

MIVOK METODA NA JONSKOM IZVORU mVINIS

Jovica Jovović, *Fizički fakultet, Univerzitet u Beogradu, Srbija*
Jovan Cvetić, *Elektrotehnički fakultet, Univerzitet u Beogradu, Srbija*
Aleksandar Dobrosavljević, Tanja Nedeljković i Ilija Draganić*,
Laboratorija za fiziku (010), Institut za nuklearne nauke "Vinča", Beograd, Srbija
Nagrađeni rad mladog autora

Apstrakt – Proizvodnja višestruko naelektrisanih snopova jona iz čvrstih supstanci sa Jonskim izvorom mVINIS obavlja se korišćenjem dobro poznate MIVOK (MIVOC - Metal Ions from Volatile Compound) metode. Upotrebom ove metode dobijeni su visokointenzivni stabilni višestruko naelektrisani jonski snopovi iz čvrstih supstanci sa visokom tačkom topljenja. U radu je prikazan dobijeni spektar višestruko naelektrisanih jonskih snopova hafnijuma. Jonski spektar hafnijuma je po prvi put uspešno dobijen na jednom ECR izvoru. Korišćenjem višestruko naelektrisanih jonskih snopova iz čvrstih supstanci ozračivane su različite vrste polimera, fulerena i staklastog grafita na kanalu za modifikaciju materijala (L3A).

1. UVOD

Jonski izvor mVINIS, koji zagreva plazmu na elektronskim ciklotronskim rezonantnim učestanostima (ECR), može da proizvede visokonaelektrisane pozitivne jone [1]. Do sada su dobijeni i uspešno ekstrahovani različiti jonski snopovi, kako iz gasova, tako iz čvrstih supstanci [2][3]. Jonski snopovi iz čvrstih supstanci se mogu dobiti korišćenjem dve metode: a) isparavanjem materijala pomoću uvodnog sistema zasnovanog na minijaturnoj peći [4-6], i b) MIVOK metodom koristeći modifikovani sistem za uvođenje gasova [7-13]. Koristeći MIVOK metodu, proizvedeni su intenzivni višestruko naelektrisani jonski snopovi iz određenog broja čvrstih supstanci sa visokom tačkom topljenja (preko 2000°C) [14]. Spektar višestruko naelektrisanih snopova jona metala hafnijuma (Hf) je prikazan u ovom radu.

Višestruko naelektrisani jonski snopovi iz čvrstih supstanci, na Jonskom izvoru mVINIS, su korišćeni za ozračivanje materijala na kanalu za modifikaciju materijala (L3A) [15], na Akceleratorskoj Instalaciji TESLA [16]. Ekstrahovani joni se implantiraju u različite materijale radi modifikacije električnih, magnetnih, optičkih ili mehaničkih veličina. Neki od rezultata postignuti ozračivanjem fulerena će biti predstavljeni.

2. MIVOK METODA

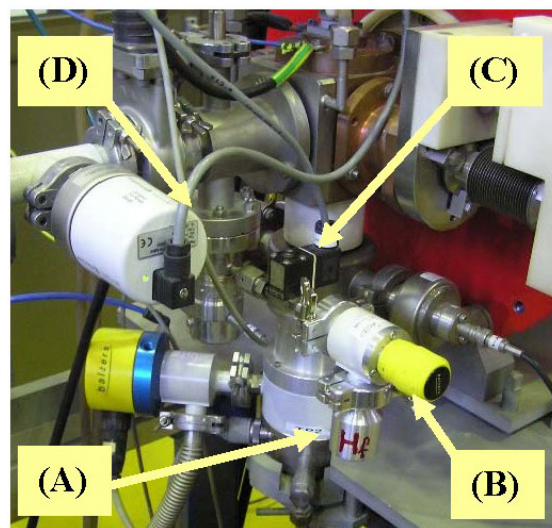
Visoki fluensi implantiranih jona zahtevaju jonske snopove visokog intenziteta (od 100 do 300 eμA). Jedan od važnih ciljeva na niskoenergijskim kanalima Akceleratorске Instalacije TESLA je proizvodnja intenzivnih, višestruko naelektrisanih snopova jona metala i drugih čvrstih supstanci. Tehnike uvođenja čvrstih supstanci u plazmu ECR jonskog izvora, uglavnom zavise od fizičkih i hemijskih karakteristika materijala. Metoda minijaturne peći je pogodna za materijale

(uglavnom metale) sa niskom tačkom topljenja (ispod 1000 °C). MIVOK metoda je pogodnija za materijale sa višom tačkom topljenja (preko 2000 °C).

