

# Experimentálne metódy

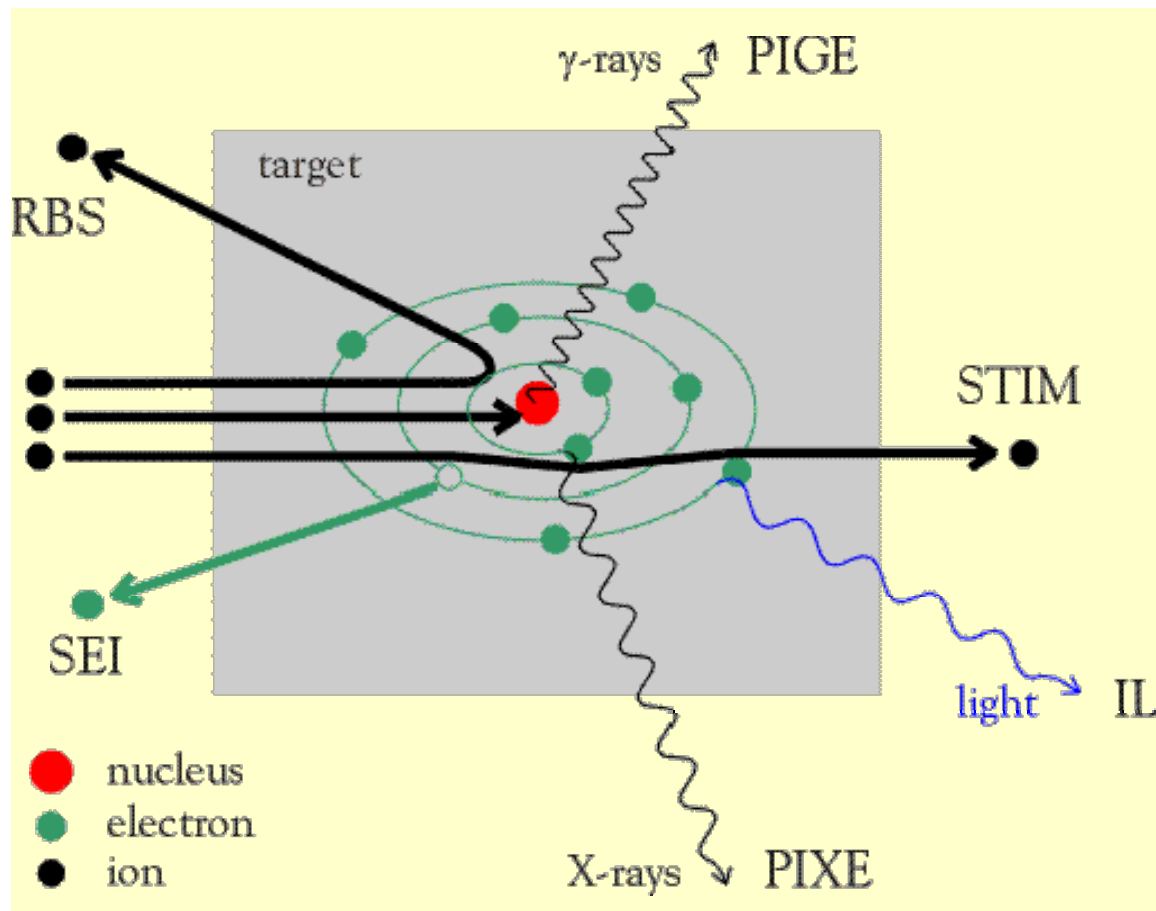
## Marcel MiGLiERiNi

### 12. ERDA, NRA

- princíp metódy ERDA
  - experimentálne usporiadanie
  - hĺbkové rozlíšenie
- princíp metódy NRA
  - jadrové reakcie
  - experimentálne usporiadanie

# Analýzy iónovými zväzkami

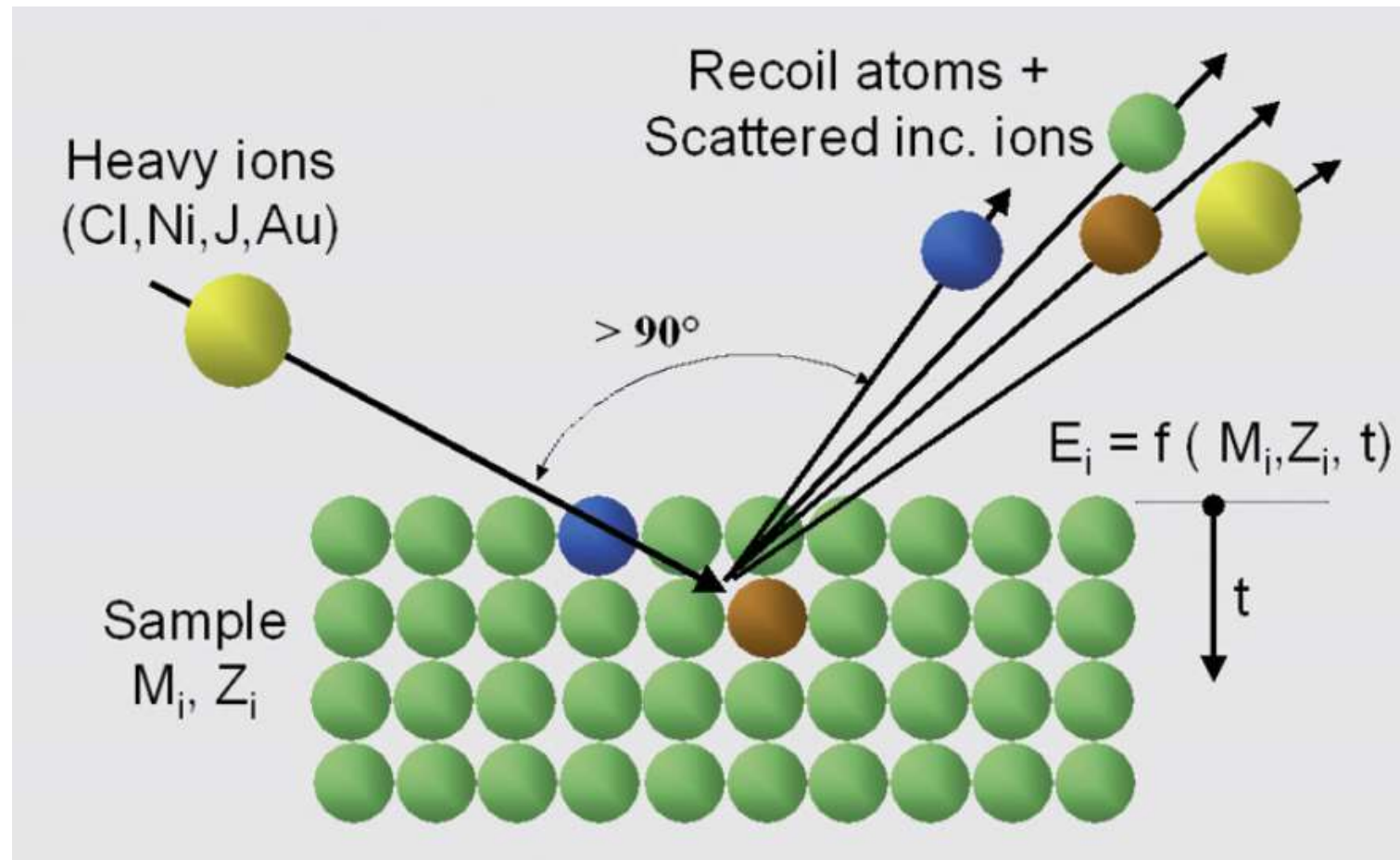
- Rutherford Backscattering Spectroscopy (RBS)
- Nuclear Reaction Analysis (NRA)
- Particle Induced X-ray Emission (PIXE)
- Particle Induced  $\gamma$ -ray Emission (PIGE)



- Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)
- Ion Beam Induced Current (IBIC)
- Scanning Transmission Ion Microscopy (STIM)
- Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS)

# Princíp ERDA

- pružný rozptyl dopadajúcich vysoko energetických ťažkých iónov (1 – 3 MeV/amu)
- profilovanie ľahkých jadier



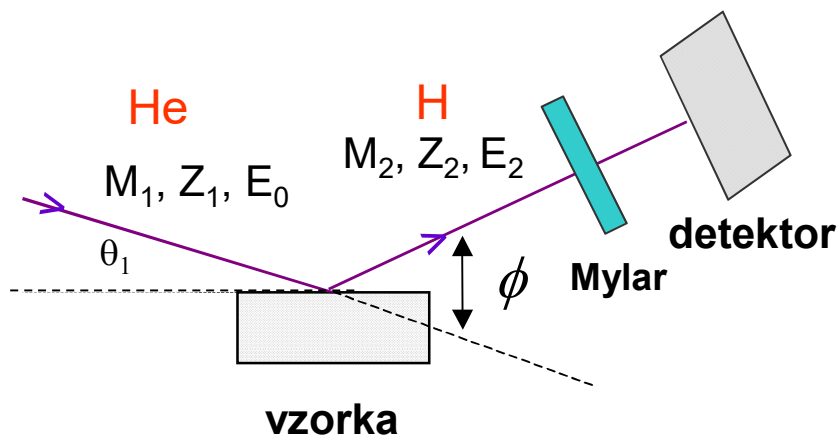
# EDRA – Elastic Recoil Detection Analysis

- pružný rozptyl ľahkých jadier po dopade ťažkých iónov
- detekcia ľahkých prvkov v ťažkých maticiach
  - identifikácia vodíka v tuhých látkach
- výhody:
  - súčasná identifikácia  $^1\text{H}$  a  $^2\text{H}$  hĺbkových profilov (pomocou  $\alpha$  častíc)
  - možnosť kombinácie s RBS
  - menšie poškodenie vyšetovaných materiálov
- nevýhody:
  - menšie hĺbkové rozlíšenie
  - menšia hĺbka analýzy
  - obmedzená geometria ožarovania a detekcie

# Experimentálne usporiadanie

- mód prevádzky
  - transmisný (pre veľmi tenké vzorky)
  - odraz pod malými uhlami (glancing geometry) – častejší
- kvantitatívna analýza pomocou štandardov

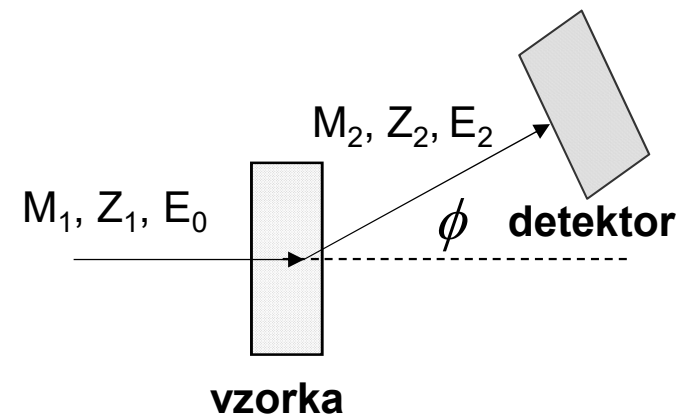
odrazová geometria



$$E_2 = K \cdot E_0$$

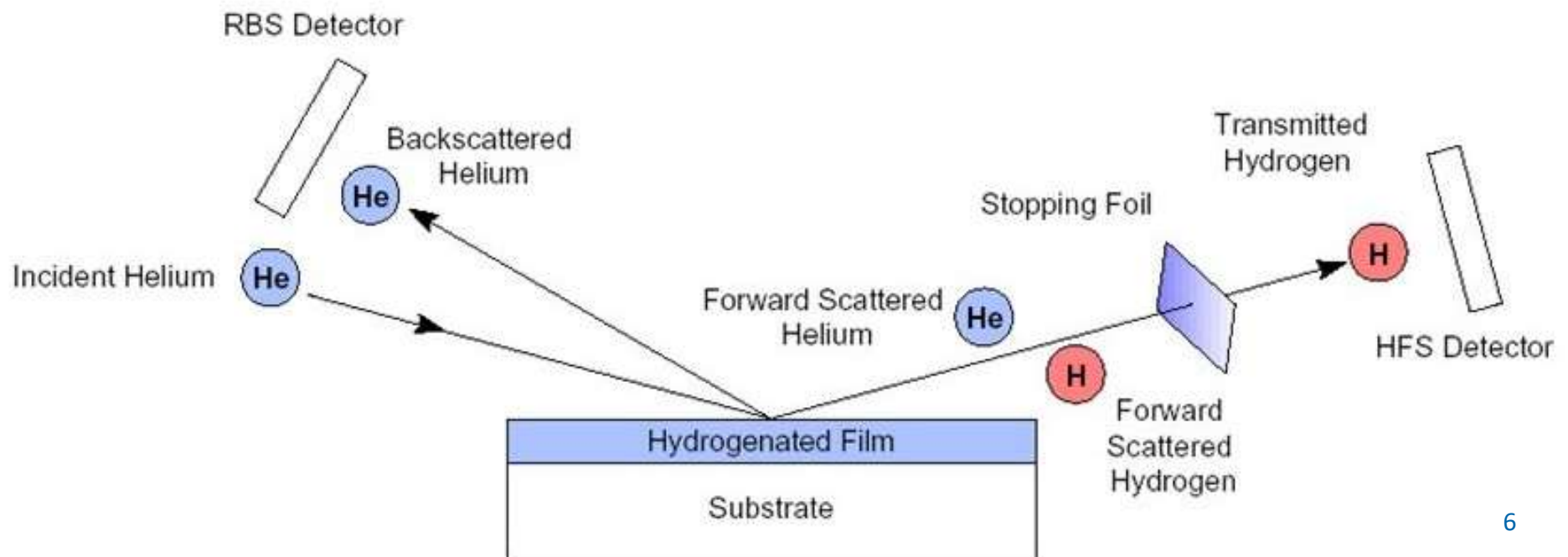
$$K = \frac{4M_1M_2 \cos^2 \phi}{(M_1 + M_2)^2}$$

