadros/s ; para obter a seção que está à direita do 2º ponto de

Fig. IX.1 Coeficiente de emissão secundária total em função da energia. As curvas cheia e tracejadas foram construídas, respectivamente a partir de medidas realizadas pelo método do pulso tradicional e método dinâmico irradiando amostras de Teflon FEP.

cruzamento a amostra foi descarregada, aterrada e, em seguida, varrida com um feixe de elétrons de energia $E_p = 3500\text{eV}$ à razão de 29,4 quadros/s.

A curva cheia é o resultado de medidas feitas por Krainsky ⁽¹⁰²⁾ e colaboradores pelo método convencional do pulso. Conforme se pode notar, os valores de σ obtidos segundo o método de medida dinâmica continuam, considerando a região em torno do máximo, acentuadamente abaixo dos esperados. As modificações introduzidas não foram, portanto, suficientes para resolver a divergência entre as medidas efetuadas pelos dois métodos. Aparentemente existe algum fator que está modulando a emissão nessa região. Além do mais a seção entre os pontos de cruzamento e aquela à direita do 2º ponto de cruzamento não se encontram (pelo menos nesta experiência).

IX.3. Primeira evidência de que a carga na amostra pode interferir na emissão secundária.

Restava apenas um ponto a ser investigado na tentativa de esclarecer a questão. Von Seggern, ao formular sua teoria, admitira implicitamente que a carga acumulada pela amostra enquanto estivesse sendo irradiada pelo feixe eletrônico não interferia no mecanismo da emissão secundária. Para verificar a validade desta hipótese, ocorreu-nos a seguinte idéia. Começemos fixando nossa atenção na parte da curva $\sigma x E$ entre os pontos de cruzamento. Se seguirmos as recomendações estabelecidas na seção IV.3, a fração da curva entre esses pontos que pode ser construída, de uma vez, utilizando o método de medida dinâmica, depende da energia efetiva inicial dos elétrons que fixarmos. Quanto mais próximo de E_i estiver a $E_{ef,i}$, maior será a fração da curva que poderá ser obtida (Ver Fig.IV.2). Isto posto podemos colocar agora a seguinte questão: Os gráficos de $\sigma x E$, no intervalo considerado, construídos a partir de dados obtidos de experiências realizadas como se sugeriu em IV.3 mas usando diferentes energias efetivas iniciais, superpor-se-ão?

A pergunta procede pela seguinte razão. A partir do que foi exposto no Cap.III é fácil mostrar que a carga acumulada pela amostra (enquanto está sendo irradiada pelo feixe eletrônico) do instante em que iniciamos a irradiação até o momento em que a energia efetiva dos elétrons atinge um certo valor E_x , correspondente a $\sigma = \sigma_x$, depende da energia efetiva dos elétrons no início da irradiação ($E_{ef,i}$). De fato, pela eq. III.3, a carga acumulada pela amostra pode ser escrita como $Q = CU = C [V_{sx} - V_r]$ (onde V_{sx} é o potencial de superfície da amostra no instante em que a energia efetiva passa pelo valor E_x e V_r a polarização aplicada na amostra) ou, ainda, usando as equações III.2 e IV.2, como:

$$Q = \frac{C}{e} [E_x - E_{ef,i}] \quad (IX.1)$$

De modo que, se determinarmos σ para uma dada energia a partir de experiências em que foram utilizadas diferentes energias efetivas iniciais, os vários valores encontrados poderão diferir entre si no caso da carga acumulada interferir na emissão. Como esse raciocínio independe da energia escolhida, podemos dizer agora, respondendo à questão inicialmente proposta, que experiências realizadas como se sugeriu na seção IV.3, mas em que foram empregadas diferentes energias efetivas iniciais, conduzem a segmentos de curvas $\sigma x E$, cuja superposição dependerá do fato da carga acumulada interferir ou não na emissão secundária.

Seguindo essa idéia nos propusemos, a fim de estudar o problema da superposição, construir a 2a. seção da curva $\sigma x E$ (ou parte dela) para o Teflon FEP a partir de dados obtidos de três experiências (realizadas com uma amostra de 50 μ m de espessura e 0,25nF de capacitância) em que foram usadas as energias efetivas iniciais de 50, 100 e 500 elétron-volts, respectivamente.

Os resultados, apresentados na Fig. IX.2, foram ao mesmo tempo surpreendentes e intrigantes. Surpreendentes porque não havíamos pensado na possibilidade de acontecer uma superposição parcial e intrigantes porque, embora esses resultados constituíssem a primeira evidência que tivemos de que a carga armazenada pela amostra, enquanto está sendo irradiada, poderia de alguma forma

ser a responsável pelas diferenças observadas entre as cruvas levantadas pelo método tradicional do pulso e método de medida dinâmica, o efeito parecia não ser cumulativo, porque depois dos 1000eV (neste caso), o comportamento da emissão passou a independender da quantidade da carga armazenada pela amostra, uma vez que as três curvas praticamente se superpuseram na faixa de 1000 e 1800 elétrons-volts.

Fig. IX.2 Curvas de coeficiente de emissão secundária total, para o Teflon FEP, em função da energia, construídas a partir de medidas obtidas pelo método dinâmico, usando diferentes energias efetivas iniciais (50 eV, 100 eV e 500 eV).

O que acabamos de dizer pode ser melhor compreendido através da Tabela IX.1, onde apresentamos valores de σ , correspondentes às energias de 500 e 1000 elétrons-volts, em função da carga acumulada pela amostra (determinada pela eq. IX.1) durante o intervalo em que a energia efetiva variou de um certo valor inicial ($E_{ef,i}$) a 500 e a 1000 elétrons-volts, respectivamente.

TABELA IX.1: Comportamento de σ em função da carga acumulada na amostra

$E_{ef,i}$ (eV)	Carga acumulada durante o intervalo em que a E_{ef} variou de $E_{ef,i}$ a 500 eV. (nC)	σ (para $E_{ef} = 500\text{eV}$)
500	0	2,16
100	100	1,90
50	112	1,75
	Carga acumulada durante o intervalo em que a E_{ef} variou de $E_{ef,i}$ a 1000eV. (nC)	σ (para $E_{ef} = 1000\text{eV}$)
500	125	1,49
100	225	1,49
50	237	1,49

A tabela nos mostra que a emissão secundária, considerando elétrons incidentes de 500eV, sofre redução quando a medida é feita com a amostra cada vez mais carregada (positivamente), ao passo que, considerando elétrons incidentes de 1000eV, independe do fato da amostra estar mais ou menos carregada.

As considerações feitas até aqui nos levam a concluir que pode (ou deve) haver alguma relação entre carga acumulada e redução da emissão secundária mas a quantidade de carga não deve ser o único fator relevante. Esta afirmação vale também com relação a Fig. IX.1. Se calcularmos a redução que sofre σ , correspondente a uma dada energia, quando passamos da curva cheia para a curva tracejada notaremos que ao caminharmos no sentido das energias crescentes, começando pouco acima de E_1 , a redução sofrida por σ crescerá, passará por um máximo (em torno de $\sigma = \sigma_{\text{máx}}$) e depois irá diminuindo, mesmo com a carga na amostra (dada pela eq. IX.1) crescendo continuamente. Por exemplo, as reduções de σ correspondente às energias de 200, 375 (em que $\sigma = \sigma_{\text{máx}}$) e 700 elétron-volts,

quando passamos de uma curva para a outra, são, respectivamente, de 22,8% , 25,2% e 13,4%, enquanto a carga cresce continuamente de 37nC para 162nC.

A redução mais acentuada em torno do máximo sofrida por σ , que acontece quando a medida é feita pelo método descrito por von Seggern, não é uma propriedade exclusiva do Teflon FEP, pois comportamento muito semelhante também pôde ser observado no Mylar, conforme podemos notar na Fig. IX.3. Os pontos representados por círculos foram obtidos pelo método do pulso descrito no Cap.V. Os pontos representados por cruzeiros foram obtidos pelo método dinâmico, iniciando a irradiação com $E_{ef,i} = 100\text{eV}$ ($E_p = 1000\text{eV}$ e $V_r = -900\text{V}$). Para ambas as medidas utilizamos uma amostra de Mylar de $36\mu\text{m}$.

Fig. IX. 3 Coeficiente de emissão secundária total, para o Mylar (PET), em função da energia. Os pontos representados por círculos e cruzeiros foram obtidos, respectivamente, pelo nosso método do pulso e método dinâmico.

O interessante nesse caso é que as duas curvas se superpõem perfeitamente depois dos 500eV, o que não aconteceu com o Teflon FEP mesmo quando os pontos representados por círculos na Fig. IX.1 foram justapostos com outros que obtivemos pelo método do pulso introduzido no Cap. V (Entretanto a diferença em torno de 3% na faixa de 1000 a 1800 elétron-volts entre as medidas realizadas pelos dois métodos está muito próxima do próprio erro experimental para que se possa concluir algo).

IX.4. Os fatores responsáveis pela redução na emissão secundária.

Se a diferença fundamental entre o método do pulso e o dinâmico reside no fato de que no primeiro a medida é feita com a amostra descarregada e no outro com a amostra carregada e a redução em σ foi observada justamente quando se utilizou o segundo método, nada mais natural supor, numa primeira abordagem, que houvesse alguma relação entre carga acumulada pela amostra e redução na emissão secundária. A interferência na emissão poderia ser provocada pelos buracos em excesso, criados pelos elétrons emitidos, que se ofereceriam como centros adicionais de recombinação, de modo que elétrons dirigindo-se para a superfície por difusão poderiam ter reduzida sua probabilidade de escapar do material. A recombinação proporcionada pelos buracos em excesso exerceria, então, uma modulação sobre a emissão secundária. Quanto mais buracos em excesso existisse no caminho dos elétrons secundários que se dirigem para a superfície maior seria a modulação.

Mas enquanto os dados constantes da primeira metade da Tabela IX.1 reforçam essa hipótese aqueles da segunda metade nos dizem o contrário, ou seja, que a quantidade de carga em excesso não deve ser o único fator relevante, uma vez que nos mostram que a emissão é menos modulada exatamente na faixa de energia dos incidentes em que a amostra está mais carregada (Ver gráficos nas Figuras IX.1 e IX.2).

Uma maneira de conciliar esses fatos é imaginar a carga (positiva) acumulando-se e deslocando-se simultaneamente à medida que o campo elétrico no interior da amostra cresce. Com isso a quantidade de buracos em excesso que se interpõe entre aqueles elétrons que têm alguma probabilidade de escapar e a superfície do material pode, com o passar do tempo, diminuir em vez de continuar crescendo, apesar do total da carga em excesso crescer. A partir desse ponto a modulação sobre a emissão secundária iria perdendo sua força.

O movimento dos portadores, nesse caso, é possível porque a região do dielétrico na qual o feixe penetrou exibe propriedades diferentes daquelas da região não-irradiada (Ver Ref. 11, Seção 4.3.1.3); a mobilidade dos portadores, por exemplo, é mais alta na região irradiada que na região não-irradiada ^(8,103) (E ela pode até mesmo variar com a taxa de radiação ⁽⁸⁾ ou com a concentração dos portadores ⁽¹⁰⁴⁾). Uma lâmina de carga positiva numa região continuamente irradiada de uma amostra de Teflon FEP de 50 μm de espessura, submetida a uma diferença de potencial de 100 volts, por exemplo, deslocar-se-ia cerca de 2000 $\text{\AA}$ em um segundo se admitirmos uma região irradiada com profundidade maior que 2000 $\text{\AA}$ e uma mobilidade de $10^{-9} \text{ cm}^2/\text{V.s}$ (que é um valor realista ⁽¹⁰⁵⁾, ao passo que avançaria muito pouco na região não-irradiada (onde $\mu = 10^{-17} \text{ cm}^2/\text{V.s}$, no caso do Teflon), pois aí as cargas seriam rapidamente capturadas por armadilhas profundas ⁽¹⁰⁶⁾).

Voltando agora ao problema e para entender melhor o que se passa, dividamos a amostra em três regiões. A primeira região vai da superfície de incidência até a profundidade de escape média, λ (Ver p.21), que corresponde, aproximadamente, ao alcance dos elétrons incidentes com energia $E = E_{p,m}$ responsáveis pelo máximo de emissão (Ver Ref. 42, p. 425). Essa é a região em que os secundários gerados têm relativamente maior probabilidade de escapar. A modulação sobre a emissão secundária irá se acentuando enquanto a nuvem de buracos, em crescimento, permanecer restrita a essa região, porque grande parte dos secundários com boa probabilidade de escapar será gerada dentro da própria nuvem, podendo portanto sofrer recombinação.

Mas a região irradiada e, conseqüentemente, a frente da nuvem de buracos avançam à medida que a energia dos incidentes cresce, de maneira que, depois de algum tempo, quando os incidentes tiverem energia $E > E_{p,m}$, a nuvem passa a ocupar, pouco a pouco, a segunda região que fica entre a profundidade de escape média, λ , e a profundidade de escape máxima, T . A carga em excesso continuará aumentando porém a população de buracos na primeira região diminui enquanto cresce na segunda. Isto é equivalente a dizer que a modulação sobre os elétrons com maior probabilidade de escapar diminui, ao mesmo tempo que aumenta sobre aqueles que, por estarem sendo gerados à profundidade maiores que λ , já têm pouca probabilidade de escapar. Como resultado a redução sofrida por σ passa a decrescer.

Buracos (em excesso) continuarão sendo criados na primeira região mas não poderão aí se acumular, pois serão rapidamente arrastados para a segunda região, uma vez que o campo elétrico também está aumentando.

A partir do momento em que os elétrons incidentes tiverem energia suficiente para ultrapassar a profundidade T , a nuvem de buracos, que caminha à medida que a frente da região irradiada avança, deixará de interferir na emissão, uma vez que não mais ocupará a região em que os secundários gerados têm alguma probabilidade de escapar. A região acima da profundidade T passa a se comportar como se fosse quase virgem. Isto explica porque as três curvas da Fig. IX.2 se juntaram depois que a energia dos incidentes passou dos 1000eV (ou dos 500eV, na Fig. IX.3). A interferência residual que se nota na Fig. IX.1 (se não for erro experimental) fica por conta dos buracos continuamente gerados na primeira região (principalmente) que estão em trânsito, dirigindo-se para o fundo da zona irradiada.

IX.5 Profundidade de escape média e máxima dos secundários.

Do que foi exposto no item anterior podemos concluir que a

profundidade T , aproximadamente igual a $750\text{\AA}$ no caso dos isolantes (Ver Cap. II, p. 20), deve corresponder ao alcance (dentro do Teflon FEP) dos elétrons com energia $E \cong 1000\text{eV}$. Para verificar se isto é correto, admitamos que o alcance seja dado pela equação II.7, $R = CE_p^{n+1}$, com n (determinado experimentalmente no Cap. X) igual a 0,74 no caso do Teflon FEP. Assim,

$$R = CE_p^{1,74}, \quad (\text{IX.2})$$

onde C é uma constante.

Usando, agora, a eq. IX.2 e mais o fato de que, segundo von Seggern ⁽¹⁰⁷⁾, elétrons de 3keV penetram, em média, $5000\text{\AA}$ no Teflon FEP, podemos estimar a penetração média dos elétrons incidentes com energia de 1keV em cerca de $740\text{\AA}$. Este valor concorda surpreendentemente bem como o valor esperado de $750\text{\AA}$.