Kod dobijanja i ekstrakcije jonskih snopova iz čvrstih supstanci metodom minijaturne peći, koristi se uvodni sistem za dotok gasa na injekcionoj strani izvora. Protoci gasa u pojedinim delovima sistema se mogu odrediti primenom metode dva manometra [17]. Protoci glavnog gasa se kreću u opsegu od oko 10⁻⁵ mbar l/s, dok se za protok pomoćnog gasa dobija vrednost od oko 10⁻³ mbar l/s [18]. Kod MIVOK metode, koja koristi modifikovani sistem za dotok gasa, protoci pare jedinjenja zavise od provodnosti linije za dotok gasa na koju je priključena posudica sa jedinjenjem. Protoci gasa kod MIVOK metode iznose oko 3x10⁻⁴ mbar l/s, za jedinjenja slična ferocenu (Fe(CH₃)₅) [19].

Obe tehnike uvođenja čvrstih supstanci u Jonski izvor mVINIS su uspešno razvijene u Laboratoriji za fiziku, Instituta za nuklearne nauke "VINČA". Proizvodnja višestruko naelektrisanih jonskih snopova iz čvrstih supstanci sa visokim intenzitetima struje, detaljno su opisani u ref. [14][15].

Novi rezultati u radu sa MIVOK metodom se odnose na proizvodnju i ekstrakciju jonskih snopova hafnijuma. Dizajnirana je nova posudica za čvrste supstance, koja je zatvorena sa ručnim vakuumskim ventilom, u koju je postavljeno jedinjenje Bis(cyclopentadienyl) dimethyl hafnium (IV) (hemijska formula (C₅H₅)₂Hf(CH₃)₂) (videti sliku. 1).



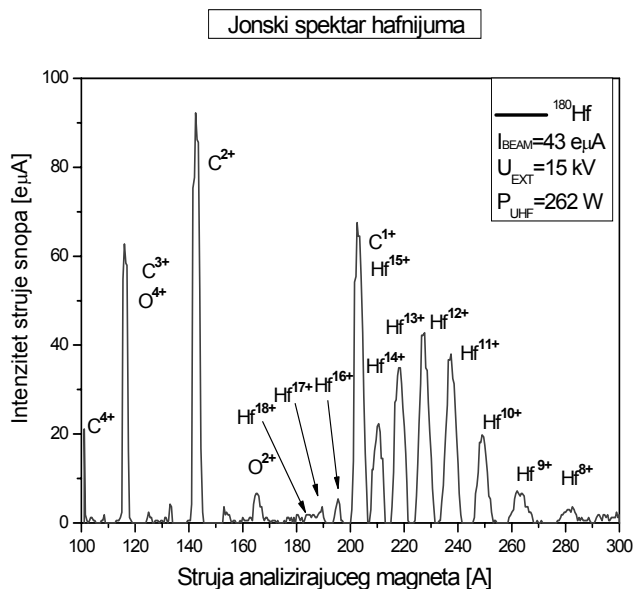
Slika 1. Nova eksperimentalna postavka za MIVOK metodu na mVINIS-u. Sud sa metaloorganskim jedinjenjem zapremine $V=6 \text{ cm}^3$ (A), sa ručnim vakuumskim ventilom (Balzers DN 16) (B), povezan je na izolacioni ventil USV (C) ispred gasnog termalnog dozirajućeg ventila UDV 140 (Balzers). Zbog osetljivosti jedinjenja hafnijuma na vazduh i vlagu, punjenje aparature sa jedinjenjem je obavljeno u atmosferi inertnog gasa (argona).

* Trenutna adresa: NIST, Gaithersburg, MD, SAD, ilijad@nist.gov

Navedeno metaloorgansko jedinjenje je prvi put uspešno korišćeno tokom leta 2006 godine, na Akceleratorskoj Instalaciji TESLA, u Beogradu. Dobijeni spektar hafnijuma je dat na Slici.2. Jonski izvor mVINIS je bio podešen na neodimijumu sličnom jonu (Nd) ($q=12+$), pri čemu je postignuta struja preko 40 eμA (ili 3 pμA). Jedinjenje je uvedeno kao glavni gas u jonski izvor, preko dozirajućeg termomehaničkog ventila. Napon zasićene pare jedinjenja na sobnoj temperaturi je u opsegu oko 1×10^{-3} mbar. U cilju povećanja intenziteta struje jonskih snopova, posuda sa prahom metaloorganskog jedinjenja je dodatno grejana do temperature 60 °C, pomoću struje toplog vazduha, da bi se povećao parcijalni pritisak pare jedinjenja. Radni režim izvora je bio stabilan bez korišćenja pomoćnog gasa. Protok pare metaloorganskog jedinjenja se nalazi u opsegu od 10^{-3} do 10^{-4} mbar l/s.

