Temperaturni profil uzorka grijanog ionskim snopom

Damjanović, Tomislav

Master's thesis / Diplomski rad

2024

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Science / Sveučilište u Zagrebu, Prirodoslovno-matematički fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:217:896089

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-24**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Faculty of Science - University of Zagreb

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET
FIZIČKI ODSJEK

Tomislav Damjanović

TEMPERATURNI PROFIL UZORKA GRIJANOG IONSKIM SNOPOM

Diplomski rad

Zagreb, 2024.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET
FIZIČKI ODSJEK

INTEGRIRANI PREDDIPLOMSKI I DIPLOMSKI SVEUČILIŠNI STUDIJ
FIZIKA; SMJER ISTRAŽIVAČKI

Tomislav Damjanović

Diplomski rad

Temperaturni profil uzorka grijanog ionskim snopom

Voditelj diplomskog rada: dr. sc. Tonči Tadić

Ocjena diplomskog rada: _____

Povjerenstvo: 1. _____

2. _____

3. _____

Datum polaganja: _____

Zagreb, 2024.

Ovaj rad predstavlja kulminaciju mog višegodišnjeg truda i rada na Prirodoslovno-matematičkom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu, gdje sam studirao fiziku. Njegovo postojanje nezamislivo je bez podrške i vodstva mnogih ljudi s kojima sam imao privilegiju surađivati i koje sam imao čast upoznati tijekom tog razdoblja. Stoga, koristim ove uvodne riječi kako bih izrazio svoju iskrenu zahvalnost osobama bez kojih ovaj rad ne bi bio moguć.

Prije svega, želim zahvaliti svom mentoru, dr. sc. Tončiju Tadiću, čije je stručno vodstvo tijekom izrade ovoga rada bilo neizmjerno vrijedan izvor znanja i iskustva, ne samo za ovaj rad, već i za moj budući profesionalni put. Posebnu zahvalnost dugujem i doktorandu Toniju Dunatovu, na nesebičnoj pomoći pri provedbi eksperimenta, te na korisnim savjetima i razgovorima koji su mi bili neprocjenjiva smjernica tijekom cijelog procesa. Dodatno, želim zahvaliti svim članovima Laboratorija za interakciju ionskih snopova na Odsjeku za eksperimentalnu fiziku Instituta Ruđer Bošković, čija je podrška bila ključna za uspješnu provedbu ovog rada.

Zahvaljujem se i svim profesorima i asistentima Fizičkog odsjeka PMF-a, od kojih sam imao priliku učiti. Posebno bih istaknuo prof. dr. sc. Matka Milina, čija su predavanja iz opće fizike u uvodnim godinama ostavila snažan dojam na mene te mi pružila izvor motivacije tijekom učenja, osobito kada sam se suočavao s izazovima iz područja koja mi nisu bila najdraža, poput matematike.

Studij fizike, kao i svaki studij, predstavlja jedno životno poglavlje puno izazova, kako akademskih, tako i osobnih. Zato želim zahvaliti svojim kolegama i prijateljima, onima koje sam upoznao tijekom studija i onima iz ranijih razdoblja života, na neizmjernoj podršci u donošenju važnih životnih odluka te na nezaboravnim trenucima i uspomenama koje smo zajednički stvorili tijekom ovih godina.

Posebnu zahvalnost dugujem svojim roditeljima, Tihomiru i Mirjani Damjanović, na njihovom strpljenju, podršci i poticanju mojih ambicija, kao i na cjeloživotnom primjeru učenja. Njihova požrtvovnost i trud omogućili su mi sve što sam do sada postigao, a ovaj rad samo je jedan

od plodova te nesebične ljubavi. Hvala im što su mi osigurali životnu sredinu ispunjenu smijehom i ljubavlju, u kojoj nikada nisam osjećao da mi nešto nedostaje ili da postoji išta što ne mogu postići. Njihove su žrtve bile neprocjenjive, i zauvijek ću im biti zahvalan na tome. Osim što su mi omogućili sve što sam postigao, posebno sam zahvalan i na tome što su stvorili dom ispunjen ljubavlju i životinjama, čija je prisutnost u mom životu unijela neizmjernu radost i obogatila moje odrastanje. Također, zahvaljujem svojoj braći, Zdravku i Leonardu, na neprocjenjivim razgovorima o životu i budućnosti te na pružanju drugačije perspektive koja mi je pomogla da bolje razumijem svijet oko sebe.

Posebnu zahvalnost dugujem i obitelji Galić, koja me primila u svoj dom i prihvatila sa svim mojim manama. Njihova nesebična pomoć, toplina i brižnost donijeli su novu dimenziju u moj život, i bez njih sigurno ne bih bio osoba kakva sam danas.

Na kraju, želim se posebno zahvaliti osobi koja je možda najviše zaslužna za to što sam ovaj put priveo kraju uz očuvano mentalno zdravlje. Hvala Ini za sve prekrasne trenutke kojima je obogatila moj život; vjerojatno je upravo ona razlog zbog kojeg te trenutke smatram tako lijepima. Hvala joj na beskrajnoj podršci tijekom teških i stresnih razdoblja, jer bez nje bi ih bilo daleko teže prebroditi. Hvala joj na nebrojenim razgovorima u kojima nikad nije nedostajalo tema, kao i na dugim šetnjama tijekom kojih sam, uz nju, bolje upoznao i sebe. Ti trenuci učinili su pandemijske godine podnošljivijima. Hvala joj i za milijun drugih stvari koje ne mogu dovoljno vješto izraziti riječima – ovaj rad nastao je za nju koliko i zbog nje.

Unatoč svemu, imam osjećaj da još uvijek nisam zahvalio mnogim ljudima koji su, na ovaj ili onaj način, bili dio mog života i doprinijeli njegovom oblikovanju. Stoga se zahvaljujem i svima njima. Dok sjedim na nasipu, razmišljajući o onima koje sam možda zaboravio spomenuti, gledam tratinčicu koju je donijela rijeka... *ad astra*.

Sažetak

Ionski snopovi koriste se za modifikacije i analize materijala za uporabu u ekstremnim uvjetima, poput fisijskih i fuzijskih reaktora ili svemirskih istraživanja, gdje visoke temperature prate i jako ionizirajuće zračenje. Jedna od novih tehnika istraživanja fuzijskih materijala je ozračivanje dvostrukim snopom iona gdje jedan snop koristi teške ione koji simuliraju elastične sudare između fuzijskih neutrona i materijala dok se drugim snopom implantira helij čime se simuliraju transmutacijske reakcije prouzrokovane visokoenergijskim udarima neutrona. Mjerenje temperature uzorka u ovakvim eksperimentima igra važnu ulogu u proučavanju fizikalnih procesa pri ozračivanju ionima, jer su studije promjena u materijalu uzrokovanih ozračivanjem ionima jako ovisne o temperaturi materijala. Gustoća i intenzitet ionskog snopa, geometrija i metoda ozračivanja ionima (skenirani ili stacionarni snop), te svojstva materijala su ključni u procjeni promjene temperature uzorka pri ozračivanju ionima. U ovom je radu kroz različite eksperimentalne postupke istražena mogućnost kvantifikacije efekta grijanja uzorka pri ozračivanju ubrzanim teškim ionima za razne gustoće toka ionskog snopa i na raznim temperaturama uzorka. Dobiveni rezultati ukazuju da efekt grijanja uzorka uzrokovan ozračivanjem je izraženiji za tanke uzorke te da osjetno pada pri debljinama od nekoliko dubina implantacije. Također otkriveno je da korištenje skeniranja snopa po uzorku ima pozitivne efekte na grijanje uzorka.

Ključne riječi: ionski snop, zagrijavanje uzorka ozračivanjem, fuzijski materijali, simulacija neutronskog oštećenja, implantacija helija, mjerenje temperature termalnom kamerom

Temperature profile of a sample heated by ion beam

Abstract

Ion beams are used for modifications and material analysis in extreme conditions, such as in fission and fusion reactors or space exploration, where high temperatures are accompanied by intense ionizing radiation. One of the new techniques for studying fusion materials is dual ion beam irradiation, where one beam uses heavy ions to simulate elastic collisions between fusion neutrons and the material, while the other beam implants helium to simulate transmutation reactions caused by high-energy neutron impacts. Measuring the sample temperature in such experiments plays an important role in studying physical processes during ion irradiation, as studies of material changes caused by ion irradiation are highly dependent on the material's temperature. The density and intensity of the ion beam, the geometry and method of ion irradiation (scanned or stationary beam), and the properties of the material are crucial in assessing the temperature change of the sample during ion irradiation. In this work, through various experimental procedures, the possibility of quantifying the heating effect on the sample during irradiation with accelerated heavy ions was investigated for various ion beam flux densities and at different sample temperatures. The obtained results indicate that the heating effect on the sample caused by irradiation is more pronounced for thin samples and significantly decreases at thicknesses of several implantation depths. Additionally, it has been found that the use of beam scanning across the sample has positive effects on sample heating.

Keywords: ion beam, beam heating, fusion materials, neutron damage simulation, helium implantation, thermal imaging

Sadržaj

1 Uvod **1**

1.1 Istraživanje fuzijskih materijala 1

1.1.1 Istraživanje (n, α) reakcija 1

1.2 Implantacija helija 6

1.2.1 Uloga temperature pri implantaciji helija 7

1.3 Interakcija ionskih snopova s materijom 8

1.3.1 Karakteristike ionskog snopa 8

1.3.2 Efekti interakcije iona s materijom 10

1.4 Ciljevi rada 13

2 Eksperiment i metodologija **15**

2.1 Akceleratorski sustav 15

2.1.1 1.0 MV Tandetron akcelerator 18

2.2 Uzorci 20

2.3 Procedura ozračivanja 22

2.4 Obrada mjerenja 24

3 Rezultati **26**

3.1 Rezultati pojedinih ozračivanja 26

3.2 Završni rezultati 36

3.3 Određivanje nepouzdanosti mjerenja 41

4 Diskusija i zaključak **44**

Dodaci **46**

A Mjerenje termalnom kamerom **46**

A.1 Teorijska pozadina 46

A.2 Emisivnost 49

A.3 Određivanje temperature pomoću infracrvenog zračenja 50

A.4 Detektori i uređaji za infracrveno mjerenje temperature 52

B TEM i STEM **54**

Literatura **57**

1 Uvod

1.1 Istraživanje fuzijskih materijala

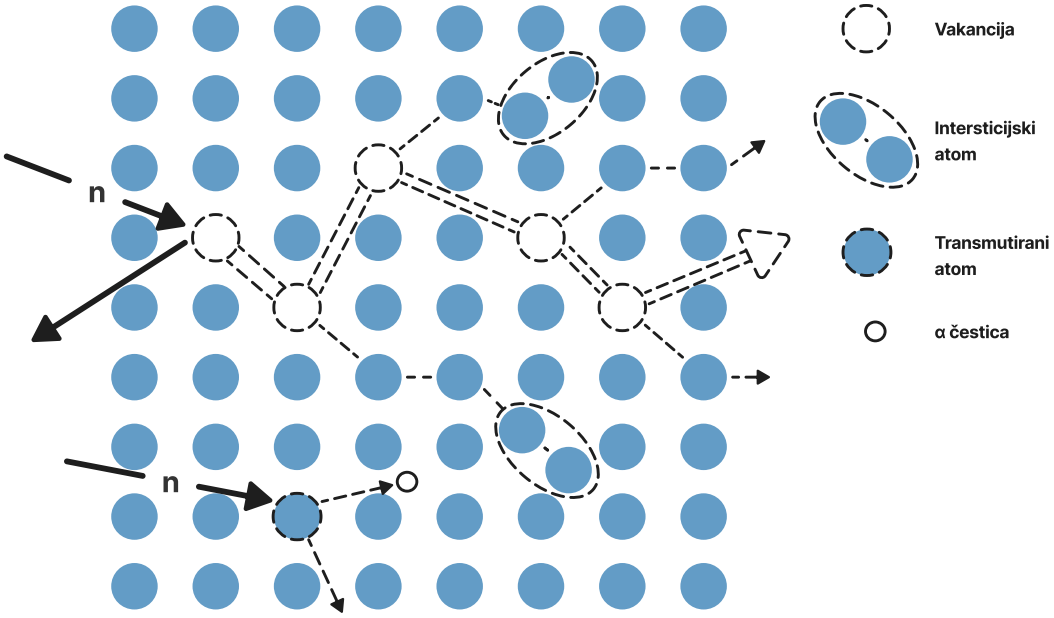
U nuklearnim energetskim sustavima poput fisijskih i budućih fuzijskih reaktora i općenito sustavima koji su izloženi ekstremnim uvjetima u vidu ionizirajućeg zračenja i visokih temperatura velika pozornost treba se pridodati testiranju strukturalnih materijala. Njihove performanse ne određuju samo efikasnost i rok trajanja samog sustava već uvelike utječu na sigurnost samih sustava.

Budući fuzijski reaktori bit će izloženi kompleksnim i ekstremnim operativnim uvjetima među kojima se ističe neutronsko zračenje velike energije (14 MeV-a) i visokog toka. Takvo zračenje rezultirat će velikim brojem dislociranih atoma u materijalu kao posljedicom udara jednog neutrona te velikim dozama mjerenim u stotinama izmještajima po atomu (dpa), što posljedično dovodi do ozbiljne štete na materijalu i degradacije njegovih svojstava. Definicija doze i načini mjerenja iste dana je u potpoglavlju 1.3. Stoga je znanje o svojstvima materijala te njihova promjena tijekom dugotrajnog rada pod intenzivnim neutronskim zračenjem od ključnog značaja pri planiranju fuzijskih reaktora.

Poznato je da uočeno makroskopsko oštećenje zračenjem posljedica dviju vrsta reakcija između zračenih čestica i atoma kristalne rešetke prikazanih na Slici 1.1 [1]. Prvu reakciju predstavljaju pomaci uzrokovani sudarima s neutronima i ionima. Oni dovode do parova vakancija i intersticijskih atoma (Frenkelovi parovi) ako udarajuća čestica ima dovoljno veliku energiju (10 eV za metale) za izbacivanje atoma iz ravnotežnog položaja u rešetci. Druga vrsta reakcija predstavljaju transmutacijske nuklearne reakcije unutar materijala koji mogu dovesti do proizvodnje značajne količine stranog elementa unutar materijala. Od posebnog značaja su (n,α) reakcije koje mogu dovesti do velike proizvodnje inertnog helija unutar materijala. Sama šteta uzrokovana neutronskim zračenjem značajno ovisi o energetskom spektru neutrona, nuklearnim reakcijama, ozračenoj dozi, brzini doze te temperaturi ozračivanja.

1.1.1 Istraživanje (n, α) reakcija

U prvim fuzijskim reaktorima, reakcija deuterija i tricija proizvodit će, između ostaloga, visokoenergetske 14 MeV neutrone koji će uzrokovati velike izmještaje atoma i



Slika 1.1: Interakcija visokoenergetskih čestica s atomima kristalne rešetke može dovesti do a) stvaranja Frenkelovih parova i b) transmutacijskih produkata. Preuzeto iz [2].

ostale defekte u okolnom materijalu [3]. Dodatno, ovoliko energetski neutroni kao posljedicu imat će signifikantnu proizvodnju atoma helija i vodika kroz (n,α) i (n,p) transmutacijske reakcije s elementima poput željeza u strukturi samog reaktora [4]. Za materijale na bazi željeza prognozirana doza zračenja je 20-30 dpa po godini dok je produkcija helija procijenjena na 100 do 300 appm u godini [5]. To predstavlja do 10 puta veću produkciju helija nego u fisijskim reaktorima. Kako je helij slabo topljiv u većini materijala dolazi do njegove akumulacije u obliku stvaranja šupljina i mjehurića u materijalu što ima značajan utjecaj na evoluciju materijala dodatno podupirući ostale efekte ozračivanja na degradaciju materijala [6].

Od velikog broja mogućih nuklearnih transmutacija uzrokovanih neutronima unutar nekog materijala glavni izvori helija su (n,α) reakcije između brzih neutrona n^f u MeV području energija te jezgre metala M atomske težine A i broja Z oblika:

$$ {}^{A}_{Z}M +^{1}_{0} n^f \rightarrow^{A-3}_{Z-2} M' +^{4}_{2} He, $$

$$ {}^{A}_{Z}M +^{1}_{0} n^f \rightarrow^{A-4}_{Z-2} M'' +^{1}_{0} n' +^{4}_{2} He, $$

gdje su stvorene α-čestice izbačene iz originalne jezgre s energijom od par MeV-a [2]. Za spomenute reakcije udarni presjek ovisi o energiji neutrona od kojih je od posebnog značaja iznos za neutrone energije 14 MeV-a nastalih prilikom fuzije deuterija i tricija. Iako udarni presjeci uvelike variraju s obzirom na izotop gledanog elementa postoji globalni trend smanjenja udarnog presjeka s povećanjem atomskog broja. Tablica 1.1 prikazuje iznose udarnih presjeka za neke elemente uključujući nekoliko izotopa željeza.

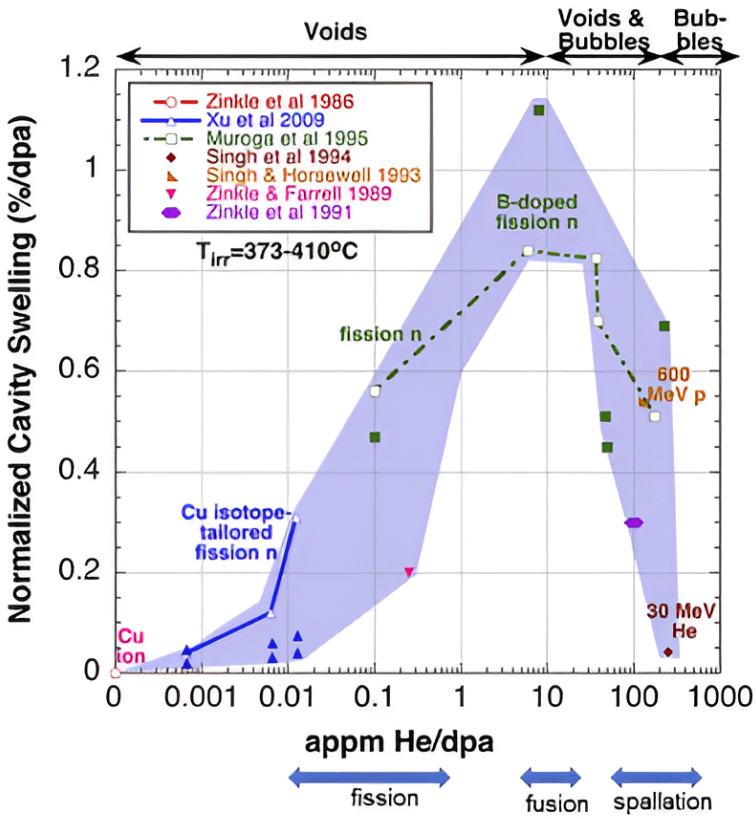
Materijal	σ[mbarn]
C	900 ± 70
Al	144 ± 7
Ti	37 ± 3
V	18.7 ± 1.4
Cr	34 ± 4
Fe	48 ± 3
^{54}Fe	91 ± 7
^{56}Fe	46 ± 3
^{57}Fe	33 ± 2
^{58}Fe	20 ± 2

Tablica 1.1: Udarni presjeci (n,α) reakcija za 14.8 MeV neutrone mjerenih plinskom masenom spektroskopijom. Preuzeto iz [4].

Trenutno ne postoji izvor fuzijskih neutrona dovoljno velikog toka za opsežna istraživanja materijala. Planirani projekti u izgradnji poput IFMIF-DONES-a predviđeni su za početak eksperimentalne faze kroz 10-ak godina stoga je za izvođenje studija potrebno koristiti postojeću infrastrukturu [7]. Ona uključuje korištenje fisijskih reaktora, spalacijskih neutronskih generatora te naposljetku ionskih akceleratora za dobivanje ili simulaciju neutrona. Zbog intrinzičnih razlika u energetskom spektru neutrona, rezultati dobiveni ozračivanjem fuzijskim neutronima značajno se razlikuju od onih dobivenih fisijskim ili spalacijskim neutronima. Fisijski neutroni primarno proizvode defekte izmještanja atoma za razliku od fuzijskih neutrona [8, 9]. Također, ostvarive doze su uobičajeno male što ne odgovara fuzijskim uvjetima te značajno produljuje trajanje eksperimenta.

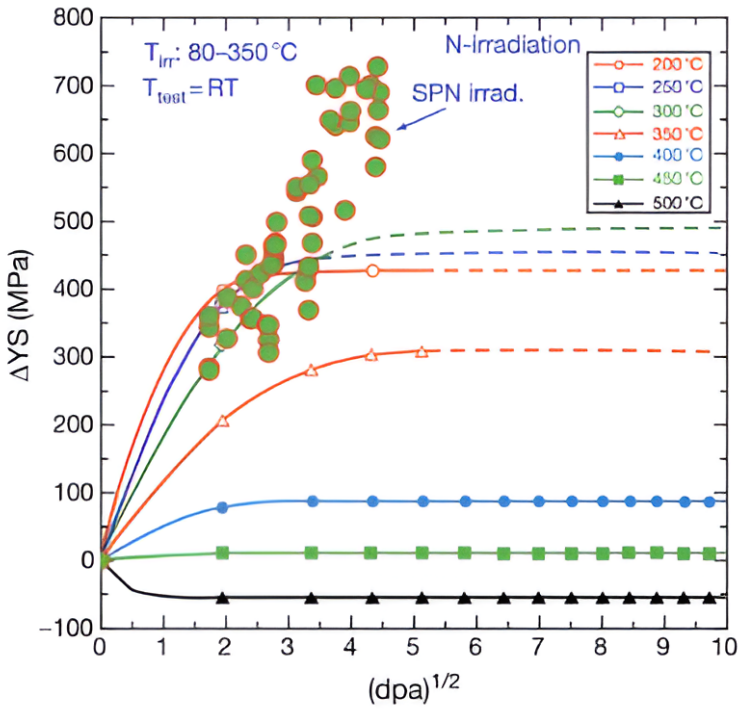
Dostupni rezultati, stoga, su fokusirani na utjecaj zračenja na strukturu i evoluciju defekata u čistim metalima i jednostavnim legurama, npr. studije pokazuju da za ostvarivanje iste promjene granice razvlačenja u žarenom bakru potrebna je

17 puta veća doza fisijskih neutrona od fuzijskih [10]. Mjerenja ovisnosti granice razvlačenja o temperaturi na željezu korištenjem RTNS-II izvora, jedinog izvora fuzijskih neutrona velikog toka koji je s radom završio 1987. godine, i KUR fisijskog reaktora pokazalo je razlike u obliku ovisnosti između ta dva neutronska izvora sugerirajući opservabilne razlike u strukturi defekata prilikom korištenja ta dva načina ozračivanja [11]. Primjetne razlike uočene su i kod inducirane otpornosti, raznih drugih mehaničkih svojstava te ponašanju akumulacije i formacije mjehurića helija unutar materijala gdje je otkriveno značajno veće bubrenje nakon ozračivanja fuzijskim neutronima naspram fisijskih [12–14]. Opaženo bubrenje ima signifikantnu i kompliciranu ovisnost o omjeru helija i doze (appm/dpa) što je vidljivo na Slici 1.2.