Segundo Seiler ⁽⁴⁵⁾, por outro lado, a profundidade média de escape é cerca de $T/5$, o que daria para o Teflon, $\lambda = 148\text{\AA}$, se considerarmos $T = 740\text{\AA}$. Além disso, λ é também, aproximadamente, o alcance dos elétrons com energia igual àquela para a qual a emissão é máxima (Ver Ref. 42, p. 425). Como $\sigma = \sigma_{\text{máx}}$ para $E = 375\text{eV}$, no caso em questão (Ver Fig. IX.1), o alcance dos elétrons com 375eV deve estar em torno de $148\text{\AA}$. Este valor concorda razoavelmente com aquele ($R \cong 134\text{\AA}$) que encontraríamos se usássemos a eq. IX.2 e mais a informação fornecida por von Seggern, para calcular a penetração média de elétrons de 375eV no Teflon FEP.

Dentro da mesma linha de raciocínio podemos calcular, também, a profundidade alcançada pela nuvem de buracos, que por hipótese acompanha a frente da zona irradiada, depois que a amostra armazenou o máximo de carga positiva. Neste caso, a energia efetiva final, considerando a experiência que nos permitiu levantar a curva tracejada entre os pontos de cruzamento da Fig. IX.1 em que a amostra de Teflon FEP, polarizada com -1750volts , foi irradiada com elétrons de energia $E_p = 1800\text{eV}$ (que é menor que E_{p}), é também de 1800eV (calculada pela

eq. III.2). Isto porque o potencial de superfície, depois que a amostra acumulou o máximo de carga, estabilizar-se-á, por força do mecanismo de auto-regulação (Ver Seção IV.7), em torno de zero volts. A penetração média desses elétrons, calculada da mesma forma que fizemos acima, estará em torno de $2000\text{\AA}$, que corresponde a menos de 0,5% da espessura de $50\mu\text{m}$ da amostra utilizada. Isto vem confirmar o que dissemos na Seção VIII.8, quando medidas de capacitância feitas por dois métodos distintos, também com uma amostra de $50\mu\text{m}$, nos levaram a concluir que a carga positiva estava acumulada numa região muito próxima da superfície.

IX.6. A carga negativa e a redução na emissão secundária.

Até aqui tratamos da modulação exercida pela carga positiva em excesso na amostra, que aparece quando vamos levantar a seção da curva $\sigma x E$ entre os pontos de cruzamento pelo método-dinâmico, mas nada dissemos sobre o papel da carga negativa, mais especificamente sobre os secundários gerados pelos elétrons incidentes ao penetrarem na amostra e os elétrons injetados pelo feixe.

Dos secundários gerados que, dependendo da energia dos incidentes podem ser em grande número uma vez que a energia necessária para criar um par elétron-buraco está na faixa de 10 a 100 elétron-volts ^(108,109) (Ver, também, Ref.42, p.420), alguns são emitidos deixando para trás buracos não compensados, que acabam sendo arrastados pelo campo elétrico para o fundo da zona irradiada, e outros recombinam-se novamente. Se não houvesse recombinação tanto o número de buracos como o de elétrons (não ligados) cresceriam, embora não igualmente, e aí ambos poderiam interferir no mecanismo da emissão secundária. Todavia não deve ser isto o que acontece desde que em condições quase-estacionárias a taxa de recombinação iguala àquela de ionização ⁽⁸⁾.

Num processo de irradiação contínua, os secundários que estão difundindo-se pelo material poderiam perder energia interagindo com elétrons do próprio feixe ou com secundários que, momentaneamente, estivessem aprisionados

em armadilhas (não recombinados, portanto), porém o número desses elétrons é muito menor que o número de elétrons ligados que estão disponíveis no material, de modo que não devem afetar significativamente a emissão. Por outro lado, os elétrons injetados pelo feixe, uma vez tendo perdido sua energia, movimentam-se em sentido contrário ao dos buracos (embora com mobilidade menor que estes ⁽¹¹⁰⁾) com os quais se misturam. Dessa forma ou são neutralizados (recombinando-se) ou são compensados.

Com esses argumentos a hipótese de que a modulação sobre a emissão secundária, enquanto a amostra está sendo carregada positivamente, deve estar sendo feita pelos buracos em excesso adquire mais força. Mas, experiências que realizamos (Ver Seções IX.7 e 8) nos levam a acreditar que mesmo no caso em que a amostra está sendo carregada negativamente a modulação sobre a emissão ainda é feita pelos buracos.

IX.7 A carga negativa em excesso e a redução na emissão secundária.

A carga negativa em excesso surge quando estamos construindo, pelo método dinâmico, a seção da curva $\sigma x E$ à direita do segundo ponto de cruzamento, que corresponde à energia de 1880eV, no caso do Teflon FEP (Ver Cap. X). Imaginemos, agora, uma situação concreta em que uma amostra desse material, aterrada, está sendo irradiada com elétrons de 3keV. Como já foi explicado uma vez (Seção IV.4), a amostra começa a carregar-se negativamente (pois, se $E_p > E_{II}$, $\sigma < 1$), o potencial de superfície vai ficando cada vez mais negativo e a energia efetiva, por sua vez, vai decrescendo até alcançar a energia do segundo ponto de cruzamento, quando então o carregamento da amostra é interrompido porque a corrente através dela cai para zero.

A carga injetada permanece, aproximadamente, na faixa dos 2000 aos 5000 $\text{\AA}$ pois i a profundidade média alcançada pelos incidentes no início da irradiação e uma vez cessado o carregamento está em torno de 5000 e 2000

ångstrons, respectivamente e ii) o campo elétrico que se instala na amostra é agora no sentido de levar as cargas negativas para o fundo da zona irradiada. A essa profundidade as cargas negativas não podem interferir na emissão uma vez que a profundidade de escape máxima dos secundários nos isolantes está, como já vimos, em torno de $750\text{\AA}$.

Por sua vez os buracos criados pelos secundários emitidos que são, neste caso, em menor número pelo fato de σ ser menor que um, permanecem na faixa que vai da superfície até a profundidade de $750\text{\AA}$, enquanto o campo elétrico entre as cargas negativas e a tela metálica, não conseguir retirá-los dessa região. Como esse campo é sempre muito menor que aquele que atua sobre as cargas negativas, tendo em vista que a distância da amostra à tela metálica (aterrada) que fica sobre ela é de aproximadamente 150 vezes a espessura da própria amostra, a extração far-se-á de forma bem mais lenta que no caso do carregamento positivo. De modo que, mesmo sendo gerados a uma taxa menor, poderão acumular-se principalmente no início da irradiação quando a carga na amostra, e conseqüentemente o campo elétrico (em questão), ainda são pequenos. Nesse caso é de se esperar que haja alguma interferência na emissão na fase inicial do carregamento. À medida que o campo elétrico crescesse a extração se aceleraria e a interferência deixaria de existir ou seria reduzida.

O comportamento descrito acima é, a grosso modo, o que temos observado experimentalmente, conforme pode ser visto na Fig. IX.4, onde os pontos que estavam à direita do segundo ponto de cruzamento na Fig. IX.1 foram justapostos à curva de emissão secundária obtida pelo nosso método do pulso, descrito no Cap. V. A redução sofrida por σ considerando as energias efetivas de 3450, 3300, 2700 e 2500 elétron-volts são respectivamente, de 5% , 7% , 2,5% e 0%.

De 2500 a 1900 elétron-volts a emissão secundária aparentemente aumenta, mas a diferença da ordem de 2% entre as medidas realizadas pelos dois métodos confunde-se com o próprio erro experimental, de modo que fica difícil decidir se se trata realmente de um aumento. Este ponto somente poderá ser esclarecido, no futuro, através de um estudo experimental mais sistemático.

Fig.IX. 4 Coeficiente de emissão secundária total, para o Teflon FEP, em função da energia, para energias maiores que 1,8 keV. Os pontos representados por pequenos círculos cheios e vazios foram obtidos, respectivamente, pelo nosso método do pulso e pelo método dinâmico.

IX.8 Modulação sobre a emissão exercida pelos buracos em amostras carregadas negativamente. Evidências experimentais.

A idéia de que a carga negativa em excesso, em situações idênticas às aquelas que acabamos de descrever, não modula a emissão pôde ser reforçada através de algumas experiências simples. Para realizá-las, usamos uma amostra de Teflon FEP de 50 μ m de espessura e 0,25nF de capacitância metalizada numa única face, inicialmente virgem e presa no suporte esquematizado na Fig. VII.6. A energia dos elétrons do feixe e as polarizações utilizadas em cada caso estão indicadas nos esquemas que acompanham a descrição de cada experiência. A amostra foi varrida pelo feixe à razão de 46 ou 32 quadros por segundo, de acordo com a conveniência, e o capacitor vibrante operou a frequência de 250Hz. Para acompanhar melhor a descrição que se segue, adiantamos que a energia do 2º ponto

de cruzamento é de 1880eV e a do 1º está entre 20 e 30 elétron-volts, para o Teflon FEP (Ver Cap.X).

Experiência I

Começamos com a amostra polarizada positivamente (Fig. IX.5a). Uma vez iniciada a irradiação os elétrons emitidos são chamados de volta, a amostra começa a carregar-se negativamente e o potencial de superfície (V_s) vai ficando cada vez menos positivo até estabilizar-se num valor ligeiramente acima de zero volts, por força do mecanismo de auto-regulação pois $E_p < E_{||}$ (Ver Seção IV.7). A corrente através da amostra cai para zero e o carregamento cessa.

Nesse momento, portanto, a carga negativa acumulada é máxima.

Fig.IX. 5 Esquema para obter $Q \times E$ a partir de uma amostra carregada negativamente. a) 1ª fase: carregamento negativo, b) término do carregamento e c) início da irradiação para obter a curva $Q \times E$.

Ao fim dessa etapa (Fig.IX.5b) a carga negativa injetada deve encontrar-se, aproximadamente, na faixa que vai dos 1675 aos 5300 $\text{\AA}$ ngstrons, uma vez que estes valores correspondem, aproximadamente, às penetrações médias dos elétrons de $1600\text{eV} = E_{ef}$ e $3100\text{eV} = E_{ef,i}$ respectivamente, e o campo elétrico entre essas cargas e a face metalizada da amostra tende a conduzi-las para o fundo da zona irradiada.

A amostra é, então, aterrada e reirradiada com elétrons de 1600eV (Fig.IX.5c). Iniciada a irradiação ela começa a carregar-se positivamente, pois, como $E_i < E_{ef,i} = 100\text{eV} < E_{II}$, o número dos elétrons secundários emitidos é maior que o número dos incidentes ($\sigma > 1$). O potencial de superfície cresce (fica cada vez menos negativo) até alcançar um valor ligeiramente acima de zero volts, quando então estabiliza-se. Neste momento a amostra terá acumulado o máximo de carga positiva compatível com os parâmetros $E_{ef,i} = 100\text{eV}$ e $V_{s,i} = -1500\text{V}$.

Com as curvas de corrente através da amostra, $I(t)$, e de potencial de superfície, $V_s(t)$, registradas simultaneamente durante a irradiação, e mais a eq. IV.1 pudemos, então, levantar a seção da curva $\sigma \times E$ que vai de 100 a 1600 elétron-volts, aproximadamente (Ver Seções IV.1 e IV.3), representada por círculos cheios na Fig. IX.8.

Experiência II.

A amostra usada na Exp. I foi descarregada (Ver Seções IV.6 e IV.7.3), polarizada com -1500V e novamente irradiada.

Como da primeira vez, ela começa a carregar-se positivamente pois, de novo, $E_i < E_{ef,i} = 100\text{eV} < E_{II}$. E o potencial de superfície final estabiliza-se, mais uma vez, ligeiramente acima de zero volts, depois que a amostra armazenou o máximo de carga permitido.

Fig. IX. 6 Esquema para obter $\sigma \times E$ a partir de uma amostra polarizada negativamente.

A partir de $I(t)$, $V_s(t)$ e da eq. IV.1, pudemos obter, então, pela segunda vez mas sob condições diferentes, a seção da curva $\sigma \times E$ compreendida entre 100 e 1600 elétron-volts, representada por círculos vazios na Fig. IX.8.

Experiência III.

Ao término da Exp. II a amostra foi novamente descarregada, aterrada e reirradiada, inicialmente com elétrons de 4000eV (Fig. IX.7a). Uma vez iniciada a irradiação ela começa a carregar-se negativamente, pois, como $E_{ef,i} = 4000\text{eV} > E_{II}$, $\sigma < 1$. O potencial de superfície vai ficando negativo e, como consequência, a energia efetiva decresce (eq. III.2). Se permitíssemos, a energia efetiva variaria de 4000eV até $1880\text{eV} = E_{II}$ (Ver Seção IV.4). Nesta experiência, porém, o feixe foi bloqueado quando a energia efetiva passou pelo valor de 2500eV. Para conseguir isto, observamos, no registrador, a evolução do potencial de superfície durante a irradiação. Quando a pena alcançou a posição correspondente a $V_s = -1500$ volts, interrompemos o feixe.

Ao final desta etapa (Fig. IX.7b) a amostra está carregada negativamente e a carga em excesso (injetada) encontra-se aproximadamente na faixa dos 3640 a 8250 Ångstrons. A situação, portanto, é muito semelhante àquela encontrada ao final da 1a. fase da Exp. I; a diferença maior está na profundidade da carga injetada.

Fig. IX.7 Esquema para obter $\sigma \times E$ a partir de uma amostra carregada negativamente. a) 1ª fase: carregamento negativo, b) carregamento interrompido e c) início da irradiação para obter a curva $\sigma \times E$.

A amostra foi, a seguir, reirradiada com elétrons de 1600eV. A descrição do que acontece, uma vez iniciada a irradiação, é idêntica àquela que foi feita com relação à Fig. IX.5c. A partir dos dados obtidos e da eq. IV.1 construímos, pela 3a. vez, a seção da curva $\sigma \times E$ entre as energias de 100 e 1600 elétron-volts, representada por triângulos cheios na Fig. IX.8.

Fig. IX. 8 Coeficiente de emissão secundária total, para o Teflon FEP, em função da energia. A curva cheia e aquela representada por círculos vazios foram obtidas a partir de amostras inicialmente descarregadas. As curvas representadas por pequenos círculos e triângulos cheios foram obtidas a partir de uma amostra inicialmente - carregada com carga negativa.

A curva cheia que aparece nessa figura está também na Fig. IX.2. Ela foi obtida irradiando com elétrons de 1700eV uma amostra virgem, idêntica à utilizada nas experiências que acabamos de descrever, polarizada com -1600 volts.

Resumindo as experiências descritas, é preciso chamar a atenção, em primeiro lugar, para o fato de que os dados que nos permitiram traçar as quatro curvas da Fig.IX.8 foram obtidos a partir de amostras que estavam sendo carregadas positivamente durante a irradiação. Entretanto,

- i) A curva cheia foi obtida a partir de uma amostra virgem inicialmente descarregada.
- ii) A curva representada por pequenos círculos vazios foi obtida a partir de uma amostra inicialmente descarregada, mas que já havia sido irradiada uma vez e
- iii) As curvas representadas por pequenos círculos e triângulos cheios foram obtidas a partir de uma mesma amostra com carga negativa em excesso no início de cada experiência. As cargas negativas, considerando as duas situações, foram depositadas abaixo da profundidade de $1675\text{\AA}$.

Conclusões

1a. Como as curvas referidas em i) e ii) coincidem, concluímos que, pelo menos neste caso, o fato da amostra já ter sido usada não teve qualquer repercussão sobre o resultado.

2a. As curvas referidas em iii) nos revelam que a amostra carregada negativamente comporta-se, do ponto de vista da emissão, exatamente como se estivesse descarregada, porque elas coincidem com aquelas que foram obtidas a partir de amostras que estavam completamente descarregadas no início da irradiação e nas quais a modulação sobre a emissão havia sido feita às custas dos buracos. Portanto, mesmo com a amostra inicialmente carregada com carga negativa, a modulação sobre a emissão só pode estar sendo feita pelos buracos

que começam a se acumular, uma vez iniciada a irradiação. A explicação de como ela é feita, considerando as curvas referidas em i) e ii), é semelhante às aquelas que demos na seção IX.4.

