



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

FACULDADE DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

PRODUÇÃO DE MICROFEIXES DE ÍONS DE MeV COM O USO DE MICROCAPILARES DE VIDRO

DANIELA GOVONI SOTELO
BACHAREL EM FÍSICA MÉDICA

**DISSERTAÇÃO PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA
E TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Porto Alegre

Março, 2014



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

FACULDADE DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

PRODUÇÃO DE MICROFEIXES DE ÍONS DE MeV COM O USO DE MICROCAPILARES DE VIDRO

DANIELA GOVONI SOTELO

BACHAREL EM FÍSICA MÉDICA

ORIENTADOR: PROF. DR. RICARDO MEURER PAPAEO

Dissertação de Mestrado realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

**Porto Alegre
Março, 2014**

*“Toda a conquista, todo o passo
adiante no conhecimento é
consequência da coragem, da dureza
em relação a si mesmo, da decência
consigo mesmo...”*

Nietzsche



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul
FACULDADE DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

PRODUÇÃO DE MICROFEIXES DE ÍONS DE MEV COM O USO DE MICROCAPILARES DE VIDRO

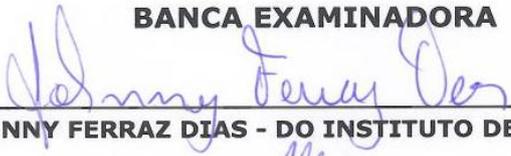
CANDIDATA: DANIELA GOVONI SOTELO

Esta Dissertação de Mestrado foi julgada para obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.



DR. RICARDO MEURER PAPAEO - ORIENTADOR

BANCA EXAMINADORA



DR. JOHNNY FERRAZ DIAS - DO INSTITUTO DE FÍSICA - UFRGS



DR. ROBERTO HUBLER - DO PGETEMA - FENG - PUCRS

PUCRS

Campus Central
Av. Ipiranga, 6681 - Prédio 30 - Sala 103 - CEP: 90619-900
Telefone: (51) 3353.4059 - Fax: (51) 3320.3625
E-mail: engenharia.pg.materiais@puhrs.br
www.puhrs.br/feng

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Elaine e Sergio, que sempre se preocuparam com a minha formação, pelo apoio e dedicação incondicionais, por nunca me deixarem desistir.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Professor Ricardo Papaléo, pelos ensinamentos, pelas críticas construtivas e pela compreensão.

Ao CNPq pela bolsa de estudos que viabilizou a realização desta pós-graduação.

A todos os professores da Faculdade de Física e do Programa de Pós Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais da PUCRS, que foram essenciais para a minha formação.

À minha irmã Eniale Govoni Sotelo, que desde criança me mostrou como é interessante e importante estudar.

Ao meu namorado Rafael Trindade, pelo amor e carinho em todos os momentos.

Aos amigos e colegas do grupo de pesquisa Raquel Thomaz, Elisa Magno Nunes de Oliveira, Claudia Telles e Julio Cesar pela amizade e apoio. À nossa colega de grupo Danieli Born Guerra pela amizade e trabalho como bolsista de IC.

Às equipes dos laboratórios da PUCRS e UFRGS pelo auxílio fundamental com as ferramentas necessárias para a realização deste trabalho. Agradeço especialmente à equipe do Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS, Eng. Agostinho Bula e os técnicos Paulo Borba, Clodomiro Castello (Miro), Paulo Kovalick e Michele.

Às poucas pessoas que mesmo sem me compreenderem completamente, foram capazes de estar ao meu lado sem me julgar.

Por ter encontrado no meu caminho inúmeras pessoas do bem.

Ao meu avô Danilo Govoni, meu anjo da guarda, por ter deixado o maior exemplo que conheço de caráter e força.

À PUCRS, que há mais de 8 anos é minha segunda casa.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	5
AGRADECIMENTOS	6
SUMÁRIO	7
LISTA DE FIGURAS	9
LISTA DE TABELAS	15
LISTA DE SÍMBOLOS	16
LISTA DE ABREVIATURAS	18
RESUMO	19
ABSTRACT	20
1. INTRODUÇÃO	21
2. OBJETIVOS	24
2.1. Objetivos Específicos	24
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	25
3.1. Interação da radiação iônica com a matéria	25
3.2. Produção de íons energéticos	28
3.2.1. Acelerador Tandetron	28
3.3. Produção de microfeixe de íons de alta energia	30
3.3.1. Focalização do feixe por campos elétricos e magnéticos	31
3.3.1.1. Feixe de Íons Focalizados (FIB)	31
3.3.1.2. Escrita por Feixe de Prótons (PBW)	33
3.3.2. Microfeixes por confinamento mecânico	34
4. MATERIAIS E MÉTODOS	43
4.1. Fabricação dos capilares de vidro	43
4.1.1. Programas de fabricação dos capilares de vidro	46
4.2. Feixes iônicos	48
4.3. Descrição do aparato experimental	51
4.4. Alinhamento dos capilares e transmissão do feixe	54
4.5. Marcação de polímeros com o microfeixe	56

4.6. Câmera CCD para detecção do feixe.....	58
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	61
5.1. Estudo das condições de alinhamento do feixe	61
5.2. Estudo da morfologia do microfeixe com o uso de filmes poliméricos.....	73
5.2.1. Padrão morfológico das marcações e formato das pontas	75
5.2.2. Perfil do feixe	84
5.2.3. Marcações e a fluência de íons incidentes.....	87
5.3. Divergência do feixe	88
5.4. Visualização do microfeixe com o uso de uma câmera CCD.....	91
6. CONCLUSÕES	97
7. PERSPECTIVAS FUTURAS	99
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	100

LISTA DE FIGURAS

- Figura 3.1 Esquema dos processos que ocorrem em um material sólido ao ser irradiado com íons de alta energia. Adaptado de [19].....26
- Figura 3.2 Relação entre a energia dos íons e a participação dos fenômenos de freamento nuclear e eletrônico [20].....27
- Figura 3.3 Esquema do acelerador de partículas Tandetron, instalado no IF-UFRGS, mostrando seus componentes: (1) fonte de íons; (2) analisador magnético de massas; (3) sistema de aceleração; (4) stripper; (5) sistema de deflexão e focalização e (6) linhas de trabalho [21].....29
- Figura 3.4 Comparação entre (a) Feixe de prótons, (b) Feixe de íons Focalizados e (c) Feixe de elétrons. A figura mostra as diferenças no perfil de profundidade de cada tipo de feixe ao incidir sobre material sólido. As simulações foram realizadas através dos softwares SRIM e CASINO, para os feixes de prótons e de elétrons, respectivamente [31]. 34
- Figura 3.5 Esquema mostrando uma partícula carregada ao ser guiada através de um capilar [52].....39
- Figura 3.6 Gráfico da intensidade dos íons - contagens por segundo em função do tempo, mostrando comportamento típico de acumulação de cargas no capilar. O ângulo de incidência em relação ao eixo do capilar foi de $0,25^\circ$ [53] 40
- Figura 3.7 Modelos de guiamento de íons de baixa energia ao atravessarem capilares: em (a) os íons incidentes carregam as paredes internas do capilar e em (b) a carga acumulada evita outras colisões de íons com as paredes internas e o feixe viaja paralelamente em direção a saída do capilar [35].....41
- Figura 4.1 Fotografia do puxador programável de pipetas modelo P-87 da *Sutter Instrument Company*. A letra (a) indica o capilar de vidro sendo submetido a aquecimento e estiramento; (b) mostra as placas metálicas que servem como suporte para o capilar; (c) a rosca para atarraxar o capilar ao suporte e (d) o filamento de Tungstênio responsável pelo aquecimento e fusão do vidro. 44
- Figura 4.2 Esquema de um ciclo completo realizado pelo puxador programável de pipetas. [54]..... 45
- Figura 4.3 Imagem de capilares produzidos a) por meio do Programa 9, com parte cônica mais alongada; b) através do Programa 4, resultando em uma ponta mais curta.....48

- Figura 4.4 Simulação realizada com o software SRIM, mostrando a trajetória de 100.000 íons de 1 MeV H^+ em alvo de PC 30 μm : (a) trajetória longitudinal dos íons e (b) visão transversal.49
- Figura 4.5 Simulação realizada com o software SRIM, mostrando a trajetória do feixe de 18 MeV ^{197}Au em alvo de PC 30 μm : a) visão longitudinal e b) visão transversal.50
- Figura 4.6 Esquema do aparato experimental utilizado para os testes de alinhamento dos capilares e transmissão do feixe, onde (A) representa o sistema de pás rotatórias combinado com o sistema RBS, (B) mostra o microcapilar de vidro, (C) é o detector de barreira de barreira de Si, (D) é o suporte de aço dedicado as microcapilares e (E) é o porta amostras para os filmes de polímero.51
- Figura 4.7 Suporte de aço dedicado aos capilares. a) Visão lateral do suporte e b) suporte de aço com um capilar inserido.52
- Figura 4.8 a) Esquema descrevendo os eixos de movimento dos microcapilares que são montados ao longo do eixo z. a) Movimento do capilar no plano horizontal, variando-se θ_x e b) Movimento do capilar no plano vertical, variando-se θ_y52
- Figura 4.9 Porta amostras feito de teflon e alumínio, dedicado às amostras de polímero durante os experimentos de marcação. A letra (a) mostra o parafuso para prender o porta amostras ao arco girante. (b) indica a estrutura de teflon e (c) a superfície de alumínio, onde os filmes de polímero são fixados.53
- Figura 4.10 Lâmina de Tântalo colocada junto à entrada do capilar para realizar calibração do detector em termos de energia54
- Figura 4.11 Representação da montagem experimental de um sistema RBS, mostrando (A) o feixe incidente; (B) o detector; (C) o suporte para amostra; (D) o sistema de amplificação; (E) o analisador multicanal e (F) o computador.55
- Figura 4.12 Amostra de polímero posicionada em frente à ponta do capilar, com a finalidade de realizar marcações no PC com o microfeixe.57
- Figura 4.13 Em (a) é mostrada a câmera CCD utilizada para produzir imagens do microfeixe de íons. Em (b) o interior da câmara de irradiação, onde foi inserido o suporte contendo o capilar de vidro (A) e a câmera CCD (B).59
- Figura 4.14 Sistema utilizado para conectar a câmera CCD a um computador. Tem-se (A) a câmara de irradiação, (B) capilar de vidro, (C) câmera CCD, (D), dispositivo *feedthrough*, (E) cabo USB e (F) computador.59

- Figura 4.15 Imagem fotográfica do CCD da câmera utilizada nos experimentos.60
- Figura 5.1 Imagem de microscopia ótica do Capilar 8, com diâmetro da ponta de aproximadamente 7 μm62
- Figura 5.2 Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do Capilar 8. (a) desvio de - 0,1° em relação à condição de melhor alinhamento, com bloqueio praticamente total do feixe; (b) condição de melhor alinhamento do feixe; (c) desvio de + 0,1° em relação à condição de melhor alinhamento, com bloqueio praticamente total do feixe.62
- Figura 5.3 Imagens de MO de capilares de vidro. Em (a) tem-se o capilar 2, com diâmetro da ponta de aproximadamente 14 μm ; (b) mostra o capilar 3, com diâmetro da ponta de aproximadamente 3,5 μm e (c) o capilar 9, com diâmetro da ponta de aproximadamente 3 μm63
- Figura 5.4 Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do capilar 2. (a) desvio de - 0,6° em relação à condição de melhor alinhamento; (b) desvio de - 0,4° em relação à condição de melhor alinhamento; (c) desvio de - 0,2° em relação à condição de melhor alinhamento; (d) condição de melhor alinhamento do feixe; (e) desvio de + 0,2° em relação à condição de melhor alinhamento.64
- Figura 5.5 Espectros de energia de feixe de 1 MeV H^+ , transmitidos através de diferentes capilares. Em (a) o feixe é transmitido através do capilar 2. Mantém-se $\theta_y = -1,4^\circ$ e varia-se θ_x . Em (b) é utilizado o capilar 3. Mantém-se $\theta_y = +0,2^\circ$ e varia-se θ_x . Em (c) o capilar 9 é empregado. Mantém-se $\theta_x = -2,0^\circ$ e varia-se θ_y . Os espectros mostram a perda gradativa da condição de melhor alinhamento do capilar ao variar seu ângulo no goniômetro.65
- Figura 5.6 Imagens de MO de capilares de vidro. Em (a) é mostrado o capilar 1, com diâmetro da ponta de aproximadamente 118 μm e em (b) tem-se o capilar 4, com diâmetro da ponta de aproximadamente 2,1 μm67
- Figura 5.7 Espectros de energia do feixe de 1 MeV H^+ transmitido através do capilar 1. a) desvio de - 0,2° em relação à condição de melhor alinhamento; b) condição de melhor alinhamento do feixe e c) desvio de + 0,2° em relação à condição de melhor alinhamento.67
- Figura 5.8 Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do capilar 4. a) condição de melhor alinhamento do feixe; b) desvio de + 0,1° em relação à condição de melhor alinhamento e c) desvio de + 0,2° em relação à condição de melhor alinhamento.67
- Figura 5.9 Capilar 5, com diâmetro da ponta de aproximadamente 70 μm68

- Figura 5.10 Espectros de energia do feixe de 1 MeV H^+ transmitido através do capilar 5. a) desvio de $-0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento e b) condição de melhor alinhamento do feixe. 68
- Figura 5.11 Imagens de MO de capilares de vidro. Em (a) é mostrado o Capilar 6, com diâmetro da ponta de aproximadamente $3,4 \mu m$; em (b) está o Capilar 7, com diâmetro da ponta de aproximadamente $17 \mu m$ e em (c) o Capilar 10, com diâmetro da ponta de aproximadamente $9 \mu m$ 69
- Figura 5.12 Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do capilar (a) 6; (b) 7 e (c) 10: melhor condição da alinhamento do capilar em relação ao feixe. 69
- Figura 5.13 Intensidade do feixe de íons de 1 MeV de H^+ transmitido em função do ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar (a) 8, com diâmetro da ponta de $\sim 7 \mu m$; (b) 2, com diâmetro da ponta de $\sim 14 \mu m$ e (c) 1, com diâmetro da ponta de $\sim 118 \mu m$ 72
- Figura 5.14 Imagens de MO da amostra 6, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 8. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (a) 15 minutos; (b) 30 minutos; (c) 45 minutos; e (d) 60 minutos. Em (e) tem-se um zoom da ponta do capilar, mostrando sua forma circular. 76
- Figura 5.15 Imagem de MO da amostra 5, onde foi feita marcação utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 7. O tempo de exposição à radiação foi de 120 minutos, gerando uma marcação de $\sim 120 \mu m$ de diâmetro. 77
- Figura 5.16 Imagens de MO da amostra 4, onde foram feitas marcações com feixes colimados através do capilar 7. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (a) 60 minutos; (b) 30 minutos e (c) 30 minutos, utilizando-se feixe de 1 MeV de H^+ . Foi utilizado feixe de 18 MeV de Au^{7+} durante (d) 60 minutos; (e) 30 minutos e (f) 30 minutos. 78
- Figura 5.17 Zoom da ponta do capilar 7, mostrando sua assimetria. 79
- Figura 5.18 Imagens de MO da amostra 8, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 1 MeV de H^+ , colimado através do capilar 10. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (a) 60 minutos; (b) 90 minutos; (c) 120 minutos e (d) 180 minutos. Em (e) tem-se uma imagem de MO da ponta do capilar 10. 80
- Figura 5.19 Imagens de MO da amostra 7. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de 90 minutos. Empregou se feixe de (a) de 1 MeV de H^+ e (b) 18 MeV de Au^{7+} . Tem-se em (c) imagem de MO no capilar 9, utilizado para colimação dos feixes. 81

- Figura 5.20 Imagens de MO da amostra 1, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 1 MeV de H^+ , colimado através do capilar 5. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (A) 60 minutos; (B) 30 minutos e (C) 15 minutos.82
- Figura 5.21 Imagens de MO da amostra 2, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 5. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (A) 60 minutos; (B) 60 minutos; (C) 60 minutos; (D) 40 minutos; (E) 30 minutos; (F) 60 minutos e (G) 120 minutos.83
- Figura 5.22 Zoom da ponta do capilar 5.83
- Figura 5.23 Perfil do feixe de 18 MeV de Au^{7+} para diversas fluências na amostra 6. (a) Imagem de MO em escala de cinza dos pontos C, D E e F, mostrando os eixos a partir dos quais foram adquiridos os perfis. As linhas pretas representam os eixos utilizados para se obter o perfil do *background* da imagem.(b) Perfis do feixe no eixo horizontal x e (c) no eixo vertical y para cada um dos pontos.85
- Figura 5.24 Perfil do feixe de 1 MeV de H^+ através da amostra 8. A letra (a) mostra uma imagem de MO em escala de cinza dos pontos B e D, mostrando os eixos a partir dos quais foram adquiridos os perfis. As linhas pretas representam o eixos utilizados para se obter o perfil do *background* da imagem. Na letra (b) tem-se o perfil do feixe no eixo horizontal x e em (c) o perfil do feixe no eixo vertical y para cada um dos pontos. Ambos os gráficos mostram uma curva para o perfil do *background* e uma curva para o perfil da marca feita no polímero.....86
- Figura 5.25 Imagem de MO da amostra 6, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 8. A fluência de íons variou entre 0,9 e 3,6 ($\times 10^{14}$) íons/cm².87
- Figura 5.26 Diâmetro d das marcações feitas com feixe de 18 MeV de Au^{7+} na amostra 6 e feixe de 1 MeV de H^+ nas amostras 4 e 8 em função da fluência de íons ϕ incidentes no polímero.88
- Figura 5.27 Esquema representativo da geometria de irradiação no polímero, a partir da ponta do capilar. CD é diâmetro estimado da ponta do capilar; AB corresponde ao diâmetro da marca produzida no polímero e DF é distância entre a saída do capilar e a amostra de polímero.89
- Figura 5.28 Imagens de microscopia ótica do Capilar 11, com diâmetro da ponta de aproximadamente 4,5 μm . a) ponta do capilar; b) zoom da ponta do capilar.....92
- Figura 5.29 Espectro de energia da condição de melhor alinhamento do feixe de 1 MeV H^+ em relação ao capilar 11.....92

Figura 5.30 Sequência cronológica de imagens extraídas de vídeos produzidos pela câmera CCD dentro da câmera de irradiação, mostrando o feixe de 1 MeV de H^+ colimado através do capilar 11. a) sensor CCD a incidência de feixe de íons; b) imagem do feixe na forma de um ponto mais claro "A"; c) sensor CCD após o corte do feixe, mostrando a marca "A" produzida; d) marca "A" persistente após a incidência do feixe e movimento vertical do feixe "B"; e) marca "A" produzida a incidência do feixe e feixe "B" incidindo sobre o sensor e f) marcas "A" e "B" produzidas após a incidência do feixe em pontos diferentes do sensor. 93

Figura 5.31 Imagens de microscopia ótica do Capilar 12, com diâmetro da ponta de aproximadamente 6 μm 94

Figura 5.32 Espectro de energia da condição de melhor alinhamento do feixe de 1 MeV H^+ em relação ao capilar 12. 95

Figura 5.33 Sequência cronológica de imagens extraídas de vídeos produzidos pela câmera CCD, mostrando o feixe de 1 MeV de H^+ colimado através do capilar 12. a) imagem do feixe, com $i = 1$ nA; b) marcas produzidas após a incidência do feixe e feixe em movimento, com $i \ll 1$ nA; c) marcas produzidas e feixe incidindo sobre o sensor, com $i \ll 1$ nA e d) marcas produzidas permanecem no detector após o feixe ser cortado. 95

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1	Detalhamento dos parâmetros de cada programa utilizado na fabricação dos microcapilares de vidro utilizando-se o puxador programável de pipetas.....	47
Tabela 4.2	Dados obtidos a partir de simulações de perda de energia e alcance de íons realizadas através do software SRIM.....	50
Tabela 5.1	Características dos capilares utilizados nos experimentos de transmissão de feixe de íons, características iniciais, programa utilizado para a fabricação das pontas cônicas e diâmetro estimado da ponta.	61
Tabela 5.2	Largura à meia altura (FWHM) dos espectros de energia da condição de melhor alinhamento dos capilares em relação ao feixe e fração de energia dentro de FWHM em relação ao espectro total.....	71
Tabela 5.3	Parâmetros de irradiação das amostras de polímero utilizadas para marcações com microfioses de 1 MeV de H^+ e 18 MeV de Au^{7+} . A densidade de corrente j é medida na entrada do capilar.	74
Tabela 5.4	Tempo de exposição à radiação, fluência de íons e diâmetro estimado das marcas produzidas na amostra 6 com feixe de 18 MeV de Au^{7+}	75
Tabela 5.5	Tempo de exposição à radiação, fluência de íons e diâmetro estimado das marcas produzidas na amostra 4.	78
Tabela 5.6	Tempo de exposição à radiação, fluência de íons e diâmetro estimado das marcas produzidas na amostra 8 com feixe de 1 MeV de H^+	80
Tabela 5.7	Largura a meia altura (FWHM) do perfil horizontal (eixo x) e vertical (eixo y) dos pontos C, D, E e F da amostra 6 e pontos B e D da amostra 8. .	87
Tabela 5.8	Ângulo de divergência do feixe de íons a medidos a partir da FWHM do perfil horizontal (eixo x) e vertical (eixo y) dos pontos C, D, E e F da amostra 6 e pontos B e D da amostra 8.....	91

LISTA DE SÍMBOLOS

eV	elétron-volt
S	poder de fretamento total
S _e	poder de fretamento eletrônico
S _n	poder de fretamento nuclear
R	alcance no íon na matéria
A	Ampère
Ga	Gálio
m _p	massa do próton
m _e	massa do elétron
Si	Silício
O	Oxigênio
Al	Alumínio
η	fator de focalização
<i>i</i>	corrente elétrica
<i>j</i>	densidade de corrente elétrica
r	raio do capilar
Ne	Neônio
He	Hélio
N	Nitrogênio
Ar	Argônio
B	Boro
K	Potássio
Li	Lítio
Na	Sódio
H ⁺	Próton
Au	Ouro
θ	ângulo de incidência do capilar em relação ao feixe de íons
α	ângulo de deslocamento dos detectores dentro da câmara de irradiação
erfc	função erro complementar
E ₁	energia do feixe retroespalhado

E_0	energia nominal do feixe
k	fator cinemático
D_{ponta}	diâmetro da ponta do capilar
D_{int}	diâmetro interno do capilar
D_{ext}	diâmetro externo do capilar
ϕ	fluência de íons
q	carga elétrica
t	tempo de irradiação
β	ângulo de divergência do feixe transmitido

LISTA DE ABREVIATURAS

APS	“American Physical Society” – Sociedade Americana de Física
FIB	“Focused Ion Beam” – Feixe de Íons Focalizados
NRA	“Nuclear Reaction Analysis” – Análise de Reação Nuclear
PIXE	“Proton-induced X-ray emission” – Emissão de Raios-X Induzido por Prótons
RBS	“Rutherford Backscattering Spectrometry” – Espectroscopia de Retrodispersão de Rutherford
STIM	“Scanning Transmission Ion Microscopy” – Microscopia de Varredura por Transmissão de íons
UFRGS	Universidade do Rio Grande do Sul
PBW	“Proton Beam Writing” – Escrita por Feixe de Prótons
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
CIBA	“Centre of Ion Beam Applications” – Centro de Aplicações de Feixes de Íons
MC	Monte Carlo
SRIM	“Stopping and Range of Ions in Matter” – Freamento e Alcance de Íons na Matéria
CASINO	“Monte Carlo Simulation of Electron Trajectory in Solids” – Simulação de Monte Carlo da Trajetória de Elétrons em Sólidos
PET	Polietileno Tereftalato
FWHM	“Full Width at Half Maximum” – Largura a meia altura
MO	Microscopia Ótica
IPB	Instituto de Pesquisas Biomédicas
PC	Policarbonato
CCD	“Charge-coupled device” – Dispositivo <i>de carga acoplada</i>
USB	Universal Serial Bus
UV	Ultravioleta
EDS	“Energy Dispersive X-ray Detector” – Espectroscopia de Raios-X por Dispersão em Energia
SIMS	“Secondary Ion Mass Spectrometry” – Espectrometria de Massa de Íons Secundários

RESUMO

GOVONI SOTELO, Daniela. **Produção de microfeixes de íons de MeV com o uso de microcapilares de vidro**. Porto Alegre. 2014. Dissertação. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL.

O emprego de um conjunto de lentes eletrostáticas ou magnéticas é uma maneira eficiente de se obter microfeixes iônicos altamente energéticos, mas sua construção é bastante dispendiosa. O confinamento mecânico de feixes de íons através de estruturas lineares se apresenta como segunda via em relação a essa técnica tradicional. Foram fabricados microcapilares cônicos de vidro com pontas entre $\sim 2 \mu\text{m}$ e $\sim 118 \mu\text{m}$ através de aquecimento e estiramento controlado. Experimentos de produção dos microfeixes com os microcapilares foram realizados no acelerador de íons 3 MV, do Laboratório de Implantação Iônica do IF-UFRGS. Utilizou-se feixes de H^+ com energia entre 1 e 1,5 MeV e um goniômetro para testes de alinhamento e transmissão do feixe através dos microcapilares. Para cada capilar foi obtida uma posição bem definida de alinhamento. Em alguns casos observaram-se quedas bruscas do sinal ao variar o ângulo em $\sim 0,1^\circ$ e em outros o alinhamento é perdido de forma gradativa. Os espectros de energia apresentaram FWHM entre 18 e 158 keV na condição de transmissão máxima. A dispersão angular variou entre $0,2^\circ$ e $1,6^\circ$. A melhor colimação do feixe foi obtida com capilares de pontas com diâmetros intermediárias, entre $\sim 3 \mu\text{m}$ e $\sim 17 \mu\text{m}$. Amostras de policarbonato foram irradiadas com microfeixes de H^+ de 1 MeV e Au^{7+} de 18 MeV, produzidos através dos capilares de vidro. A fluência variou entre $\sim 10^{14}$ e $\sim 10^{16}$ íons/cm². Diferentes padrões na forma das marcas feitas nos polímeros foram revelados: foram encontradas marcas circulares, marcações em forma de “c” e em formato alongado. O aumento da fluência de íons incidentes na amostra resulta no acréscimo do diâmetro da marcação produzida. Os perfis das marcações apresentaram FWHM ficou entre 38 e 90 μm e o grau de divergência do feixe está entre $0,15^\circ$ e $0,20^\circ$. Estudos preliminares de visualização do microfeixe com uma câmera CCD também foram implementados.

Palavras-Chaves: microfeixes de íons, capilares de vidro, confinamento mecânico, irradiação de polímeros.

ABSTRACT

GOVONI SOTELO, Daniela. **Production of MeV ions microbeams using glass microcapillaries** Porto Alegre. 2014. Master Thesis. Graduation Program in Materials Engineering and Technology, PONTIFICAL CATHOLIC UNIVERSITY OF RIO GRANDE DO SUL.

The use of electrostatic or magnetic lenses is an efficient but expensive way to obtain microbeams of high energy ions. The mechanical confinement of ion beams through linear structures is an alternative way to produce microbeams. In this work, we have used tapered glass micro-capillaries with exit openings between $\sim 2 \mu\text{m}$ and $\sim 118 \mu\text{m}$ produced by controlled heating and stretching. Microbeams of heavy ions in the MeV energy range were produced at the 3 MV HVEE Tandatron accelerator at the Federal University of Rio Grande do Sul. The transmission and beam energy straggling of different microcapillaries inserted into a goniometer were measured using 1-1,5 MeV H^+ beams. The best alignment condition was obtained inspecting the goniometer position which maximized the beam count at the initial energy and minimize broadening of the detected beam energy. For some capillaries there was only one position corresponding to a maximum transmission of the beam. In other cases, the alignment is lost gradually. The energy spectra in the maximum transmission condition had FWHM between 18 and 158 keV and the angular dispersion ranged between 0.2° and 1.6° . The best beam collimation was obtained with capillary tips with intermediate diameters between $\sim 3 \mu\text{m}$ e $\sim 17 \mu\text{m}$. In order to evaluate the final beam, polycarbonate (PC) foils were exposed to different fluences (between $\sim 10^{14}$ e $\sim 10^{16}$ ions/cm²) of the produced microbeam (1 MeV H^+ and 18 MeV Au^{7+}). Markings were done on PC samples. In some cases the marks were not circular and appeared to be partially blocked. The increase of incident ions fluence in the sample results in the growth of the diameter of the produced markings. Profiles of the markings produced were evaluated. The FWHM was between 38 e 90 μm and the beam spread was between 0.15° and 0.20° . Experiments using a CCD camera to detect the microbeam were also performed.

Key-words: ions microbeams, glass capillaries, mechanical confinement; polymer irradiation.

1. INTRODUÇÃO

Em 1959, durante seu pronunciamento no encontro anual da Sociedade Americana de Física (APS), no instituto de Tecnologia da Califórnia, o físico Richard Feynman discursou sobre a manipulação e controle de materiais em escala atômica. Para exemplificar, Feynman levantou a possibilidade de escrever os 24 volumes inteiros da Enciclopédia Britânica na cabeça de um alfinete. Como solução, imaginou que seria viável reverter as lentes de um microscópio eletrônico com o objetivo de fazer uma “demagnificação”, afirmando que dessa maneira uma fonte de íons enviados através das lentes do microscópio poderiam ser focalizados em um ponto muito pequeno [1]. Hoje, sabe-se que o resultado da interação descrita por Feynman é a remoção de átomos da amostra, mas o aparato ora proposto é semelhante ao empregado na produção de feixes de íons focalizados (FIB) [2].

A interação de feixes de iônicos altamente energéticos tem despertado o interesse da comunidade científica nas últimas décadas, tanto na área de modificação e desenvolvimento de novos materiais, como em estudos referentes ao desenvolvimento de técnicas de análise [3]. Dessa maneira, especial atenção tem sido dada para a produção e utilização de feixes iônicos de dimensões reduzidas, de escala micro e submicrométrica [4].

Tradicionalmente, são empregadas lentes eletrostáticas e magnéticas para a produção de microfios. Embora essa seja uma maneira eficiente de se obter microfios iônicos, sua construção requer custos bastante elevados. Assim, o confinamento mecânico apresenta-se como segunda via para a produção de microfios de íons, uma vez que os equipamentos empregados são mais compactos e muito baratos [5-9].

Capilares de vidro cônicos com diâmetro da ordem de micrometros e sub-micrometros tem sido bastante utilizados no confinamento e focalização de feixes iônicos e aplicados em diversos tipos de análise, como Reações Nucleares (NRA) [10]; imagens de raios X de alto contraste [7]; cirurgia celular, técnica que permite estudos radiobiológicos e análise das diferentes estruturas celulares e suas funções individualmente [11]; análise por PIXE e micro-PIXE [12-14], RBS no ar [14, 15] e STIM no ar [5].

Surge assim um novo campo de pesquisa, baseado na investigação de metodologias para guiar e focalizar feixes iônicos de alta energia através de capilares de vidro, capazes de confinar mecanicamente o feixe altamente energético. Feixes de íons de energia da ordem de keV são comumente focalizados por capilares de material isolante como o vidro. Entretanto, o efeito de focalização nem sempre se manifesta durante o transporte de íons altamente energéticos através desses dispositivos. Em alguns casos constatou-se que o fator de focalização depende da forma e do ângulo de cone do capilar empregado para a passagem do feixe [5, 13, 14, 16].

Nesse trabalho foram produzidos microfeixes de íons da ordem de MeV a partir do confinamento mecânico por microcapilares de vidro borossilicato. Foram estudados o alinhamento e a transmissão do feixe, bem como seu perfil espacial e divergência, através da irradiação de amostras de polímero.

