

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

**Projeto de mesa-goniômetro e uso do LEED para  
alinhamento de amostras na estação de ARPES do  
Sirius**

Rennan da Silva Cardoso

Lorena

2020

Rennan da Silva Cardoso

**Projeto de mesa-goniômetro e uso do LEED para  
alinhamento de amostras na estação de ARPES do  
Sirius**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, sob orientação do Dr. Wendell Simões e Silva, para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Física.

Universidade de São Paulo  
Escola de Engenharia de Lorena

Lorena  
2020

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado  
da Escola de Engenharia de Lorena,  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Cardoso, Rennan da Silva

Projeto de mesa-goniômetro e uso do LEED para  
alinhamento de amostras na estação de ARPES do Sirius  
/ Rennan da Silva Cardoso; orientador Wendell Simões  
e Silva. - Lorena, 2020.

39 p.

Monografia apresentada como requisito parcial  
para a conclusão de Graduação do Curso de Engenharia  
Física - Escola de Engenharia de Lorena da  
Universidade de São Paulo. 2020

1. Alinhamento. 2. Arpes. 3. Leed. 4. Goniômetro.  
I. Título. II. Silva, Wendell Simões e, orient.

Dedico este trabalho a todos os professores e professoras cujas pegadas no solo da minha vida jamais se apagarão.

# Agradecimentos

Sentir-me grato é reconhecer que a culpa por uma conquista não é só minha.

Agradeço à minha família, especialmente à minha mãe, Rute, ao meu pai, Nery e à minha irmã, Rhayssa, por sempre apoiarem minhas escolhas e exigirem tão pouco por tamanha liberdade em escolher. Em qualquer momento eu os tenho e eles, a mim. Agradeço também à minha madrinha Lúcia e à minha tia Marilda, por todo carinho e atenção.

Agradeço aos meus amigos tripulantes da graduação, por navegarem comigo em mar calmo ou tempestuoso, sem nunca deixar o barco afundar. Convoco: Emanuel, Fernanda, Igor, Laura, Marco, Pedro, Pelário, Thiago, William e Yasmin. Aos também amigos Humberto e Luciano, pelos conselhos e generosidade inerente aos dois.

Agradeço aos funcionários do LNLS/CNPEM, em especial ao meu supervisor de estágio e orientador Wendell Simões e Silva, pela confiança, paciência e todos os ensinamentos. Que ele tenha toda a sorte na liderança da linha SAPÊ do Sirius: são meus sinceros votos. Agradeço também à Lidiana Lucindo Moraes, pela sinceridade, extroversão e suporte técnico.

Por fim, agradeço aos professores Antonio Jefferson da Silva Machado, pela acolhida e orientação na iniciação científica; Luiz Tadeu Fernandes Eleno, pelo projeto integrado e toda a ajuda recente; e Durval Rodrigues Junior, por toda a atenção enquanto fora coordenador do curso de Engenharia Física. Aos três, pelos ensinamentos.

*"Pouco conhecimento faz com que as pessoas se sintam orgulhosas. Muito conhecimento, que se sintam humildes. É assim que as espigas sem grãos erguem desdenhosamente a cabeça para o céu, enquanto que as cheias as baixam para a terra, sua mãe."*

Leonardo da Vinci

# Resumo

CARDOSO, R. S. **Projeto de mesa-goniômetro e uso do LEED para alinhamento de amostras na estação de ARPES do Sirius.** 2020. 39 p. Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Física - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena.

A nova fonte de radiação síncrotron do Brasil, o Sirius, é um projeto científico grandioso e que trará novas possibilidades para o estudo da matéria. Em particular, a linha de luz SAPÊ, dedicada à técnica experimental de ARPES, está em fase de projeto e comissionamento e demanda importantes otimizações em instrumentação e procedimentos experimentais. Nesse contexto, o presente trabalho se propôs a desenvolver o *design* conceitual de uma mesa-goniômetro e de uma metodologia para alinhamento de amostras, que é realizado em conjunto com a técnica de LEED. Foram desenhadas algumas peças para suporte do porta-amostras e do goniômetro, bem como desenvolvida uma ideia de adaptação de régua angular digital, além de esquemas representativos do mecanismo das peças. Foi elaborado um procedimento com o LEED para marcação da orientação da amostra em relação ao eixo de detecção de ARPES. Adicionalmente, foram especificados dois conjuntos ópticos comerciais para visualização do feixe incidente na amostra e auxílio no alinhamento. Foram realizados alguns cálculos baseados nas especificações de modelos comerciais de câmeras e lentes e nas condições definidas de alinhamento. Assim, o trabalho pode dar uma contribuição significativa para a estação de ARPES e espera-se que ele sirva de modelo para a fabricação da instrumentação e para as aplicações aqui dispostas.

**Palavras-chaves:** alinhamento. ARPES. LEED. goniômetro.

# Abstract

CARDOSO, R. S. **Design of a table-goniometer and usage of LEED for alignment at Sirius' ARPES station.** 2020. 39 p. Undergraduate Final Work in Engineering Physics - Lorena School of Engineering, University of São Paulo, Lorena.

The new source of synchrotron radiation in Brazil, Sirius, is a grandiose scientific project that will bring new possibilities for the study of matter. In particular, the SAPÊ beamline, dedicated to the ARPES experimental technique, is at design and commissioning phase and requires important optimizations in instrumentation and experimental procedures. In this context, the present work proposed to develop the conceptual *design* of a table-goniometer and a methodology for sample alignment, which is carried out in conjunction with the LEED technique. Some pieces were drawn to support the sample holder and the goniometer, as well as it was developed an idea to adapt a digital angular ruler. Some schematic drawings of the mechanism of the parts were made. A procedure was developed with LEED to mark the orientation of the sample in relation to the ARPES detection axis. In addition, two commercial optical sets were specified to visualize the incident beam in the sample and to aid in alignment. Some calculations were made based on the specifications of commercial models of cameras and lenses and the defined conditions of alignment. Thus, the work can make a significant contribution to the ARPES station and it is expected that it will serve as a model for the manufacture of instrumentation and for the applications provided here.

**Keywords:** alignment. ARPES. LEED. goniometer.

# Lista de ilustrações

Figura 1 – Fotoemissão. (a) representação do fóton incidente ( $h\nu$ ), dos ângulos ( $\theta$ e $\varphi$ ) de emissão dos fotoelétrons, do analisador de elétrons (acima) e dos vetores de onda ( $k = 2\pi/\lambda_e$ ) do elétron (abaixo) e (b) diagrama de energia ( $E$ ) por densidade de estados ( $N(E)$ ). . . . . .	16
Figura 2 – Esquema do aparato experimental convencional do ARPES. . . . .	19
Figura 3 – (a) Analisador de elétrons hemisférico de detecção bidimensional. (b) Exemplo de aquisição de detector 2D. As linhas azul e verde marcam os pontos $\Gamma$ e $M$ , respectivamente. O plano de aquisição é representado pela linha amarela em (c); (c) Representação da 1 <sup>a</sup> zona de Brillouin e três dos pontos de alta simetria: $\Gamma$ , $M$ e $K$ . A área em laranja esboça o setor de aquisição de um analisador 2D com modo de deflexão. . . . .	20
Figura 4 – Representação da esfera de Ewald, cuja construção satisfaz a condição de Laue: $\Delta\vec{k} = \vec{k}' - \vec{k} = \vec{g}$ . A rede recíproca "vista" pelo LEED é uma combinação de linhas que cruzam essa esfera e pontos discretos. . . . .	21
Figura 5 – (a) Exemplo de um padrão LEED de um filme de SnO crescido sobre Ag(100) e (b) Diagrama representando quatro feixes difratados e a curva I x V. . . . .	21
Figura 6 – Esquema do aparato experimental convencional do LEED. . . . .	22
Figura 7 – Experimento LEED. (a) Disposição do LEED na câmara principal de ARPES. (b) Padrão LEED do Cu(111), limpa, com energia cinética dos elétrons de 70 eV e zona de Brillouin em azul. (c) Zona de Brillouin destacada. Supõe-se uma rotação de $\alpha$ em relação aos eixos ortogonais. . . . .	25
Figura 8 – Esboço do porta-amostras tipo <i>flag</i> . . . . .	26
Figura 9 – Esboço da mesa-goniômetro. . . . .	26
Figura 10 – Esquema do procedimento de alinhamento utilizando a mesa-goniômetro. . . . .	27
Figura 11 – Esboço do projeto da mesa-goniômetro, fora de escala. As dimensões aproximadas do porta-amostras estão representadas. O diâmetro da mesa é de 15 cm. . . . .	28
Figura 12 – (a) Desenho 3D da base da mesa-goniômetro. O vão circular é onde encaixa a peça móvel na qual a haste é fixada. (b) O transferidor é colado e coincide com a circunferência da base. . . . .	29

Figura 13 – Desenho 3D esquemático das peças de encaixe da haste. O pino abaixo possui uma base que se move dentro do vão da base da mesa. A rosca permite afrouxar ou retirar haste. . . . .	29
Figura 14 – Esquema do alinhamento usando a régua digital. (a) risco da chapa de cobre alinhado com a régua fixa; (b) risco da chapa de cobre alinhado com a régua móvel girada. . . . .	30
Figura 15 – Esquema para adaptar a régua com uma peça suporte do porta- amostras. . . . .	31
Figura 16 – Esquema para adaptar a régua com uma haste de encaixe. . . . .	31
Figura 17 – Parâmetros numa lente de distância focal fixa. . . . .	33

# Lista de tabelas

Tabela 1 – Parâmetros calculados para especificação do primeiro conjunto óptico.	32
Tabela 2 – Parâmetros calculados para especificação do segundo conjunto óptico.	34
Tabela 3 – Dados da câmera selecionada para WD = 20 cm. . . . .	36
Tabela 4 – Dados da lente selecionada para WD = 20 cm. . . . .	36
Tabela 5 – Dados da câmera selecionada para WD = 1 m. . . . .	37
Tabela 6 – Dados da lente selecionada para WD = 1 m. . . . .	37

# Lista de abreviaturas e siglas

AFOV	<i>Angular Field of View</i>
ARPES	<i>Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy</i>
CCD	<i>Charge-Coupled Device</i>
CMOS	<i>Complementary Metal Oxide Semiconductor</i>
CNPEM	Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais
eV	elétron-Volt
HFOV	<i>Horizontal Field of View</i>
HTSC	<i>High-Temperature Superconductors</i>
LEED	<i>Low-Energy Electron Diffraction</i>
LNLS	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
MCP	<i>Microchannel Plate</i>
PMAG	<i>Primary Magnification</i>
UHV	<i>Ultra-High Vacuum</i>
VUV	<i>Vacuum Ultraviolet</i>
WD	<i>Working Distance</i>
XFEL	<i>X-ray Free Electron Laser</i>