3a. Em experiências como estas é indiferente se polarizamos a amostra, inicialmente descarregada, por meio de uma fonte, com -1500V ou se a carregamos negativamente até que seu potencial de superfície alcance igual valor, como já havia sido sugerido por von Seggern ⁽⁴⁰⁾.

4a. Uma maneira de justificar a 2a. conclusão (ou 3a.) é considerar que, de fato, na profundidade em que estão depositadas, as cargas negativas não podem exercer nenhuma influência sobre secundários que tenham alguma probabilidade de escapar.

5a. Foi dito antes que a diferença maior entre as situações esquematizadas nas figuras IX.5c e IX.7c residia na profundidade das cargas negativas injetadas. Há porém, um outro detalhe que precisa ser considerado.

A amostra na Fig. IX.5a está sendo carregada negativamente, porque os secundários emitidos são chamados de volta. Os buracos que estão sendo criados pelos incidentes são, portanto, neutralizados (recombinados) ou compensados; não se acumulam na região em que houve a emissão. E nessa região também não há elétrons em excesso uma vez que a carga negativa está depositada abaixo dela. De modo que a região da amostra na Fig. IX.5c em que os secundários têm alguma probabilidade de escapar comporta-se-á, no início da irradiação, como se fôsse virgem.

Na Fig. IX.7a, por outro lado, a amostra está sendo carregada negativamente e buracos estão sendo criados acima da carga negativa injetada, porque secundários estão escapando de vez da amostra. De maneira que, ao iniciarmos a irradiação na Figura IX.7c, a região em que os secundários gerados têm alguma probabilidade de escapar pode já conter buracos, se estes

não tiverem sido arrastados para o fundo da zona irradiada, como admitimos na seção IX.7. O fato das curvas referidas em iii), obtidas a partir das montagens esquematizadas nas figuras IX.5c e IX.7c, coincidirem é um indício de que os buracos realmente foram arrastados para o fundo da zona irradiada depois que o potencial de superfície cresceu o suficiente enquanto a amostra estava sendo irradiada com elétrons de 4000eV (Fig.IX.7a). Isto porque, com relação à emissão, a região supra-citada comportou-se exatamente como se estivesse virgem, quando iniciamos a fase final da Exp.III, esquematizada na Fig.IX.7c.

Este conjunto de resultados e mais a discussão feita nas duas seções anteriores reforçam a idéia de que a carga positiva é a única responsável pela modulação sobre a emissão que surge quando estamos aplicando o método descrito por von Seggern para levantar curvas de σ versus E.

CAPÍTULO X

MEDIDAS DE EMISSÃO SECUNDÁRIA PELO MÉTODO DO PULSO

X.1. Introdução

Quando o Método de Medida Dinâmica foi testado pela 1ª. vez algumas questões ficaram em aberto ⁽⁴¹⁾ (Ver Seção I.3), porque certas situações previstas pela teoria desenvolvida por von Seggern ⁽⁴⁰⁾ não estavam sendo verificadas. Tais questões só puderam ser respondidas depois que introduzimos uma tela metálica a alguns milímetros acima da amostra e uniformizamos a deposição de carga sobre ela (Ver Cap. VIII).

Resolvidos os problemas de natureza mais técnica (Cap. VIII), ficou ainda uma questão por responder, pois quando tentamos medir σ pelo novo método, os valores encontrados continuavam sendo menores que os esperados, conforme já haviam assinalado Gross e colaboradores ⁽⁴¹⁾.

De maneira que, tendo feito as modificações na montagem experimental que julgávamos necessárias, só restava verificar, para esclarecer o problema, se von Seggern deixara de lado algum fator, ao desenvolver sua teoria, que pudesse ser o responsável pela redução na emissão secundária.

Analisando o problema sob esse ponto de vista e diante das evidências experimentais (Ver Cap. IX), concluímos que os buracos deixados para trás pelos secundários que são emitidos devem interferir na emissão (por recombinação), enquanto estão se acumulando (durante a irradiação) na região que vai da superfície da amostra até a profundidade de escape máxima dos secundários. Ou seja, a emissão secundária seria modulada pelos buracos que se acumulam no espaço em que secundários gerados têm alguma probabilidade de escapar. Isto explicaria a redução de σ que vínhamos observando.

Assim sendo, as medidas feitas pelo método dinâmico são medidas distorcidas. No Capítulo V, entretanto, mostramos que o esquema da Fig. III.1

também poderia ser utilizado para medir σ sem distorção, se considerássemos apenas a corrente no instante inicial da irradiação, que é o instante em que a amostra ainda se encontra descarregada. Esta idéia nos levou a introduzir o "Método do Pulso", por meio do qual cada seção da curva $\sigma \times E$ passa a ser obtida a partir de um conjunto de pulsos de corrente em que apenas o valor inicial da corrente em cada pulso é considerado.

Neste capítulo vamos apresentar medidas de emissão secundária em função da energia (realizadas com alguns polímeros) que foram feitas pelo novo método, seguindo o roteiro traçado no Cap. V.

X.2 Procedimentos preliminares

X.2.1. A preparação das amostras

Neste trabalho estudamos a emissão secundária no Teflon FEP, Mylar (P.E.T), Kapton H (da DuPont), polietileno, poliestireno e polimetil-metacrilato (Lucite).

Amostras dos quatro primeiros polímeros foram confeccionadas a partir de películas comercializadas em forma de rolos ou folhas e aquelas dos dois últimos a partir de películas preparadas no próprio Grupo de Eletretos, deixando evaporar sobre uma placa de vidro uma solução contendo o polímero (A solução é obtida por dissolução de grãos de material às custas de um solvente apropriado).

Uma vez de posse das películas elas são recortadas na forma circular (com o mínimo contato manual possível), instaladas em bastidores e lavadas com álcool iso-propílico, antes de serem submetidas à metalização, que é feita, no nosso caso, evaporando um filamento de alumínio em vácuo (Ver Ref. 87, p.31).

A metalização, feita na face de trás da amostra, deve abranger uma área circular concêntrica com o bastidor e com diâmetro (30mm) idêntico ao da abertura que vem logo acima da amostra (Ver Fig. VII.2).

Para isto a amostra deve ficar assentada, durante a evaporação, num suporte como o ilustrado na vista explodida da figura ao lado.

Fig. X.1 Vista explodida do suporte de amostra utilizado durante a evaporação.

A tampa metálica serve para proteger, durante o processo de metalização, a face da amostra que não vai ser metalizada. Quando ela não é colocada, certas regiões da amostra adquirem cargas residuais que são suficientes para elevar o potencial de superfície nessas regiões cerca de 70 volts. A tampa metálica, sugerida pelo prof. Makoto Yoshida (UNESP - Rio Claro) que já se defrontara com o mesmo problema, não é solução definitiva mas minimiza o carregamento residual. A Fig. X.2, que mostra o potencial de superfície ao longo de um diâmetro arbitrário de uma amostra que foi protegida pela tampa durante a evaporação, ilustra bem esse fato. A carga que ainda resta ao final do processo poderá ser eliminada ou neutralizada, antes de se iniciar a medida, utilizando o próprio feixe eletrônico.

Fig. X.2 Potencial residual de superfície ao longo de um diâmetro arbitrário de uma amostra que acabou de sair da evaporadora. (A face não metalizada havia sido coberta com uma tampa.)

X.2.2. Determinação da energia do 2º ponto de cruzamento

Qualquer que seja a seção da curva σ versus E que estiver sendo construída pelo método do pulso, o essencial é que entre um pulso e o seguinte a amostra seja descarregada, o que tem sido feito às custas do próprio feixe. Mas para evitar os problemas de interferência na emissão, que foram estudados no Cap. IX, é preciso que o descarregamento seja o mais completo possível. Isto implica em bombardear a amostra aterrada com elétrons de energia E_p igual a $E_{||}$ (a energia do 2º ponto de cruzamento) ou, se queremos acelerar o processo, com energia E_p pouco menor que $E_{||}$ (Ver Seções IV.6 e IV.7.3). Com essa providência o potencial de superfície da amostra aterrada será zero volts (ou muito próximo disto) ao final do descarregamento.

Se a amostra não fosse descarregada completamente, dois problemas surgiriam:

- 1º A carga residual poderia interferir na emissão (Cap. IX) e
- 2º O potencial de superfície residual introduziria um erro sistemático na determinação da energia dos incidentes. De maneira que o sucesso da medida depende, em boa parte, do cuidado com que a operação de descarregar a amostra é conduzida. É evidente, portanto, que a primeira coisa a ser feita é determinar $E_{||}$ da melhor forma possível.

A abordagem adotada para determinar $E_{||}$ não é única. Se, para um dado polímero, ela pode ser estimada de alguma forma ou é conhecida de modo aproximado, seu valor poderá ser determinado de maneira precisa (a menos de 1%) com praticamente uma única medida; se, por outro lado um polímero vai ser estudado pela primeira vez, o procedimento consiste em estimar, por tentativas, a faixa de energia em que $E_{||}$ pode estar, antes de proceder a qualquer medida definitiva. Consideremos, então, as duas situações em separado.

1º Caso: A energia do 2º ponto de cruzamento já é conhecida de forma aproximada.

A maioria das medidas que realizamos enquadram-se nesta categoria, uma vez que, para testar o método que estávamos propondo, precisávamos obter dados que pudessem ser comparados com alguns daqueles publicados. Tomemos, por exemplo, o Teflon FEP. A literatura ⁽¹⁰²⁾ e mais experiências que fizemos no início deste trabalho, quando o acelerador ainda estava em fase de avaliação, nos levaram a crer que a energia do 2º ponto de cruzamento desse material estava acima de 1,8keV e abaixo de 2,0keV. Para determiná-la mais precisamente, uma amostra de 50 μ m, cujas cargas residuais haviam sido eliminadas previamente usando feixe de elétrons de 1800eV (Ver Seção IV.7.3), foi polarizada com -400volts e irradiada com elétrons de 2100eV. Nessas condições e uma vez iniciada a irradiação, a amostra começou a carregar-se positivamente e só parou no momento em que seu potencial de superfície, medido pelo método do capacitor vibrante (Ver Seção VII.2.4), se estabilizou em torno de -220volts (Fig. X.3).

Fig. X. 3 Esquema para determinar E_{II} a partir da medida de um potencial de superfície. a) Situação no início da irradiação e b) Situação depois que o potencial de superfície estabilizou-se.

Como a estabilização só acontece quando a energia efetiva dos elétrons atinge o valor de $E_{||}$ (Ver Seção IV.3), podemos, uma vez tendo medido o potencial da superfície estabilizado, determinar facilmente a energia do 2º ponto de cruzamento. De fato, pela Eq. IV.3, se $V_{s,f} = -220V$ e $E_p = 2100eV$, $E_{ef,f} = E_p + eV_{s,f} = 2100 - 220 = 1880eV = E_{||}$ (A menos de 1%, que é a tolerância fornecida pelo amplificador lock-in utilizado para a medida). De modo análogo determinamos os valores de $E_{||}$ para o Mylar, Kapton H e poliestireno que constam da Tabela X.1 apresentada na Seção X.5.

Com o polietileno a medida já não pôde ser feita tão rapidamente. A razão é que, considerando os resultados obtidos por Matskevich⁽⁴⁸⁾, estimamos $E_{||}$ em torno de 1700eV, mas não sabíamos qual polietileno havia sido estudado por ele - se de alta, média ou baixa densidade. E também não conhecíamos o tipo do material com o qual estávamos trabalhando. Começamos, então irradiando a amostra com um feixe de elétrons de 1500eV (um valor que julgávamos menor que $E_{||}$) na tentativa de eliminar as cargas residuais, da mesma forma que fizéramos com os outros polímeros.

Ao contrário do que esperávamos, a amostra começou a carregar-se negativamente, num claro indício de que 1500eV era maior que $E_{||}$ (Ver Seção IV.4).

A energia de 1500eV, porém, não devia estar muito longe de $E_{||}$, pois σ calculado a partir da eq. V.1, resultou igual a cerca de 0,9. Assim abaixamos a energia dos elétrons do feixe para 1300eV numa nova tentativa de descarregar a amostra. Apareceu um pulso de corrente positiva com área equivalente àquela da curva de carga, o que nos levou a concluir que $E_{||} \geq 1300eV$. A partir daí procedemos da mesma maneira que fizemos com o Teflon. A amostra, agora descarregada, foi polarizada com -300volts e irradiada com elétrons de 1600eV. Iniciada a irradiação, ela começou a carregar-se positivamente e só parou no momento em que seu potencial de superfície se estabilizou em torno de -240volts, o que significa dizer que o valor da energia do 2º ponto de cruzamento do polietileno em estudo era de 1360eV.

Com esse exemplo procuramos mostrar que não há uma regra única, para

determinar E_{II} .

2º Caso: A energia do 2º ponto de cruzamento é desconhecida

Em algumas situações o procedimento é semelhante ao adotado para o polietileno que acabamos de descrever. Suponhamos, por exemplo, conhecidas a energia do 2º ponto de cruzamento do Teflon FEP, de um certo Mylar e do polietileno de alta densidade, mas desconhecidas aquela do Teflon PTFE, ou de um "Mylar" fabricado por outra companhia ou, ainda, o do polietileno de baixa e média densidade. Nestes casos, a energia E_{II} do polímero já estudado pode servir como ponto de referência para a determinação de E_{II} do outro polímero de estrutura semelhante.

Quando o material não se enquadra dentro de alguma das categorias acima, o procedimento consiste, em 1º lugar, em estimar através de tentativas, a faixa dentro da qual E_{II} pode estar. As tentativas, entretanto, não são feitas aleatoriamente, desde que sempre há, tendo em vista trabalhos anteriores, alguma informação que, embora vaga, pode orientar o 1º passo. Por exemplo, entre os polímeros já estudados o Teflon PTFE apresenta a maior energia E_{II} , que é cerca de 2keV. Se pretendemos, portanto, determinar a energia E_{II} de um polímero que não se enquadre nas situações já discutidas, podemos começar irradiando a amostra, durante 2 ou 3 segundos, com um feixe de elétrons de energia $E_p > 2\text{keV}$ (por exemplo, 4keV), na esperança de observar uma corrente negativa.

Se a tentativa for bem sucedida, é possível avaliar, calculando σ pela eq. V.1, o quanto a energia de 4keV está afastada de E_{II} . Em seguida reduzimos convenientemente a energia efetiva inicial (reduzindo a tensão aceleradora do feixe ou polarizando negativamente a amostra) e repetimos a operação algumas vezes, mesmo sem descarregar a amostra, até que uma corrente positiva seja observada, quando então saberemos que a última energia efetiva inicial utilizada estava abaixo de E_{II} . Desde que a amostra não tenha se carregado

excessivamente durante estas operações, podemos dizer que as duas últimas energias utilizadas definem, a grosso modo os limites entre os quais a energia $E_{||}$ deve estar. A partir deste ponto procedemos da mesma forma que com o polietileno.

Em todos os exemplos citados a determinação de $E_{||}$ foi feita a partir do potencial de superfície estabilizado numa amostra que se carregou positivamente. Para isso as condições iniciais foram escolhidas de forma a permitir que a energia efetiva crescesse desde um valor inicial até a energia $E_{||}$ (Ver Seção IV.3 e Fig. IV.2). Poderíamos, entretanto, ter começado com $E_{ef,i} = E_p > E_{||}$ quando então a amostra se carregaria negativamente. Neste caso a energia efetiva decreceria do valor inicial até o valor de $E_{||}$ (Ver Seção IV.4 - Fig. IV.3). Medindo o potencial de superfície estabilizado, determinaríamos, como anteriormente, o valor de $E_{||}$.

