

17. LJETNA ŠKOLA MLADIH FIZIČARA, Jelsa, 17. - 23. lipnja 2001.

Karakterizacija novih materijala i sklopova ionskim snopovima iz akceleratora

Milko Jakšić

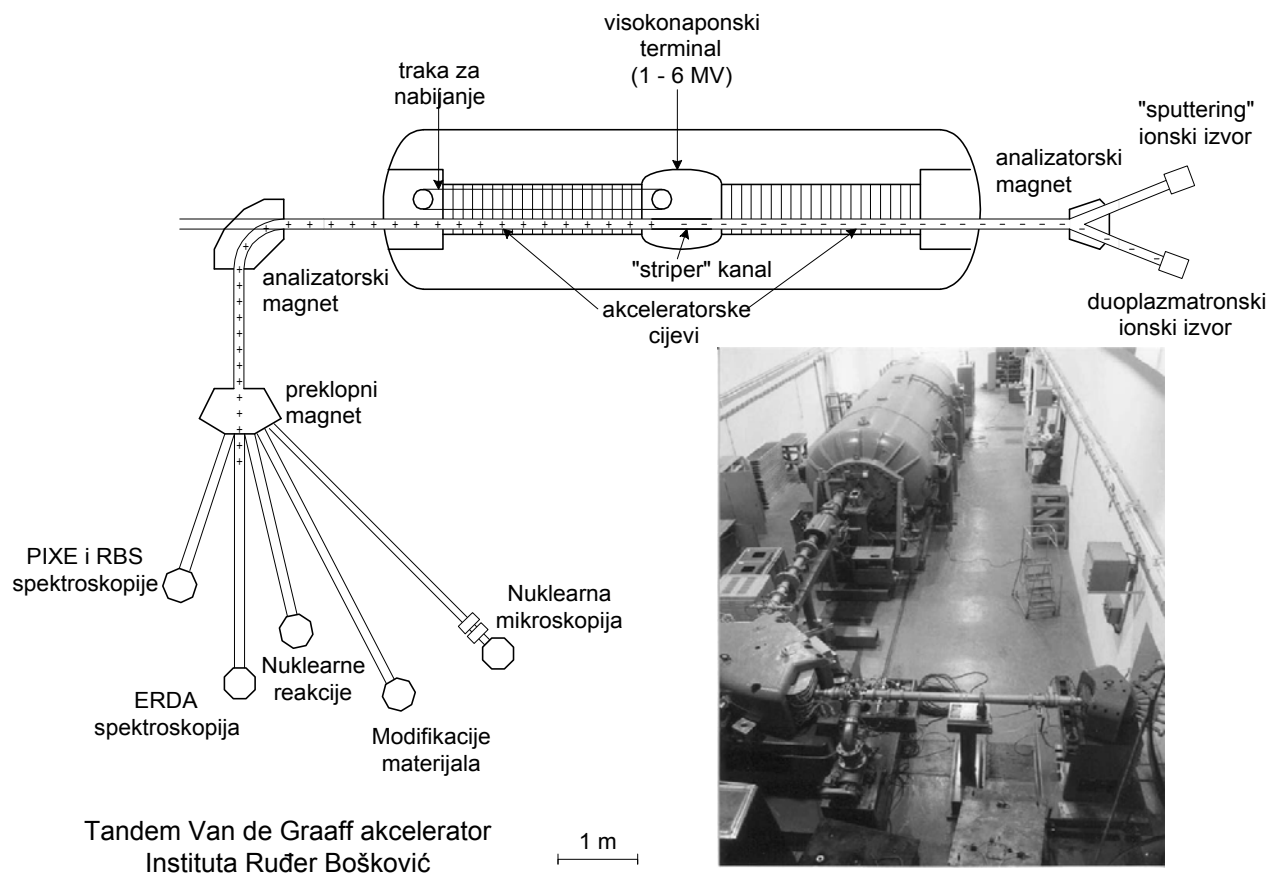
Zavod za eksperimentalnu fiziku, Institut Ruđer Bošković, Zagreb

1. Elektrostatski akcelerator i nuklearna mikroproba

Akceleratori nabijenih čestica su tijekom proteklih desetljeća evoluirali od instrumenata za otkrića osnovnih zakona fizike do instrumenata koji se danas mahom koriste u raznim primjenama. Najznačajnije primjene akceleratora su u medicinskoj terapiji za ozračavanje tumorskog tkiva, sterilizaciji hrane i medicinskih pomagala, te implantaciji u svrhu povećanja tvrdoće materijala ili promjene svojstava elektroničkih elemenata i sklopova.