# Sumário

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>13</b>
1.1	<b>ARPES</b>	<b>13</b>
1.2	<b>LEED</b>	<b>14</b>
1.2.1	Alinhamento	14
1.3	<b>Objetivos</b>	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>16</b>
2.1	<b>ARPES</b>	<b>16</b>
2.1.1	Fundamentos	16
2.1.2	Instrumentação	18
2.1.3	Mapeamento da dispersão	19
2.2	<b>LEED</b>	<b>20</b>
2.2.1	Fundamentos	20
2.2.2	Instrumentação	22
2.3	<b>Preparação de superfície</b>	<b>23</b>
2.3.1	<i>Annealing</i>	23
2.3.2	<i>Sputtering</i>	23
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA</b>	<b>24</b>
3.1	<b>Preparação de superfície via <i>sputtering/annealing</i></b>	<b>24</b>
3.2	<b>Experimento LEED</b>	<b>24</b>
3.3	<b>Alinhamento de amostras com a mesa-goniômetro</b>	<b>25</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>28</b>
4.1	<b>Projeto da mesa-goniômetro</b>	<b>28</b>
4.2	<b>Projeto de régua angular digital adaptada</b>	<b>30</b>
4.3	<b>Especificação de conjuntos ópticos</b>	<b>32</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>35</b>
	<b>Anexo A</b>	<b>36</b>
	<b>Anexo B</b>	<b>37</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>38</b>

# 1 Introdução

A solução para os desafios nas áreas de engenharia, energia, saúde, meio ambiente e agricultura exige a compreensão da estrutura da matéria e de mecanismos em escala molecular e atômica. Isso torna possível o desenvolvimento de materiais e a otimização de processos, para as mais diversas aplicações. Em ciência básica, expande o nosso conhecimento sobre a vida e a natureza.

Nesse contexto, o novo acelerador de elétrons brasileiro, o Sirius, administrado pelo LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron), cedido no CNPEM (Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais), em Campinas, coloca o Brasil em destaque na produção de radiação síncrotron para a investigação da matéria. Essa fonte de luz, no estado da arte, foi projetada para ter um dos maiores brilhos do mundo dentre os aceleradores de 4<sup>a</sup> geração. [1]

Dentre as linhas de luz (estações experimentais que recebem radiação em determinada faixa de energia e onde são analisados os materiais) do Sirius, a linha SAPÊ, com luz entre 8 e 60 eV, na faixa do ultravioleta de vácuo (VUV), será dedicada à técnica de espectroscopia de fotoemissão com resolução angular, ARPES (*Angle-Resolved PhotoEmission Spectroscopy*), um dos métodos mais poderosos para o estudo da estrutura eletrônica de sólidos. O CNPEM é uma referência na América Latina pela disponibilização desse equipamento para a comunidade científica. [1]

No desenvolvimento de uma linha de luz, é uma etapa essencial o comissionamento da instrumentação científica, que requer especificar e projetar componentes, instalar, testar e verificar os equipamentos de acordo com os requisitos operacionais e necessidades do usuário. Neste ano de 2020, a linha SAPÊ está em fase de projeto e comissionamento, que se estenderá até meados de 2021. O presente trabalho é parte dessa fase e dará uma contribuição significativa à estação experimental de ARPES.

## 1.1 ARPES

A maioria das propriedades físicas fundamentais da matéria – mecânicas, elétricas, magnéticas ou ópticas – possuem como protagonista o elétron, cuja atuação determina vários efeitos. Compreender o comportamento eletrônico em sólidos é primordial no cenário da Física da matéria condensada. A descrição da natureza dos elétrons é dada principalmente por três parâmetros quânticos: energia, momento e spin. Devido à sua capacidade única de sondar, direta e simultaneamente, a energia e o momento de elétrons de valência e determinar a banda de dispersão e a superfície de Fermi, a

espectroscopia de fotoemissão com resolução angular, ARPES, no estado da arte, tem um papel fundamental no estudo de materiais supercondutores de alta temperatura crítica (HTSC), materiais topológicos, magnetorresistência gigante e outros sistemas e efeitos quânticos complexos. [2, 3]

A técnica ARPES é baseada no efeito fotoelétrico, descoberto pela primeira vez por Hertz, em 1887, cuja explicação do mecanismo foi dada por Einstein [4], em 1905, agraciado por esse trabalho com o prêmio Nobel de Física em 1921. Em 1974, Traum, Smith e DiSalvo [5] foram uns dos pioneiros no mapeamento de banda usando fotoemissão com dependência angular. Durante as últimas três décadas, a técnica tem se beneficiado com o desenvolvimento de fontes de luz de alto brilho, como lasers ultravioleta de estado sólido, lasers raio-X de elétrons livres (XFEL) e as novas gerações de fontes de radiação síncrotron [3], como o Sirius, além dos avanços em tecnologia de detectores que, atualmente, dispõem resolução em energia de unidades de meV e, em ângulo, de décimos ou centésimos de grau. [6] Há também muitos avanços em abranger a resolução temporal e a resolução de spin com o ARPES. [7, 8]

Ademais, os cálculos *ab initio* – ou métodos de primeiros princípios – têm sido um importante aliado na determinação da estrutura eletrônica de sólidos e cujas simulações teóricas têm atuado em combinação com os resultados experimentais do ARPES e ambos têm se mostrado coerentes. Alguns exemplos de trabalhos podem ser encontrados nas referências [9, 10].

## 1.2 LEED

A difração de elétrons de baixa energia, LEED (*Low-Energy Electron Diffraction*), é uma das técnicas mais poderosas disponíveis para análise físico-química de superfície. É amplamente utilizada na pesquisa em ciência dos materiais para estudar a estrutura e propriedades eletrônicas e vibracionais da superfície de um sólido, ligações e os efeitos da estrutura nos processos de superfície, tais como adsorção física, quimissorção, catálise heterogênea e outros. [11]

A técnica LEED auxilia diversas espectroscopias sensíveis à superfície, incluindo o ARPES. Um experimentalista de ARPES utiliza a observação do padrão LEED para monitorar a qualidade (i.e., a cristalinidade) da superfície da amostra, bem como verificar se há contaminação. [12]

### 1.2.1 Alinhamento

Antes de realizar o experimento de ARPES, é necessário fazer diferentes alinhamentos para que se possa garantir que a amostra fique no foco do feixe de luz síncrotron

e do analisador. Em particular, o alinhamento da amostra é importante para estabelecer a direção cristalográfica que se quer analisar, enquanto que o alinhamento do feixe de luz na amostra é importante porque determina a intensidade e resolução do experimento de ARPES.

No contexto da linha SAPÊ, o LEED desempenhará um papel chave no alinhamento das amostras, uma vez que possibilita saber a direção cristalográfica da amostra, em relação ao eixo perpendicular (primordial para o experimento ARPES). Além disso, não demanda tempo da fonte de luz do acelerador Sirius, isto é, o alinhamento pode ser feito sem o uso do feixe (o tempo de uso do feixe é um parâmetro crítico para o usuário do sincrotron. Sem o LEED, gastaria-se de 30 min a 1 hora somente para alinhar a amostra).

### 1.3 Objetivos

O objetivo do trabalho foi elaborar o procedimento para alinhamento de amostras e do feixe de luz incidente, a saber:

1. Elaboração de uma mesa-goniômetro com um sistema de referência para posição angular da amostra, bem como de um esquema para encaixe do porta-amostras à mesa;
2. Desenvolvimento de uma metodologia para alinhamento da amostra, usando a mesa-goniômetro e o LEED;
3. Especificação de conjuntos ópticos (câmera e lente) para monitoramento do alinhamento do feixe incidente na amostra.

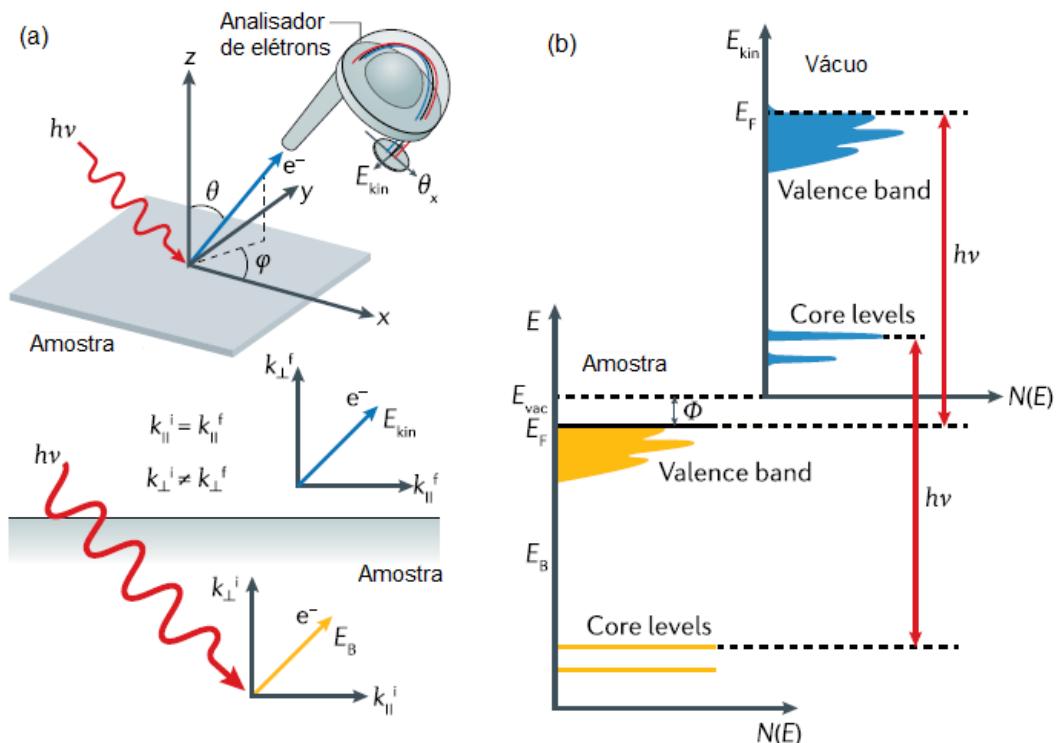
## 2 Fundamentação teórica

### 2.1 ARPES

#### 2.1.1 Fundamentos

Em um típico experimento de ARPES, uma amostra monocrystalina é colocada sob ultra-alto vácuo (UHV) próxima a um analisador de elétrons. Quando luz incide na amostra, ocorre o efeito fotoelétrico. Esse processo de fotoemissão (Figura 1) pode ser representado pelo modelo *three-step*: (1) elétrons do *bulk* absorvem fôtons e são excitados; (2) elétrons excitados são transportados para a superfície e (3) os fotoelétrons escapam para o vácuo. Esses elétrons fotoemitidos são, então, coletados e analisados em relação à sua energia cinética e ângulos de emissão por um espectrômetro. [3, 13]

Figura 1 – Fotoemissão. (a) representação do fóton incidente ( $h\nu$ ), dos ângulos ( $\theta$  e  $\varphi$ ) de emissão dos fotoelétrons, do analisador de elétrons (acima) e dos vetores de onda ( $k = 2\pi/\lambda_e$ ) do elétron (abaixo) e (b) diagrama de energia ( $E$ ) por densidade de estados ( $N(E)$ ).