Slika 1.2: Ovisnost bubrenja šupljina u čistom bakru o produkcijskoj dozi helija. Ovisnost je nemonotona te ima vrhunac na 10 appm/dpa. Preuzeto iz [15].

S druge strane, korištenjem spalacijskih neutronskih izvora dobivaju se vrijednosti koncentracije helija koje su za red veličine veće od fuzijskih neutrona. Jedan od razloga tomu je što prilikom ozračivanja u spalacijskom reaktoru, uzorak je ozračen i sa protonskim snopom velike struje i energije. Na primjer u Švicarskom spalacijskom neutronskom izvoru (SINQ) tipične vrijednosti oštećenja su iznosile 20 dpa i 1800 appm He [16]. Usporedba spalacijskog i fisijskog izvora pokazuje da je utjecaj



Slika 1.3: Varijacija u tvrdoći uzrokovanoj ozračivanjem neutronima koristeći spalacijski i fisijski izvor. Na osi y prikazana je razlika granice razvlačenja, eng. (*yield strength*), naspram neozračenog uzorka. Preuzeto iz [5].

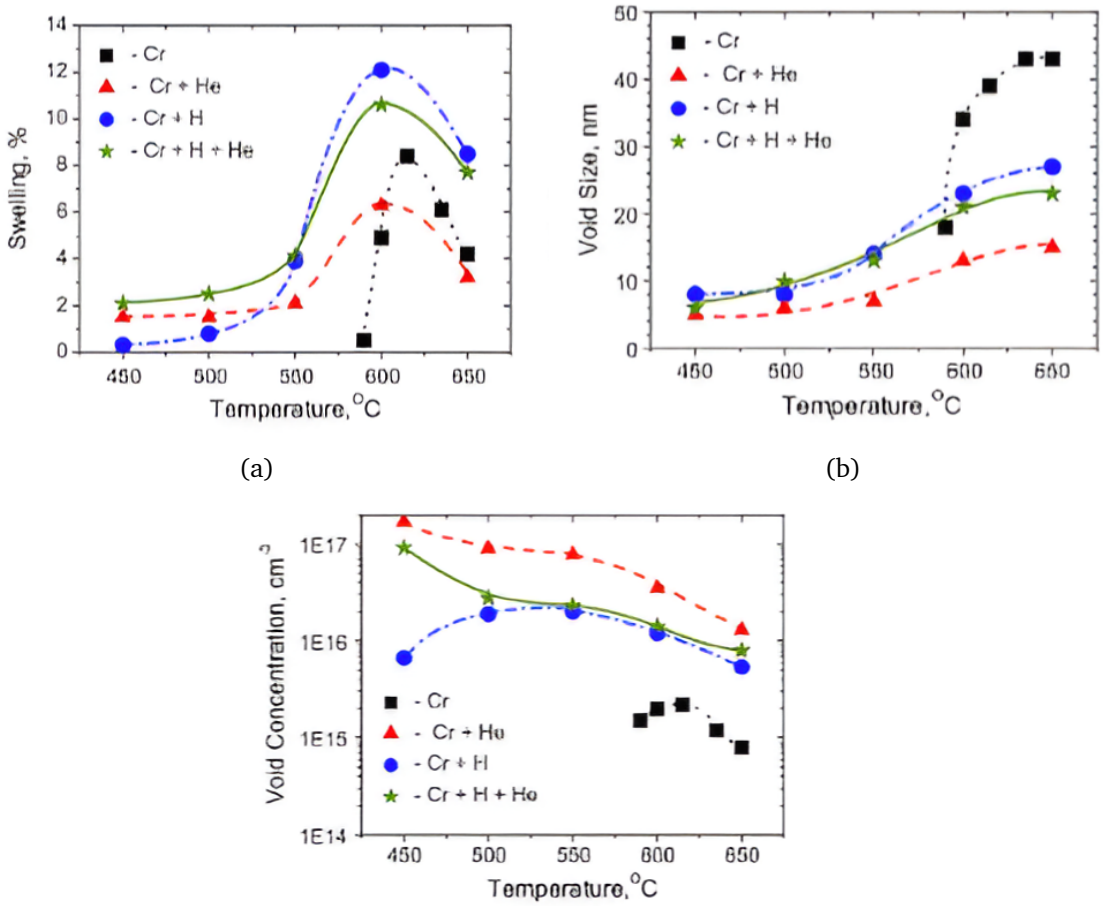
spalacijskih neutrona na tvrdoću materijala sličan kao pri malim dozama ozračivanja fisijskom izvorom. Kako doza raste, tvrdoća uzrokovana fisijskim neutronima saturira dok ona uzrokovana spalacijskim izvorom kontinuirano raste što može biti pripisano efektima proizvodnje helija i vodika u materijalu kao što je prikazano na Slici 1.3.

Fisijski i spalacijski neutronski izvori ne mogu precizno emulirati uvjete i efekte prilikom fuzijskog neutronskog zračenja poput sinergijskog djelovanja proizvedenog helija na mikrostrukturu i svojstva materijala pod zračenjem te energetskog spektra fuzijskih neutrona. Uz navedeno, ozračivanja neutronskim izvorima su inherentno radioaktivna po prirodi te stoga su znatno kompleksnija za provedbu. Često, dobivene neutronske zrake u takvim izvorima su malenoga toka što produljuje trajanje eksperimenta ili vodi na nepotpune rezultate. Također, prilikom neutronskih eksperimenata otežana je kontrola parametara eksperimenta poput doze, brzine doze ili temperature koji imaju bitnu ulogu na ispitivana svojstva. Zbog svega navedenog, potrebne su dodatne metode oponašanja fuzijskih neutrona koje će moći reproducirati koncentracije helija unutar materijala tijekom ozračivanja radi ispitivanja zajedničkih efekata helija i neutronskog oštećenja na svojstva materijala.

1.2 Implantacija helija

Ozračivanje s dvije ili više ionskih snopova tj. HI (težak ion) + He (+ H), predstavlja mogući način stjecanja informacija o utjecaju fuzijskih neutrona. Simultanim ozračivanjem s dva ili tri akceleratora mogu se istovremeno postići tražene vrijednosti izmještaja uzrokovanih elastičnim sudarima neutrona u materijalu, kao i približne vrijednosti omjera koncentracije He i doze (appm He/dpa) očekivanih u fuzijskom reaktoru. Dodatne pogodnosti ovog pristupa uključuju kraće vrijeme potrebno za dobivanje odgovarajuće doze uz veoma malu rezidualnu radioaktivnost i mogućnost precizne kontrole parametara ozračivanja poput energije, vrste iona, doze, brzine doze te temperature. Međutim, postoje i mane ovog pristupa kao što je mala dubina prodiranja iona što posljedično otežava karakterizaciju globalnog materijala. Također, ozračivanje ionima dovodi do fundamentalno drugačijeg tipa reakcija te dovođenja dopiranih atoma koji mogu proizvesti artefakte i drugačije rezultate nego pri ozračivanju neutronima [17, 18]. Stoga, posebna se pozornost mora pridodati analizi i interpretaciji rezultata. U tu svrhu napravljen je vodič standardne prakse za istraživanje efekata neutronskog oštećenja koristeći snopove ubrzanih iona [19]. ASTM Int. E521-16 standard napominje kako je izrazito bitno praćenje svih parametara ozračivanja jer različite kombinacije parametara poput energije snopa i temperature uzorka mogu dovesti do veoma različitih ishhoda ozračivanja. Posebno, u člancima 12. i 13. navodi se kako je poznato da temperatura pri kojoj je implantiran helij ima signifikantan utjecaj na rezultate eksperimenta, stoga je važno njeno poznavanje kroz mjerenje pomoću termočlanaka ili drugih metoda. Ukoliko direktno mjerenje nije moguće, za potpune rezultate eksperimenta potrebno je napraviti procjenu temperature uzorka uz navođenje detalja računa procjene.

He i H u materijalima imaju veću vjerojatnost interakcije s vakancijama nego intersticijalnim atomima [20]. Atomi helija i vodika mogu se vezati za vakancije i formirati He-V, H-V i He-H-V parove i klastere koji mogu biti preteča šupljina u materijalu ili utjecati na energije migracije vakancija (E_m^V) [21]. Utjecaj He-H sinergijskih efekata na bubrenje pod različitim eksperimentalnim uvjetima već je demonstriran u prijašnjim studijama no s različitim zaključcima [22–24]. Različiti rezultati studija utjecaja helija na formiranje šupljina i bubrenje materijala mogu se pripisati varijacijama u parametrima poput kumulativne doze, korištenih materijala uzoraka, koncentracije implantiranih atoma (appm/dpa) te temperature ozračivanja.



Slika 1.4: Ovisnost sinergijskih efekata implantacije helija i vodika uz teške ione na efekte poput a) bubrenja, b) veličine šupljina i c) koncentracije šupljina o temperaturi implantacije. Vidljive su promjene u položaju temperature za koje se događaju maksimalni efekti te iznosi tih promjena za različite konfiguracije eksperimenta (HI, HI+He, itd.). Za teške ione korišten je snop iona kroma, dok je uzorak predstavljao 18Cr10NiTi nehrđajući čelik. Preuzeto iz [25].

U skoro svim studijama gdje su korišteni postavi s dva snopa, helij je utjecao na povećanje gustoće i smanjenje veličine šupljina u materijalu [26]. Također, eksperimenti usporedbe korištenja snopa teških iona te dualnog snopa helija i teških iona ukazuju na formiranje šupljina samo prilikom postojanja snopa helija čime se potvrđuje njegova važna uloga u nukleaciji šupljina [27]. Za razliku od helija, ne postoje konkluzivni rezultati za ulogu vodika u eksperimentima ozračivanja s više snopova.

1.2.1 Uloga temperature pri implantaciji helija

Kao što je spomenuto, helij može stabilizirati klastere vakancija i promovirati nukleaciju šupljina. Utjecaj helija uvelike ovisi o parametrima ozračivanja, posebice

omjeru doze i stvorenog plina te brzini oštećenja. Još jedan bitan parametar prilikom istraživanja efekta helija je temperatura pod kojom se događa implantacija zbog velike korelacije između stabilnosti i mobilnosti klastera te formacije šupljina i temperature. Radovi Hortona et al. Borodina et al., Wakaija et al. i drugih pokazali su utjecaj temperature implantiranja na efekte poput bubrenja i formacije šupljina, sa zaključkom o postojanju temperature maksimalnog bubrenja iznad koje dolazi do pada gustoće šupljina uz porast njihove veličine [25, 28, 29]. Slika 1.4 prikazuje utjecaj temperature ozračivanja na neke ključne parametre implantacije helija u 18Cr10NiTi nehrđajući čelik. Razlog takvih rezultata leži u velikoj temperaturnoj ovisnosti pozadinskih mikroskopskih procesa koji dovode do makroskopskih efekata poput bubrenja i šupljina. Ti mikroskopski procesi uključuju difuziju, vezanje za defekte, intersticijsku i supstitucijsku topljivost. Uz toliko bitnu ulogu pri proučavanim fizikalnim mjerenim procesima, poznavanje točne temperature ozračivanja čini bitnu informaciju za valjanost i daljnju analizu provedenih eksperimenata.

1.3 Interakcija ionskih snopova s materijom

1.3.1 Karakteristike ionskog snopa

Ionski snopovi su okarakterizirane s nekoliko ključnih parametara koji definiraju njihova svojstva i ponašanje u obradi materijala, analizi i modifikaciji. Energija iona, mjerena u elektron voltima (eV), kiloelektron voltima (keV) ili megaelektron voltima (MeV), određuje dubinu prodora u ciljani materijal te je određena razlikom potencijala kojom je ion ubrzan i stupnju ioniziranosti iona. Energetski raspon, odnosno distribucija energija oko nominalne vrijednosti, utječe na uniformnost implantacije iona. Struja zrake, mjerena u amperima (A), mikroamperima (μA) ili pak nano- te piko-amperima (nA), (pA), označava broj iona koji udaraju u metu po jedinici vremena, dok gustoća struje, tj. struja zrake po jedinici površine, utječe na brzinu doze i uniformnost isporuke iona.

Vrsta iona, odnosno kemijski identitet iona, zajedno s njihovim nabojem, utječe na interakciju s ciljanim materijalom. Različite vrste iona imaju različite mase i svojstva, a naboj, bilo jednostruki ili višestruki, utječe na ubrzanje i energiju iona. Emitancija, mjerena u mm·mrad, opisuje širenje ionske zrake u položaju i kutu, ukazujući na fokusabilnost i kvalitetu zrake. Što je manja površina koju zraka zauzima u ovom

faznom prostoru, to je bolja fokusiranost i paralelizam zrake. Normalizirana emisija uzima u obzir relativističke efekte, pružajući točniji opis za visokoenergetske zrake.

Veličina točke zrake, promjer ionske zrake na cilju, divergencija zrake te kut širenja zrake od izvora, određuju rezoluciju i preciznost implantacije iona. Intenzitet ionske zrake, ukupni broj iona po jedinici vremena, proizvod je struje zrake i naboja iona, pri čemu zrake visokog intenziteta isporučuju više iona u danom vremenu. Doza, mjerena u ionima/cm^2, ukupni je broj iona isporučenih na jedinicu površine, određujući stupanj modifikacije materijala. Utjecaj doze na danu metu opisan je veličinama poput broja izmještaja po atomu eng. *Displacements Per Atom* (dpa) koja predstavlja broj izmještenih atoma u volumenu mete naspram ukupnog broja atoma u tom volumenu te je mjera oštećenja uzrokovanog ozračivanjem ili ionskom koncentracijom koja se mjeri u appm-ima eng. *atomic parts per million*. Za opis doze u literaturi se često koristi jedinica dpa uz ione/cm^2 ili appm iako ona predstavlja utjecaj implantirane doze na materijal. Pri određivanju toplinskih efekata zračenja bitnu ulogu ima brzina isporuke doze koja utječe na vrijeme obrade i toplinske efekte. Određenu dozu se može isporučiti u kraćem vremenu ako se koristi veća struja što posljedično vodi na veće zagrijavanje uzorka.

Profili zrake, prostorni i vremenski, opisuju distribuciju intenziteta iona preko presjeka zrake i njezinu varijaciju tijekom vremena. Prostorni profili mogu biti uniformni ili Gaussovi, utječući na uniformnost implantacije, dok su vremenski profili ključni za pulsirajuće ionske zrake [30, 31].

Ovi parametri se mjere i kontroliraju pomoću različitih tehnika. Energija iona i energetski raspon mjere se energetskim analizatorima i spektrometrima, osiguravajući preciznu kontrolu nad dubinom prodora i uniformnošću. Struja zrake i gustoća struje mjere se Faradayevim čašama (FC). Prilikom mjerenja struje FC-om dolazi do zaustavljanja zrake čime se prekida ozračivanje uzorka. Zaustavljeni ioni se pritom neutraliziraju čime dolazi do manjka elektrona u metalnom tijelu čaše. Nedostatak elektrona u FC-u se nadomješta povlačenjem elektrona iz strujnog kruga na koji je spojen FC. Ti elektroni čine struju koja je proporcionalna ulaznoj struji ionskog snopa [32]. Ako ulazni ioni snopa nisu jednostruko ionizirani već predstavljaju više ionizacije pojedinih elemenata, FC će mjeriti veći iznos struje jer je za svaki upadni ion potrebno više elektrona da ga neutraliziraju. Vrsta iona i naboj analiziraju se masenim spektrometrima i analizatorima stanja naboja, dok se emisija mjeri tehni-

kama skeniranja proreza ili uređajima s rupicama, omogućujući prilagodbe optike za fokusiranje zrake. Veličina točke zrake i divergencija mjere se profilima zrake i podesivim aperturama, osiguravajući precizno ciljanje. Intenzitet zrake kontrolira se podešavanjem izlaza izvora iona i ubrzavajućeg napona, dok se doza i brzina doze prate dozimetrima i brojačima iona, pružajući povratne informacije za prilagodbe u stvarnom vremenu. Prostorni i vremenski profili mjere se skenerima zraka i osciloskopima, osiguravajući uniformnu i konzistentnu isporuku iona.

1.3.2 Efekti interakcije iona s materijom

Prilikom prolaska kroz materijal ioni kontinuirano gube energiju E po putu x zbog elektromagnetskih interakcija s materijalom. Prosječni gubitak energije po jedinici puta predstavlja kočenje iona $S = -\mathrm{d}E/\mathrm{d}x \quad (eV/nm)$ za dani ion. Kočenje iona sastoji se od dva nezavisna doprinosa: elektronskog kočenja iona S_e i nuklearnog kočenja iona S_n koji daju jednostavnu relaciju za ukupno kočenje $S = S_e + S_n$ [33].

Elektronsko kočenje opisuje gubitak energije iona uslijed njihove interakcije s elektronima u materijalu. Zbog interakcije snopa s elektronima u materijalu može doći do ionizacije atoma mete ili kolektivnih pobuđenja elektrona - plazmona. Oba ova procesa su neelastična stoga se S_e još naziva neelastični doprinos kočenju iona S.

Teorijski izračun elektronskog kočenja iona predstavlja kompliciran problem zbog samog oblika interakcije upadnog iona s velikim brojem elektrona koji okružuju pojedinu jezgru te sa zasjenjenim potencijalom same jezgre. Aproksimativno rješenje moguće je dobiti kvantnomehaničkim pristupom temeljenim na Bornovoj aproksimaciji. Bornova aproksimacija pojednostavljuje kompleksan problem rješavanja Schrödingerove jednadžbe s potencijalom $V(\mathbf{r})$ tretiranjem danog potencijala kao male perturbacije hamiltonijanu slobodne čestice. Fizikalno se to može interpretirati s time da upadajuća čestica ne utječe na elektronsku dinamiku dane jezgre za velike energije upadajuće čestice. Pretpostavkom male perturbacije rješenje se može pretpostaviti rješavanjem perturbiranog problema do prvog reda. Ukupno rješenje predstavlja ravni val slobodne čestice s amplitudom raspršenja $f(\mathbf{k}', \mathbf{k})$ dobivenom iz sljedećeg izraza:

$$f(\mathbf{k}', \mathbf{k}) = -\frac{\hbar^2}{2\pi m} \int e^{i\mathbf{q}\cdot\mathbf{r}} V(\mathbf{r})\, d^3\mathbf{r} \tag{1.1}$$

gdje $\mathbf{k}'$ i $\mathbf{k}$ predstavljaju valne vektore upadne i izlazne čestice, a $\mathbf{q}$ njihovu razliku. Masa raspršene čestice je označena sa m, $\hbar$ reducirana Planckova konstanta, a $V(\mathbf{r})$ predstavlja raspršujući potencijal. Dani teorijski pristup uvelike ovisi o odabranom potencijalu prilikom izračuna stoga su eksperimentalni rezultati izrazito važni radi evaluacije teorijskih izračuna. Korištenjem Coulombovog potencijala $\sim e^2/r$ te uzimanjem u obzir kontinuiranog gubitka energije po putu zbog mnoštva interakcija dobiva se Bethe-Blochova formula 1.2 koja predstavlja dobru aproksimaciju za MeV područje energija.

$$\frac{\mathrm{d}E}{\mathrm{d}x} = -\frac{2N\pi Z_1^2 Z_2 e^4}{E_i}\frac{M}{m_e}\left\{\ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\overline{I}}\right) - \ln(1-\beta^2) - \beta^2\right\} \tag{1.2}$$

Drugi i treći član u zagradi sadrže relativističku betu, $\beta = v/c$ gdje je c brzina svjetlosti te predstavljaju relativističke doprinose. Z_1 i Z_2 predstavljaju atomske brojeve upadnih iona i atoma u meti. E_i je energija upadajućeg iona, a $\gamma_e = (4m_eM)/(m_e + M)^2$ je pokrata koja sadrži masu elektrona (m_e) i jezgre (M) i koja dolazi od pretpostavke da svi elektroni atoma sudjeluju u interakciji te da je brzina iona veća od brzine najjače vezanog elektrona. N je gustoća atoma, a $\overline{I}$ je prosječna energija pobuđenja atomskog sustava te predstavlja donju granicu ion elektron interakcija.

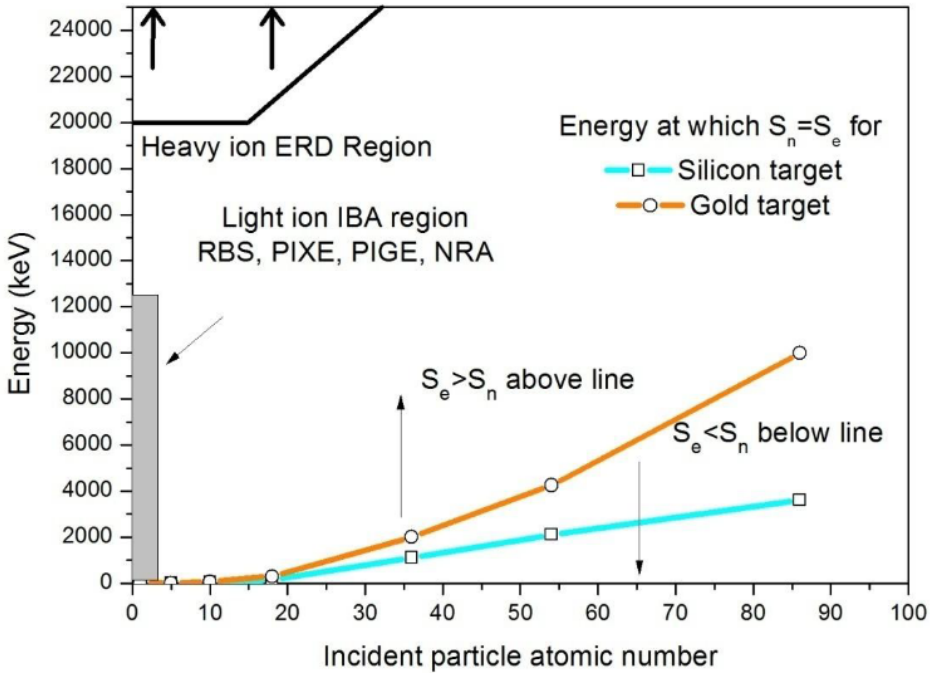
Nuklearno kočenje predstavlja elastični doprinos ukupnom kočenju i opisuje interakciju zasjenjenih jezgri atoma materijala s ionima u ionskom snopu kroz sudare. Pri energijama koje se koriste u eksperimentima s ionskim snopovima, S_e je dominantan način gubitka energije iona. To se lako može vidjeti ukoliko promatramo izraz za omjer elektronskog i nuklearnog kočenja preuzet iz Wasovog udžbenika:

$$\frac{S_e}{S_n} = \frac{2M}{m_e Z_2}\frac{\ln\left(\frac{\gamma_e E_i}{\overline{I}}\right)}{\ln\left(\frac{\gamma E_i}{E_d}\right)}, \tag{1.3}$$

gdje γ predstavlja reduciranu masu upadnog iona i atoma, a E_d je energija izmještanja potrebna da se atom izbije sa svog položaja u kristalnoj rešetci te ona predstavlja graničnu energiju kod nuklearnog kočenja. U slučaju protona MeV energija korištenjem navedenog izraza 1.3 dobije se da je elektronsko kočenje $\sim$ 2000 puta snažnije od nuklearnog.