Na osnovu intenziteta jonskih snopova iz snimljenog spektra hafnijuma, mogu se izračunati parametri elemenata jonske optike, kao i osnovni parametri plazme [18]. Za gustinu i brzinu jona Hf^{12+} nakon ekstrakcije, pri ekstrakcionom naponu od 15 kV, dobijaju se vrednosti $2.3 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$ i $4.4 \times 10^5 \text{ m/s}$, respektivno [18]. Parametri plazme: učestanost elektron-jon sudara (v_{ei}), srednji slobodni put naelektrisane čestice (λ_i), Debajev radijus (RD), plazmena (f_{pi}) i ciklotronska učestanost jona (f_{ci}), za jon Hf^{12+} , pri gustini jona od 10^{10} cm^{-3} i temperaturi elektrona od 1keV, dati su u tabeli 1. Jonska ciklotronska učestanost, koja je data u tabeli 1, računata je za vrednost magnetne indukcije od 0.5 T koja odgovara indukciji elektronske ciklotronske rezonance u plazmenoj komori.

Jonski snopovi hafnijuma će biti upotrebljeni u eksperimentima ozračivanja specijalnih vrsta nerđajućih čelika, za razvoj novih materijala za gradnju nuklearnih centrala, pakovanje nuklearnog otpada i razvoj materijala za eksperimentalne fuzione reaktore.



Slika 2. Karakteristični jonski spektar elementa hafnijuma dobijen pomoću MIVOK metode. Prirodni izotopski sastav hafnijuma je $^{176}Hf = 5.2\%$, $^{177}Hf = 18.6\%$, $^{178}Hf = 27.3\%$, $^{179}Hf = 13.6\%$ i $^{180}Hf = 35.1\%$. Ekstrahovani su jonski snopovi Hf^{12+} sa strujom od 43 eμA i energijom 180 keV.

Tabela1. Vrednosti parametara plazme hafnijuma za jon Hf^{12+} , pri $n_i = 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ i $T_e = 1 \text{ keV}$.

parametar	vrednost
v_{ei} [Hz]	1.2×10^3
λ_i [cm]	1.8×10^6
RD [cm]	1.9×10^{-6}
f_{pi} [kHz]	18.9
f_{ci} [MHz]	0.51

Novi sistem uvođenja čvrstih supstanci korišćenjem MIVOK metode ima svoje prednosti i nedostatke. Jedna od prednosti je ta što konstrukcija ne zauzima mnogo prostora, jednostavna je za upotrebu i pogodna za postavljanje na visokovoltnu stranu izvora. Brzina potrošnje je izuzetno niska (približno 5 mg/h), a proizvedeni snopovi jona su stabilni u dugom vremenskom periodu (od nekoliko sati do nekoliko nedelja), što ovu metodu čini pogodnom za rad sa skupim i retkim izotopima. Glavni nedostaci MIVOK metode su sledeći: a) često su metaloorganska jedinjenja otrovna i zapaljiva, b) plazmena komora se može kontaminirati ugljenikom, pa je neophodno detaljno čišćenje izvora, c) uticaj vodene pare može onemogućiti podešavanje jonskog izvora.

3. MODIFIKACIJA MATERIJALA JONSKIM SNOPOVIMA

Jonski izvor mVINIS je 1998 godine [16] povezan na eksperimentalni kanal za modifikaciju materijala (L3A), čime je omogućeno obavljanje velikog broja eksperimenata sa različitim niskoenergijskim snopovima jona (24 eksperimentalna programa) [20]. Važna činjenica je da su za mnoge modifikacije materijala neophodne izrazito visoke fluense implantiranih jona ($D=10^{18} \text{ cm}^{-2}$). Struje višestruko naelektrisanih jonskih snopova je potrebno podeliti sa stepenom naelektrisanja jona da bi se proračunao potreban fluens neutralnih čestica. U takvoj situaciji postavlja se pred nas zadatak da proizvedemo što intenzivnije struje jonskih snopova (preko 200 eμA) na izvoru mVINIS, da bi se postigli maksimalni fluensi ozračivanja u razumnom vremenskom intervalu (od više časova do nekoliko dana). Transportovani jonski snopovi do komore sa metom su dodatno oslabljeni usled niske transmitanse snopa eksperimentalnog kanala L3A (30%) [3]. Od leta 2005 godine, na L3A kanalu za modifikaciju materijala se izvodi konvencionalna implantacija sa jonskim snopovima iz čvrstih supstanci.