transmisná geometria



# Typické charakteristiky

- dobrá citlivosť na ľahké prvky
- obmedzené hĺbkové rozlíšenie v dôsledku rozptylu bombardujúcich iónov vo vzorke: 10-50 nm
- hĺbka analýzy: niekoľko 100 nm
- detekčné limity: 0.1 % v objeme,  $5 \times 10^{14}$  at/cm<sup>2</sup> vo filme



# Híbkové rozlíšenie

- použitie iných detekčných techník
  - Braggovská ionizačná komora – separácia ľahkých častíc podľa Z
  - TOF (Time of Flight) – separácia podľa hmotnosti (Z) - izotopy
  - Si detektor – separácia H a He izotopov

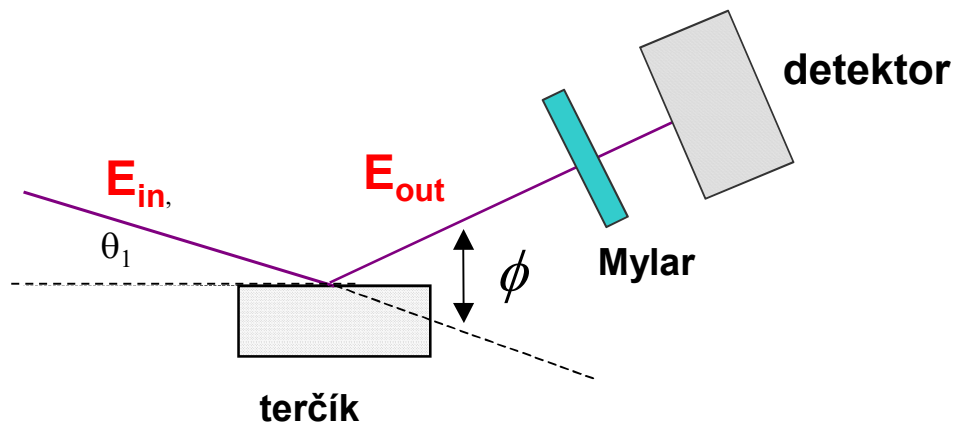
$$\Delta x = \frac{\Delta E}{R[S]}$$

kde:

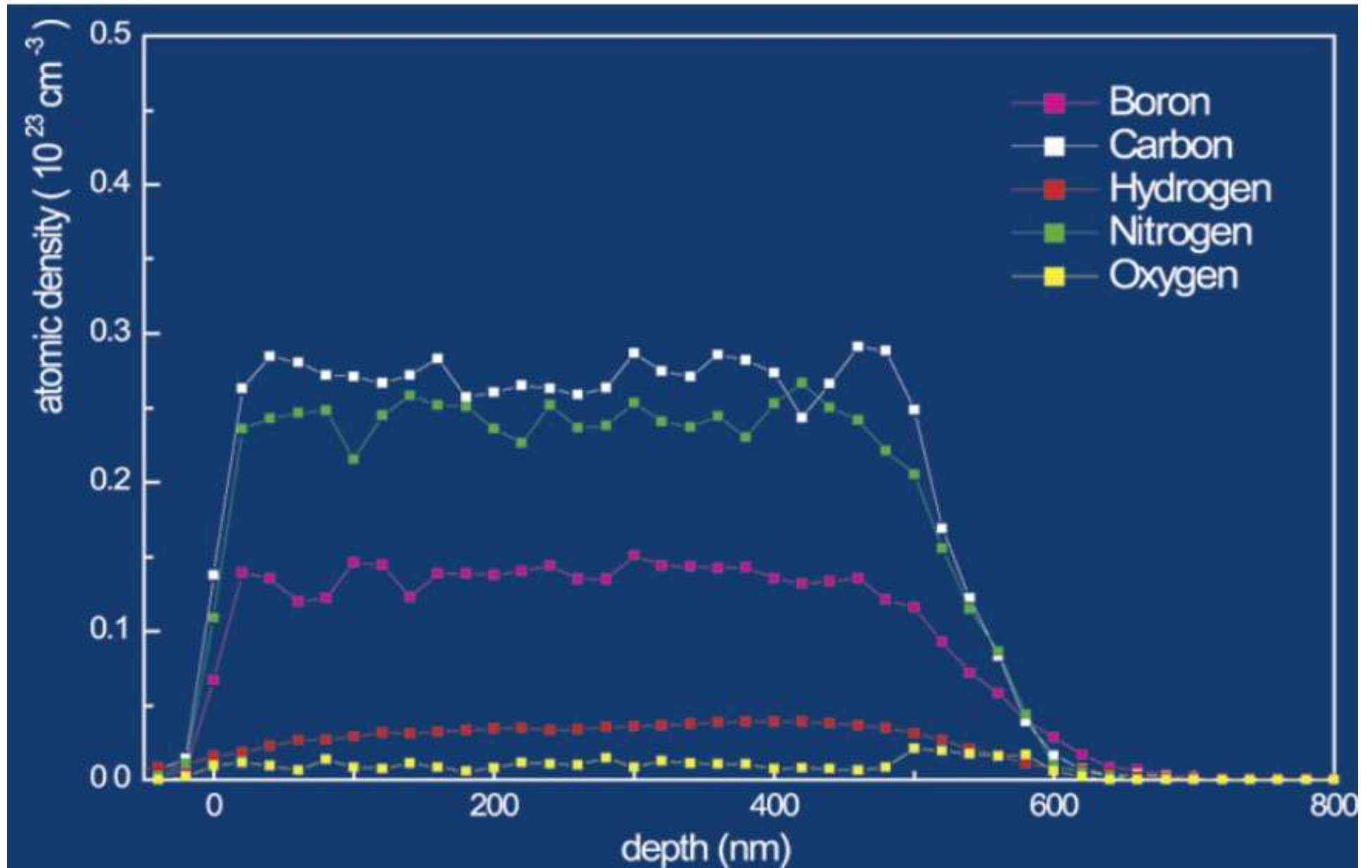
$$R = \frac{E_{\text{out}}}{E_{\text{in}}}$$