Fonte: Lv, Qian e Ding (adaptado)

Seção baseada em Lv, Qian e Ding e Willmott.

A energia e o momento dos elétrons dentro do material estão diretamente conectados aos dos fotoelétrons pela conservação de energia e de momento paralelo ( $\hbar k_{\parallel}$ ) à superfície da amostra e valem as seguintes relações:

$$E_{\text{kin}} = h\nu - \Phi - |E_B| \quad (2.1)$$

em que  $E_{\text{kin}}$  é a energia cinética do fotoelétron;  $h\nu$  a energia do fóton incidente;  $E_B$  a energia de ligação (medida com respeito ao nível de Fermi, ou seja,  $E_B = 0$  na superfície de Fermi) do elétron dentro da amostra, e  $\Phi$  a função trabalho do material, definida como a energia necessária para o elétron ser ejetado da superfície da amostra, ou seja, a diferença de energia entre o nível do vácuo e o nível de Fermi:  $\Phi = E_{\text{vac}} - E_F$ ; e

$$k_{\parallel}^f = k_{\parallel}^i = \frac{\sqrt{2mE_{\text{kin}}}}{\hbar} \text{sen}\theta (\cos\varphi\hat{k}_x + \text{sen}\varphi\hat{k}_y) \quad (2.2)$$

em que  $k_{\parallel}^f$  e  $k_{\parallel}^i$  são as componentes paralelas (com respeito à superfície da amostra) do vetor de onda final (do fotoelétron) e inicial (do elétron na amostra), respectivamente;  $\theta$  e  $\varphi$  são os ângulos de emissão;  $\hbar$  é a constante de Planck reduzida; e  $m$  é a massa efetiva do elétron.

Vale destacar que as leis de conservação acima são válidas uma vez que se considera que o tempo de relaxamento dos pares elétron-buraco é muito maior que o tempo de ejeção dos fotoelétrons e que o momento dos fótons é muito menor que o momento dos fotoelétrons.

O momento do elétron perpendicular à superfície não é conservado, ou seja,  $k_{\perp}^f \neq k_{\perp}^i$ , pois a superfície do material necessariamente quebra a simetria translacional nessa direção. No entanto,  $k_{\perp}^i$  pode ser extraído usando a aproximação de elétron quase livre. Assim:

$$k_{\perp}^i = \frac{\sqrt{2m(E_{\text{kin}} \cos^2 \theta + V_0)}}{\hbar} (\hat{k}_z) \quad (2.3)$$

em que a constante  $V_0$  é chamada de potencial interno, formalmente definida como  $V_0 = \mu + \Phi$ , em que  $\mu$  é o potencial químico medido a partir do ponto inferior da banda. Pode-se determinar  $V_0$  experimentalmente a partir dos dados ARPES, identificando-se os pontos de alta simetria na dispersão ao longo da direção  $\hat{k}_z$  ( $k_{\perp}$ ), ao variar a energia do fóton incidente na amostra. [15]

Aplicando-se as equações (2.1), (2.2) e (2.3) aos resultados experimentais do ARPES, pode-se mapear a relação entre a energia do estado inicial ( $E_B$ ) e o momento inicial ( $k_{\parallel}^i$  e  $k_{\perp}^i$ ), conhecida como banda de dispersão do elétron no cristal.

Para materiais bidimensionais (como o grafeno), não há dispersão de energia na direção perpendicular e, portanto, a dispersão em função de  $k_{\parallel}^i$  é representativa da

sua estrutura de banda. [16, 17] Já para materiais tridimensionais (como os HTSC), a situação é mais trabalhosa, pois a dispersão de energia na direção perpendicular deve ser considerada e o valor de  $V_0$  precisa ser obtido. [2, 18]

O modelo apresentado (*three-step*) é bastante intuitivo, mas não é a melhor descrição, pois é semiclássico. Por isso, é necessário usar o modelo *one step*, descrito em termos da mecânica quântica, extendida a um problema de muitos corpos, no qual a ideia central é que o processo de fotoemissão ocorre em uma única etapa, que pode ser imaginada como se os elétrons "desaparecessem" do volume e "reaparecessem" no vácuo. A probabilidade da fotoemissão pode ser encontrada pela matriz de elementos, calculada usando a regra de ouro de Fermi: [19]

$$|M_{if}|^2 = |\langle \Psi_f | V_I | \Psi_i \rangle|^2 \quad (2.4)$$

em que  $M_{if}$  é a matriz de elementos, que descreve a transição do estado inicial  $\Psi_i$  para o estado final  $\Psi_f$  e  $V_I$  é o potencial perturbativo causado pela incidência de luz.

Como o processo de fotoemissão é um problema de muitos corpos, uma *quasi*-partícula é criada quando uma partícula é removida do material e levada a um estado final, no vácuo. Entende-se *quasi*-partícula como um sistema fracamente interagente, formado por uma partícula real cercada por uma nuvem de outras partículas. O tempo de vida dessa *quasi*-partícula determina, além da energia e da posição do pico, a largura de linha da função espectral. A função espectral é a grandeza observada em experimentos de fotoemissão, da qual se extraí informações sobre a autoenergia da *quasi*-partícula (que inclui todos os efeitos de interação entre as partículas no sólido). [19]

Em uma aproximação simples, a intensidade da corrente de fotoemissão no experimento ARPES pode ser escrita como:

$$I(\nu, \vec{k}) = M(\vec{k}) \cdot A(\nu, \vec{k}) \cdot f(\nu) \quad (2.5)$$

em que  $M(\vec{k})$  é a soma sobre todos os estados de  $|M_{if}|^2$ ,  $A(\nu, \vec{k})$  é a função espectral e  $f(\nu)$  é a distribuição de Fermi-Dirac.

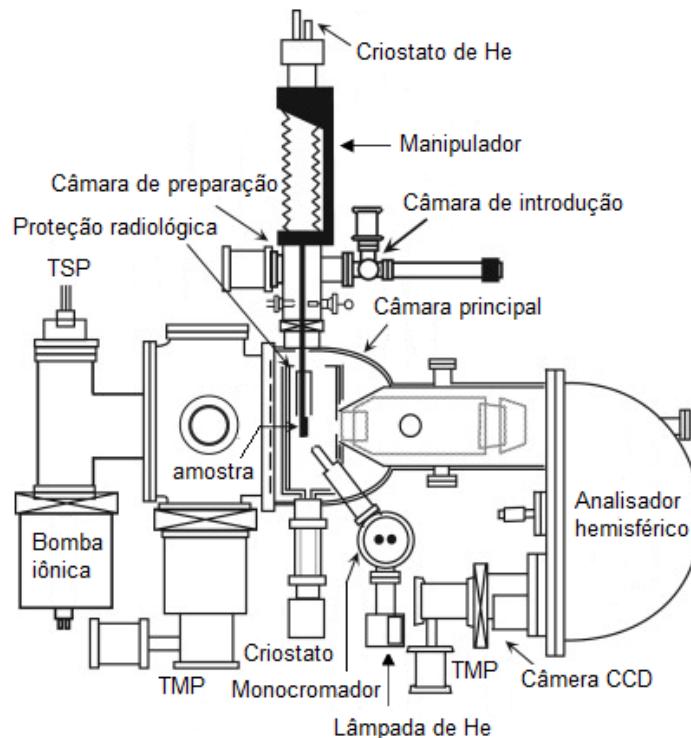
Considerando a variação do elemento de matriz em relação ao vetor de onda  $\vec{k}$ , o espectro ARPES medido é proporcional à função espectral. Esse é o resultado usado na interpretação dos espectros de fotoemissão obtidos experimentalmente. [19]

### 2.1.2 Instrumentação

A instrumentação do ARPES (o aparato experimental convencional pode ser visto na Figura 2) consiste, principalmente, de: (1) um analisador de energia de elétrons, hemisférico e eletrostático; (2) uma câmara principal de UHV, onde a amostra é irradiada pela fonte de luz; (3) uma fonte de luz: radiação síncrotron, XFEL ou uma lâmpada

de descarga de He; (4) uma câmara de vácuo para preparação de amostras; (5) um manipulador de amostras para translação e rotação do cristal dentro da câmara; (6) um criostato de He líquido para baixar a temperatura da amostra; (7) uma câmara de introdução e um sistema de transferência *in situ* de amostra e (8) bombas de vácuo (mecânicas, turbomoleculares e iônicas), sensores de temperatura e pressão, etc. [17]

Figura 2 – Esquema do aparato experimental convencional do ARPES.