No capítulo 3 é apresentada a fundamentação teórica sobre o trabalho desenvolvido. São descritos primeiramente os princípios físicos que explicam os fenômenos de interação da radiação com a matéria, bem como os fundamentos teóricos relativos à produção de microfeixes de íons de alta energia. A revisão de literatura abrange ainda as técnicas de focalização por meio de campos elétricos e magnéticos e a produção de microfeixes por confinamento mecânico, o que inclui a utilização de microcapilares de vidro. São apresentadas também aplicações dos microfeixes tanto na estruturação de superfícies em escala micro e submicrométrica como na caracterização de materiais.

O capítulo 4 é dedicado à descrição dos materiais e metodologia empregados na realização dos experimentos, compreendendo a fabricação dos capilares de vidro e a construção de um aparato experimental para alinhar os capilares de vidro e estudar a transmissão de feixes iônicos e a distribuição espacial e o tamanho do microfeixe. No Capítulo 5 são mostrados os resultados obtidos e a discussão dos estudos realizados sobre as condições de alinhamento e transmissão do feixe iônico pelos microcapilares de vidro e sobre as características dos microfeixes produzidos em relação ao tamanho, dispersão espacial e divergência. No capítulo 6 são descritas as conclusões do trabalho, mostrando-se as propostas para trabalhos futuros e perspectivas de continuidade da pesquisa.

2. OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é produzir e caracterizar microfeixes de íons leves e pesados de alta energia a partir do confinamento mecânico do feixe com o uso de capilares de vidro de pontas cônicas micrométricas.

2.1. Objetivos Específicos

- Preparar microcapilares de vidro com aberturas de alguns micrômetros para a colimação de feixe de íons de MeV;
- Obter feixes de íons com energia na faixa de MeV, com diâmetros microscópicos a partir da colimação com os microcapilares produzidos;
- Estudar o alinhamento e transmissão de feixes de íons através dos microcapilares em função do ângulo de entrada do feixe no capilar;
- Produzir marcações em materiais poliméricos com o microfeixe produzido a partir do confinamento mecânico do feixe de íons, a fim de se estudar o perfil espacial e divergência do feixe.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Serão revisados neste capítulo os princípios básicos da interação da radiação com a matéria. Serão abordados os principais fundamentos teóricos relativos à produção de microfeixes de íons de alta energia, descrevendo os componentes e funcionamento de um acelerador de partículas tipo Tandem. Dentro dessa temática, serão descritos os princípios envolvidos na colimação de feixes de íons por meio de capilares de vidro. Serão também apresentadas algumas aplicações importantes dos microfeixes tanto na estruturação de superfícies em escala micro e submicrométricas como na caracterização de materiais.

3.1. Interação da radiação iônica com a matéria

Partículas carregadas têm grande probabilidade de interagir com a matéria [17]. Sendo assim, ao incidir sobre um material sólido, um íon energético penetra em sua estrutura e ao longo da sua trajetória transfere de forma gradativa energia para o meio. Isso ocorre porque antes de ser completamente freada ou escapar da amostra, cada partícula incidente passa por muitos eventos de espalhamento, distribuídos entre processos elásticos e inelásticos [18]. Colisões diretas com átomos da rede desencadeiam mecanismos de perda de energia nuclear enquanto colisões inelásticas entre elétrons e íons causam ionizações e excitação eletrônica [17].

A Figura 3. mostra um esquema dos diversos processos de interação e dos efeitos causados por íons energéticos ao longo da sua trajetória em materiais. A energia depositada pelo íon pode gerar diferentes tipos de defeitos estruturais, alterações na composição química e emissão de partículas ou fótons na superfície, ou ainda ser armazenada na forma de calor [19].

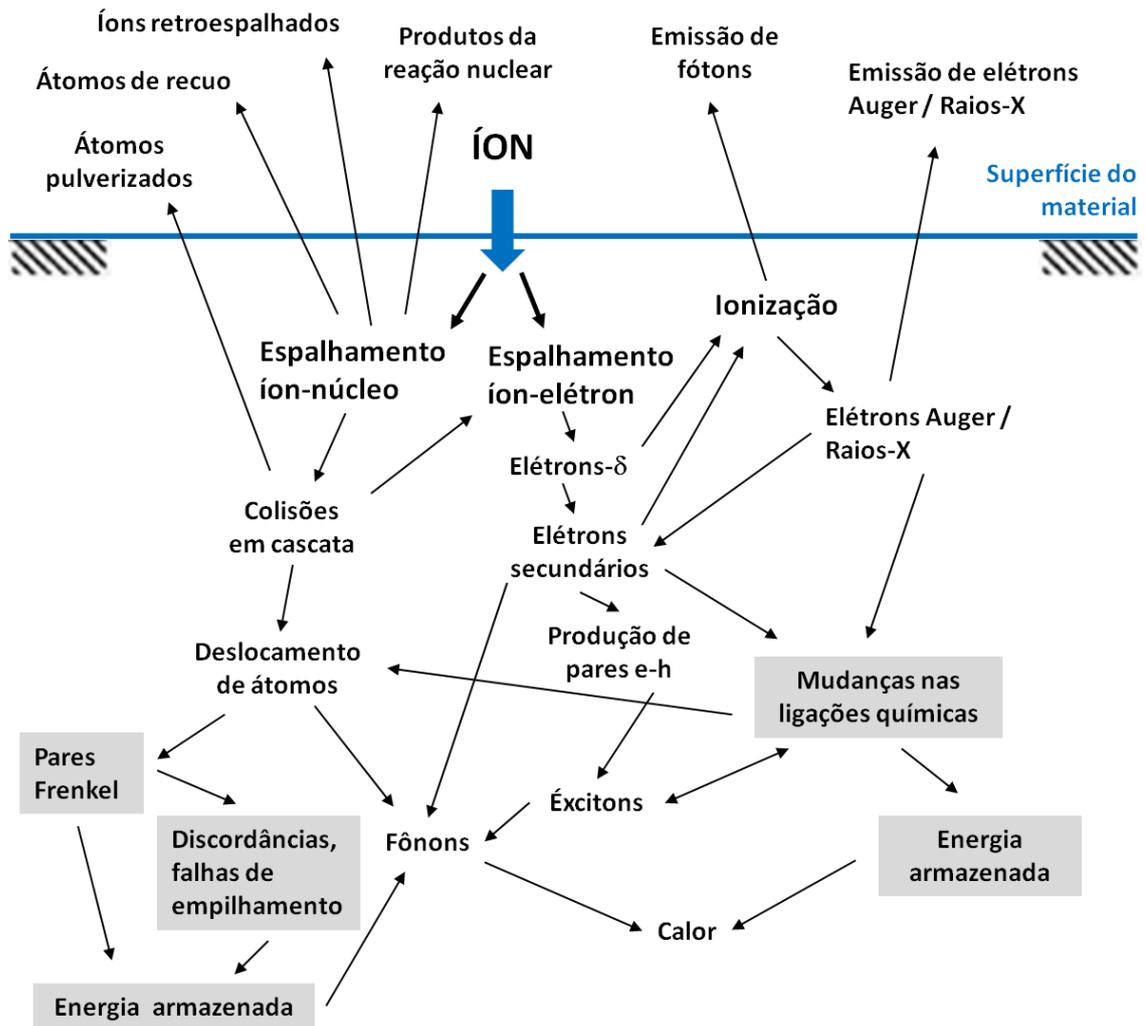


Figura 3. Esquema dos processos que ocorrem em um material sólido ao ser irradiado com íons de alta energia. Adaptado de [19].

De modo geral, é possível quantificar as alterações geradas por um íon através do *Stopping Power* ou Poder de Freamento S , grandeza física que relaciona a energia média dE transferida pelo íon incidente e a distância dx percorrida pela partícula dentro do material, considerando-se a média sobre um conjunto grande de partículas idênticas e com mesma energia [17]. O poder de freamento pode então ser definido por:

$$S(E) = \frac{dE}{dx}(E) \quad (3.)$$

O poder de freamento pode ser de dois tipos, de acordo com diferentes interações. São eles o poder de freamento nuclear S_n , devido à interação entre os

íons e os núcleos do alvo, e poder de freamento eletrônico S_e , que ocorre pela interação entre partículas incidentes e elétrons do alvo. A soma entre S_e e S_n fornece o poder de freamento total S .

O poder de freamento nuclear é dominante a baixas energias, da ordem de alguns keV. Já o poder de freamento eletrônico prevalece para altas energias, da ordem de MeV e os defeitos atômicos gerados ocorrem indiretamente [20]. A referida relação entre energia do íon e a fração relativa do poder de freamento nuclear e eletrônico está sintetizada na Figura 3.. A figura mostra também o crescimento da extensão dos danos causados em um material sólido a medida que a energia do feixe incidente aumenta.

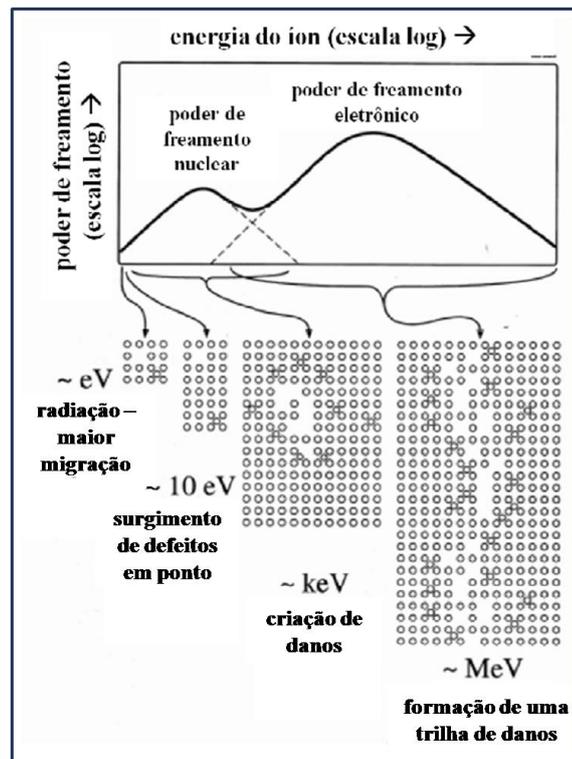


Figura 3. Relação entre a energia dos íons e a participação dos fenômenos de freamento nuclear e eletrônico [20].

Outra grandeza importante no que diz respeito à interação da radiação iônica com a matéria é o alcance R da partícula no material, que pode ser calculado conhecendo-se o poder de freamento total e a energia inicial E_0 do íon incidente, através da Equação (3.).

$$R = \int_0^{E_0} \left(\frac{dE}{dx} \right)^{-1} dE \quad (3.)$$

O alcance corresponde à espessura média necessária para frear as partículas carregadas que incidem em determinado material. Ou seja, R corresponde a distância média percorrida dentro do material, até reduzir a sua energia cinética a valores equivalentes à energia térmica [17].

3.2. Produção de íons energéticos

O método mais comum para a produção de íons energéticos se baseia na utilização de aceleradores de partículas. O princípio básico de funcionamento desses equipamentos consiste na geração de uma diferença de potencial estável entre uma fonte de partículas carregadas e um terminal de alta tensão. Os íons submetidos a essa diferença de potencial sofrem a ação de um campo elétrico, fazendo com que sejam acelerados [21]. Aceleradores são capazes de produzir feixes iônicos de energia controlável, podendo ser utilizados para irradiação ou implantação de materiais com fluências e taxas de dose precisas.

3.2.1. Acelerador Tandetron

O acelerador de partículas Tandetron de 3 MV, instalado no Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), tem como componentes básicos uma fonte de íons, um analisador magnético de massas, sistema de aceleração, um sistema de deflexão e focalização do feixe e um sistema de varredura, que podem ser visualizados através do esquema da Figura 3..

Na fonte de íons (1) ocorre a produção do feixe de íons secundário a partir de um feixe primário com energia da ordem de keV [22]. Para produção de feixes de H⁺ e iônico, utiliza-se principalmente uma fonte do tipo duoplasmatron, capaz de produzir uma grande quantidade de íons H⁻ a partir de gás hidrogênio. Outro método se baseia no desgaste (*sputtering*) de um alvo sólido ao sofrer bombardeio por íons.

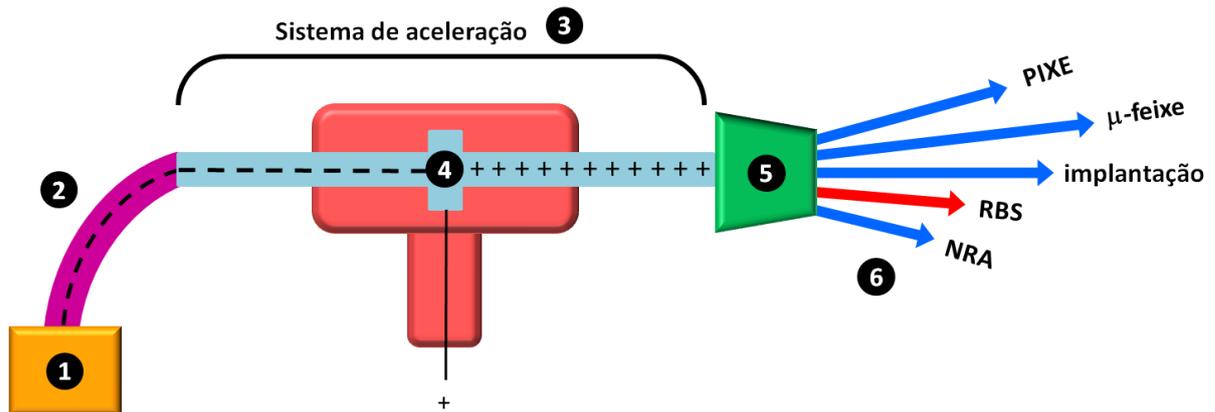


Figura 3. Esquema do acelerador de partículas Tandetron, instalado no IF-UFRGS, mostrando seus componentes: (1) fonte de íons; (2) analisador magnético de massas; (3) sistema de aceleração; (4) stripper; (5) sistema de deflexão e focalização e (6) linhas de trabalho [21]

O feixe que sai da fonte é formado por átomos e moléculas oriundas de impurezas do elemento que sofrerá aceleração ou até mesmo de impurezas da própria fonte [20]. Por esse motivo, os íons arrancados do material são pré-focalizados por campos elétricos e direcionados até um analisador magnético de massas (2), entrando no tubo acelerador com carga negativa de aproximadamente 30 keV [23]. O analisador magnético de massas funciona como um filtro responsável por selecionar, através da velocidade e razão q/m , os íons de interesse para o experimento [24].

O sistema de aceleração (3) é utilizado para elevar a energia dos íons filtrados pelo analisador de massas até que atinjam a energia desejada. O Tandetron conta com um sistema de dupla aceleração, permitindo obter altas energias a partir de diferenças de potencial relativamente baixas [24]. Os íons, ainda negativos, são atraídos para o terminal positivo, no centro do tubo de aceleração. No *stripper* (4), elétrons dos íons incidentes são arrancados por colisão com um gás residual, tornando os íons carregados positivamente. Assim, os íons são repelidos pelo terminal e adquirem mais energia até a saída do tubo.

Por meio de um sistema de deflexão e focalização (5) o feixe de íons é finalmente direcionado para as linhas de análise (6). No equipamento da UFRGS, estão disponíveis as seguintes técnicas de análise: PIXE (Emissão de Raios-X Induzida por Partículas), RBS (Espectrometria de Retroespalhamento Rutherford) e

NRA (Análise por Reações Nucleares), bem como linhas de microfeixe, irradiação e implantação.

3.3. Produção de microfeixe de íons de alta energia

A interação de feixes de íons de alta energia com diferentes tipos de materiais tem despertado o interesse da comunidade científica nas últimas décadas, tanto na área de modificação e desenvolvimento de novos materiais, como em estudos referentes ao desenvolvimento de técnicas de análise. Dessa maneira, atenção especial tem sido dada para a produção e utilização de feixes iônicos de dimensões reduzidas, em escala micro e submicrométrica.

Todos os processos desenvolvidos com o uso de feixes de íons focalizados, sejam os relacionados ao imageamento ou à ablação de material, são fortemente dependentes da natureza da interação íon-sólido. A tendência de íons de MeV viajarem em linha reta permite seu uso para fabricação de microestruturas de elevada razão de aspecto. Dessa maneira, o bombardeio por feixe iônico mostra-se proveitoso como método para ablação de diferentes materiais. A operação mais importante que se pode efetuar com feixes de íons focalizados, aliás, é a remoção seletiva espacial de átomos da amostra [2, 3, 18, 25].

Microfeixes de íons podem ser obtidos tradicionalmente a partir da focalização do feixe por lentes eletrostáticas ou magnéticas [23, 26]. Entretanto, microsondas convencionais de íons da ordem de MeV são baseadas em um conjunto altamente sofisticado e caro de lentes multipolo, aparato que requer ainda um grande espaço para sua montagem. Uma maneira alternativa de produzir microfeixes de íons de alta energia consiste no confinamento mecânico do feixe [5-8, 27].

Nos itens que seguem, será abordada a focalização de feixes iônicos através de lentes eletrostáticas e magnéticas. Adicionalmente, será apresentada uma pequena revisão dos trabalhos sobre a focalização de feixes de íons por confinamento mecânico, particularmente com o uso de microcapilares de vidro para sua colimação.

3.3.1. Focalização do feixe por campos elétricos e magnéticos

O transporte de feixes de partículas carregadas consiste em uma ferramenta essencial em diversas áreas da ciência básica e aplicada. Aparatos destinados à focalização e transporte desses feixes se baseiam fundamentalmente em métodos eletrostáticos e magnéticos [28]. Tecnologias que exploram a capacidade de focalização de feixes de MeV de 100 nm a 1 μm foram desenvolvidas e se tornaram cada vez mais sofisticadas [3]. Será apresentada a seguir uma revisão dos principais fundamentos teóricos, características gerais e aparato experimental relacionados aos Feixes de Íons Focalizados (FIB) e à técnica de Escrita por Feixe de Prótons (PBW, do inglês *Proton Beam Writing*). Também serão mostradas algumas aplicações dessas tecnologias.

3.3.1.1. Feixe de Íons Focalizados (FIB)

O instrumental do FIB é análogo a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), mas ao invés de um feixe de elétrons, um feixe de íons de alguns keV de energia é utilizado [25]. O FIB produz feixes de íons focalizados (FIB) com dimensões de poucos nm a poucos μm de diâmetro. As correntes de trabalho variam de 1pA e dezenas de nA [18] e varrem a amostra a uma velocidade pré-configurada, atingindo uma área específica do objeto de estudo.

Para procedimentos de focalização de um determinado feixe de íons, pode ser empregado um conjunto de lentes eletrostáticas, ajustado de modo a formar um feixe de alta densidade de corrente e de abertura limitada [18]. O tipo de coluna de feixe de íons mais simples e amplamente utilizado consiste em duas lentes (uma lente condensadora e outra objetiva) para selecionar o feixe e focalizá-lo na amostra; aberturas para definir o diâmetro do feixe e a corrente; sistema de deflexão que permita a varredura da amostra com o feixe; polos que resultem em um perfil de feixe circular; e um redutor de feixe de alta velocidade para desviá-lo rapidamente para fora da amostra ou para um copo de Faraday [24].

Na maioria dos sistemas disponíveis comercialmente são aplicadas fontes de íons de Ga, devido às suas características como baixo ponto de fusão (29,8° C), baixa volatilidade e baixa pressão de vapor [18, 24].

Uma das características mais importantes, considerada geralmente um pré-requisito dos feixes de íons focalizados, é a capacidade de esculpir estruturas de forma muito precisa em amostras de diferentes materiais. O estado da arte dos FIBs são os instrumentos de duplo feixe, sistema composto com um feixe de elétrons um feixe de íons [29]. Adicionalmente, o aparato utilizado pra produzir FIB pode ser acoplado a equipamentos de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV); sinais como o dos elétrons secundários (SE), gerados a partir da interação do feixe iônico com a superfície da amostra, podem ser coletados para obtenção de imagens de alta resolução espacial [25, 29], e a varredura permite encontrar o local específico para nanoestruturação [30]. Assim, os FIBs resultam em uma ferramenta versátil e poderosa para análise de materiais e fabricação de dispositivos no campo da nanotecnologia [2].

Não é conhecida técnica para efetuar cortes transversais em amostras finas com tanta acurácia como o desbaste por feixes de íons focalizados. Entre outras características relevantes, o FIB apresenta pequena transferência de calor para a amostra durante o desbaste, excelente precisão e a habilidade para o trabalho sem restrições de materiais, proporcionando aplicações em amostras duras, macias, frágeis ou flexíveis [18].

Durante o processo de remoção do material de determinada amostra por FIB, ocorre um dano inicial causado pelo feixe, que pode ser negligenciado quando se trabalha em escala micrométrica. Porém, em escala nanométrica, os referidos danos não podem ser desconsiderados [30].

Apesar das vantagens apresentadas, a velocidade relativamente lenta de remoção de material em comparação com a escrita por feixe de elétrons impõe limitações quanto à aplicação dos feixes de íons focalizados como técnica de fabricação rápida. Sendo assim é geralmente destinada apenas a aplicações especializadas [2].

3.3.1.2. Escrita por Feixe de Prótons (PBW)

Desenvolvida por Frank Watt e colegas do Centro de Aplicações de Feixes de Íons (CIBA), da Universidade Nacional de Singapura, a escrita por feixe de prótons é um análogo da escrita por feixe de elétrons, mas utiliza favoravelmente as propriedades de alta massa e energia dos prótons se comparada aos elétrons [31, 32].

Por causa da grande diferença entre a massa dos prótons incidentes e dos elétrons do alvo ($m_p / m_e \approx 1800$), as colisões entre ambos não resultam em um desvio significativo na trajetória retilínea de um determinado próton, e a deposição de energia o longo do material se dá de maneira uniforme [23, 31] em profundidades de até dezenas de μm .

A trajetória de prótons e seu perfil de perda de energia podem ser estimadas por simulação de Monte Carlo (MC), usando, por exemplo, o software SRIM [33]. Já um feixe de elétrons pode ser simulado através do software CASINO [34]. Uma comparação entre feixe de prótons, feixe de íons focalizados de baixa energia feixe de elétrons é mostrada na Figura 3., demonstrando que o feixe de prótons viaja em trajetórias quase-lineares, enquanto que um feixe de elétrons focalizado se espalha rapidamente quando incide no material.

Estas características permitem a fabricação de estruturas tridimensionais com uma elevada razão de aspecto, formando paredes laterais de baixa rugosidade [23]. Os efeitos de proximidade, relacionado à exposição indesejada devido aos elétrons secundários, são mínimos, uma vez que os elétrons secundários induzidos nas colisões entre prótons e elétrons são de baixa energia [32]. Assim, a principal interação entre prótons de alta energia, de aproximadamente 500 keV a 3 MeV, é a excitação eletrônica, com uma quantidade mínima de danos à superfície [31].

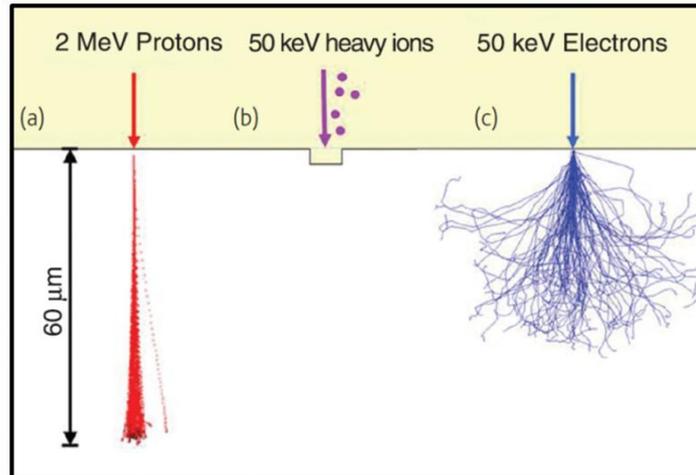


Figura 3. Comparação entre (a) Feixe de prótons, (b) Feixe de íons Focalizados e (c) Feixe de elétrons. A figura mostra as diferenças no perfil de profundidade de cada tipo de feixe ao incidir sobre material sólido. As simulações foram realizadas através dos softwares SRIM e CASINO, para os feixes de prótons e de elétrons, respectivamente [31].

Quando um feixe de prótons penetra no material, a exposição ou a deposição de energia ao longo do caminho percorrido dentro do material pode ser considerada uniforme, não havendo redução da dose com a profundidade para algumas dezenas de μm [23]. Tal característica também é relevante para aplicações em litografia. Além disso, a profundidade de penetração do feixe de prótons consiste em um parâmetro facilmente controlável, podendo ser variada simplesmente através da redefinição da energia do feixe [31].

Técnicas de litografia empregando-se feixes de prótons consistem em uma tecnologia recente e de grande potencial, uma vez que dados experimentais e previsões teóricas indicam a viabilidade de fabricação de estruturas tridimensionais menores que 10 nm. No entanto, a indisponibilidade de instrumentos comerciais de pequeno porte e fácil operação se apresenta como obstáculo ao desenvolvimento da produção de feixes de prótons de dimensões reduzidas em áreas onde tal técnica demonstra possibilidades de uma gama de aplicações [32].

3.3.2. Microfeixes por confinamento mecânico

A produção de microfeixes de íons por meio de simples confinamento mecânico apresenta-se como segunda via em relação à tradicional técnica de

produção de microfeixes através de lentes eletrostáticas e magnéticas. Embora o emprego de um conjunto de lentes eletrostáticas seja essencialmente uma maneira eficiente de se obter microfeixes iônicos, sua construção requer custos bastante elevados. Já equipamentos empregados no confinamento mecânico de feixes de íons de alta energia são mais compactos e muito baratos [6-9, 14, 27, 35]. As técnicas desenvolvidas nesse contexto podem ser particularmente vantajosas para a obtenção de microfeixe de elementos pesados, para os quais a focalização eletromagnética se torna difícil.

Historicamente, o caminho mais simples para produzir microfeixes utilizando um colimador muito estreito foi reportado nos anos 50. Nesse período, foi possível produzir um feixe com diâmetro de 2,5 μm , porém de intensidade extremamente baixa, impedindo aplicações práticas para análise de materiais [36]. Em experimentos conduzidos em 1996 foram aplicados capilares de metal como dispositivo para focalização do feixe de íons [37]. Mais tarde, materiais isolantes passaram a ser utilizados na fabricação dos capilares, entre eles o polietileno tereftalato (PET) [38, 39], óxido de silício (SiO_2) [40] e óxido de alumínio (Al_2O_3) [41].

Um parâmetro fundamental para a comprovação de que o uso de capilares apresenta vantagens se comparado com colimadores convencionais para aplicações com feixes de íons é o fator de focalização η , que equivale ao acréscimo da densidade de corrente após a transmissão do feixe, ou a razão entre a densidade de corrente na saída e na entrada do capilar [29, 30, 32, 42-45]. O capilar idealmente não deve apenas servir para redução do tamanho do feixe, deve preferencialmente também orientar os íons em direção à saída do capilar, isto é, deve focalizá-los. Assim, o valor de η é um dos parâmetros fundamentais a serem considerados na produção de microfeixe de íons com capilares cônicos e suas aplicações [14]. Entretanto, mesmo sem um possível incremento da densidade de corrente após a transmissão do feixe pelo capilar, a simples técnica de colimação mecânica do feixe através do uso de capilares também oferece aplicações práticas [5].

É possível quantificar a capacidade que um determinado capilar apresenta para focalizar um feixe de íons obtendo-se medidas da corrente do feixe na entrada e na saída do capilar, a fim de se obter a razão de focalização η do feixe, que pode ser calculada a partir de [8]:

$$\eta \equiv \frac{i_s/i_e}{(r_s/r_e)^2} \equiv J_s/J_e \quad (3.)$$

Onde:

- i é a corrente do feixe;
- r é o raio do capilar;
- J é a densidade de corrente média das partículas sobre a secção transversal do feixe;
- os subíndices "e" e "s" denotam, respectivamente, valores na entrada e na saída do capilar.

O fator de focalização η de um determinado capilar de vidro depende das espécies dos íons, da energia do feixe incidente e ainda da morfologia do capilar [14, 16, 46]. No entanto, é difícil determinar com precisão o fator de focalização, uma vez que tanto a corrente de entrada como a corrente na saída do capilar devem ser medidas da mesma maneira [44]. Os mecanismos envolvidos na focalização de feixes iônicos está sendo investigado por diversos pesquisadores [6].

No ano de 2002, foi observada uma transmissão guiada de íons de 3 keV de Ne^{7+} através de nanocapilares de PET (polietileno tereftalato) [47]. Observou-se em tal trabalho que para capilares feitos com materiais isolantes, ocorria não apenas um guiamento direcional dos íons até mesmo para um ângulo de incidência de 20° em relação do eixo do capilar, mas a manutenção do seu estado de carga inicial. Tal comportamento foi interpretado como consequência de uma auto-organização das cargas no interior do capilar.

A focalização de feixes de prótons de algumas centenas keV através do uso de capilares cônicos também foi relatada [46]. Para esse caso, fez-se um estudo da

dependência da transmissão dos prótons em relação ao ângulo de cone do capilar, observando-se que ao mudar o ângulo de cone de $0,5^\circ$ a $1,7^\circ$, foram demonstradas evidências do crescimento do coeficiente de transmissão em mais de 300 vezes, mantendo o espectro de energia inicial. Cerca de 95% dos prótons com energia entre 150 e 320 keV foram transmitidos pelo capilar sem perda de energia.

Trabalho recente [42] mostrou a focalização de íons de 90 keV de O^{6+} através de capilares de vidro. Os resultados mostraram que a densidade do feixe de íons transmitido aumentou cerca de 4,5 vezes, indicando que o efeito de focalização também é observado quando íons de energia média atravessam o capilar de vidro.

Capilares de vidro cônicos com diâmetro da ordem de micrometros e sub-micrometros tem sido bastante utilizados no confinamento e focalização de feixes iônicos e aplicados em diversos tipos de análise, como Reações Nucleares (NRA) [10], imagens de raios X de alto contraste [7], cirurgia celular [11], análise por PIXE e micro-PIXE [12-14], RBS no ar [14, 15] e STIM no ar [5, 48]. Medidas de PIXE e RBS na atmosfera permitem a aplicação de feixes de íons focalizados para análise de amostras biológicas e de outros materiais não compatíveis com o vácuo, como é o caso de amostras úmidas e líquidas [35, 46]. O aperfeiçoamento de análises menos complexas em ar, de custos reduzidos e utilizando feixes de íons de alta energia, despertam interesse dentro de variados campos das ciências, como arqueologia, biologia, meio ambiente, geologia, entre outros, uma vez que envolvem procedimentos não destrutivos [6]. Em 1997, cientistas utilizaram um capilar de vidro para colimação de feixe de MeV, com a finalidade de atingir células biológicas com íons individuais, para fins radiobiológicos [49].

Surge assim um novo campo de pesquisa e investigação, baseada em metodologias para guiar e focalizar feixes de íons de MeV por meio de capilares de vidro, capazes de confinar mecanicamente o feixe altamente energético. Em alguns trabalhos [7, 35, 50] foi constatada a focalização de feixes de íons MeV.

Em 2003, cientistas japoneses observaram que a transmissão de um feixe iônico de He^+ da ordem de MeV através de capilares cônicos de vidro era maior do

que o esperado pela geometria de colimação. Resultados de testes de desempenho desses capilares demonstraram que tais dispositivos eram capazes de realizar a focalização do feixe com melhoria da sua intensidade. Mostrou-se que a densidade do feixe pode ser aumentada em mais de quatro ordens, sem perda significativa de energia. Além disso, a divergência da distribuição de energia das partículas do feixe mostrou ser moderada [50].

Todavia, ao contrário do que ocorre com íons de energia da ordem de keV, que tradicionalmente podem ser focalizados por capilares de material isolante como o vidro, feixes altamente energéticos nem sempre sofrem efeito da focalização durante seu transporte através desses dispositivos. Em alguns casos foi relatado que o fator de focalização é fortemente dependente da forma e do ângulo de cone do capilar empregado para a passagem do feixe [5, 8, 14, 16].