v porovnaní s RBS, tá istá energia bombardujúcich častíc poskytuje horšie híbkové rozlíšenie

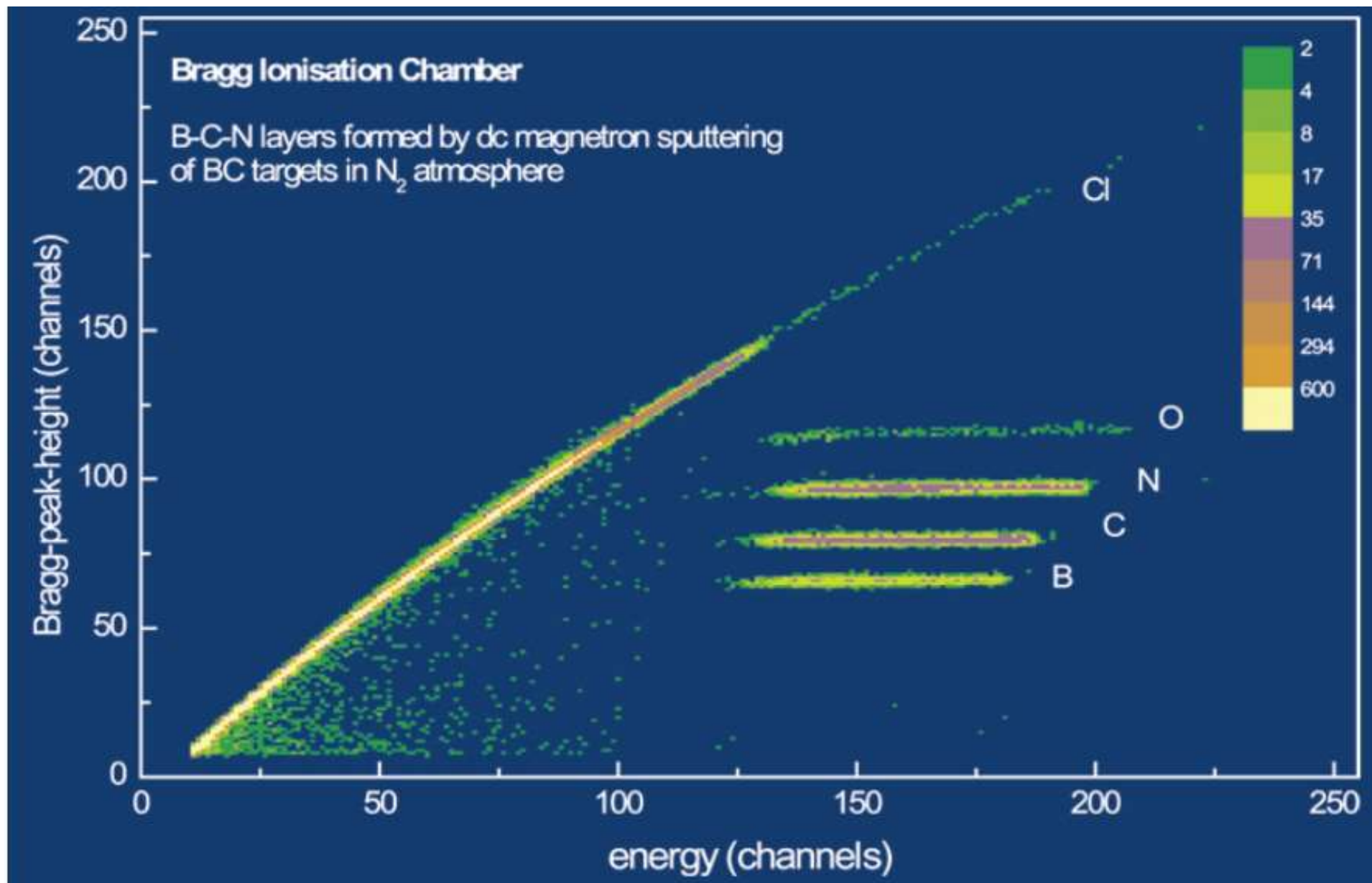


# ERDA spektrá



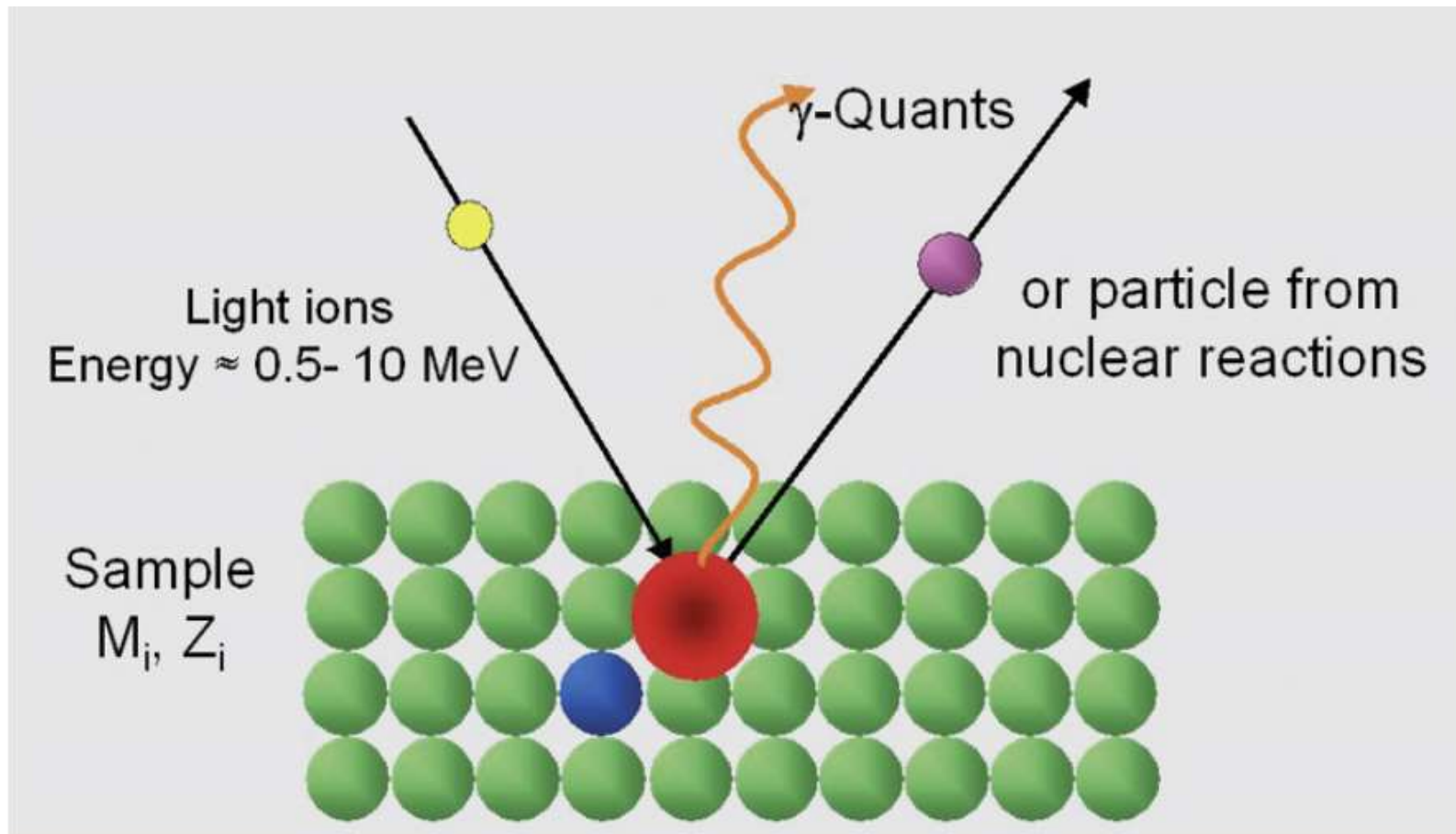


# Híbkový profil v tvrdom filme



# Princíp NRA

- jadrová reakcia medzi dopadajúcim iónom a prvkami terčika
- detekcia produktov reakcie ( $\gamma$  alebo častice)

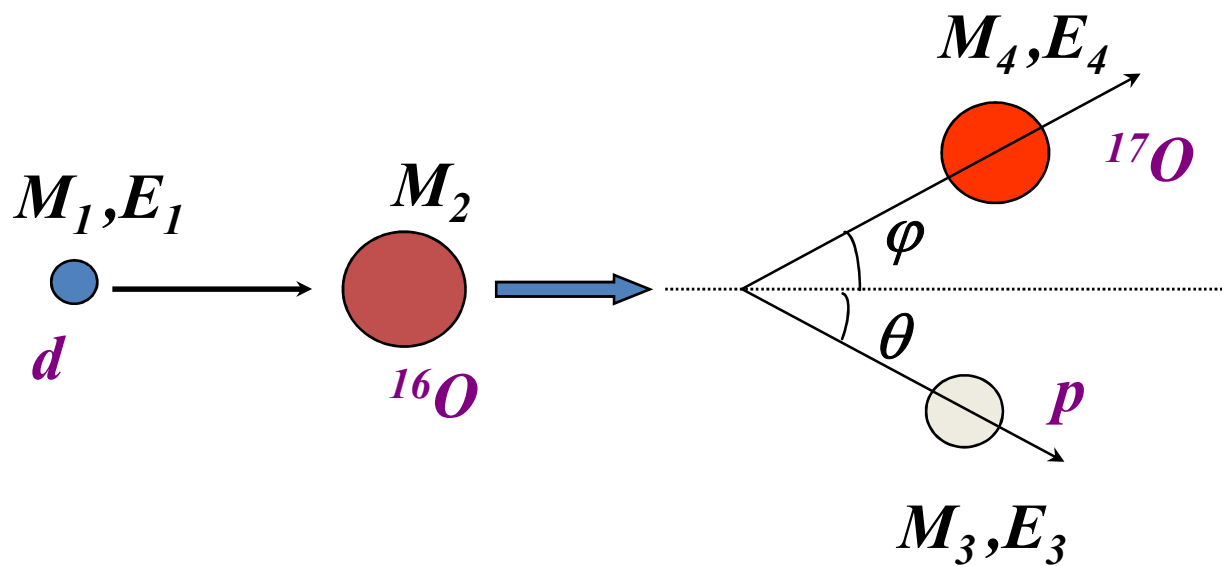
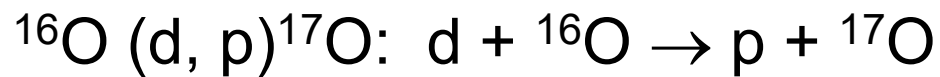


# NRA – Nuclear Reaction Analysis

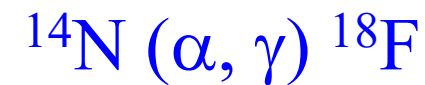
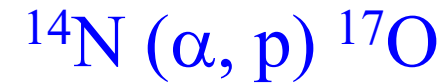
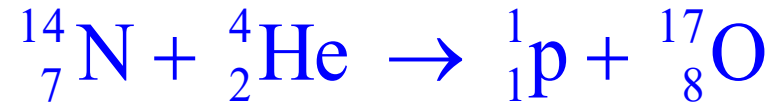
- detekcia ľahkých prvkov ( $Z < 18$ )
- izotopicky citlivá metóda
  - identifikácia a lokalizácia stopových prvkov
- analytická hĺbka: niekoľko 100 nm
- nedeštruktívna technika
  - žiadne laterálne rozlíšenie (1 mm<sup>2</sup>)
- energetická bilancia  $Q \neq 0$ 
  - exotermická reakcia
  - endotermická reakcia
- nepružný proces
  - dopadajúce častice  $\neq$  produkty reakcie
- kvantitatívna analýza
  - nezávislá na chemickom stave prvkov vo vzorke