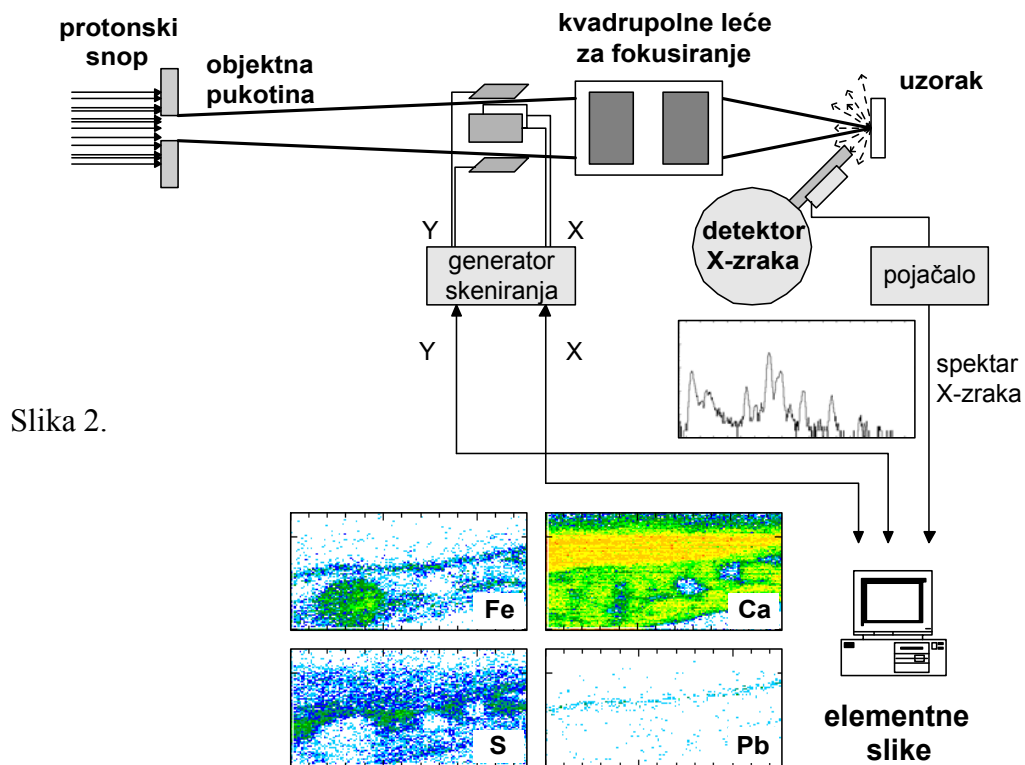
U znanstvenim istraživanjima akceleratori se također sve više koriste upravo u primjenjenim istraživanjima, a danas su područjima bliskim fizici najvažnije primjene u razvoju novih materijala.

Da bi se nabijena čestica ubrzala najjednostavnije je iskoristiti njen naboj i pomoću električnog polja ubrzati je do željene brzine. Ukoliko se koristi elektrostatko polje (maksimalno 10-20 MV), dobivaju se konstantne struje ubrzanih nabijenih čestica. Mnogo veće brzine odnosno energije, dobivaju se izmjeničnim poljima pomoću kojih se ubrzavaju pulsevi nabijenih čestica, Ko u primjerice ciklotronima ili sinhrotronima.



Slika 1.

Za ubrzavanje iona najčešće se koriste elektrostatski akceleratori od nekoliko MV. To su uglavnom pozitivni ioni vodika odnosno protoni. Od 1931. kada je Robert J. Van de Graaff na Princetonu prvi put predložio princip ubrzavanja nabijenih čestica pomoću generatora visokog napona (kasnije prozvan Van de Graaff generator), elektrostatski akceleratori doživjeli su tek neznatne tehnološke promjene. Tandem Van de Graaff akcelerator Instituta Ruđer Bošković (slika 1.), koristi negativne ione iz ionskog izvora koji se ubrzavaju do visokonaponskog terminala na potencijalu od 1 do 6 MV. Nakon prolaska kroz rijetki plin u terminalu, ubrzani negativni ioni sudarima gube elektrone i postaju pozitivni, te se zbog toga još jednom ubrzavaju do potencijala zemlje na drugoj strani akceleratora. Ukoliko je negativni ion u ionskom izvoru bio ion vodika H^- , iz akceleratora izlaze ubrzani protoni (H^+). Jedinica koja se koristi za mjerenje energije ubrzanih čestica je eV (elektron Volt), definirana kao energija koja je potrebna da jedinični naboj pređe potencijalnu razliku od 1 V.