Um estudo [16] demonstrou a focalização de feixe de 6,3 MeV de N^+ por capilares de vidro. Entretanto, foram transmitidos íons de baixa energia, devido ao freamento eletrônico no vidro. A largura a meia altura (FWHM) do espectro de probabilidade de transmissão do feixe em função do ângulo de incidência do capilar em relação ao feixe foi de aproximadamente $0,086^\circ$, de modo que o efeito do guiamento é muito pequeno para os íons de 6,3 MeV de N^+ . Os resultados indicaram que o efeito do guiamento é muito menor para íons altamente energéticos.

Simulações de Monte Carlo (MC) foram empregadas para investigar o transporte de prótons com energia da ordem de MeV através de microcapilares cônicos de vidro [8] e mostraram que somente a parte da parede interna do capilar próxima à saída contribui para o efeito de focalização do feixe através do capilares de vidro, levando a razões de focalização pequenas, de 1,6 a 1,7. Logo, a morfologia da parede interna do capilar desempenha papel importante na probabilidade de os prótons espalhados pelas paredes do capilar escaparem. A quantidade de prótons que penetram na parede interna do capilar próxima à saída pode ser desprezado para capilares cujo diâmetro da ponta é maior que $10 \mu\text{m}$.; para capilares com diâmetro da ponta menores que $1 \mu\text{m}$ a penetração se torna notável. Como a qualidade do feixe transmitido composto pelos

prótons que penetram é baixa, estes são excluídos da avaliação do fator de focalização.

Algumas das incertezas mencionadas tornam difícil determinar se as melhorias constatadas na densidade de corrente de feixe podem ser atribuídas ao efeito de focalização. Apesar disso, capilares de vidro se destacam como dispositivos compactos para a produção feixe de íons da ordem de MeV [8], demonstrando potencial para produzir melhorias na intensidade de feixes de íons [51].

Os mecanismos físicos que se manifestam durante experimentos de focalização do feixe de íons utilizando-se capilares de vidro, as propriedades de transmissão das partículas carregadas através dos capilares, assim com a extensão dos efeitos observados ainda não são completamente conhecidos [5, 6, 42]. Não é possível garantir, por exemplo, se a transmissão observada pode ser explicada de maneira qualitativa apenas pelo processo de espalhamento [8]. Entretanto, existem alguns aspectos teóricos que devem ser compreendidos para se procurar esclarecer os referidos mecanismos; estes envolvem a interação de partículas carregadas com os capilares e serão explicados a seguir.

Consideremos que partículas carregadas com estado de carga q e energia E incidem sobre um capilar com determinado ângulo de inclinação θ_{in} em relação à normal da superfície e o eixo do capilar. Na Figura 3. é possível visualizar um esquema da trajetória de uma partícula carregada Z^q ao atravessar um capilar de vidro de comprimento L .

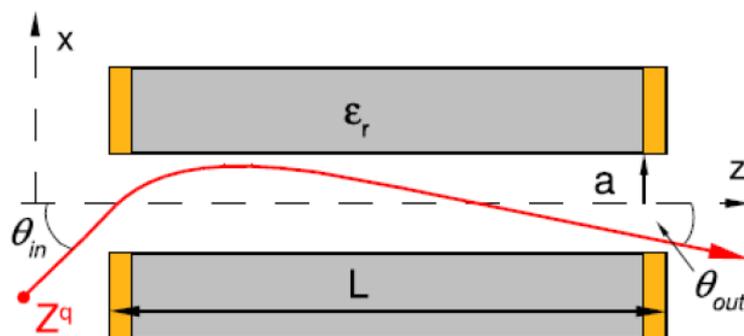


Figura 3. Esquema mostrando uma partícula carregada ao ser guiada através de um capilar [52].

O material dielétrico pode ser caracterizado por uma constante dielétrica ϵ_r . As partes da frente e de trás do capilar são normalmente cobertas por uma camada de filme fino de dezenas de nm de material condutor com a finalidade de evitar o carregamento do capilar enquanto é exposto ao feixe iônico [52].

O tempo para que as partículas sejam guiadas no interior do tubo está ligado ao carregamento. Portanto, variáveis como a taxa de transmissão evoluem na mesma escala de tempo, sendo esta da ordem de minutos [52]. A contagem dos íons em função do tempo foi observada experimentalmente [53]. Um exemplo típico do comportamento encontrado está ilustrado no gráfico da Figura 3., cujos dados foram adquiridos com ângulo de inclinação de $0,25^\circ$. Cabe ressaltar que curvas similares foram obtidas ao se aplicar ângulos entre $-0,25^\circ$ e 1° para um mesmo fluxo de íons.

O mecanismo de guiamento dos íons em capilares feitos de material isolante é atribuído à deposição e acumulação de carga nas paredes internas do capilar devido à incidência de íons. Em seguida, uma distribuição gradual e auto-organizada das cargas no tempo permite a passagem dos íons e seu guiamento até a saída do capilar [45, 53], como pode ser observado na Figura 3..

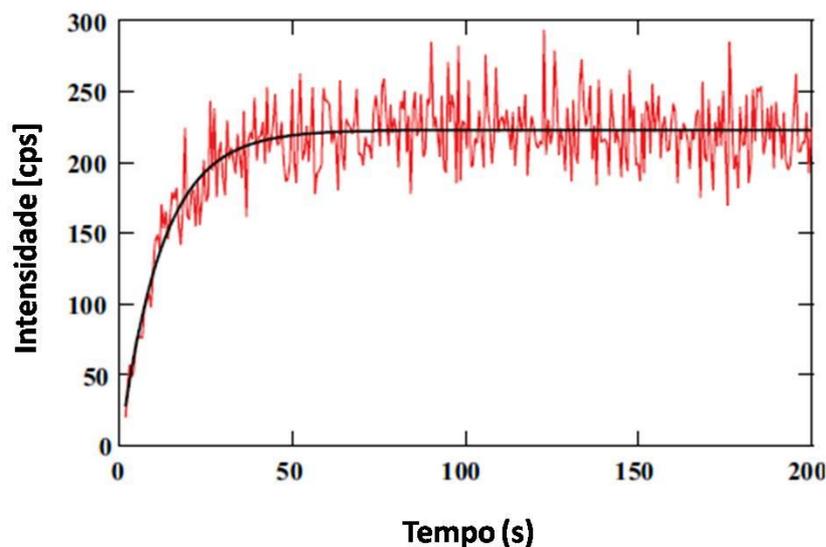


Figura 3. Gráfico da intensidade dos íons - contagens por segundo em função do tempo, mostrando comportamento típico de acumulação de cargas no capilar. O ângulo de incidência em relação ao eixo do capilar foi de $0,25^\circ$ [53]

Outros experimentos mostraram que foi necessário algumas dezenas de segundos para que feixes de Ar^{8+} de 8 keV alcançassem sua máxima intensidade ao serem transmitidos por meio de capilares cônicos. A saturação do tempo observada sugere que os íons incidentes carregam as paredes internas ao entrarem no capilar, como mostra a Figura 3. (a). A carga acumulada é suficiente para evitar outras colisões de íons com as paredes internas, o feixe então irá viajar paralelamente em direção a saída do capilar, conforme a Figura 3. (b). Medidas da distribuição de carga para o feixe Ar^{8+} de 8 keV transmitido mostraram que seu estado de carga inicial é efetivamente conservado após o tempo de saturação, indicando que os íons transmitidos não tocaram a parede interna do capilar [35].

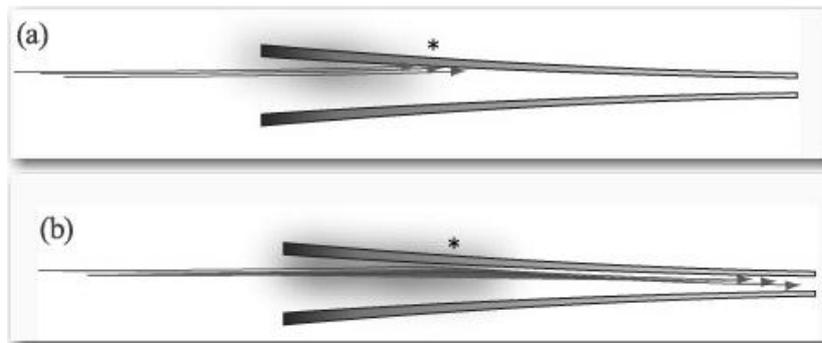


Figura 3. Modelos de guiamento de íons de baixa energia ao atravessarem capilares: em (a) os íons incidentes carregam as paredes internas do capilar e em (b) a carga acumulada evita outras colisões de íons com as paredes internas e o feixe viaja paralelamente em direção a saída do capilar [35].

Testes de transmissão de feixe de 27 keV de Ar^{9+} foram realizados com capilares de dois diferentes formatos. Verificou-se a transmissão de feixe de íons de intensidades entre ~ 1 a 10 pA quando empregados capilares cônicos. Já para capilares em forma de funil foi observado o bloqueio do feixe após incidência suficiente de carga. Os capilares utilizados no experimento possuíam características semelhantes, pois foram fabricados a partir do mesmo material (boro-silicato) e tinham quase as mesmas dimensões da entrada, saída e comprimento, diferenciando-se apenas na sua forma. Alguns minutos após a incidência do feixe, foi verificada sua transmissão através de capilares cônicos com ângulo de inclinação de $\sim 1,8^\circ$, enquanto que para capilares em forma de funil, a transmissão do feixe foi perdida para um ângulo de inclinação de $\sim 1^\circ$ [45].

Resultados experimentais aplicados a fim de investigar a focalização de feixes de alta energia, como feixe de He^+ de 2 MeV e feixe de N_2 de 7,6 MeV usando capilares de vidro de formato cônico mostraram que a eficiência de transmissão através desses dispositivos é fortemente dependente de diversos parâmetros como, por exemplo, o ângulo do cone, o ângulo de inclinação do feixe incidente, a perda de energia dos íons nas paredes do capilar e a qualidade da superfície interna das paredes. Com base nesses resultados, sugere-se que os capilares sejam fabricados com ângulos de cone menores que o ângulo crítico de canalização, permitindo a entrada do feixe iônico de forma análoga à canalização que ocorre com íons individuais ao penetrarem em estruturas cristalinas [35].

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os processos empregados no presente trabalho consistiram basicamente na fabricação dos capilares de vidro de diferentes morfologias; na elaboração de um procedimento experimental com a finalidade de alinhar os capilares de vidro e estudar a transmissão de feixes iônicos através do mesmo; e finalmente na construção de um aparato experimental a fim de se estudar a distribuição espacial e o tamanho do microfeixe.

Os capilares de vidro e os polímeros marcados com feixe iônico foram caracterizados por Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As imagens adquiridas por meio dessas técnicas foram analisadas com auxílio do *software ImageJ*. Testes preliminares de visualização do microfeixe empregando-se uma câmera CCD também foram realizados. As atividades experimentais foram desenvolvidas em diversos laboratórios da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul (PUCRS); além do Laboratório de Implantação Iônica do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). A seguir, serão detalhados a metodologia e materiais utilizados.

4.1. Fabricação dos capilares de vidro

Foi utilizado para a fabricação dos capilares de vidro um puxador programável de pipetas modelo P-87 da *Sutter Instrument Company*, Novato, CA, EUA. O equipamento se encontra instalado no Instituto de Pesquisas Biomédicas (IPB), no Hospital São Lucas da PUCRS.

Na Figura 4., destaca-se um capilar sendo submetido ao processo de aquecimento e estiramento. Primeiramente, o capilar (a) é atarraxado entre placas metálicas (b) por meio de uma rosca (c). As placas podem ser deslocadas em

sentidos opostos ao longo de um trilho, permitindo que o capilar seja puxado e rompido. O centro do capilar se mantém envolvido por um filamento de Tungstênio (d), fonte de calor responsável pelo aquecimento do material.

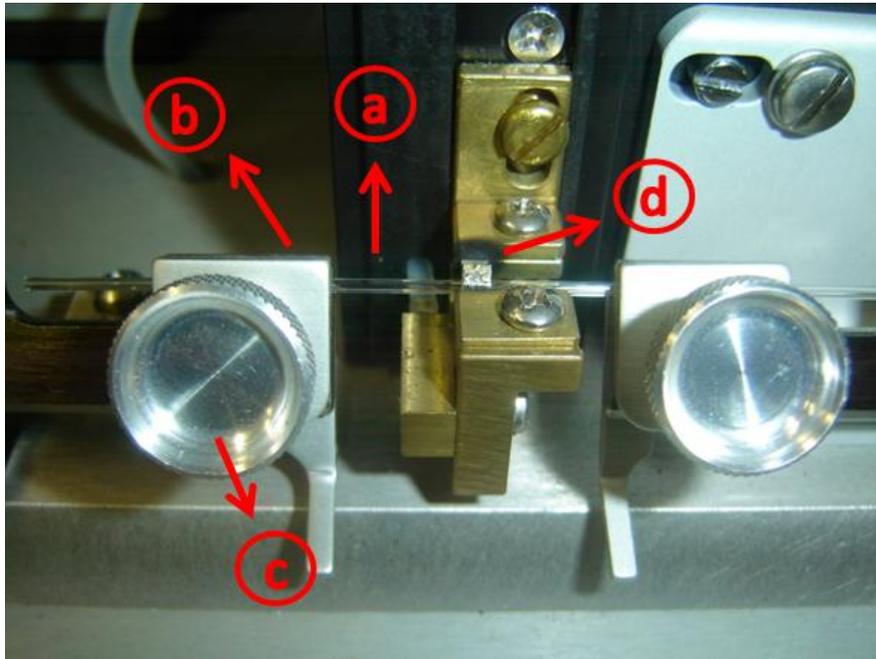


Figura 4. Fotografia do puxador programável de pipetas modelo P-87 da *Sutter Instrument Company*. A letra (a) indica o capilar de vidro sendo submetido a aquecimento e estiramento; (b) mostra as placas metálicas que servem como suporte para o capilar; (c) a rosca para atarraxar o capilar ao suporte e (d) o filamento de Tungstênio responsável pelo aquecimento e fusão do vidro.

Após a montagem do capilar, o equipamento é ligado e o ciclo para fabricação das pontas é iniciado. Enquanto o vidro é fundido, devido ao aumento da temperatura local, o capilar é puxado por suas extremidades até as placas metálicas alcançarem a velocidade programada. A fonte de calor é desligada, o capilar é rompido em duas partes através de uma puxada mais forte e um sistema de arrefecimento é acionado durante determinado intervalo de tempo, recuperando a rigidez do vidro. Através do controle do calor fornecido ao capilar e da força com a qual é puxado, é possível fabricar capilares com diferentes pontas e ângulos de cone [14, 16, 54]. Obtém-se um microcapilar com ponta cujas características também são determinadas pelos valores dos parâmetros do programa escolhido. A Figura 4. mostra um esquema de um ciclo completo realizado pelo equipamento.

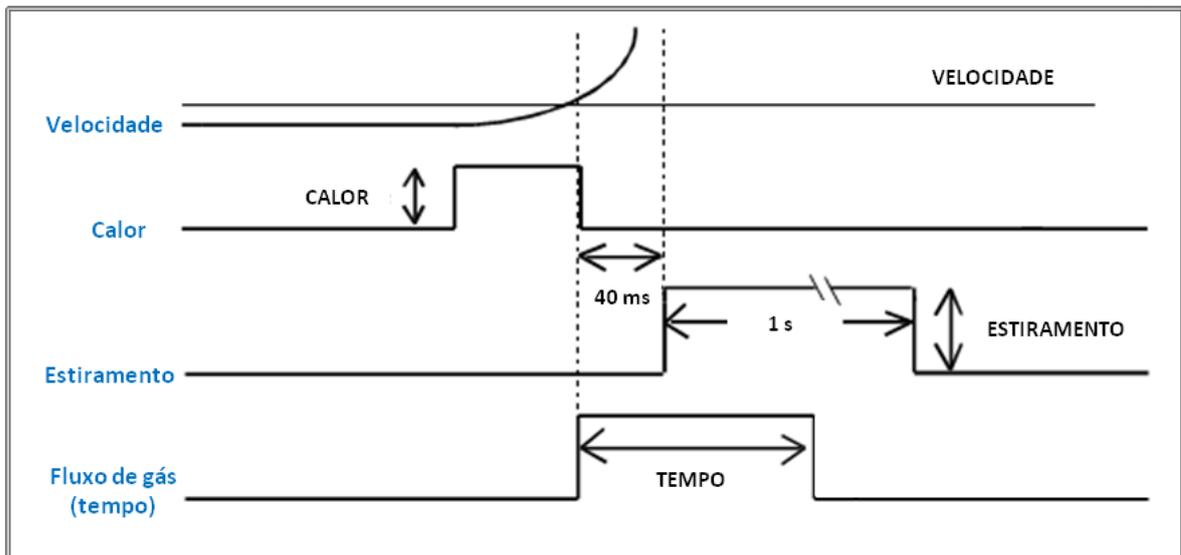


Figura 4. Esquema de um ciclo completo realizado pelo puxador programável de pipetas. [54]

No equipamento utilizado para a fabricação dos capilares, um programa pode ser definido como um ou mais ciclos que, quando executados em sequência, irão puxar o capilar de vidro inserido no instrumento. Já um ciclo, cujo processo foi descrito anteriormente, consiste em conjunto de quatro parâmetros previamente programados e é equivalente a uma linha do programa. Tais parâmetros já foram mencionados anteriormente e são: calor, estiramento, velocidade e tempo [54]. Serão explicados nos próximos parágrafos.

a) Calor: é responsável pelo controle da corrente elétrica fornecida ao filamento e seu valor varia entre 0 e 999, de acordo com o material do filamento instalado no equipamento e a composição e tamanho da peça de vidro que se deseja fundir. De modo geral, as alterações no valor do calor são efetuadas em intervalo de 5 unidades, salientando-se que na maioria dos casos, pequenas alterações terão efeitos igualmente reduzidos no resultado final do capilar fabricado.

b) Estiramento: é o parâmetro que controla a força com que o capilar é puxado para que seja rompido e seu valor encontra-se numa faixa entre 0 e 255. Quanto maior for essa força, menor será o diâmetro da ponta da pipeta e mais longa será a parte cônica do capilar. Mudanças significativas são observadas variando-se esse parâmetro em cerca de 10 unidades.

c) Velocidade: está na faixa de 0 a 255 e corresponde à velocidade na qual se movimentam as placas metálicas onde o capilar é atarraxado. O aumento da velocidade durante a puxada inicial é determinado pela viscosidade do vidro, que por sua vez, é uma função da sua temperatura. O ajuste da velocidade permite então a seleção de uma temperatura na qual o vidro será fortemente estirado e rompido em duas partes.

d) Tempo: corresponde ao período em que o fluxo de ar para refrigeração do vidro está ativo e seu valor encontra-se entre 0 e 255. Se a “velocidade” é maior que 0, uma unidade de tempo representa 0,5 ms; já se a “velocidade” é igual a 0, uma unidade de tempo equivale a 10 ms.

Empregando-se a metodologia de aquecimento e estiramento controlado, foram então fabricados microcapilares. Utilizaram-se dois tipos de capilares, ambos de borossilicato (61,1% O, 21,5% Si, 9,8% B, 3,6% K, 1,1% Al, 1,3% Li e 0,6% Na [33]) . De acordo com informações do fabricante, tinham diâmetro externo igual a 1,5 mm e comprimento inicial igual a 100 mm. Apenas o diâmetro interno era diferente, sendo de 1,15 mm ou 0,86 mm. Os microcapilares fabricados apresentaram abertura da ponta com diâmetros entre 2 e 70 μm . Trabalhos anteriores [7, 10-12, 50] descrevem a utilização de capilares cônicos de vidro com diâmetro externo da ponta entre 0,8 e 100 μm , aplicados para a produção de microfios de íons. Programas distintos disponíveis no equipamento para a fabricação dos capilares foram aplicados, conforme é apresentado na seção seguinte.

4.1.1. Programas de fabricação dos capilares de vidro

Para a fabricação dos microcapilares de vidro através da metodologia de aquecimento e estiramento controlado, foram empregados quatro programas diferentes, cujos parâmetros são exibidos na Tabela 4.. Dessa maneira, variou-se o tamanho e as características morfológicas dos dispositivos produzidos.

Tabela 4. Detalhamento dos parâmetros de cada programa utilizado na fabricação dos microcapilares de vidro utilizando-se o puxador programável de pipetas.

PROGRAMAS	LINHAS	CALOR	ESTIRAMENTO	VELOCIDADE	TEMPO
Programa 3	1	850	0	60	250
	2	750	0	60	250
	3	700	0	30	100
	4	700	5	60	100
	5	700	10	60	100
Programa 4	1	880	0	15	250
	2	880	0	15	250
	3	880	0	18	250
	4	880	0	20	250
	5	880	0	25	250
	6	880	0	30	250
Programa 8	1	760	100	100	120
Programa 9	1	760	100	120	200

Os programas 3 e 4 seguem metodologia empregada para a fabricação de pontas de *patch clamp*, usualmente aplicadas no estudo da atividade elétrica de neurônios, servindo como eletrodos capazes de detectar mudanças na diferença de potencial do espaço extracelular. Para essa finalidade, são fabricados capilares com parte cônica relativamente curta, sendo da ordem de 3 a 6 mm [55]. Nesse caso, são comumente utilizados os tubos de vidro cuja parede é mais fina, ou seja, com D_{int} maior, de 1,15 mm.

Já os programas de número 8 e 9 são geralmente executados quando se deseja fabricar pontas com aplicações em procedimentos intracelulares. Pontas pequenas e uma parte cônica gradual e uniforme são preferenciais, uma vez que minimizam os danos na célula ao se inserir nela o capilar. Os referidos programas produzem pontas com uma parte cônica mais alongada, de até 12 mm [55]. Para esses casos, utilizam-se normalmente os tubos de vidro de parede mais grossa, com $D_{int} = 0,86$ mm.

Na Figura 4. podem ser visualizados e comparados dois tipos de capilares. Tem-se em (a) um capilar produzido através do Programa 9, resultando em uma

parte cônica visivelmente mais alongada, de aproximadamente 8 mm. Em (b) é mostrado um capilar produzido através do Programa 4, com parte cônica mais curta, de aproximadamente 5 mm. Observa-se ainda em tais imagens que a rigor as pontas dos capilares de vidro apresentam uma forma mais complexa que a de um cone, entretanto são comumente denominadas pontas cônicas. Assume-se que a parte cônica se inicia onde termina a parte reta do capilar e seu diâmetro começa a diminuir.

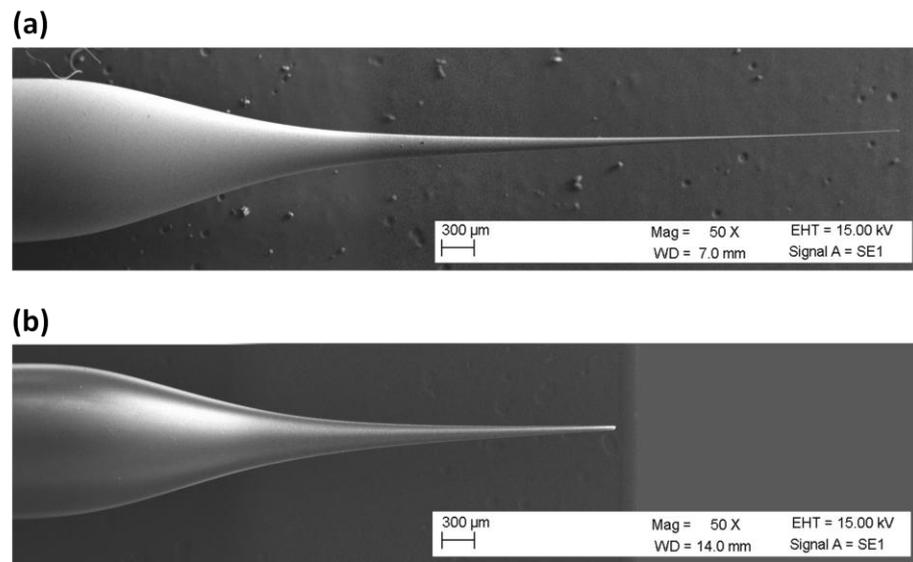


Figura 4. Imagem de capilares produzidos a) por meio do Programa 9, com parte cônica mais alongada; b) através do Programa 4, resultando em uma ponta mais curta.

As características da ponta também estão relacionadas ao capilar utilizado, sendo de fundamental importância o material do qual é feito, bem como a espessura inicial da parede do dispositivo. Vidros de diferentes composições, por exemplo, podem gerar capilares com fatores de focalização distintos [14].

4.2. Feixes Iônicos

Os experimentos de produção dos microfios foram realizados no acelerador de íons 3 MV, do Laboratório de Implantação Iônica do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Foram utilizados dois tipos diferentes de íons. Para os testes de alinhamento e transmissão do feixe através dos microcapilares, utilizou-se feixes de H^+ com energia entre 1 e 1,5 MeV. Já para

a microestruturação dos polímeros, empregou-se, além do feixe de H^+ , feixe de íons de Au^{7+} de energia 18 MeV.

Simulações da perda de energia e alcance de íons foram realizadas através do software SRIM (*The Stopping and Range of Ions in Matter*), versão 2008 [33], a fim de se obter dados relativos aos feixes incidentes em alvo de policarbonato (PC). Simulações do feixes de H e ^{197}Au também foram realizadas considerando-se alvo de vidro (boro-silicato), material do qual são fabricados os microcapilares.

A Figura 4. mostra uma visão longitudinal (a) e transversal (b) da trajetória simulada de 100.000 íons de H^+ de energia $E = 1$ MeV como massa atômica igual a 1,008 uma, incidentes em policarbonato.

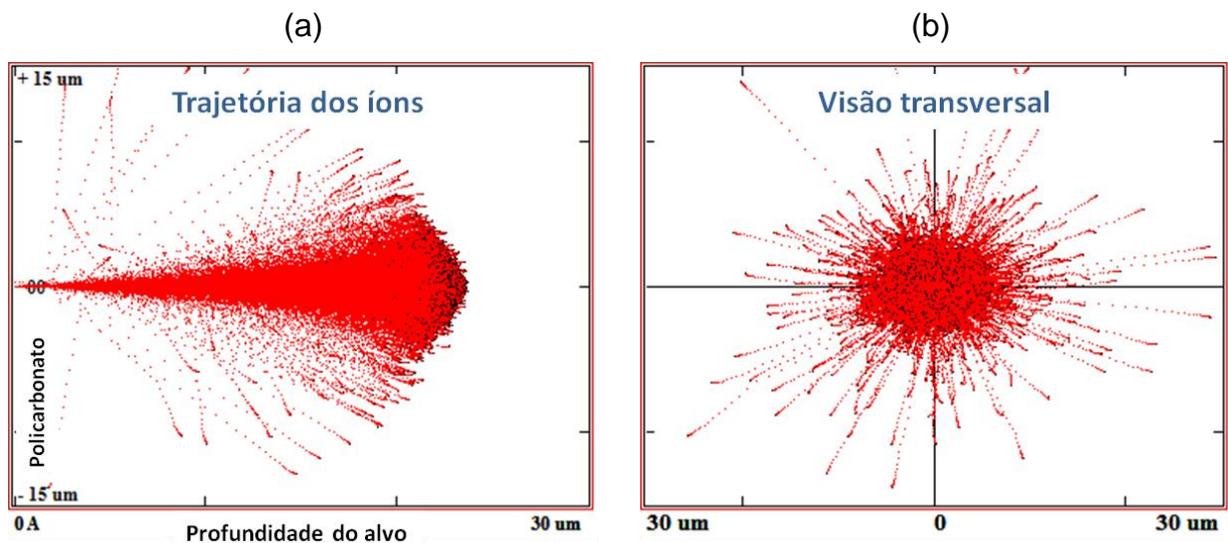


Figura 4. Simulação realizada com o software SRIM, mostrando a trajetória de 100.000 íons de 1 MeV H^+ em alvo de PC 30 μm : (a) trajetória longitudinal dos íons e (b) visão transversal.

O caminho percorrido pelos íons de ^{197}Au no interior no policarbonato, sendo a energia $E = 18$ MeV, pode ser visto na Figura 4. em uma visão longitudinal (a) e transversal (b).

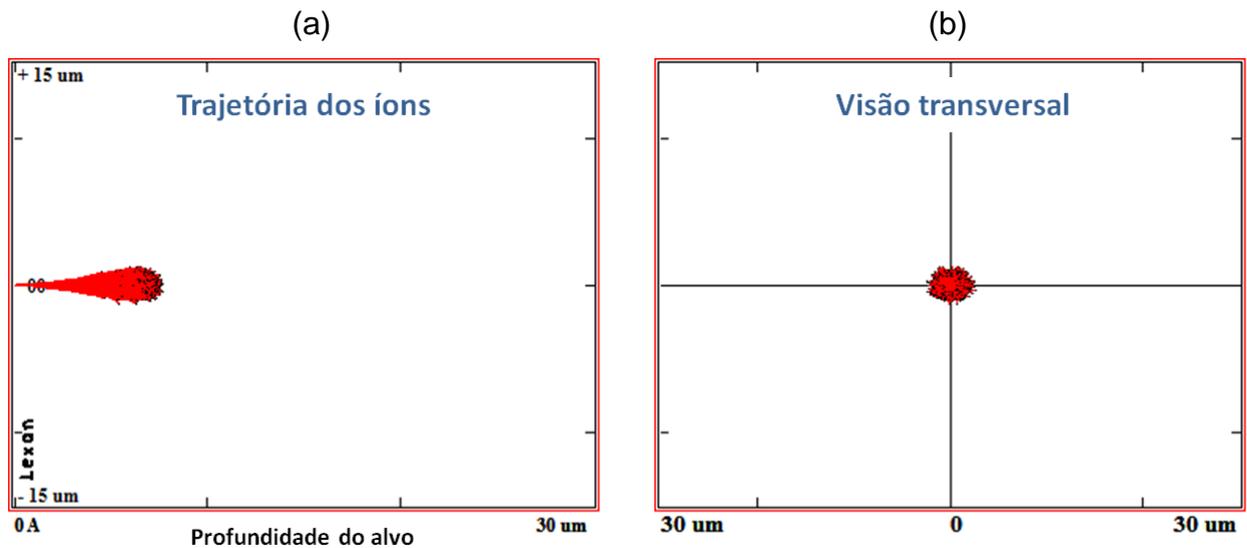


Figura 4. Simulação realizada com o software SRIM, mostrando a trajetória do feixe de 18 MeV ^{197}Au em alvo de PC 30 μm : a) visão longitudinal e b) visão transversal.

Os dados obtidos a partir das simulações realizadas com feixe de H de 1 MeV e de ^{197}Au de 18 MeV, incidindo em alvo de policarbonato e boro-silicato, são encontrados na Tabela 4., onde constam os valores estimados para o poder de freamento eletrônico $(dE/dx)_e$, poder de freamento nuclear $(dE/dx)_n$, alcance projetado R_p , *straggling* longitudinal e *straggling* lateral dos feixes.

Tabela 4. Dados obtidos a partir de simulações de perda de energia e alcance de íons realizadas através do software SRIM

Íons	Alvo	$(dE/dx)_e$ [eV/Å]	$(dE/dx)_n$ [eV/Å]	R_p [μm]	<i>straggling</i> longitudinal [μm]	<i>straggling</i> lateral [μm]
H 1 MeV	Policarbonato	2,9	$2,2 \times 10^{-3}$	21,74	0,94	0,77
^{197}Au 18 MeV	Policarbonato	228	51,54	6,58	0,32	0,34
H 1 MeV	Vidro (boro-silicato)	5,2	$3,6 \times 10^{-3}$	12,33	0,56	0,61
^{197}Au 18 MeV	Vidro (boro-silicato)	423	94,8	3,65	0,24	0,26

Observa-se através da Figura 4., da Figura 4. e da Tabela 4. as diferenças nas trajetórias dos íons de H e Au no interior dos materiais analisados. Os íons de H apresentam alcance maior, ($R_{p(H)} > R_{p(Au)}$) bem como uma dispersão maior do feixe ao longo dos materiais, uma vez que os valores estimados para *straggling* longitudinal e lateral são maiores para o feixe de H. Assim, o feixe de Au é

caracterizado por um perfil de espalhamento mais estreito, indicando a formação de danos mais localizados tanto no policarbonato como no vidro. O poder de freamento S é maior para íons de Au do que para íons de H.