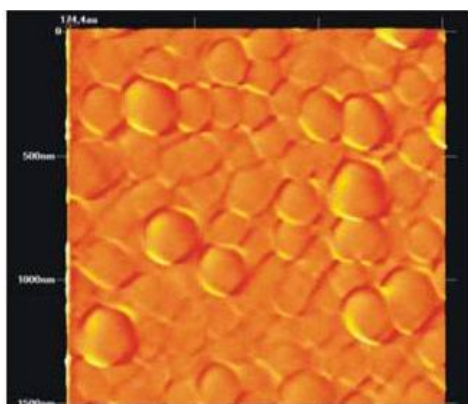
Ozračivanjem materijala jonskim snopovima iz gasova i čvrstih supstanci, mogu se u značajnoj meri promeniti razne fizičke veličine materijala (struktura materijala, električne osobine, optičke osobine, mehanička otpornost, itd.).

Sledeći eksperimentalni programi ozračivanja su bili izvedeni sa dobijenim jonskim snopovima:

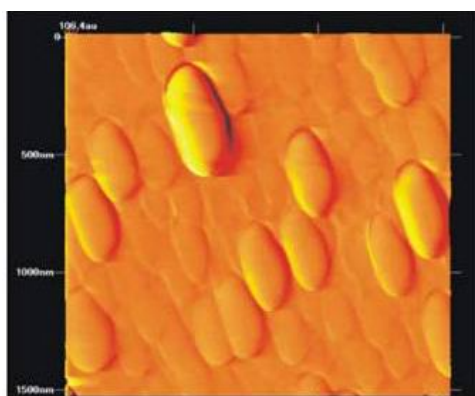
- Modifikacija površina i strukturalne promene tankih filmova fullerena bombardovanjem višestruko naelektrisanim jonskim snopovima azota, bora i gvožđa.
- Proizvodnja nanokompozitnih struktura sa ozračivanjem višestruko naelektrisanim jonskim snopovima naparenih tankih filmova gvožđa na polimerima.

- c) Modifikacija površine i strukture staklastog grafita intenzivnim jonskim snopovima bora.
- d) Implantacija jona Xe^{17+} sa dozama $D=3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ u različite kompozite keramika i stakla, za razvoj novih materijala za nuklearne elektrane.

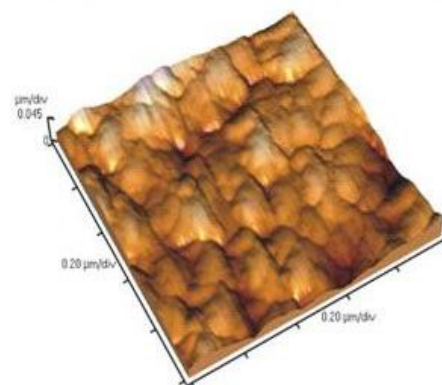
Izučavanje osobina ozračenih uzoraka se zasniva na sledećim metodama: a) Ramanovoj spektroskopiji, b) X-foton-elektron spektroskopiji (XPES), c) rendgenskoj difrakciji (GIXD), d) spektroskopiji zasnovanoj na Furijeovoj transformaciji u infracrvenom delu spektra (FTIR) i e) analizi elektronskim mikroskopom (AFM) [21]. Na slikama 3-6 su prikazani rezultati AFM karakterizacije tankog sloja fulerena, ozračenog jonskim snopovima azota, bora i gvožđa. Bombardovanjem višestruko naelektrisanim jonima, izazvana je disrupcija površine filma, odnosno formiranje sp^2 klastera u opsegu od 50 do 500 nm [21][22]. Ozračivanjem fulerena jonskim snopovima bora B^{3+} , na površini materijala je formiran amorfni sloj boron-karbida (B_xC) [22].