Fonte: [Sato e Takahashi](#) (adaptado)

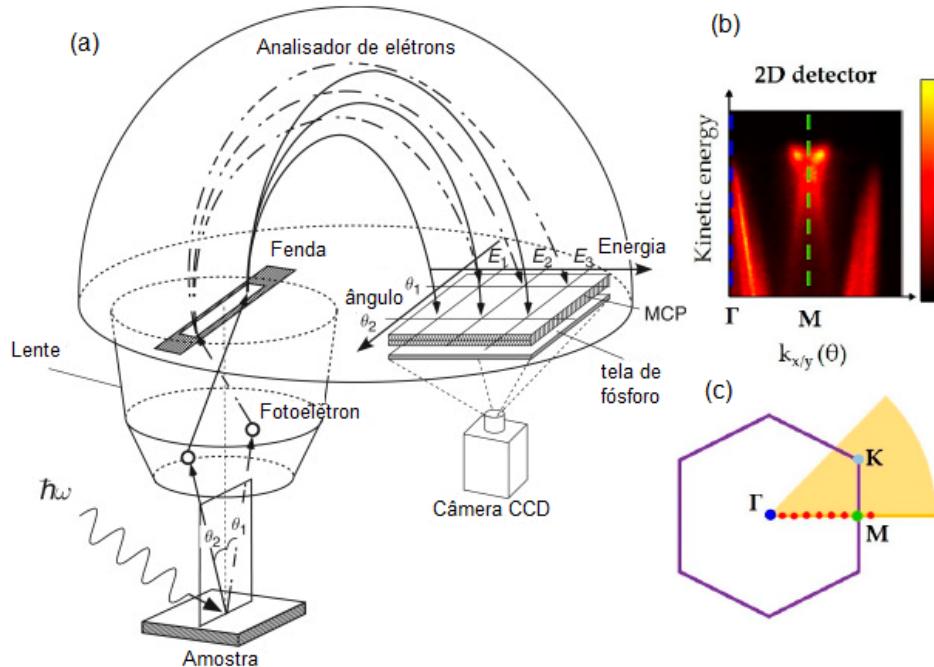
### 2.1.3 Mapeamento da dispersão

Os elétrons passam pela abertura de entrada, por um sistema de lentes de três elementos, pelas fendas de entrada e, em seguida, pelos dois hemisférios concêntricos alojados dentro da grande cúpula de aço inoxidável. Eles são finalmente detectados na parte inferior do analisador (Figura 3-a) – depois que os sinais são amplificados por um par de placas de microcanal, MCP (*Microchannel Plate*) –, e acelerados até uma tela de fósforo. Os *flashes* na tela de fósforo são, então, detectados *ex situ* por uma câmera CCD olhando pela janela, visível na flange inferior. Hoje, esses analisadores alcançam facilmente resoluções de energia de 1 meV e medem simultaneamente faixas angulares maiores que 30° em paralelo. [6]

O detector captura uma imagem que registra o ângulo de emissão e a energia cinética dos fotoelétrons. Posteriormente, as coordenadas da imagem são convertidas em

momento e energia de ligação. A amostra é girada com grande precisão pelo manipulador para selecionar a direção detectada pelo analisador. Para cada orientação da amostra, a dispersão de elétrons é registrada e, em seguida, mesclada para reconstruir a dispersão de banda no espaço recíproco (Figura 3-b,c). Pode-se montar uma estrutura tridimensional para o conjunto de dados,  $I(E_{\text{kin}}, \theta, \varphi)$ , sobrepondo as imagens bidimensionais adquiridas. Essa estrutura permite uma análise completa da função espectral ao longo de diferentes posições na zona de Brillouin. [19]

Figura 3 – (a) Analisador de elétrons hemisférico de detecção bidimensional. (b) Exemplo de aquisição de detector 2D. As linhas azul e verde marcam os pontos  $\Gamma$  e  $M$ , respectivamente. O plano de aquisição é representado pela linha amarela em (c); (c) Representação da 1<sup>a</sup> zona de Brillouin e três dos pontos de alta simetria:  $\Gamma$ ,  $M$  e  $K$ . A área em laranja esboça o setor de aquisição de um analisador 2D com modo de deflexão.



Fonte: (a) Sato e Takahashi (adaptado) e (b,c) Cattelan e Fox

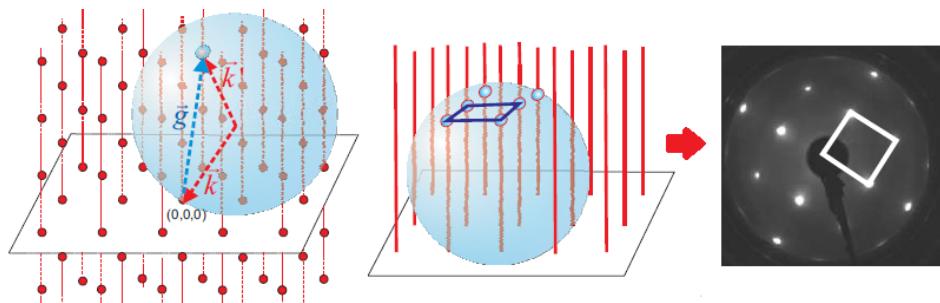
## 2.2 LEED

### 2.2.1 Fundamentos

A técnica de difração de elétrons de baixa energia, LEED, consiste em lançar um feixe de elétrons, com energias típicas entre 20 e 300 eV, numa amostra alvo. Devido à elevada seção de choque, a profundidade de penetração é de apenas 5 a 10 Å. Por isso, é uma técnica extremamente sensível à superfície, i.e., os elétrons difratados "carregam" informação sobre o que ocorre nas primeiras camadas atômicas da amostra. [21]

Diferentemente da difração de raios-X em sólidos tridimensionais, cujo padrão de difração é representado por pontos, na difração de elétrons de baixa energia, o padrão de difração é formado por linhas que cruzam a esfera de Ewald. A construção da esfera de Ewald (Figura 4) fornece as direções para as quais a condição de interferência dos elétrons espalhados é construtiva, segundo a condição de Laue. [19] O tamanho da esfera de Ewald e, portanto, o número de pontos de difração na tela é controlado pela energia do feixe incidente. A partir do conhecimento da rede recíproca, modelos para a rede do espaço real podem ser construídos e a superfície pode ser caracterizada qualitativamente, em termos da periodicidade da superfície e do grupo de pontos. [21]

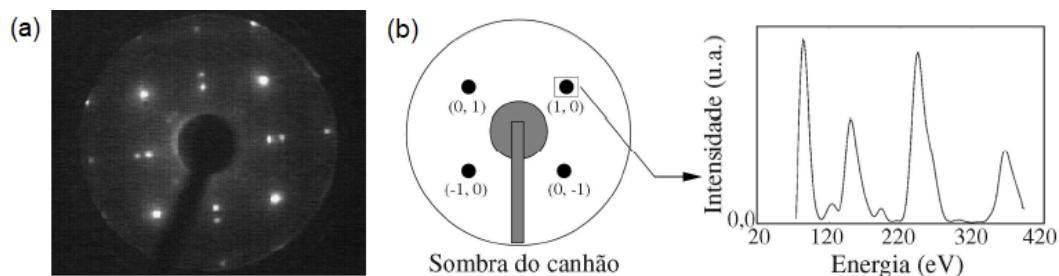
Figura 4 – Representação da esfera de Ewald, cuja construção satisfaz a condição de Laue:  $\Delta\vec{k} = \vec{k}' - \vec{k} = \vec{g}$ . A rede recíproca "vista" pelo LEED é uma combinação de linhas que cruzam essa esfera e pontos discretos.



Fonte: Fritz-Haber Institut

Não é possível, no entanto, exclusivamente a partir de um padrão LEED, determinar as posições atômicas na célula unitária, nem é possível obter informações sobre as distâncias interplanares entre os primeiros planos da amostra, nem sobre o comportamento vibracional. Tais informações podem ser obtidas através da análise da variação das intensidades dos feixes difratados em função da energia do feixe incidente, pelas curvas I x V. [21] Um exemplo de padrão LEED e da curva I x V está na Figura 5.

Figura 5 – (a) Exemplo de um padrão LEED de um filme de SnO crescido sobre Ag(100) e (b) Diagrama representando quatro feixes difratados e a curva I x V.

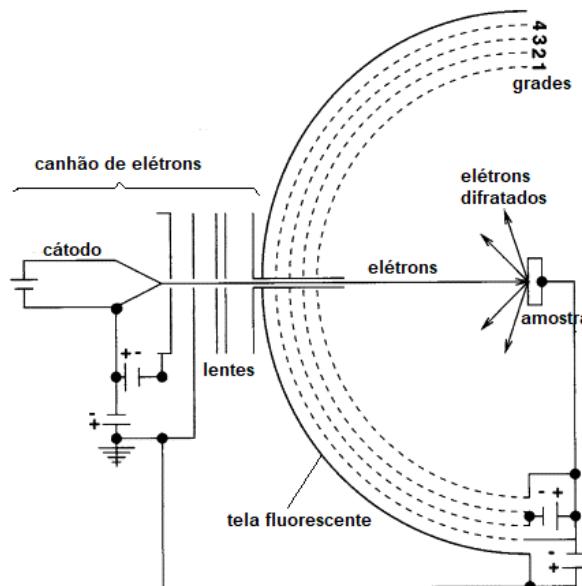


Fonte: Castilho et al.

## 2.2.2 Instrumentação

O LEED opera em UHV (com pressões da ordem de  $10^{-10}$  mbar, de forma a manter a superfície da amostra limpa pelo tempo do experimento), enviando um feixe eletrônico de um canhão de elétrons para a superfície da amostra que está sendo testada. O esquema do aparato experimental está representado na Figura 6. O canhão consiste em um cátodo aquecido de tungstênio e um conjunto de lentes. Conforme eles colidem com a superfície da amostra, eles difratam em várias direções, dependendo da cristalografia da superfície, e retornam para quatro grades hemisféricas concêntricas, seguidas por uma tela coberta de fósforo. [11]

Figura 6 – Esquema do aparato experimental convencional do LEED.



Fonte: [Speller, Heiland e Schleberger](#) (adaptado)

A primeira e a quarta grades são aterradas e servem basicamente como blindagem. A segunda e terceira grades, com potencial negativo, atuam como filtros, permitindo que apenas os elétrons espalhados elasticamente passem (uma fração da ordem de 2% a 5% do total dos elétrons espalhados). A quarta grade separa as grades negativas permeáveis da tela fluorescente que carrega uma carga positiva. Conforme os elétrons pousam na tela fluorescente, eles geram um brilho na tela de fósforo. A intensidade do brilho depende da intensidade do feixe primário. O padrão desses brilhos corresponde ao padrão dos átomos na superfície da estrutura do cristal. E são essas as imagens produzidas pelo LEED. [11, 12]

Na maioria dos experimentos LEED, a amostra é posicionada de forma que o feixe de elétrons atinja a superfície com uma incidência normal. Isso garante que os

pontos de máximo da difração possam ser associados aos pontos da rede recíproca do plano da superfície do cristal e, assim, representam sua simetria. [19]

O sistema de aquisição de dados moderno geralmente contém uma câmera CCD/CMOS apontada para a tela fluorescente e conectada ao computador, que possui um software de imagem que digitaliza e analisa os padrões de difração. [11]

## 2.3 Preparação de superfície

### 2.3.1 *Annealing*

*Annealing*, ou aquecimento, é um processo de tratamento térmico no qual um composto é aquecido até uma temperatura prescrita, durante determinado tempo, seguido por resfriamento controlado. O tempo e a temperatura exatos dependem de cada amostra ou sistema. [23] Para metais, temperaturas variam de cem graus até próximo da temperatura de fusão; temperaturas mais altas muitas vezes levam à segregação de impurezas em demasia. [24] O aquecimento é feito, normalmente, por um filamento resistivo acoplado ao manipulador de amostras.