4.3. Descrição do aparato experimental

Nessa sessão, será descrito o conjunto de instrumentos aplicados no processo de alinhamento dos capilares e testes de transmissão do feixe de íons. Para essa finalidade, empregou-se o aparato experimental ilustrado na Figura 4. e descrito a seguir.

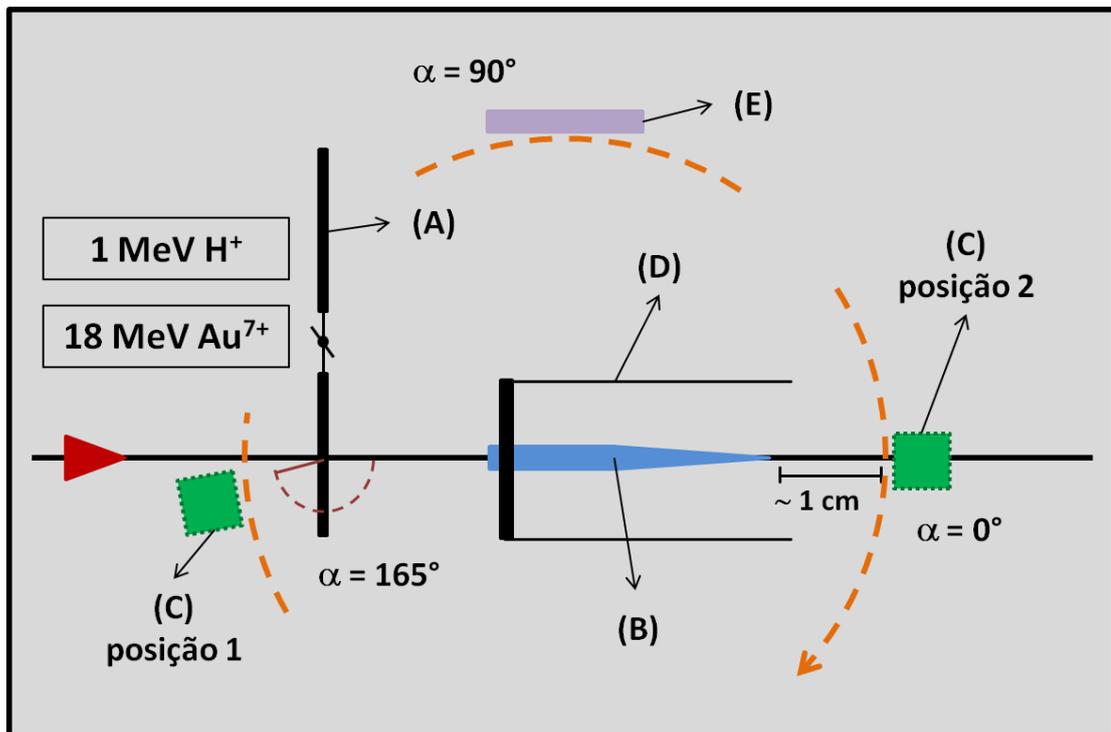


Figura 4. Esquema do aparato experimental utilizado para os testes de alinhamento dos capilares e transmissão do feixe, onde (A) representa o sistema de pás rotatórias combinado com o sistema RBS, (B) mostra o microcapilar de vidro, (C) é o detector de barreira de Si, (D) é o suporte de aço dedicado as microcapilares e (E) é o porta amostras para os filmes de polímero.

O arranjo conta com um sistema de pás rotatórias (A), responsável pela normalização das contagens, localizado antes da entrada do microcapilar (B) e combinado com um sistema de RBS. Um detector de barreira de Si (C) é conectado a um multicanal, a fim de se efetuar medidas da energia e intensidade do feixe transmitido por meio do capilar; ou das partículas retroespalhadas pelas pás

rotatórias. O capilar é mantido dentro de um suporte de aço (D). Também é possível direcionar o feixe em folhas poliméricas (E), utilizando-as como alvo para efetuar marcações no material.

O suporte de aço dedicado aos capilares (D) pode ser visto na Figura 4.. O dispositivo foi adaptado especialmente para receber o microcapilar de vidro e permite sua troca frequente, bem como a inserção do mesmo num goniômetro dentro da câmara de irradiação. O suporte deve ser adicionado para se realizar experimentos de canalização, pois seus movimentos permitem a orientação da amostra em relação à direção do feixe [26]. O goniômetro utilizado permite movimentos precisos do capilar em intervalos de ângulos $\Delta\theta_x$ e $\Delta\theta_y$ com precisão de $0,1^\circ$ em torno dos seus eixos horizontais (eixo x) e verticais (eixo y), conforme o esquema da Figura 4..

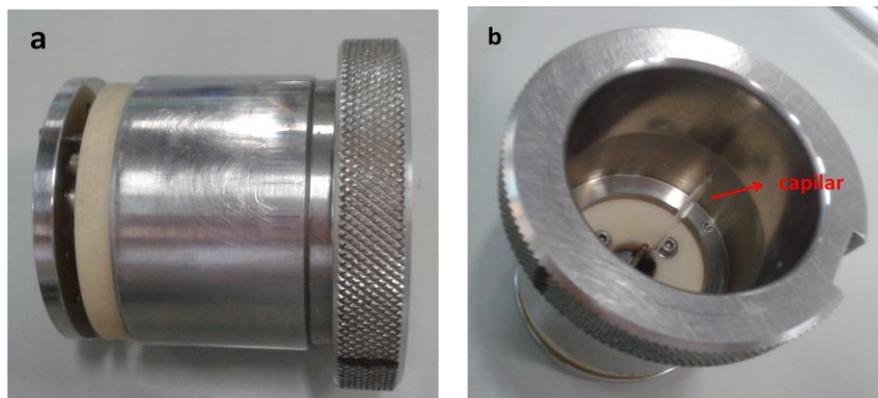


Figura 4. Suporte de aço dedicado aos capilares. a) Visão lateral do suporte e b) suporte de aço com um capilar inserido.

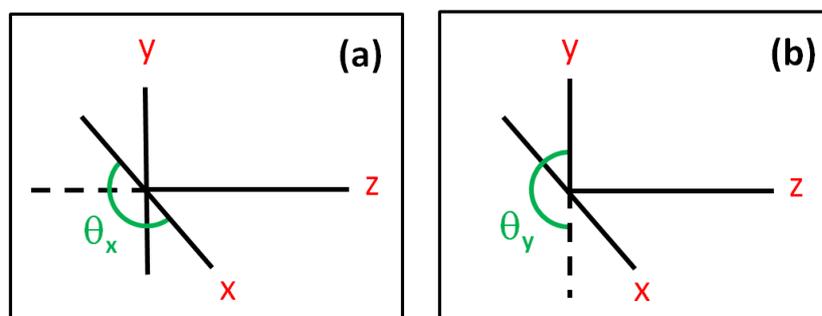


Figura 4. a) Esquema descrevendo os eixos de movimento dos microcapilares que são montados ao longo do eixo z. a) Movimento do capilar no plano horizontal, variando-se θ_x e b) Movimento do capilar no plano vertical, variando-se θ_y .

Um porta-amostras dedicado para irradiar as folhas de polímero (E) também foi construído, e está ilustrado na Figura 4.. Para a fabricação do mesmo, fez-se uso de uma estrutura de teflon (b), que fornece uma altura adequada para que a superfície de alumínio, onde a amostra de polímero é fixada (c), permaneça em frente ao feixe de íons. O porta-amostras é preso por um parafuso (a) a um trilho em forma de arco que gira em torno do suporte do capilar dentro da câmara de irradiação, de acordo com a representação da Figura 4., viabilizando seu deslocamento em intervalos de ângulo $\Delta\alpha$ de 1° em frente ao feixe e permitindo a produção de aproximadamente uma dezena de marcações numa mesma amostra. São utilizadas amostras de folhas comerciais de policarbonato (Makrofol KG, Bayer, Germany) de espessura nominal igual a $20\ \mu\text{m}$ e $50\ \mu\text{m}$, com dimensões de cerca de $3\ \text{cm} \times 2\ \text{cm}$. A distância entre a ponta de saída do capilar e a amostra foi ajustada em aproximadamente $1\ \text{cm}$ e o intervalo de 1° corresponde a um deslocamento espacial de $\sim 1\ \text{mm}$.

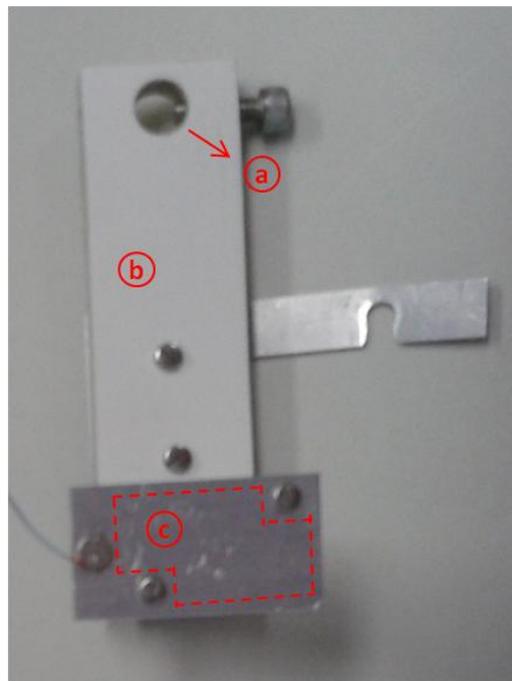


Figura 4. Porta amostras feito de teflon e alumínio, dedicado às amostras de polímero durante os experimentos de marcação. A letra (a) mostra o parafuso para prender o porta amostras ao arco girante. (b) indica a estrutura de teflon e (c) a superfície de alumínio, onde os filmes de polímero são fixados.

4.4. Alinhamento dos capilares e transmissão do feixe

Para os experimentos de alinhamento e transmissão do feixe de íons, o suporte do goniômetro contendo um capilar foi inserido na câmara de irradiação e submetido a vácuo da ordem de 2×10^{-4} Pa. Procedeu-se então com a calibração do detector em termos de energia. Para tanto, utilizou-se o sistema de pás rotatórias combinado com o sistema de RBS. Uma pequena lâmina feita do elemento a ser utilizado na calibração (por exemplo: Ouro, Ferro ou Tântalo) foi colocada junto à entrada do capilar, como pode ser visto na Figura 4.. O detector de barreira de Si foi posicionado em $\alpha = 165^\circ$ (posição 1, conforme a Figura 4.).



Figura 4. Lâmina de Tântalo colocada junto à entrada do capilar para realizar calibração do detector em termos de energia

Os dados para calibração canal-energia foram adquiridos obtendo-se espectros de RBS, variando-se a energia dos íons entre 0,8 e 1,5 MeV. O canal correspondente ao elemento empregado na calibração foi obtido ajustando a Equação (4.) aos dados experimentais, procurando-se encontrar m_2 , ou o canal correspondente à metade da altura da subida do sinal, para as várias E utilizadas:

$$C(x) = m_1 * \left(\operatorname{erfc} \left(\frac{x - m_2}{m_3} \right) \right) \quad (4.)$$

Onde:

$C(x)$ = contagens;

x = canal;

m_1 = contagens na metade da altura da subida do sinal;

m_2 = canal correspondente à metade da altura da subida do sinal;

m_3 = parâmetro relacionado com largura da subida do sinal;

erfc = função erro complementar.

No retroespalhamento Rutherford (RBS), partículas monoenergéticas de um feixe de íons colidem com átomos de uma amostra, são retroespalhadas e detectadas, permitindo realizar medidas de sua energia. Durante essa colisão, energia é transferida da partícula incidente para o átomo estacionário, sendo que a redução da energia da partícula espalhada depende da razão entre as massas da partícula incidente e do átomo do alvo, e permite determinar a identidade do átomo alvo. A energia E_1 da partícula espalhada é então reduzida da energia inicial E_0 de acordo com a Equação (4.) [56, 57].

$$E_1 = k \cdot E_0 \quad (4.)$$

Onde:

E_1 = Valor da energia do feixe retroespalhado;

E_0 = Energia nominal do feixe;

k = fator cinemático referente ao elemento utilizado na calibração

A Figura 4. mostra uma representação do aparato experimental que compõe um sistema de RBS, indicando em (A) o feixe incidente; em (B) o detector, sendo normalmente utilizado um detector de barreira de superfície de Silício; em (C) o suporte para amostra; em (D) o sistema de amplificação; em (E) o analisador multicanal e em (F) o computador.

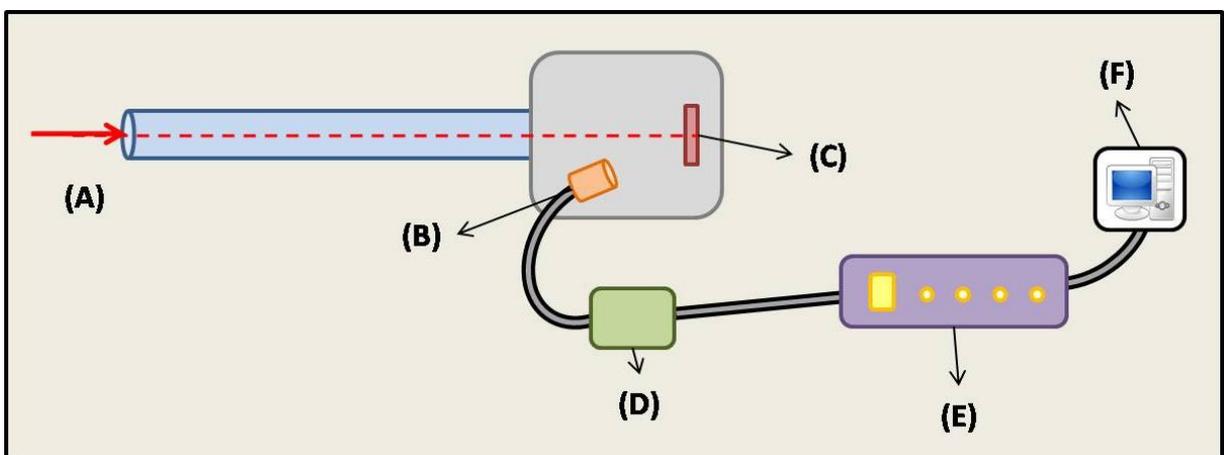


Figura 4. Representação da montagem experimental de um sistema RBS, mostrando (A) o feixe incidente; (B) o detector; (C) o suporte para amostra; (D) o sistema de amplificação; (E) o analisador multicanal e (F) o computador.

Obtém-se após a classificação do sinal uma tabela de contagens por energia, que consiste no espectro de RBS. Normalmente estes dados são apresentados em gráficos de contagens no eixo y por canal ou energia no eixo x [57]. Com os valores das energias do feixe retroespalhado empregadas e o canal correspondente à metade da altura do pico encontrado (m_2), finalmente é produzida a curva de calibração. Um ajuste linear relaciona os canais em função de E_1 .

Após a calibração, iniciavam-se os testes de alinhamento e transmissão do feixe iônico através dos microcapilares de vidro. O seletor de ângulo foi ajustado em $\alpha = 0^\circ$ (posição 2, conforme a Figura 4.), pois essa é a posição teórica de alinhamento do feixe iônico com o detector de barreira de Si.

Primeiramente, faz-se uma varredura automática em torno de um intervalo angular $\Delta\theta$ do goniômetro, mantendo fixa no goniômetro a posição do capilar no outro eixo; varia-se o ângulo do eixo móvel numa amplitude de até $10,0^\circ$ ($-5,0^\circ$ a $+5,0^\circ$), num intervalo mínimo de $0,1^\circ$. Isso é feito para encontrar uma transmissão máxima do feixe de íons para determinado ângulo após passar pelo capilar. Após esse alinhamento “grosso”, faz-se uma análise mais detalhada num intervalo de ângulo $\Delta\theta$ menor, obtendo-se espectros de energia do feixe para cada par de ângulo (θ_x, θ_y) , definidos na Figura 4.. A condição de melhor alinhamento do capilar em relação ao feixe é aquela que apresenta um pico mais intenso e estreito, o que corresponde a uma transmissão máxima do feixe. Uma vez obtido o ângulo de transmissão máxima em um dos eixos, repetia-se o procedimento com o segundo eixo. Devido à pequena histerese do goniômetro, um novo ajuste era necessário.

4.5. Marcação de polímeros com o microfeixe

Uma vez conhecida a condição em que o capilar inserido no goniômetro apresenta a maior transmissão de feixe possível, procedia-se com a irradiação das folhas comerciais de PC, com a finalidade de produzir marcações capazes de permitir o estudo do tamanho e distribuição espacial do feixe. O aparato experimental utilizado é exibido na Figura 4.. Durante o processo de marcação dos

polímeros, o seletor de ângulo foi ajustado em $\alpha = 90^\circ$, posicionando o centro da amostra em frente à ponta de saída do capilar, de modo a detectar o microfeixe produzido, conforme pode ser visto na Figura 4..

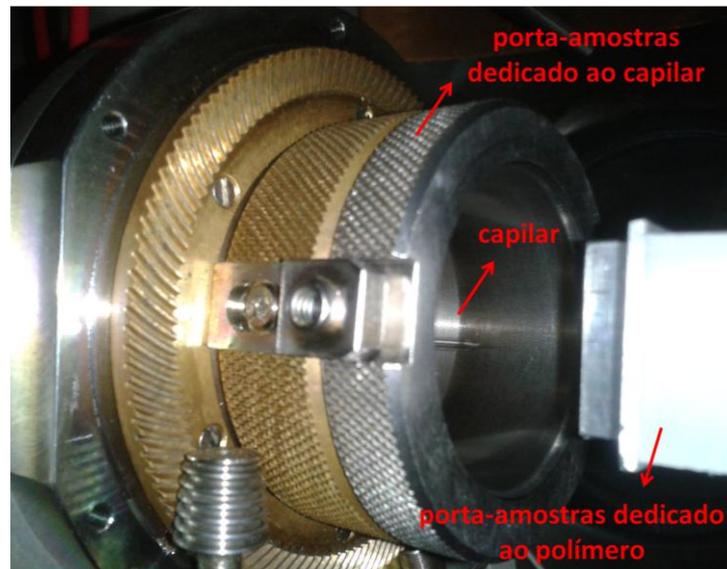


Figura 4. Amostra de polímero posicionada em frente à ponta do capilar, com a finalidade de realizar marcações no PC com o microfeixe.

As amostras de polímeros foram irradiadas com feixes de H^+ de 1 MeV e Au^{7+} de 18 MeV, produzidos pelo confinamento de cada feixe através de capilares de vidro. Foram utilizadas amostras de folhas comerciais de polímeros de aproximadamente 3 x 4 cm. Antes de serem fixos na superfície de alumínio do porta amostras, os filmes foram limpos com álcool isopropílico para eliminar eventuais impurezas superficiais. Através do deslocamento do ângulo do porta amostras em relação ao capilar, em intervalos $\Delta\alpha$ de 1° , foram produzidas diversas estruturas numa mesma amostra, variando-se o tempo de irradiação entre 5 e 240 minutos.

Durante todo o processo de produção de marcações no material, o capilar utilizado no experimento foi mantido nas coordenadas do goniômetro correspondentes à melhor condição de alinhamento do feixe em relação ao capilar, ou seja, onde o pico se encontrava mais estreito e intenso.

4.6. Câmera CCD para detecção do feixe

Testes preliminares do uso de uma câmera CCD (*charge-coupled device*) para adquirir imagens do feixe transmitido através dos microcapilares de vidro também foram realizados.

Um CCD é construído a partir de um tipo de semicondutor sensível à luz, composto por uma matriz de duas dimensões (2D) de capacitores. A carga em um CDD é criada quando fótons atingem o material semicondutor e deslocam elétrons; quanto mais fótons incidentes, mais elétrons são liberados, criando uma carga proporcional à intensidade da luz. Portanto, com uma matriz 2D é possível capturar uma imagem, sendo que cada CCD representa um pixel. A fim de possibilitar a leitura e transformação das cargas em sinal digital, cada detector CCD, ou pixel, é formado por três portas de silício policristalino ao longo de um canal de silício fotossensível dopado, que gera a carga. As tensões das três portas são alternadas em uma sequência que faz a carga migrar para a próxima porta e, em seguida, para o pixel seguinte, e, finalmente, para a linha abaixo, até que se atinja o fim coluna, onde é lida e enviada para um conversor analógico-digital. Esta transferência de carga ocorre com um rendimento superior a 99,9% por pixel. O movimento da carga de uma porta para outra é chamado de acoplamento [58].

Uma câmera CCD convencional, mostrada na Figura 4. (a), foi colocada em um suporte e inserida na câmara de irradiação. Foi posicionada em frente à saída do capilar, no lugar do detector de barreira de Silício. Previamente à utilização da câmera CCD, foi removido do equipamento uma proteção de vidro colocada pelo fabricante na frente do sensor. Dessa maneira, os íons incidem diretamente no CCD. Além disso, foi verificado se os dispositivos eletrônicos da câmera eram capazes de suportar a condição de alto vácuo no interior da câmara de irradiação. A Figura 4. (b) mostra o suporte dedicado ao capilar de vidro (A) e a câmera CCD (B) dentro da câmara de irradiação. A distância entre o sensor CCD e a ponta do capilar é de aproximadamente 9 cm.

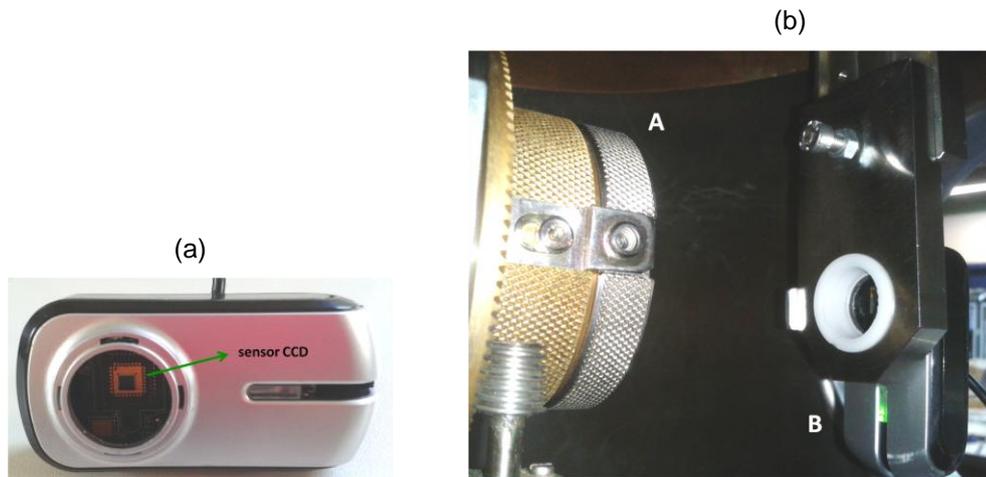


Figura 4. Em (a) é mostrada a câmera CCD utilizada para produzir imagens do microfeixe de íons. Em (b) o interior da câmara de irradiação, onde foi inserido o suporte contendo o capilar de vidro (A) e a câmera CCD (B).

O sinal adquirido pela câmera CCD é convertido em sinal digital e levado até um computador através de um cabo USB (*Universal Serial Bus*). A Figura 4. mostra um esquema do aparato experimental montado, onde o interior da câmara de irradiação (A), contendo o capilar (B) e a câmera CCD (C), mantém-se ligado ao meio externo por um sistema *feedthrough* (D) através de um cabo USB (E) conectado a um computador (F). No computador utilizado foi instalado o *software* AmCap, versão 9.0, a fim de visualizar e produzir fotos e vídeos do interior da câmara de irradiação com o CCD.

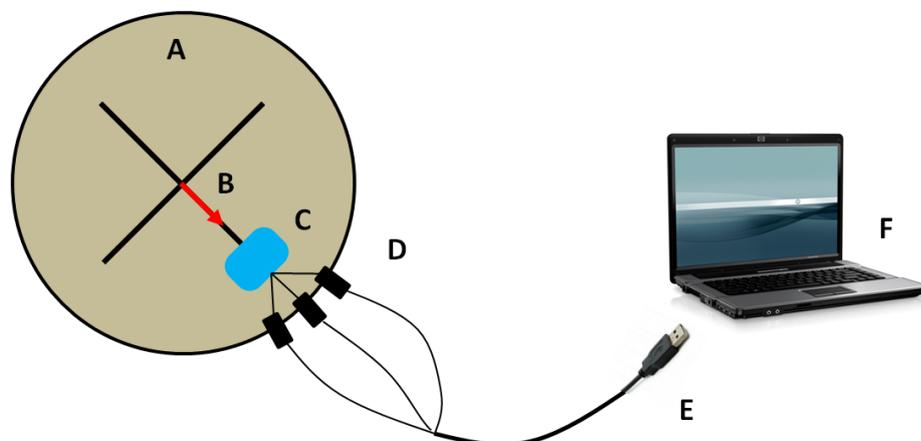


Figura 4. Sistema utilizado para conectar a câmera CCD a um computador. Tem-se (A) a câmara de irradiação, (B) capilar de vidro, (C) câmera CCD, (D), dispositivo *feedthrough*, (E) cabo USB e (F) computador.

Para se obter uma escala de tamanho das imagens adquiridas pela câmera CCD, foram feitas imagens fotográficas do dispositivo junto a uma régua, como mostra a Figura 4.. Estima-se que a área útil do dispositivo possui dimensões de 2,4 x 1,8 mm.

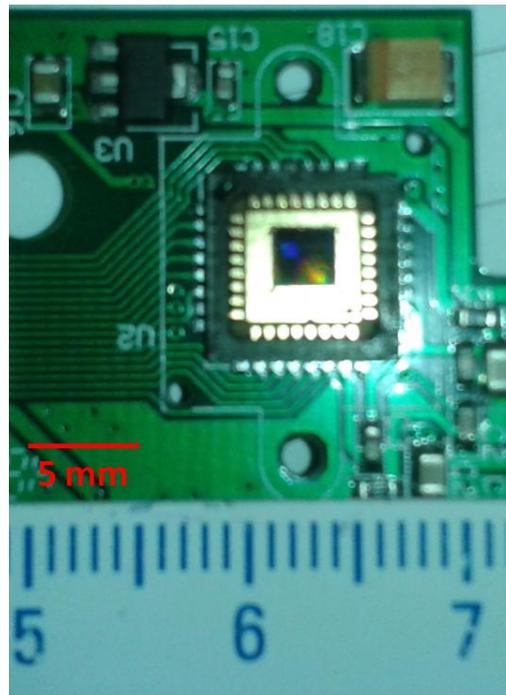


Figura 4. Imagem fotográfica do CCD da câmera utilizada nos experimentos.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Serão apresentados a seguir os resultados do estudo das condições de alinhamento e transmissão do feixe de íons através dos microcapilares de vidro e as características dos microfios produzidos quanto ao tamanho, dispersão espacial e divergência.

5.1. Estudo das condições de alinhamento do feixe

Testes de transmissão do feixe iônico através dos microcapilares de vidro foram realizados empregando-se feixe de H^+ de 1 MeV. Para essa finalidade, utilizou-se 10 diferentes capilares, cujas características são mencionadas na Tabela 5.. Um estudo dos padrões de alinhamento encontrados é mostrado a seguir.

Tabela 5. Características dos capilares utilizados nos experimentos de transmissão de feixe de íons, características iniciais, programa utilizado para a fabricação das pontas cônicas e diâmetro estimado da ponta.

Capilar	Características iniciais	Programa utilizado	D_{ponta}
1	Informação não existente	Informação não existente	$\sim 118 \mu\text{m}$
2	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Intracelular	$\sim 14 \mu\text{m}$
3	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Intracelular	$\sim 3,5 \mu\text{m}$
4	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Intracelular	$\sim 2,1 \mu\text{m}$
5	$D_{\text{int}} = 1,15 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Programa 5	$\sim 70 \mu\text{m}$
6	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Programa 3 Patch clamp	$\sim 3,4 \mu\text{m}$
7	$D_{\text{int}} = 1,15 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Programa 4 Extracelular	$\sim 17 \mu\text{m}$
8	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Programa 8 Intracelular	$\sim 7 \mu\text{m}$
9	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Programa 9 Intracelular	$\sim 3 \mu\text{m}$
10	$D_{\text{int}} = 0,86 \text{ mm}$ $D_{\text{ext}} = 1,5 \text{ mm}$	Programa 9 Intracelular	$\sim 9 \mu\text{m}$

Ao se fazer uso do capilar 8 (Figura 5.), com ponta de $\sim 7 \mu\text{m}$, observou-se durante os experimentos de transmissão que o alinhamento foi completamente perdido desviando-se através do goniômetro o ângulo do capilar em $0,1^\circ$. Na Figura 5.(b), tem-se a condição de melhor alinhamento do feixe, representada por um espectro de energia intenso e estreito, com pico em $E = 1000 \text{ keV}$. Os espectros de energia da Figura 5.(a) e da Figura 5.(c), onde o ângulo do goniômetro varia em $-0,1^\circ$ e $+0,1^\circ$, respectivamente, exibem uma detecção praticamente nula do feixe de íons, demonstrando que o alinhamento foi completamente perdido. Essa forma corresponde ao tipo de espectro desejável quando se utiliza capilares de vidro para a produção de microfios de íons, uma vez que indica que a passagem dos íons pelo dispositivo ocorre com pouca interação com suas paredes e, logo, com baixa perda de energia.



Figura 5. Imagem de microscopia ótica do Capilar 8, com diâmetro da ponta de aproximadamente $7 \mu\text{m}$.

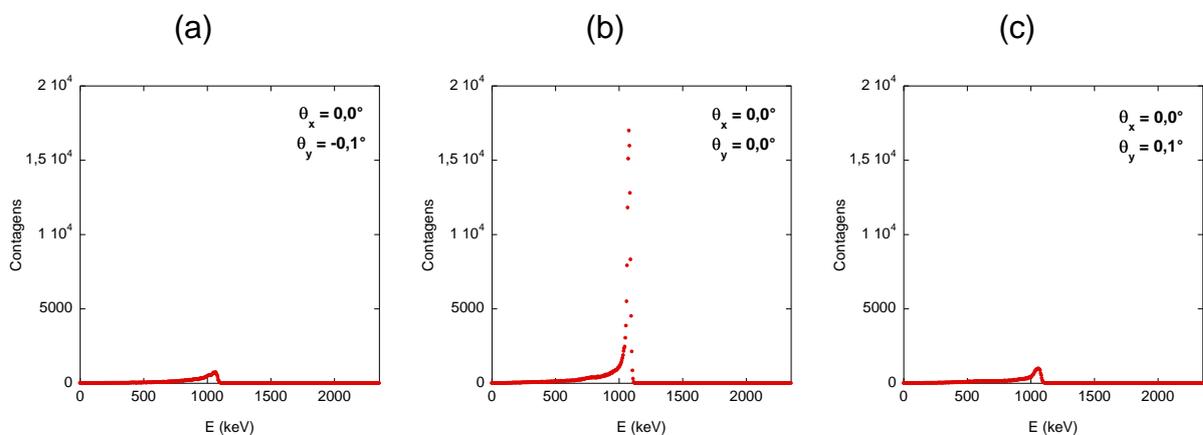


Figura 5. Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do Capilar 8. (a) desvio de $-0,1^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento, com bloqueio praticamente total do feixe; (b) condição de melhor alinhamento do feixe; (c) desvio de $+0,1^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento, com bloqueio praticamente total do feixe.