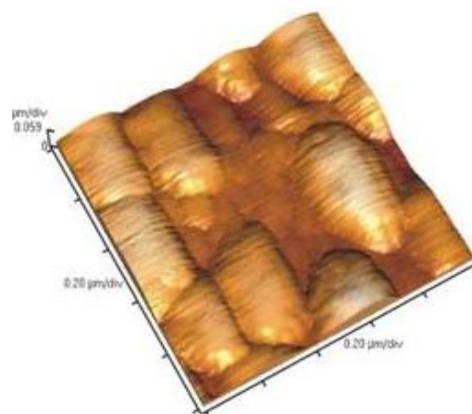
Slika 3. Trodimenziona slika implantiranih tankih filmova fulerena C_{60} jonskim snopovima azota N^{2+} , snimljena elektronskim mikroskopom (AFM). Jonski snopovi azota N^{2+} imaju fluensu $D=2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ i energiju $E=30 \text{ keV}$. Veličina skenirane površine je $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$.



Slika 4. Trodimenziona slika implantiranih tankih filmova fulerena C_{60} jonskim snopovima azota N^{5+} , snimljena elektronskim mikroskopom (AFM). Jonski snopovi azota N^{5+} imaju fluensu $D=2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ i energiju $E=75 \text{ keV}$. Veličina skenirane površine je $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$.



Slika 5. Trodimenziona slika implantiranih tankih filmova fulerena C_{60} jonskim snopovima bora B^{3+} , snimljena elektronskim mikroskopom (AFM). Jonski snopovi bora B^{3+} imaju fluensu $D=2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ i energiju $E=45 \text{ keV}$. Veličina skenirane površine je $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$.



Slika 6. Trodimenziona slika implantiranih tankih filmova fulerena C_{60} jonskim snopovima gvožđa Fe^{6+} , snimljena elektronskim mikroskopom (AFM). Jonski snopovi gvožđa Fe^{6+} imaju fluensu $D=2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ i energiju $E=90 \text{ keV}$. Veličina skenirane površine je $1.5 \times 1.5 \mu\text{m}^2$.

4. ZAKLJUČAK

Jonski izvor mVINIS, na Akceleratorskoj Instalaciji TESLA, omogućava proizvodnju višestruko naelektrisanih snopova jona iz čvrstih supstanci. Obe tehnike uvođenja čvrstih supstanci (tehnika minijature peći i MIVOK tehnika), koje su uspešno razvijene u Laboratoriji za fiziku, Instituta za nuklearne nauke "VINČA", daju odlične rezultate u proizvodnji intenzivnih višestruko naelektrisanih snopova jona. Radeći sa MIVOK metodom, tokom leta 2006 godine, dobijen je jonski spektar hafnijuma (Hf), sa maksimalnim intenzitetom struje jona Hf^{12+} od 43 μA . Ovo je prvi u svetu zabeleženi spektar hafnijuma na jednom ECR izvoru. Jonski snopovi iz čvrstih supstanci su korišćeni u ozračivanju fulerena, polimera, staklastog grafita na eksperimentalnom kanalu L3A.

Želimo da se zahvalimo A. N. Lebedevu i A. A. Jefremovu na korisnim diskusijama i savetima vezano za MIVOK metodu, kao i Z. Markoviću, B. Todorović-Marković i D. Vasiljević-Radović za preliminarne rezultate skeniranja AFM mikroskopom.

Zahvaljujemo se na finansijskoj podršci Ministarstvu za nauku i zaštitu životne sredine Republike Srbije preko TESLA projekta No. 1247.