Uz S_e i S_n koji predstavljaju većinske doprinose ukupnom S, mali doprinos dolazi i od nuklearnih reakcija koji je u našem slučaju zanemariv. Nuklearni mod zaustav-

ljanja postaje dominantan na završnom dijelu puta upadajućih iona kada oni izgube većinu svoje energije te tada nastaje najveća količina izmještajskih defekata povezana s elastičnim sudarima no ono nema najveći utjecaj na zagrijavanje uzorka. Pri malim brzinama upadnih iona, elektroni iz unutrašnjih atomskih ljuski sve manje doprinose kočenju. Također, vjerojatnost neutralizacije upadajućih iona postaje toliko velika da su sudari između projektila i okolnih elektrona gotovo elastični. U ovom režimu gubitak energije postaje proporcionalan brzini projektila. Lindhard, Scharff, Schiott (LSS) te Frisov su dali teorijske opise u ovom energetskom režimu [30,34]. Slika 1.5 prikazuje ponašanje nuklearnog i elektronskog kočenja u ovisnosti o energiji i atomskom broju upadajućih čestica. Vidljivo je da je pri visokim energijama snopa i malim atomskim brojevima korištenog elementa dominantan mod zaustavljanja elektronski.



Slika 1.5: Ovisnost režima dominantnog elektronskog ili nuklearnog kočenja iona za različite atomske brojeve upadajućih čestica i njihovih energija. Prikazane su krivulje za silicij i zlato te je uočljivo dominantno elektronsko kočenje za sve energije koje se koriste pri eksperimentima implantacije helija u željezo. Preuzeto iz [33].

Iako elektronsko kočenje iona sadrži i doprinose povezane s lokaliziranim čestica-elektron interakcijama možemo reći da je sav gubitak energije u kolektivnim elektronskim pobuđenjima jer elektroni koji individualno međudjeluju s ionima iz snopa veoma brzo predaju energiju kolektivnim pobuđenjima, tj. plazmonima. Plazmoni zatim međudjeluju s kristalnom rešetkom kroz plazmon-fonon interakcije koje se manifestiraju kao zagrijavanje materijala. Skoro sva energija snopa se naposljetku

pretvori u toplinsku energiju u uzorku. Toplina nastala zagrijavanjem ionskog snopa podiže temperaturu uzorka sve do uspostave termalne ravnoteže s procesima odvoda toplinske energije od mjesta udara snopa poput kondukcije kroz držač uzorka, radijativnog zračenja i konvekcije ako se uzorak ne nalazi u vakuumu.

1.4 Ciljevi rada

Zbog svoje važnosti na rezultate eksperimenata, poznavanje prave temperature pri kojoj se odvija implantacija helija je od krucijalne važnosti za interpretaciju eksperimenta. Dosadašnje studije su se oslanjale na korištenje termočlanaka za određivanje temperature uzorka tijekom ozračivanja, no informacije takve vrste su nepotpune jer ne uzimaju u obzir porast temperature na dijelu uzorka koji je direktno obasjan ionskim snopom. Teorijski radovi fokusirani su na izračun zagrijavanja proizvedenog korištenjem snopova slabe struje pri tehnikama analize ionskim snopovima (IBA) na tankim uzorcima što ne predstavlja uvjete koji se javljaju prilikom eksperimenata modifikacije materijala helijem i teškim ionima te stoga ne dovode do dobrih procjena temperatura [35,36]. Korištenje termočlanaka za mjerenje temperature unutar područja obasjanog snopom isto ne predstavlja dobar pristup jer kontinuirano bombardiranje termočlanka ionima može proizvesti šum te dovesti do mjerenja krivih vrijednosti temperature [37].

Stoga, jedini način određivanja temperature ozračenog dijela uzorka je korištenjem nekontaktnih metoda poput infracrvene kamere. Takve metode bi u principu mogle s dovoljnom preciznošću mjeriti temperaturu uzorka prilikom ozračivanja pritom davajući informacije o zagrijavanju uzorka na području obasjanom zrakom te informaciju o raspodjeli temperature na uzorku. Time bi se dobile informacije o gradijentu temperature na rubu ozračenog područja uz informaciju maksimalne ostvarene temperature na uzorku prilikom ozračivanja što može biti od koristi prilikom tumačenja rezultata eksperimenta.

U ovom radu proučeno je zagrijavanje uzrokovano ozračivanjem snopom ubrzanih iona helija s konfiguracijom parametara poput energije, struje i drugih kakvi se koriste u redovitim studijama ispitivanja utjecaja implantiranih iona helija na materijal. Cilj je bio dobiti preliminarne rezultate koji bi dali uvid u razmjere efekta zagrijavanja tijekom obasjavanja ionskim snopom pod različitim kombinacijama pa-

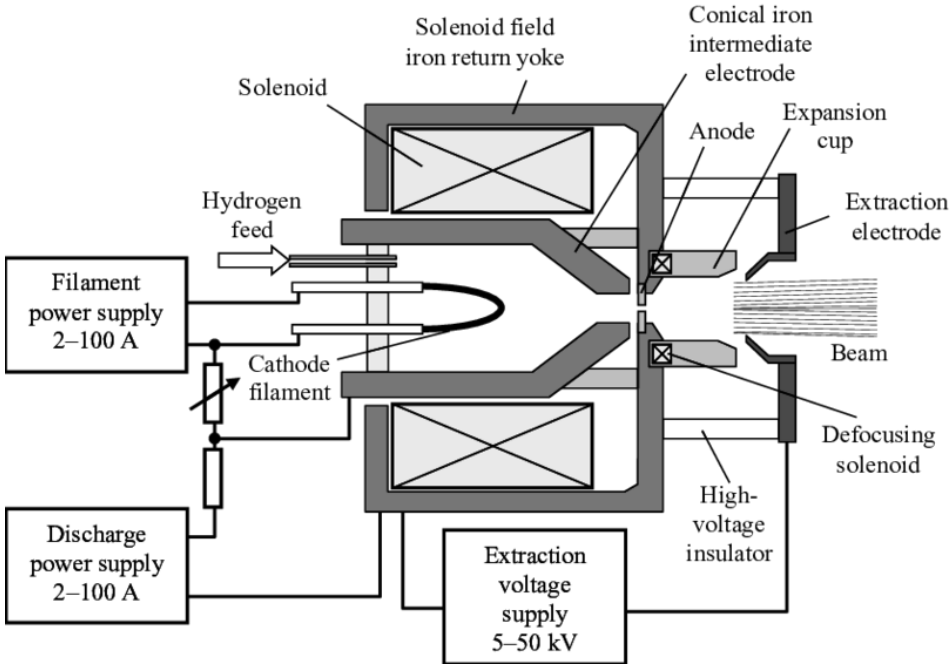
rametara ozračivanja. U tu svrhu korištena je termalna kamera kao sredstvo snimanja te posljedičnog određivanja temperature uzorka. Korišteni uzorak predstavljale su tanke folije čistog željeza varirajućih debljina. Sam način funkcioniranja mjerenja termalnom kamerom objašnjen je u Dodatku A. Dodatno, efekti ozračivanja na jednom uzorku detaljnije su proučeni na TEM/STEM uređaju. Princip rada TEM/STEM uređaja opisan je u Dodatku B.

2 Eksperiment i metodologija

2.1 Akceleratorski sustav

Za dobivanje kolimiranih snopova iona koriste se ionski ubrzivači. To su sofisticirani uređaji dizajnirani za proizvodnju, ubrzavanje te vođenje zraka nabijenih iona do mete. Ionski ubrzivači sastoje se od izvora iona, akceleratora, dijela za transport zrake te prostora za interakciju zrake s metom. Prvi korak pri stvaranju zrake je dobivanje iona zadanog elementa i naboja što se postiže na izvoru. Najjednostavnija podjela izvora bila bi na vrstu iona koje izvor generira, tj. generira li izvor pozitivne ili negativne ione. Druga vrsta podjele je prema tipu procesa kroz koji se dobiva ionizacija, gdje se ionizacija može ostvariti s pomoću sljedećih mehanizama: ionizacija udarom elektrona, foto inducirana ionizacija, površinska ionizacija, izmjena naboja između atoma i iona, molekularna disocijacija [38].

Ovisno o vrsti naboja željenih iona postoje različiti pristupi njihovih dobivanja koji se zasnivaju na procesima iz druge raspodjele. Za pozitivne ione najčešće izvedbe se zasnivaju na bombardiranju mete u izvoru elektronima poput katodnih izvora koji zagrijavanjem otpuštaju elektrone koji zatim pogađaju metu koja otpušta nabijene čestice koje zatim formiraju ionsku zraku. Ostali pristupi mogu uključivati korištenje plazme radi postizanja veće gustoće elektrona prilikom produkcije iona poput eng. "*multicusp*" izvora, plasmatron izvora te modificiranog PIG, eng. "*Penning ion Gauge*", izvora. Problem ovih izvora je potrošnja katode uslijed kontinuiranog bombardiranja elektronima i ionima iz plazme stoga su razvijeni izvori poput radiofrekventnog (RF) ili mikrovalnog izvora gdje do ionizacije dolazi uslijed pobuđenja intenzivnim elektromagnetskim pulsevima. Izvori pozitivnih iona bili su prvi ostvareni izvori te imaju široku primjenu u akceleratorima, medicini te raznim granama fizike za istraživanje materijala i pojava. Proizvodnja negativnih iona postala je potrebna za ostvarivanje nekih vrsta akceleratora poput tandem akceleratora, također negativni ioni imaju primjenu u istraživanju fuzije te fizici materijala. Povijesno, prvi izvori negativnih iona razvili su se za proizvodnju H^- iona u kružnim akceleratorima za što su se rabili modificirani PIG, duoplasmatron ili magnetron izvori. Takvi izvori spadaju u volumne izvore negativnih iona. Za dobivanje ionskih snopova helija najčešće se koriste duoplasmatron izvori koji se koristi i u sklopu Tandetron akceleratora na Institutu Ruđer Bošković (IRB). Kod duoplasmatron izvora ioni nastaju kao posljedica



Slika 2.1: Shematski prikaz duoplasmatron izvora. Preuzeto iz [39].

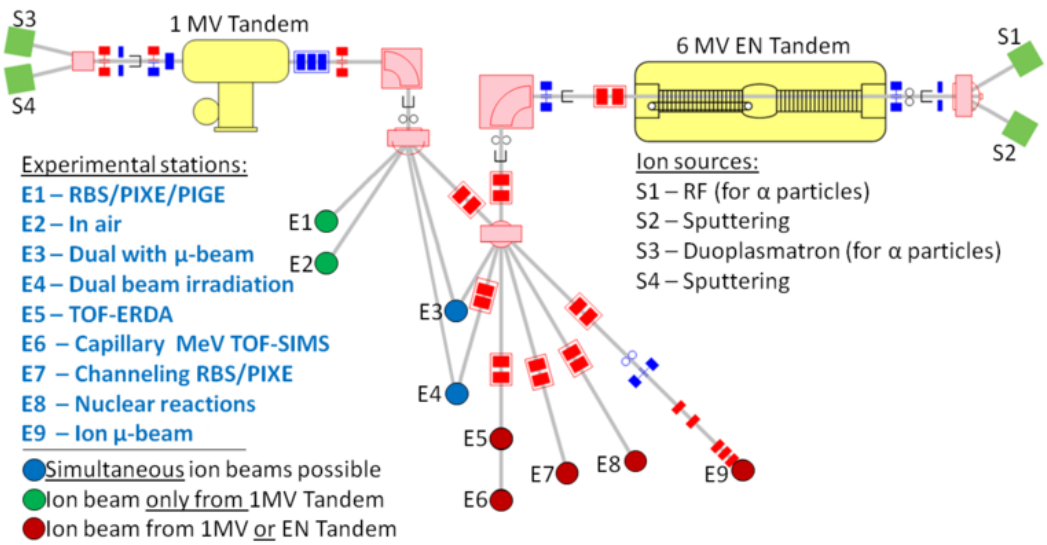
dva izboja. Prvi izboj se ostvaruje otpuštanjem elektrona termičkim zagrijavanjem filamenta. Elektroni su potom vođeni magnetskim poljem zavojnice prema anodi koja je uzemljena, prilikom prolaska kroz otvor koji razdjeljuje prostor gdje se nalazi katoda od anode dolazi ubacuje se plin elementa koji želimo ionizirati te uz pomoć dodatne elektrode dolazi do sekundarne ionizacije. Novonastala plazma se potom ekstrahira kroz otvor između anoda i ubacuje se u akcelerator [40]. Shematski prikaz duoplasmatron izvora prikazan je na Slici 2.1.

Nakon stvaranja na izvoru, ioni se ubrzavaju koristeći elektromagnetska (EM) polja. Svrha akceleratora je veliko povećanje energije početnog snopa iona u kratkom vremenu koji se potom transportira prema meti. Ovisno o prirodi EM polja akceleratore možemo podijeliti na elektrostatičke i elektrodinamičke. Elektrostatski akceleratori koriste statička električna polja, tj. razliku potencijala između ulaza i izlaza akceleratora kako bi ubrzali čestice. U akceleratore ovakvog tipa se ubrajaju Cockcroft-Waltonov generator, Van de Graff generator te Tandem generator. Ostvariva kinetička energija iona određena je razlikom potencijala koja je pak limitirana kritičnim potencijalom izboja. Elektrodinamički akceleratori koriste promjenjiva elektromagnetska polja (magnetsku indukciju ili oscilirajuća radiofrekventna polja) za ubrzavanje čestica. Kako u ovakvim akceleratorima ubrzavajuća čestica prolazi više puta kroz ubrzavajuće polje, maksimalna energija čestica nije limitirana snagom ubrzavajućeg

polja već gubitcima poput sinkrotronskog zračenja što ih čini pogodnijim izborom u fizici visokih energija.

Stvorene i ubrzane ione do mete je potrebno prenijeti u vakuumu. Ako bi snop iona bio ostavljen na atmosferskim uvjetima veoma brzo bi došlo do atenuacije zrake zbog interakcije ionskih čestica s molekulama u zraku. Na primjer, snop vodikovih iona ubrzanih do energije 2 MeV-a, u zraku ima domet od samo 7.5 cm [41]. Stoga je primarni zadatak transportne linije osigurati nesmetani prijenos ionske zrake od akceleratora do mete uz što manje gubitke. Kao što je već spomenuto, minimizacija gubitaka se ostvaruje postizanjem visokog vakuuma u transportnim cijevima, dok je nesmetan prijenos zrake omogućen korištenjem različitih oblika električnih i magnetskih leća. Bez pažljivog dizajna elemenata za fokusiranje, ionski snop nema stabilnu putanju unutar transportnih cijevi čime se samo dio zrake prenosi do eksperimentalne komore. Također, sami fokusirajući elementi moraju moći biti prilagodljivi u svom radu kako bi se moglo kompenzirati nestabilnosti u dnevnom radu izvora. Prilikom odabira vrste ionske optike pozornost treba pridodati činjenici da, iako se i elektrostatski elementi mogu koristiti za razlikovanje, tj. filtraciju elemenata, ono je puno lakše ostvarivo korištenjem magnetostatskih elemenata.

U elektrostatske elemente se ubrajaju imerzijske leće, einzel leće te električni dipoli i kvadrupoli. One su uglavnom korištene za izvlačenje zrake iz izvora, pripremu i prvu akceleraciju iona. Magnetske leće su preferirani način korekcije putanje zrake u njenim kasnijim stadijima kad su ioni već ubrzani jer tada provode manje vremena između elektroda, tj. zavojnica što znači da nam je potrebno jače polje kako bi se ostvario željeni učinak optičkog elementa što je lakše izvedivo sa zavojnicama. Jedna bitna uloga magnetskih optičkih elemenata u ranom stadiju transporta zrake je filtriranje ionske zrake prilikom izlaza s izvora na temelju naboja i mase. Ioni istog naboja bit će filtrirani po masi ako im magnetom zakrivljujemo putanju te se izlaz iz magneta nalazi na točno određenoj zakrivljenosti tako da ioni traženog omjera naboja i mase mogu izaći i nastaviti svoj put. Magnetski dipoli se kao i električni, koriste za mijenjanje smjera kretanja zrake, tj. za korekciju putanje dok se magnetski kvadrupoli koriste za fokusiranje zrake.



Slika 2.2: Akceleratorski postav IRB-a. Uz 1 MV Tandetron koristi se i 6 MV Van de Graaf akcelerator za potrebe ozračivanja dvostrukim snopom ili ozračivanja visokoenergetskim ionima. DiFU komora označena je oznakom E4. Preuzeto iz [41].

2.1.1 1.0 MV Tandetron akcelerator

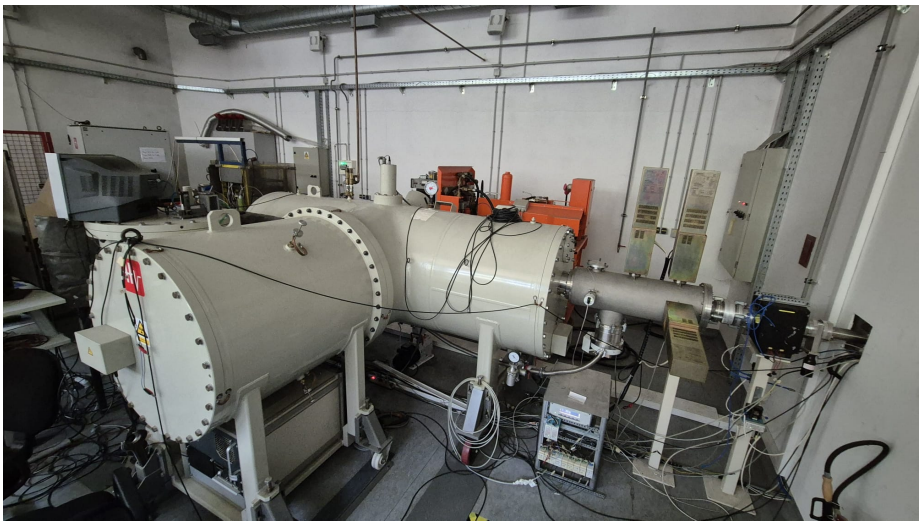
1.0 MV Tandetron akcelerator, pušten u rad 2005. godine na Institutu Ruđer Bošković u sklopu Laboratorija za interakciju ionskih snopova (LIIS), napredni je tip tandem elektrostatičkog akceleratora s maksimalnim naponom na terminalu od 1 MV. Tandem akceleratori, uključujući Tandetron, koriste visokovoltnu elektrodu za dvostruko ubrzanje iona, što značajno povećava njihovu energiju u usporedbi s jednostupanjskim akceleratorima. U početku, ioni se stvaraju i ubrzavaju prema pozitivno nabijenu terminalu kao negativni ioni. Na terminalu prolaze kroz striper koji uklanja elektrone, pretvarajući ih u pozitivne ione. Ovi pozitivno nabijeni ioni potom doživljavaju drugo ubrzanje, učinkovito udvostručujući napon ubrzanja.

Pojam "Tandetron" specifično se odnosi na brend ili tip tandem akceleratora razvijen od strane High Voltage Engineering Europa (HVEE). Dok je osnovni princip isti za sve tandem akceleratore, Tandetron se ističe kompaktnim dizajnom i visokom stabilnošću napona, čime je prikladan za razne istraživačke primjene.

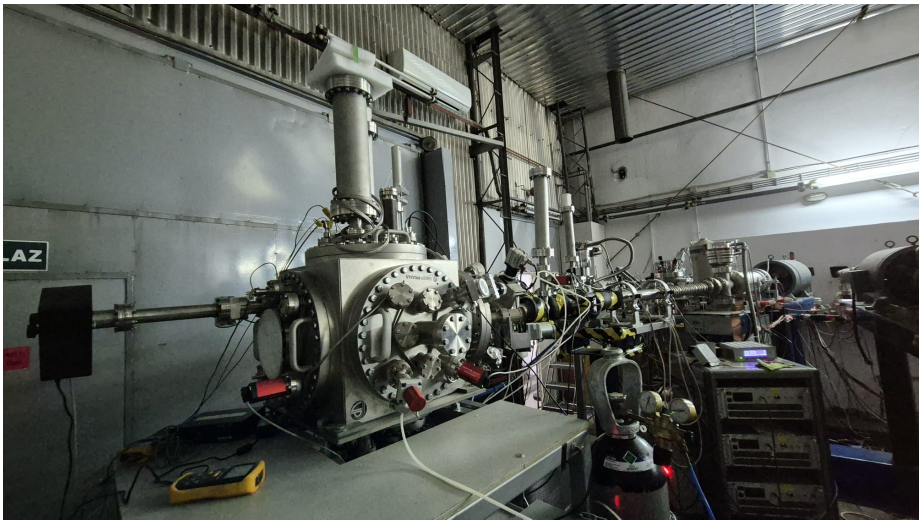
Tandetron na Institutu Ruđer Bošković koristi dva tipa izvora iona: SNICS i duoplasmatron izvor iona. SNICS koristi cezij za generiranje negativnih iona. Cezij isparava i taloži se na meti, a zatim bombardiranjem stvara negativne ione. SNICS je vrlo svestran i može proizvoditi širok raspon ionskih vrsta promjenom materijala mete. Koristi se za generiranje širokog spektra negativnih ionskih vrsta, što ga čini vrlo svestranim za različite eksperimentalne potrebe. Duoplasmatron izvor iona ge-

nerira ione iz plazme, obično koristeći plinove poput vodika ili helija. Električni ispust između vruće katode i anode stvara gustu plazmu. Pozitivni ioni iz plazme ekstrahiraju se kroz otvor i ubrzavaju kako bi formirali visokoenergetski snop iona. Duoplasmatron je idealan za proizvodnju intenzivnih snopova lakih iona, ključnih za aplikacije koje zahtijevaju visoke gustoće struje.