Slika 2.

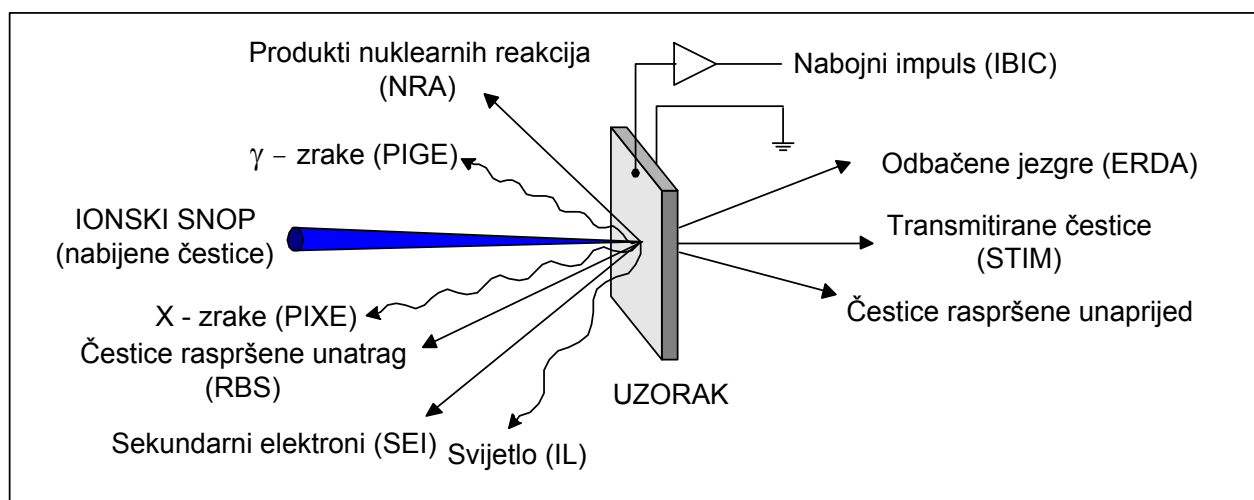
Da bi ionski snop bio upotrebljiv za primjene u istraživanjima materijala, vrlo je poželjno njegovo fokusiranje na sličan način kako se u elektronskom mikroskopu fokusiraju elektroni. No, zbog mnogo veće mase iona prema elektronima, njihovo fokusiranje nije moguće u jednostavnim cilindričnim magnetskim poljima, već se moraju upotrebiti ili supravodljivi magneti s jakim magnetskim poljima, ili češće kvadropolna magnetska polja. Dimenzije na koje se danas ioni MeVskih energija mogu fokusirati često dosežu dimenzije ispod $1\ \mu\text{m}$. Instrument koji služi za fokusiranje iona a smješten je na akceleratorskoj eksperimentalnoj liniji zove se nuklearna mikroproba. Uz sustav za fokusiranje, važan sastavni dio nuklearne mikroprobe je i sustav za skeniranje (pretraživanje) snopa s ciljem dobivanja dvodimenzionalne slike procesa koji se zbivaju pri prolasku iona kroz materijal. Na slici 2. shematski je prikazana elementna analiza PIXE spektroskopijom na nuklearnoj mikroprobi Instituta Ruđer Bošković.

2. Osnovna međudjelovanja brzih iona i tvari

Prilikom prolaska brzih iona kroz tvar mete, s različitim se vjerojatnostima događaju čitav niz procesa. Pri promatranju međudjelovanja brzih iona (primjerice protona) i atoma materijala kroz koji snop prolazi, važno je imati na umu i dimenzije objekata koje promatramo. Tako je atom reda veličine $10^{-10}\ \text{m}$, a sastoji se iz velikog broja orbitalnih elektrona od kojih su najbliži jezgri oni iz unutrašnje K ljuske ($10^{-12}\ \text{m}$). U sredini se nalazi atomska jezgra polumjera reda veličine $10^{-14}\ \text{m}$. U sustavu protona koji ulazi u materijal, najvidljiviji (putem Coulombske sile) je veliki broj elektrona iz vanjskih atomskih jezgri koji zauzimaju većinu prostora oko mreže "malih" atomskih jezgri. Veliki broj elastičnih Coulombskih sudara s tim vanjskim elektronima postupno usporava protone (zaustavna moć materijala). Ipak doseg protona MeV-skih energija u materijalu

je čak reda 10^5 atomskih slojeva, zbog male količine energije koju proton može predati elektronu pri pojedinačnom sudaru. $E_{e(max.)} = E_p (m_e/(m_e+M_p))^2 \approx E_p/1835$