### 2.3.2 *Sputtering*

*Sputtering*, ou pulverização catódica, além de ser uma técnica física amplamente utilizada para deposição de filmes finos metálicos e de semicondutores, é uma escolha eficaz para limpeza *in situ* da superfície de amostras, por ser prática e de fácil incorporação em UHV. Em geral, limpeza de superfície significa remoção de contaminantes "naturais", isto é, espécies contendo H, C e O, que formam camadas superficiais de alguns nanômetros de espessura. [24]

A ideia central do *sputtering* é remover camadas atômicas da superfície pelo bombardeio de íons de gás nobre (usualmente  $\text{Ar}^+$  e  $\text{Ne}^+$ ). Normalmente, é preciso realizar *annealing* posteriormente, a fim de diminuir os efeitos colaterais causados pelo bombardeamento iônico, tais como a adsorção dos íons e a erosão da superfície. O número de ciclos de *sputtering-annealing* depende da quantidade suficiente de camadas retiradas para se obter uma superfície idealmente limpa. [24]

# 3 Metodologia

## 3.1 Preparação de superfície via *sputtering/annealing*

*Seção baseada em Van-Hove, Weinberg e Chan.*

A primeira etapa dos experimentos LEED é comum a praticamente todos os experimentos de superfície: a preparação da superfície. É necessário cortar uma fatia do cristal de aproximadamente 1 mm (ou menos) de espessura e aproximadamente 1 cm de diâmetro. Uma ou ambas as faces da amostra resultante devem ser orientadas de até 1° da orientação cristalográfica desejada. Isso é facilmente alcançado com materiais que clivam ao longo do plano desejado, mas a maioria dos materiais deve ser cortada com grande precisão (0, 1°) de orientação.

Pode-se obter um nivelamento óptico da superfície através de uma sucessão de etapas de polimento mais fino. O nivelamento em escala atômica é obtido por *annealing*. Durante esse processo, um padrão LEED nítido se torna visível. A pureza química da superfície pode ser obtida por esse aquecimento por meio da dessorção no vácuo, porém frequentemente observa-se que impurezas não voláteis segregam para a superfície. Essas impurezas podem ser removidas por métodos de limpeza química (por exemplo, ciclos de oxidação e redução) ou por *sputtering*, seguido por um ciclo adicional de *annealing*.

Uma vez que uma superfície limpa e ordenada satisfatoriamente tenha sido obtida, pode-se desejar adsorver as concentrações de átomos ou moléculas em monocamada. Em muitos casos, isso é conseguido por exposição da superfície a gases moleculares. Assim, a adsorção atômica é obtida por decomposição molecular.

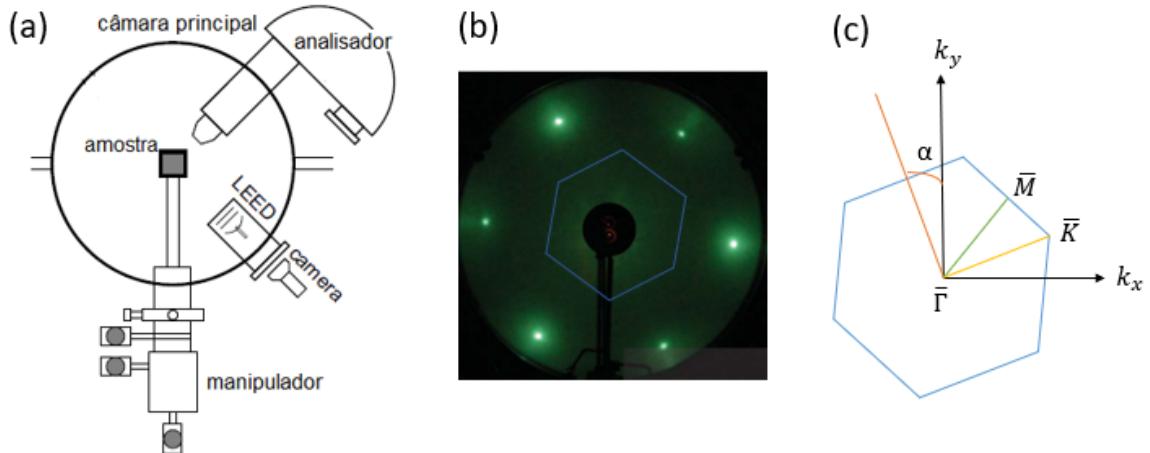
## 3.2 Experimento LEED

Após a preparação da superfície, a orientação da amostra é dada de maneira indireta observando a rede recíproca através da técnica LEED. A disposição desse equipamento na câmara de ARPES está representada na Figura 7-a. O intuito é orientar a amostra de forma que a direção de interesse contida na primeira zona de Brillouin da superfície esteja alinhada com a direção de detecção do analisador. Isso é necessário do ponto de vista técnico, pois facilita a análise dos dados de ARPES posteriormente.

A direção de detecção do analisador depende de como ele está disposto na estação experimental. No caso do Sirius, é a direção horizontal, que corresponde ao eixo  $k_x$  representado na Figura 7-c. No exemplo da Figura 7-b, para o Cu(111), que possui

rede hexagonal, a zona de Brillouin vista no LEED é tal que possui um ângulo  $\alpha$  em relação aos eixos ortogonais.

Figura 7 – Experimento LEED. (a) Disposição do LEED na câmara principal de ARPES. (b) Padrão LEED do Cu(111), limpa, com energia cinética dos elétrons de 70 eV e zona de Brillouin em azul. (c) Zona de Brillouin destacada. Supõe-se uma rotação de  $\alpha$  em relação aos eixos ortogonais.



Fonte: (a,c) Autor. (b) State University of New York.

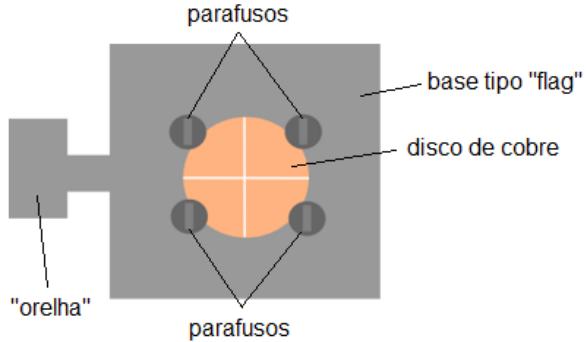
Supondo que se deseja medir a dispersão na direção  $\bar{\Gamma} - \bar{K}$ , poderia-se girar a amostra de  $\alpha$  no sentido horário, a fim de que tal direção coincida com o eixo de detecção  $k_x$ . Em outro caso, supondo que se deseja medir a dispersão na direção  $\bar{\Gamma} - \bar{M}$ , poderia-se girar a amostra de  $\alpha + 30^\circ$  no sentido horário.

Um software será desenvolvido para gerar um sistema de medidas de ângulos por cima da imagem do LEED, a partir do centro da imagem (o centro será padronizado), para analisar a orientação da amostra em relação a uma linha horizontal fixa. Assim, torna-se possível extrair o ângulo necessário para rotacionar a amostra. Esse alinhamento é feito utilizando a mesa-goniômetro, cujo procedimento é descrito a seguir.

### 3.3 Alinhamento de amostras com a mesa-goniômetro

O porta-amostras (Figura 8) consiste numa base tipo *flag*, com uma usinagem circular no centro onde é encaixado um disco de cobre, por cima do qual é colada ou fixada a amostra. O disco de cobre é fixado com parafusos e contém dois riscos marcados em formato de cruz simétrica, com a intersecção cruzando o centro. Um dos riscos é alinhado à "orelha" da base tipo *flag*, de forma a servir de referência para o ângulo de alinhamento.

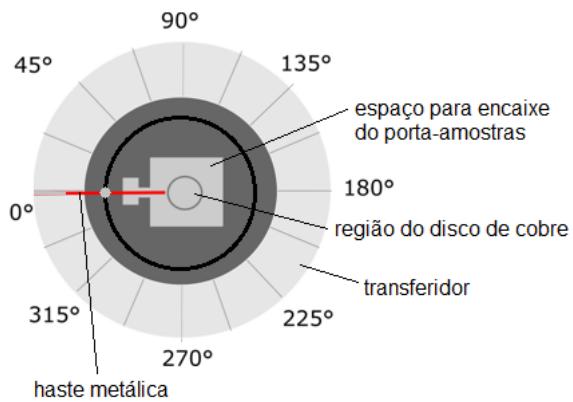
Figura 8 – Esboço do porta-amostras tipo *flag*.



Fonte: Autor

A mesa para alinhamento (Figura 9) consiste num goniômetro (instrumento que mede posição angular e permite que um objeto seja girado com precisão) circular, com um transferidor com marcações de  $1^\circ$  de precisão, e que contém uma usinagem no centro com a área do porta-amostras, onde ele é instalado. Uma haste metálica fina liga o porta-amostras ao goniômetro e indica o ângulo necessário para girar a placa de cobre. A haste é fixada à mesa por um conjunto de peças rosqueadas, podendo ser removida ou afrouxada. O conjunto encaixa no vão da mesa de tal maneira que possui liberdade para mover-se em torno dela. A haste tem um comprimento que vai desde o marcador até a circunferência da região onde é posicionado o disco de cobre. Outros detalhes e os desenhos dos projetos da mesa estão dispostos na seção 4.1.

Figura 9 – Esboço da mesa-goniômetro.