Se a amostra não se carregar excessivamente, as medidas obtidas por um ou outro caminho coincidem (dentro do erro experimental), de modo que as duas formas de proceder podem ser consideradas equivalentes. Quando a amostra se carrega negativamente de forma excessiva, já não podemos afirmar a mesma coisa, porque as poucas experiências que realizamos dessa forma (e bem controladas) nos fazem suspeitar que a energia do 2º ponto de cruzamento pode depender da quantidade de carga que a amostra armazenou durante a medida.

X.2.3. Determinação da energia do 1º ponto de cruzamento.

Na seção V.3 vimos que, para construir as 1a. e 2a. seções de uma curva $\sigma \times E$ pelo método do pulso, começamos com a amostra descarregada e polarizada negativamente. Para a 1a. seção escolhemos a polarização V_r de tal forma que a $E_{ef,i} = E_p + eV_r$ cumpra a condição $0 < E_{ef,i} < E_1$; para a 2a. seção, V_r deve ser tal que $E_1 < E_{ef,i} < E_{||}$. De modo que, para cumprir as condições acima precisamos determinar E_1 , a energia do 1º ponto de cruzamento.

A determinação de E_1 , contudo, já não é nem tão direta nem tão precisa quanto o foi a de $E_{||}$. Na situação anterior contamos com o fato do potencial de

superfície, sob certas condições, estabilizar-se exatamente quando a energia efetiva alcança, pela esquerda ou pela direita, a energia do 2º ponto de cruzamento (Ver Figuras IV.2 e IV.3 e respectivas seções), o que nos permitiu, através de uma simples medida de potencial de superfície, determinar diretamente E_{II} , mas não existe nada semelhante com relação a E_I . Quer irradiemos a amostra com $E_{ef,i} < E_I$ quer a irradiemos com $E_{ef,i}$ pouco maior que E_I , a energia efetiva afasta-se de E_I , uma vez iniciada a irradiação (Ver Fig. IV.1 e IV.2), de modo que sua determinação precisa ser feita de outra forma - graficamente, por exemplo.

Colocamos num gráfico $\sigma \times E$ dois valores, σ_1 e σ_2 (obtidos experimentalmente por tentativas) correspondentes às energias, E_1 e E_2 , respectivamente pouco abaixo e pouco acima da energia E_I . A interseção da reta passando pelos pontos indicados na figura com a reta $\sigma = 1$ fornece um valor aproximado de E_I . Quanto mais próximo de 1 forem os valores de σ medidos, melhor será a determinação de E_I .

Fig. X. 4 Determinação gráfica de E_I .

A operação inicial consiste, primeiramente, em descarregar a amostra com o próprio feixe (para eliminar possíveis cargas residuais) e depois em polarizá-la negativamente. Como a energia do 1º ponto de cruzamento é no mínimo da ordem da dezena, pelo fato dessa ser também a ordem de grandeza da energia necessária para gerar um par elétron-buraco (Ver Seção IX.6), polarizamos a amostra de modo que a energia efetiva inicial seja de 10eV, na 1ª tentativa. Se $10\text{eV} < E_I$,

observamos, uma vez iniciada a irradiação, um pulso de corrente negativa como aquele já visto na Fig. VIII.9. Em seguida descarregamos outra vez a amostra, variamos sua polarização de modo a aumentar a energia efetiva inicial dos elétrons e irradiamo-la novamente. A operação deve ser repetida até que seja observada uma corrente positiva quando então saberemos que na última tentativa a energia efetiva inicial escolhida ultrapassou a energia E_i . A partir dessas experiências e da eq. V.1 determinamos os valores σ_1 e σ_2 que irão para o gráfico da Fig. X.4.

X.3. A forma dos pulsos de corrente.

X.3.1. Introdução

Ao levantar a curva σ versus E de um isolante pelo método do pulso descrito no Cap. V, a primeira coisa a fazer é cuidar para que o valor inicial da corrente em cada pulso esteja bem definido. Isto implica em ajustar o eletrômetro de forma que responda rapidamente, isto é, que a constante de tempo RC de entrada seja pequena ⁽¹¹¹⁾ quando comparada com o tempo necessário (da ordem de alguns segundos) para elevar o potencial de superfície da amostra de uns poucos volts, se a corrente que sobre ela incide é da ordem de nA.

Nós temos obtido valores iniciais de corrente bem definidos escolhendo uma impedância de entrada de 10^8 ohms, o que dá, considerando uma capacitância de entrada menor que 1nF, como é o caso, uma constante de tempo menor que 0,1s.

Por outro lado 10^8 ohms é um valor limite para a impedância de entrada, desde que valores menores que este não são compatíveis com as fontes de ruído no sistema (Principalmente o ruído introduzido pela própria varredura do feixe e pela fonte de tensão desacoplada da rede e em série com o eletrômetro - Ver Fig. VII.6).

Uma vez tendo ajustado o eletrômetro corretamente, os pulsos registrados deveriam apresentar, dependendo da seção da curva σ versus E que estiver sendo construída (Ver Fig. I.4), a forma de um daqueles presentes

na Fig. X.5.

Fig. X. 5 Formas de pulsos de corrente esperadas. Os pulsos em (a), (b) e (c) deveriam ser observados quando se está construindo, respectivamente, a 1ª seção, 2ª seção [(1) Antes e (2) depois de $\varphi = \varphi_{\max}$] e 3ª seção da curva φ versus E pelo método do pulso.

De um modo geral, entretanto, os pulsos que temos observado não se apresentam exatamente assim; às vezes têm as formas previstas e outras vezes não, embora isto não traga nenhum problema, considerando que apenas o valor inicial da corrente interessa. Mas a forma inopinada como se apresentam (Fig. X.6), em certas circunstâncias, desperta a curiosidade e nos incita a encontrar uma explicação. Porque os pulsos indicados pelas letras (a), (d) e (e) na Fig. X.6 apresentam-se como se esperava e os outros não? Isto é o que tentaremos responder nas duas próximas seções.

Fig. X. 6 Formas de pulsos de corrente observadas. Os pulsos positivos e negativos mostrados aparecem quando se está construindo, pelo método do pulso, as 2^a e 3^a seções da curva versus E .

X.3.2. A forma dos pulsos de corrente positiva.

Para justificar as formas dos pulsos (b) e (c), na Fig. X.6, é interessante lançar mão de um diagrama de corrente. Mas antes de apresentá-lo vamos destacar dois pontos para facilitar o acompanhamento da exposição.

- 1^o Para construir a seção da curva σ versus E entre os pontos de cruzamento, pelo método do pulso, duas condições precisam ser satisfeitas (Ver Seção V.3):
 - i) A energia (E_p) dos elétrons do feixe deve ser escolhida um pouco abaixo de E_{II} , por conveniência e
 - ii) A polarização V_r , aplicada na amostra (descarregada) deve ser negativa e de forma a obedecer à desigualdade $E_i < E_{ef,i} = E_p + eV_r < E_{II}$.

2º Se as condições acima são satisfeitas, a amostra, uma vez liberado feixe, começa a se carregar positivamente (pois $\sigma > 1$), o potencial de superfície fica cada vez menos negativo e a energia efetiva, dada por $E_{ef} = E_p + eV_s$, cresce. Se começamos com $E_{ef,i}$ pouco acima de E_i , σ cresce com a energia efetiva até um valor máximo; se começamos com uma $E_{ef,i}$ acima da energia para a qual ocorre o máximo de emissão, σ decresce à medida que E_{ef} cresce.

RESUMINDO

Uma vez liberado o feixe e cumpridas as condições estabelecidas em 1º, a energia efetiva passa a crescer e σ começa a crescer ou decrescer dependendo do fato da $E_{ef,i}$ estar abaixo ou acima da energia para a qual a emissão é máxima.

Vejamos agora, através de um diagrama, a relação entre o comportamento de σ e o da corrente medida.

A figura ao lado representa a situação em que $\sigma > 1$, quando então a corrente medida, $I(t)$, é positiva (Ver Fig. VIII.7). A corrente associada aos emitidos, por sua vez, é dada por (Eq. III.6): $I_\sigma = -I_p \sigma = |I_p| \sigma$.

Fig. X. 7 Diagrama de corrente para o caso em que $\sigma > 1$.

A partir desse diagrama fica claro que a corrente $I(t)$ acompanha as variações de σ , isto é, cresce quando σ cresce, passa por um máximo quando $\sigma = \sigma_{\text{máx}}$ e decresce quando σ decresce. A curva de corrente é, pois, semelhante à própria curva de emissão na faixa considerada.

É por esta razão que, se a $E_{\text{ef},i}$ estiver abaixo ou acima da energia em que a emissão é máxima, as formas dos pulsos positivos que deveríamos esperar seriam, respectivamente, aquelas dos pulsos (1) e (2) indicados na Fig. X.5b.

As formas esperadas, todavia, só seriam observadas se σ variasse de maneira "bem comportada". Se houver alguma interferência sobre a emissão, como aquelas provocadas pela acumulação de buracos em determinadas regiões da amostra e que foram estudadas no Cap. IX (particularmente, Seção IX.4), elas poderão se manifestar através das curvas de corrente.

Suponhamos, então, que os buracos em excesso estejam interferindo na emissão. Sendo este o caso, a corrente I_{σ} no diagrama da Fig. X.7 será melhor representada se escrevermos

$$I_{\sigma} = m(Q) | I_p | \sigma \quad ; \quad (X.1)$$

onde m é um coeficiente de modulação maior que zero e menor ou igual à unidade e σ representa o coeficiente de emissão total não modulado. O coeficiente m depende da quantidade de buracos em excesso na amostra e da região que ocupam. Quanto maior a modulação menor será m . Feito isto, consideremos inicialmente a situação em que $E_{\text{ef},i} < E_{\text{ef},m}$, quando σ começa crescendo. Se imaginarmos que, por alguma razão, m possa decrescer durante os primeiros segundos de irradiação porcentualmente mais do que cresceria σ se não houvesse interferência na emissão, a corrente dada pela Eq. X.1 e, conseqüentemente, a corrente $I(t)$ - Ver Fig. X.7 - decresceriam ao invés de crescer. Se, de fato, isto puder acontecer a "orelha" que aparece no pulso (b) da Fig. X.6 estará explicada.

Por outro lado, o pulso (c) na Fig. X.6 está associado a uma situação em que a $E_{\text{ef},i}$ é pouca coisa menor que a $E_{\text{ef},m}$. Neste caso, σ , que está muito

próximo de $\sigma_{\text{máx}}$, varia muito pouco nos primeiros instantes da irradiação, de modo que a queda brusca de corrente no pulso (c) da Fig. X.6 representada pela "orelha" estaria associada, basicamente, ao decrescimento de m (um aumento da modulação sobre a emissão) nos primeiros segundos da irradiação.

Quando $E_{\text{ef},i} > E_{\text{ef},m}$, tanto σ como m começam a decrescer depois que o feixe for liberado. Consequentemente, a corrente dada pela Eq. X.1 e a corrente $I(t)$ - Ver Fig. X.7 decrescem também. Neste caso, os pulsos apresentam, em geral, a forma do pulso (d) na Fig. X.6, ficando as pequenas diferenças, que podem aparecer quando passamos de um material para outro, por conta do modo como m e σ evoluem com o tempo. De qualquer modo, as explicações para as pequenas diferenças, quaisquer que sejam, serão semelhantes àsquelas que demos nos casos anteriores.

As diferenças entre os pulsos de corrente positiva esperados (Fig. X.5) e observados (Fig. X.6) foram justificadas admitindo-se, em primeiro lugar, que os buracos passam a modular a emissão logo após iniciada a irradiação. Essa hipótese é razoável. De fato, as "orelhas" foram observadas no caso em que $E_{\text{ef},i} < E_{\text{ef},m}$. Nesta condição todos os secundários serão gerados a uma profundidade acima da profundidade de escape média, porque os incidentes só ultrapassam essa região depois que $E_{\text{ef}} > E_{\text{ef},m}$ (Ver Seção IX.4). No instante em que o feixe é liberado a emissão se dá livremente, sem modulação, e m na Eq. X.1 é igual a um. Mas logo em seguida os buracos começam a se acumular, oferecendo-se como centros adicionais de recombinação. Como essa acumulação ocorre justamente na região em que os secundários estão sendo gerados, o número dos que se recombina é maior do que o habitual e, consequentemente, a emissão é menor do que seria se não houvesse a acumulação de buracos. A emissão passa, dessa forma, a ser controlada pelos buracos e o coeficiente m de modulação começa a decrescer à medida que o n° deles em excesso, cresce.

Foi considerada, também, para explicar as diferenças entre os pulsos de corrente positiva esperados e observados a possibilidade de m vir a decrescer percentualmente mais do que cresce σ , durante os primeiros segundos de

irradiação. Essa possibilidade existe por duas razões:

1a. Geralmente, as "orelhas" têm se manifestado para valores de σ próximos de $\sigma_{\text{máx}}$. No caso do Teflon FEP, por exemplo, em que $\sigma_{\text{máx}} = 2,25$ ela aparece, pela 1a. vez, quando a amostra é irradiada com elétrons de 200eV, energia para a qual $\sigma = 2,00$. Em decorrência disto a acumulação de buracos, durante os primeiros segundos, será maior do que seria se irradiássemos a amostra com elétrons de E_{ef} , pouco acima de E_1 , que causariam uma emissão menor. É de se esperar, por isso, que a modulação também seja maior do que seria se estivéssemos um pouco acima do E_1 .

2ª Quando σ está próximo de $\sigma_{\text{máx}}$ sua taxa de variação com a energia é menor do que seria se estivesse próximo de 1, ou seja, sua variação se faz de modo mais lento.

Estes dois fatores juntos permitem, portanto, que m decresça, porcentualmente, mais do que cresce σ nos primeiros segundos da irradiação. Quando, por outro lado, E_{ef} é pouco maior que E_1 , σ varia a uma taxa maior e a acumulação é menor, de modo que m não consegue decrescer mais do que cresce σ . Neste caso o pulso observado - pulso (a) na Fig. X.6 - não apresenta a "orelha" e tem, portanto, a forma esperada.

Concluindo esta seção, resta dizer que as "orelhas" observadas nos pulsos (b) e (c) constituíram a 2a. evidência (A primeira está descrita na seção IX.3) que tivemos de que a carga acumulada pode realmente, sob certas circunstâncias, interferir na emissão.

X.3.3. A forma dos pulsos de corrente negativa

Os pulsos de corrente negativa na Fig. X.6 são observados quando estamos construindo a 3a. seção da curva σ versus E . Antes de justificá-los

destaquemos, inicialmente, dois pontos:

1º Para construir a seção à direita do 2º ponto de cruzamento (3a. seção) da curva σ versus E pelo método do pulso, começamos, antes de cada pulso, com a amostra descarregada e aterrada, de maneira que a energia efetiva inicial, definida pela eq. V.2, é igual à energia (E_p) dos elétrons do feixe (Seção V.4). Além disso $E_p = E_{ef,i}$ deve ser maior que E_H .

2º Iniciada a irradiação, a amostra começa a se carregar negativamente (pois $\sigma < 1$, se $E_{ef,i} = E_p > E_H$), o potencial de superfície torna-se cada vez mais negativo e a energia efetiva, dada por $E_{ef} = E_p + eV_s$, decresce (Seção IV.4). Em vista disto σ cresce depois que iniciamos a irradiação.

RESUMINDO

Uma vez liberado o feixe e cumpridas as condições estabelecidas em 1º, a energia efetiva passa a decrecer e σ a crescer.