Tijekom izrade diplomskog rada, za potrebe eksperimenta korišten je 1.0 MV Tandetron akcelerator te duoplasmatron izvor za dobivanje ionskih snopova helija energije 3 MeV-a i velikih struja (do 200 nA). Sama transportna linija završavala je u *Dual beam Irradiation for FUsion materials* (DiFU) komori gdje su se nalazili uzorci pod vakuumom [42]. Shematski prikaz akceleratorskog postrojenja IRB-a prikazan je na Slici 2.2 dok su prikazi Tandetron tandem akceleratora i DiFU komore prikazani na Slici 2.3.



(a) HVEE 1.0 MV Tandetron akcelerator.



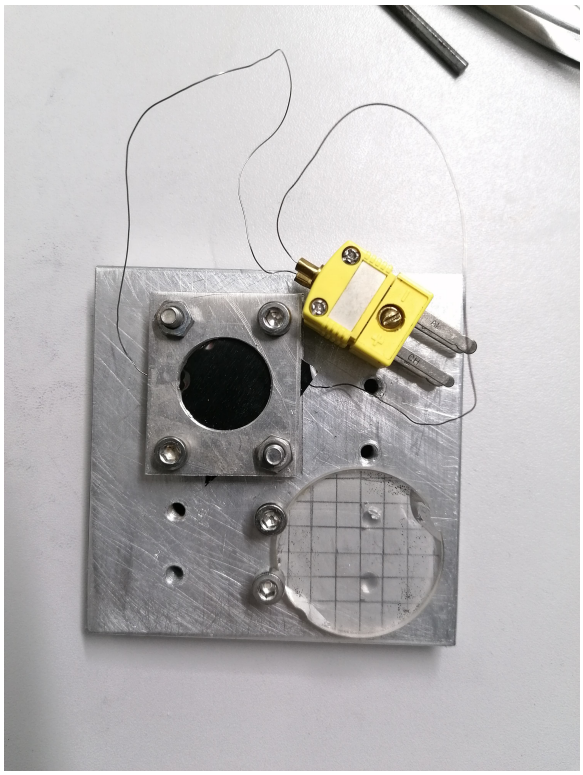
(b) Linija DiFU komore.

Slika 2.3: Prikazi korištenog akceleratorskog postrojenja i linije.

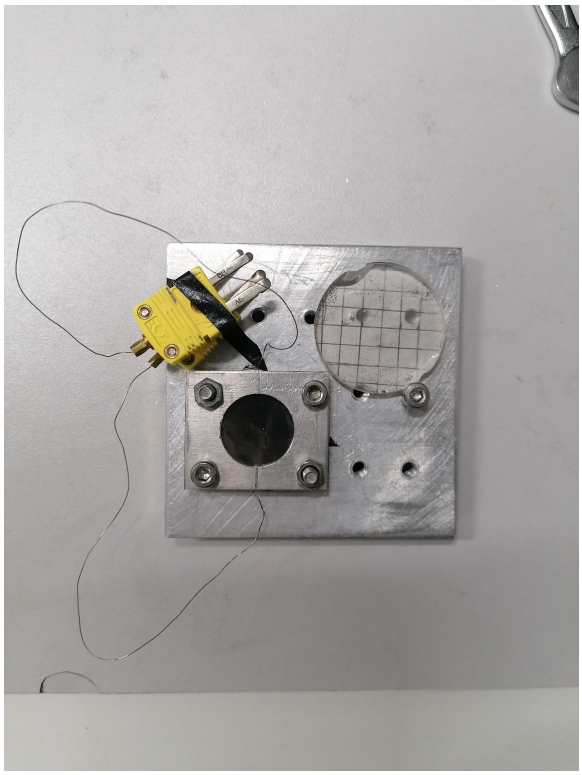
2.2 Uzorci

Kao materijal uzoraka odabrano je čisto željezo iz nekoliko razloga. Prvi je razlog taj što željezo čini bazu velikog broja legura koje će se koristiti kao budući fuzijski materijali, primjerice EUROFER koji pripada skupini niskoaktivacijskih čelika specijalno izrađenih za fuzijske uvjete. Uz nisku razinu aktivacije uslijed radijaktivnog ozračivanja neutronima odlikuje ga i nemagnetičnost te zadržavanje tih svojstava i na visokim temperaturama [43]. Čisto željezo je odabrano umjesto legure željeza zbog svoje dostupnosti u različitim oblicima i debljinama što omogućuje pažljivo mijenjanje parametara dimenzija posebice debljine uzorka. Također, popratna analiza uzoraka pomoću *Ion Beam Analysis* (IBA) tehnika ili tehnika elektronskog mikroskopiranja poput *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ili *Transmission Electron Microscopy* (TEM) je olakšana ako je uzorak sačinjen od manjeg broja elemenata kod kojih se implantirani ioni lakše razaznaju. Uz navedeno, toplinska vodljivost željeza iznosi 94 W/(m·K) što predstavlja nisku vrijednost u usporedbi sa drugim čistim metalima korištenim u fuzijskim istraživanjima poput volframa i bakra [44]. Niska vrijednost toplinske vodljivosti omogućuje lakše mjerenje temperature ozračenog područja termalnom kamerom prilikom ozračivanja te daje mogućnost određivanja veličine efekta zagrijavanja uzrokovanog samim ozračivanjem ionima.

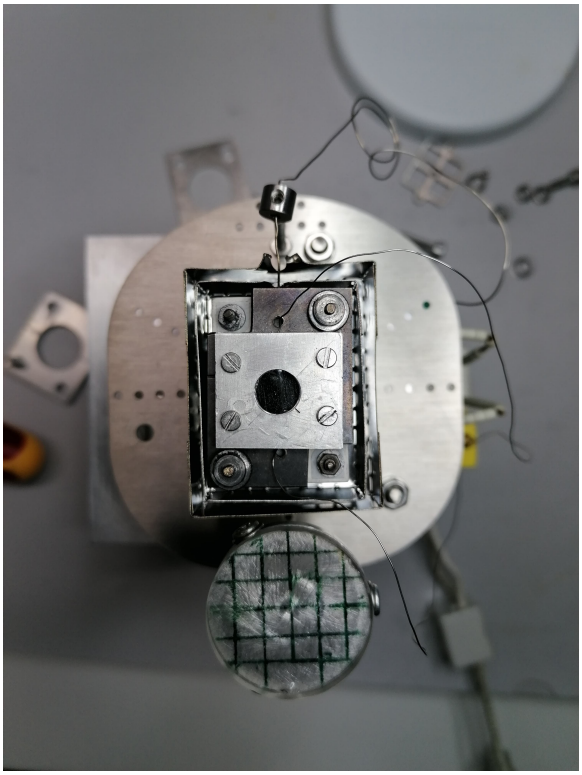
Ukupno su korištena tri uzorka: dvije folije željeza dimenzija 25 x 25 mm debljina 12.5 μm i 5 μm te jedna folija željeza dimenzija 10 x 10 mm debljine 12.5 μm. Uzorci su naručeni od engleskog proizvođača materijala za znanstvenu uporabu Goodfellow Cambridge Ltd. Korištene folije predstavljaju prirodno željezo čiji je najčešći izotop ^{56}Fe sa udjelom od preko 91 % te je čistoća uzoraka bila viša od 99.85%. Dva uzorka većih dimenzija korištena su za eksperimente ozračivanja na sobnoj temperaturi dok je uzorak manjih dimenzija bio pričvršćen na grijač te su izvršeni eksperimenti na sobnoj i povišenoj temperaturi. Uzorci su prikazani na Slici 2.4. Uz uzorak, na postolju većih uzoraka se nalazi kvarcni disk s mjernom skalom od 5 mm te dva termočlanka (TC) za mjerenje temperature. Termočlanci su bili u kontaktu s uzorkom na rubu mjernog područja koje je bilo određeno otvorom u držaču uzorka koji je služio kao termalni rezervoar kroz koji se kondukcijom odvodi toplina sa uzorka. Za veće uzorke otvor je bio dimenzija 19 mm, dok je otvor manjeg držača bio 7.6 mm. Postolje manjeg uzorka je sadržavalo, uz kvarcni disk sa skalom i termočlanke, još i keramički grijač maksimalne temperature grijanja do 900 °C.



(a) Uzorak željeza dimenzija 20 x 20 mm i debljine 12.5 μm.



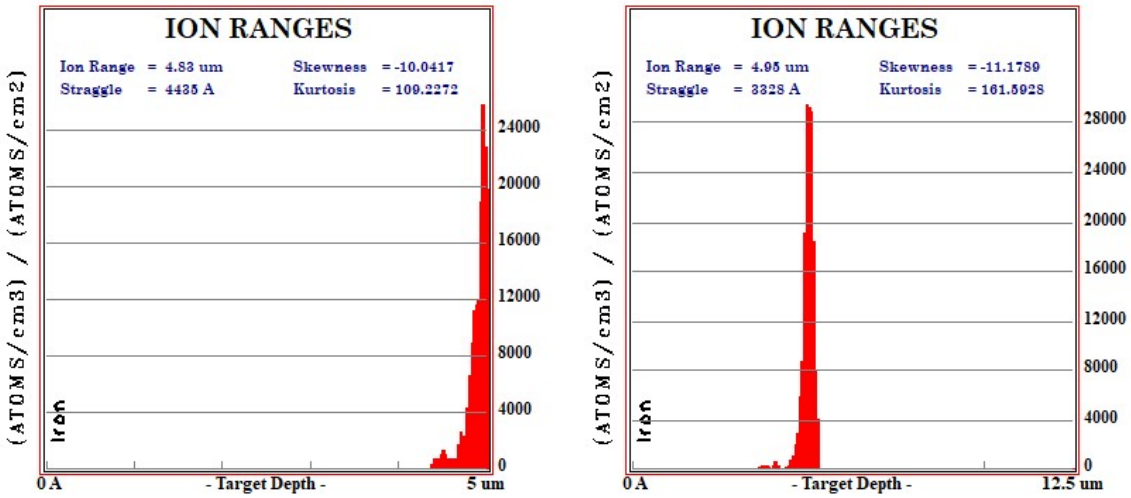
(b) Uzorak željeza dimenzija 20 x 20 mm i debljine 5 μm.



(c) Uzorak željeza dimenzija 10 x 10 mm i debljine 12.5 μm.

Slika 2.4: Prikaz uzoraka željeza.

Debljine uzoraka odabrane su s naumom kontroliranja parametra dubine prodiranja snopa u uzorak. Naime, snop iona He^{2+} energije 3 MeV-a ima srednju dubinu prodiranja od 4.85 μm što je određeno *Monte Carlo* (MC) simulacijom u programu SRIM stoga debljine uzoraka od 5 i 12.5 μm predstavljaju debljinu od jedne i nekoliko dubina prodiranja ionskog snopa u uzorak. Korištenje uzoraka ovih debljina omogućilo nam je određivanje ovisnosti zagrijavanja uzorka o njihovoj debljini. Uz navedeno, energija iona od 3 MeV predstavljala je maksimalnu moguću energiju ostvarivu za ione He^{2+} na korištenom akceleratoru te je snop te energije bio duboko u području dominantnog elektronskog moda kočenja. Prikazi SRIM simulacije za ova dva slučaja nalaze se na Slici 2.5.



(a) Dubina prodiranja ionskog snopa helija u uzorak debljine 5 μm.

(b) Dubina prodiranja ionskog snopa helija u uzorak debljine 12.5 μm.

Slika 2.5: Prikaz SRIM simulacije dubine prodiranja ionskog snopa helija energije 3 MeV-a u uzorke željeza.

2.3 *Procedura ozračivanja*

Provedena je serija ozračivanja pri različitim strujama snopa te različitim temperaturama radi dobivanja informacija o posljedičnom zagrijavanju uzorka prilikom obasjavanja ionskim snopom. Uzorci su bili smješteni u DiFU komori pod vakuumom koji je iznosio $1.6 \cdot 10^{-7}$ mbara. Između ozračivanja, uzorci su skladišteni u vakuumskoj posudi kako bi se izbjegla njihova degradacija poput oksidacije površinskog sloja.

Prvo su ozračeni uzorci većih dimenzija na sobnoj temperaturi (RT) koja se na dane ozračivanja kretala između 27 i 31 °C. Nakon postizanja vakuuma u komori, snop je usmjeren na kvarcni disk radi određivanja njegovog oblika te je potom iz-

mjerena struja snopa spuštanjem FC-a. Zatim je postolje pomaknuto na položaj za ozračivanje središta uzorka. Prije samog ozračivanja izmjerena je temperatura na termočlancima te je napravljena snimka pozadine termalnom kamerom Optris PI640i proizvođača Optris GmbH. Navedena kamera koristi spektralno područje od 8 do 14 μm za snimanje termalne snimke uzorka. Kamera se nalazila izvan komore 53 cm od uzorka koji se nalazio u njenom fokusu te je korištena leća fokalne duljine f = 18.7 mm s vidnim poljem od 33° x 25°. U toj konfiguraciji svaki piksel kamere je pokrivao kvadratnu površinu na dobivenoj termalnoj slici čija je dimenzija stranice iznosila 0.46 mm što je omogućavalo pronalaženje i određivanje temperature na istom mjestu na kojem je temperatura bila mjerena i termočlankom. Osjetljivost korištene kamere pri sobnoj temperaturi iznosi 40 mK što predstavlja dovoljno veliku osjetljivost za bilježenje temperaturnih promjena uzrokovanih samim procesom ozračivanja [45]. Između kamere i uzorka nalazio se infracrveno propusni cink-selenij (ZnSe) prozor čija transmisija u korištenom spektralnom rasponu iznosi 0.7 [46]. Prednost korištene kamere predstavlja softver u kojem se može navesti korištenje prozora sa navedenom transmisijom što se potom automatski kompenzira prilikom obrade snimke u softveru.

Potom je uzorak obasjan ionskim snopom. Za dobivanje snopa korišten je Tandetron 1.0 MV tandem akcelerator s kojim je dobiven snop He^{2+} energije 3 MeV-a. Nakon 10 minuta ozračivanja područje uzorka je ponovo snimljeno termalnom kamerom. Vrijeme od 10 minuta predstavljalo je optimalno vrijeme nakon kojeg se uzorak nalazio u termalnoj ravnoteži. Snimljena je snimka u trajanju od 10 sekundi koja se kasnije koristila za određivanje temperature uzorka. Uz snimku zabilježena je i temperatura ruba uzorka mjerena termočlancima čija je osjetljivost 0.1 °C što je omogućilo njihovo korištenje za kalibraciju temperature mjerene termalnom kamerom. Zatim je uzorak ostavljen da se ohladi na početnu temperaturu te je pritom ponovo izmjerena struja snopa.

Uzorci su ozračeni sa 100 i 200 nA kako bi se utvrdilo ponašanje prilikom ozračivanja različitim intenzitetima struja. Korištenje većih struja omogućuje brže odvijanje eksperimenta s čime se pospješuje kontrola parametara te smanjuje mogućnost nenadanog prekida eksperimenta uslijed nepredviđenih okolnosti. Također, brže odvijanje eksperimenta omogućuje ozračivanje većeg broja uzoraka ili većeg broja kombinacija parametara. Tijekom eksperimenta postojale su oscilacije u radu izvora, naročito

zbog velikog iznosa korištene struje te je ona tijekom ozračivanja oscilirala do ± 20 nA kod struje od 200 nA te do ± 10 nA kod struje od 100 nA.

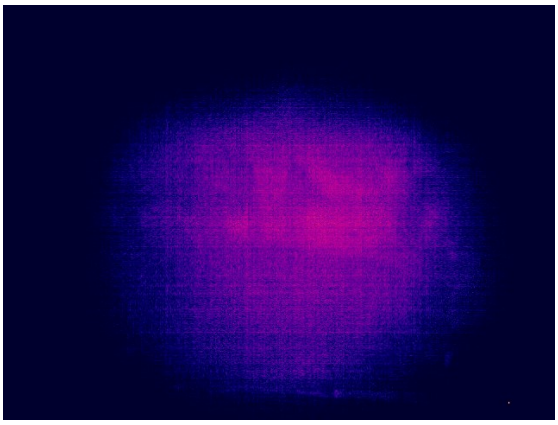
Poslije uzoraka većih dimenzija ozračen je uzorak manjih dimenzija postavljen na postolje s grijačem. Uzorak je ozračen strujama snopa od 100 i 200 nA pri sobnoj temperaturi te 100 i 200 °C. Odabrani set temperatura omogućio je povezivanje rezultata ozračivanja većih uzoraka na sobnoj temperaturi s ozračivanjem na povišenoj temperaturi. Također, omogućilo je donošenje zaključaka o zagrijavanju uzrokovanom obasjavanjem ionskim snopom pri povišenim temperaturama uzorka što predstavlja standardan pristup u eksperimentima testiranja fuzijskih materijala.

Sva ozračivanja provedena su korištenjem stacionarnog ionskog snopa čiji je oblik na uzorku bio određen fokusiranjem magnetskim optičkim elementima te u manjoj mjeri korištenjem proreza koji fizički režu zraku. Upotreba proreza je bila izbjegavana zbog gubitaka u struji snopa koji takav pristup oblikovanja zrake donosi. Korištenje stacionarnog snopa omogućilo je dobivanje informacije o maksimalnom zagrijavanju postignutom pri ozračivanju veoma fokusiranom ionskim snopom. Međutim, pri standardnom izvođenju eksperimenata koristi se skeniranje snopa kako bi se dobio kontrolirani oblik snopa na uzorku koji je pritom uniformno implantiran. U tu svrhu izveden je eksperiment implantacije pri standardnim uvjetima, tj. na sobnoj temperaturi koristeći struju snopa helija od 200 nA. Korištena energija snopa iznosila je 2.7 MeV-a iz razloga potpunog zaustavljanja snopa u materijalu uzorka. Ukupna implantirana doza iznosila je 800 appm-a. Nad skeniranim uzorkom je potom izvršena TEM i STEM analiza s 200 kV Jeol TEM/STEM 3000F uređajem na institutu CNME, Complutense University of Madrid.

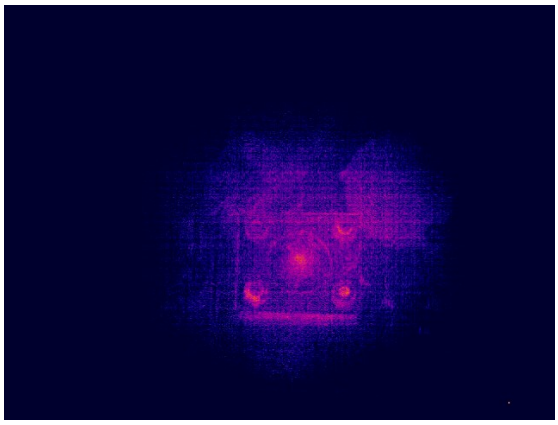
2.4 Obrada mjerenja

Mjerenja svakog eksperimenta ozračivanja sastojala su se od snimki ozračivanja termalnom kamerom u trajanju od 10 sekundi snimljenih prije početka ozračivanja i tijekom ozračivanja u trenutku termalne ravnoteže unosa energije od strane snopa te odvodnje energije kondukcijom kroz držač uzorka. Snimka ozračivanja je potom oduzeta od pozadine kako bi se dobila relativna temperaturna razlika uzorka prije i tijekom ozračivanja. Direktno mjerenje apsolutne temperature nije bilo moguće zbog velike refleksije okoline unutar komore što je opisano u Dodatku A. Nakon oduzete

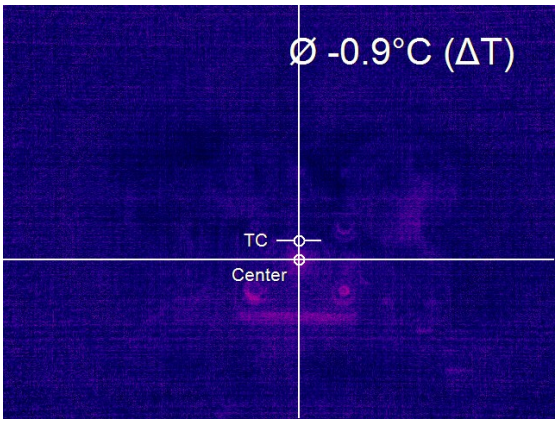
pozadine snimkama su kalibrirane globalne emisivnosti kako bi se dobivena razlika u temperaturi, mjerena termalnom kamerom na rubu uzorka, slagala sa stvarnom razlikom koja je mjerena termočlankom prije i tijekom ozračivanja. Opisani postupak prikazan je na Slici 2.6. Iz svake snimke je potom uzeto šest jednako razmaknutih statičnih snimaka iz kojih su ekstrahirane informacije o temperaturi. Dobivene razlike temperatura ruba gdje se nalazio termočlanak (TC) i središta mjesta ozračivanja (Center) iz svih statičnih snimki su usrednjene kako bi se anulirao utjecaj fluktuacija u radu izvora. Dobivene informacije o razlici temperatura su se zatim koristile s mjerenom temperaturom na termočlanku kako bi se odredila apsolutna temperatura uzorka tijekom ozračivanja te potom i porast temperature prije i tijekom obasjavanja ionskim snopom.



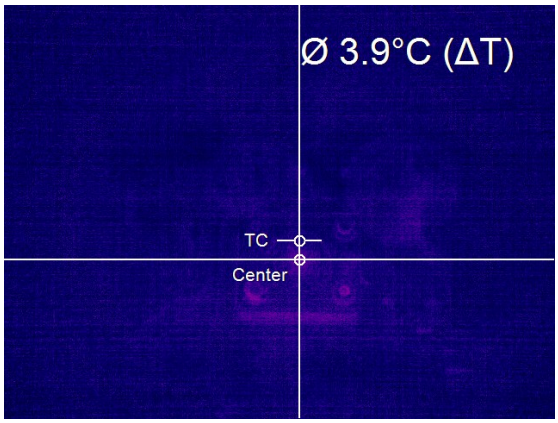
(a) Snimka pozadine.



(b) Snimka uzorka tijekom ozračivanja.