Outro padrão verificado durante os testes de transmissão do feixe de íons é aquele em que a melhor condição de alinhamento do capilar é perdida de forma gradativa e não tão abrupta como ocorreu no caso descrito anteriormente. Tal condição foi verificada em experiências nas quais se aplicou o capilar 2, mostrado na Figura 5.(a), com diâmetro estimado da ponta de $14\ \mu\text{m}$; o capilar 3, mostrado na Figura 5.(b), com diâmetro estimado da ponta de $3,5\ \mu\text{m}$ e o capilar 9, mostrado na Figura 5.(c), com diâmetro estimado da ponta de $3\ \mu\text{m}$.

Através dos espectros de energia mostrados na Figura 5., adquiridos por experimentos envolvendo o capilar 2, é possível identificar o comportamento de perda progressiva da condição de melhor alinhamento, sendo que para desvios de $0,2^\circ$ no ângulo do capilar, o feixe passa a ser parcialmente bloqueado.

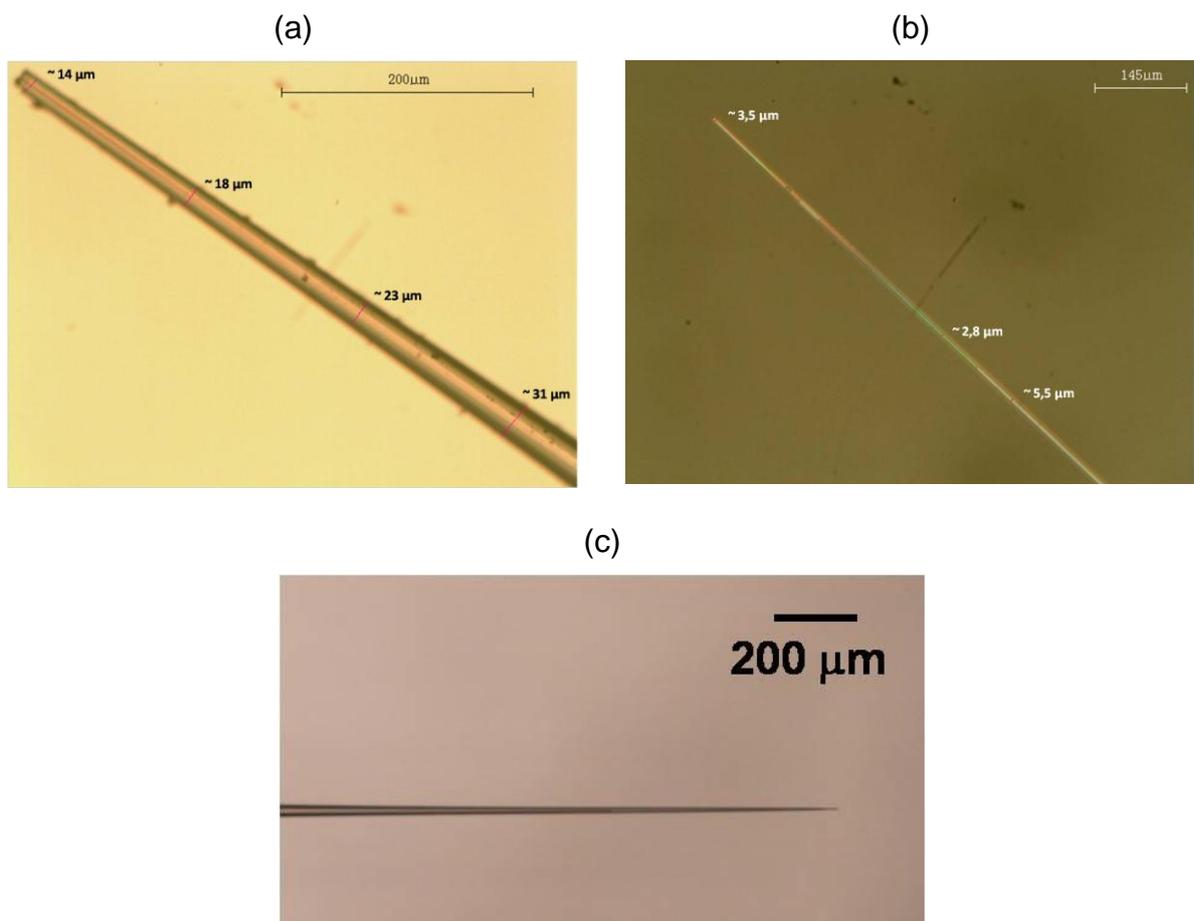


Figura 5. Imagens de MO de capilares de vidro. Em (a) tem-se o capilar 2, com diâmetro da ponta de aproximadamente $14\ \mu\text{m}$; (b) mostra o capilar 3, com diâmetro da ponta de aproximadamente $3,5\ \mu\text{m}$ e (c) o capilar 9, com diâmetro da ponta de aproximadamente $3\ \mu\text{m}$.

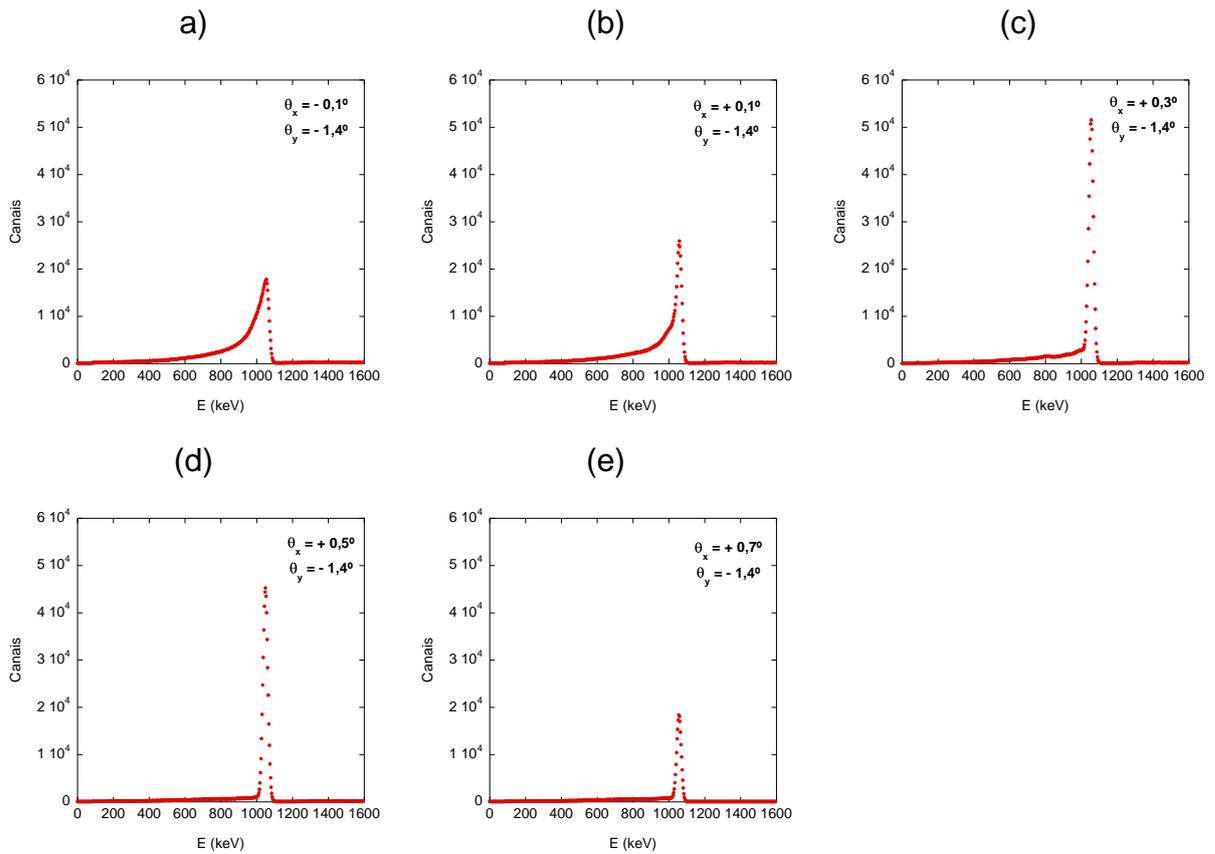


Figura 5. Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do capilar 2. (a) desvio de $-0,6^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento; (b) desvio de $-0,4^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento; (c) desvio de $-0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento; (d) condição de melhor alinhamento do feixe; (e) desvio de $+0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento.

A Figura 5.(a) mostra ainda múltiplos espectros de energia variando-se no goniômetro o ângulo do capilar 2 em intervalos de $0,1^\circ$ na horizontal, exibindo novamente o padrão de perda gradual da condição de melhor alinhamento. Na Figura 5.(b), comportamento análogo de perda gradual da condição de melhor alinhamento é demonstrado, utilizando-se dessa vez o capilar 3. Na Figura 5.(c), pode-se visualizar espectros de energia para três ângulos diferentes, obtidos com o uso do capilar 9. Nesse caso, os espectros são apresentados num intervalo de energia reduzido, entre 700 e 1100 keV, permitindo uma visualização mais detalhada dos mesmos.

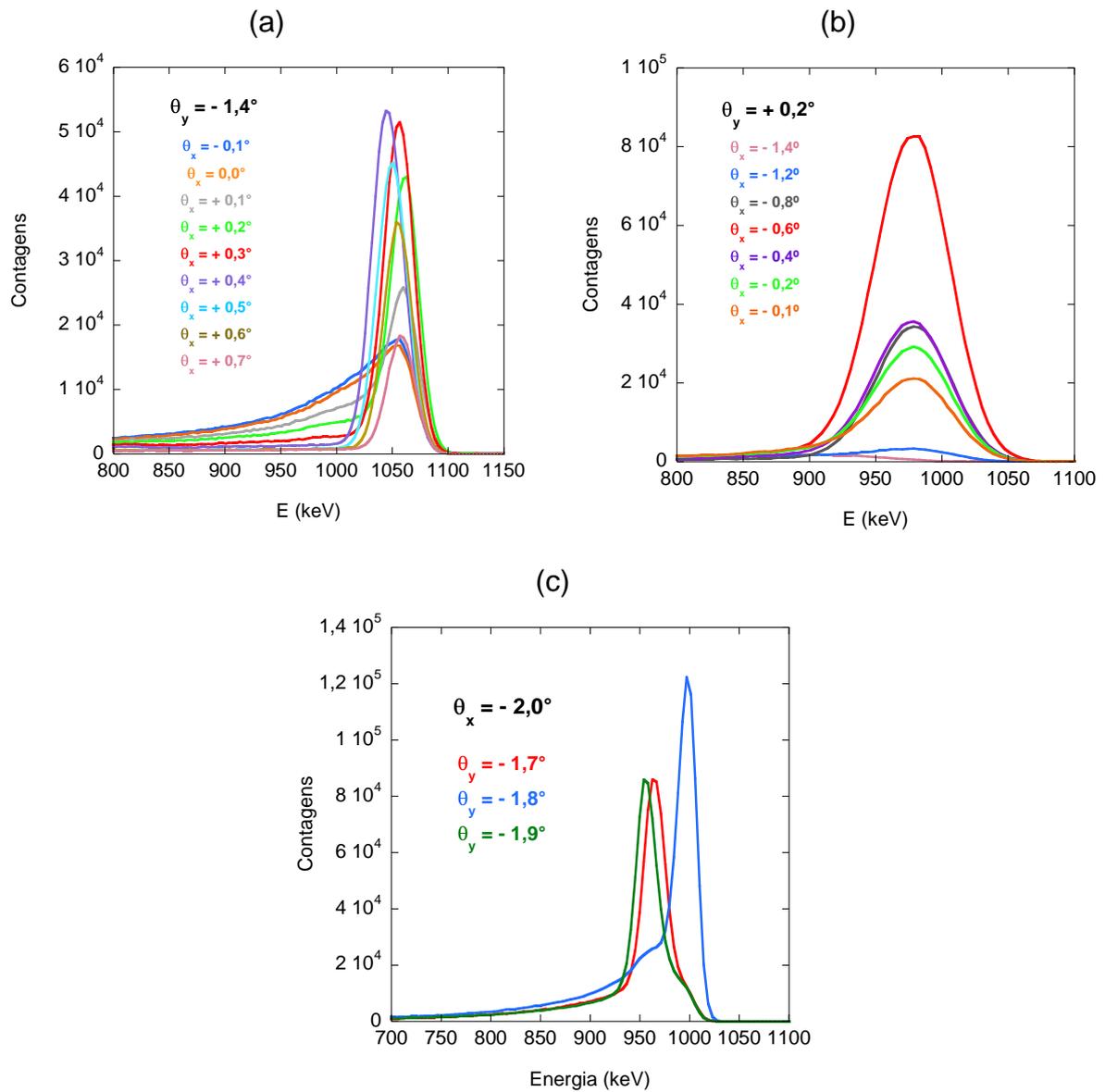


Figura 5. Espectros de energia de feixe de 1 MeV H^+ , transmitidos através de diferentes capilares.

Em (a) o feixe é transmitido através do capilar 2. Mantém-se $\theta_y = -1,4^\circ$ e varia-se θ_x . Em (b) é utilizado o capilar 3. Mantém-se $\theta_y = +0,2^\circ$ e varia-se θ_x . Em (c) o capilar 9 é empregado. Mantém-se $\theta_x = -2,0^\circ$ e varia-se θ_y . Os espectros mostram a perda gradativa da condição de melhor alinhamento do capilar ao variar seu ângulo no goniômetro.

Para feixes de alta energia, ocorre a perda parcial da energia dos íons após serem transmitidos por capilares de vidro à medida que muda-se o ângulo de inclinação do capilar em relação ao feixe incidente [42]. Tal fenômeno foi verificado nos espectros de energia mostrados acima e será discutido a seguir.

Na Figura 5.(a) observa-se que à medida que o ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar se afasta do ângulo onde a transmissão máxima é encontrada ($\theta_x = 0,4^\circ$), ocorre o alargamento do espectro de energia. Percebe-se a existência de duas regiões distintas no espectro, correspondentes ao núcleo e à penumbra do microfeixe, possivelmente causadas pela divergência do feixe incidente devido ao espalhamento. O núcleo é representado pelos picos mais estreitos e intensos de energia; a penumbra é caracterizada pela cauda presente nos espectros de energia [6, 14], evidenciada entre $\theta_x = -0,1^\circ$ e $\theta_x = +0,3^\circ$. Considera-se que o núcleo e a penumbra são compostos, respectivamente, por prótons viajando em linha reta através do capilar e por prótons espalhados pela parede interna do capilar [8, 14].

Na Figura 5.(b) percebe-se que quando o ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar é diferente da posição de transmissão máxima ($\theta_x = 0,6^\circ$), a intensidade dos espectros é reduzida, até ficar praticamente nula, entre ($\theta_x = -1,4^\circ$ e $\theta_x = -1,2^\circ$).

Observa-se na Figura 5.(c) que os picos de energia sofrem deslocamento em direção à região de energias mais baixas do espectro, o que ocorre com a mudança do ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar, isto é, quando θ_y varia em relação ao ângulo de máxima transmissão do feixe ($\theta_y = 1,8^\circ$).

Ao realizar os testes de alinhamento e transmissão com o capilar 1 e o capilar 4, mostrados respectivamente na Figura 5.(a) e na Figura 5.(b), um comportamento semelhante ao estabelecido para os capilares 2, 3 e 9 é observado. Entretanto, a condição de perda gradual do alinhamento em relação ao feixe de íons ao se variar o ângulo do capilar aparece agora associada à dificuldade de se obter uma condição de alinhamento onde o espectro de energia se apresente estreito. A Figura 5. e a Figura 5. mostram espectros de energia do feixe transportado através do capilar 1 e do capilar 4, respectivamente.

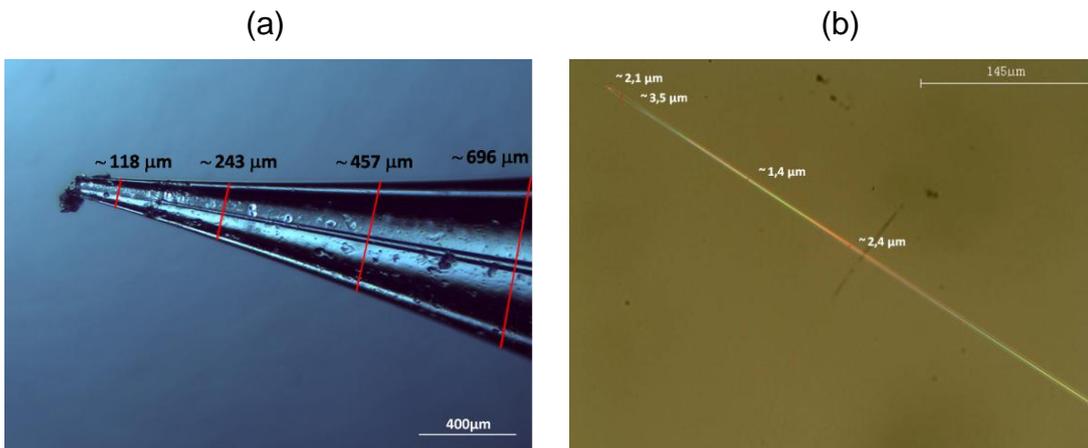


Figura 5. Imagens de MO de capilares de vidro. Em (a) é mostrado o capilar 1, com diâmetro da ponta de aproximadamente 118 μm e em (b) tem-se o capilar 4, com diâmetro da ponta de aproximadamente 2,1 μm .

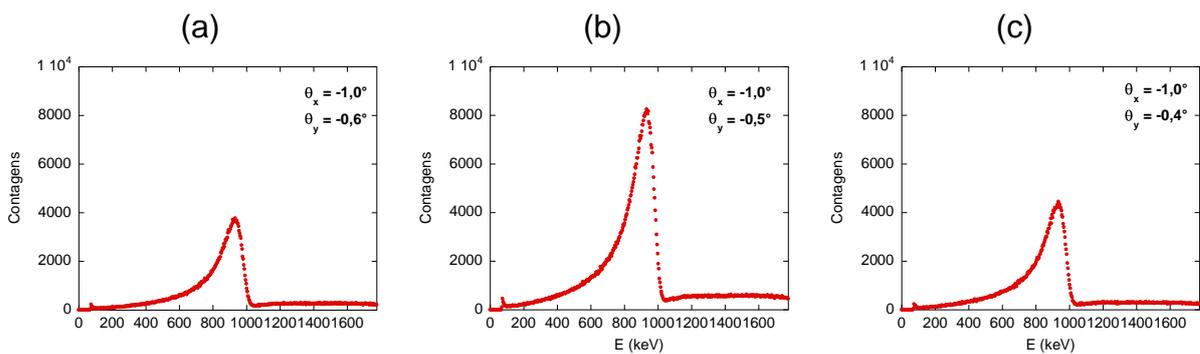


Figura 5. Espectros de energia do feixe de 1 MeV H^+ transmitido através do capilar 1. a) desvio de $-0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento; b) condição de melhor alinhamento do feixe e c) desvio de $+0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento.

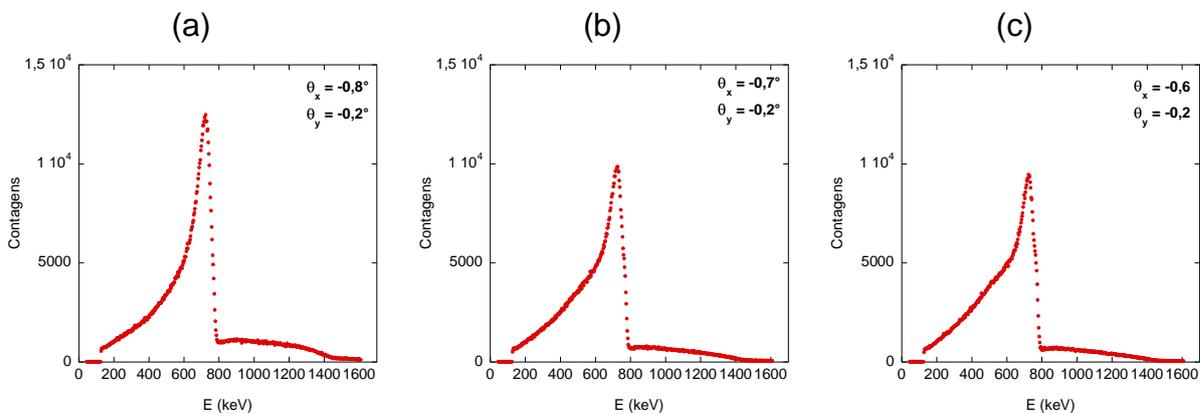


Figura 5. Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do capilar 4. a) condição de melhor alinhamento do feixe; b) desvio de $+0,1^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento e c) desvio de $+0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento.

Observa-se que mesmo na melhor condição de alinhamento do feixe obtida para tais capilares, representadas pela Figura 5. (b) e pela Figura 5. (a), respectivamente, o espectro de energia apresenta uma forma mais larga se comparado com todos os espectros exibidos até então; abrange uma porção ampla das energias em torno de 1 MeV.

Constatou-se ainda o aparecimento de mais um padrão de alinhamento dos capilares de vidro durante os testes de transmissão do feixe de íons. Ao se aplicar o capilar 5 (Figura 5.), com abertura estimada da ponta de $\sim 70 \mu\text{m}$, foi demonstrada novamente uma perda gradativa da condição de máxima transmissão do capilar, conforme pode ser visto na Figura 5.. Todavia, destacou-se o surgimento de espectros de energia parcialmente estreitos, com um pico de largura reduzida, mas com uma cauda mais larga.

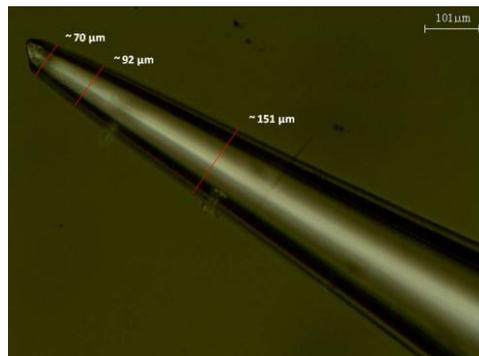


Figura 5. Capilar 5, com diâmetro da ponta de aproximadamente $70 \mu\text{m}$.

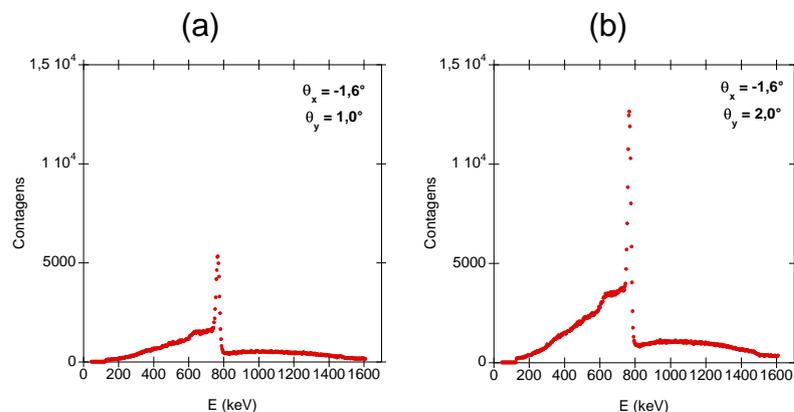


Figura 5. Espectros de energia do feixe de 1 MeV H^+ transmitido através do capilar 5. a) desvio de $-0,2^\circ$ em relação à condição de melhor alinhamento e b) condição de melhor alinhamento do feixe.

Foram realizados também testes de transmissão do feixe de 1 MeV H^+ com os capilares 6, 7 e 10, cujas pontas são mostradas na Figura 5.. Para tais capilares, pode-se afirmar que é possível obter um bom alinhamento, uma vez que foram adquiridos espectros estreitos e intensos do feixe ao passar através de cada capilar. Tal fenômeno é evidenciado por meio da Figura 5. (a), (b) e (c), que exibem espectros da condição de melhor alinhamento do feixe ao se utilizar os capilares 6, 7 e 10.

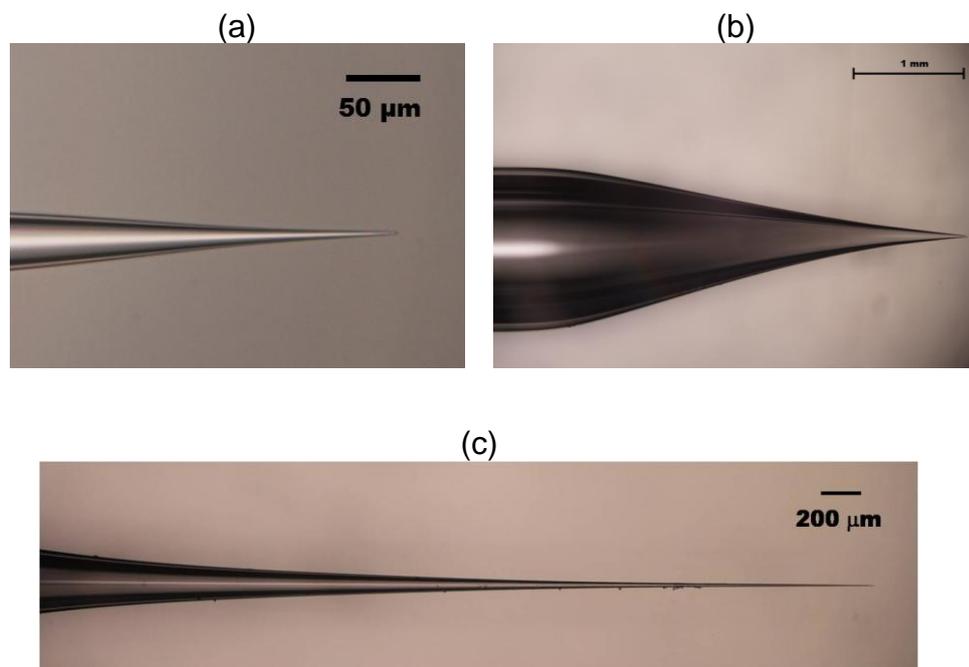


Figura 5. Imagens de MO de capilares de vidro. Em (a) é mostrado o Capilar 6, com diâmetro da ponta de aproximadamente 3,4 µm; em (b) está o Capilar 7, com diâmetro da ponta de aproximadamente 17 µm e em (c) o Capilar 10, com diâmetro da ponta de aproximadamente 9 µm.

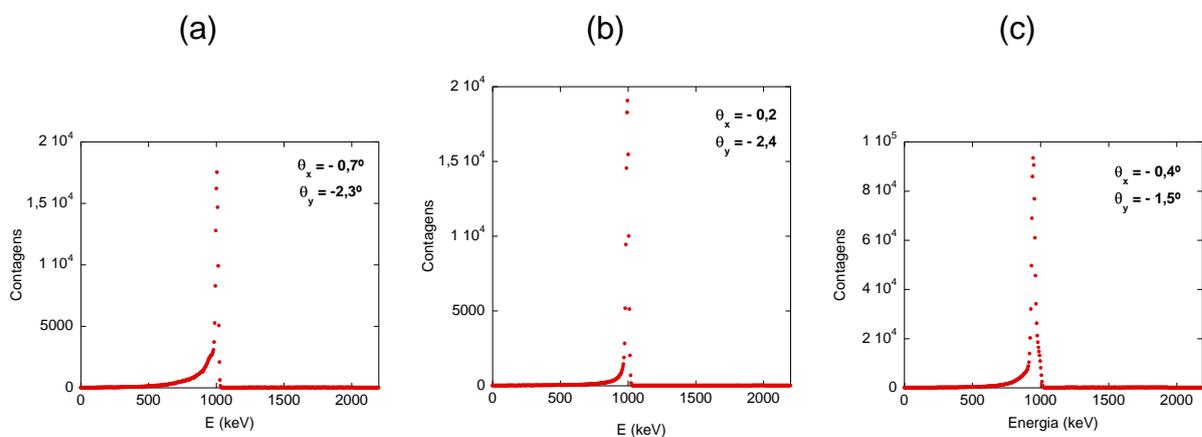


Figura 5. Espectros de energia obtidos a partir da transmissão do feixe de 1 MeV H^+ através do capilar (a) 6; (b) 7 e (c) 10: melhor condição da alinhamento do capilar em relação ao feixe.

A dispersão em energia do feixe varia fortemente com as características do capilar. Quando testada a transmissão do feixe de íons em capilares com aberturas maiores, como é o caso do capilar 1, com diâmetro estimado da ponta de 118 μm , mostrado na Figura 5.(a), e do capilar 5, com diâmetro estimado da ponta de 70 μm , (Figura 5.), houve maior dificuldade de transmissão do feixe. Espectros com picos mais largos foram adquiridos para o caso do capilar 1 e picos estreitos com cauda mais larga apareceram ao se utilizar o capilar 5. Tais experiências demonstram que capilares com aberturas de algumas dezenas de μm ou maiores não são adequados para a produção de microfeixes de íons.

Do mesmo modo, quando os mesmos experimentos foram realizados empregando-se o capilar 4, com diâmetro da ponta de aproximadamente 2,1 μm , mostrado na Figura 5.(b), também houve dificuldade no processo de alinhamento, obtendo-se espectros com picos largos. Assim, capilares com pontas extremamente pequenas também indicam baixo desempenho na canalização de feixes de íons de alta energia.

As melhores condições de alinhamento foram obtidas com os capilares 2, 3, 6, 7, 8, 9 e 10, cujas pontas tem diâmetro estimado entre 3 e 17 μm . Embora esses capilares apresentem padrões distintos de alinhamento, exibindo perda gradativa ou perda abrupta do alinhamento, e para alguns capilares não tenham sido adquiridos espectros em torno da ângulo do goniômetro correspondente à maior transmissão do feixe, constatou-se que utilizando-se qualquer capilar do grupo mencionado é possível obter um espectro de energia estreito e de pico intenso, ou seja, uma posição do capilar onde a energia inicial do feixe é máxima e o alargamento da energia do feixe detectado é mínima. Dessa maneira, aberturas relativamente estreitas apresentam desempenho satisfatório para a produção de microfeixe de íons.

Foi calculada ainda a largura à meia altura (FWHM) dos espectros de energia na condição de melhor alinhamento dos capilares de vidro. Os resultados encontrados estão expostos na Tabela 5., que mostra também a fração de energia dentro de FWHM em relação ao espectro total. O espectro mais estreito pode ser

observado na Figura 5.(a) e corresponde à condição de melhor alinhamento do capilar 6, cujo diâmetro da ponta é de aproximadamente 3,4 μm . Já o espectro mais largo é encontrado na Figura 5.(b) e foi produzido a partir da transmissão do feixe iônico pelo capilar 1, com ponta de $\sim 118 \mu\text{m}$. Percebe-se assim a relação entre o diâmetro da ponta do capilar e as características do microfeixe produzido, mostrando novamente que pontas de diâmetro menor apresentam melhor desempenho para a produção de microfeixe de íons através de capilares cônicos de vidro.

Tabela 5. Largura à meia altura (FWHM) dos espectros de energia da condição de melhor alinhamento dos capilares em relação ao feixe e fração de energia dentro de FWHM em relação ao espectro total.

Capilar	Espectro de energia*	FWHM [keV]	FWHM [%]
1	Figura 5.(b)	158	8,9
2	Figura 5.(d)	35	2,2
4	Figura 5.(a)	123	7,6
5	Figura 5.(b)	26	1,6
6	Figura 5.(a)	18	0,8
7	Figura 5.(b)	24	1,1
8	Figura 5.(b)	27	1,2
10	Figura 5.(c)	37	1,7

*relativo à condição de melhor alinhamento do capilar de vidro em relação ao feixe de íons

O cálculo de FWHM dos espectros de energia é válido para se avaliar a qualidade do capilar para a produção de microfeixes de íons de MeV. Porém, é de fundamental importância observar também a forma desse espectro. Para o capilar 5, por exemplo, tem-se um valor pequeno para FWHM. Entretanto, apesar de uma componente estreita, o espectro de energia para a condição de melhor alinhamento do capilar também exibe uma cauda larga, como pode ser visto na Figura 5.(b). Essa parte do espectro é desconsiderada quando se calcula FWHM.