Vejamos agora, através de diagramas, a relação entre o comportamento de σ e o da corrente medida.

A figura ao lado representa a situação em que $\sigma < 1$, quando então a corrente medida, $I(t)$, é negativa (Ver Fig. VIII.7). A corrente associada aos emitidos é, por definição (Eq.III.6), $I_\sigma = |I_p| \sigma$.

Fig. X.8 Diagrama de corrente para o caso em que $\sigma < 1$.

Vemos pelo diagrama que, uma vez iniciada a irradiação, $I(t)$ fica cada vez menos negativa, pois estamos considerando o caso em que a E_{ef} decrece e σ (ou I_{σ}) cresce pelo fato de começarmos a irradiação com elétrons de $E_{ef,i} = E_p > E_{II}$. O pulso de corrente negativa registrado deveria ter, portanto, forma idêntica àquela do pulso (c) na Fig. X.5.

Vimos, porém, no Cap. IX (Seção IX.7) que os buracos criados pelos emitidos podem se acumular na faixa acima da profundidade de escape máxima, T (portanto acima da camada de elétrons injetados), principalmente no início da irradiação, quando o campo elétrico entre as cargas negativas (que é a carga que está em excesso) e a tela metálica acima da amostra é ainda muito pequeno para conseguir arrastá-los em direção ao fundo da zona irradiada, que fica bem abaixo da profundidade T . Neste caso é de se esperar que haja interferência na emissão logo no início da irradiação, de modo que a corrente I_{σ} no diagrama da Fig. X.8 deverá ser representada, novamente, pela equação X.1. Entretanto, o coeficiente $m(Q)$ deverá decrescer mais lentamente que no caso dos pulsos positivos, porque agora a acumulação se faz a uma taxa menor.

Havendo modulação pode acontecer que $\underline{m}$, durante um certo intervalo de tempo, decresça, porcentualmente mais do que cresceria σ , se não houvesse modulação. Neste caso I_{σ} decresceria ao invés de crescer e, conseqüentemente, $|I(t)|$ cresceria ao invés de diminuir (como era o esperado). Com isso, as formas dos pulsos (f) e (g) na Fig. X.6 estariam justificadas. Quando esse mecanismo não ocorre o pulso apresenta a forma esperada, que é o caso do pulso (e) na Fig. X.6.

Vejamos, finalmente, através de um exemplo, que o mecanismo descrito acima é perfeitamente viável. A Fig. VIII.26 mostrou uma curva de corrente com o "fundo" arredondado, semelhante aquele do pulso (g) na Fig. X.6. Essa curva foi registrada enquanto uma amostra de Teflon FEP aterrada e descarregada estava sendo irradiada com elétrons de 3500eV. Se observarmos o gráfico, notaremos que o módulo da corrente cresce durante os 20 segundos iniciais para depois começar a cair. Durante esse tempo o potencial da superfície passa de zero para

aproximadamente -100 volts (medido na curva $V_s x t$ na mesma figura), de modo que a energia efetiva dos elétrons cai de 3500 para 3400 elétrons-volts. O coeficiente de emissão total, σ , por sua vez, cresce apenas 3% nesse mesmo período ou 0,15% no 1º segundo, de modo que não é difícil acreditar que $\underline{m}$ possa decrescer porcentualmente mais do que cresce σ durante esse período

X.3.4 Pulso de corrente durante a descarga

Depois de cada pulso registrado com a intenção de construir a seção da curva σ versus E entre os pontos de cruzamento, a amostra encontra-se carregada positivamente. A operação para descarregá-la é muito simples pois basta aterrar a amostra (invertendo a posição da chave dupla na Fig. VII.6) e reirradiá-la sem alterar a energia (E_p) dos elétrons do feixe (Seção V.3). Como E_p , neste caso, é escolhida um pouco abaixo de $E_{||}$, o potencial de superfície (algumas dezenas de volts positivo) vai se reduzindo até estabilizar-se num ponto ligeiramente acima de zero volts por força do mecanismo de auto-regulação (Seções IV.6 e IV.7.3).

A forma do pulso observado não apresenta nenhuma surpresa. Ou se assemelha à curva mostrada na Fig. VIII.20b ou terá um aspecto ligeiramente diferente, se a tampa que sustenta a tela metálica acima da amostra não for polarizada a fim de impedir que amostra capture secundários gerados na tampa ou na tela metálica, mas de qualquer modo os pulsos de descarga observados têm, neste caso, sempre a forma esperada.

Quando estamos construindo a seção da curva σ versus E à direita do 2º ponto de cruzamento, a amostra encontra-se, ao final de cada pulso, carregada negativamente e sua superfície está com algumas dezenas de volts negativos. Para descarregá-la, devemos em primeiro lugar ajustar o feixe de modo que a energia E_p (que estava acima de $E_{||}$) volte para um valor um pouco abaixo de $E_{||}$ (Seção V.4) antes de irradiá-la novamente.

No entanto, irradiar com elétrons de energia E_p ligeiramente menor que E_{II} uma amostra aterrada que já se encontre carregada negativamente e com seu potencial de superfície alcançando algumas dezenas de volts é equivalente (Ver Seção IX.8) a irradiar, nas mesmas condições, uma amostra que foi polarizada negativamente às custas de uma fonte, a fim de se obter um ponto da curva σ versus E entre $E_{p,m}$ e E_{II} . Devido a essa equivalência a curva de descarga deve ter no início o mesmo aspecto do pulso (2) mostrado na Fig.X.5b. Como, para descarregar completamente a amostra é preciso esperar que a corrente se anule, a curva de descarga completa deveria ter o aspecto daquela ilustrada na Fig. X.9.

Fig. X. 9 Curva de descarga esperada quando se utiliza elétrons de energia E_p ligeiramente menor que E_{II} para descarregar uma amostra pouco carregada negativamente.

O que acontece, entretanto, no início da curva em algumas ocasiões é totalmente inusitado (Fig.X.10). Ao descarregar uma amostra que tenha sido carregada negativamente usando elétrons com energia acima de um certo valor, aparece no instante inicial, um pico de corrente negativa, antes da parte positiva da curva ser construída.

Fig. X.10 Curva de descarga observada quando se utiliza elétrons de 950 eV, energia pouco menor que E_{II} , para descarregar uma amostra de poliestireno que fôra pouco carregada negativamente com elétrons de 2500 eV.

Todos os materiais estudados manifestam esse comportamento, apenas a energia a partir da qual se manifesta o fenômeno difere de um para outro. Por exemplo, para o Teflon, Kapton e poliestireno esse pico de corrente negativa se manifestou ao descarregarmos amostras que tinham sido irradiadas com elétrons de 3500, 2000 e 2500 elétron-volts, respectivamente.

Uma possível explicação para o aparecimento do pico negativo é a seguinte. Como o potencial de superfície nestes casos é de apenas algumas dezenas de volts negativos e se escolhe, para descarregar a amostra, a energia E_p pouco menor que E_{II} , a energia efetiva no início da descarga, igual a $E_p + eV_{s,i}$, será muito próxima de E_{II} . Em decorrência disso, σ , no início da descarga, será pouca coisa maior que 1 (Por exemplo, para o Teflon FEP, $\sigma = 1,07$, se $E_{ef,i} = 1750\text{eV}$, que corresponde a $E_p = 1850\text{eV}$ e $V_{s,i} = -100$ volts). Isto significa dizer que, se houver qualquer influência sobre a emissão, facilmente σ poderia cair abaixo

da unidade, quando então a corrente através da amostra tornar-se-ia negativa. Se isto acontecer o pico de corrente negativa estará explicado.

Para justificar como a emissão poderá ser influenciada, lembremos que a amostra está carregada negativamente, mas na realidade existem buracos mais perto da superfície, que foram criados pelos elétrons emitidos, e elétrons injetados, em maior número que o buracos, depositados a uma profundidade bem maior. Estas duas quantidades devem, em princípio, manter-se separadas pela simples razão do campo elétrico existente entre as cargas negativas e a tela metálica não ter podido arrastar as cargas positivas para o fundo da zona irradiada, seja pela sua fraca intensidade seja pelo reduzido tempo de irradiação na fase do carregamento (Seção X.3.3). Como a nuvem de buracos está numa região em que os secundários criados pelos incidentes têm alguma probabilidade de escapar, um número maior do que o habitual poderá se recombinar e, conseqüentemente, a emissão será menor do que seria se não houvesse, já de saída, a nuvem de buracos.

O fato de aparecer a corrente negativa na forma de um pico indica que a nuvem de buracos inicial é neutralizada, uma vez liberado o feixe, de imediato. A partir desse ponto σ volta a crescer e buracos começam a se acumular novamente até que a carga negativa seja compensada.

Em princípio este mecanismo explicaria o pico de corrente negativa. Mas porque ele se manifesta em amostras que foram carregadas negativamente a partir de elétrons com uma certa energia? Para esta questão, ainda não temos resposta.

X.4. Curvas de σ versus E obtidas pelo método do pulso.

As curvas nas figuras seguintes foram obtidas a partir de medidas realizadas com amostras de Mylar (DuPont), polietileno, Kapton H (DuPont), Teflon FEP, poliestireno e Lucite (metalizadas numa única face) utilizando o método do pulso, cuja teoria e roteiro para as medidas foram descritas em detalhes no

Cap. V. (Os dois últimos materiais, como já dissemos, foram preparados no próprio Grupo de Eletretos dissolvendo o material comercializado na forma granulada). Elas são apresentadas duas a duas apenas por uma questão de clareza, para que não haja pontos superpostos; não houve intenção de estabelecer comparações. Além disso nos limitamos a plotar os pontos até 4keV, embora em alguns casos a medida tenha sido feita até 4,5keV ou 5keV.

Os dados foram conseguidos com o auxílio da montagem esquematizada na Fig. VII.6, que é a mais indicada para esse tipo de trabalho, por conter o copo de Faraday e o suporte vibrante para medidas de corrente do feixe e de potencial de superfície, respectivamente (Lembramos - Seção X.2.2. - que antes de qualquer coisa é preciso determinar $E_{||}$ e isto é feito pelo método do capacitor vibrante).

Para a maioria das experiências escolhemos uma corrente de feixe entre 3 e 5 nano-ampères ($0,42 \text{ nA/cm}^2$ e $0,71 \text{ nA/cm}^2$) e fizemos o feixe varrer a amostra à razão de 30 quadros/s ($f_v = 15\text{Hz}$ e $f_n = 700\text{Hz}$), em média.

As medidas só foram iniciadas depois que a corrente do feixe estabilizou-se a tal ponto de variar menos de 2% por hora e depois que a pressão na câmara caiu na faixa de 8×10^{-7} torr a 1×10^{-6} torr.

Durante a tomada de dados para construir a 2a. seção da curva σ versus E , quando 15 a 20 medidas podem ser feitas no prazo de 1 hora, variando a polarização aplicada na amostra mas mantendo fixa a energia E_p (portanto sem ajustar o feixe entre medidas sucessivas - Seção V.3), a corrente do feixe foi conferida antes do 1º e depois do último pulso ou às vezes a cada 4 ou 5 pulsos.

Na fase de avaliação do método do pulso realizamos medidas, com uma mesma amostra, na ordem crescente de energia, depois decrescente e finalmente, de maneira alternada ou aleatória (isto é, determinávamos, por exemplo, σ para 3keV e depois passávamos para 100eV, com finalidade de verificar a importância da ordem nas medidas. Dentro do erro experimental os resultados sempre se reproduziram.

Fig.X.11 Curvas de emissão secundária total em função da energia dos incidentes para o Mylar (P.E.T.) e Lucite obtidas pelo método do pulso descrito no Capítulo V .

Fig. X.12 Curvas de emissão secundária total em função da energia dos incidentes para o Kapton H e o Polietileno obtidas pelo método do pulso descrito no Capítulo V.

Fig. X. 13 Curvas de emissão secundária total em função da energia dos incidentes para o Teflon FEP e Poliestireno obtidas pelo método do pulso descrito no Cap. V. Os pontos representados por asteriscos foram obtidos por Krainsky et al. (102) pelo método do pulso convencional.

De um modo geral, os resultados são bastante reprodutíveis, mesmo variando algum parâmetro, conforme podemos notar analisando a Fig. X.14. Os pontos representados por círculos cheios e vazios foram obtidos em dias diferentes a partir de duas amostras de Mylar de $36\mu\text{m}$, utilizando corrente de feixe de $2,80\text{nA}$ e $3,53\text{nA}$ e energia dos elétrons do feixe de 950eV e 900eV , respectivamente. (Essas energias são ambas um pouco menores que 1000eV , que é a energia do 2º ponto de cruzamento do Mylar).

Fig. X.14 Curva da emissão secundária total em função da energia dos incidentes obtida pelo método do pulso a partir de duas amostras tiradas de uma mesma folha de Mylar de $36\mu\text{m}$ mas irradiada sob condições ligeiramente diferentes.

A emissão secundária num polímero pode, eventualmente, depender das condições de vácuo ou da forma como foi feito (se se usou uma bomba difusora ou turbo molecular) ou do modo como a amostra ou a película foi preparada. Entretanto deve depender, principalmente e em primeiro lugar, do processo de fabricação. Este é o caso, por exemplo, do Mylar e do Melinex, fabricados pela DuPont e pela I.C.I. respectivamente; são produtos de mesma fórmula química (o "polyethylene terephthalate"), contudo suas curvas de emissão em função da energia dos elétrons incidentes são completamente diferentes ⁽⁶⁰⁾. Em segundo lugar deve depender do processamento a que foi submetido o material, visando torná-lo mais adequado para uma aplicação específica (Por exemplo, pode passar por um tratamento térmico, para torná-lo mais ou menos cristalino, aditivos podem ser introduzidos etc.).

É de se esperar, portanto, que os diferentes tipos de Mylar e Kapton oferecidos pela DuPont, ou de polietileno (de baixa, média e alta densidade) e de nylon existentes no mercado, por exemplo, apresentem do ponto de vista da emissão secundária comportamentos diferentes.

Esses fatos devem ser mencionados para que possamos entender porque os poucos dados relativos a um certo polímero podem apresentar, como revela a Tabela X.1 (onde nossos dados também estão representados), valores tão diferentes quando passamos de uma fonte de referência para outra. Eles nos alertam, também, que não é possível estabelecer comparação entre medidas realizadas em diferentes lugares e por diferentes métodos, quando não se dispõe de informações completas sobre as características do material que foi utilizado. Neste caso a comparação deverá ser feita (Ver seção seguinte) através do coeficiente de emissão secundária (rendimento) reduzido, δ/δ_m , versus energia reduzida, E/E_m , pois, conforme vimos na página 21 deste trabalho a curva resultante ("curva universal") é independente de B , A e ϵ que são parâmetros característicos do material em estudo.

TABELA X.1: Parâmetros relativo a emissão secundária em alguns polímeros, segundo fontes diversas (Os asteriscos na coluna REF. representam as nossas medidas).

POLÍMERO	REF.	$\sigma_{\max}$	$E_{\max}$ (eV)	E_{g} (eV)
Teflon FEP	102	2,38	370	1847
	*	2,25	375	1880
Polietileno	48	2,85	250	1720
	*	2,39	270	1360
Lucite	48	2,4	240	1320
	*	2,58	250	1430
Poliestireno	60	3,0	250	900
	48	2,07	200	1040
	*	2,13	185	1020
Kapton	102	1,75	210	740
	112	1,80	250	1000
	60	2,1	150	500
	*	2,00	190	950
Mylar	60	3,2	250	1200
	*	2,06	200	1000

Em vista dessas considerações não tem sentido, por exemplo, comparar diretamente nossa curva de emissão para o polietileno com a de Matskevich ⁽⁴⁸⁾ uma vez que desconhecemos tanto o tipo do polietileno que utilizamos quanto o

utilizado por ele. Da mesma forma as curvas de emissão para o Lucite e poliestireno têm de ser consideradas com certa reserva uma vez que tais medidas estavam sendo feitas ao mesmo tempo em que a técnica de preparação de películas a partir de material granulado começava a ser implantada no Grupo de Eletretos. As medidas, portanto, foram feitas com amostras conseguidas na fase de testes, quando a técnica ainda não estava completamente dominada.