LITERATURA

- [1] A. A. Efremov, et.al., "Design aspects and status of construction of the mVINIS ion source", *Rev. Sci. Instrum.*, **69**, February 1998, p. 679-681.
- [2] A. Dobrosavljević, A. Efremov, I. Draganić, S. Đekić and T. Stalevski, "Progress report on the mVINIS ion source", *Rev. Sci. Instrum.*, **72**, February 2000, p. 915-917.
- [3] A. Dobrosavljević, M. Šiljegović, I. Draganić, and B. Čizmić, "Recent results with the mVINIS ion source", *Rev. Sci. Instrum.* **75**, May 2004, p. 1-3
- [4] S. L. Bogomolov et. al., "Production of ions of metals with an ECR ion sources at FLNR (JINR) cyclotrons", *Proc. of the 14th Int. Workshop on ECR ion sources, CERN, Geneva*, (1999) p. 71-74.
- [5] V. B. Kutner et al., "Production of intense ^{48}Ca ion beam at the U-400 cyclotron", *Rev. Sci. Instrum.* **71**, February 2000, p 860-862.
- [6] R. Lang, J. Bossler, H. Schulte, and K. Tinschert, "Investigation of different oven types for sample evaporation in the CAPRICE electron cyclotron resonance ion source", *Rev. Sci. Instrum.* **71**, February 2000, p 651-653.
- [7] J. Arje, H. Koivisto, and M. Nurmia, *Proc. of the 11th Int. Workshop on ECR ion sources*, Groningen, (1993), p. 27.
- [8] H. Koivisto, J. Arje and M. Nurmia, "Metal ion beams from an ECR ion source using volatile compounds", *Nucl. Instrum. Meth. B*, **94**, 1994, p. 291-296.
- [9] H. Waldmann and B. Martin, "Highly charged metal ion beams produced from organometallic compounds", *Nucl. Instrum. Meth. B*, **98**, 1995, p. 532-535.
- [10] H. Koivisto, E. Kolehmainen, R. Seppälä, J. Ärje and M. Nurmia, "Production of a magnesium ion beam using the MIVOC method", *Nucl. Instrum. Meth. B*, **117**, 1996, p. 186-188.
- [11] H. Koivisto, et al., "The first results with the new JYFL 14 GHz ECR ion source", *Nucl. Instrum. Meth. B*, **174**, 2001, p. 379-384.
- [12] H. Koivisto, J. Arje, R. Seppälä and M. Nurmia, "Production of titanium ion beams in an ECR ion source", *Nucl. Instrum. Meth. B*, **187**, 2002, p. 111-116.
- [13] R. Leherissier, et al., "High intensity metallic ion beams from an ECR ion source at GANIL", *Rev. Sci. Instrum.*, **73**, February 2002, p 558-560.
- [14] I. Draganić, A. Dobrosavljević, T. Nedeljković and M. Šiljegović, "Production of multiply charged ion beams from solid substances with the mVINIS Ion Source", *Rev. Sci. Instrum.*, (2006).
- [15] I. Draganić, A. Dobrosavljević, T. Nedeljković i M. Šiljegović, "Višestruko naelektrisani jonski snopovi iz čvrstih supstanci", ETRAN, (2006)
- [16] A. Dobrosavljević, M. Milosavljević, N. Bibić, and A. A. Efremov, "The L3A facility at the Vinča Institute: Surface modification of materials, by heavy ion beams from an electron cyclotron resonance ion source", *Rev. Sci. Instrum.* **71**, February 2000, p 786-788.
- [17] S. Đekić, "Optimizacija i uticaj gasne smeše na rad ECR jonskog izvora", Magistarski rad, *Elektrotehnički fakultet*, Beograd, (1999).
- [18] J. Jovović, "Višestruko naelektrisani jonski snopovi iz čvrstih supstanci", Diplomski rad, *Elektrotehnički fakultet*, Beograd, (2006).
- [19] J. Arje, "MIVOC studies at the RIKEN 18 GHz ECRIS", (1996).
- [20] N. Nešković, et. al., "Status report of the VINCY cyclotron", *Nukleonika*, **48**, February 2003, p S135-s139
- [21] B. Todorović-Marković et al. "Surface modification of C_{60} thin films by multiple charged nitrogen ions bombardment", *Fullerens, Nanotubes and Carbon Nanostructure*, 217896, February 2007.
- [22] B. Todorović-Marković et al. "Synthesis of amorphous boron carbide by single and multiple charged boron ions bombardment of fullerene thin films", *Applied Surface Science*, **253**, January 2007, p. 4029-4035

Abstract – We have used the well-known metal-ions-from-volatile-compounds (MIVOC) method with the mVINIS Ion Source to produce multiply charged ion beams from solid substances. Using this method very intense stable multiply charged ion beams of several solid substances having high melting points were obtained. The yields and spectrum of the multiply charged ion beams obtained from Hf will be presented. A hafnium ion beam spectrum was recorded at an ECR ion source for the first time. We have utilized the multiply charged ion beams from solid substances to irradiate the polymer, fullerene and glassy carbon samples at the channel for modification of materials (L3A).

MIVOC METHOD AT THE mVINIS ION SOURCE

Jovica Jovović, Jovan Cvetić, Aleksandar Dobrosavljević
Tanja Nedeljković, Ilija Draganić