U mnogo rjeđim sudarima iona iz snopa i atomskih jezgri, međudjelovanje je na energijama čestica snopa ispod 1 MeV također Coulombsko, te dolazi do elastičnih raspršenja jezgre na jezgri koje je opisano klasičnim Rutherfordovim računom. (poglavlje 3.) Tek na energijama višim od 1 MeV (brzine protona reda 1/10 brzine svjetlosti), te u slučaju sudara lakih jezgri, dolazi do proboja Coulombske barijere i međudjelovanja zbog nuklearnih sila. Pri tom je ponovo najvjerojatniji proces elastično raspršenje, koje kao promatrači nemožemo razlikovati od Rutherfordovog elastičnog raspršenja. Druga vrsta nuklearnih sudara su neelastična raspršenja pri kojim dolazi do izmjene energije između čestica snopa i atomske jezgre. Vjerojatnosti tih "nuklearnih reakcija" određene su energetskim nivoima jezgri. Najčešće dolazi do formiranja takozvane složene jezgre koja se ubrzo raspada na produkte nuklearne reakcije, ili pak čestica snopa reagira samo sa dijelom jezgre mete, izbijajući pri tom samo dio jezgre mete (proton, neutron, alfa čestica). U svakom slučaju, jezgre koje su proizvedene ostaju u pobuđenom stanju iz kojeg se emisijom γ -zrake vraćaju u osnovno stanje. Kako su neke od nuklearnih reakcija rezonantne, mogu biti uspješno korištene za istraživanja svojstava materijala.



Slika 3.

Za promatrača ozračavanja materijala snopom brzih iona od važnosti je množina produkata međudjelovanja. Svaki od tih produkata nosi u sebi informaciju koja opisuje neko od svojstava materijala. Detekcija produkata međudjelovanja, baza je niza analitičkih metoda zajedničkog naziva IBA (Ion Beam Analysis):

- PIXE – Particle Induced X-ray Emission
- PIGE – Particle Induced Gamma Emission
- RBS – Rutherford BackScattering
- ERDA – Elastic Recoil Detection Analysis
- NRA – Nuclear Reaction Analysis
- STIM – Scanning Transmission Ion Microscopy
- IBIC – Ion Beam Induced Charge
- SEI – Secondary Electron Imaging
- IL – IonoLuminescence

Sve navedene metode u upotrebi su i na nuklearnoj mikroprobi Instituta Ruđer Bošković, a ovdje će posebno biti obrađene RBS, ERDA te IBIC koje su posebno važne u karakterizaciji novih materijala i struktura.