# Experiment

- detekcia produktov reakcie
  - zmeranie  $E_3$  pre dané  $M_1, E_1, \theta \rightarrow$  identifikácia  $M_2$
  - spektrum  $n = f(E_3)$  dá hĺbkové rozloženie  $M_2 \rightarrow$  lokalizácia  $M_2$



# Jadrové reakcie



- NBS = Nuclear Backscattering Spectrometry
- NBS  $\neq$  RBS (vid'. NRBS)
  - účinný prierez môže byť podstatne väčší
  - lepšia citlivosť
  - napr. uhlík:  $\sigma_{5.7 \text{ MeV}} = 80 \sigma_{\text{RBS}}$   
kyslík:  $\sigma_{7.5 \text{ MeV}} = 140 \sigma_{\text{RBS}}$

# Mechanizmus reakcie

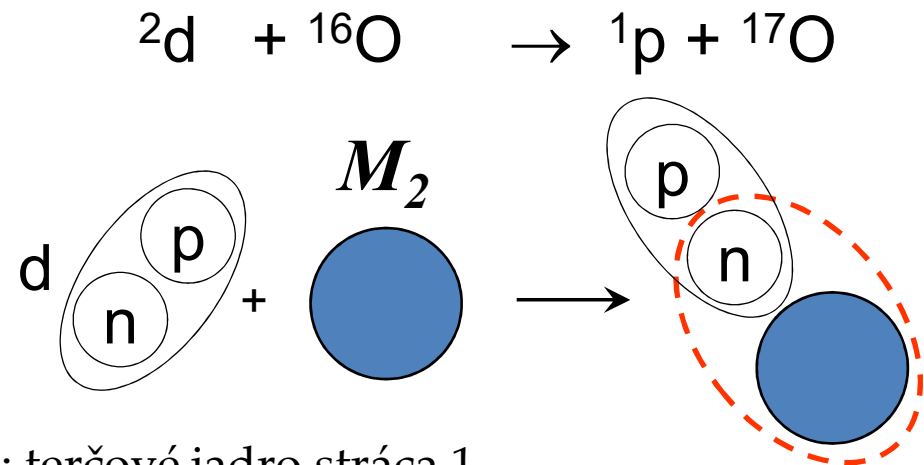
- zložené jadro

- všetky nukleóny sú „použité“:
  - $^{18}\text{F}^*$  - zložené jadro vo vzbudenom stave



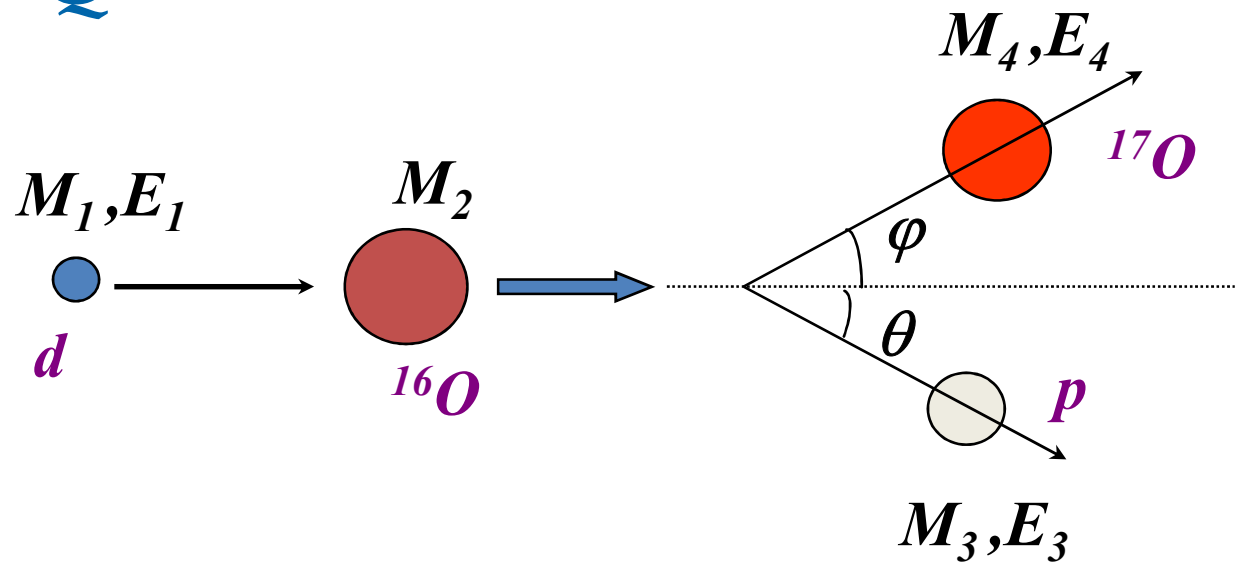
- priama reakcia

- len niektoré nukleóny sú „použité“
  - trhacia (strip) reakcia:



- vychytávacia (pick-up) reakcia: terčové jadro stráca 1 nukleón: reakcie (p, d), (d,  $\alpha$ )

# Reakčné teplo - Q



- zákon zachovania energie:

$$M_1c^2 + E_1 + M_2c^2 = M_3c^2 + E_3 + E_3^* + M_4c^2 + E_4 + E_4^*$$

- Q – rozdiel medzi konečnou a počiatočnou kinetickou energiou:  $Q = E_3 + E_4 - E_1$

- $Q_0 = M_1 + M_2 - (M_3 + M_4)$ : Q-hodnota základného stavu

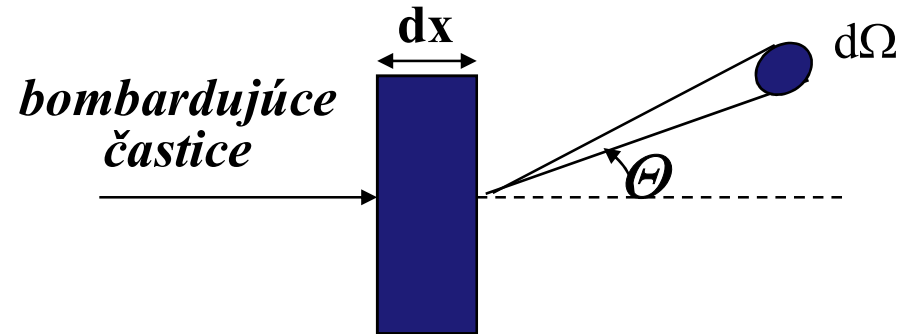
$Q > 0 \rightarrow$  **exoenergetická** reakcia (zisk kinetickej energie)