No caso do Kapton há uma discordância maior entre nossas medidas e as publicadas, mas estas, por sua vez, também são bastante discordantes entre si (Ver Tabela X.1) de modo que sem que se realize medidas adicionais, variando o tipo ou a procedência do material, fica difícil interpretar os resultados.

Existe também uma discordância acentuada entre nossas medidas e as de Willis ⁽⁶⁰⁾ com relação ao Mylar (principalmente quanto ao valor de $\sigma_{\max}$), entretanto os resultados obtidos por Willis foram descartados por Burke ⁽³⁷⁾, em seu trabalho de revisão sobre a emissão secundária em polímeros, tendo em vista que não seguiam o padrão geral observado em todos os outros estudos sobre a emissão secundária.

Resta, finalmente, considerar o Teflon FEP de procedência francesa que estudamos (Desconhecemos se é de fabricação francesa ou da própria DuPont). Neste caso a concordância de nossos resultados e aqueles obtidos por Krainsky ⁽¹⁰²⁾ e colaboradores, representados por asteriscos na Fig. X.13, é bastante satisfatória (A maior diferença entre valores de σ tomados em ambas as curvas para uma mesma energia é de 7%).

X.5. Curvas Universais

Burke ⁽³⁷⁾, analisando o trabalho de Matskevich ⁽⁴⁸⁾ sobre a emissão secundária em polímeros, observou que os dados por ele obtidos, relativos aos 8 polímeros estudados, caíam todos dentro de uma região relativamente estreita e bem definida, quando eram lançados num gráfico de rendimento reduzido (δ/δ_m)

versus energia reduzida (E/E_m), ou seja, obedeciam todos praticamente a uma mesma curva universal (Ver Seção II.5.4). É interessante, portanto, verificar se os polímeros que estudamos também obedecem a uma curva universal e, em caso afirmativo, compará-la com a curva universal seguida pelos polímeros estudados por Matskevich.

O primeiro passo para levantar essas curvas é determinar δ , o coeficiente (ou rendimento) de emissão secundária, uma vez que nossa montagem permite medir apenas o coeficiente de emissão total σ . Para isso usamos a definição $\sigma = \delta + \eta$ (Ver Seção II.2), onde η é o coeficiente de retro-espalhamento, que deve ser determinado a partir de relações (equações, tabelas e gráficos) conhecidas. As fontes das quais lançamos mão para determinar η , em cada caso, constam da Tabela X.2.

TABELA X.2: Referências utilizadas para determinar o coeficiente de retro-espalhamento.

POLÍMERO	RELAÇÃO UTILIZADA	REFERÊNCIA
Teflon FEP	Tabela	102
Lucite e Poliestireno	curvas $\eta \times E$	48
Kapton	Eq. II.1	p.18 deste trabalho
Mylar e Polietileno	$\eta = 0,1 E^{-0,2}(\text{keV})$ (relação aproximada)	113

A partir dos valores de η extraídos das fontes supracitadas, da relação $\sigma = \delta + \eta$ e das medidas de σ em função da energia (Seção X.4) podemos então levantar as curvas de rendimento reduzido, δ/δ_m , versus energia reduzida, E/E_m , para os 6 polímeros estudados. O Mylar, Kapton H e poliestireno obedecem claramente a uma mesma curva universal (Fig. X.15) e o Teflon FEP, Lucite e polietileno a uma outra curva universal (Fig. X.16), que coincide razoavelmente bem com a curva seguida pelos polímeros estudados por Matskevich ⁽⁴⁸⁾.

O fato do Kapton e do Mylar seguirem uma curva que não aquela de Matskevich não constitui nenhuma surpresa. Em primeiro lugar porque isso poderia ou não ocorrer, uma vez que esses materiais não haviam sido estudados por ele e, em segundo lugar, porque alguns materiais podem seguir uma curva comum mas esta não é a regra geral, conforme vimos na Seção II.5.3. O resultado inesperado fica por conta do poliestireno que não seguiu a curva de Matskevich como esperávamos.

Fig. X.16 Curvas de rendimento reduzido.

X.6. Determinação do expoente n na lei do alcance

Quando tratamos das curvas universais na Seção II.5, foi dito que, se a energia E dos incidentes é grande quando comparada com a energia E_m (que causa a emissão máxima), o coeficiente de emissão secundária é proporcional a E^{-n} , ou seja

$$\delta = kE^{-n} \quad , \quad (X.2)$$

onde o expoente n é o mesmo que comparece na equação do alcance (eq. II.7) reescrita abaixo:

$$R = CE^{n+1} \quad (X.3)$$

Examinando dados disponíveis na literatura sobre dez polímeros, Burke ⁽³⁷⁾ pôde concluir que valores de n entre 0,70 e 0,75 forneceriam um ajuste satisfatório na maioria dos casos. Nossos resultados confirmam a conclusão de Burke. De fato, os valores de n determinados a partir das inclinações das partes retas nas curvas mostradas nas figuras X.17 e X.18, também caem dentro dessa faixa pois variam de 0,71 a 0,74 (O valor $n = 0,74$ para o Teflon FEP, em particular, foi utilizado para escrever a equação IX.2 no Cap. IX).

Fig.X.18 O coeficiente de emissão secundária em função da energia dos incidentes.

Fig. X.17 O coeficiente de emissão secundária em função da energia dos incidentes.

CAPÍTULO XI

CONSIDERAÇÕES FINAIS, CONCLUSÕES E SUGESTÕES

XI.1. Considerações finais e conclusões

XI.1.1. Sobre o acelerador e os sistemas de medidas

Um dos objetivos de nosso trabalho (Seção I.3) era construir um acelerador de elétrons de baixa energia (operando na faixa de 1 a 20keV) que dispusesse dos recursos necessários para poder ser utilizado como instrumento de pesquisa em áreas relacionadas com isolantes.

Esse objetivo foi plenamente alcançado, conforme se pode verificar através da leitura dos Capítulos VI e VII, que tratam respectivamente da construção do acelerador e dos sistemas de medidas, e do Capítulo VIII que, em parte, descreve as medidas preliminares que foram feitas para avaliar o desempenho de todo o conjunto.

Construímos um acelerador de elétrons cujas principais características são:

- 1º Pode ser ajustado para trabalhar na faixa de 0,4 a 20keV,
- 2º A corrente do feixe chegando (normalmente) numa amostra de 30mm de diâmetro pode ser ajustada facilmente desde 10^{-6} A a 10^{-10} A,
- 3º O feixe focalizado pode, quando necessário, varrer o alvo periodicamente e com velocidade constante e
- 4º A vida do emissor de elétrons, que é um filamento de tungstênio não toriado de 0,1mm de diâmetro ultrapassa facilmente as 100 horas nas condições em que trabalhamos.

Durante o projeto do acelerador tínhamos sempre em mente o conselho de Pierce ⁽¹¹⁴⁾ : "... A person studying electron beams to understand them and

improve the art should of course be very careful and thorough. The person who wants to use an electron beam for some particular purpose may lose precious time by trying to do better than well enough". Assim, considerando que pretendíamos apenas injetar carga numa amostra utilizando um feixe desfocalizado ou fazendo um feixe focalizado varrê-la periódica e uniformemente, procuramos projetar um sistema que, ao mesmo tempo, atendesse a essa finalidade e fosse bastante simples, tanto do ponto de vista da óptica-eletrônica quanto da construção, evitando quaisquer sofisticacões desnecessárias.

Por essa razão optamos por um sistema óptico-eletrônico, bastante conhecido, consistindo num catodo (filamento emissor), grade moduladora, primeiro e segundo anodos e uma bobina, envolvendo o 2º anodo, para fazer a focalização principal. Esse sistema, em particular, apresenta, além das vantagens naturais de um sistema misto (lentes eletrostáticas + lente magnética) sobre aqueles que empregam somente lentes eletrostáticas (Ver Seção VI.1), duas outras de natureza prática. A primeira delas é permitir variar a energia dos elétrons sem causar alterações significativas na corrente do feixe, uma vez que o campo elétrico entre o primeiro anodo e o filamento, que é o responsável pela extração dos elétrons do catodo, é praticamente independente da diferença de potencial entre o filamento e o segundo anodo que determina a energia dos elétrons (O primeiro anodo isola eletrostaticamente o filamento do segundo anodo).

A segunda vantagem é que a bobina focalizadora também pode ser utilizada para centralizar o feixe sobre a amostra, desde que se providencie (como fizemos), para que o seu eixo possa ser inclinado ligeiramente quando necessário.

A vida relativamente longa conseguida para o emissor, uma das características positivas deste acelerador (Ver p.72), deve-se, principalmente, à ausência de diafragmas para limitar a seção do feixe, que são tão comuns em microscópios eletrônicos ou em sistemas que empregam somente lentes eletrostáticas, onde são utilizados para eliminar aberracões diversas. Em vista disso, pudemos aproveitar ao máximo a corrente do catodo e, conseqüentemente, trabalhar com o filamento operando a uma temperatura menor do que aquela

normalmente utilizada em microscopia eletrônica.

O segundo anodo do acelerador termina numa câmara de amostra (da qual fica separado por uma válvula de gaveta) que consta de um corpo cilíndrico e de uma base removível mantida no lugar apenas pela pressão atmosférica. No corpo cilíndrico instalamos os elementos fixos como as entradas para o ar, para as bombas de vácuo, visor etc. Na base removível, por outro lado, são montados os elementos necessários para efetuar as medidas desejadas.

A idéia que norteou o projeto da câmara de amostra foi a de deixar a parte inferior do corpo cilíndrico completamente livre, de modo que as mais diversas experiências pudessem ser feitas pela simples substituição da base. Nós usamos duas bases, uma para estudar o comportamento da densidade de corrente numa seção reta do feixe (Ver Seção VIII.2) e a outra para realizar a maioria das experiências descritas no Cap. VIII e aquelas descritas nos Capítulos IX e X. Esta última dispõe, entre outras coisas (Ver Seção VII.2), de um dispositivo eletromecânico para fazer vibrar o suporte de amostra que, uma vez acionado, permite registrar pelo método do capacitor vibrante a evolução do potencial de superfície de uma amostra mesmo enquanto está sendo irradiada pelo feixe eletrônico.

Registrar, como fizemos, o potencial de superfície de uma amostra durante a irradiação com feixe eletrônico é algo que, até onde pudemos saber, ainda não havia sido feito. Sessler e von Seggern⁽¹¹⁵⁾ utilizaram montagem semelhante mas apenas para registrar, uma vez cessada a irradiação, o decaimento do potencial de superfície de amostras que haviam sido carregadas por meio de um microscópio eletrônico de varredura adaptado.

XI.1.2. Sobre as medidas

Na 2a. fase de nosso trabalho pretendíamos utilizar o acelerador para estudar a viabilidade de um novo método de medida de emissão secundária, descrito por von Seggern⁽⁴⁰⁾ em 1985, que prometia ser particularmente útil para medir a

emissão secundária em isolantes. Este estudo se fazia necessário porque os primeiros resultados (com polímeros) obtidos na Alemanha por Gross e colaboradores ⁽⁴¹⁾, utilizando o novo método, apresentavam uma certa discrepância quando comparados com resultados já conhecidos. Além disso, esses pesquisadores não conseguiram verificar experimentalmente duas situações previstas pela teoria. Esses fatos colocavam sob suspeição tanto o procedimento (ou montagem) experimental adotado por eles como o próprio método proposto (Ver Seção I.3).

Em vista disso dividimos nossa investigação em duas partes. Na primeira procuramos analisar possíveis problemas ocorridos com a montagem utilizada na Alemanha ⁽⁴¹⁾ e, na segunda, procuramos rever a teoria da medida que fôra descrita por von Seggern ⁽⁴⁰⁾. Abaixo seguem as principais conclusões a que chegamos:

- 1a. A corrente negativa que era esperada toda vez que a amostra fôsse bombardeada com elétrons de energia efetiva inicial abaixo da energia do primeiro ponto de cruzamento não fôra observada porque uma abertura totalmente livre, como era o caso na montagem empregada na Alemanha, se comporta como uma lente eletrostática que pode interferir na deposição de elétrons de baixa energia (principalmente) sobre a amostra. Para resolver esse problema, cobrimos a abertura com uma tela metálica. Com isso uniformizamos o campo elétrico entre a tela metálica e a amostra e eliminamos a lente eletrostática representada pela abertura o que nos permitiu, a partir daí, registrar a corrente negativa esperada (Ver Seção VIII.4).
- 2a. A interrupção brusca na curva de corrente (degrau) através da amostra que deveria acontecer toda vez que ela fôsse bombardeada com elétrons cujas energia efetiva inicial e energia ganha às custas da tensão que acelera o feixe fossem menor que a energia do 2º ponto de cruzamento não fôra observada na Alemanha, muito provavelmente, pelo fato da deposição não ter sido feita de maneira rigorosamente uniforme. Isto porque, a partir do momento em que pudemos garantir a uniformidade da deposição sobre a amostra, o

degrau pôde ser observado (Ver Seção VIII.5). A análise deste problema, por sinal, é que nos motivou a construir bobinas defletoras que permitissem fazer o feixe focalizado varrer a amostra uniforme e periodicamente (Ver Seções VI.5 e VIII.2).

- 3a. Analisando os dados disponíveis na literatura, principalmente as curvas de $\eta \times E$ na faixa de 0,2-2,4keV, para os 8 polímeros estudados por Matskevich ⁽⁴⁸⁾, notamos que 10% ou mais dos elétrons deixando a superfície de um polímero irradiado por feixe eletrônico eram retro-espalhados ($0,10 < \eta < 0,25$). Em face desse número concluímos que os resultados poderiam ser melhorados se, ao contrário do que fizera von Seggern, também considerássemos a contribuição desses elétrons. Procedendo dessa forma, pudemos escrever (Cap. III) uma expressão mais geral para a corrente atravessando a amostra durante a irradiação (Eq. III.4).

Por outro lado, para von Seggern a corrente através de uma amostra em que o potencial de superfície inicial estivesse acima de +50volts seria igual à própria corrente incidindo na amostra (I_p), fato que foi usado no trabalho da Alemanha para medir a corrente do feixe. Mostramos, entretanto, que essa igualdade deixa de existir quando levamos em conta a contribuição dos retro-espalhados; a corrente através da amostra assume uma forma bem mais complicada (Eq. III.13). Isto nos levou a projetar um copo de Faraday (Ver Seção VII.2.2) para que a corrente do feixe pudesse ser medida de forma independente e inequívoca.

- 4a. Tendo introduzido a tela metálica na abertura sobre a amostra, uniformizado a deposição de carga e montado um dispositivo adequado para medir corretamente a corrente do feixe, repetimos as medidas feitas na Alemanha. Infelizmente os resultados continuavam divergindo daqueles conhecidos, pois os valores do coeficiente de emissão total (σ) encontrados ainda eram menores do que se esperava.