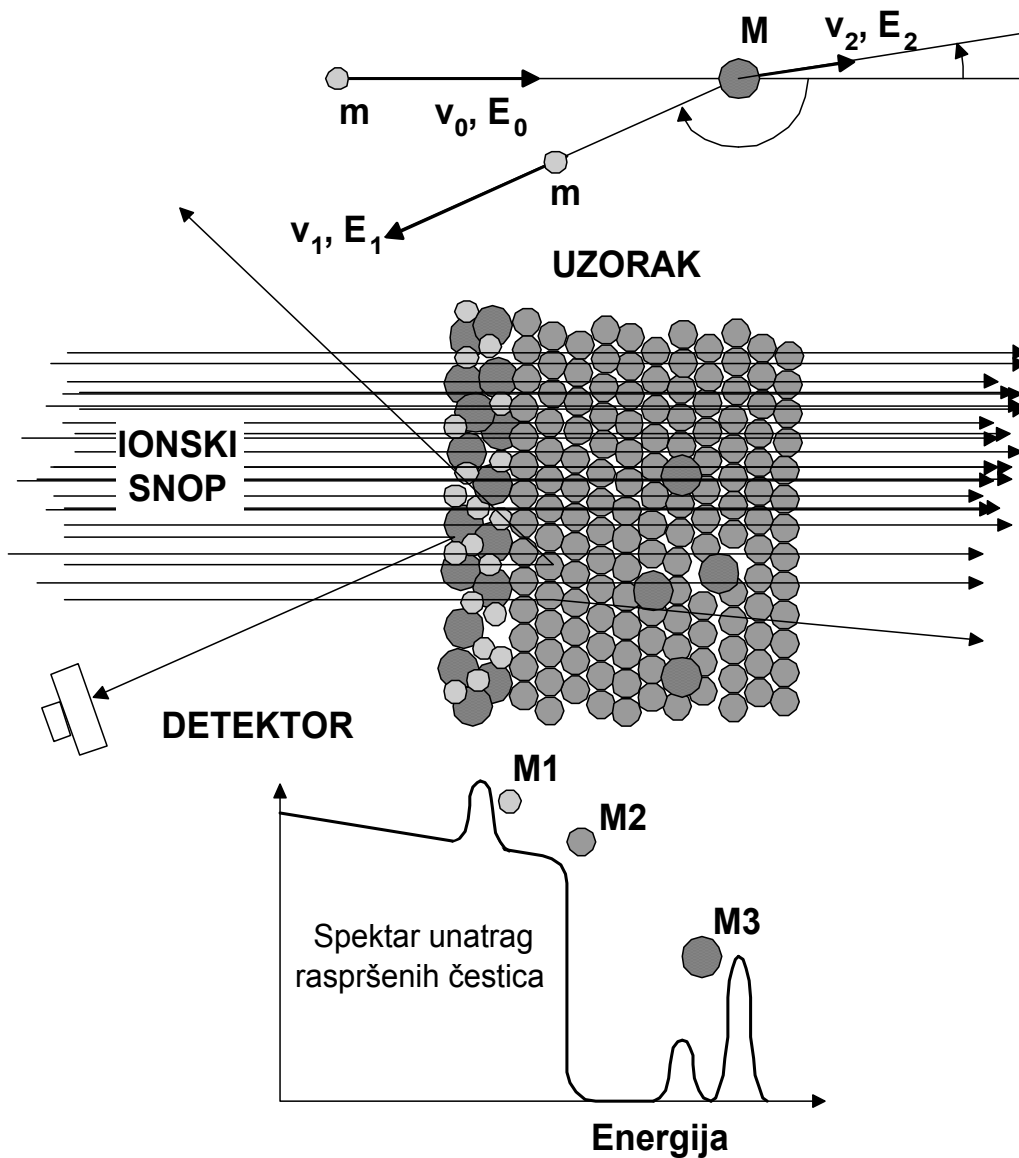
3. Elastična raspršenja, RBS i ERDA spektroskopije

Elastični sudari između brzih atomskih jezgri ionskog snopa i atomskih jezgri u uzorku dobro je poznat proces. Jezgra brzog iona (npr. proton) mase m i nabojem $q=e$, može se približiti jezgri nekog atoma mase M i naboja $Q=Ze$ iz materijala mete (uzorka). Zbog djelovanja odbojne Coulombske sile, projektil početne energije E_0 se elastično odbija od atomske jezgre s energijom koja je manja za onu koja je predana odbitoj jezgri mase M . Iz jednostavnog nerelativističkog računa zasnovanog na zakonima očuvanja energije i impulsa, dobije se konačna energija raspršenog projektila:

$$E_1 = E_0 \left(\frac{m}{m+M} \right)^2 (\cos\theta + (M^2/m^2 - \sin^2\theta)^{1/2})^2$$