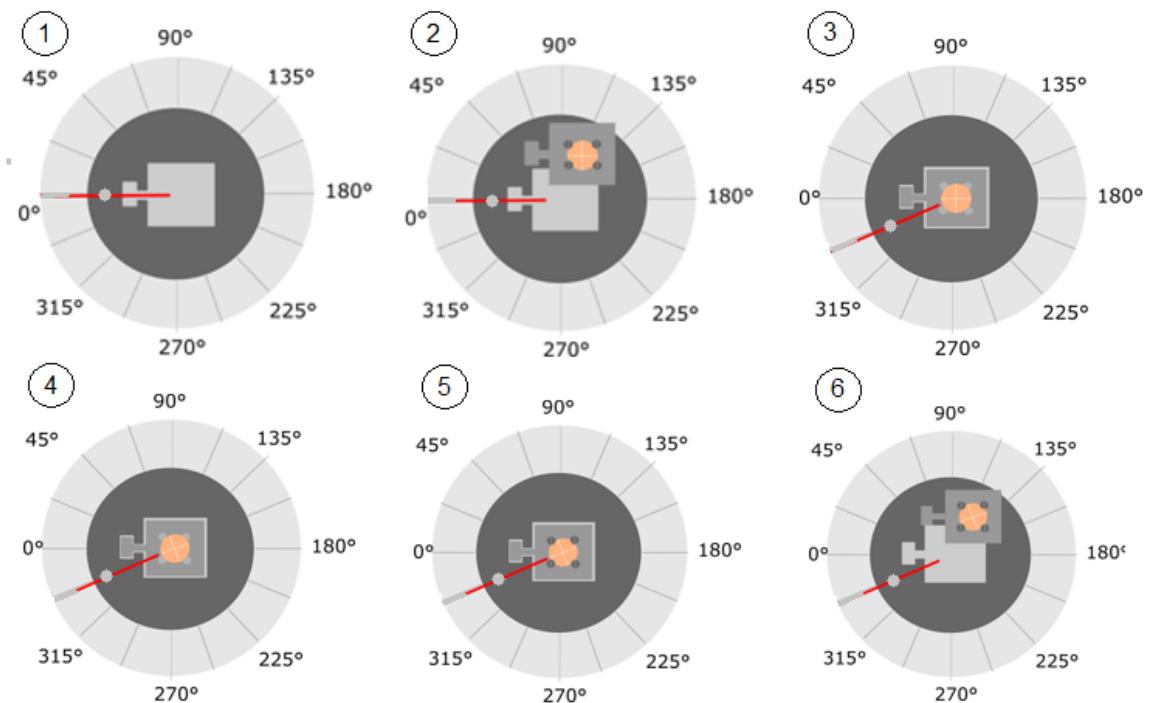


Fonte: Autor

O procedimento para o alinhamento na mesa está esquematizado na Figura 10 e consiste nas seguintes etapas:

1. Retirar ou afrouxar a haste suficientemente para conseguir encaixar o porta-amostras;
2. Com uma pinça, posicionar o porta-amostras no espaço adequado no centro da mesa, de tal maneira que a haste metálica fique por cima da "orelha" da base tipo *flag* e colinear com o risco do disco de cobre, na posição  $0^\circ$  do transferidor;
3. Retirar, com cuidado, os parafusos de fixação do disco de cobre à base do porta-amostras, mantendo a peça posicionada e rotacionar a haste metálica até a posição do ângulo de giro necessário observado na imagem do LEED;
4. Girar o disco de cobre, sem mexer na base do porta-amostras, de tal maneira que o risco fique novamente colinear com a haste metálica, na nova posição angular desejada;
5. Fixar o disco com os parafusos;
6. Com uma pinça, retirar o porta-amostras da mesa.

Figura 10 – Esquema do procedimento de alinhamento utilizando a mesa-goniômetro.



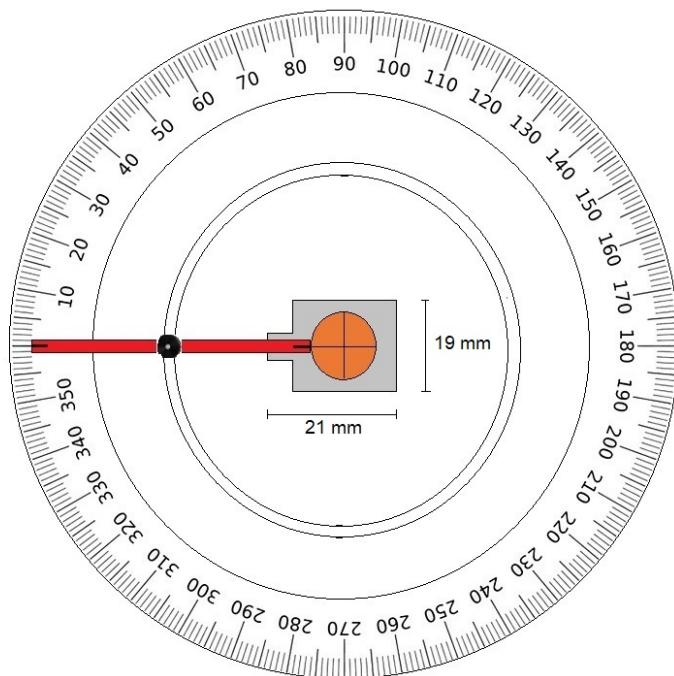
Fonte: Autor

## 4 Resultados e discussão

### 4.1 Projeto da mesa-goniômetro

Os softwares de desenho utilizados no trabalho foram o Inkscape e o Autodesk Inventor®. O esboço do projeto da mesa-goniômetro está representado na Figura 11. Para que a haste não fique muito comprida, a mesa foi projetada para ter um diâmetro em torno de 15 cm, podendo comportar um transferidor comercial padrão. As dimensões do porta-amostras são de, aproximadamente, 2 cm, o que justifica a necessidade de manipulá-lo com uma pinça.

Figura 11 – Esboço do projeto da mesa-goniômetro, fora de escala. As dimensões aproximadas do porta-amostras estão representadas. O diâmetro da mesa é de 15 cm.

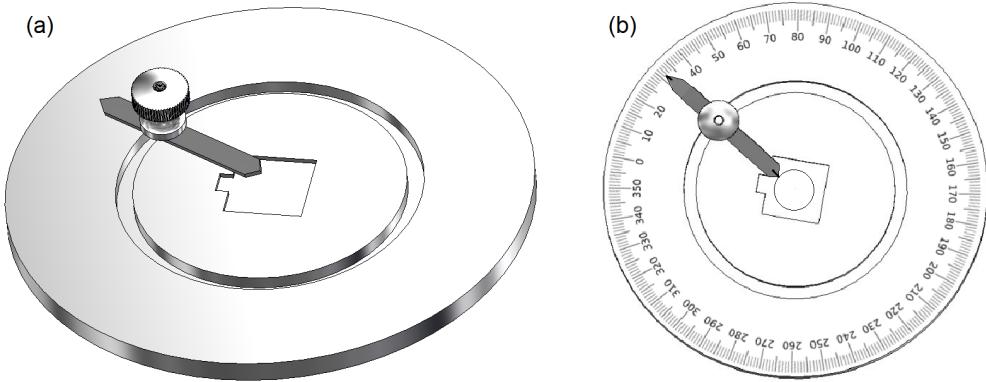


Fonte: Autor

A base da mesa-goniômetro tem altura adequada para que o vão de coroa circular tenha a profundidade suficiente para comportar a peça móvel sobre a qual a haste é fixada. A profundidade da área onde o porta-amostras é fixado é igual à sua espessura: 1 mm. O transferidor é colado por cima da base, de forma que coincida com a circunferência externa da mesma. O desenho 3D está representado na Figura 12. A base pode ser fabricada com um polímero resistente por manufatura aditiva numa

impressora 3D ou outro processo conveniente. É intuito que isso seja feito na oficina do LNLS.

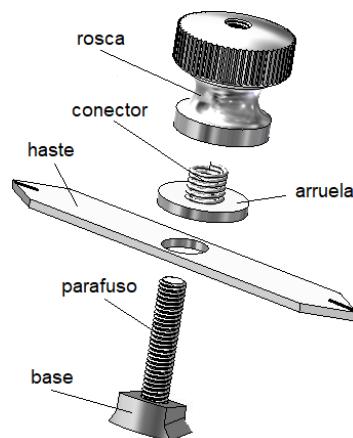
Figura 12 – (a) Desenho 3D da base da mesa-goniômetro. O vão circular é onde encaixa a peça móvel na qual a haste é fixada. (b) O transferidor é colado e coincide com a circunferência da base.



Fonte: Autor

A haste metálica é fixada à base por um conjunto de peças representadas na Figura 13. A base do pino tem a forma exata para encaixar no vão, sem deixar que o conjunto balance, porém tem liberdade para movimentar-se dentro dele. A rosca, o conector e a arruela permitem afrouxar ou desencaixar a haste da mesa, facilitando a fixação do porta-amostras, bem como apertar a haste para que ela fique estática. Isso permite fixá-la no ângulo de que precisar.

Figura 13 – Desenho 3D esquemático das peças de encaixe da haste. O pino abaixo possui uma base que se move dentro do vão da base da mesa. A rosca permite afrouxar ou retirar haste.



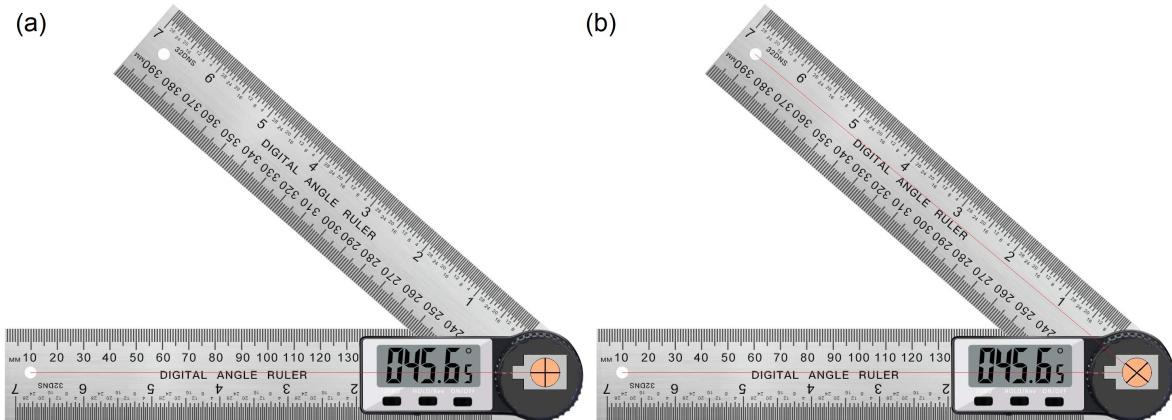
Fonte: Autor

Vale destacar que o erro da medida do ângulo devido ao instrumento é de metade da menor divisão, i.e.,  $0,5^\circ$ . Isso dá um erro de, aproximadamente, 1% ( $\text{sen}0,5^\circ$ ) na medida do momento do elétron. Além disso existem, pelo menos, duas fontes de imprecisão: a primeira é o erro de paralaxe ao rotacionar a haste metálica até a marca do ângulo requerido e a segunda, ao girar a chapa de cobre e alinhá-la com a marca na haste. No entanto, se a marca na extremidade da haste que alinha com o transferidor for da mesma cor e espessura que a marcação neste, e o mesmo ocorrer para a marca que alinha com a chapa de cobre, tais erros são minimizados.