(c) Snimka uzorka nakon oduzete pozadine. Vidljivo je nepoklapanje temperature na rubu zbog zagrijavanja uzrokovanog ozračivanjem, no ono ne odgovara razlici mjerenoj termočlankom.



(d) Završna snimka uzorka nakon kalibriranja globalne emisivnosti. Razlika temperatura na rubu odgovara onoj mjerenoj termočlankom do na preciznost kamere.

Slika 2.6: Prikaz obrade rezultata mjerenja. Prikazana snimka odgovara 25 x 25 mm uzorku debljine 12.5 μm ozračenog strujom ionskog snopa od 100 nA. Oznaka ΔT predstavlja razliku temperature između pozadine i uzorka tijekom ozračivanja na mjestu položaja termočlanka.

3 Rezultati

3.1 Rezultati pojedinih ozračivanja

Prilikom ozračivanja kontrolirano je nekoliko parametara kako bi se istražio njihov utjecaj na posljedično zagrijavanje uzorka. Varirani parametri uključivali su: struju snopa, debljinu uzorka, temperaturu uzorka prilikom ozračivanja te korištenje stacionarnog ili skenirajućeg snopa. Korištene struje snopa iznosile su 100 i 200 nA te je pretpostavljeno da će ukupno zagrijavanje biti pod najvećim utjecajem ovog parametra jer izravno utječe na iznos snage kojom snop zagrijava uzorak. Debljine uzoraka iznosile su 5 i 12.5 μm te također predstavljaju parametar koji može imati značajan utjecaj na posljedično zagrijavanje slijedom zapažanja u radu Cahilla et al. [35]. Ovisnost temperature zagrijavanja o samoj temperaturi uzorka nije prije istraživana za slučaj energija i struja korištenih pri implantaciji helija u svrhe istraživanja neutronskih reakcija te ovaj rad daj novi uvid u ovisnost ta dva parametra prilikom odvijanja eksperimenta ozračivanja. Završno, pretpostavljeno je da korištenje skeniranog snopa tijekom eksperimenta ima pogodan utjecaj na posljedično zagrijavanje uzorka što je istraženo u posljednjoj seriji ozračivanja.

Prvi ozračeni uzorak je bio 25 $\times$ 25 mm, debljine 12.5 μm na sobnoj temperaturi. Sobna temperatura je ona koju je mjerio termočlanak na uzorku prije ozračivanja te je iznosila 31.3 °C, dok je temperatura uređaja iznosila 27 °C. Temperatura ruba uzorka mjerena termočlankom je prilikom snimanja termalne snimke iznosila 36.2 °C što predstavlja razliku od 4.9 °C. Na Slici 3.1 prikazana je jedna od 6 termalnih snimki ozračivanja strujom snopa od 100 nA prije i nakon kalibracije emisivnosti. Prije kalibracije emisivnosti srednja vrijednost izmjerene razlike temperature tijekom i prije ozračivanja iznosila je -1.3$\pm$0.2 °C dok se prilagođavanjem emisivnosti na vrijednost 0.0898$\pm$0.0002 dobiva nova vrijednost razlike temperature čija je srednja vrijednost kroz 6 snimaka iznosila 3.5$\pm$0.1 °C. Ukupna mjerena temperatura iznosi 4.8$\pm$0.2 °C što je u dobrom slaganju s mjerenjima termočlanka.

Najmanja moguća promjena koeficijenta emisivnosti iznosila je 0.01 što je odgovaralo promjeni mjerene razlike temperature od 0.6 °C te je za ovako postavljenu emisivnost dobivano najmanje odstupanje mjerenih temperatura. Mjerena temperatura na snimci predstavljala je srednju temperaturu unutar kvadrata veličine 2 $\times$ 2 piksela kako bi se dobila vjerodostojnija očitanja temperature. Dobivena razlika temperature

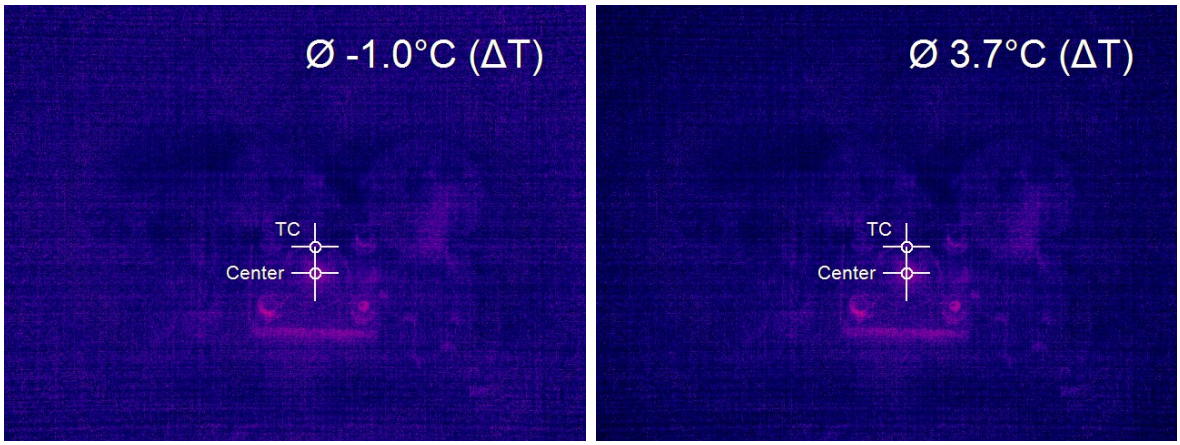
centra i pozadine iznosila je 7.3±0.2 °C iz čega se može dobiti porast temperature između centra i ruba uzorka koja je iznosila 2.5±0.3 °C. Naposljetku, zbrajanjem dobivenog porasta temperature s rubnom temperaturom mjerenom termočlankom na rubu uzorka dobilo se da je maksimalna temperatura uzorka iznosila 38.7±0.3 °C što je predstavljalo ukupni porast od 7.4±0.3 °C.

Ozračivanje strujom od 200 nA izvršeno je pri istoj temperaturi uređaja, dok je ambijentalna temperatura na termočlanku bila 30.9 °C. Tijekom snimanja mjerena temperatura iznosila je 39.8 °C što predstavlja razliku od 8.9 °C. Snimka tog ozračivanja prije i poslije kompenzacije emisivnosti nalazi se na Slici 3.2 pri čemu kompenzirana emisivnost iznosi 0.0902±0.0003. Sa snimke prije korekcije emisivnosti vidljiv je porast temperature od 3.9±0.1 °C koja je nakon korekcije iznosila 8.95±0.07 °C. Rezultati razlike temperatura na rubu i u centru ozračenog uzorka za prvi i drugi ozračeni uzorak prikazani su u Tablici 3.1. U ovom slučaju razlika temperature centra i pozadine iznosila je 19.2±0.2 °C što je predstavljalo razliku temperatura ruba i centra od 10.25±0.2 °C. Maksimalni porast temperature naspram prije ozračivanja iznosio je 19.15±0.2 °C. Već nakon ozračivanja prvog uzorka može se zaključiti kako na maksimalno zagrijavanje uzorka utječe korištena struja snopa. Povećanjem struje dolazi do većeg ukupnog i vršnog zagrijavanja uzorka te pri struji snopa od 200 nA uzorak ima vršno zagrijavanje od gotovo 20 °C što može imati utjecaj na mjerene parametre eksperimenta.

Debljina uzorka (μm)	Struja (nA)	ΔT_{TC} (°C)	ΔT_{rub} (°C)	ΔT_{centar} (°C)	ϵ
12.5	100	4.9	4.8±0.1	7.3±0.2	0.0898±0.0002
	200	8.9	8.95±0.07	19.2±0.2	0.0902±0.0003
5	100	2.4	2.43±0.05	14.9±0.2	0.0968±0.0003
	200	7	7.05±0.06	46.6 (52.6)	0.0973±0.0004

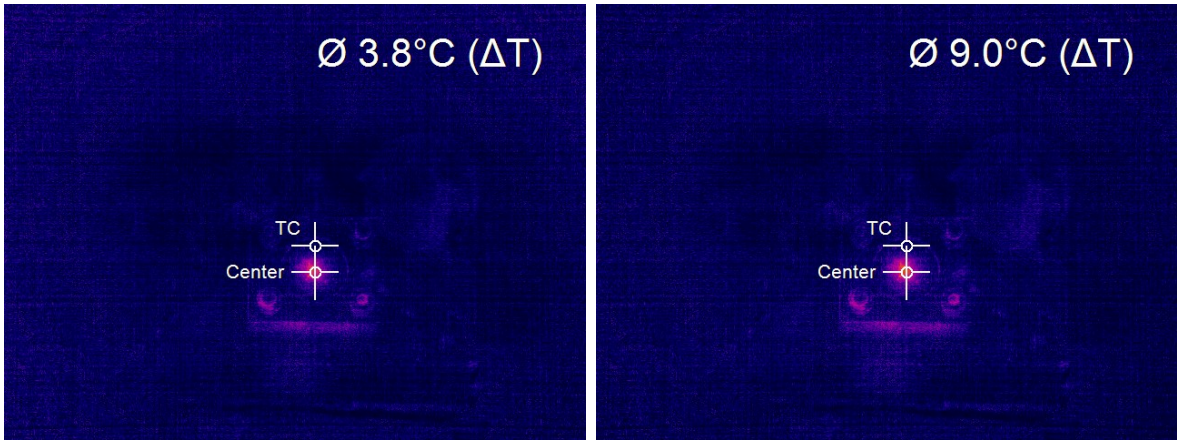
Tablica 3.1: Tablični prikaz rezultata zagrijavanja za uzorke debljine 12.5 μm i 5 μm ozračenima na sobnoj temperaturi.

Drugi ozračeni uzorak predstavljala je folija dimenzija 25 × 25 mm debljine 5 μm. Na Slici 3.3 prikazana je termalna snimka prije i nakon korekcije emisivnosti za slučaj ozračivanjem strujom od 100 nA. Kako je ovaj uzorak ozračen na isti dan kao i prethodni, ambijentalni uvjeti su bili isti, temperatura kamere je iznosila 27 °C dok je prije ozračivanja strujom od 100 nA ambijentalna temperatura mjerena termočlankom iznosila 32.3 °C. Tijekom snimanja snimke ozračivanja mjerena temperatura na termočlanku je bila 34.7 °C što predstavlja razliku od 2.4 °C. Mjerena



(a) Prije kompenzacije emisivnosti. (b) Nakon kompenzacije emisivnosti.

Slika 3.1: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 25 × 25 mm, debljine 12.5 μm ionskim snopom struje 100 nA. Nakon kompenzacije emisivnost je iznosila 0.0898±0.0002 te je ukupna mjerena razlika u temperaturi na rubu uzorka iznosila 4.8±0.2 °C. Mjerena razlika temperature centra ozračivanja i pozadine iznosila je 7.3±0.2 °C što predstavlja porast od 2.5±0.3 °C naspram temperature mjerene na rubu uzorka.

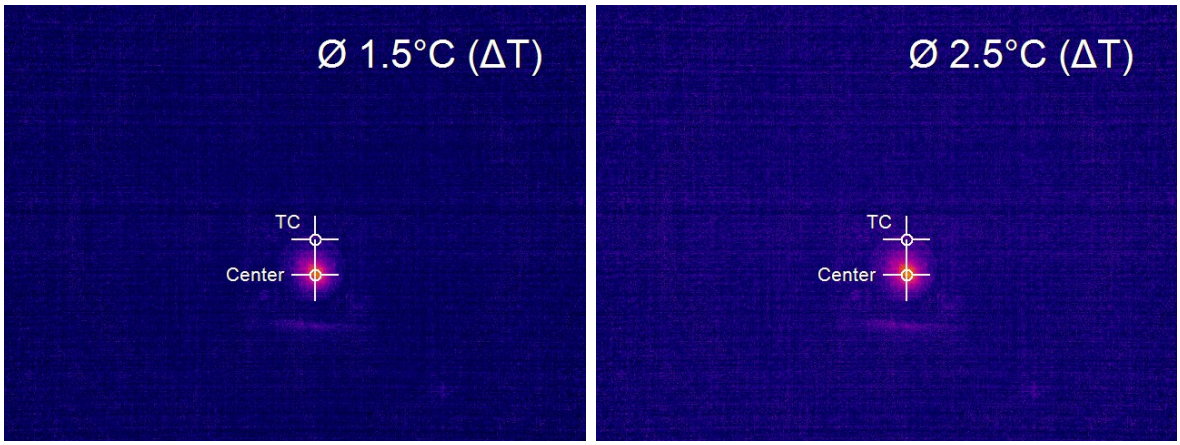


(a) Prije kompenzacije emisivnosti. (b) Nakon kompenzacije emisivnosti.

Slika 3.2: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 25 × 25 mm, debljine 12.5 μm ionskim snopom struje 200 nA. Nakon kompenzacije emisivnost je iznosila 0.0902±0.0003 te je ukupna mjerena razlika u temperaturi na rubu uzorka iznosila 8.95±0.07 °C. Dobivena temperaturna razlika u centru ozračivanja iznosila je 19.2±0.2 °C što je predstavljalo porast temperature od 10.25±0.2 °C.

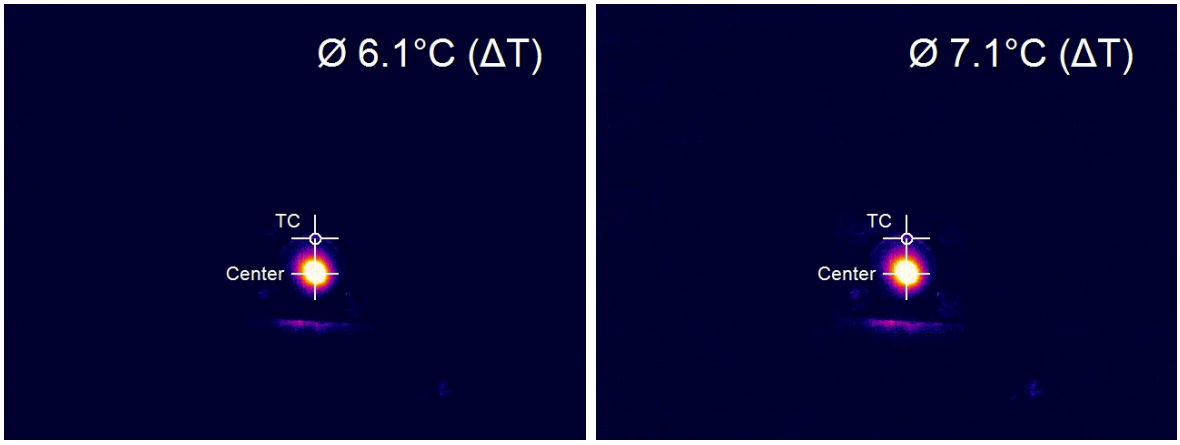
temperatura na rubu uzorka iznosila je 0.9±0.1 °C dok je nakon kalibracije emisivnosti na vrijednost 0.0968±0.0003 iznosila 2.43±0.05 °C. Nakon kompenzacije emisivnosti temperatura centra ozračivanja iznosila je 14.9±0.2 °C što predstavlja razliku temperatura centra i ruba od 12.47±0.2 °C. Maksimalna temperatura zagrijavanja uzorka prije i tijekom ozračivanja iznosila je 14.87±0.4 °C.

Tijekom ozračivanja strujom snopa od 200 nA ambijentalna temperatura iznosila je 31.3 °C koja je prilikom ozračivanja porasla na 38.3 °C što čini razliku od 7.0 °C. Određene vrijednosti temperature na rubu sa snimci iznosile su 5.8±0.2 °C



(a) Prije kompenzacije emisivnosti. (b) Nakon kompenzacije emisivnosti.

Slika 3.3: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 25 × 25 mm, debljine 5 μm ionskim snopom struje 100 nA. Nakon kompenzacije emisivnost je iznosila 0.0968±0.0003 te je ukupna mjerena razlika u temperaturi na rubu uzorka iznosila 2.43±0.05 °C. Temperatura razlike centra mjesta ozračivanja i pozadine iznoslia je 14.9±0.2 °C te je dobivena razlika centra i ruba iznosila 12.47±0.2 °C.



(a) Prije kompenzacije emisivnosti. (b) Nakon kompenzacije emisivnosti.

Slika 3.4: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 25 × 25 mm, debljine 5 μm ionskim snopom struje 200 nA. Nakon kompenzacije emisivnost je iznosila 0.0973±0.0004 te je ukupna mjerena razlika u temperaturi na rubu uzorka iznosila 7.05±0.06 °C. Ukupna vršna temperatura saturirala je na 46.6 °C.

prije kompenzacije emisivnosti te 7.05±0.06 °C nakon. Iznos emisivnosti iznosio je 0.0973±0.0004. Slika slučaja ozračivanja uzorka strujom od 200 nA nalazi se na Slici 3.4.

Prilikom ozračivanja strujom od 200 nA došlo je do saturacije termalne kamere te je maksimalna izmjerena temperatura u centru iznosila 46.6 °C. Do saturacije je došlo zbog postavki mjerenog temperaturnog raspona na kameri koji je bio namješten na područje od -20 °C do 100 °C radi maksimalne preciznosti mjerenja temperature. Međutim, zbog infracrvenog odsjaja prilikom snimanja originalne snimke se prividno

nalaze na visokoj temperaturi te je zagrijavanje uzorka uzrokovano obasjavanjem ionskim snopom dovoljno veliko da je temperatura uzorka izašla izvan postavljenog mjernog područja. Okvirna ocjena maksimalne postignute temperature može se dobiti ako se uzme u obzir relacija između promjene emisivnosti i promjene mjerene temperature na uzorku u centru. Ona je iznosila 0.6 °C za promjenu emisivnosti od 0.01. Kako se zadnja mjerena temperatura prije saturacije temperature postiže za iznos emisivnosti od 0.107 te je najčešća mjerena emisivnost iznosila 0.097 može se procijeniti dodatni porast temperature od 6 °C. Dobivene vrijednost maksimalnog zagrijavanja iznosila je 46.6 °C ili 52.6 °C ako se gleda ekstrapolirano određena vrijednost. Uz toliko zagrijavanje ostvarena je maksimalna temperatura uzorka od 77.9, tj. 83.9 °C.

Iz mjerenja temperature na tanjem uzorku vidljivo je višestruko povećanje zagrijavanja uzorka sa smanjenjem debljine uzorka. Također, korištenje tanjeg uzorka rezultira manjim temperaturama na rubu uzorka od debljeg uzorka. Ova dva rezultata su vjerojatna posljedica dubine prodiranja snopa u materijal. U slučaju uzorka od 5 μm snop prodire cijelom dubinom uzorka čime se gubi jedan smjer odvodnje topline od mjesta implantacije što rezultira lošijom odvodnjom topline u slučaju tanjeg uzorka. Ostvarene temperature jako rastu s povećanjem korištene struje snopa te prilikom korištenja struje od 100 nA zagrijavanje je gotovo jednakovrijedno kao ono struje snopa 200 nA na uzorku debljine dva prodiranja snopa u uzorak. Prilikom korištenja struje snopa od 200 nA zagrijavanje naglo raste što sugerira eksponencijalnu ovisnost zagrijavanja o korištenoj struji.

Drugi set uzoraka činila je folija dimenzija 10 $\times$ 10 mm debljine 12.5 μm ozračena strujom od 100 i 200 nA na sobnoj temperaturi te 100 i 200 °C. Prikazi tih ozračivanja nalaze se na Slikama 3.5, 3.6 i 3.7 dok su temperature ruba mjerene termočlankom i kamerom sažete u Tablici 3.2. U tablici se također nalaze određene temperature iz centra ozračenog područja te emisivnosti uzorka. Tijekom ovog seta ozračivanja temperatura kamere je bila 29 °C dok se ambijentalna temperatura kretala oko 30 °C. Iz rezultata u tablici može se vidjeti kako korištenje različitih struja direktno utječe na iznos maksimalne temperature zagrijavanja. Također, iznosi temperatura zagrijavanja su uglavnom konzistentni kroz cijelo područje korištenih temperatura.

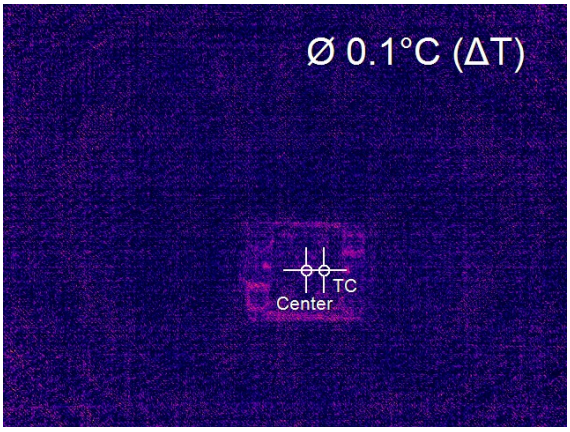
Korištenjem rezultata iz tablice mogu se dobiti vrijednosti zagrijavanja za tri slučaja temperatura koja su iznosila 2.02$\pm$0.2 °C (100 nA) i 6.4$\pm$0.4 °C (200 nA) za

slučaj ozračivanja na sobnoj temperaturi, 3.95±0.21 °C (100 nA) i 5.12±0.3 °C (200 nA) za slučaj mjerenja na 100 °C te 2.75±0.12 °C (100 nA) i 12.62±0.13 °C (200 nA) za slučaj mjerenja na 200 °C. Zbrajanjem sa razlikom temperature termočlanka prije i tijekom ozračavanja dobiva se maksimalno zagrijavanje uzrokovano obasjavanjem ionskim snopom koje je iznosilo 7.72±0.2 (100 nA) i 22.1±0.4 °C (200 nA) za slučaj ozračivanja na sobnoj temperaturi, 6.55±0.23 °C (100 nA) i 16.22±0.32 °C (200 nA) za slučaj mjerenja na 100 °C te 8.05±0.16 °C (100 nA) i 21.92±0.16 °C (200 nA) za slučaj mjerenja na 200 °C

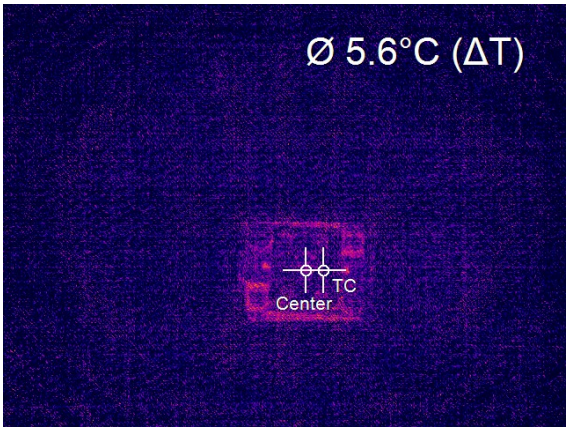
Rezultati ozračivanja na sobnoj temperaturi napravljeni su kako bi se odredila konzistentnost rezultata s ostalim uzorcima ozračenim na sobnoj temperaturi koji se slažu s onima napravljenima na uzorku 25 × 25 mm debljine 12.5 μm. Određene temperature mjerene na višim temperaturama uzorka u rangu su onih izmjerenih na sobnoj temperaturi iako postoji rasap mjerenih vrijednosti oko srednjih vrijednosti mjerenja za dvije korištene struje. Mogući razlog rasapa rezultata može biti u korištenju slabije osjetljivosti kamere koja je tijekom ozračivanja ovog uzorka bila postavljena na temperaturno mjerno područje od 0 do 250 °C kako bi se obuhvatile sve korištene temperature zagrijavanja uzorka pod istim parametrima kamere. Slabija osjetljivost kamere može rezultirati većom neodređenošću u mjerenju pri nižim temperaturama korištenog mjernog područja. Dodatno, mogući razlog varijacija u izmjerenim temperaturama može proizlaziti iz ne centriranog snopa te manjim promjerom obasjavanog uzorka zbog čega je snop bio daleko ili preblizu termočlanku što može utjecati na očitanje temperature uzorka.