Estudou-se ainda a dispersão angular do feixe de prótons. A Figura 5. mostra a intensidade do feixe de íons de 1 MeV de H^+ transmitido em função do ângulo de incidência do feixe em relação aos capilares 8, 2 e 1.

Na Figura 5. (a) pode ser visto o perfil de distribuição angular para capilar 8 (diâmetro da ponta de $\sim 7 \mu\text{m}$), que mostra a existência de um determinado ângulo ($\theta_y = 0,0^\circ$) onde a transmissão do feixe pelo capilar é máxima. O espectro da intensidade do feixe de íons em função do ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar é estreito, com FWHM de aproximadamente $0,2^\circ$. Para o capilar 2, com diâmetro da ponta de $\sim 14 \mu\text{m}$, a distribuição angular pode ser vista na Figura 5. (b). Assim como ocorreu com o capilar 8, o espectro se mostra estreito, sendo também o valor de FWHM cerca de $0,2^\circ$. A Figura 5. (c) mostra o perfil de distribuição angular para o capilar 1, com diâmetro da ponta de $\sim 118 \mu\text{m}$. Nesse caso, o espectro da intensidade do feixe em função de θ_y mostra-se mais largo, com FWHM de aproximadamente $1,6^\circ$.

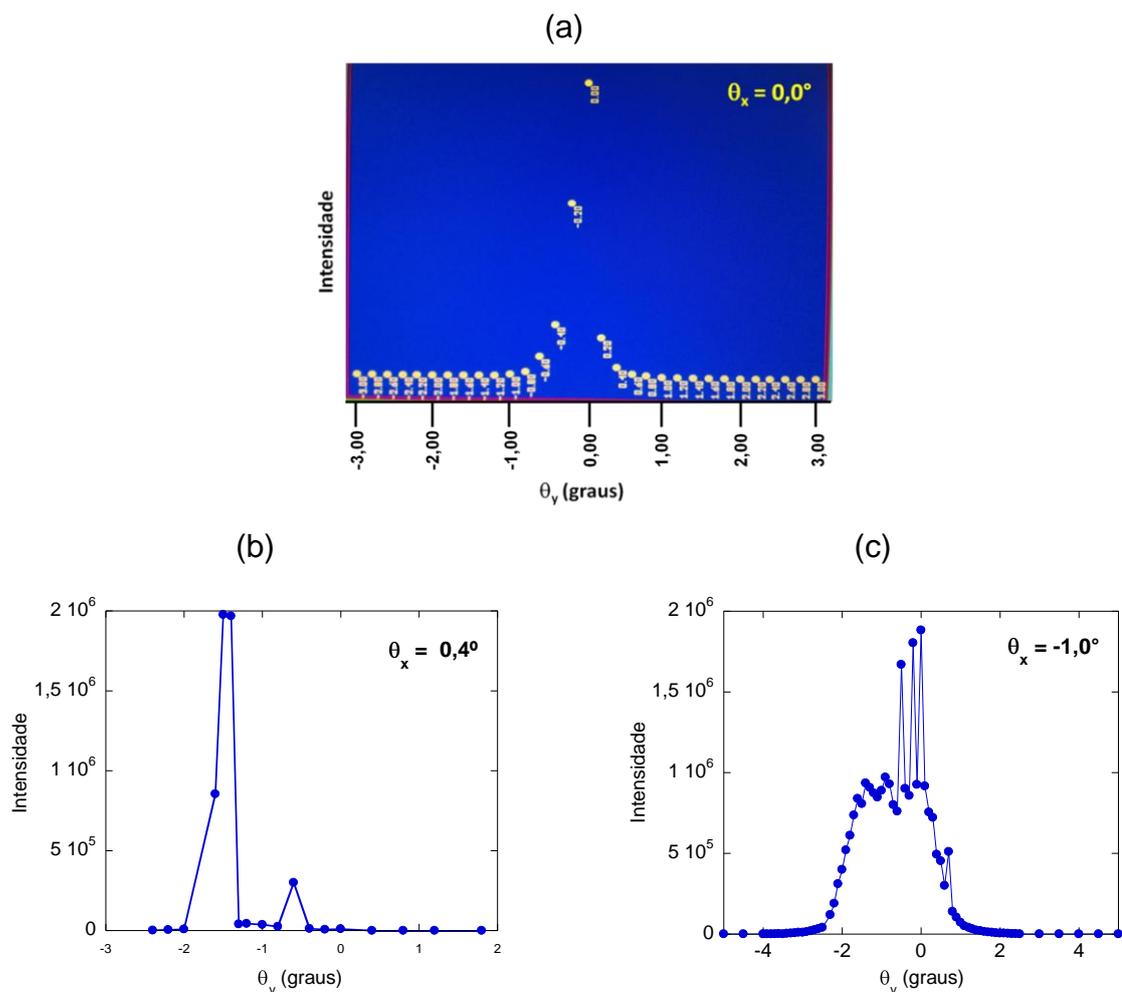


Figura 5. Intensidade do feixe de íons de 1 MeV de H⁺ transmitido em função do ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar (a) 8, com diâmetro da ponta de $\sim 7 \mu\text{m}$; (b) 2, com diâmetro da ponta de $\sim 14 \mu\text{m}$ e (c) 1, com diâmetro da ponta de $\sim 118 \mu\text{m}$.

Os valores encontrados para a largura a meia altura dos espectros da Figura 5. sugerem que capilares com diâmetro da ponta menores, da ordem de poucos μm , são mais eficientes para a colimação de microfeixes de íons de energia da ordem de MeV. Em trabalhos anteriores também foi medida a largura a meia altura de perfis de distribuição angular da intensidade de feixes altamente energéticos. Foram encontrados os valores de $0,08^\circ$ [8] e $0,25^\circ$ [57]. Em um dos estudos foi observado ainda que FWHM cresce com o aumento do ângulo de cone, ficando entre $0,4^\circ$ e $0,8^\circ$ [45].

Fazendo-se uso do microfeixe produzido a partir do transporte de íons por capilares de vidro, marcações foram produzidas em filmes de polímero. Desse modo, um estudo da morfologia do microfeixe através do uso desse material será descrito a seguir.

5.2. Estudo da morfologia do microfeixe com o uso de filmes poliméricos

A Tabela 5. mostra um resumo das condições de irradiação referentes a oito amostras de policarbonato irradiadas, incluindo o capilar utilizado em cada experimento, além da espessura do filme empregado e os feixes utilizados durante as marcações. A tabela mostra ainda o tempo de irradiação de cada ponto na amostra, bem com a densidade de corrente j , medida antes do capilar, e a fluência de íons ϕ correspondente a cada marcação feita no polímero.

A fluência de íons ϕ corresponde à quantidade de íons incidentes em determinada amostra por unidade de área e é diretamente proporcional ao tempo de irradiação, conforme mostra a Equação (5.).

$$\phi = \frac{j \times t}{q} \left[\frac{\text{íons}}{\text{cm}^2} \right] \quad (5.)$$

Onde:

j = densidade de corrente [A/cm^2];

t = tempo de irradiação da amostra [s];

q = carga elétrica do íon incidente [C]

Tabela 5. Parâmetros de irradiação das amostras de polímero utilizadas para marcações com microfios de 1 MeV de H⁺ e 18 MeV de Au⁷⁺. A densidade de corrente j é medida na entrada do capilar.

Capilar	Amostra	Material	Feixe	Posições	Tempo de irradiação	j [nA/cm ²]	φ [íons/cm ²]		
5	1	PC 20 μm	1 MeV H ⁺	(A) θ=89°	60 min	977,8	2,25 x 10 ¹⁶		
				(B) θ=90°	30 min	977,8	1,12 x 10 ¹⁶		
				(C) θ=91°	15 min	977,8	5,6 x 10 ¹⁵		
5	2	PC 20 μm	18 MeV Au ⁷⁺	(A) θ=87°	60 min	222,2	7,1 x 10 ¹⁴		
				(B) θ=88°	60 min	222,2	7,1 x 10 ¹⁴		
				(C) θ=89°	60 min	222,2	7,1 x 10 ¹⁴		
				(D) θ=90°	40 min	222,2	4,7 x 10 ¹⁴		
				(E) θ=91°	30 min	222,2	3,5 x 10 ¹⁴		
				(F) θ=92°	60 min	222,2	7,1 x 10 ¹⁴		
				(G) θ=92,5°	120 min	222,2	1,4 x 10 ¹⁵		
6	3	PC 20 μm	1 MeV H ⁺	(A) θ=88°	5 min	958,5	1,8 x 10 ¹⁵		
				(B) θ=89°	10 min	958,5	3,6 x 10 ¹⁵		
				(C) θ=90°	35 min	958,5	1,3 x 10 ¹⁶		
			18 MeV Au ⁷⁺	(D) θ=92°	10 min	63,9	3,4 x 10 ¹³		
				(E) θ=93°	30 min	63,9	1,02 x 10 ¹⁴		
(F) θ=94°	60 min	63,9		2,04 x 10 ¹⁴					
7	4	PC 20 μm	1 MeV H ⁺	(A) θ=88°	60 min	798,7	1,8 x 10 ¹⁶		
				(B) θ=89°	30 min	798,7	9 x 10 ¹⁵		
				(C) θ=90°	30min	798,7	9 x 10 ¹⁵		
			18 MeV Au ⁷⁺	(D) θ=92°	60 min	384,6	1,2 x 10 ¹⁵		
				(E) θ=93°	30 min	384,6	6,2 x 10 ¹⁴		
(F) θ=94°	30 min	384,6		6,2 x 10 ¹⁴					
	5	PC 20 μm	18 MeV Au ⁷⁺	(A) θ=88°	120 min	384,6	2,5 x 10 ¹⁵		
8	6	PC 50 μm	1 MeV H ⁺	(A) θ=87°	30 min	1250	1,4 x 10 ¹⁶		
				(B) θ=88°	60 min	1250	2,8 x 10 ¹⁶		
			18 MeV Au ⁷⁺	(C) θ=89°	15 min	112	9 x 10 ¹³		
				(D) θ=90°	30 min	112	1,8 x 10 ¹⁴		
				(E) θ=91°	45 min	112	2,7 x 10 ¹⁴		
				(F) θ=92°	60 min	112	3,6 x 10 ¹⁴		
				(G) θ=93°	90 min	112	5,0 x 10 ¹⁴		
9	7	PC 20 μm	1 MeV H ⁺	(A) θ=86°	20 min	50	3,8 x 10 ¹⁴		
				(B) θ=87°	30 min	1250	1,4 x 10 ¹⁶		
				(C) θ=88°	60 min	1250	2,8 x 10 ¹⁶		
				(D) θ=89°	90 min	1250	4,2 x 10 ¹⁶		
				(E) θ=90°	30 min	1250	1,4 x 10 ¹⁶		
			18 MeV Au ⁷⁺	(F) θ=91°	90 min	159,7	5,1 x 10 ¹⁴		
				(G) θ=92°	60 min	159,7	3,4 x 10 ¹⁴		
				(H) θ=93°	60 min	159,7	3,4 x 10 ¹⁴		
				(I) θ=94°	30 min	159,7	1,7 x 10 ¹⁴		
10	8	PC 50 μm	1 MeV H ⁺	(A) θ=88°	120 min	1250	5,8 x 10 ¹⁶		
				(B) θ=89°	90 min	1250	4,3 x 10 ¹⁶		
				(C) θ=90°	60 min	1250	2,9 x 10 ¹⁶		
				(D) θ=91°	180 min	1250	8,7 x 10 ¹⁶		
				(E) θ=92°	60 min	1250	2,9 x 10 ¹⁶		

5.2.1. Padrão morfológico das marcações e formato das pontas

As amostras de policarbonato foram caracterizadas por microscopia ótica, adquirindo-se assim imagens das marcações geradas nos filmes poliméricos. Tais imagens foram utilizadas no estudo da morfologia do microfeixe de íons, analisando-se os padrões encontrados nas marcações no que se refere a sua forma e tamanho, conforme será mostrado a seguir.

Marcações foram produzidas na amostra 6 de folhas de policarbonato, exposta ao feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 8, cuja ponta possui diâmetro estimado de 7 μm . O tempo de exposição à radiação para cada ponto, a fluência de íons e o diâmetro estimado das marcações produzidas são mostrados na Tabela 5..

A Figura 5. mostra imagens de Microscopia Ótica das referidas marcações, bem como o capilar empregado na irradiação da amostra 6. Observa-se que o capilar apresenta ponta de formato circular e aproximadamente simétrico, assim como as marcações mostradas na mesma figura. Conforme pode ser visto nos dados da Tabela 5. e imagens da Figura 5., o diâmetro aparente da marcação aumenta com a fluência dos íons. Para a medida dos diâmetros foi considerado o núcleo de cada marca.

Tabela 5. Tempo de exposição à radiação, fluência de íons e diâmetro estimado das marcas produzidas na amostra 6 com feixe de 18 MeV de Au^{7+}

Marca	Tempo de irradiação [min]	Fluência de íons [íons/cm ²]	Diâmetro estimado da marcação [μm]
(a)	15	$9,0 \times 10^{13}$	18
(b)	30	$1,8 \times 10^{14}$	22
(c)	45	$2,7 \times 10^{14}$	29
(d)	60	$3,6 \times 10^{14}$	35

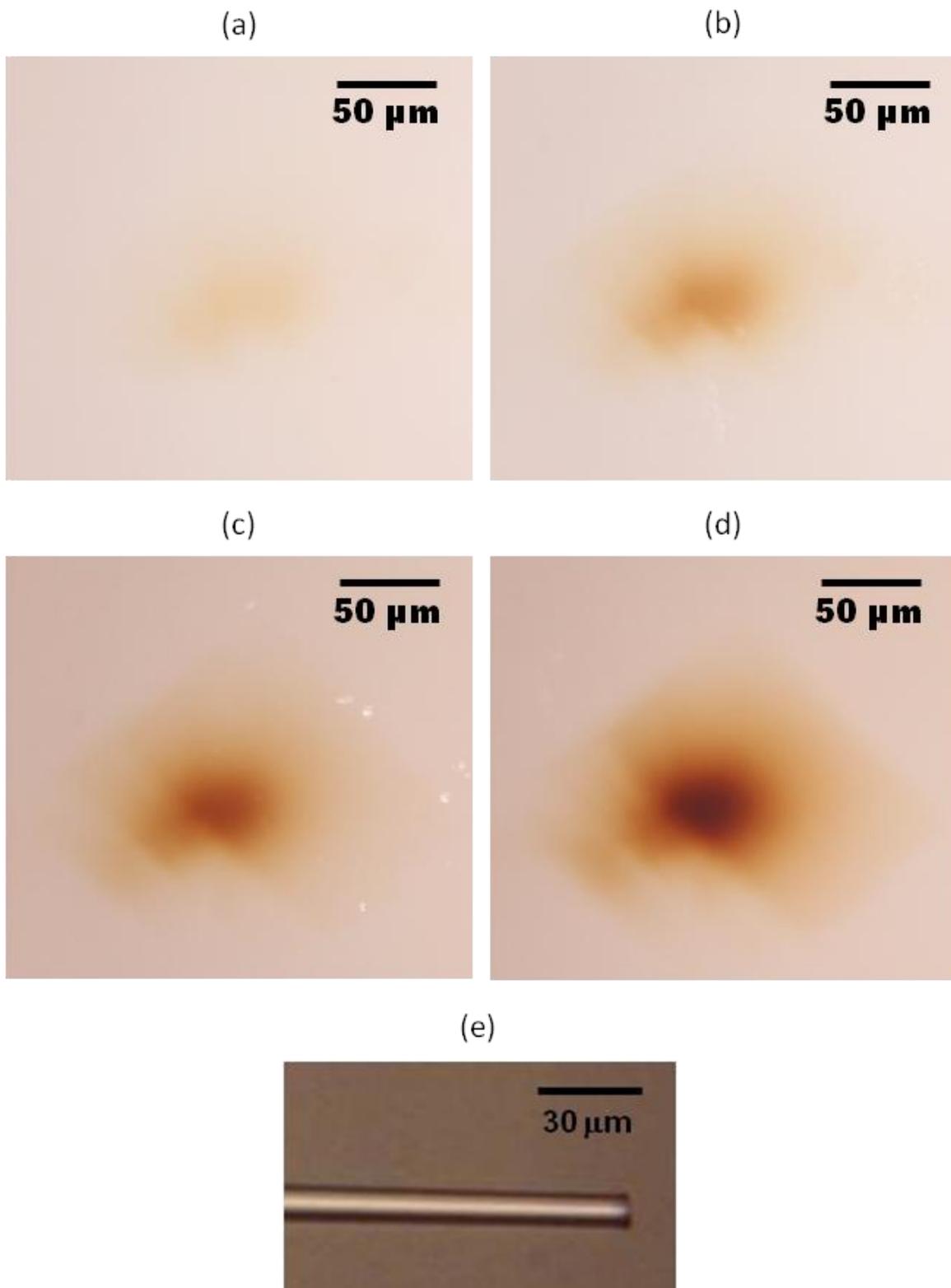


Figura 5. Imagens de MO da amostra 6, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 8. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (a) 15 minutos; (b) 30 minutos; (c) 45 minutos; e (d) 60 minutos. Em (e) tem-se um zoom da ponta do capilar, mostrando sua forma circular.

Na Figura 5. tem-se uma imagem de MO de um único ponto, feito na amostra 5 com feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado por meio do capilar 7. O filme foi irradiado durante 120 minutos, o que nesse caso equivale a uma fluência de $2,5 \times 10^{15}$ íons/cm², e originou uma marca de aproximadamente 120 μm de diâmetro.

A deposição de energia dentro do material não ocorre de maneira homogênea. A marcação pode ser dividida em duas regiões com características distintas. O *spot* do feixe consiste em uma mancha pequena e intensa, correspondente ao núcleo; e um padrão mais fraco em forma de anel, que circunda o *spot*, chamado de penumbra [6, 14]. Essas regiões também foram deduzidas nos espectros de energia do feixe transmitido pelo capilar. No núcleo a densidade de energia é maior que aquela depositada na região de penumbra [59]. O círculo desenhado na imagem destaca a região onde o polímero sofreu dano mais intenso (núcleo), uma vez que apresenta coloração mais escura. Essa região está deslocada para a esquerda da área total da marca produzida.

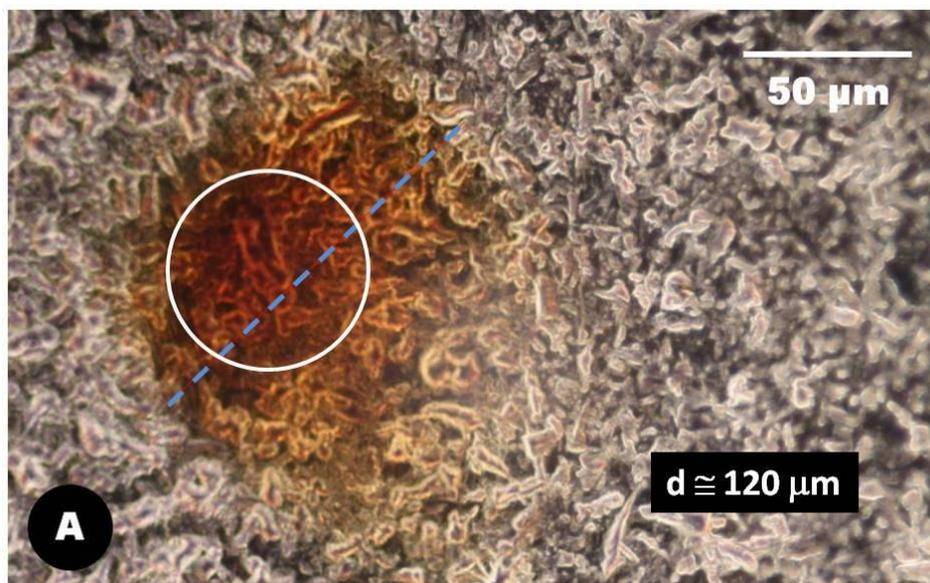


Figura 5. Imagem de MO da amostra 5, onde foi feita marcação utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 7. O tempo de exposição à radiação foi de 120 minutos, gerando uma marcação de $\sim 120 \mu\text{m}$ de diâmetro.

A Figura 5. mostra imagens de microscopia ótica da amostra 4, onde foram feitas marcações com feixes iônicos. O tipo de feixe, o tempo de exposição à

radiação para cada ponto, a fluência de íons e o diâmetro estimado das marcações produzidas são mostrados na Tabela 5..

Tabela 5. Tempo de exposição à radiação, fluência de íons e diâmetro estimado das marcas produzidas na amostra 4.

Feixe	Marca	Tempo de irradiação [min]	Fluência de íons [íons/cm ²]	Diâmetro estimado da marcação [μm]
1 MeV H ⁺	(a)	60	$1,8 \times 10^{16}$	50
	(b)	30	$9,0 \times 10^{15}$	43
	(c)	30	$9,0 \times 10^{15}$	43
18 MeV Au ⁷⁺	(d)	60	$1,2 \times 10^{15}$	133
	(e)	30	$6,2 \times 10^{14}$	125
	(f)	30	$6,2 \times 10^{14}$	125

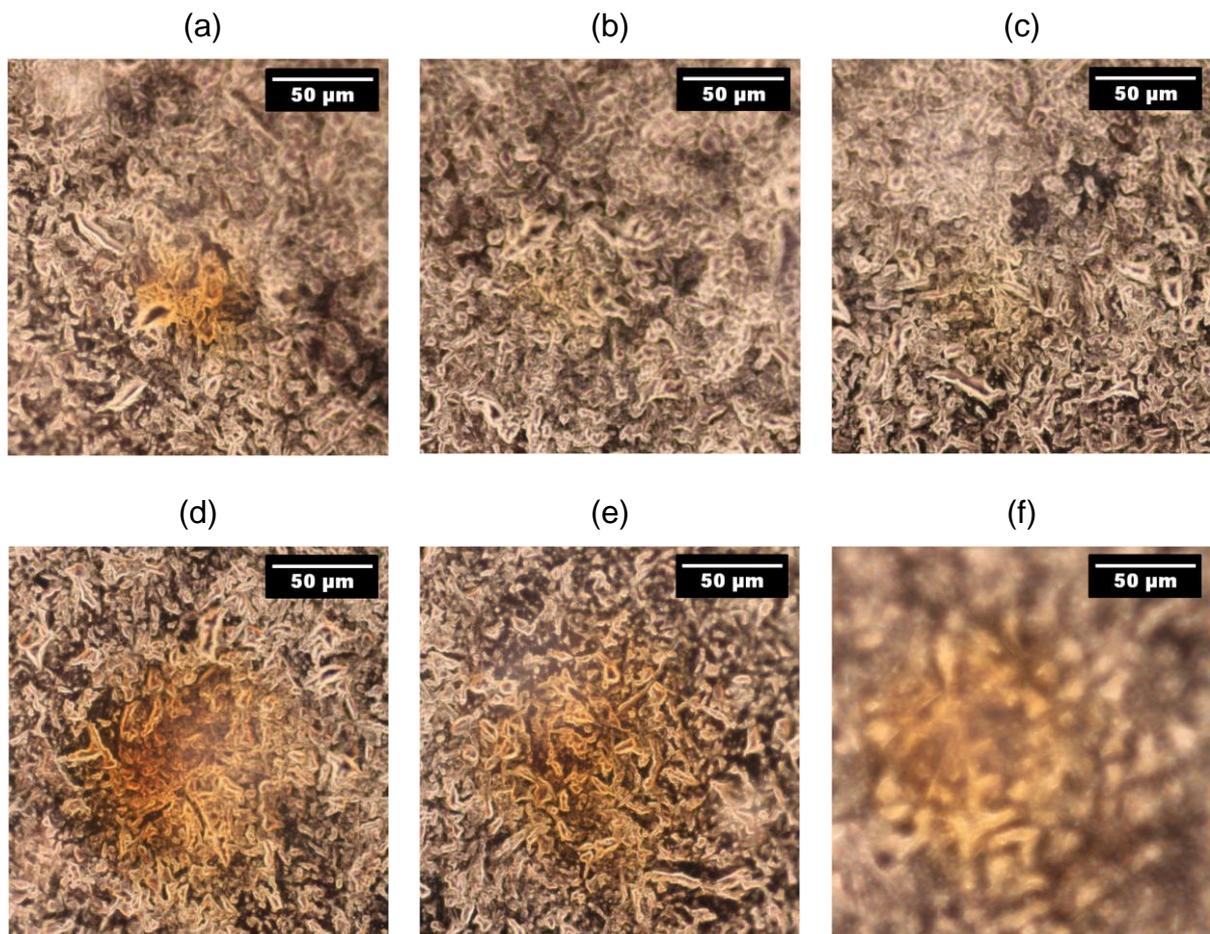


Figura 5. Imagens de MO da amostra 4, onde foram feitas marcações com feixes colimados através do capilar 7. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (a) 60 minutos; (b) 30 minutos e (c) 30 minutos, utilizando-se feixe de 1 MeV de H⁺. Foi utilizado feixe de 18 MeV de Au⁷⁺ durante (d) 60 minutos; (e) 30 minutos e (f) 30 minutos.

O feixes utilizados para irradiação da amostra 4 foram colimados com auxílio do capilar 7 (Figura 5.), com diâmetro estimado da ponta de 17 μm . Ao examinar detalhes da ponta desse capilar, percebe-se que a mesma não é simétrica, apresentando um dos lados maior em relação ao outro. Tal característica é refletida nas marcações produzidas com feixe de íons colimado com o referido microcapilar.

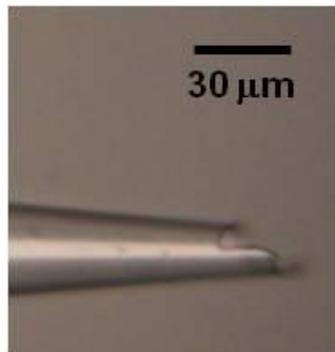


Figura 5. Zoom da ponta do capilar 7, mostrando sua assimetria.

É importante também examinar a reprodutibilidade das marcações feitas no polímero. Observa-se que ao se utilizar uma mesma amostra e se empregar um mesmo capilar, as marcas produzidas mantêm o mesmo diâmetro, o que ocorre entre as marcas (b) e (c) da Figura 5., produzidas a partir de exposição ao feixe de 1 MeV de H^+ durante 30 minutos. O diâmetro estimado de ambas as marcas foi de 43 μm , demonstrando que estruturas iguais podem ser reproduzidas no material polimérico através dos microcapilares de vidro.

A Figura 5. mostra imagens de MO das marcas produzidas na amostra 8 pelo capilar 10, cuja ponta tem diâmetro aproximado de 9 μm . O tempo de irradiação para cada marcação, a fluência de íons correspondente e o diâmetro estimado das marcas produzidas são mostrados na Tabela 5..

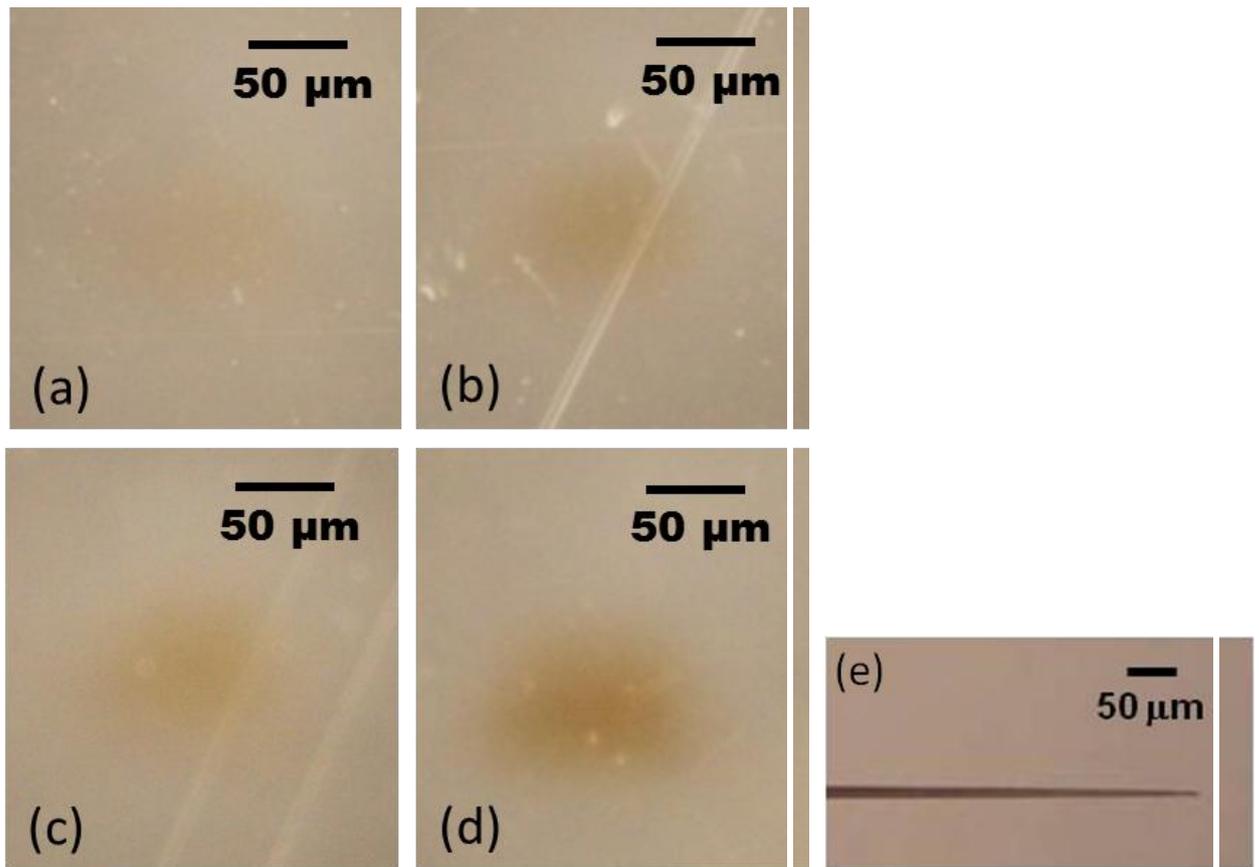


Figura 5. Imagens de MO da amostra 8, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 1 MeV de H^+ , colimado através do capilar 10. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (a) 60 minutos; (b) 90 minutos; (c) 120 minutos e (d) 180 minutos. Em (e) tem-se uma imagem de MO da ponta do capilar 10.

Tabela 5. Tempo de exposição à radiação, fluência de íons e diâmetro estimado das marcas produzidas na amostra 8 com feixe de 1 MeV de H^+

Marca	Tempo de irradiação [min]	Fluência de íons [íons/cm ²]	Diâmetro estimado da marcação [μm]
(a)	60	$2,9 \times 10^{16}$	50
(b)	90	$4,3 \times 10^{16}$	58
(c)	120	$5,8 \times 10^{16}$	67
(d)	180	$8,7 \times 10^{16}$	103

Observou-se o aparecimento de diferentes padrões no que se refere à forma das marcas feitas nos polímeros: na maioria dos casos foram encontradas marcas

circulares, como pôde ser observado nas imagens de Microscopia Ótica da Figura 5., Figura 5., Figura 5. e Figura 5..

. Entretanto apareceram também marcações semicirculares e ainda marcas de formato alongado, como mostrado na Figura 5.. Na amostra 7, irradiada com uso do capilar 9, obteve-se uma divergência do feixe consideravelmente maior no sentido vertical, tanto para o feixe de íons de 1 MeV de H^+ como para o feixe de 18 MeV de Au^{7+} . Contudo, não foi possível visualizar por Microscopia Ótica detalhes da ponta do capilar 9, uma vez que apresenta dimensões muito reduzidas. As imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura adquiridas após a irradiação demonstraram que a mesma foi danificada e não manteve as características que possuía durante os experimentos. Por esse motivo, foi difícil estabelecer uma relação entre a morfologia da ponta e a forma alongada das marcações produzidas.