$Q < 0 \rightarrow$  **endoenergetická** reakcia (prahová hladina bombardujúcej častice)

# Pravdepodobnosť reakcie

- účinný prierez
- počet reakcií za sekundu:  
 $dr = J \cdot N \cdot \sigma \cdot dx$
- diferenciálny účinný prierez

$$\sigma = \int \frac{d\sigma}{d\Omega} d\Omega$$

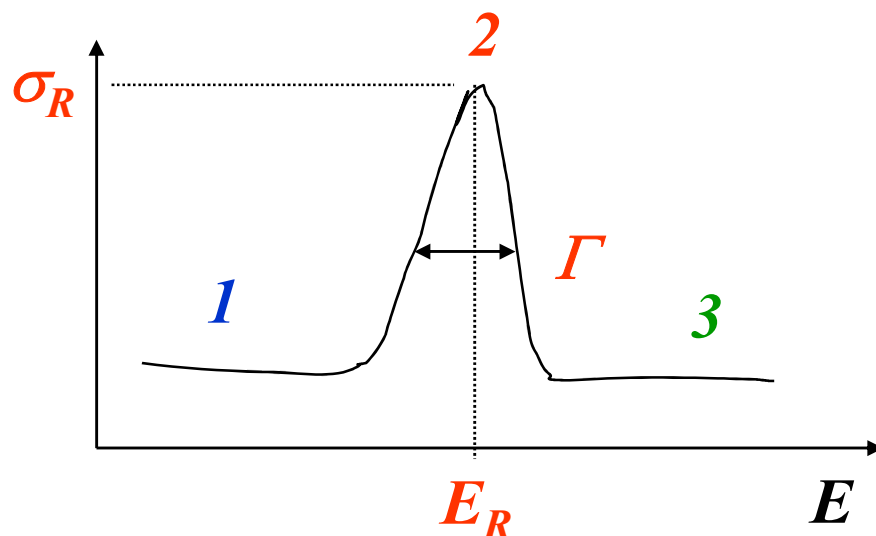


$J$	= počet bombardujúcich častíc za sekundu
$N$	= počet jadier terčika (g)
$dx$	= hrúbka terčika ( $\text{g}/\text{cm}^2$ )
$\sigma$	= účinný prierez (barn)
$\Omega$	= priestorový uhol
$\Theta$	= uhol detekcie



# Rezonancie

$$\sigma = \sigma_R \frac{(\Gamma/2)^2}{(\Gamma/2)^2 + (E - E_R)^2}$$



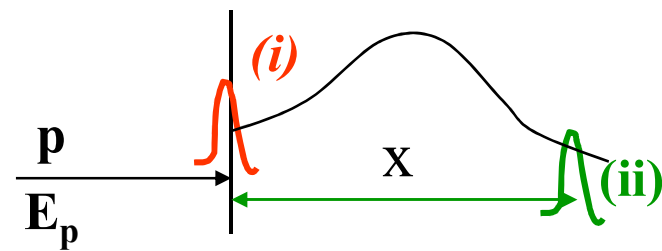
Lorentzova distribúcia  
(Breit-Wignerova formula):

- šírka rezonancie  $\Gamma$
- energia rezonancie  $E_R$
- účinný prierez  $\sigma_R$

## Ako použiť rezonancie?

1.  $E_p < E_R$
2.  $E_p = E_R$
3.  $E_p > E_R$

nič sa neudeje  
reakcia sa deje na povrchu (i)  
reakcia prebieha v hĺbke x (ii)

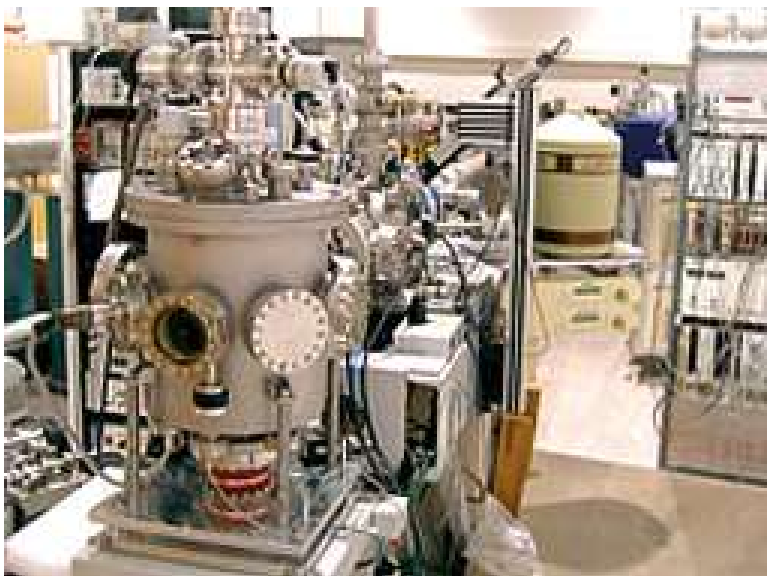


# Analýza vodíka

- $^{15}\text{N} + ^1\text{H} \rightarrow ^{12}\text{C} + ^4\text{He} + \gamma$ :  $^1\text{H} (^{15}\text{N}, \alpha\gamma) ^{12}\text{C}$
- rezonancia pri 6.385 MeV
  - posun rezonancie do hĺbky vzorky zmenou energie dopadajúcich N iónov a následná detekcia energie  $\gamma$  fotónov
- vlastnosti
  - typické bombardujúce častice:  $^{15}\text{N}$ , 6.3 - 12 MeV
  - veľkosť lúča: 1 - 100 mm<sup>2</sup>
  - detekčný limit: 0.02 at. %
  - hĺbka analýzy: do 5  $\mu\text{m}$  (v závislosti na materiáli)
  - hĺbkové rozlíšenie: asi 8 nm (Si), min. 1 nm (grazing incidence)
  - vzorky: možnosť zohrievania alebo chladenia

# Experimentálne zariadenie

- urýchľovač častíc (2 – 4 MeV)
- detekcia
  - nabité častice: Si povrchovo-bariérový detektor
  - $\gamma$  fotóny: Ge detektory  
NaI(Tl) – horšie rozlíšenie



komora RBS



komora ERDA

# Porovnanie RBS a NRA

- RBS - Rutherford Backscattering Spectrometry
  - identifikácia **ťažkých** prvkov v ľahkej matici
  - **elastický rozptyl** dopadajúcich častíc (typicky  $\alpha$  s 2 MeV)
  - **žiadna disipácia** energie:  $Q_{\text{elastic}} = 0$
  - jadrá terčiku aj bombardujúce častice sú v základom stave
- NRA – Nuclear Reaction Analysis
  - identifikácia **ľahkých** prvkov (typicky  $Z < 18$ )
  - jadrové zrážky (**nepružný rozptyl**) medzi dopadajúcimi časticami a terčíkom → detekcia produktov jadrovej reakcie (častice alebo  $\gamma$ )
  - **endotermická** alebo **exotermická** reakcia:  $Q \neq 0$
  - produkty reakcie sú odlišné od pôvodných častíc