Temperatura (°C)	Struja (nA)	ΔT_{TC} (°C)	ΔT_{rub} (°C)	ΔT_{centar} (°C)	ϵ
35.5	100	5.7	5.68±0.03	7.7±0.2	0.0867±0.0006
33.2	200	15	15.10±0.04	21.5±0.4	0.0988±0.0003
101	100	2.6	2.55±0.05	6.5±0.2	0.0967±0.0004
100.3	200	11.1	10.98±0.05	16.1±0.3	0.0910±0.0004
200	100	5.3	5.25±0.07	8.0±0.1	0.092±0.001
199.7	200	9.3	9.38±0.08	22.0±0.1	0.0967±0.0002

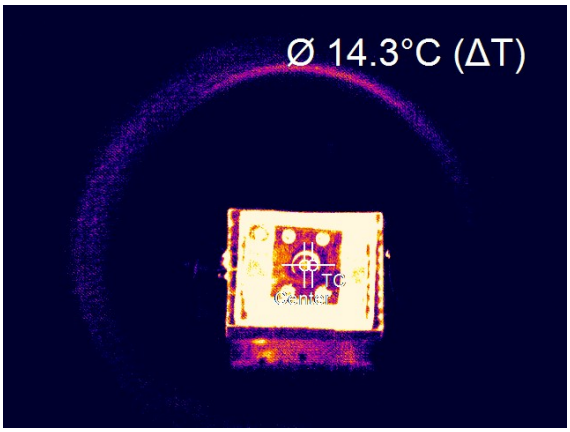
Tablica 3.2: Tablični prikaz rezultata zagrijavanja za uzorak dimenzija 10 × 10 mm debljine 12.5μm strujom 100 i 200 nA na sobnoj temperaturi te 100 i 200 °C.



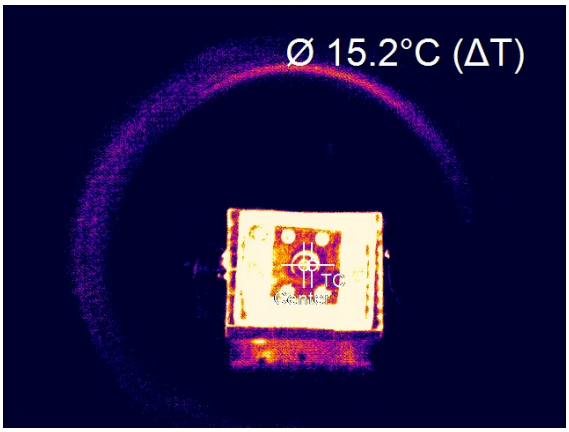
(a) Snimka prije kompenzacije emisivnosti za uzorak ozračen strujom 100 nA.



(b) Snimka tijekom ozračivanja. Određena emisivnost je iznosila 0.0867±0.0006, dok je mjerena razlika u temperaturi ruba iznosila 5.68±0.03 °C. Temperatura razlike centra mjesta ozračivanja i pozadine iznoslia je 7.7±0.2 °C te je dobivena razlika centra i ruba iznosila 2.02±0.2 °C.

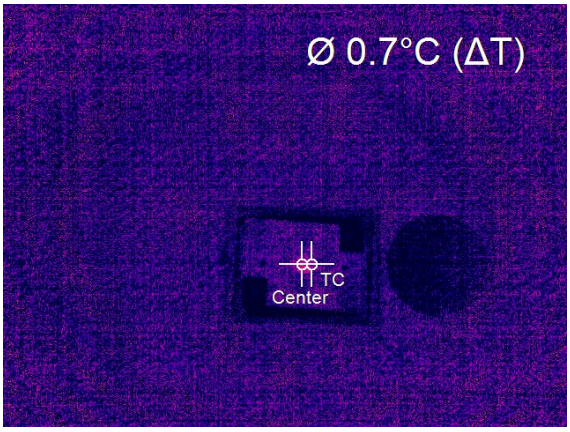


(c) Snimka prije kompenzacije emisivnosti za uzorak ozračen strujom 200 nA.

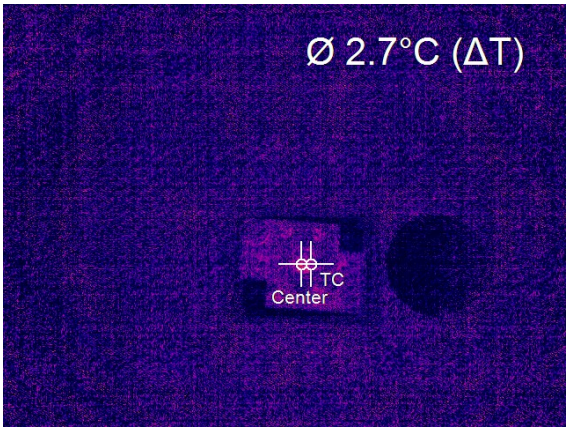


(d) Snimka tijekom ozračivanja. Određena emisivnost je iznosila 0.0988±0.0003, dok je mjerena razlika u temperaturi na rubu iznosila 15.10±0.04 °C. Dobivena temperaturna razlika u centru ozračivanja iznosila je 21.5±0.4 °C što je predstavljalo porast temperature od 6.4±0.4 °C.

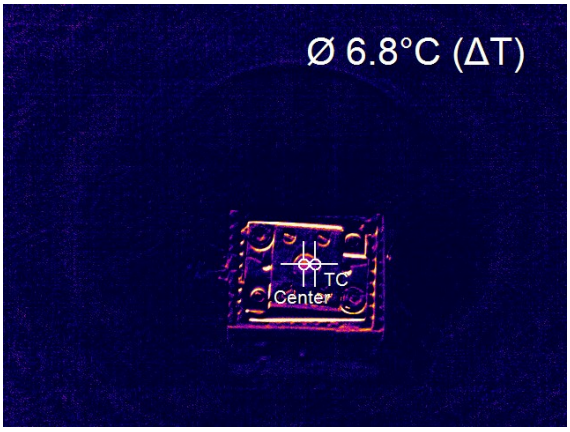
Slika 3.5: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 10 × 10 mm, debljine 12.5 μm na sobnoj temperaturi ionskim snopom struje 100 nA na slikama 3.5a i 3.5b te strujom od 200 nA na slikama 3.5c i 3.5d.



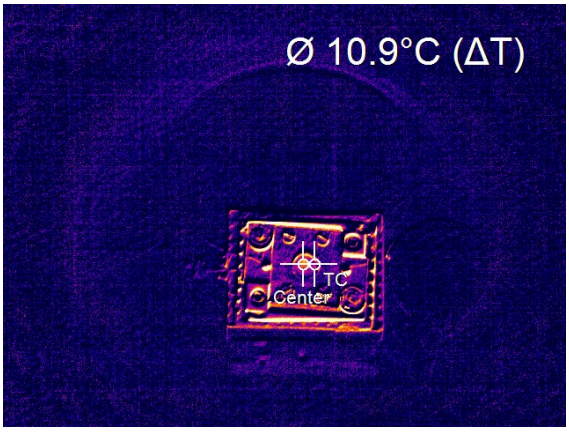
(a) Snimka prije kompenzacije emisivnosti za uzorak ozračen strujom 100 nA.



(b) Snimka tijekom ozračivanja. Određena emisivnost je iznosila 0.0967±0.0004, dok je mjerena razlika u temperaturi na rubu iznosila 2.55±0.05 °C. Temperaturna razlika pozadine i centra uzorka iznosila je 6.5±0.2 °C što je predstavljalo porast od 3.95±0.21 °C.

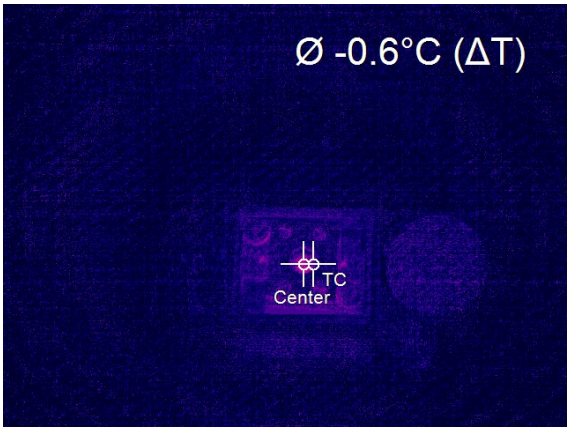


(c) Snimka prije kompenzacije emisivnosti za uzorak ozračen strujom 200 nA.

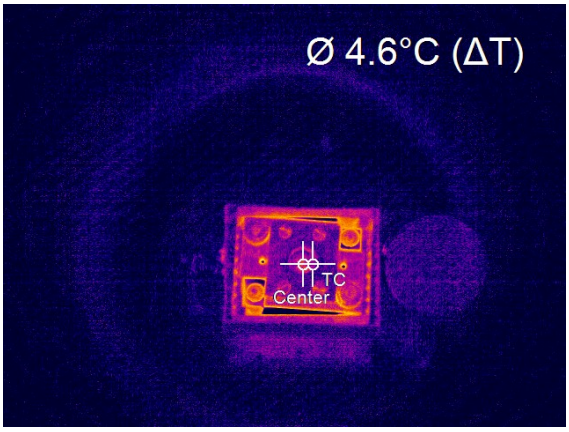


(d) Snimka tijekom ozračivanja. Određena emisivnost je iznosila 0.0910±0.0004, dok je mjerena razlika u temperaturi ruba iznosila 10.98±0.05 °C. Temperatura razlike centra mjesta ozračivanja i pozadine iznoslia je 16.1±0.3 °C te je dobivena razlika centra i ruba iznosila 5.12±0.3 °C.

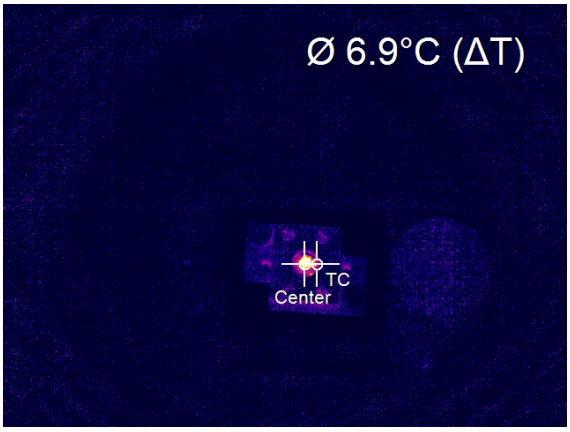
Slika 3.6: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 10 × 10 mm, debljine 12.5 μm na 100 °C ionskim snopom struje 100 nA na slikama 3.6a i 3.6b te strujom od 200 nA na slikama 3.6c i 3.6d.



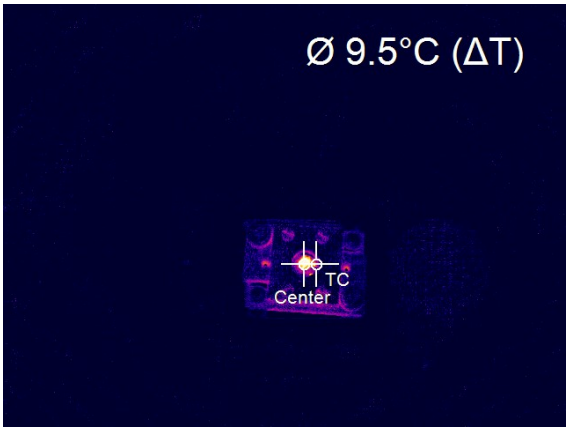
(a) Snimka prije kompenzacije emisivnosti za uzorak ozračen strujom 100 nA.



(b) Snimka tijekom ozračivanja. Određena emisivnost je iznosila 0.092±0.001, dok je mjerena razlika u temperaturi ruba iznosila 5.25±0.07 °C. Dobivena temperaturna razlika u centru ozračivanja iznosila je 8.0±0.1 °C što je predstavljalo porast temperature od 2.75±0.12 °C.



(c) Snimka prije kompenzacije emisivnosti za uzorak ozračen strujom 200 nA.



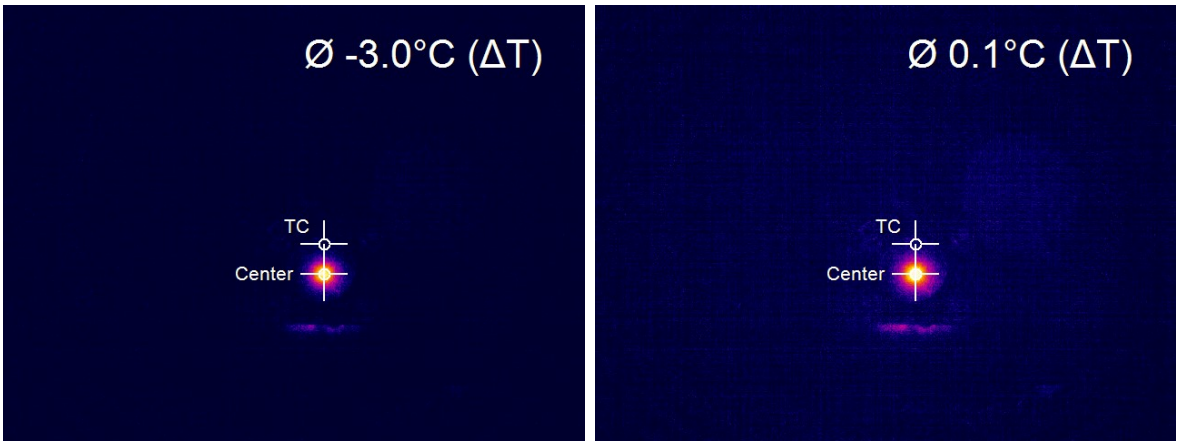
(d) Snimka tijekom ozračivanja. Određena emisivnost je iznosila 0.0967±0.0002, dok je mjerena razlika u temperaturi ruba iznosila 9.38±0.08 °C. Temperaturna razlika centra ozračivanja i pozadine iznosila je 22.0±0.1 °C što je predstavljalo porast temperature od 12.62±0.13 °C.

Slika 3.7: Prikaz mjerenja ozračivanja uzorka 10 × 10 mm, debljine 12.5 μm na 200 °C ionskim snopom struje 100 nA na slikama 3.7a i 3.7b te strujom od 200 nA na slikama 3.7c i 3.7d.

Završno ozračivanje provedeno je korištenjem skenirajućeg snopa na uzorku dimenzija 25 x 25 mm debljine 5 μm energije 2.7 MeV-a. Korištena struja snopa iznosila je 200 nA te se skeniralo kvadratno područje dimenzija 15 x 15 piksela brzinom od 16 μs po prolazu snopa jednom linijom piksela što predstavlja dovoljno kratko vrijeme da se na ozračenom području dobije uniformna implantacija. Implantirana doza iznosila je 800 appm-a koja je dobivena nakon 20 minuta implantacije. Prilikom implantacije mjerene temperature na termočlanku prije i tijekom ozračivanja iznosile su 31.5 i 34.7 °C što je razlika od 3.2 °C dok je vrijednost dobivena termalnom kamerom iznosila 3.20±0.03 °C uz određeni iznos emisivnosti od 0.093. Razlika centra mjesta ozračivanja i pozadine iznosila je 25.0±0.2 °C što predstavlja razliku od 21.8±0.2 °C te je maksimalni porast temperature uzorka naspram prije ozračivanja iznosio 25.0±0.2 °C. Slike prije i nakon kalibracije emisivnosti za ovo ozračivanje prikazane su na Slici 3.8. U Tablici 3.3 dane su usporedne vrijednosti mjerenja temperature za slučaj skeniranog i neskeniranog snopa iz kojih je vidljiv značajan pad maksimalne temperature grijanja pri korištenju skeniranog snopa. Razlika u temperaturi dodatno je vidljiva na grafovima temperaturnih profila skeniranog i neskeniranog snopa na Slici 3.9. Maksimalna temperatura ostvarena skeniranjem ionskog snopa po uzorku tijekom ozračivanja je iznosila 56.5 °C dok je u slučaju neskeniranog snopa maksimalna ostvarena temperatura uzorka iznosila 83.9 °C. To predstavlja oko 25 °C manji porast u temperaturi što je značajno smanjenje temperature. Stoga, korištenje skeniranog snopa ima pogodan utjecaj ne samo na oblik i homogenost implantiranog područja nego i na utjecaj snopa na uzorak u vidu posljedičnog zagrijavanja uzorka pod ozračivanjem.

Snop	Struja (nA)	ΔT_{TC} (°C)	ΔT_{rub} (°C)	ΔT_{centar} (°C)	ϵ
skenirani	200	3.2	3.20±0.03	25.0±0.2	0.093
neskenirani	200	7	7.05±0.06	46.6 (52.6)	0.0973±0.0004

Tablica 3.3: Usporedba rezultata grijanja uzorka dimenzija 25 × 25 mm i 5 μm debljine prilikom korištenja skeniranog i neskeniranog snopa.



(a) Prije kompenzacije emisivnosti. (b) Nakon kompenzacije emisivnosti.

Slika 3.8: Prikaz mjerenja ozračivanja skeniranog uzorka 25 × 25 mm, debljine 5 μm ionskim snopom struje 200 nA. Nakon kompenzacije emisivnost je iznosila 0.093 te je ukupna mjerena razlika u temperaturi na rubu uzorka iznosila 3.20±0.03 °C. Temperaturna razlika centra ozračivanja i pozadine iznosila je 25.0±0.2 °C što je predstavljalo porast temperature od 21.8±0.2 °C.

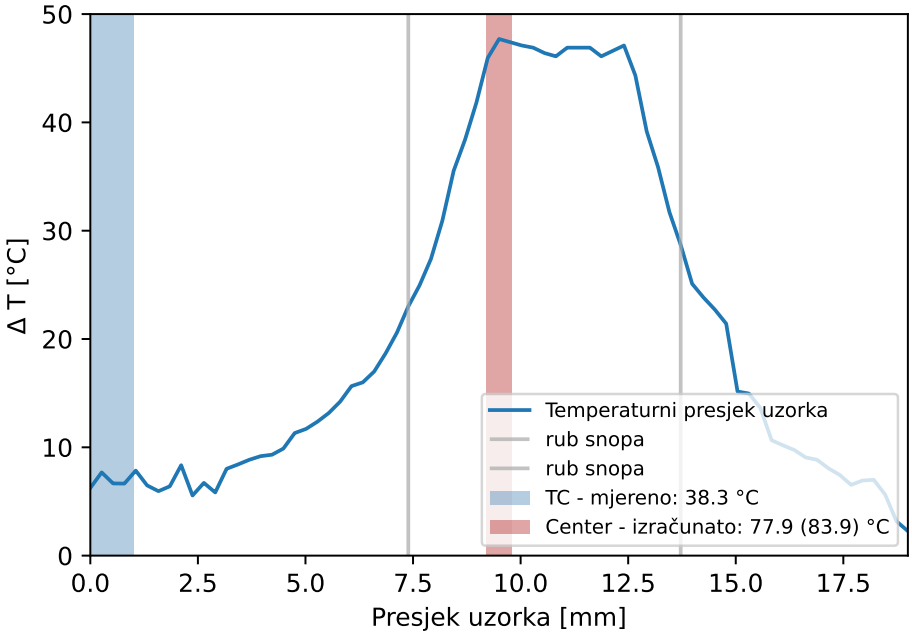
3.2 Završni rezultati

Debljina (μm)	Skeniranje	Temp. (°C)	Struja (nA)	T_{rub} (°C)	T_{centar} (°C)	Porast temp. (°C)
5	ne	32.3	100	34.7±0.1	47.17±0.4	14.87±0.4
5	ne	31.3	200	38.3±0.1	77.9 (83.9)	46.6 (52.6)
5	da	31.5	200	34.7±0.1	56.5±0.2	25.0±0.2
12.5	ne	31.3	100	36.2±0.1	38.7±0.3	7.4±0.3
12.5	ne	30.9	200	39.8±0.1	50.05±0.2	19.15±0.2
12.5 (grijač)	ne	35.5	100	41.2±0.1	43.22±0.2	7.72±0.2
12.5 (grijač)	ne	33.2	200	48.9±0.1	55.3±0.4	22.1±0.4
12.5 (grijač)	ne	101.0	100	103.6±0.1	107.55±0.23	6.55±0.23
12.5 (grijač)	ne	100.3	200	111.4±0.1	116.52±0.32	16.22±0.32
12.5 (grijač)	ne	200.0	100	205.3±0.1	208.05±0.16	8.05±0.16
12.5 (grijač)	ne	199.7	200	209±0.1	221.62±0.16	21.92±0.16

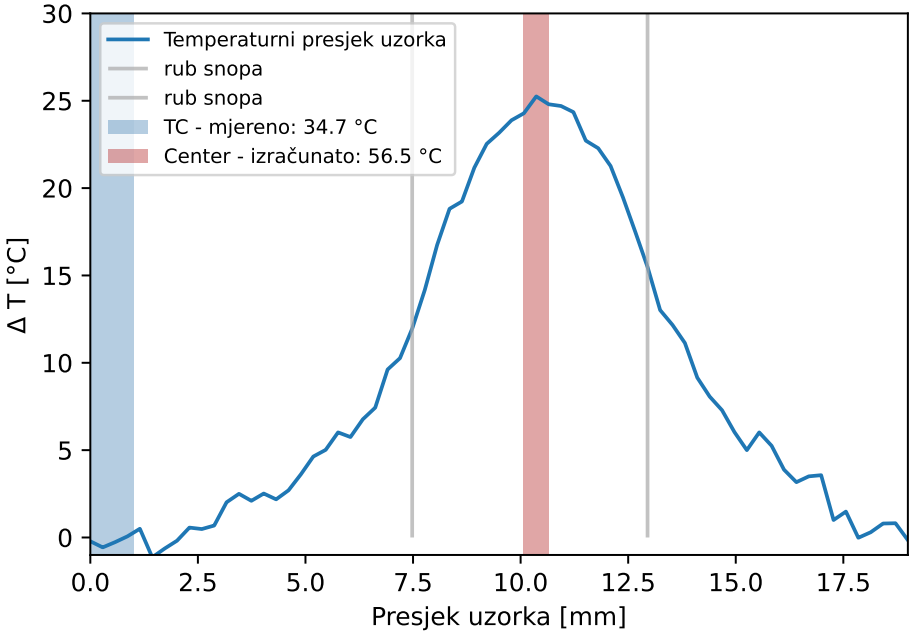
Tablica 3.4: Tablični prikaz rezultata svih ozračivanja. Navedene su vrijednosti temperatura na rubu uzorka prije i tijekom ozračivanja te maksimalne ostvarene temperature u središtu snopa. Također, naveden je iznos maksimalnog porasta temperature na uzorku. Uz iznos temperature navedena je i greška mjerenja dobivena analizom snimki termalne kamere.