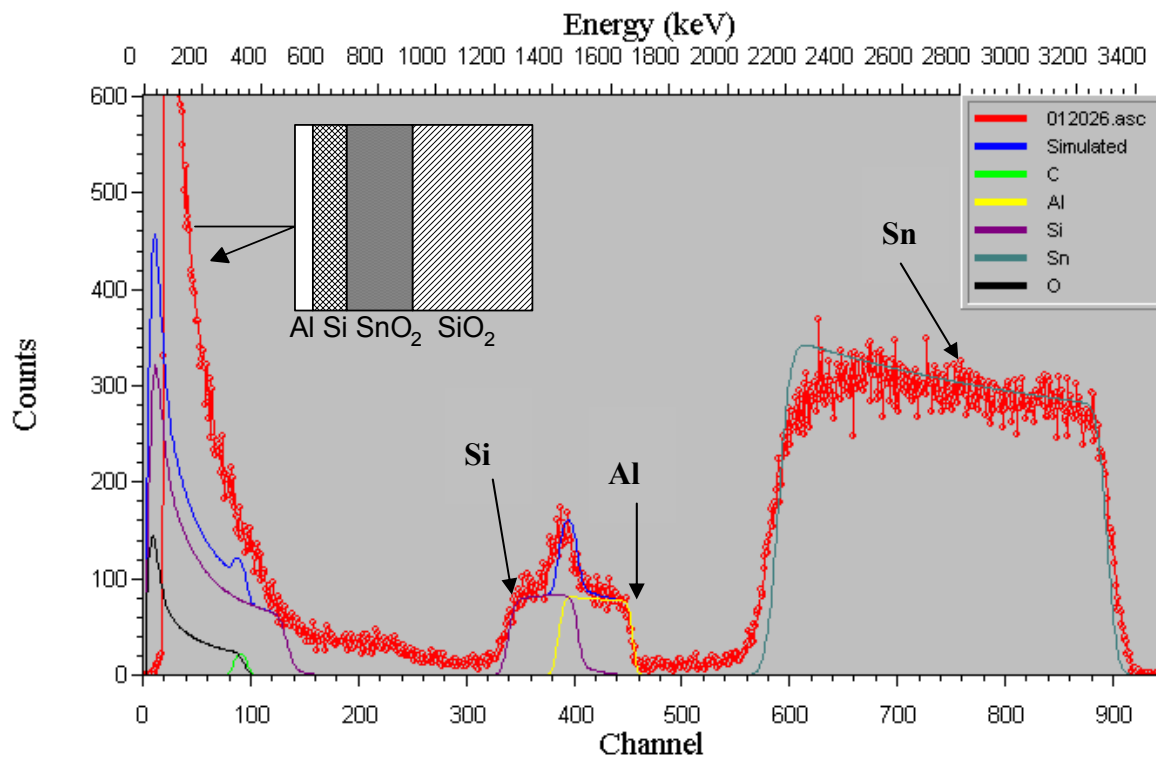
Vidljivo je da je energija raspršenog protona E_1 proporcionalna masi M atoma mete, te se stoga može mjerenjem energije raspršenog projektila odrediti od koje je atomske jezgre projektil odbijen. Pri tom se detektor postavlja u unaprijed odabrani kut θ . Elastična raspršenja baza su dvije metode analize i to RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) gdje se detektira raspršeni projektil u stražnji kut ($\theta=150^\circ-165^\circ$), odnosno ERDA (Elastic Recoil Detection Analysis) gdje se detektira odbijena jezgra mete ($\phi=15^\circ-45^\circ$).

Od velike važnosti je i činjenica da projektil pri ulasku, odnosno raspršeni projektil ili odbijena jezgra pri izlasku iz mete, gube energiju. Taj gubitak ovisi o dubini gdje se raspršenje zbilo. Time je omogućeno da se izmjeri i dubinska distribucija atomskih jezgri elemenata u uzorku. Na slici 4. shematski je prikazan RBS eksperiment, te RBS spektar za taj primjer ($M_3 > M_2 > M > M_1$). U spektru su vidljivi vrhovi koji odgovaraju tankom površinkom filmu atoma mase M_3 i M_1 . Kako je osnovni materijal mete M_2 , vrh se širi u široku stepenicu do nulte energije. U uzorku se primjećuje i određena raspodjela atoma M_3 na nekoj dubini. Vrh koji odgovara tom dubljem sloju pomaknut je prema nižoj energiji od površinskog vrha istog atoma. Ovaj primjer sličan je čestom problemu koji se izučava pomoću RBS metode a to je dubina i dubinski profil koncentracija iona (M_3 npr. zlato) implantiranih u uzorak od materijala M_2 (npr. silicij). Tipičan primjer dan je na slici 5. koja prikazuje RBS spektar sunčeve čelije od amornog silicija. U kutu su dane debljine slojeva koje odgovaraju simuliranom RBS spektru.