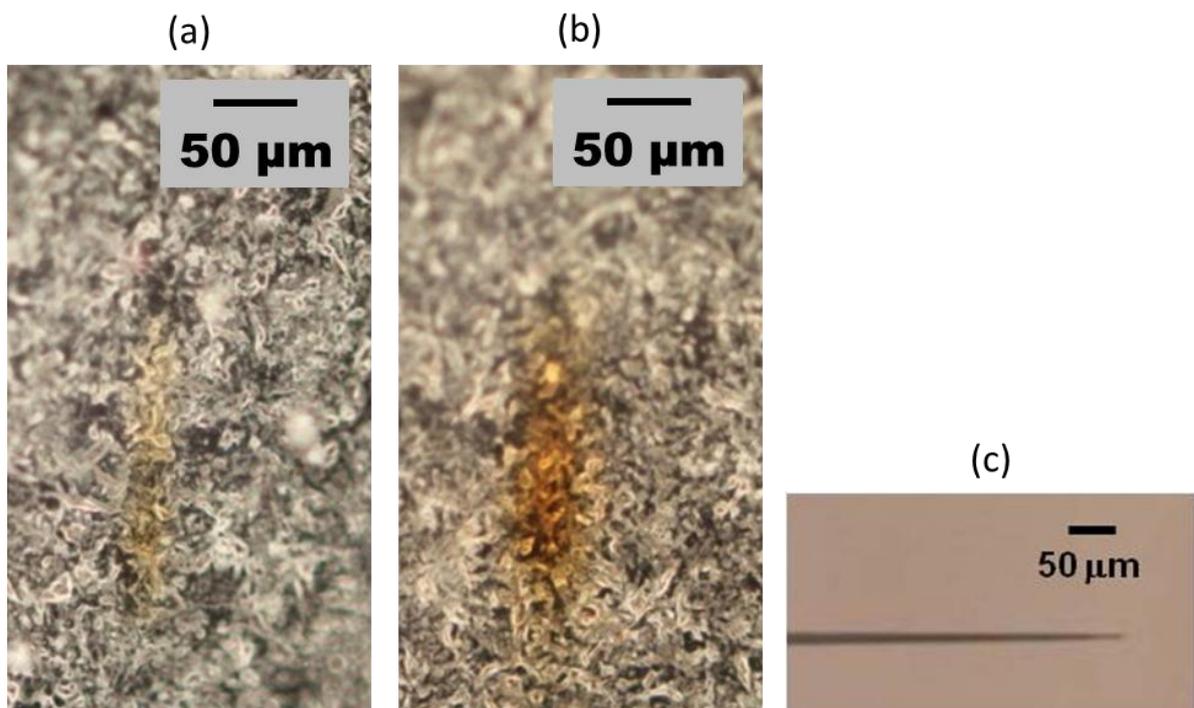


Figura 5. Imagens de MO da amostra 7. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de 90 minutos. Empregou-se feixe de (a) de 1 MeV de H^+ e (b) 18 MeV de Au^{7+} . Tem-se em (c) imagem de MO no capilar 9, utilizado para colimação dos feixes.

Ao se caracterizar a amostra 1, encontrou-se o terceiro padrão relativo à morfologia das marcações produzidas nas folhas de polímero. Como pode ser visto na Figura 5., produzida pela irradiação com feixe de 1 MeV de H^+ , as marcas apareceram na forma de “c” (ou semicirculares), sugerindo uma obstrução à passagem do feixe por dentro do capilar. Além disso, observou-se uma duplicação da marca na Figura 5. (C), provavelmente atribuída a vibração do aparato experimental.

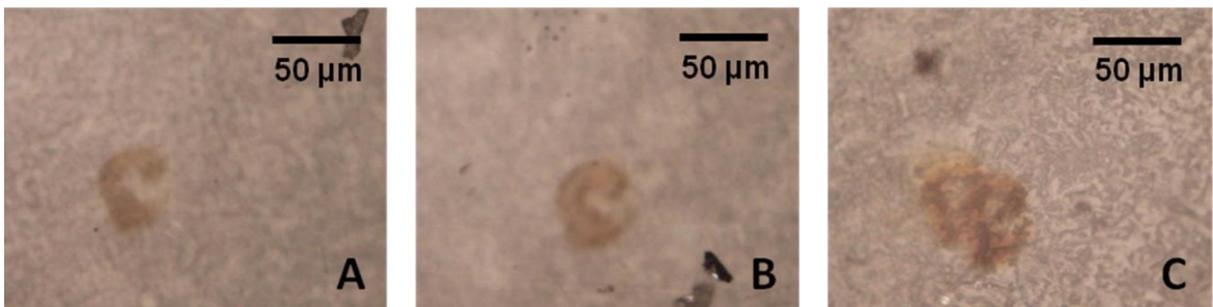


Figura 5. Imagens de MO da amostra 1, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 1 MeV de H^+ , colimado através do capilar 5. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (A) 60 minutos; (B) 30 minutos e (C) 15 minutos.

O padrão de marcas em formato de “c” apareceu de forma semelhante na amostra 2, quando foi empregado feixe de 18 MeV de Au^{7+} (Figura 5.). Seis diferentes pontos foram expostos ao feixe durante intervalos de tempo entre 30 e 120 minutos. Nos primeiros pontos irradiados (A e B), marcas alongadas foram observadas. A morfologia anômala das marcações para esses casos não está ligada à morfologia da ponta do capilar, mas a parâmetros da estabilidade, vinculados provavelmente às vibrações mecânicas do sistema.

As amostras 1 e 2 foram marcadas a partir de feixes colimados com auxílio do capilar 5, cuja ponta é mostrada na Figura 5.. Percebe-se através da imagem que a ponta não é simétrica, mas possíveis imperfeições que deviam causar a obstrução dos feixes não foram identificadas por microscopia ótica.

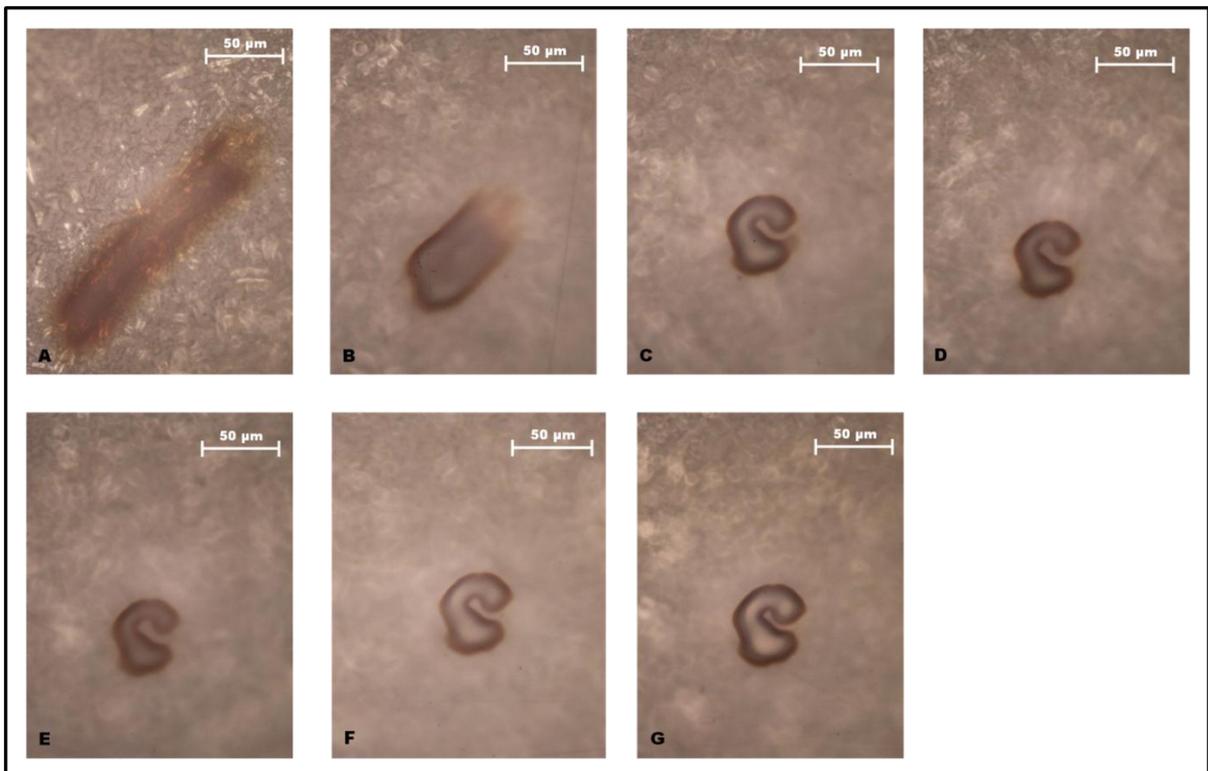


Figura 5. Imagens de MO da amostra 2, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 5. O tempo de exposição à radiação para cada ponto foi de (A) 60 minutos; (B) 60 minutos; (C) 60 minutos; (D) 40 minutos; (E) 30 minutos; (F) 60 minutos e (G) 120 minutos.

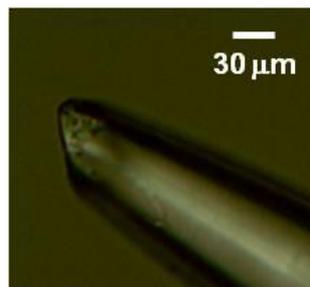


Figura 5. Zoom da ponta do capilar 5.

Imperfeições oriundas do processo de aquecimento realizado durante a fabricação das pontas podem ser eliminadas através do uso de uma microforja para cortar os capilares de vidro, procedimento relatado em trabalhos anteriores [8, 14]. O corte preciso é capaz de produzir ainda pontas com o diâmetro desejado.

Todos os capilares utilizados nas atividades experimentais descritas nesse capítulo foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura após o uso. Entretanto, o aparecimento de diâmetros maiores que aqueles encontrados nas imagens de microscopia ótica revelaram que as pontas dos capilares foram quebradas ou danificadas após os experimentos, durante manuseio ou transporte, visto que as pontas são extremamente frágeis.

5.2.2. Perfil do feixe

As imagens adquiridas por microscopia ótica, que mostram as marcações feitas no policarbonato, foram utilizadas para se estudar o perfil dos feixes de 1 MeV de H^+ e 18 MeV de Au^{7+} . Para tanto, as imagens da amostra 6 (Figura 5.) e da amostra 8 (Figura 5.) foram convertidas no software *ImageJ* em imagens de 256 valores cinza, onde 0 corresponde ao preto e 255 corresponde ao branco.

As imagens foram analisadas ao longo dos eixos horizontal (x) e vertical (y). Para cada eixo, foram adquiridos 2 perfis: um atravessando a marca feita no polímero e outro de uma região não irradiada (*background*) da amostra. Os perfis do *background* foram adquiridos com a finalidade de auxiliar na diferenciação entre os danos causados pelo feixe iônico e não uniformidades provenientes do material analisado ou efeitos causados por eventual incidência irregular de luz durante a aquisição da imagem por microscopia ótica.

Na Figura 5. podem ser vistas as diferentes marcações feitas com íons de Au^{7+} de 18 MeV na amostra 6, bem como os perfis correspondentes dos eixos x e y. Os perfis de dose de pontos irradiados com feixe de 1 MeV de H^+ são encontrados na Figura 5.. Os dados relativos à irradiação constam na Tabela 5..

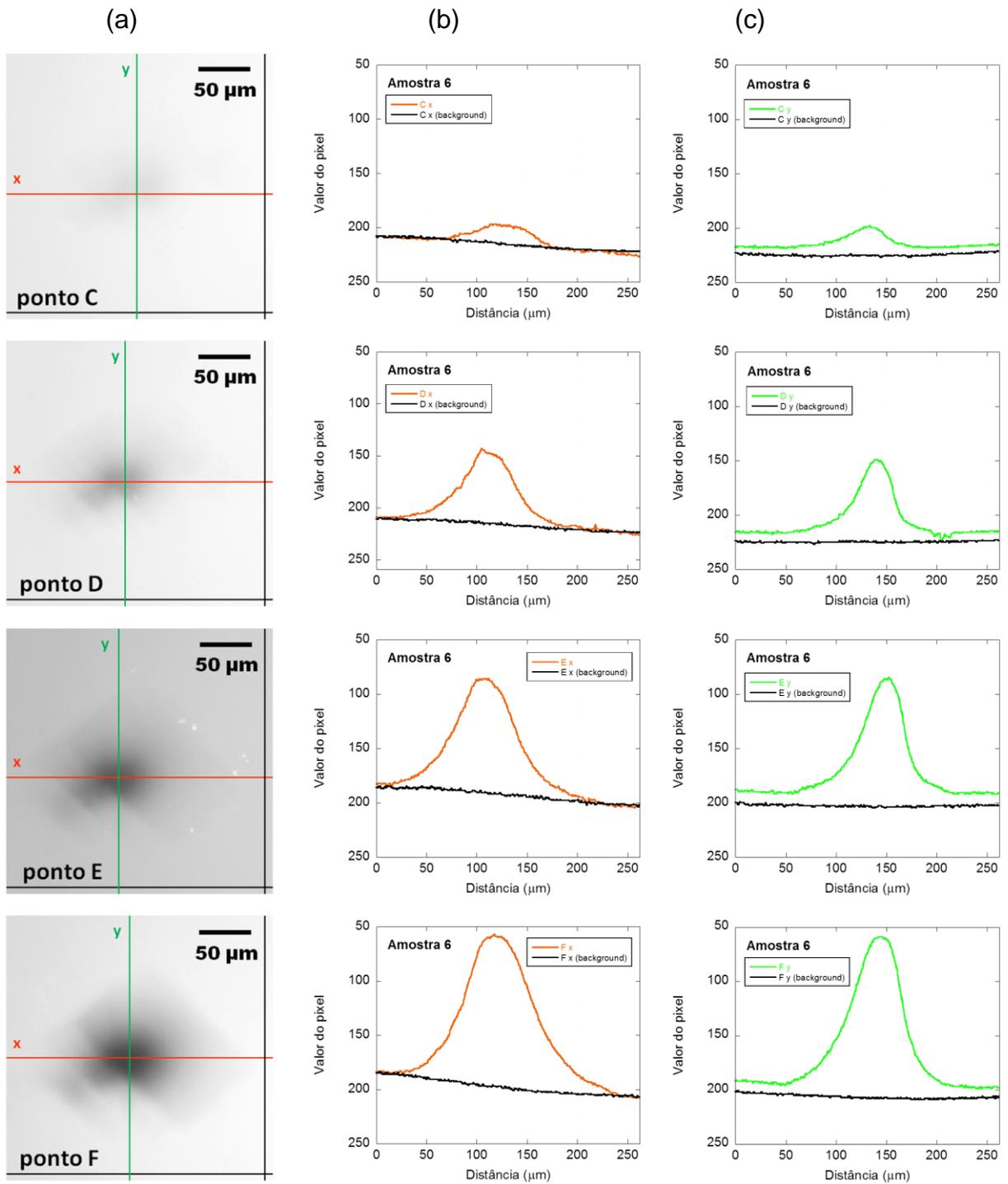


Figura 5. Perfil do feixe de 18 MeV de Au^{7+} para diversas fluências na amostra 6. (a) Imagem de MO em escala de cinza dos pontos C, D E e F, mostrando os eixos a partir dos quais foram adquiridos os perfis. As linhas pretas representam os eixos utilizados para se obter o perfil do *background* da imagem.(b) Perfis do feixe no eixo horizontal x e (c) no eixo vertical y para cada um dos pontos.

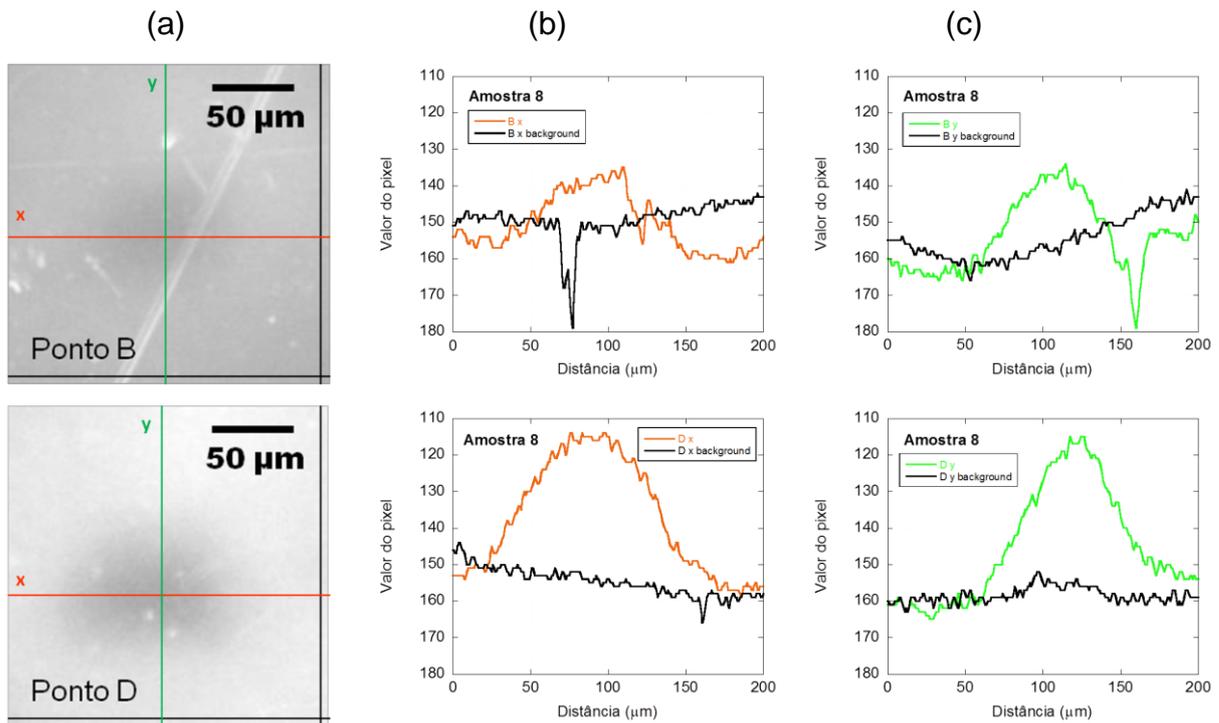


Figura 5. Perfil do feixe de 1 MeV de H^+ através da amostra 8. A letra (a) mostra uma imagem de MO em escala de cinza dos pontos B e D, mostrando os eixos a partir dos quais foram adquiridos os perfis. As linhas pretas representam o eixos utilizados para se obter o perfil do *background* da imagem. Na letra (b) tem-se o perfil do feixe no eixo horizontal x e em (c) o perfil do feixe no eixo vertical y para cada um dos pontos. Ambos os gráficos mostram uma curva para o perfil do *background* e uma curva para o perfil da marca feita no polímero.

Foi calculada a largura a meia altura (FWHM) para cada perfil adquirido. Os dados obtidos estão na Tabela 5.. Os valores de FWHM são medidas do tamanho do feixe a uma distância de ~ 1 cm do capilar e variam entre 38 e 90 μm .

As medidas da FWHM foram empregadas para se verificar o grau de divergência do feixe em função da distância de saída dos capilares, conforme será visto na seção 5.3.

Tabela 5. Largura a meia altura (FWHM) do perfil horizontal (eixo x) e vertical (eixo y) dos pontos C, D, E e F da amostra 6 e pontos B e D da amostra 8.

Amostra	Capilar e D_{ponta}	Fluência de íons [$\text{íons}/\text{cm}^2$]	Perfil horizontal	FWHM [μm]	Perfil vertical	FWHM [μm]
6	8 ~ 7 μm	$9,0 \times 10^{13}$	C_x	60	C_y	38
		$1,8 \times 10^{14}$	D_x	61	D_y	39
		$2,7 \times 10^{14}$	E_x	67	E_y	45
		$3,6 \times 10^{14}$	F_x	75	F_y	58
8	10 ~ 9 μm	$4,3 \times 10^{16}$	B_x	51	B_y	54
		$8,7 \times 10^{16}$	D_x	90	D_y	62

5.2.3. Marcações e a fluência de íons incidentes

Observou-se que o aumento da fluência de íons ϕ incidentes nas amostras de policarbonato resulta no acréscimo aparente do diâmetro da marcação produzida, devido à visualização mais marcante da região de penumbra para fluência de íons mais altas.

Na Figura 5., que contempla todos os pontos da amostra 6 juntos, é possível observar o aumento gradativo da intensidade e do tamanho das marcações visíveis produzidas no polímero. No ponto (a) a fluência de íons foi de $9,0 \times 10^{13}$ íons/ cm^2 , gerando uma marcação de ~18 μm de diâmetro. Nos demais pontos a marcação aumenta, chegando em (d) a 35 μm para uma fluência de $3,6 \times 10^{14}$ íons/ cm^2 .

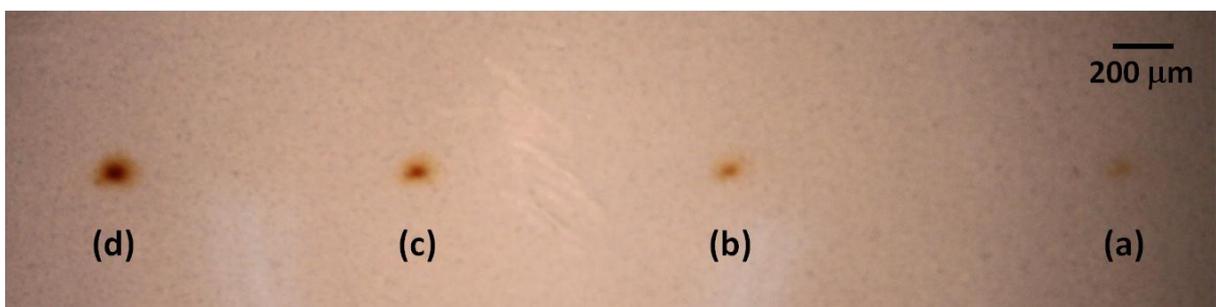


Figura 5. Imagem de MO da amostra 6, onde foram feitas marcações utilizando-se feixe de 18 MeV de Au^{7+} , colimado através do capilar 8. A fluência de íons variou entre 0,9 e $3,6 (x 10^{14})$ íons/ cm^2 .

Na Figura 5. tem-se um gráfico do diâmetro d das marcações produzidas com feixe de 18 MeV de Au^{7+} na amostra 6 e feixe de 1 MeV de H^+ nas amostras 4 e 8, em função da fluência de íons ϕ . A curva demonstra que o diâmetro d cresce com o aumento de ϕ .

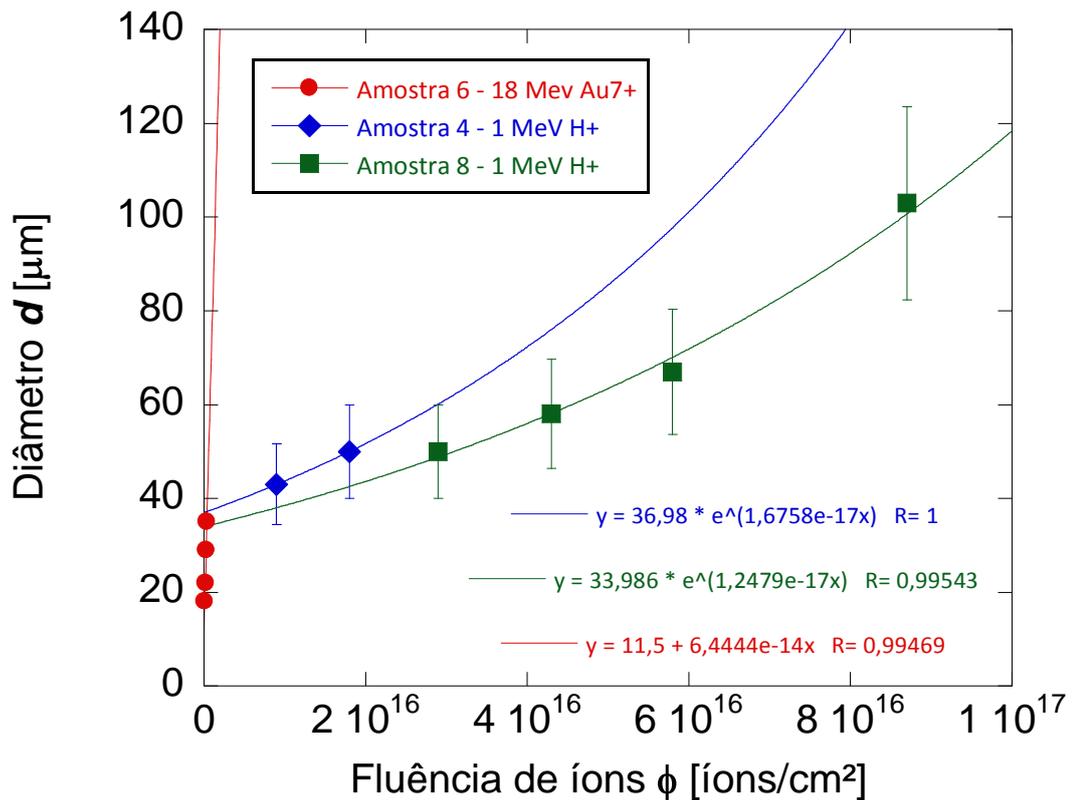


Figura 5. Diâmetro d das marcações feitas com feixe de 18 MeV de Au^{7+} na amostra 6 e feixe de 1 MeV de H^+ nas amostras 4 e 8 em função da fluência de íons ϕ incidentes no polímero.

5.3. Divergência do feixe

Foram aplicadas algumas relações trigonométricas a fim de se estimar o ângulo de divergência α do microfeixe produzido pelos capilares de vidro. A Figura 5. mostra um esquema simplificado da geometria envolvida na produção das marcações no polímero.

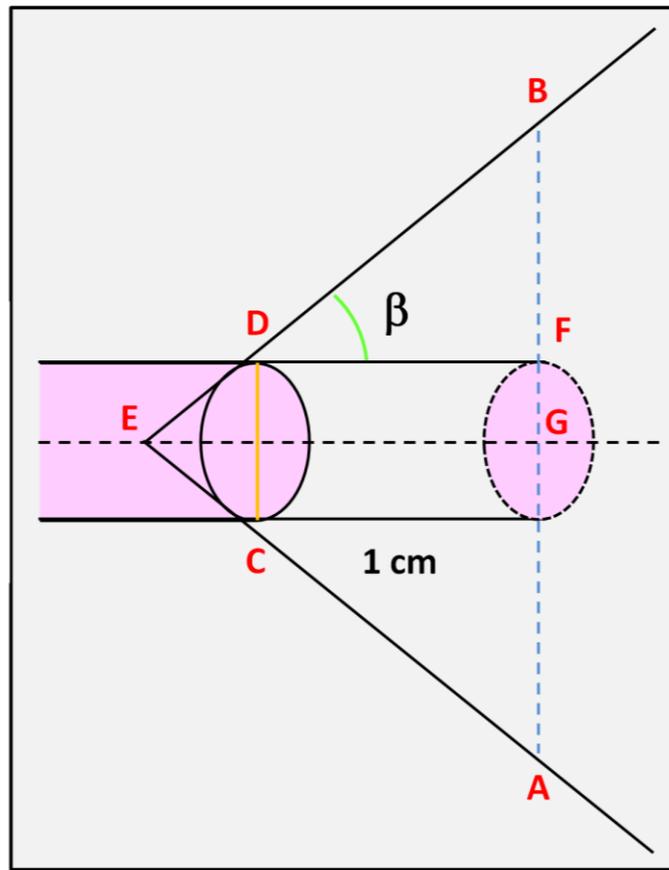


Figura 5. Esquema representativo da geometria de irradiação no polímero, a partir da ponta do capilar.

CD é diâmetro estimado da ponta do capilar; AB corresponde ao diâmetro da marca produzida no polímero e DF é distância entre a saída do capilar e a amostra de polímero.

Sabe-se que o triângulo retângulo BEG é semelhante ao triângulo retângulo BDF. Assim:

$$\operatorname{tg} \beta = \frac{\text{cateto oposto}}{\text{cateto adjacente}} = \frac{BG}{EG} = \frac{BF}{DF} \quad (5.)$$

Onde:

CD = diâmetro estimado da ponta do capilar;

AB = diâmetro da marca produzida no polímero, obtido através das imagens de MO;

DF = distância entre a saída do capilar e a amostra de polímero.

O segmento BF pode então ser obtido a partir da Equação (5.):

$$BF = \frac{(AB - CD)}{2} \quad (5.)$$

Relacionando-se a Equação (5.) e a Equação (5.) tem-se que:

$$\operatorname{tg} \beta = \frac{\text{cateto oposto}}{\text{cateto adjacente}} = \frac{BG}{EG} = \frac{BF}{DF} \frac{(AB - CD)/2}{DF} \quad (5.)$$

Durante os experimentos, a distância entre a saída do capilar e a amostra de polímero DF manteve-se em aproximadamente 1 cm ou 10.000 μm .

Assim, de acordo com a Equação (5.):

$$\operatorname{tg} \beta = \frac{(AB - CD)[\mu\text{m}]}{20000} \quad (5.)$$

O diâmetro AB das marcações feitas nas amostras de policarbonato corresponde ao valor da largura a meia altura (FWHM) estimada para os perfis das referidas marcações, cujos valores podem ser consultados na Tabela 5.. Os ângulos de divergência β do feixe iônico transmitido pelos microcapilares de vidro estão dispostos na Tabela 5.. β ficou entre 0,09° e 0,23°.

Os valores calculados estão em concordância com a faixa de valores relatada em trabalhos anteriores [35, 49, 51, 53], onde o ângulo de divergência do feixe de íons medido após ser transmitido por capilares de vidro ficou entre 0,03° e 0,6°. Observa-se que a espessura da parede não foi levada em conta no cálculo da divergência do feixe, uma vez que o diâmetro das pontas dos capilares foram estimados a partir das imagens de Microscopia Ótica dos mesmos.

Tabela 5. Ângulo de divergência do feixe de íons a medidos a partir da FWHM do perfil horizontal (eixo x) e vertical (eixo y) dos pontos C, D, E e F da amostra 6 e pontos B e D da amostra 8.

Amostra	Capilar	Perfil horizontal	FWHM [μm]	β horizontal	Perfil vertical	FWHM [μm]	β vertical
6	8 $\sim 7 \mu\text{m}$	C _x	60	0,15°	C _y	38	0,09°
		D _x	61	0,15°	D _y	39	0,09°
		E _x	67	0,17°	E _y	45	0,11°
		F _x	75	0,19°	F _y	58	0,15°
8	10 $\sim 9 \mu\text{m}$	B _x	51	0,12°	B _y	54	0,13°
		D _x	90	0,23°	D _y	62	0,15°

5.4. Visualização do microfeixe com o uso de uma câmera CCD

O perfil do microfeixe de íons transmitido através dos microcapilares de vidro foi estudado a partir de imagens produzidas por uma câmera CCD. Para esse experimento, foram utilizados feixes de H⁺ de 1 MeV e de Au⁷⁺ de 18 MeV, e dois diferentes capilares, 11 e 12, com diâmetros de $\sim 4,5 \mu\text{m}$ e $\sim 6 \mu\text{m}$, respectivamente.

A distância entre a ponta do capilar e o sensor CCD permaneceu em aproximadamente 85 mm. Uma vez encontrada a posição de alinhamento do capilar, o sensor CCD foi posicionado perpendicular a direção de alinhamento.

Para ambos os capilares utilizados, não foi possível detectar com o sensor CCD o feixe de Au⁷⁺ de 18 MeV. Entretanto, os experimentos permitiram a visualização do feixe de H⁺ de 1 MeV, sendo possível adquirir imagens e vídeos do mesmo. Os resultados encontrados serão mostrados a seguir.

Utilizou-se primeiramente o capilar 11 (Figura 5.), cujo diâmetro estimado da ponta é de $4,5 \mu\text{m}$. O espectro de energia referente a condição de melhor alinhamento do capilar 11 em relação ao feixe é mostrado na Figura 5.. Destaca-se nesse espectro um pico estreito em $E_1 = 1000 \text{ keV}$, conforme esperado. Porém, para valores menores de E_1 , encontra-se ainda uma cauda mais larga, indicando a

passagem de íons que possivelmente sofreram interação com as paredes de vidro do capilar e perderam energia antes de atingirem o detector.