Para esclarecer esse ponto, foi realizada uma série de experiências adicionais, que estão descritas no Cap. IX. Diante das evidências experimentais fomos levados a admitir que, independentemente da amostra estar sendo carregada positiva ou negativamente, os buracos deixados para trás pelos secundários que são emitidos interferem na emissão (por recombinação) enquanto estão se acumulando (durante a irradiação) na região que vai da superfície da amostra até a profundidade de escape máxima dos secundários. Ou seja, a emissão secundária é modulada pelos buracos que se acumulam no espaço em que os secundários gerados têm alguma probabilidade de escapar. Este mecanismo explica porque o coeficiente de emissão total medido pelo método descrito por von Seggern é menor que o esperado.

Nos métodos convencionais de medida de emissão secundária em isolantes a carga acumulada pela amostra durante a irradiação pode ser um empecilho para a medida, se certas precauções não forem tomadas. No método descrito por von Seggern (que designamos Método de Medida Dinâmica), por outro lado, a carga acumulada faz parte da medida pois o coeficiente de emissão secundária total é medido a partir das evoluções temporais da carga armazenada e do potencial de superfície, enquanto o alvo está sendo irradiado pelo feixe (Ver Seção III.1). Este, por sinal, era um dos aspectos mais atraentes do método pois, conforme mostramos nos Capítulos III e IV, a curva $\sigma \times E$ completa poderia ser obtida escolhendo-se convenientemente apenas três tensões aceleradoras para o feixe (Nos métodos convencionais varia-se a energia dos elétrons do feixe tantas vezes quantos forem os pontos necessários para se construir um boa curva). A razão disto é que o parâmetro relevante nesse método é a energia efetiva dos elétrons (definida pela Eq. III.3), que depende da energia dos primários e do potencial de superfície no instante em que os elétrons atingem a amostra, e não apenas da energia dos primários (energia adquirida às custas da tensão aceleradora).

Porém, ao mostrarmos que a carga acumulada interferia na emissão (Cap. IX), acabamos mostrando indiretamente que os valores de σ obtidos pelo método de medida dinâmica eram valores distorcidos; em outras palavras, o método descrito por von Seggern não se prestava para medir a emissão secundária "verdadeira" em isolantes. As curvas de $\sigma x E$ obtidas por esse método, entretanto, também são importantes e podem vir a ser úteis do ponto de vista das aplicações (Por exemplo, em simulações feitas com satélites para se avaliar as possíveis perturbações geradas pela acumulação de carga nos revestimentos isolantes - Ver p.10), uma vez que revelam como é a emissão num material que está carregado.

Todavia, mais importante que uma futura aplicação das curvas do coeficiente "distorcido" de emissão total versus energia são, no nosso entender, os possíveis resultados que poderão advir de uma análise (como aquela que fizemos no Cap. IX, por exemplo) do mecanismo da interferência exercida pela carga acumulada sobre a emissão. Nesse sentido alguns resultados importantes já puderam ser obtidos.

Por exemplo, para explicar porque as curvas de emissão obtidas pelo método de medida dinâmica e pelo método do pulso se aproximam ou mesmo se superpõem em algumas regiões (Ver Figuras IX.1 e IX.3) ou porque as curvas da figura IX.2, todas obtidas pelo método da medida dinâmica, se juntam depois de um certo ponto, precisamos admitir (Ver Seções IX.4 e IX.5) que: i) A nuvem de buracos se desloca durante a irradiação, às custas de um campo elétrico, dirigindo-se para o fundo da região irradiada; ii) a partir do momento em que os elétrons incidentes têm energia suficiente para ultrapassar a profundidade de escape máxima, a interferência deixa de existir, uma vez que a nuvem de buracos que acompanha a frente da zona irradiada não mais ocupará a região em que os secundários gerados têm alguma probabilidade de escapar; iii) A partir disso e da equação do alcance (Eq. IX.2) podemos estimar a profundidade de escape máxima e média no caso do Teflon FEP (A coincidência entre os nossos resultados e aqueles conhecidos é surpreendente - Ver Seção IX.5) e iv) Dentro da mesma linha

de raciocínio pudemos estimar, também a profundidade máxima alcançada pela nuvem de buracos (cargas positivas), no caso de uma amostra de Teflon FEP carregada positivamente. O valor estimado de $2000\text{\AA}$, que corresponde a 0,5% da espessura da amostra utilizada, concorda com os resultados obtidos na Seção VIII.8, quando medidas de capacitância feitas por dois métodos distintos nos levaram a concluir que a carga positiva estava acumulada numa região muito próxima da superfície.

Embora o método de medida dinâmica não se preste para levantar a "verdadeira" curva de emissão, a montagem adotada pode ser empregada, com vantagem, para:

- I) Medir, diretamente, a energia do 2º ponto de cruzamento com a precisão que se desejar (A tolerância de nossas medidas, neste caso, é cerca de 1% - Ver Seção X.2.2) e
- II) Medir σ sem distorção, se considerarmos apenas a corrente no instante inicial da irradiação, que é o instante em que a amostra ainda se encontra descarregada.

Esta última possibilidade foi explorada no Cap. V quando descrevemos o método do pulso introduzido neste trabalho e utilizado no Cap.X para levantar curvas de $\sigma x E$ relativas a 6 polímeros. Sob alguns aspectos acreditamos que este método não só difere como apresenta vantagens sobre o método do pulso convencional, descrito na Seção II.7. Em primeiro lugar está a rapidez com que a parte da curva $\sigma x E$ entre os pontos de cruzamento pode ser construída, uma vez que é possível obter um grande número de pontos da curva fixando-se apenas uma tensão aceleradora. Desde que não há necessidade de se ajustar o feixe entre uma medida e outra, nos sentimos estimulados a obter tantos pontos quantos forem necessários para se traçar uma boa curva (Ver Seção V.2).

Uma outra vantagem está relacionada com a baixa energia a partir da qual podemos começar a construir a curva da emissão, mesmo dispondo de uma acelerador que não opere em baixa energia (O limite para o nosso acelerador é de

400eV e a curva de emissão pode ser construída a partir de 10eV). A razão para isto é que o parâmetro relevante é $E_{ef,i}$ e não E_p , e o primeiro pode ser ajustado variando a polarização aplicada na amostra, desde 0 a E_p . Assim, o acelerador não impõe um limite para o início da curva, como aconteceu com Krainsky ⁽¹⁰²⁾ e Matskevich ⁽⁴⁸⁾ que, limitados pela máquina utilizada, começaram suas curvas a partir de 100 e 200 elétron-volts, respectivamente. Com relação a isso o método do pulso que propusemos leva nítida vantagem sobre o convencional, pois construir aceleradores para operar na faixa de dezenas de elétron-volts é uma tarefa relativamente bem mais complicada ⁽¹¹⁶⁾.

Finalizando, resta dizer que nos argumentos utilizados na Seção IX.7, para explicar como se dava a interferência sobre a emissão quando a amostra estava carregada negativamente, e na Seção X.3.4, para explicar o pico de corrente negativa na Fig. X.10 (totalmente inesperado), admitimos que, em amostras carregadas negativamente, existem buracos (cargas positivas) mais perto da superfície, criados pelos elétrons emitidos, e cargas negativas em maior quantidade, depositadas a uma profundidade maior, que são devidas aos elétrons injetados pelo feixe eletrônico. Estas quantidades devem, em princípio, manter-se separadas, pelo menos enquanto o campo elétrico existente entre as cargas negativas e a tela metálica acima da amostra não arrastar as cargas positivas para o fundo da zona irradiada.

Experiências realizadas para se determinar distribuições de carga espacial no Mylar e no Kapton pelo método do pulso de pressão induzido por laser indicam que, pelo menos com amostras carregadas com elétrons de mais de 20keV e de modo que o potencial de superfície permaneça (em módulo) abaixo de 300V, as coisas se passam assim, isto é, a carga espacial acumula-se em duas camadas, uma próxima da superfície não metalizada e a outra no volume do material ⁽¹¹⁷⁾. Os autores atribuem à resolução insuficiente do método de medida (1 a 2 μ m) o fato de não ter sido possível verificar a mesma coisa para energias menores. Mas o pico negativo na Fig. X.10, que apareceu justamente ao descarregarmos uma amostra que havia sido carregada negativamente com elétrons de 2500eV, cuja penetração é

certamente menor que $1\mu\text{m}$, reforça a idéia de que o mesmo deve acontecer para energias menores, pois, a menos que seja encontrada uma outra explicação, sua existência só pode ser justificada pelo fato de haver duas camadas de cargas separadas (Ver Seção X.3.4). Isto não quer dizer que sempre haverá separação, pois vimos também ao final da Seção X.3.4 que o pico só aparece ao descarregarmos as amostras que haviam sido carregadas com elétrons de energia acima de um certo valor. De qualquer modo sentimos que este assunto deve ser estudado mais sistematicamente no futuro.

XI.2. Sugestões para trabalhos futuros

XI.2.1. Relativas ao acelerador

A primeira coisa a ser feita é implantar no sistema a bomba turbomolecular, que já está disponível graças a um auxílio concedido pela FAPESP.

Em segundo lugar seria interessante estudar a possibilidade de estabilizar a corrente do feixe através de um circuito apropriado, de modo que as medidas possam ser iniciadas mais rapidamente. Para esta finalidade a referência 100 pode servir como ponto de partida.

É preciso também verificar a possível emissão de raios-X para toda a faixa de energia de operação (Por recomendação do professor Gross procuramos não ultrapassar a energia de 5keV , embora o acelerador tenha sido testado por pouco tempo até $22,5\text{keV}$).

Finalmente, é preciso projetar uma fonte de tensão "triangular" para alimentar as bobinas defletoras, a qual nos permita fazer o feixe varrer a amostra quando energias mais altas forem utilizadas (Com os geradores de função comerciais que estamos utilizando, só conseguimos varrer a área de interesse - $40\text{mm} \times 80\text{mm}$ - se não ultrapassarmos 5keV).

XI.2.2. Relativas às medidas

Em continuação ao trabalho desenvolvido, o natural seria:

- 1º Repetir algumas das medidas de emissão secundária em polímeros feitas no Cap.X, depois que a bomba turbo-molecular for instalada. Com isso poder-se-á verificar possíveis alterações na emissão secundária pelo fato de se ter melhorado o vácuo.
- 2º Seria interessante, também, repetir novamente algumas das experiências descritas no Cap.X usando agora um osciloscópio com memória para registrar os pulsos de corrente. Com isso poder-se-á verificar, comparando as medidas feitas com o osciloscópio e com o eletrômetro, se o tempo de resposta finito do eletrômetro introduziu algum erro adicional nas medidas que fizemos.
- 3º Analisar a possibilidade de se utilizar a Eq. III.13 para se avaliar o coeficiente de retro-espalhamento (η). Neste caso, será preciso introduzir uma correção na corrente devido à presença dos terciários gerados na tela metálica pelos elétrons retro-espalhados ou pelo próprio feixe. Para isto, o apêndice na referência 63 poderá servir como ponto de partida.
- 4º A integral definida, na Eq. IV.7, é função de V_s . Se ela for determinada medindo-se σ e V_s para vários valores de E_p , a função $g(E')$ poderá ser determinada por derivação. Assim, sugerimos investigar a possibilidade de determinar essa função experimentalmente (Ver Seção IV.7).
- 5º Às vezes é interessante estudar, fora da câmara (de amostra), uma amostra que tenha sido carregada por feixe eletrônico. O efeito Paschen, entretanto, restringe essa possibilidade uma vez que, se o módulo de potencial de superfície estiver acima de 327volts, ocorrerão rupturas ao se pressurizar a câmara (Ver Seção VIII.7). À primeira vista poder-se-ia resolver o problema se anulássemos o campo elétrico entre a tela metálica e a superfície da amostra,

polarizando convenientemente a tampa metálica que prende a tela (Ver Seção VII.2) antes de se proceder a pressurização. Sugerimos verificar, experimentalmente, se isto de fato é possível.

ANEXO I

GERADOR DE PULSOS P/ VIBRADOR

Size	Document Number	REV
A	ANEXO I	01
Date:	April 2, 1990	Sheet 1 of 1

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. GROSS, B. - Irradiation effects in borosilicate glass. *Phys. Rev.* 107, 368 (1957).
2. GROSS, B. - Irradiation effects in plexiglas. *J. Polymer Sci.* 27, 135 (1958).
3. GROSS, B. - Perfil: Bernhard Gross. *Ciência Hoje*. 4, 74 (1986).
4. MONTEITH, L.K. - Trapping and thermal release of irradiation electrons from polyethylene terephthalate films. *J. Appl. Phys.* 37, 2633 (1966).
5. SESSLER, G. M. & WEST, J.E. - Charging of polymer foils with monoenergetic low-energy electron beams. *Appl. Phys. Lett.* 17, 507 (1970).
6. VAN TURNHOUT, J. - Current and charge TSD of polymer electrets resulting from the motion of excess charges. In: *Electrets, charge storage and transport in dielectrics* (M.M. Perlman, ed.), The Electrochem. Soc., Princeton, 1973, p.230-51.
7. SESSLER, G.M. & WEST, J.E. - Charge properties of electron-beam irradiated dielectrics. *Ibid.*, p.292-99.
8. GROSS, B.; SESSLER, G.M. ; WEST, J.E. - Charge dynamics for electron-irradiated polymer-foil electrets. *J. Appl. Phys.* 45, 2841 (1974).
9. PERLMAN, M.M. & UNGER, S. - Electron bombardment of electret foils. *Appl. Phys. Lett.*, 24 579 (1974).
10. SESSLER, G.M. & WEST, J.E. - Self-biased condenser microphone with high capacitance. *J. Acoust. Am.* 34, 1787 (1962).
11. HILCZER, B. & MALECKI, J. - Electrets. Warszawa, PWN-Polish Scientific Publishers, 1986. Traduzido por Jerzy Tomaszcyk. Ver especialmente as seções 4.3 e 5.4.2.
12. REEVES, R.D. & BALMAIN, K.G. - Two-dimensional electron beam charging model for polymer films. *IEEE Trans. Nuc. Sci.* NS-28, 4547 (1981).
13. ROSEN, A. - Spacecraft charging by magnetospheric plasmas. *IEEE Trans. Nuc. Sci.* NS-23, 1762 (1976).

14. BALMAIN, K.G. & HIRT, W. - Dielectric surface discharges: dependence on incident electron flux. IEEE Trans. Nuc. Sci. NS-27, 1770 (1980).
15. YADLOWSKY, E.J.; HAZELTON, R.C.; CHURCHILL, R.J. - Characteristics of edge breakdowns on Teflon samples. IEEE Trans. Nuc. Sci. NS-27, 1765 (1980).
16. ZHIGAREV, A. - Electron optics and electron-beam devices. Moscow, Mir Publishers, 1975. Seção 6.6, p. 383.
17. EHRENBERG, W. & GIBBONS, D.J. - Electron bombardment induced conductivity and its applications. London, Academic Press Inc., 1981, Cap. 1.
18. EHRENBERG, W. , J. Sci. Instr. 17 , 41 (1940). Apud Ref. 17.
19. EPSTEIN, D.W. & PENSAK, L. , RCA Rev. 7 , 5 (1946). Apud Ref. 17.
20. Ver Ref. 17, capítulos 1 e 7 ou, mais especificamente, p.3 e p.264.
21. ANSBACHER, F. & EHRENBERG, W. - Electron-bombardment conductivity of dielectric films. Proc. Phys. Soc. A64, 362 (1951).
22. PENSAK, L. - Conductivity induced by electrons bombardment in thin insulating films. Phys. Rev. 75, 472 (1949).
23. LEWINER, J. - Evolution of experimental techniques for the study of the electrical properties of insulating materials. IEEE Trans. Elec. Ins. EI-21, 351 (1986).
24. GROSS, B. & MORAES, R.J. - Polarization of the electret. J. Chem. Phys. 37, 710 (1962).
25. COLLINS, R.E. - Measurement of charge distribution in electrets. Rev. Sci. Instrum. 48, 83 (1977).
26. LAURENCEAU, P.; DREYFUS, G.; LEWINER, J. - New principle for the determination of potential distributions in dielectrics. Phys. Rev. Lett. 38, 46 (1977).
27. SESSLER, G.M.; WEST, J.E.; BERKLEY, D.A.; MORGENSTERN, G. - Determination of spatial distribution of charges in thin dielectrics. Phys. Rev. Lett. 38, 368 (1977).
28. TONG, D.W. - Electron beam probing of space charge in PET films. IEEE Trans. Elec. Ins. EI-17, 377 (1982).

