

DESENVOLVIMENTO DE MÉTODOS DE FABRICAÇÃO DE ALVOS NUCLEARES E FILMES FINOS DE CARBONO POR EVAPORAÇÃO EM VÁCUO

N.Ueta, W.G.P.Engel e J.C.de Abreu

Universidade de São Paulo, Departamento de Física Nuclear
C.P. 20516 0149, São Paulo, SP

1. RESUMO

Estão descritos sucintamente os métodos de fabricação de alguns alvos nucleares desenvolvidos nos últimos dois anos.

2. INTRODUÇÃO

No laboratório de alvos nucleares instalado junto ao Acelerador Pelletron são confeccionados tanto alvos nucleares, como filmes de "strippers" de carbono usados no feixe de ions para que ocorra a troca de sua carga elétrica [1].

A pureza dos alvos confeccionados, absolutamente necessária para a pesquisa em física nuclear, obriga a elaboração de um método reprodutível que reduza a existência de certos contaminantes. Muitas vezes é imprescindível a ausência de oxigênio, em outras, a de carbono, e em outras ainda, a de elementos pesados. Cada restrição imposta implica num método diferente.

Em geral, utiliza-se material isotopicamente enriquecido, importado e de alto custo, o que torna absolutamente necessária a determinação prévia de um método reprodutível e adequado para cada caso, usando material natural.

3. PROCEDIMENTO USUAL

3.1. Evaporação em Vácuo

Alguns alvos são confeccionados por sublimação em vácuo numa unidade evaporadora comercial, num vácuo de aproximadamente 10^{-4} a 10^3 Pa. Este método é escolhido quando se necessita de um alvo relativamente fino de até 200 ug/cm^2 e quando é possível aquecer o material o suficiente para que ocorra a sua sublimação em vácuo [2]. Em alguns casos é possível conseguir alvos mais grossos por evaporação.

Como substratos são utilizadas lâminas de vidro ($2,5 \times 7,5 \text{ cm}$) devidamente desengorduradas e polidas com substâncias químicas especialmente desenvolvidas para esta finalidade. Sobre a lâmina polida deposita-se uma camada muito fina de um composto solúvel em água. As lâminas são então dispostas dentro do evaporador com a face solúvel voltada para baixo. Sobre essa camada é depositada uma película do material necessário como alvo nuclear.

Diferentes materiais evaporados apresentam características cristalinas próprias que afetam na sua aderência sobre a película solúvel e na estabilidade mecânica do alvo nuclear. Vários materiais são usados como película solúvel e vários compostos que contêm o elemento de interesse na pesquisa nuclear são evaporados. Em alguns casos é necessário o aquecimento dos substratos e em outros o seu resfriamento. Assim, trabalhando empiricamente com esses diversos parâmetros, chega-se a um método de confecção. Uma vez determinado o método, usa-se o material isotopicamente puro, de alto custo e de difícil acesso.

A película é cortada ainda sobre o substrato de vidro e a lâmina é imersa em água destilada ou deionizada quente ou fria, dependendo de cada caso. O filme solto na água é pescado sobre suportes adequados. A secagem é feita em capela de fluxo laminar*.

Para evaporar a substância escolhida, usa-se o método de passagem de corrente ou o de bombardeamento eletrônico.

No método de passagem de corrente utiliza-se uma barca de W, Ta ou Mo, de baixa resistência elétrica, que é aquecida por efeito Joule e faz evaporar o material sobre ela colocado. Usa-se este método para compostos de baixa temperatura de sublimação e materiais de baixo custo. O material evaporado se espalha num ângulo sólido muito grande.

No método de bombardeamento eletrônico, pequenas quantidades de material são colocadas no interior de Ta, W ou grafite. Um feixe de elétrons é focalizado eletrostaticamente sobre o material, ajustando-se o foco através da variação da distância entre o cadinho e o emissor de elétrons.

Muitas vezes a evaporação do elemento se faz sobre película de carbono ou de outro material, já montada sobre o suporte de alvo adequado.

3.2. Laminações

Quando a espessura desejada para a pesquisa é da ordem de $1\text{mg}/\text{cm}^2$ ou mais e se dispõe de material puro em forma de folha ou de fio, usa-se o método de laminação, em temperatura ambiente.

*CNPq - processo n° 40.3754-84

4. ALVOS NUCLEARES CONFECCIONADOS EM 1989 E 1990

Na Tabela 1 apresentamos uma lista dos alvos confeccionados e as suas principais características.