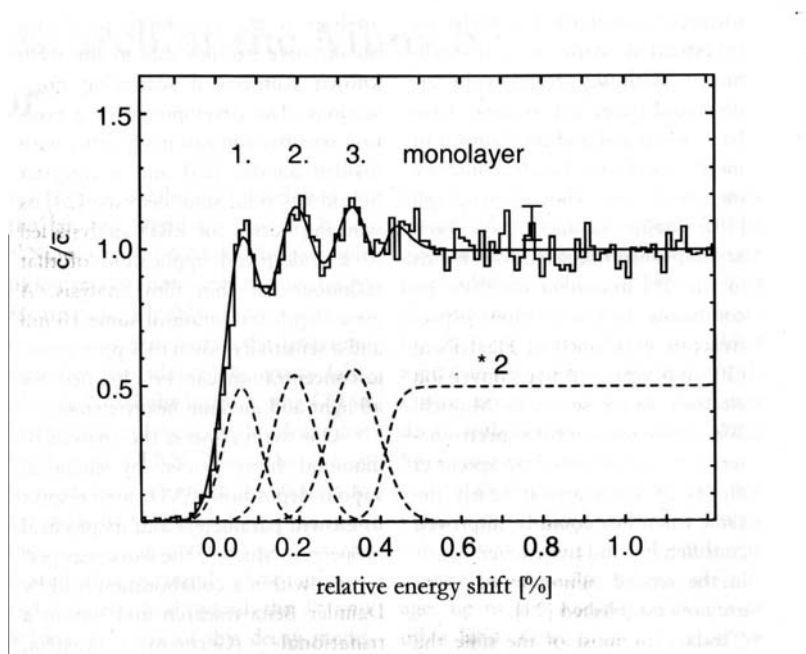


Slika 4. Shematski prikaz RBS eksperimenta

RBS metoda posebno je pogodna za mjerenja teških primjesa u lakšem materijalu, dok je ERDA spektroskopija pogodnija pri mjerenju lakih primjesa u težim materijalima. Korištenjem detektora koji mogu vrlo točno odrediti energiju raspršenih čestica (npr. pomoću magnetskog spektrometra) ponekad je moguće raspoznati i pojedinačne površinske atomske slojeve u meti, kao što je prikazano na slici 6.



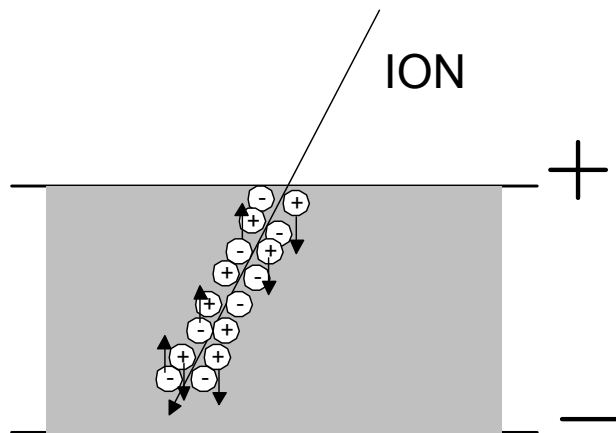
Slika 5. RBS analiza slojeva u komercijalnim sunčevim ćelijama od amornog silicija (Končar sunčeve ćelije, Split)



Slika 6. ERDA spektar ugljika u HOPG grafitu, na kojem se razlučuju atomski slojevi.