U Tablici 3.4 navedeni su rezultati mjerenja ozračivanja. Uz informacije o korištenom uzorku i struji, priložene su informacije o skeniranju, početnim temperaturama uzorka koje su sve određene do na preciznost korištenog termočlanka od ±0.1 °C i koja nije navedena zbog preglednosti, temperaturama ruba dobivenih iz snimki termalne kamere prilikom ozračivanja te temperaturama centra ozračenog uzorka tijekom ozračivanja. Porast temperature označava razliku između temperature centra uzorka tijekom ozračivanja i temperature uzorka prije ozračivanja. Uz iznose navedene su i neodređenosti izmjerenih temperatura dobivenih iz snimki termalne kamere. Dobi-

veni rezultati potvrđuju postojanje zamjetnog zagrijavanja uzrokovanog ozračivanjem ionskim snopom koje može imati utjecaj na rezultate ozračivanja te dovesti do diskrepancije između rezultata eksperimenta i teorijskih modela. Utjecaj različitih pa-

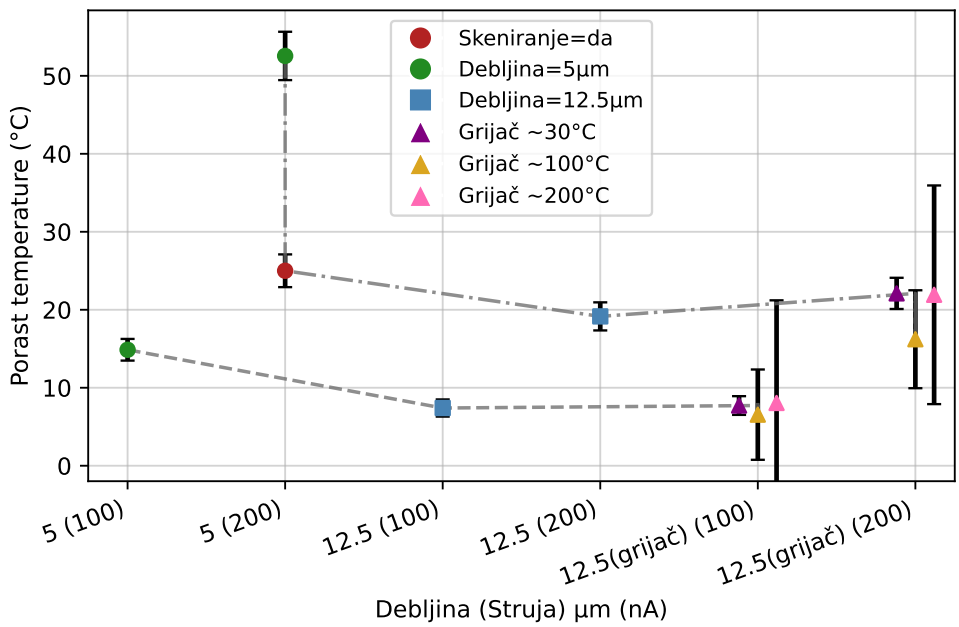


(a) Neskenirani snop.



(b) Skenirani snop.

Slika 3.9: Prikaz temperaturnih profila neskeniranog i skeniranog snopa za uzorak dimenzije 25 × 25 mm debljine 5 μm ozračenih snopom struje 200 nA.



Slika 3.10: Grafikon dobivenih rezultata. Crtkanom sivom linijom povezani su rezultati korištene struje ozračivanja od 100 nA, a s crtica-točka linijom povezani su rezultati s korištenom strujom od 200 nA. Mjerenja na uzorku debljine 5 μm predstavljena su kružićima, dok su mjerenja na uzorcima debljine 12.5 μm označena pravokutnicima i trokutima u slučaju uzorka na grijaču.

rametara poput debljine uzorka te korištene struje najbolje je vidljiv na grafikonu prikazanom na Slici 3.10. Na prikazanom grafu uz iznose porasta temperatura stavljeni su ukupni intervali neodređenosti koji koji proizlaze od fluktuacija u struji snopa tijekom snimanja ozračivanja te od sistemske neodređenosti same kamere i neodređenosti koja proizlazi iz nepreciznosti određivanja emisivnosti uzorka. Detaljni opis određivanja nepouzdanosti mjerenja dan je u istoimenom potpoglavlju.

Najveće zagrijavanje uzorka postignuto je prilikom ozračivanja onog uzorka čija je debljina odgovarala jednoj dubini prodiranja ionskog snopa u uzorak te je zagrijavanje brzo opadalo s povećanjem debljine uzorka. Zagrijavanje uzorka veće debljine od dvije dubine prodiranja više nije bilo toliko izraženo te se pri korištenju manje struje ionskog snopa iznos zagrijavanja kretao oko 7 do 8 °C na svim ozračenim temperaturama što ne predstavlja veliki utjecaj na eksperiment.

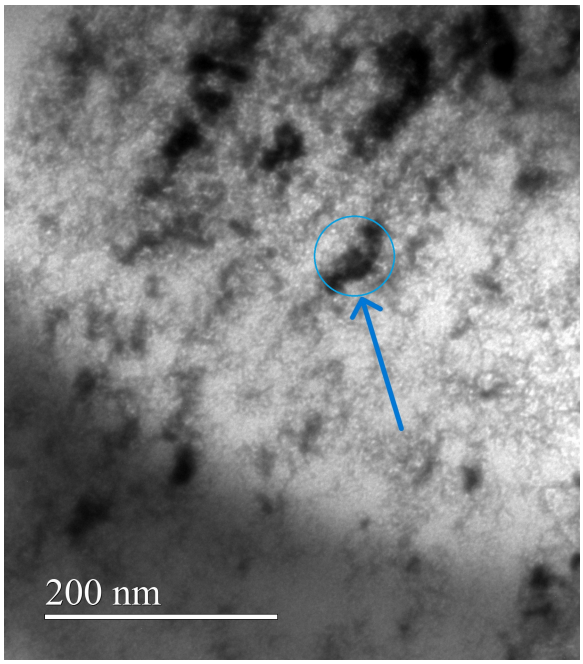
Korištenje većih iznosa struje snopa vodilo je na nagli porast mjerenog zagrijavanja kod svih uzoraka što sugerira kompliciranu i nelinearnu vezu između struje snopa i zagrijavanja te ograničava maksimalnu struju snopa koju je prihvatljivo koristiti u eksperimentima. Važnost limitiranja korištene struje snopa je od posebne važnosti prilikom ozračivanja tankih uzoraka (do jedne dubine prodiranja snopa u uzorak)

kod kojih se toplina iz ozračenog područja ne odvodi efikasno što rezultira visokim postignutim temperaturama. Pretpostavka je da je to rezultat nedostatka mogućnosti odvodnje topline u dubinu od mjesta implantacije iona već samo u radijalnom smjeru što rezultira sporijim odvodom topline te većom postignutom vršnom temperaturom. Ovaj rezultat je od velike važnosti prilikom planiranja eksperimenata kontinuirane implantacije gdje snop iona prije ozračivanja uzorka prolazi kroz metalnu foliju čijom se kontrolom nagiba naspram upadne zrake može kontrolirati energija zrake te posljedično dubina implantacije iona u uzorak. Svrha ovih eksperimenata je postizanje uniformne doze helija cijelom dubinom uzorka. Rezultat ovog rada sugerira kako se posebna pozornost treba pridodati planiranju i ovakvih eksperimenata jer prilikom implantacije na najveću dubinu ostvareno grijanje uzorka prilikom ozračivanja može utjecati na rezultate implantacije ako najveća implantirana dubina odgovara debljini uzorka.

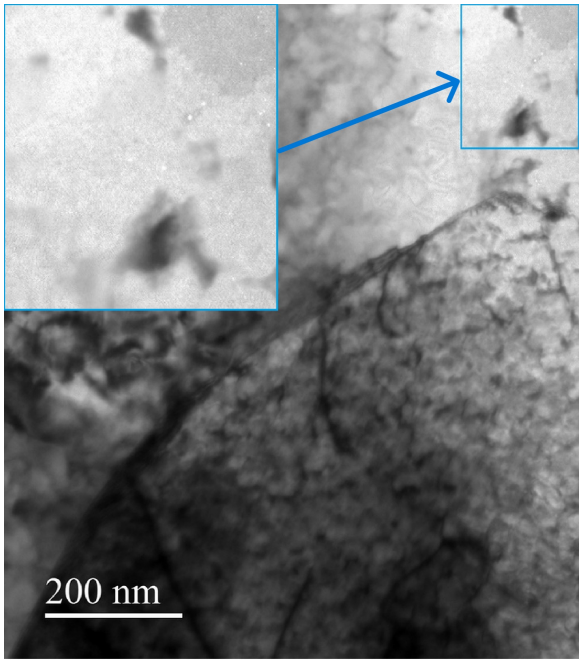
Još jedan rezultat ovog rada predstavljaju mjerenja zagrijavanja pri višim temperaturama uzorka. Rezultati tih mjerenja pokazuju da je mjereno zagrijavanje približno isto kao ono ostvareno prilikom ozračivanja na sobnoj temperaturi. Ovaj je zaključak bio neovisan o korištenoj struji snopa. Navedeno sugerira da do temperatura uzoraka od 200 °C ne postoji izražena ovisnost zagrijavanja uzorka pri ozračivanju o početnoj temperaturi uzorka. Dakako, moguće je postojanje ovisnosti o početnoj temperaturni uzorka koja postaje izraženija na višim temperaturama.

Završno, rezultati korištenja skeniranog snopa potvrđuju korisnost skeniranja prilikom izvođenja eksperimenata ozračivanja ne samo u domeni postizanja površinske homogenosti implantiranih iona već i u pogledu smanjenja utjecaja snopa na zagrijavanje uzorka. Maksimalno ostvareno zagrijavanje prilikom ozračivanja najtanjeg uzorka najvećom strujom, što je kod stacionarnog snopa rezultiralo porastom temperature od gotovo 50 °C, u slučaju skeniranog snopa je rezultiralo s preko 20 °C manjim porastom temperature što može imati ključan utjecaj na posljedično formiranje defekata u uzorku. Iako korištenjem skeniranog snopa i dalje postoji izraženi gausijanski oblik profila temperature kroz ozračeno područje, rezultati TEM i STEM mjerenja ne pokazuju utjecaj izraženog gradijenta temperature na mobilnost određenih defekata preko ruba izvan ozračenog područja. Rezultati TEM mjerenja prikazani su na Slici 3.11a i Slici 3.11b, a oni sa STEM mjerenja su prikazani na Slici 3.11c i Slici 3.11d. Na navedenim snimkama vidljiv je utjecaj ionskog snopa na formiranje mje-

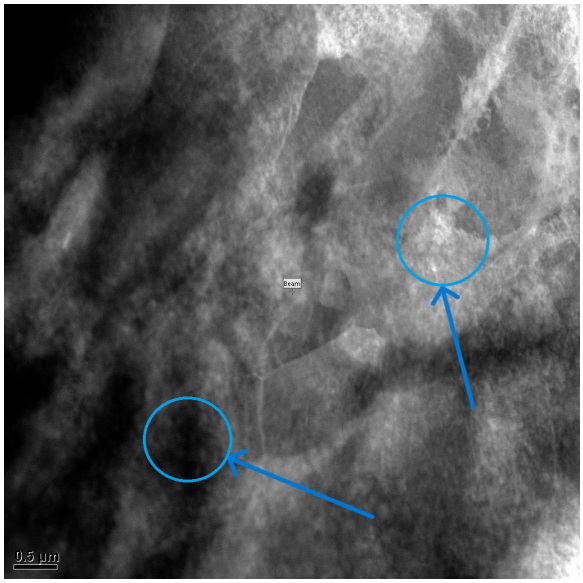
hurića, dislokacija i ostalih defekata na ozračenom području te njihovo odsudstvo van ozračenog područja.



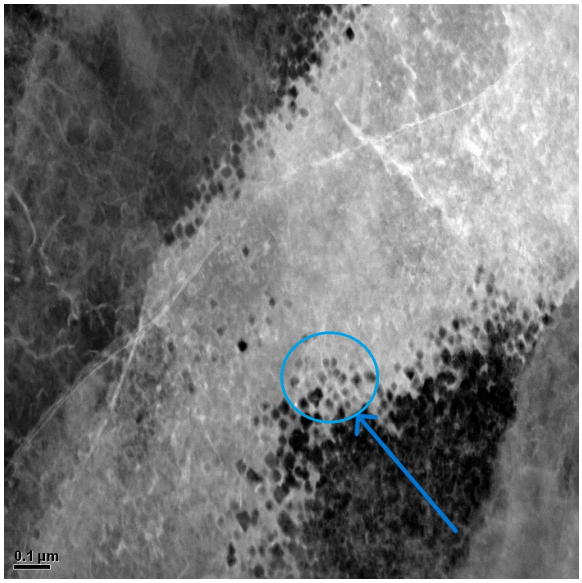
(a) TEM snimka neozračenog područja. Vidljive krivudave linije predstavljaju defekte uzrokovane mehaničkim naprezanjem, dok crne mrlje su artefakti metode pripreme uzorka za TEM snimanje.



(b) TEM snimka ozračenog područja. Vidljiv je rub zrna iz kojeg se protežu dislokacijske linije. U gornjem desnom kutu vidljivi su bijeli mjehurići helija.



(c) STEM snimka neozračenog područja. Vidljivi su artefakti prouzročeni pripremom uzorka za snimanje.



(d) STEM snimka ozračenog područja. Crne mrlje uz granice zrna predstavljaju mjehuriće uzrokovane ozračivanjem ionskim snopom.

Slika 3.11: Prikaz TEM i STEM snimki uzorka 5 x 5 mm uzorka debljine 5 μm ozračenog skeniranim ionskim snopom struje 200 nA i ukupnom srednjom dozom od 800 appm. Lijeve slike prikazuju snimke neozračenog područja, dok desne prikazuju ozračeno područje.

Postojanje zamjetnih defekata helija izvan granica ozračenog područja bi predstavljalo ozbiljan artefakt ovakve metode istraživanja utjecaja helija na materijale. Razlog ovakvih rezultata može biti upravo u maloj postignutoj vršnoj temperaturi prilikom korištenja skeniranog snopa zbog koje ostvareni gradijent, iako izražen, nije bio s dovoljno visoke temperature s koje bi se ostvarila mobilnost defekata na sobnoj temperaturi. Ključno zapažanje ovdje je to što je ozračivanje bilo na sobnoj temperaturi na kojoj su potrebne veće ostvarene temperature zagrijavanja snopom kako bi se potaknula mobilnost defekata. Prilikom izvođenja eksperimenata na višim temperaturama realna je mogućnost ostvarivanja mobilnosti i pri nižim ostvarenim temperaturama zagrijavanja uzorka, tj. pri manjim temperaturnim gradijentima na rubu uzorka poput onog ostvarenog u ovom radu skeniranim snopom na sobnoj temperaturi. Ta mogućnost nije istražena u ovom radu zbog nedostatka vremena. Iz tog razloga jedan od zaključaka ovog rada je važnost odabira korištene struje ionskog snopa, uz skeniranje, kao parametra koji kontrolira posljedično zagrijavanje uzorka. Korištena struja snopa mora predstavljati dobar omjer između smanjenja zagrijavanja uzorka na prihvatljivu razinu na kojoj ne će doći do utjecaja na rezultate eksperimenta te dovoljno kratkog vremenskog trajanja ozračivanja kako ne bi došlo do nenadanih prekida ili oscilacija u radu akceleratora koji mogu uzorkovati gubitak uzorka.

3.3 Određivanje nepouzdanosti mjerenja

Iako rezultati temperatura centra i ruba te porasta temperature određenih termalnom kamerom i prikazanih u Tablici 3.4 sadrže neodređenost mjerenja ona ne predstavlja ukupnu neodređenost dobivenih rezultata. Razlog tomu je što rezultati tablice prikazuju srednju vrijednost razlike temperature iz 6 ravnomjerno vremenski razmaknutih snimki uzetih iz 10 sekundnog videa ozračivanja čime se uz iznos razlike mjerene temperature mogla odrediti i nepouzdanost zbog oscilacija u struji korištenog ionskog snopa. Međutim, za prikaz ukupne nepouzdanosti potrebno je odrediti iznose različitih nepouzdanosti koje proizlaze iz korištenih mjernih uređaja i tehnika. Stoga svrha ovog potpoglavlja je navesti moguće izvore nepouzdanosti te dati okvirnu ocjenu nepouzdanosti dobivenih rezultata.

Prvi i glavni izvor utjecaja na mjerenje je sami akcelerator, tj. ionski snop. Fluk-

tuacije u struji snopa dovode do oscilacija u snazi grijanja no iz dobivenih mjerenja može se vidjeti da te oscilacije ne predstavljaju značajni izvor nepouzdanosti rezultata. Najveća relativna greška temperature centra iznosila je oko 3 % koja je dobivena za mjerenje na 100 °C strujom od 100 nA. Dodatni izvor greške proizlazi iz same kamere čija sistemska greška iznosi do 2% prema specifikacijama proizvođača [45]. Konačno, korišteni termočlanci imaju preciznost mjerenja od ± 0.1 °C što ih čini iznimno preciznima za potrebe ovoga rada te se mogu koristiti za potvrdu mjerenih temperatura dobivenih termalnom kamerom.

Dodatni izvori grešaka proizlaze iz sistemskih grešaka obrade samih mjerenja. Naime, iz Dodatka A vidljivo je kako pogrešno određivanje emisivnosti od 10% ima veliki utjecaj na pogrešno mjerenje temperature u spektralnom području koje koristi korištena kamera. Nepouzdanost uzrokovana pogrešno određenom emisivnošću naglo raste od 1.8% na sobnoj temperaturi do 6% pri temperaturi od 200 °C nakon čega rast relativne greške posustaje te do temperature od 1000 °C se poveća na 7.5%. Ako se služimo informacijama preuzetima iz rada del Campa et al. temeljenima na poliranim folijama ARAMCO željeza što predstavlja gotovo čisto željezo bez dodanih primjesa što je slučaj i u ovome radu možemo zaključiti da pri valnoj duljini od 8 μm emisivnost takvih folija je oko 0.09 pri temperaturi od 275 °C [47]. U Dodatku A nalazi se slika spektralne ovisnosti emisivnosti iz koje je vidljivo da emisivnost eksponencijalno raste s povećanjem temperature iz čega se može zaključiti da pri nižim temperaturama od 270 °C emisivnost ne pada značajno od 0.09 te da vrijednosti emisivnosti dobivene u ovom radu ne odstupaju previše od stvarnih vrijednosti. No, ako se gledaju drugi izvori dobivena vrijednost emisivnosti može predstavljati značajno odstupanje od stvarne vrijednosti. Uz to, u ovome radu nije izmjerena temperaturna ovisnost emisivnosti što potvrđuje određivanje emisivnosti kao najvećeg izvora nepouzdanosti izmjerene temperature. Razlog za neizmjerenu temperaturnu ovisnost emisivnosti može biti u smanjenoj osjetljivosti kamere u temperaturnom području viših temperatura te veći odsjaj od komore pri višim temperaturama koji je utjecao na slabiju mogućnost mjerenja malih temperaturnih razlika uzrokovanih ozračavanjem ionskim snopom.

Uzimajući navedene izvore nepouzdanosti u obzir izračunati su srednji apsolutni intervali nepouzdanosti rezultata porasta temperature te su prikazani u Tablici 3.5. Za uzorke ozračene na sobnoj temperaturi uzete su vrijednosti relativne nepouzda-

nosti kao posljedice netočne emisivnosti od 2% za uzorke koji su iskusili slabo zagrijavanje te imali vršnu temperaturu blizu početne temperature dok je za uzorke koji su zagrijani na temperaturu iznad 50 °C uzeta vrijednost od 3 %. Neodređenost za uzorak ozračen na 100 °C iznosila je 5%, a za uzorak ozračen na 200 °C, 6%. Iz tablice je vidljivo kako se s porastom temperature povećava utjecaj greške uzrokovane nedovoljno precizno određenom emisivnosti uzorka.

Debljina (μm)	Skeniranje	Temp. (°C)	Struja (nA)	Maks. temperatura (°C)	Porast temp. (°C)
5	ne	32.3	100	47.2±1.4	14.9±1.4
5	ne	31.3	200	77.9 (83.9)±3.1	46.6 (52.6)±3.1
5	da	31.5	200	56.5±2.1	25.0±2.1
12.5	ne	31.3	100	38.7±1.1	7.4±1.1
12.5	ne	30.9	200	50.1±1.8	19.2±1.8
12.5 (grijač)	ne	35.5	100	43.2±1.2	7.7±1.2
12.5 (grijač)	ne	33.2	200	55.3±2.0	22.1±2.0
12.5 (grijač)	ne	101.0	100	107.6±5.8	6.6±5.8
12.5 (grijač)	ne	100.3	200	116.5±6.3	16.2±6.3
12.5 (grijač)	ne	200.0	100	208.1±13.2	8.1±13.2
12.5 (grijač)	ne	199.7	200	221.6±14.0	21.9±14.0

Tablica 3.5: Tablični prikaz rezultata svih ozračivanja. Navedene su vrijednosti porasta temperature sa uključenom ukupnom nepouzdanošću.