## 4.2 Projeto de régua angular digital adaptada

Alternativamente ao projeto da mesa, desenvolveu-se uma ideia para adaptar uma régua angular digital comercial ao mesmo problema de alinhamento de amostras. A vantagem, nesse caso, seria uma melhor resolução – de  $0,1^\circ$  –, assim como a eliminação do erro de paralaxe na demarcação do ângulo de giro, uma vez que ele seria dado pelo mostrador digital da régua. A Figura 14 mostra como seria feito o alinhamento usando essa régua: após fixar o porta-amostras com o risco da chapa de cobre alinhado à "orelha", bastaria girar a régua móvel do ângulo desejado e realinhar a chapa de cobre com o eixo da régua girada.

Figura 14 – Esquema do alinhamento usando a régua digital. (a) risco da chapa de cobre alinhado com a régua fixa; (b) risco da chapa de cobre alinhado com a régua móvel girada.

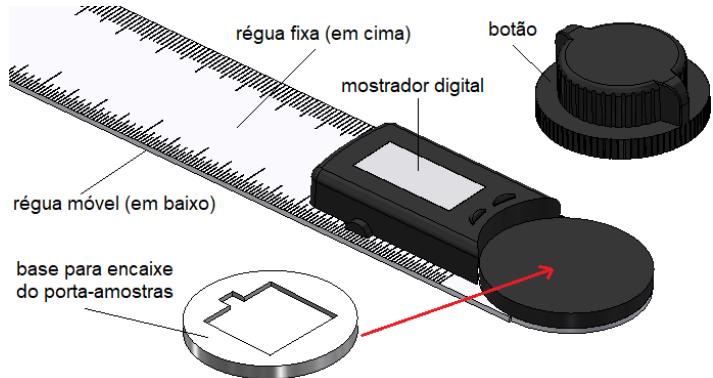


Fonte: Autor

Observando o funcionamento de uma régua angular digital comercial, verifica-se que ela possui um botão que gira junto com a régua móvel e é usado para fixá-la numa posição quando se atinge o ângulo que se quer medir. A ideia do projeto é retirar esse botão para colar uma peça fabricada com a área destinada ao porta-amostras, de forma

que ela fique estática na régua fixa. O esquema dessa adaptação está representado na Figura 15.

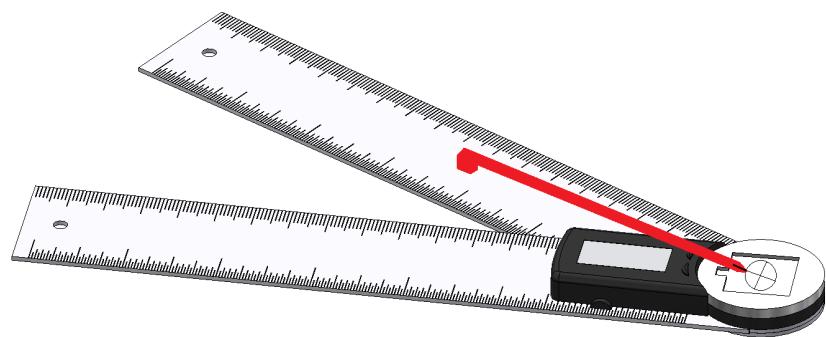
Figura 15 – Esquema para adaptar a régua com uma peça suporte do porta-amostras.



Fonte: Autor

No entanto, para que se tenha uma boa referência para o alinhamento do risco da chapa de cobre com o eixo da régua móvel, é necessária uma haste, com altura em relação à régua suficiente para alcançar o porta-amostras e com o comprimento adequado para encostar na circunferência da chapa de cobre. A representação disso está na Figura 16.

Figura 16 – Esquema para adaptar a régua com uma haste de encaixe.



Fonte: Autor

Uma vez que a régua móvel fica embaixo da régua fixa, duas soluções são possíveis para a adaptação da haste: (a) uma haste removível, que deverá ser posicionada apenas quando a régua móvel já estiver girada. Para tal, pode-se fazer uma usinagem na régua móvel, como um furo ou um vão quadrado, com as medidas da base da haste, de maneira a encaixá-la; ou (b) uma haste fixa. Para tal, pode-se recortar na régua fixa um pedaço retangular aberto num lado, com a largura da base da haste, para servir de entrada para a haste. Essa segunda ideia possui a vantagem de prevenir que a haste seja perdida.

### 4.3 Especificação de conjuntos ópticos

Os dois conjuntos ópticos (câmeras e lentes) aqui especificados têm por objetivo auxiliar o alinhamento do feixe de luz síncrotron incidente na amostra, dentro da câmara principal de ARPES, assim que a linha de luz SAPÊ estiver operacional. O ponto de luz é de, aproximadamente,  $20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$ , podendo ser aumentado até  $100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ .

Uma das câmeras ficará posicionada numa janela óptica a uma distância da amostra de, aproximadamente, 20 cm. Após a especificação de alguns modelos comerciais, foi escolhida a câmera *Basler Ace acA1300-75gm GigE Monochrome Camera* e a lente telecêntrica da *TechSpec® 220 mm WD CompactTL™*. Os dados desses modelos que foram utilizados nos cálculos para especificação estão dispostos no Anexo A.

O campo de visão horizontal, HFOV (*Horizontal Field of View*) é o comprimento da área visível do objeto sob inspeção, ou seja, a porção do objeto que preenche o sensor da câmera. A fim de determinar a resolução do sistema, calculou-se o tamanho de pixel esperado, relacionado com o HFOV pela razão:

$$\text{tamanho de pixel esperado} = \frac{\text{HFOV}}{\text{número de pixels}} \quad (4.1)$$

Para determinar a resolução espacial do objeto, i.e., o mínimo que pode ser visualizado pelo sistema, utiliza-se a relação com a magnificação primária, PMAG (*Primary Magnification*), que determina o quanto do objeto preenche a matriz do sensor da câmera e, nesse caso, é fixa. A relação é dada por:

$$\text{resolução espacial do objeto} = \frac{\text{tamanho do pixel}}{\text{PMAG}} \quad (4.2)$$

Os resultados estão dispostos na Tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros calculados para especificação do primeiro conjunto óptico.

Parâmetro	Valor calculado
tamanho de pixel esperado	$5\text{ }\mu\text{m}$
resolução espacial do objeto	$4,8\text{ }\mu\text{m}$

Fonte: Autor

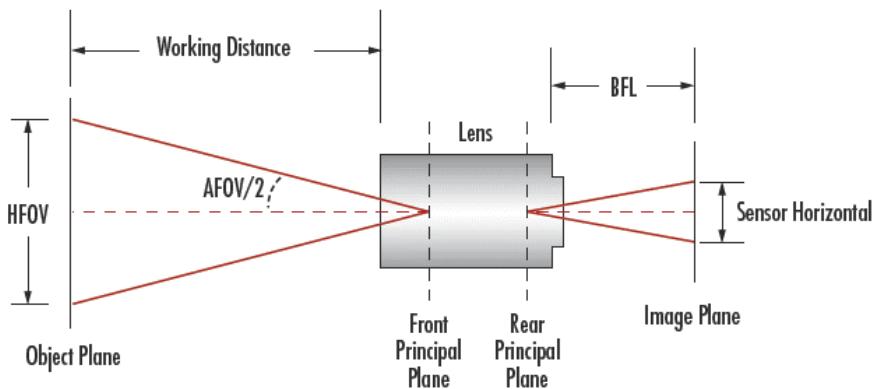
Isso significa que o menor "ponto" que pode ser visualizado pelo sistema é de  $4,8\text{ }\mu\text{m} \times 4,8\text{ }\mu\text{m}$ . Para o caso de um ponto luminoso de  $20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$ , tem-se 4 x 4 pixels de resolução, o que é suficiente para diagnóstico.

Para a outra câmera, a ideia é que ela substitua um laser posicionado no analisador, estando a uma distância da amostra de, aproximadamente, 1 m. Devido ao fato de que o laser é facilmente desalinhado, essa câmera otimizaria o processo de

alinhamento. Após a especificação de alguns modelos comerciais, foi escolhida a câmera *Basler Ace acA3088-57um USB 3.0 Monochrome Camera* e a lente de distância focal fixa da *TechSpec® 100 mm C Series*. Os dados desses modelos que foram utilizados nos cálculos para especificação estão dispostos no Anexo B. Para esse sistema, foram necessários cálculos adicionais, descritos a seguir.

No caso de lentes de distância focal fixa, o HFOV é calculado de acordo com a distância de trabalho, WD (*Working Distance*) e o ângulo do campo de visão fixo da lente, AFOV (*Angular Field of View*). Tais grandezas estão representadas na Figura 17.

Figura 17 – Parâmetros numa lente de distância focal fixa.



Fonte: Edmund Optics®

Da Figura 17, pode-se concluir que:

$$\text{HFOV} = 2 \cdot \text{WD} \cdot \tan\left(\frac{\text{AFOV}}{2}\right) \quad (4.3)$$

O tamanho do sensor é a área ativa do sensor da câmera, tipicamente especificado na dimensão horizontal. É um parâmetro importante para determinar a magnificação apropriada de lente e o campo de visão desejado. É dado por:

$$\text{tamanho do sensor} = \text{tamanho do pixel} \cdot \text{número de pixels} \quad (4.4)$$

Também é necessário calcular a PMAG para esse sistema, de acordo com a HFOV encontrada, a fim de utilizar a eq. (4.2) para encontrar o menor ponto resolvível. Por definição, a PMAG é a proporção entre o campo de visão e o tamanho do sensor, ou seja:

$$\text{PMAG} = \frac{\text{tamanho do sensor}}{\text{HFOV}} \quad (4.5)$$

A distância focal, por sua vez, pode ser calculada como:

$$f = \frac{\text{tamanho do sensor} \cdot \text{WD}}{\text{HFOV}} \quad (4.6)$$

Seguindo-se as equações anteriores e utilizando os dados no Anexo B, foram calculados tais parâmetros para a especificação do conjunto e os valores obtidos estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2 – Parâmetros calculados para especificação do segundo conjunto óptico.