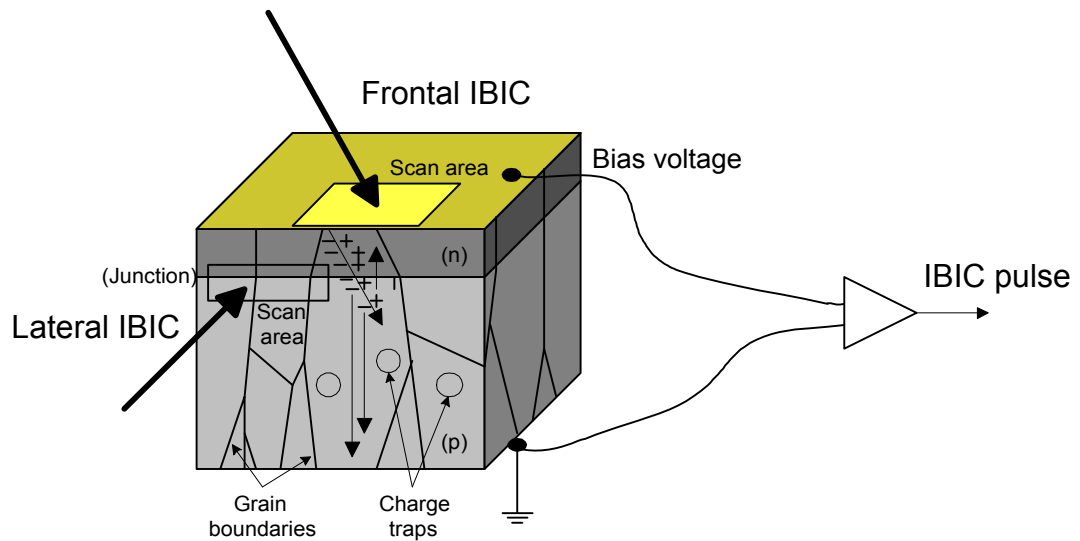
4. Sakupljanje naboja, IBIC, SEU metode

Procesi raspršenja jezgre projektila na jezgri mete su rijetki, te se za analizu materijala metodama RBS i ERDA moraju koristiti struje iona reda nA (10^{10} čestica u sekundi). U novije vrijeme razvijeno je nekoliko metoda kod kojih svaki pojedinačni projektil nosi neku informaciju. Kod STIM (Scanning Transmission Ion Microscopy) metode, mjeri se gubitak energije svakog iona pri prolasku kroz metu. Na taj način dobiva se slika distribucije debljine mete. Ukoliko je pak meta izolator ili poluvodič, te je pomoću elektroda na površinama u meti stalno električno polje, niz parova naboja koji se proizvedu prilikom prolaska svakog iona kroz materijal mete gibaju se prema elektrodama suprotnih polariteta. Kod materijala kod kojih su nosioci naboja brzi i dugoživi, što su u pravilu materijali od interesa za elektroniku, na elektrodama se inducira nabojni puls. Visina tog pulsa direktno je proporcionalna električnom polju u meti, te bazičnim transportnim svojstvima naboja u tom materijalu. To je baza nove metode karakterizacije elektroničkih materijala i jednostavnih elektroničkih elementa koja je prozvana IBIC (Ion Beam Induced Charge). Za razliku od sličnih metoda kod kojih se koristi snop elektrona ili svjetla, IBIC se može koristiti i za ispitivanje elektroničkih elemenata ispod površine zbog relativno dubokog dosega iona MeV-skih energija.

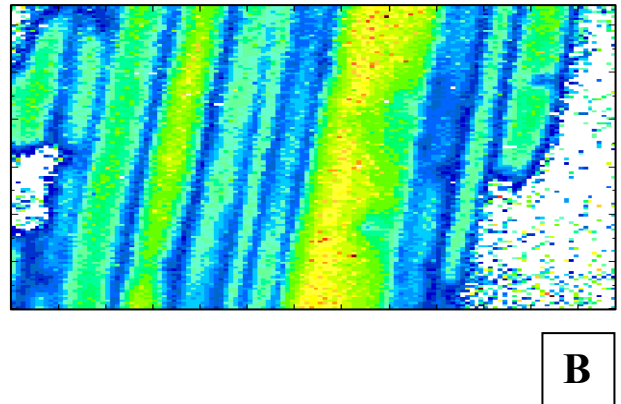
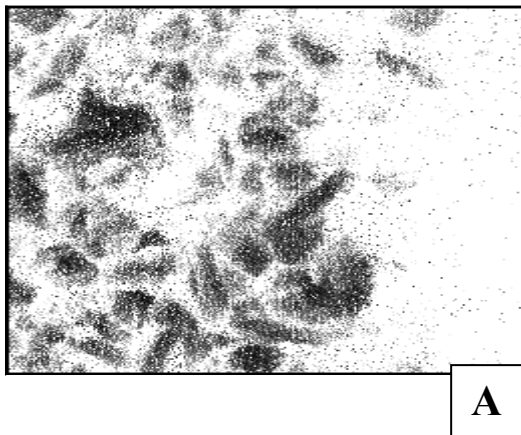


Slika 7. Stvaranje parova elektron šupljina pri prolasku nabijene čestice kroz materijal.

Kod idealnog materijala sav naboj induciran prolaskom iona, bit će sakupljen. Do gubitka naboja dolazi kod sustava s defektima, pa stoga IBIC može poslužiti za određivanje područja gdje je kolekcija naboja problematična, kao na primjer na granicama zrna (kristala), kod područja s dislokacijama u kristalnoj rešetki, loših kontakata itd. Na sljedećim slikama prikazano je nekoliko IBIC mjerenja raznih poluvodičkih materijala.



Slika 8. Shematski prikaz sakupljanja naboja (IBIC puls) induciranog na elektrodama pri ulasku iona u silicijsku diodu.



Slika 9. Slike IBIC mjerenja umjetnog CVD dijamanta (A), te EFG silicija (B). Kod CVD dijamanta vidljivi su pojedinačni kristali koji imaju dobra (crno) elektronička svojstva. Kod EFG silicija tamne crte imaju lošija elektronička svojstva a u tom slučaju odgovaraju pomacima (dislokacije) u kristalnoj rešetci. EFG silicij se koristi za proizvodnju sunčevih ćelija.