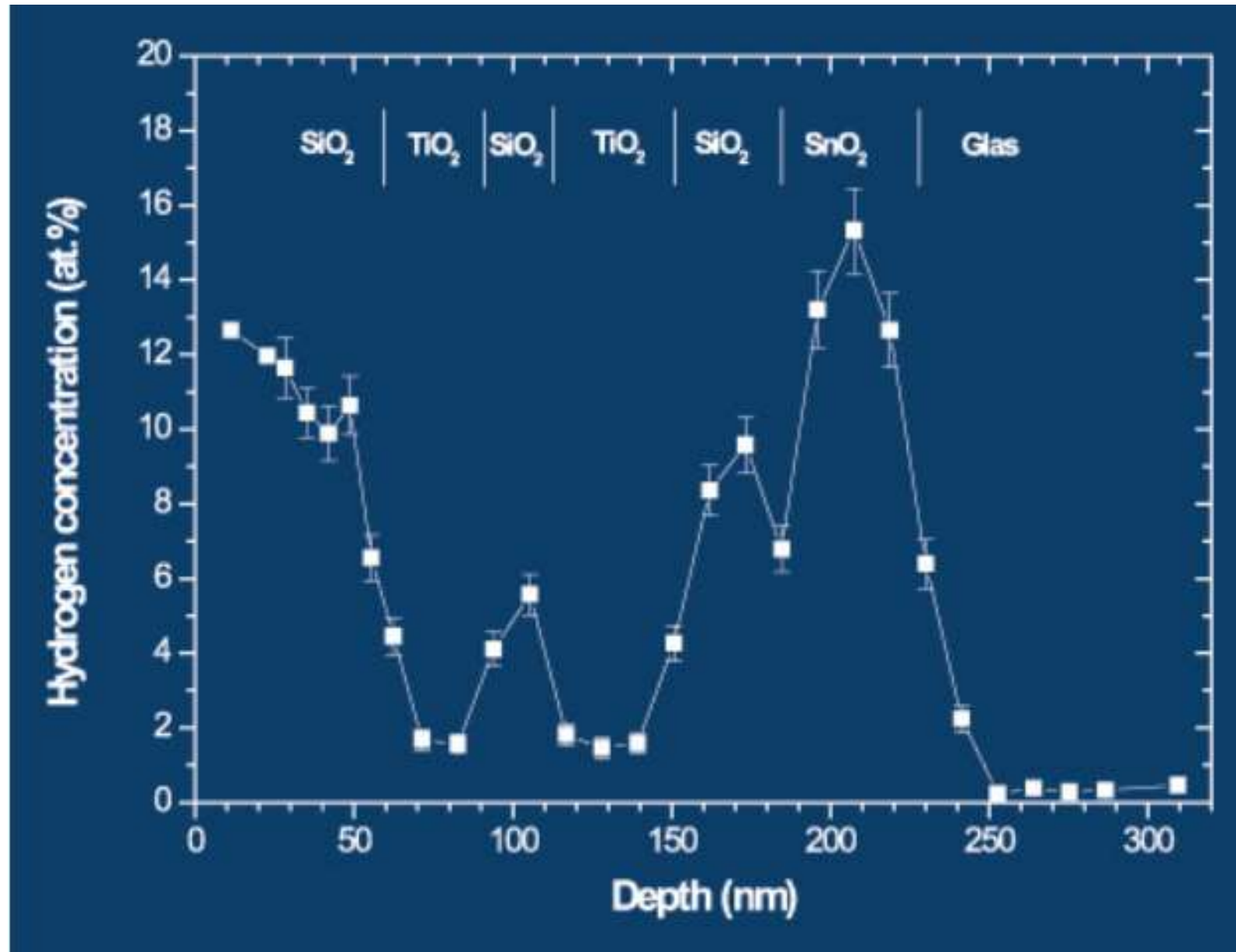
# Jadrové reakcie

Nucleus	Reaction	Incident Energy (MeV)	Emitted Energy (MeV)	Approx. cross section (mb/sr)
$^2\text{H}$	$^2\text{H} (d,p) ^3\text{H}$	1.0	2.3	5.2
$^2\text{H}$	$^2\text{H} (3\text{He},p) ^4\text{He}$	0.7	13.0	61
$^6\text{Li}$	$^6\text{Li} (d,\alpha) ^4\text{He}$	0.7	9.7	35
$^7\text{Li}$	$^7\text{Li} (p,\alpha) ^4\text{He}$	1.5	7.7	9
$^{11}\text{B}$	$^{11}\text{B} (p,\alpha) ^8\text{Be}$	0.65	5.57 ( $\alpha_0$ )	0.7
		0.65	3.70 ( $\alpha_1$ )	550
$^{12}\text{C}$	$^{12}\text{C} (d,p) ^{13}\text{C}$	1.2	3.1	35
$^{15}\text{N}$	$^{15}\text{N} (p,\alpha) ^{12}\text{C}$	0.8	3.9	15
$^{18}\text{O}$	$^{18}\text{O} (p,\alpha) ^{15}\text{N}$	0.73	3.4	15
$^{19}\text{F}$	$^{19}\text{F} (p,\alpha) ^{16}\text{O}$	1.25	6.9	0.5
$^{23}\text{Na}$	$^{23}\text{Na} (p,\alpha) ^{20}\text{Ne}$	0.592	2.238	4
$^{31}\text{P}$	$^{31}\text{P} (p,\alpha) ^{28}\text{Si}$	1.514	2.734	16

# Aplikácie NRA

- farmácia (p,  $\gamma$ ): Na, Mg, Al, P
- energetika  $^3\text{He}(d,p)^4\text{He}$ : migrácia He v  $\text{UO}_2$
- moderné technológie: modifikácia povrchov pomocou halogenidov (F)
- geovedy: C, N, O
- archeológia a umenie: AGLAE
- kriminalistika

# Profilovanie H



# Nitridovaná nehrdzavejúca oceľ