29. SESSLER, G.M.; WEST, J.; VON SEGGERN, H. - Electron beam method for detecting charge distributions in thin polyethyleneterephthalate films. J. Appl. Phys. 53, 4320 (1982).
30. SANDONATO, G.M. - Construção de um acelerador de elétrons de 20keV: Aplicação ao estudo de polímeros. São Carlos, 1983. [Mestrado - IFQSC - USP].
31. GROSS, B. - Recollections. IEEE Trans. Elec. Ins. EI-21, 245 (1986).
32. HALL, C.E. - Microscopia electrónica. Bilbao, Ediciones Urmo, 1970. Traduzido por J.M. Rojo et al. p. 170.
33. SPANGENBERG, K.R. - Vacuum Tubes. Tokyo, McGraw-Hill, 1948. Seção 4.4., p.42.
34. NIEDRIG, H. - Electron backscattering from thin films. J. Appl. Phys. 53(4), R15 (1982).
35. GUSEL'NIKOV, V.N.; IVANOVSKII, S.A.; YAGUSHKIN, N.I. - Influence of emission current on surface potential in a dielectric irradiated by electrons. Sov. Phys. Tech. Phys. 31, 1081 (1986).
36. KRAINSKY, I.; GORDON, W.L.; HOFFMAN, R.W. - Electron beam induced damage in ITO coated Kapton. Appl. Surf. Sci. 9, 39 (1981).
37. BURKE, E.A. - Secondary emission from polymers. IEEE Trans. Nuc. Sci. NS-27, 1760 (1980).
38. WHETTEN, N.R. - Secondary electron emission. In: Methods of experimental physics (L. Marton, ed), Vol. 4-Parte A, New York, Academic Press, 1967, p. 75-8.
39. GROSS, B.; VON SEGGERN, H. ; WEST, J.E. - Positive charging of fluorinated ethylene propylene copolymer (Teflon) by irradiation with low-energy electrons. J. Appl. Phys. 56, 2333 (1984).
40. VON SEGGERN, H. - Charging dynamics of dielectrics irradiated by low energy electrons. IEEE Trans. Nuc. Sci. NS-32, 1503 (1985).
41. GROSS, B.; VON SEGGERN, H.; BERRAISSEUL, A. - Surface charging of dielectrics by secondary emission and the determination of emission yield. IEEE Trans. Elec. Ins. EI-22, 23 (1987).

42. DEKKER, A.J. - Solid state physics. Englewood Cliffs, N.J., Prentice-Hall, Inc., 1962. Cap. 17.
43. KOLLATH, R. - Secondary electron emission of solids induced by electron bombardment. In: Encyclopedia of Physics, Vol.21, Berlin, Springer, 1956. p.232-303.
44. DEKKER, A.J. - Secondary electron emission. In: Solid State Physics (F. Seitz & D. Turnbull, eds.), Vol.6, New York, Academic Press Inc., 1958. p.251-315.
45. SEILER, H.- Secondary electron emission in the scanning electron microscope. J. Appl. Phys. 54(11), R1 (1983).
46. AMELIO, G.F. - Theory for the energy distribution of secondary electrons. J. Vac. Sci. and Technol. 7, 593 (1970).
47. BOUCHARD, C. & CARETTE, J.D. - The surface potential barrier in secondary emission from semiconductors. Surf. Sci. 100, 251 (1980).
48. MATSKEVICH, T.L. - Secondary electron emission of some polymers. Fiz. Tverd. Tela Akad. Nauk., SSSR, 1, 277 - em russo - (1959).
49. KAZANTSEV, A.P. & MATSKEVICH, T.L. - Secondary electron emission on methylnmethacrylate at 25keV. Soviet Phys. - Sol. State 6, 1898 (1965).
50. DIONNE, G.F. - Origin of secondary-electron-emission yield-curve parameters. J. Appl. Phys. 46, 3347 (1975).
51. KANTER, H. - Energy dissipation and secondary electron emission in solids. Phys. Rev. 121, 677 (1961).
52. BAROODY, E.M. - A theory of secondary electron emission from metals. Phys. Rev. 78, 780 (1950).
53. LYE, R.G. & DEKKER, A.J. - Theory of secondary emission. Phys. Rev. 107, 977 (1957).
54. YOUNG, J.R. - Penetration of electrons in aluminum oxide films. Phys. Rev. 103, 292 (1956).
55. YOUNG, J.R. - Dissipation of energy by 2,5-10keV electrons. J. Appl. Phys. 28, 524 (1957).

56. SALEHI, M. & FLINN, E.A. - An experimental assessment of proposed universal yield curves for secondary electron emission. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 13, 281 (1980).
57. KANTER, H. - Contribution of backscattered electrons to secondary electron formation. *Phys. Rev.* 121, 681 (1961).
58. KANAYA, K. & KAWAKATSU, H. - Secondary electron emission due to primary and backscattered electrons. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 5, 1927 (1972).
59. KANAYA, K.; ONO, S.; ISHIGAKI, F. - Secondary electron emission from insulators. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 11, 2425 (1978).
60. WILLIS, R.F. & SKINNER, D.K. - Secondary electron emission yield behaviour of polymers. *Sol. Sta. Comm.* 13, 685 (1973).
61. SALEHI, M. & FLINN, E.A. - Dependence of secondary-electron emission from amorphous materials on primary angle of incidence. *J. Appl. Phys.* 52, 994 (1981).
62. MCKAY, K.G. - Secondary electron emission. In: Advances in electronics (L. Marton, ed.), Vol. I, New York, Academic Press, 1948. p.66-130.
63. STERNGLASS, E.J. - Backscattering of kilovolt electrons from solids. *Phys. Rev.* 95, 345 (1954).
64. JOHNSON, J.B. & MCKAY, K.G. - Secondary electron emission of crystalline MgO. *Phys. Rev.* 91, 582 (1953).
65. SALOW, H., *Z. Techn. Physik* 21, 8 (1940). Apud Ref. 38.
66. WHETTEN, N.R. & LAPONSKY, A.B. - Energy distribution of secondary electrons from MgO single crystals. *Phys. Rev.* 107, 1521 (1957).
67. MORENO, R.A. & GROSS, B. - Measurement of potential buildup and decay, surface charge density, and charging currents of corona-charged polymer foil electrets. *J. Appl. Phys.* 47, 3397 (1976).
68. HAINE, M.E. & LINDER, D. - High brightness electron guns. In: Focusing of charged particles (A. Septier, ed.), vol. 1, New York, Academic Press, 1967. p. 233-49.

69. THOMSON, J. & CALLICK, E.B. - Electron physics and technology. London, The English Universities Press Ltd, 1959. Cap.26.
 70. MUELLER, C.W. - The secondary electron emission of pyrex glass. J. Appl. Phys. 16, 453 (1945).
 71. WHETTEN, N.R. - Cleavage in high vacuums of alkali halide single crystals-secondary electron emission. J. Appl. Phys. 35, 3279 (1964).
 72. MOORE, J.H.; DAVIS, C.C.; COPLAN, M.A. - Building Scientific Apparatus. Massachusetts, Addison-Wesley, 1983. pp.13 e 84.
 73. HEPP, G. - Measurements of potential by means of the electrolytic tank. Phil. Tech. Rev. 4, 223 (1939).
 74. TODD, C.D. - The potentiometer handbook. McGraw-Hill, 1975. p. 152.
 75. BESSON, R. - Technologie des composants électroniques. Tome 1. Paris, Editions Radio, 5a. ed., 1980. p.100-5.
 76. SOUZA, J.P. de. - Produção de íons positivos para implantação em semicondutores. São Paulo, 1973. [Mestrado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo].
 77. BLOOMER, R.N. - The lives of electron microscope filaments. Brit. J. Appl. Phys. 8, 83 (1957).
 78. JONES, H.A. & LANGMUIR, I. - The characteristics of tungsten filaments as functions of temperature (Parte 1). Gen. Elect. Rev. 30, 310 (1927).
 79. KLEMPERER, O. - Electron optics. 3a. ed., Cambridge, Cambridge University Press, 1971. p. 367-71 (Ver, também, p. 271-5 na 2a. ed).
 80. BACHMAN, C.H. - Techniques in experimental electronics. New York, John Wiley & Sons, 1948. Cap.14.
 81. SESSLER, G.M. - Physical principles of electrets. In: Electrets (G. M. Sessler, ed), Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1980. Seção 2.2.5, p.34.
 82. LIGTHART, H.J. & POLITIEK, J. - An open 800-kV ion-implantation machine. Philips Tech. Rev. 43, 169 (1987).
- Ens. Fis. 4, 3 (1982).
96. SIMPSON, R.E. - Introductory electronics for scientists and engineers. Boston, Allyn and Bacon, Inc., 1976. p. 394-400.

83. PARKER, W.E. - Construa sua câmara de TV. Rádio e Televisão, Ano XIX, nº 216, p.33 (1966).
84. MALVINO, A.P. - Eletrônica. São Paulo, McGraw-Hill, 1987. Vol.2, Cap. 18.
Traduzido por A.M. da Costa.
85. ZISMAN, W.A. - A new method of measuring contact potential differences in metals. Rev. Sci. Instr. 3, 367 (1932).
86. PERLMAN, M.M. & REEDKY, C.W. - Production and charge decay of film electrets. J. Electrochem. Soc. 115, 45 (1968).
87. GIACOMETTI, J. A. - Corona com corrente constante: Um novo método para o estudo de transporte de carga em isolantes. Aplicação em polímeros. São Carlos, 1982. [Doutoramento - IFQSC - USP].
88. KELVIN, L. - Phil. Mag. 46, 82 (1898). Apud. Ref. 93.
89. MORENO, R.A. - Um método para o estudo de transporte de cargas em filmes isolantes carregados por descarga corona. Aplicação ao polietileno. São Carlos, 1977. [Doutoramento - IFQSC - USP].
90. SEMINÁRIOS em dielétricos. Conceitos e técnicas de medidas. São Carlos, 1989. [Publicação interna - Grupo de Eletretos, IFQSC - USP]. Seção 2.6.1.
91. FREEDMAN, L.A. & ROSENTHAL, L.A. - An apparatus for study of electrets. Rev. Sci. Instr. 21, 896 (1950).
92. BAIKIE, I.D. et al. - Automatic Kelvin probe compatible with ultrahigh vacuum. Rev. Sci. Instr. 60, 930 (1989).
93. SURPLICE, N.A. & D'ARCY, R.J. - A critique of the Kelvin method of measuring work functions. J. Phys. E: Scientific Instruments 3, 477 (1970).
94. HESSEL, R. - Discos sustentados por colchão de ar: Uma nova proposta. São Carlos, 1981 [Mestrado - IFQSC-USP].
95. HESSEL, R. - Discos sustentados por colchão de ar: Uma nova proposta. Rev. Ens. Fis. 4, 3 (1982).
96. SIMPSON, R.E. - Introductory electronics for scientists and engineers. Boston, Allyn and Bacon, Inc., 1976. p. 394-400.

97. ANDERSON, J.R. & ALEXANDER, A.E. - Theory of the vibrating condenser converter and application to contact potential measurement. *Austr. J. Appl. Sci.* 3, 201 (1952).
98. ANDRÉ, B. - Mesure de la densité de courant dans une section droite d'un faisceau d'électrons. *Rev. Physique Appliquée* 1, 133 (1966).
99. JACOB, L. - Electron distribution in electron optically focused electron beams, *Phil. Mag.* 28(186), 81 (1939).
100. WELLENSTEIN, H.F. & ENSMAN, R.E. - A regulated filament temperature power supply for electron guns. *Rev. Sci. Instr.* 44, 922 (1973).
101. TAREEV, B.M. et al. - Electrical and radio engineering materials. Moscow, Mir Publishers, 1980. Seção 18.2, p. 172.
102. KRAINSKY, I; LUNDIN, W.; GORDON, W.L.; HOFFMANN, R.W. - Secondary electron emission yield. Annual Report for Period July 1, 1980 to June 30, 1981 (NASA Grant NSG 3197). Dpt. of Physics, Case Western Univ. Cleveland, Ohio, 1981.
103. CHUDLEIGH, P.W. - Charge transport through a polymer foil. *J. Appl. Phys* 48, 4591 (1977).
104. WINTLE, H.J. - Surface-charge decay in insulators with nonconstant mobility and with deep trapping. *J. Appl. Phys.* 43, 2927 (1972).
105. GROSS, B.; SESSLER, G.M. ; VON SEGGERN, H.; WEST, J.E. - Hole transit in Teflon films. *Appl. Phys. Lett.* 34, 555 (1979).
106. GROSS, B. & OLIVEIRA, L.N. de. - Transport of excess charge in electron-irradiated dielectrics. *J. Appl. Phys.* 45, 4724 (1974).
107. VON SEGGERN, H. - Identification of TSC peaks and surface-voltage stability in Teflon FEP. *J. Appl. Phys.* 50, 2817 (1979).
108. FERREIRA, G.F.L. - Tópicos em transporte e polarização elétrica em isolantes. São Carlos, 1985. [Grupo de Eletretos - publicação interna - IFQSC - USP]. p.26.

109. HIRSCH, J. & MARTIN, E.H. - Electron-induced conduction in plastics. II. Bulk excitation in polystyrene and other insulating polymers. J. Appl. Phys. 43, 1008(1972).
110. SESSLER, G.M. & WEST, J.E. - Production of high quasipermanent charge densities on polymer foils by application of breakdown fields. J. Appl. Phys. 43, 922 (1972).
111. Electrometer Measurements - Cleveland, Ohio, Keithley Instruments, Inc. , 1972. p. 30.
112. LEUNG, M.S.; TUELING, M.B.; SCHNAUSS, E.R. - Effects of secondary electron emission on charging. In: Spacecraft Charging Technology, NASA - Conference Publication 2182, AFGL-TR-81-0270, 1980.
113. WALL, J.A.; BURKE, E.A.; FREDERICKSON, A.R. - Results of literature search on dielectric properties and electron interaction phenomena related to spacecraft charging. Proceedings of the Spacecraft Charging Technology Conference . (Eds. C.P. Pike and R.R. Lovell), NASA TMS-73537, 1977. p.569-592. Apud R.D. Reeves - Two-dimensional beam charging model for polymer films. Toronto, Canada. Trabalho preparado sob NASA Grant NSG-7647, September 1981. p.5.
114. PIERCE, J.R. - Theory and design of electron beams. New York, D. Van Nostrand Company, Inc., 1949. p. 189.
115. SESSLER, G.M. & VON SEGGERN, H. - Crossover of surface-potential decays in electron-beam charged polyethylene. In: Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, National Academy of Sciences, Washington, D.C., 1979, p. 160.
116. CLARKE, W.W.H. & JACOB, L. - Focusing of low-energy electron beams. J. Appl. Phys., 27, 1519 (1956).
117. WEST, J.E.; WINTLE, H.J. ; BERRAISOUL, A.; SESSLER, G.M. - Space-charge distributions in electron-beam charged Mylar and Kapton films. IEEE Trans. Elec. Ins., EI-24 , 533 (1989).