COMENTÁRIOS

O alvo de ^{24}Mg foi obtido a partir de MgO enriquecido. Inicialmente foi preparado o "backing" evaporando-se carbono sobre RBS. Sobre o carbono foi evaporado por bombardeamento eletrônico $1,6\text{ mg}$ de Bi, a fim de melhorar a aderência do Mg. O pó de MgO é misturado com um pouco de água dentro do cadinho e espalhado para melhorar a aderência necessária na redução do óxido pelo Ta. O aquecimento do cadinho é feito muito lentamente para propiciar a redução.

O alvo de ^{27}Al , de número 4, foi obtido por laminação até a espessura de $1,6\text{ mg}/\text{cm}^2$. Foi feito um ataque químico com uma solução de NaOH até chegar na espessura desejada, obtendo-se uma superfície limpa.

Os alvos de Si natural de números 5 e 6, sobre backing de carbono e os autoportantes foram obtidos com muita dificuldade, pois no processo de pescagem a película tinha a tendência de se enrolar.

Os alvos de TiO_2 , apesar de serem guardados em câmaras de vácuo, não têm durabilidade mecânica por longo tempo (alguns meses).

Os alvos grossos de Ni natural (números 8 e 9) são mais facilmente confeccionados, se tiverem um backing de C fino.

Foram feitos testes de evaporação de ZnO sobre filmes de carbono evaporados sobre diferentes substâncias solúveis em água. O melhor resultado foi obtido com carbono sobre betain. Na evaporação com isótopo enriquecido (alvo n° 12), foi utilizada a distância de 6 cm entre cadinho e substrato. O material precisa ser aquecido muito lentamente, para que o mesmo não pule do cadinho.

Os alvos de ^{114}Sn , n° 16, foram confeccionados sobre backing de carbono já pescados sobre suportes de alvos e mantidos em contato com um sistema refrigerado a água, a fim de melhorar a aderência do estanho.

No caso do alvo de $^{120,124}\text{SnO}_2$, n° 18, a dificuldade maior é a espessura necessária de $1\text{ mg}/\text{cm}^2$. Neste caso foi usado um backing de Au, refrigerado a água. Apesar do backing ser relativamente grosso, o aquecimento do estanho precisa ser feito muito lentamente, dada a proximidade entre cadinho e backing de apenas 2,5 cm, para não danificar a camada de Au. A máxima espessura conseguida foi de $500\text{ ug}/\text{cm}^2$.

Os alvos de Sb natural, os de n° 19 e 20, foram feitos sobre backing de Ni e de Ni+Cu (evaporando Sb sobre o Cu) refrigerados a água. As folhas de backing foram limpas com solução de ácido tricloroacético. Neste caso, muito tempo foi investido no intuito de melhorar a eficiência do processo. O melhor resultado foi a obtenção de um alvo de $1\text{ mg}/\text{cm}^2$ usando 20 mg de material.

Para o alvo n° 21, também de Sb, mas sobre backing de Au, foi utilizado um cadinho com tampa.

A evaporação de Pb sobre Gd (n° 24) foi feita em três vezes sucessivas, partindo de uma massa de 146,2 mg, até obter $2\text{ mg}/\text{cm}^2$ de Pb. Neste caso, o Pb foi usado como "stopper" e o Gd, como alvo nuclear propriamente.

A fim de atender às necessidades do grupo que estuda poluição do ar pelo método PIXE, foi confeccionado, por evaporação em vácuo, um alvo de muitas camadas. Foram evaporados sucessivamente, pelo método de bombardeamento eletrônico Zr, com cadinho de C, Cu com cadinho de Ta, Ti com cadinho de Ta e finalmente Al com filamento de W.

Na tabela 1 apresentamos uma lista dos alvos confeccionados e as suas principais características:

nº	Z	Ele-mento	Espessura µg/cm ²	Backing	Método	Cadinho ou barca	Potência(b.e.) corrente (p.c.)	Subst. solúvel	Obser- vações
1	12	²⁴ Mg	20 a 30	carbono + bismuto	b.e. ^{a)}	Ta	50 a 60 W	RBS ^{b)}	
2	13	²⁷ Al	30	autopo- tante	p.c. ^{c)}	W	2 a 2.5 A	RBS	fila- mento
3	13	²⁷ Al	84	mylar	p.c.	W	2 a 2.5 A	—	fila- mento
4	13	²⁷ Al	750 a 1400	autopo- tante	lami- nação	—	—	—	
5	14	Si	300	C	b.e.	C	100 a 120 W	—	
6	14	Si	300	autopo- tante	b.e.	C	100 a 120 W	betain	
7	22	TiO ₂	20	C	b.e.	Ta	80 W	—	
8	28	Ni	200 a 1000	autopo- tante	p.c.	W	3 a 4 A	RBS	
9	28	Ni	1600	C 20µg/cm ²	p.c.	W	3 a 4 A	—	
10	29	Cu	500	mylar	p.c.	W	4 a 5 A	—	
11	29	Cu	500 a 1000	autopo- tante	p.c.	W	4 a 5 A	RBS	
12	30	⁶⁶ ZnO	30	C ≈10µg/ cm	b.e.	C	60 a 100 W	betain	
13	47	Ag	20	carbono 10µg/cm	b.e.	W	15 W	RBS	fila- mento
14	47	Ag	400	mylar	p.c.	Mo	≈ 2 A	—	
15	49	In	20	carbono	b.e.	W	10 a 15 W	—	
16	50	¹¹⁴ SnO	30 a 50	carbono 10µg/ cm	b.e.	Ta	40 W	RBS ou betain	
nº	Z	Ele-mento	Espessura µg/cm ²	Backing	Método	Cadinho ou barca	Potência (b.e.) corrente (p.c.)	Subst. solúvel	Obser- vações
17	50	Sn	280	mylar	p.c.	Ta	2 a 3 A	—	
18	50	SnO ₂	150 a 600	Au (1,5mg/ cm	b.e.	Ta	150 W	—	
19	51	Sb	≈ 1000	Ni	b.e.		10 a 15 W		
20	51	Sb	≈ 1000	Ni+Cu	b.e.		10 a 15 W		
21	51	Sb	700 a 1200	Au 1 a 1,5mg/ cm	b.e.	Ta			
22	79	Au	200 a 2000	autopo- tante					
23	82	Pb	1050	mylar					
24	82	Pb	≈ 2000	Gd 1,8 mg/ cm	p.c.		2.5 A	—	
25	83	Bi	200 a 500	ouro					

- a) b.e. - bombardeamento eletrônico
b) RBS - detergente especial
c) p.c. - passagem de corrente

Alinhado inicialmente o sistema com laser de HeNe em banco óptico, flutuações na fonte foram simuladas com a introdução de filtros a sua frente numa ampla diversidade de transmitâncias. Com o cuidado de evitar o regime de saturação nos fotodetetores, através da atenuação do feixe de 0,5 mW do laser, foi possível observar a insensibilidade do sinal de monitoração às flutuações na fonte com tolerâncias da ordem de 0,1%.

Adicionalmente, calibrados os filtros em um espectrofotômetro Cary, foi verificada a linearidade de resposta do sistema com a utilização dos mesmos filtros à frente do fotodetector O.

O emprego da fibra óptica garante liberdade de posicionamento do deposímetro sem prejuízos ao alinhamento do sistema, facilitando seu acoplamento ao evaporador em geometrias restritivas. Note-se ainda que o procedimento de divisão de sinais empregado, com o ajuste de off-set no amplificador síncrono, é superior ao monofeixe convencional com fonte estabilizada, podendo, por exemplo, compensar incorreções causadas por pequenos deslocamentos nos componentes ópticos do sistema, o que minimiza necessidades de manutenção.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi realizado com auxílio do CNPq. Agradecemos também ao Setor de Eletrônica do IF-UFRGS e à Rosalene M. de Oliveira, pelo apoio na confecção do amplificador síncrono e pela datilografia dos manuscritos.

REFERÊNCIAS

- [1] H. A. Macleod. Vacuum, 27 (1977) 383.
- [2] H. A. Macleod and D. Richmond. Óptica Acta, 21 (1974) 429.
- [3] P. Baumeister, Lecture Notes. UCLA (1986).
- [4] J. Ward. Vacuum, 22 (1972) 369.
- [5] R. R. Willey, Appl. Opt., 26 (1987) 729.
- [6] Z. Zhu et al. Appl. Opt., 24 (1985) 1693.
- [7] F. J. Van Milligen et al. Appl. Opt., 24 (1985) 1799.
- [8] P. Bousquet and E. Pelletier. Thin Solid Films, 77 (1981) 165.
- [9] H. A. Macleod. Proc. SPIE, 325 (1982) 21.