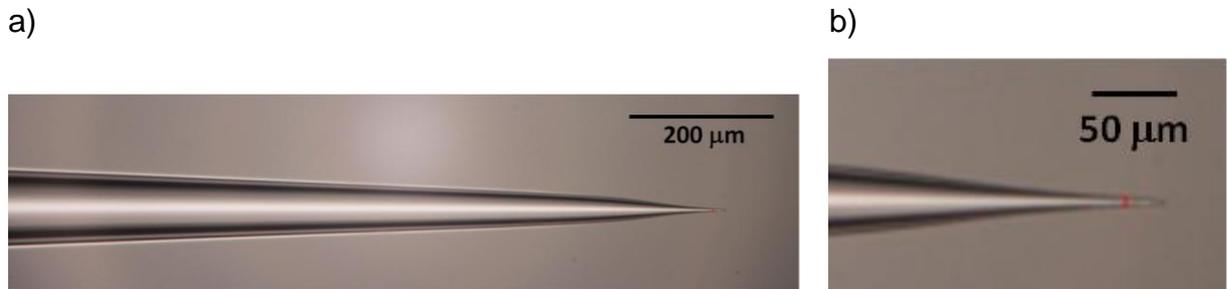


Figura 5. Imagens de microscopia ótica do Capilar 11, com diâmetro da ponta de aproximadamente 4,5 µm. a) ponta do capilar; b) zoom da ponta do capilar.

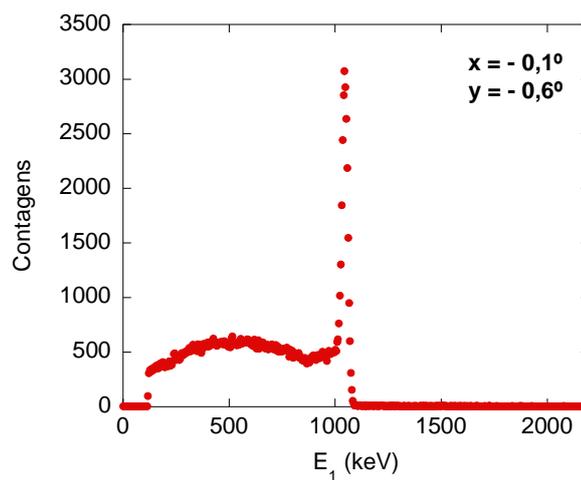


Figura 5. Espectro de energia da condição de melhor alinhamento do feixe de 1 MeV H^+ em relação ao capilar 11.

Na Figura 5. são mostradas imagens obtidas com a câmera CCD do feixe de H^+ de 1 MeV, transmitido pelo capilar 11. A corrente permaneceu baixa durante o experimento, sendo $i \ll 1$ nA. As imagens foram extraídas dos vídeos produzidos com a câmera, exibindo uma sequência que descreve cronologicamente os eventos do feixe dentro da câmara de irradiação.

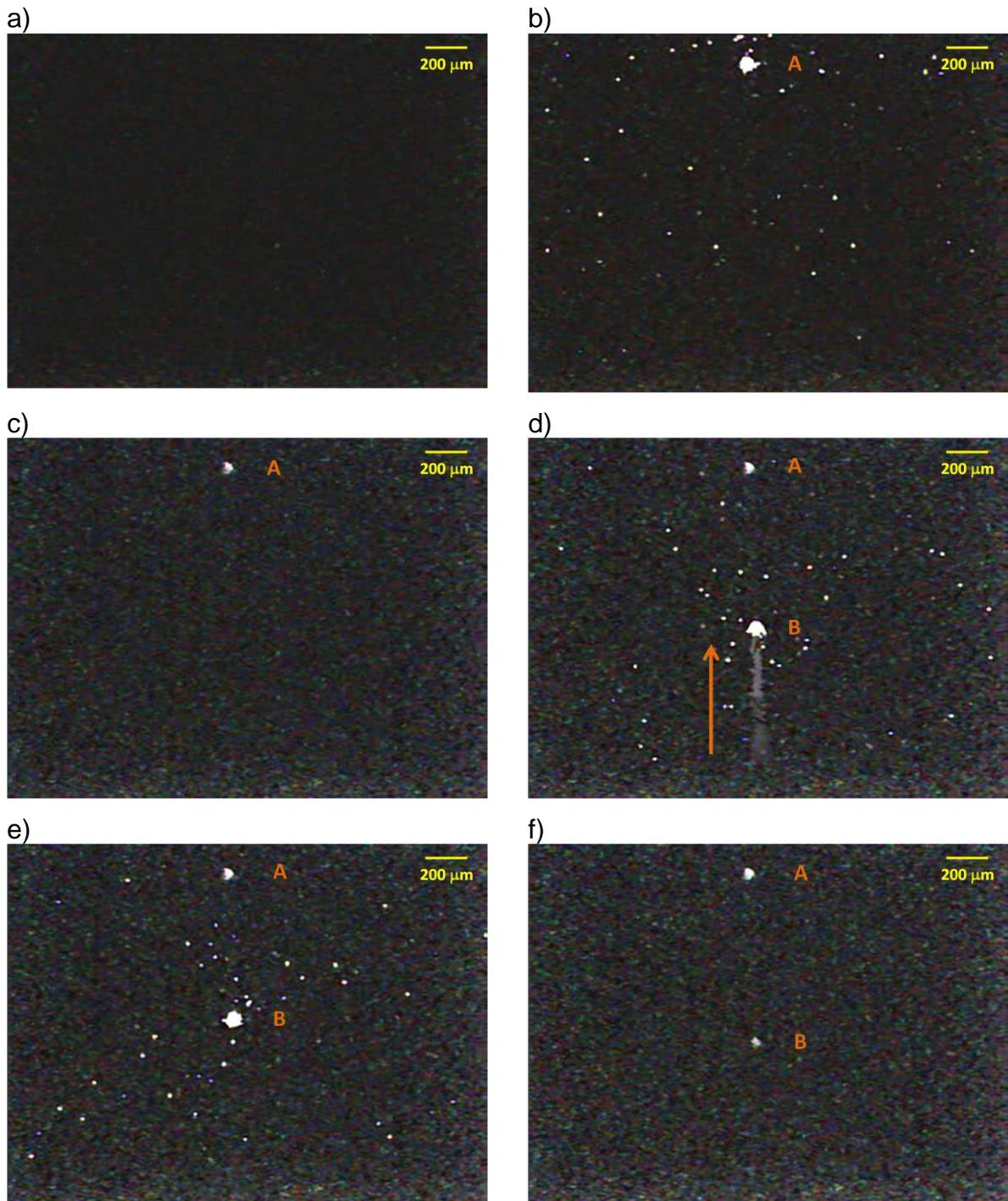


Figura 5. Sequência cronológica de imagens extraídas de vídeos produzidos pela câmera CCD dentro da câmara de irradiação, mostrando o feixe de 1 MeV de H^+ colimado através do capilar 11. a) sensor CCD a incidência de feixe de íons; b) imagem do feixe na forma de um ponto mais claro "A"; c) sensor CCD após o corte do feixe, mostrando a marca "A" produzida; d) marca "A" persistente após a incidência do feixe e movimento vertical do feixe "B"; e) marca "A" produzida a incidência do feixe e feixe "B" incidindo sobre o sensor e f) marcas "A" e "B" produzidas após a incidência do feixe em pontos diferentes do sensor.

Na Figura 5. tem-se inicialmente, em (a), uma imagem obtida pela câmera CCD antes da incidência do feixe iônico, mostrando que não há marcas no sensor. Em (b) é possível visualizar o feixe de 1 MeV de H^+ , que aparece no sensor na forma de um ponto mais claro e aproximadamente circular "A", cujo diâmetro estimado é de $70 \mu\text{m}$. Outros pontos de diâmetro menor também são observados, possivelmente devido ao espalhamento do feixe. A imagem (c) foi registrada após o feixe ter sido cortado. Observa-se a permanência da marca "A" causada pela incidência do feixe durante cerca de 3 minutos. A imagem (d) mostra a marca "A", persistente após o corte do feixe. Pode-se observar ainda em "B" o feixe deslocando-se de baixo para cima no eixo vertical, conforme indica a seta. O movimento foi registrado durante uma mudança no ângulo da câmera CCD em relação ao feixe. Em (e), tem-se a marca "A", causada anteriormente pela incidência do feixe no local, e o feixe incidindo no sensor CCD em "B", demonstrando que o espaço do sensor pode ser aproveitado ao movimentá-lo em relação ao feixe. A imagem (f) mostra o sensor CCD após corte do feixe, exibindo duas marcas permanentes "A" e "B", causadas pela incidência do feixe.

Outras imagens do feixe de 1 MeV de H^+ foram produzidas com a câmera CDD, empregando-se o capilar 12 (Figura 5.) de diâmetro da ponta de aproximadamente $6 \mu\text{m}$. Na Figura 5. é mostrado o espectro de energia da condição de melhor alinhamento do referido capilar em relação ao feixe iônico, que exhibe apenas um pico estreito em $E_1 = 1000 \text{ keV}$, característica desejável para a colimação de feixes de íons através de capilares de vidro.



Figura 5. Imagens de microscopia ótica do Capilar 12, com diâmetro da ponta de aproximadamente $6 \mu\text{m}$.

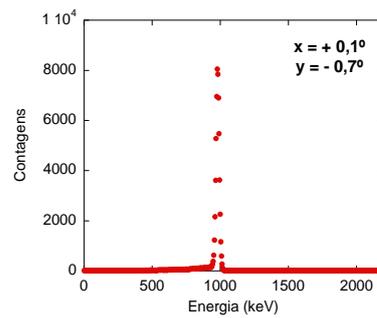


Figura 5. Espectro de energia da condição de melhor alinhamento do feixe de 1 MeV H⁺ em relação ao capilar 12.

Na Figura 5. podem ser observadas imagens do feixe de H⁺ de 1 MeV adquiridas com a câmera CCD, utilizando-se o capilar 12. As imagens seguem uma sequência cronológica.

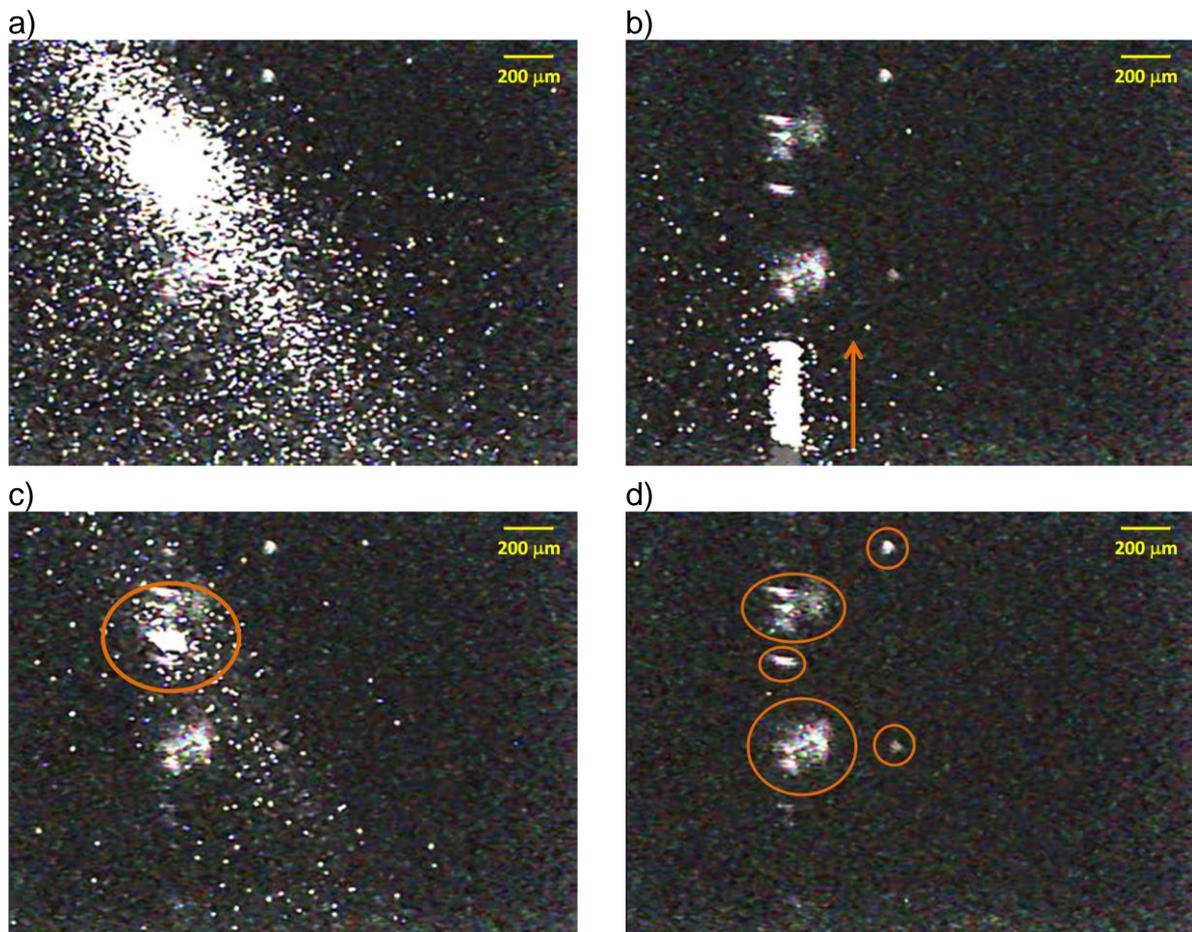


Figura 5. Sequência cronológica de imagens extraídas de vídeos produzidos pela câmera CCD, mostrando o feixe de 1 MeV de H⁺ colimado através do capilar 12. a) imagem do feixe, com $i = 1$ nA; b) marcas produzidas após a incidência do feixe e feixe em movimento, com $i \ll 1$ nA; c) marcas produzidas e feixe incidindo sobre o sensor, com $i \ll 1$ nA e d) marcas produzidas permanecem no detector após o feixe ser cortado.

Em (a) é possível visualizar o feixe de 1 MeV de H^+ , sendo $i = 1$ nA. O diâmetro do feixe incidente no sensor é de aproximadamente $320 \mu\text{m}$. Aparecem também pontos menores, possivelmente devido ao espalhamento do feixe. A imagem (b) mostra marcas persistentes após o corte do feixe, produzidas pela incidência do feixe colimado através do capilar 11, o que ocorreu no experimento anterior, e do capilar 12. Exibe ainda o feixe e movimento, deslocando-se de baixo para cima no eixo vertical, com $i \ll 1$ nA. Em (c) tem-se a imagem do feixe de 1 MeV de H^+ , permanecendo $i \ll 1$ nA. O diâmetro estimado do feixe é de $105 \mu\text{m}$. Percebe-se assim que a diminuição da corrente do feixe resulta na redução do diâmetro do feixe incidente no sensor CCD. Na imagem (d) são mostradas as marcas causadas pela incidência do feixe de 1 MeV de H^+ após os experimentos com o capilar 11 e o capilar 12.

6. CONCLUSÕES

Nesse trabalho foram fabricados microcapilares de borossilicato com pontas de formato cônico a fim de utilizá-los na produção de microfios de íons leves e pesados altamente energéticos, da ordem de MeV. Os capilares de vidro foram preparados por aquecimento e estiramento controlado, produzindo aberturas de alguns micrômetros. A partir da transmissão do feixe através desses dispositivos foi possível obter feixes iônicos de MeV de energia com diâmetros microscópicos.

Testes foram realizados a fim de se estudar o alinhamento e transmissão do feixe de íons de H^+ de 1 MeV em função do ângulo de entrada do feixe no capilar. Os experimentos demonstraram a existência de diferentes condições de alinhamento do capilar em relação ao feixe de íons: para alguns capilares encontra-se apenas uma posição do goniômetro correspondente a uma transmissão máxima do feixe, em outros casos o alinhamento é perdido de forma gradativa, havendo ainda situações em que uma boa condição de alinhamento não é encontrada. Assim, pode-se afirmar que para feixes de alta energia ocorre a perda parcial da energia dos íons após serem transmitidos por capilares de vidro à medida que se muda o ângulo de inclinação do capilar em relação ao feixe incidente. Os espectros de energia obtidos mostram duas regiões distintas, que correspondem ao núcleo e à penumbra do microfio, possivelmente causadas pela divergência do feixe incidente devido ao espalhamento. Tais espectros variam de acordo com o diâmetro de saída do capilar e apresentaram largura à meia altura (FWHM) entre 18 e 158 keV, nas condições de transmissão máxima. A dispersão angular do feixe de íons em função do ângulo de incidência do feixe em relação ao capilar variou entre $0,2^\circ$ e $1,6^\circ$.

Experimentos demonstram que para capilares com aberturas da ordem de $2\ \mu\text{m}$ e $100\ \mu\text{m}$ houve maior dificuldade no processo de alinhamento e transmissão

do feixe. Os espectros de energia mais intensos e estreitos, bem como a melhor colimação do feixe foram obtidas com os capilares de pontas com diâmetros intermediários, estimados entre 3 e 17 μm .

As marcações produzidas em folhas de policarbonato com o microfeixe confinado mecanicamente apresentaram diferentes padrões em sua morfologia, dependentes da forma do capilar. Foram observadas marcações em formato circular, alongado ou em forma de "c". Constatou-se ainda a existência de um núcleo e uma região de penumbra nas marcações produzidas no polímero, sendo que o núcleo é formado pelos prótons que viajam em linha reta através do capilar e a penumbra é originada pelos prótons espalhados pela parede interna do capilar. A partir de imagens de MO das marcações, foi estudado o perfil dos feixes de 1 MeV de H^+ e 18 MeV de Au^{7+} , através do cálculo da FWHM. Os valores encontrados correspondem a uma aproximação do tamanho do núcleo da marcação produzida nas folhas de PC, e variaram entre 38 e 90 μm . Verificou-se que o grau de divergência do feixe está entre $0,15^\circ$ e $0,20^\circ$.

7. PERSPECTIVAS FUTURAS

Detalhes das pontas de capilares com diâmetros muito pequenos, da ordem de alguns micro-metros não podem ser alcançados a partir de técnicas de microscopia ótica. Dessa maneira, torna-se necessário visualizar as pontas dos capilares por microscopia eletrônica de varredura, a fim de se determinar uma relação entre o formato das marcações e a morfologia da ponta dos capilares. A fabricação e caracterização dos microcapilares poderão ser realizados dentro do Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS, evitando possíveis danos às pontas.

Pretende-se utilizar um puxador de pipetas vertical, disponível no Instituto de Pesquisas Biomédicas da PUCRS, a fim de minimizar os efeitos da gravidade na morfologia do capilar.

Para caracterizar as marcações produzidas no polímero pretende-se utilizar técnica de espectroscopia de UV-vis e microscopia eletrônica de varredura após ataque químico preferencial das regiões irradiadas. Poderá também ser utilizada técnica de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) para analisar as marcações, a fim de verificar a existência de contaminação do polímero com Silício, devido ao *sputtering* durante o bombardeio de íons.

Será elaborada uma metodologia para se efetuar medidas da fluência de íons também na saída dos capilares, com a finalidade de determinar sua eficiência.

A continuidade dessa pesquisa se dará no sentido de aperfeiçoar a metodologia aplicada e buscar resultados mais precisos, com o objetivo de utilizar o microfeixe transmitido por microcapilares de vidro para técnicas de caracterização como microscopia de varredura de íons de MeV (SIMS-MeV).

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] FEYNMAN, R. There's Plenty of Room at the Bottom. Caltech's Engineering and Science, 1960.

[2] REPETTO, Luca; FIRPO, Giuseppe. VALBUSA, Ugio. Applications of Focused Ion Beam in Material Science. **Materials and Technology**, v. 42, n. 4, p. 143-149, 2008.

[3] BREESE, Mark B.H. Focused MeV Ion Beam for Materials Analysis and Microfabrication. **MRS Bulletin**, v. 25, nº 2, p. 11-13, 2000.

[4] WATT, F. The Nuclear Microprobe: a unique instrument. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 130, p. 1-8, 1997.

[5] SIMON, M. J.; DÖBELI, M.; MÜLLER, A.M.; SYNAL, H. In-air STIM with a capillary microprobe. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 273, p. 237-240, 2012.

[6] FUJITA, N Fujita; ISHII, K. OGAWA, H. Transmission properties of glass capillaries for MeV proton and alpha particles. **Physica Scripta.**, 2011.

[7] HASEGAWA, J.; SHIBA, S.; FUKUDA, H.; OGURI, Y. A compact micro-beam system using a tapered glass capillary for proton-induced X-ray radiography. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 266, p. 2125-2129, 2008.

[8] HASEGAWA, Jun; JAIYEN, Sarawut; POLEE, Chalermpong; CHANKOW, Nares; OGURI, Yoshiyuki. Transport mechanism of MeV protons in tapered glass capillaries. **Journal of Applied Physics**, v. 110, 2011.

[9] HASEGAWA, J.; KONDO, K.; OGURI, Y.; HORIOKA, K. Ion beam focusing with cone optics for WDM experiments. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A**, v. 733, p. 32-38, 2014.

[10] SEKIBA, D.; YONEMURA, H.; NEBIKI, T. et al. Development of micro-beam NRA for 3D-mapping of hydrogen distribution in solids: Application of tapered glass capillary to 6 MeV ^{15}N ion. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 266, p. 4027-4036, 2008.

[11] IWAI, I.; IKEDA, T.; KOJIMA, M.; YAMAZAKI, Y. Ion irradiation in liquid of μm^3 region for cell surgery. **Applied Physics Letters**, v. 92, 2008.

[12] NEBIKI, T.; KABIR, H.; NARUSAWA, T. In-air PIXE analysis by means of glass capillary optics. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 249, p. 226-229, 2006.

[13] HASEGAWA, J.; JAIYEN, S.; POLEE, C.; OGURI, Y. Development of a micro-PIXE system using tapered glass capillary optics. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 269, p. 3087-3090, 2011.

[14] JAIYEN, S.; CHANKOW, N.; HASEGAWA, J.; OGURI, Y. Effect of wall material and shape on MeV ion focusing ability of tapered capillary optics. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 271, p. 13-18, 2012.

[15] FUJITA, N.; ISHII, K.; OGAWA, H. Development of in-air-RBS method with tapered glass capillary. XXVI International Conference on Photonic, Electronic and Atomic Collisions. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 194, 2009.

[16] NEBIKI, T.; SEKIBA, D.; YONEMURA, H. et al. Taper angle dependence of the focusing effect of high energy heavy ion beam by glass capillaries. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 266, p. 1324-1327, 2008.

[17] YOSHIMURA, E. M. Física das Radiações: interação da radiação com a matéria. **Revista Brasileira de Física Médica**, v. 3, n. 1, p. 57-67, 2009.

[18] ISHITANI, T.; OHNISHI, T.; YAGUCHI, T. Focused ion beams and interactions with solids. **Nanofabrication – Fundamentals and Applications**. World Scientific, 2008.

[19] HELBORG, R.; WHITLOW, H.J.; ZHANG, Y. **Ion Beams in Nanoscience and Technology**. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009

[20] SPOHR, R. Ion track technology a persisting challenge. **New Astronomy Reviews**, v. 42, n. 3-4, p. 189-203, 1998.

[21] SOUZA, C.T. **Micro-estruturação de membranas de poli (tereftalato de etileno) por microfeixe de íons**. Porto Alegre, 2013. 150 p. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Programa de Pós Graduação em Ciências dos Materiais. 2013.

[22] SOUZA, C.T. **Formação de nanoporos em folhas de policarbonato pelo método de *track etching***. Porto Alegre. 2009. 78 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais). Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Faculdade de Engenharia. 2009.

[23] van KAN, J.A.; BETTIOL, A.A.; WEE, B.S.; SUM, T.C.; TANG, S.M.; WATT, F. Proton beam micromachining: a new tool for precision three-dimensional microstructures. **Sensors and Actuators A: Physical**, v 92, n. 1, p. 370-374, 2001.

[24] THOMAZ, R.S. **Influência da pré-irradiação com íons leves na formação de nanoporos em policarbonato pelo método de track etching**. Porto Alegre. 2010.

86 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais). Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. 2011.

[25] VOLKERT, C. A.; MINOR, A. M. Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining. **MRS Bulletin**, v. 32, nº 5, p. 389-399, 2007.

[26] CHU, Wei-Kan; MAYER, J. W.; NICOLET, M.A. Backscattering Spectrometry, California Institute of Technology. **Academic Press. Inc.**, 1978.

[27] GONG, Z.; YAN, S.; MA, H. et al. Study of tapered glass capillary focusing MeV ion beam. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 272, p. 370-373, 2012.

[28] GUHARAY, S.K.; NISHIURA, M.; SASAO, M. et al. Focusing of He⁺ beams using a compact electrostatic quadrupole lens system. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A**, v. 296, p. 239-247, 2003.

[29] LANGFORD, R.M.; NELLEN, P.M.; GIERAK, J.; FU, Y. Focused Ion Beam Micro- and Nanoengineering. **MRS Bulletin**, v. 32, nº 5, p. 417-423, 2007.

[30] MOBERLY CHAN, W.J.; ADAMS, D.P.; AZIZ, M.J. et al. Fundamentals of Focused Ion Beam Nanostructural Processing: Below, At, and Above the Surface. **MRS Bulletin**, v. 32, nº 5, p. 424-432, 2007.

[31] WATT, F; BREESE, Mark B. H.; BETTIOL, Andrew A.; van KAN, Jeroen A. Proton Beam Writing. **Materials Today**, v. 10, n. 6, p. 20-29, 2007.

[32] Proton Beam Writing. Disponível em: <<http://www.pbeam.com/>>. Acesso em: mai 2013.

[33] ZIEGLER, J.T. **The Stopping and Range of Ions in Matter 2010**. New York, 2010. Disponível em: <<http://www.srim.org>>. Acesso em: ago 2012.

[34] **Monte Carlo Simulation of electron trajectory in solids**. Disponível em: <<http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/>>. Acesso em: dez 2013.

[35] DUDU, Dorin; VATA, Ion; SCHIOPU, Paul. Preliminary experiments of tapered glass capillary optics used as focusing systems for MeV ion beams. U.P.B. **Scientific Bulletin A**, v. 73, n. 1, p. 189-194, 2011.

[36] ZIRKLE, R. E.; BLOOM, W. Irradiation of Parts of Individual Cells. Institute of Radiobiology and Biophysics and Department of Anatomy, University of Chicago, p. 487-493, 1953.

[37] YAMAZAKI, Y.; NINOMIYA, S. KOIKE, F. et al. Stabilized Hollow Atoms (Ions) Produced with Multiply Charged Ions Passed through Microcapillaries. **Phys. Soc. Jpn.**, v. 65, n. 5, p. 1199-1202, 1996.

[38] HELLHAMMER, R.; PESIC, Z. D.; SOBOCINSKI, P.; FINK, D.; BUNDESMANN, J.; STOLTERFOHT, N. R. Guided transmission of highly charged ions through nanocapillaries in PET: Study of the energy dependence. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 233, p. 213-217, 2005.

[39] VIKOR, G.; RAJENDRA KUMAR, R. T.; PESIC, Z. D. et al. Guiding of slow highly charged ions by nanocapillaries in PET. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 233, p. 218–221, 2005.

[40] SAHANA, M. B.; SKOG, P.; VIKOR, G. et al. Guiding of highly charged ions by highly ordered SiO₂ nanocapillaries. **Physical Review A**, v. 73, p. 1-4, 2006.

[41] MATEFI-TEMPFLI, S.; MATEFI-TEMPFLI, M. PIRAUX, L. et al. Guided transmission of slow Ne⁶⁺ ions through the nanochannels of highly ordered anodic alumina. Institute of Physics Publishing. **Nanotechnology**, v. 17, 2005.

[42] CHEN, J.; XUE, Y.; LIU, J. et al. Focusing of 90 keV O⁶⁺ ions through a single tapered glass microcapillary. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 281, p. 26-29, 2012.

[43] TABACNICK, M. H . Análise de filmes finos por PIXE e RBS. Instituto de Física, Universidade de São Paulo. Disponível em: <<http://www2.if.usp.br/~lamfi/pixe&rbs.pdf>>. Acesso em: out 2012.

[44] CASSIMI, A.; MAUNOURY, L.; MURANAKA, T. et al. Imaging dynamics of charge-auto-organisation in glass capillaries. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 267, p. 674-677, 2009.

[45] ZHOU, C.L.; SIMON, M.; IKEDA, T. et al. Transmission of slow highly charged ions through glass capillaries: Role of the capillary shape. **Physical Review A**, v. 88, 2013.

[46] KOMAROV, F.F.; KAMYSHAM, A.S.; PIL'KO, V.V. Peculiarities of Swift Proton Transmission through Tapered Glass Capillaries. **Acta Physica Polonica**, v. 120, n. 1, p. 16-18, 2011.

[47] STOLTERFOHT, N.; BREMER, J.-H.; HOFFMANN, V.; KELLHAMMER, R.; FINK, D.; PETROV, A.; SULIK, B. Transmission of 3 keV Ne⁷⁺ Ions through Nanocapillaries Etched in Polymer Foils: Evidence for Capillary Guiding. **Physical Review Letters**, v. 88, n. 13, 2002.

[48] SIMON, M.J.; ROOST, S.; MÜLLER, A.M.; DÖBELI, M. First STIM images with a capillary microprobe. Ion Beam Physics, ETH Zurich, p. 95, Annual Report 2010.

[49] FOLKARD, M.; VOJNOVIC, B.; SCHETTINO, G. et al. Two approaches for irradiating cells individually: a charged-particle microgram and a soft X-ray microprobe. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, p. 270-273, 1997.

[50] NEBIKI, T.; YAMAMOTO, T.; NARUSAWA, T. et al. Focusing of MeV ion beams by means of tapered glass capillary optics. **Sci. Tech. A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 21, 2003.

[51] KIM, Kyungha H.; BREWE, Dale L.; BROWN, Frederick C.; STERN, Edward A.; HEALD, Steve M. Use of tapered glass capillaries for producing microbeams. **Rev. Sci. Instrum**, v. 67, n. 9, 1996.

[52] BERECZKY, Réka Judit. **Transmission of charged particles through a single glass microcapillary**. Hungria, 2012. Tese de doutorado. Universidade de Debrecen.

[53] NAKAYAMA, R.; TONA, M.; NAKAMURA, N. ET AL. Guiding and Blocking of highly charged ions through a single glass capillary. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**, v. 267, p. 2381-2384, 2009.

[54] Sutter Instrument Company. Flaming/Brown Micropipette Puller Operation Manual. Novato, CA, 2007.

[55] Sutter Instrument Company. Pipette Cookbook, 2011. Disponível em: <http://www.sutter.com/PDFs/pipette_cookbook.pdf>. Acesso em: mai 2012.

[56] JAIN, I. P.; AGARWAL, Garima. Ion beam induced surface and interface engineering. **Surface Science Reports**, v. 66, p. 77-172, 2011.

[57] MAYER, M. RBS - Rutherford Backscattering Spectroscopy. Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, EURATOM Association, Garching, Germany. Disponível em: <http://users.ictp.it/~pub_off/lectures/Ins022/Mayer_1/Mayer_1.pdf>. Acesso em: jun 2014.

[58] THOMPSON, Tom. Charge-Coupled Device. *Academic OneFile*. 2011. Disponível em: <<http://go.galegroup.com/ps/i.do?id=GALE%7CA81527449&v=2.1&u=capes58&it=r&p=AONE&sw=w&asid=013024ebb2b10a7813e0f0778cc00d6a>>. Acesso em: Fev 2014.

[59] TOULEMONDE, M. et al. Track formation and fabrication of nanostructures with MeV-ion beams. **Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B**. v. 216, p. 1–8, 2004.