Parâmetro	Valor calculado
HFOV	71,6 mm
tamando de pixel esperado	23,2 $\mu\text{m}$
tamanho de sensor	7,41
PMAG	0,103 X
distância focal $f$	103,5 mm
resolução espacial do objeto	23,3 $\mu\text{m}$

Fonte: Autor

Assim, embora a distância de trabalho (1 m) seja demasiada grande para a visualização do feixe, espera-se, com esse conjunto especificado, apenas enxergar o ponto luminoso, com uma resolução espacial calculada de  $23,3 \mu\text{m} \times 23,3 \mu\text{m}$ , a fim de garantir que ele está incidindo na região central da amostra. Para isso, será necessário aumentar um pouco o tamanho do feixe.

## 5 Conclusão

Foi possível abranger os principais aspectos do projeto da mesa-goniômetro, no que se refere ao *design* conceitual das peças e de sua montagem, além da metodologia de alinhamento de amostras usando a mesa e, alternativamente, a régua angular digital adaptada. Espera-se, assim, que os desenhos sirvam de modelo para o grupo de projetistas de peças do LNLS. Ademais, foi abordado o uso da técnica LEED para estabelecer o ângulo do qual a amostra precisa ser girada e, com isso, otimizar o alinhamento de amostras na estação experimental de ARPES. Como etapa posterior, será desenvolvido um software com a finalidade de demarcar tal ângulo na imagem de LEED.

Além disso, acredita-se que os modelos de câmeras e lentes especificados correspondam com a necessidade de visualização do feixe de luz síncrotron incidente na amostra, nas distâncias de trabalho de 1 m, para inspeção, com baixa resolução, e de 20 cm, para diagnóstico e alinhamento, com melhor resolução.

O trabalho, no geral, pode trazer discussões e ideias que darão um boa contribuição para a linha SAPÊ do Sirius. No mais, incentivou o aprofundamento do conhecimento sobre ARPES e técnicas auxiliares como o LEED e preparação de amostras, bem como trouxe aprendizado técnico sobre desenvolvimento de instrumentação científica.

# Anexo A: *Datasheet* do conjunto óptico selecionado para WD = 20 cm

Tabela 3 – Dados da câmera selecionada para WD = 20 cm.

Fabricante	Basler	Formato do sensor	1/2"
Modelo	acA1300-75gm	Pixels (H x V)	1.280 x 1.024
Tipo	Monochrome	Pixel size ( $\mu$ m)	4,8
Tipo de sensor	CMOS	Dimensões (mm)	42 x 29 x 29
Video Output	GigE	Imaging Device	PYTHON 1300
Frame Rate (fps)	88	Mount	C-Mount
Peso (g)	90,00		

Fonte: Edmund Optics®

Tabela 4 – Dados da lente selecionada para WD = 20 cm.

Fabricante	TechSpec®	Comprimento (mm)	166,48
Modelo	220 mm WD CompactTL™	Diâmetro externo (mm)	36,0
Tipo	Telecentric Lens	Nº de elementos (grupos)	5 (4)
WD (mm)	220 $\pm$ 2	Mount	C-Mount
PMAG	1X	Distorção	0,025%
HFOV <sup>1</sup>	6,4 mm	Numerical Aperture	0,044
Peso (g)	131	Aperture (f/#)	f/11

Fonte: Edmund Optics®

<sup>1</sup>Para o sensor de 1/2"

## Anexo B: *Datasheet* do conjunto óptico selecionado para $WD = 1\text{ m}$

Tabela 5 – Dados da câmera selecionada para  $WD = 1\text{ m}$ .

Fabricante	Basler	Formato do sensor	1/1,8"
Modelo	acA3088-57um	Pixels (H x V)	3.088 x 2.064
Tipo	Monochrome	Pixel size ( $\mu\text{m}$ )	2,4
Tipo de sensor	CMOS	Dimensões (mm)	29,3 x 29 x 29
Video Output	USB 3.0	Imaging Device	Sony IMX178
Frame Rate (fps)	59	Mount	C-Mount
Peso (g)	80,00		

Fonte: Edmund Optics®

Tabela 6 – Dados da lente selecionada para  $WD = 1\text{ m}$ .

Fabricante	TechSpec®	Comprimento (mm)	92,1
Modelo	100 mm C Series	Diâmetro externo (mm)	52,0
Tipo	Fixed Focal Length Lens	Nº de elementos (grupos)	7 (6)
WD (mm)	750– $\infty$	Mount	C-Mount
PMAG	0 – 0,160 X	Distorção <sup>1</sup>	0,1%
HFOV <sup>1,2</sup>	45,2 mm – 4,1°	Numerical Aperture <sup>1</sup>	0,014
Peso (g)	257	Aperture (f/#)	f/2,8–f/22

Fonte: Edmund Optics®

<sup>1</sup>Na distância mínima  $WD = 750\text{ mm}$

<sup>2</sup>Para o sensor de 1/1,8"

## Referências

- 1 CNPEM. *Relatório Plurianual 2010-2020*. Campinas, 2020.
- 2 LV, B.; QIAN, T.; DING, H. Angle-resolved photoemission spectroscopy and its application to topological materials. *Nat. Rev. Phys.*, v. 1, p. 609–626, 2019.
- 3 YANG, H. et al. Visualizing electronic structures of quantum materials by angle-resolved photoemission spectroscopy. *Nat. Rev. Mat.*, v. 3, 2018.
- 4 EINSTEIN, A. Über einen dir Erzeugung und Versandlung des Lichtes betreffenden heuristischen Gesichtspunkt. *Annalen der Physik*, v. 17, p. 132–148, 1905. Traduzido para o inglês em: EINSTEIN, A. Concerning an Heuristic Point of View Toward the Emission and Transformation of Light. *American Journal of Physics*, v. 33, n. 5, p. 1-16, 1965.
- 5 TRAUM, M. M.; SMITH, N. V.; DISALVO, F. J. Angular Dependence of Photoemission and Atomic Orbitals in the Layer Compound 1T-TaSe<sub>2</sub>. *Phys. Rev. Lett.*, v. 32, p. 1241–1244, 1974.
- 6 SHEN, K. M. 3 - Ultraviolet photoemission spectroscopy (UPS) for in situ characterization of thin film growth. In: *In Situ Characterization of Thin Film Growth*. New York: Woodhead Publishing, 2011. p. 55–74.
- 7 ROHWER, T. et al. Collapse of long-range charge order tracked by time-resolved photoemission at high momenta. *Nature*, v. 471, p. 490–493, 2011.
- 8 JOZWIAK, C. et al. Spin-polarized surface resonances accompanying topological surface state formation. *Nature Communications*, v. 7, n. 13143, 2016.
- 9 MAHATHA, S. K.; PATEL, K. D.; MENON, K. S. R. Electronic structure investigation of MoS<sub>2</sub> and MoSe<sub>2</sub> using angle-resolved photoemission spectroscopy and ab initio band structure studies. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 24, n. 47, 2012.
- 10 HERDT, A. et al. Spin-polarization limit in Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> Dirac cone studied by angle- and spin-resolved photoemission experiments and ab initio calculations. *Phys. Rev. B*, v. 87, n. 035127, 2013.
- 11 O'CONNOR, J.; SEXTON, B.; SMART, R. S. C. *Surface Analysis Methods in Materials Science*. 2. ed. Berlin: Springer, 2003.
- 12 VAN-HOVE, M. A.; WEINBERG, W. H.; CHAN, C. M. *Low-Energy Electron Diffraction: Experiment, Theory and Surface Structure Determination*. 1. ed. Berlin: Springer, 1986.
- 13 DAMASCELLI, A.; HUSSAIN, Z.; SHEN, Z.-X. Angle-resolved photoemission studies of the cuprate superconductors. *Rev. Mod. Phys.*, v. 75, p. 473–541, 2003.
- 14 WILLMOTT, P. *An Introduction to Synchrotron Radiation: Techniques and Applications*. 2. ed. New Jersey: Wiley, 2019.

- 15 LAHOUD, E. et al. Evolution of the Fermi surface of a doped topological insulator with carrier concentration. *Phys. Rev. B*, v. 88, 2013.
- 16 MO, S.-K. Angle-resolved photoemission spectroscopy for the study of two-dimensional materials. *Nano Convergence*, v. 4, n. 6, 2017.
- 17 SATO, T.; TAKAHASHI, T. 1.11 - Angle-Resolved Photoemission Spectroscopy of Graphene, Graphite, and Related Compounds. In: *Comprehensive Semiconductor Science and Technology*. Amsterdam: Elsevier, 2011. p. 383–409.
- 18 YU, T. et al. The relevance of ARPES to high-T<sub>c</sub> superconductivity in cuprates. *npj Quantum Materials*, v. 5, n. 46, 2020.
- 19 SILVA, W. S. e. *Estudos das propriedades morfológicas e eletrônicas em: interfaces grafeno/metal e isolantes topológicos*. Tese (Doutorado em Ciências). Departamento de Física, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014. 109 p.
- 20 CATTELAN, M.; FOX, N. A Perspective on the Application of Spatially Resolved ARPES for 2D Materials. *Nanomaterials*, v. 8, 2018.
- 21 CASTILHO, C. M. C. et al. Difração de elétrons de baixa energia (LEED) e a determinação da estrutura atômica de superfícies ordenadas. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, v. 27, n. 4, p. 527–543, 2005.
- 22 SPELLER, S.; HEILAND, W.; SCHLEBERGER, M. Chapter 1 - Surface Characterization: Composition, Structure and Topography. In: *Handbook of Surfaces and Interfaces of Materials*. Burlington: Academic Press, 2001. p. 1–53.
- 23 SHANMUGHASUNDARAM, P.; DAHLE, A. K. Heat Treatment of Aluminum Alloys. In: *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Amsterdam: Elsevier, 2018.
- 24 TAGLAUER, E. Surface cleaning using sputtering. *Applied Physics A*, v. 51, p. 238–251, 1990.