4 Diskusija i zaključak

Ovo istraživanje pokazalo je da zagrijavanje uzrokovano ozračivanjem ionskim snopom helija tijekom eksperimenata simulacije neutronskog zračenja može značajno utjecati na rezultate eksperimenata u istraživanju materijala. Studija potvrđuje da intenzitet zagrijavanja prvenstveno ovisi o struji ozračivanja i debljini uzorka. Posebno je važno istaknuti da rezultati pokazuju kako primjena tehnike skeniranja snopa može učinkovito smanjiti vršno zagrijavanje tijekom ozračivanja, što naglašava potrebu za pažljivom optimizacijom parametara ionskog snopa radi minimiziranja toplinskih efekata. Također, nisu uočene ovisnosti zagrijavanja o početnoj temperaturi uzorka.

Opsežan pregled literature pokazuje da su debljine uzoraka u većini istraživanja znatno veće od jedne dubine implantacije, što sugerira da zagrijavanje uzrokovano snopom ne bi trebalo značajno utjecati na te eksperimente [48, 49]. Prema tome, rezultati takvih studija trebali bi ostati valjani unutar u radu navedenih temperaturnih raspona.

Međutim, rađeni su eksperimenti s ozračivanjem tankih uzoraka kod kojih je uočeno zamjetno zagrijavanje prilikom modeliranja utjecaja snopa na zagrijavanje uzorka koristeći simulacijsku metodu konačnih elemenata (FEM) eng. *Finite Element Analysis*. Naposlijetku, modelirano zagrijavanje je i opaženo tijekom odvijanja eksperimenta. Rad autora Riesch et al. s Max Planck Intituta za fiziku plazme o utjecaju ozračivanja na tanke folije volframa potvrđuje postojanje zamjetnog zagrijavanja tijekom ozračivanja tankih folija (5 μm) volframa snopom volframa energije 20 MeV-a [50]. Iako mnogi radovi sadrže informacije koje upućuju na to da korištena eksperimentalna konfiguracija nije dovela do značajnog zagrijavanja uzorka tijekom ozračivanja, uočeno je da zamjetan broj studija ne prijavljuje struju snopa, a ponekad ni debljinu ozračenog uzorka. Umjesto toga, osnovni prijavljeni parametri su često implantirana doza, oštećenje po atomu i temperatura uzorka zagrijanog pomoću grijača. Ovaj rad naglašava važnost prijavljivanja svih relevantnih parametara eksperimenta, u skladu s ASTM International standardom E521-16, kako bi se osigurala potpuna slika eksperimentalnih uvjeta.

Unatoč teorijskim modelima i postojećim istraživanjima koja sugeriraju da zagrijavanje ne bi trebalo biti kritičan faktor u debelim uzorcima, postoji značajan ne-

dostatak eksperimentalnih podataka koji kvantitativno određuju razinu zagrijavanja uzoraka tijekom implantacije helija ili teških iona, osobito u kontekstu simulacije oštećenja uzrokovanog neutronima. Ovaj nedostatak podataka ukazuje na potrebu za daljnjim istraživanjima kako bi se bolje razumjele priroda i implikacije ovog fenomena na eksperimentalne rezultate.

Na temelju sadašnjih saznanja, može se zaključiti da zagrijavanje može predstavljati značajan problem u specifičnim slučajevima tankih uzoraka ili pri visokim strujama snopa, što zahtijeva pažljivu kontrolu eksperimentalnih uvjeta kako bi se osigurala točnost i pouzdanost rezultata. Preliminarni rezultati ove studije pokazuju da se učinak zagrijavanja snopom ne može jednostavno zanemariti, jer može dovesti do značajnih odstupanja između dobivenih rezultata i onih prijavljenih u literaturi. To je posebno važno u eksperimentima kontinuirane implantacije, gdje se variranjem energije snopa postiže implantacija duž cijele dubine uzorka. U takvim slučajevima, ova studija naglašava važnost preciznog određivanja omjera između maksimalne dubine implantacije i debljine uzorka kako bi se spriječili nepoželjni temperaturni gradijenti i osiguralo da efekti zagrijavanja ne utječu na valjanost eksperimentalnih podataka.

Zaključno, ovo istraživanje pridonosi dubljem razumijevanju toplinskih efekata uzrokovanih ozračivanjem ionskim snopom te naglašava potrebu za pažljivim dizajnom eksperimenata, osobito u studijama koje uključuju kontinuiranu implantaciju i tanke uzorke. Buduća istraživanja trebala bi se usredotočiti na kvantitativnu procjenu zagrijavanja uzrokovanog snopom u različitim materijalima i eksperimentalnim postavkama kako bi se dodatno unaprijedile smjernice za upravljanje tim efektima u istraživanjima materijala.

Dodaci

Dodatak A Mjerenje termalnom kamerom

A.1 Teorijska pozadina

Svako tijelo u prirodi posjeduje konačnu temperaturu iznad apsolutne nule, tj. 0 Kelvina ili - 273.15 °C u skladu s III. zakonom termodinamike. Također, poznato je da zagrijana tijela emitiraju elektromagnetsko zračenje sa svojih površina koje je proporcionalno njihovoj intrinzičnoj temperaturi. Tijela koja emitiraju maksimalnu moguću energiju na svim valnim duljinama nazivaju se crnim tijelima. Za njih vrijedi da apsorbiraju svo upadajuće zračenje te nemaju reflektivna ni transmisivna svojstva. Također, intenzitet zračenja ne ovisi o kutu gledanja. Crna tijela su apstraktan pojam jer se ne pojavljuju u prirodi već predstavljaju idealan slučaj koji se može koristiti za kalibraciju beskontaktnih metoda mjerenja temperature. Ovisnost intenziteta zračenja crnog tijela o valnoj duljini i temperaturi dana Planckovim zakonom:

$$M(\lambda, T) = \frac{2\mathrm{hc}^2}{\lambda^5} \frac{1}{\mathrm{e}^{\frac{\mathrm{hc}}{\lambda \mathrm{kT}}} - 1} \tag{A.1}$$

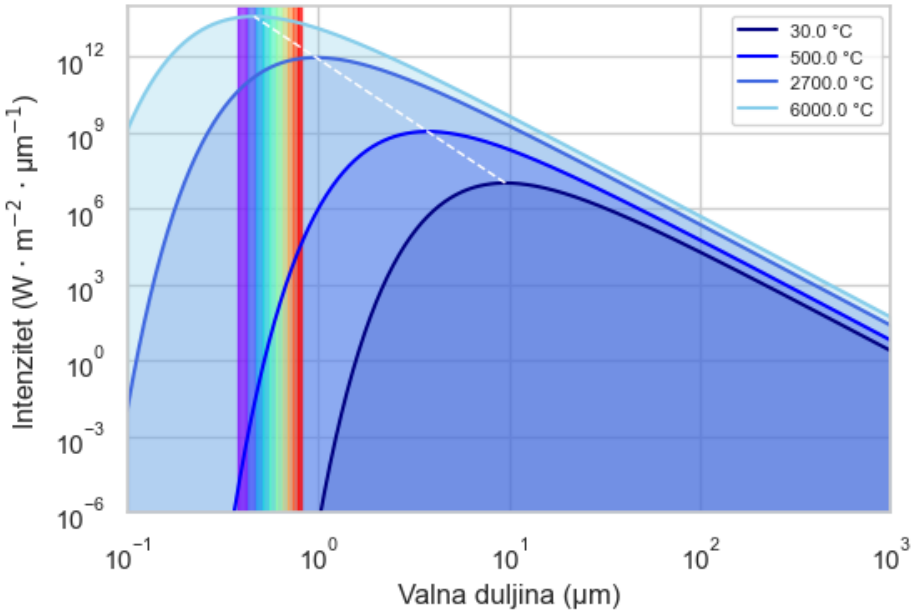
gdje je h Planckova konstanta, k Boltzmannova konstanta, a c brzina svjetlosti. Navedena ovisnost prikazana je na Slici A.1. S nje možemo primijetiti dvije stvari: porastom temperature dolazi do pomaka maksimalnog intenziteta zračenja prema manjim valnim duljinama te s porastom temperature dolazi do većeg ukupnog intenziteta zračenja. Prvi zaključak predstavlja vizualnu reprezentaciju Wienovog zakona dobivenog diferencijacijom iz Planckovog zakona, a glasi:

$$\lambda_{max} \cdot T = 2898 \quad [\mu m \cdot K] \tag{A.2}$$

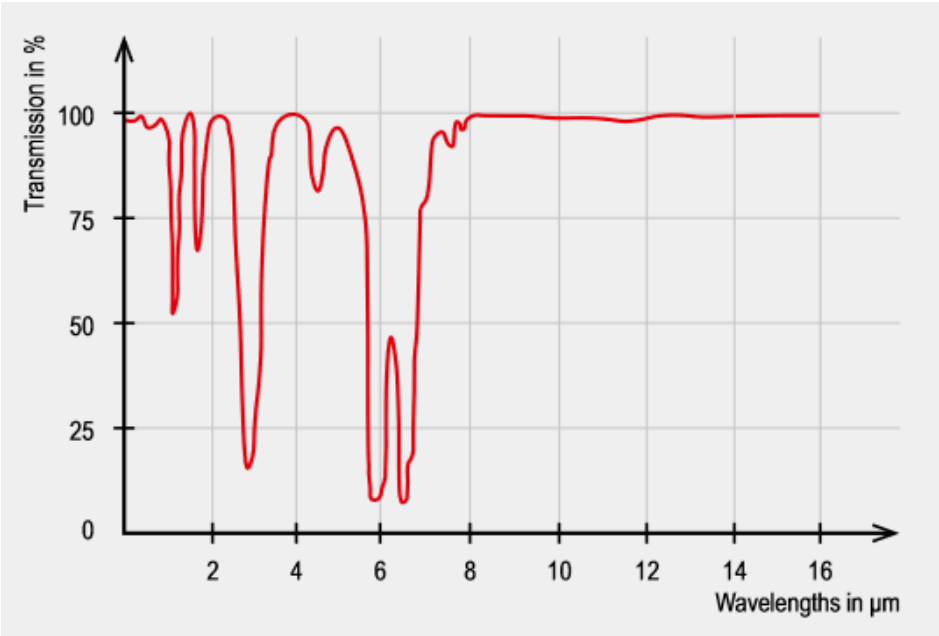
dok integracijom Planckovog zakona po svim valnim duljinama slijedi drugo opservirano opažanje poznato još kao Stefan-Boltzmannov zakon:

$$M(T) = \sigma \cdot T^4 \quad [W \cdot m^{-2}] \tag{A.3}$$

gdje je sa σ označena Stefan-Boltzmanova konstanta. Navedena dva zakona A.2 i A.3 daju odgovor zašto se infracrveno zračenje koristi kao mjera temperature tijela. Većina objekata pri standardnim uvjetima i u svakodnevno viđenom rasponu temperatura ima maksimum zračenja u tom dijelu elektromagnetskog spektra te je ono najpovoljnije za mjerenje intenziteta zračenja nekog tijela.

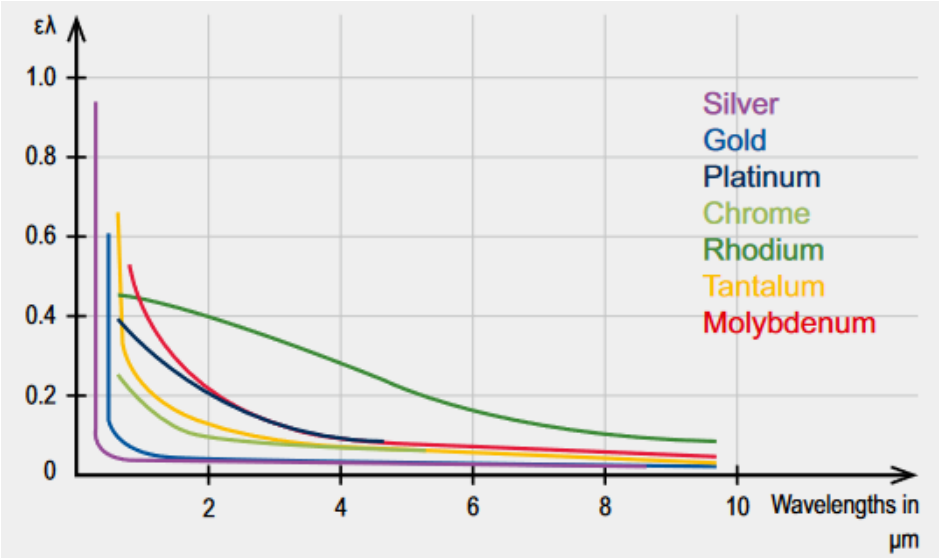


Slika A.1: Spektar crnog tijela prikazan za par različitih temperatura. Bijelom crtkanom linijom označen je Wienov pomak.

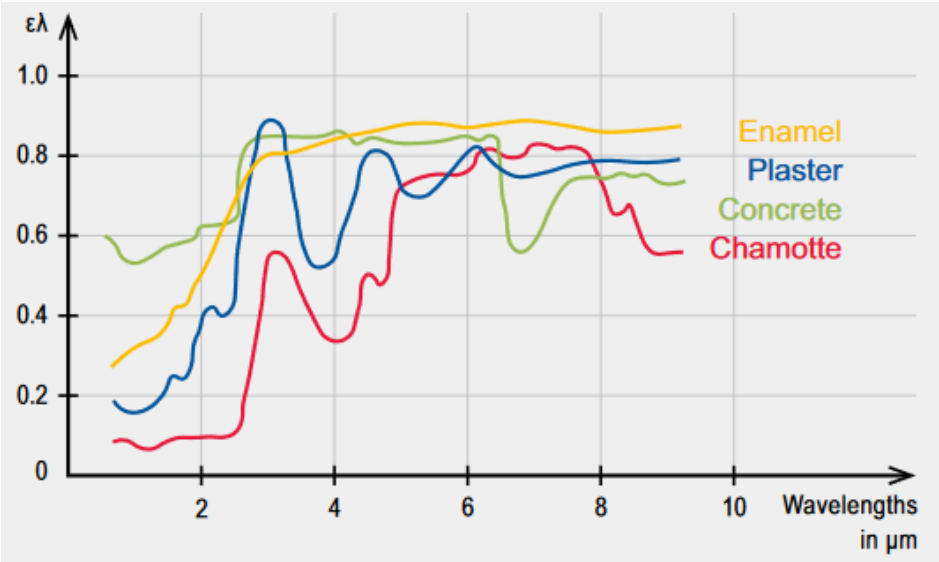


Slika A.2: Transmisivnost atmosfere u infracrvenom području korištenom za mjerenja termokamerama. Preuzeto iz [51].

Infracrveni dio spektra pokriva veoma uski komad ukupnog spektra od kraja vidljivog dijela na 0.78 μm do približno 1000 μm dok su za mjerenje temperature korisne valne duljine od 0.7 do 14 μm. Iznad ovih valnih duljina detektirano zračenje je veoma malog intenziteta te nije prikladno za korištenje kao mjerne tehnike. Drugi razlog korištenja ovih valnih duljina leži u velikoj transmisivnosti atmosfere u tom području valnih duljina prikazan na Slici A.2. Na slici su vidljive zone visoke transmisivnosti poput 1.1-1.7 μm, 2-2.5 μm, 3-5 μm te 8-14 μm.

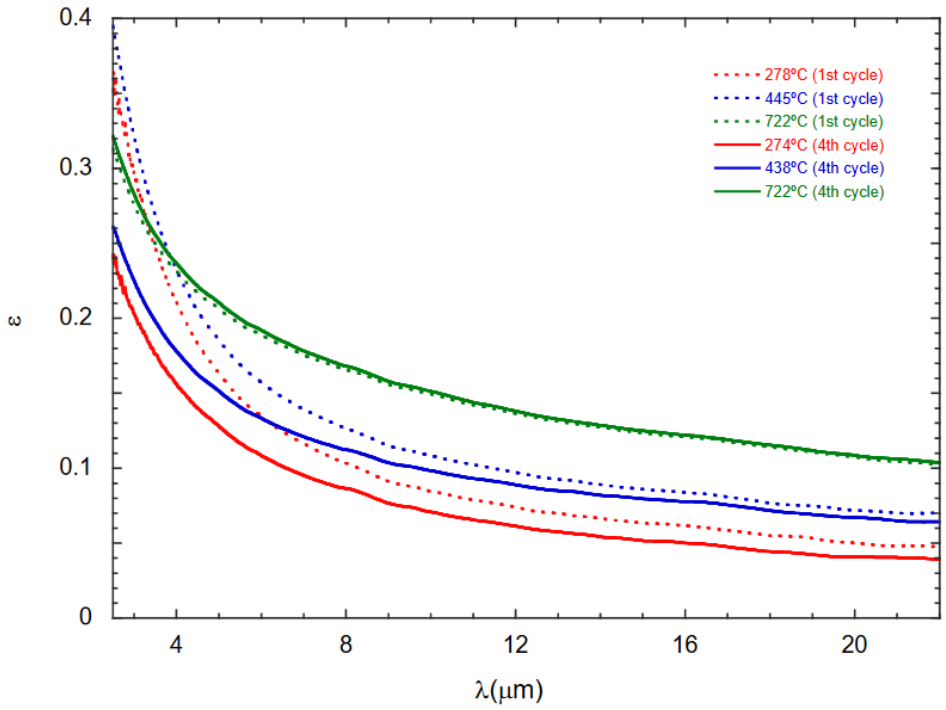


(a) Prikaz spektralne ovisnosti emisivnosti metala.



(b) Prikaz spektralne ovisnosti emisivnosti nemetala.

Slika A.3: Spektralna ovisnost nekih metala i nemetala. Uočljive su značajne razlike u ponašanju emisivnosti u ovisnosti o valnoj duljini. Preuzeto iz [51].



Slika A.4: Spektralna ovisnost emisivnosti ARAMCO željeza za nekoliko temperatura. Preuzeto iz [47].

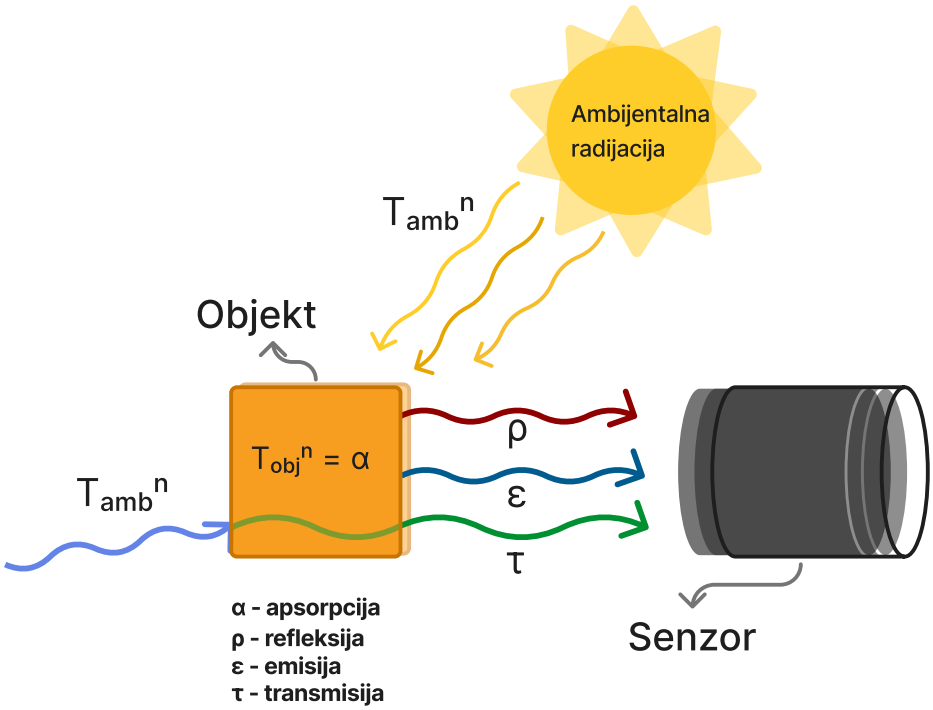
A.2 Emisivnost

Skoro sva tijela u prirodi nisu idealna crna tijela već emitiraju manje radijacije nego ono predviđeno spektrom crnog tijela. Takvi objekti nazivaju se sivim tijelima. Ako emitirana radijacija ovisi o valnoj duljini dano tijelo se naziva selektivni radijator. Gotovo sva tijela u prirodi predstavljaju selektivne radijatore. Omjer stvarne mjere izračene radijacije i vrijednosti dane spektrom crnog tijela za danu valnu duljinu naziva se emisivnost ϵ te može poprimiti vrijednost od 0 do 1. Teoretski, emisivnost ovisi o promatranom materijalu, obradi površine, temperaturi, valnoj duljini te kutu mjerenja. Općenito, nemetalni materijali pokazuju visoku i relativno konstantnu emisivnost koja ne ovisi o strukturi površine, pogotovo u području velikih valnih duljina. Za razliku od nemetalnih materijala, metali pokazuju niske vrijednosti emisivnosti koja dodatno opada s porastom valne duljine i jako ovisi o površini materijala. Slika A.3 prikazuje oblike emisijskog spektra za neke metalne i nemetalne materijale. Na Slici A.3a vidljivo je konzistentno ponašanje metalnih materijala pri čemu za većinu njih vrijedi emisivnost oko 0.1 na valnoj duljini oko 8 μm što se podudara s mjerenjima emisivnosti ARAMCO željeza (99.85% Fe) autora del Campo et al. [47] prikazanima na Slici A.4 čija emisivnost pri temperaturi od 274 °C iznosi oko 0.09 pri

valnoj duljini od 8 μm. Međutim, drugi izvori poput [52] navode vrijednost od 0.06 za polirano željezo što predstavlja odstupanje od gotovo 50%. Problem tog navoda je što ne navodi pri kojoj valnoj duljini je određena emisivnost što utječe na pouzdanost tog rezultata.

A.3 Određivanje temperature pomoću infracrvenog zračenja

Prednosti korištenja infracrvenog djela spektra zračenja tijela u prirodi su mnogobrojne. Uz to što je takav način mjerenja beskontaktan što je izričito pogodno kod mjerenja temperature teško dostupnih objekata ili objekata u opasnim okruženjima ovakva mjerenja su izričito brza te ne utječu na mjereni objekt. Međutim, prilikom mjerenja, infracrveni senzor biva obasjan ne samo emitiranim zračenjem, već i reflektiranim zračenjem od okoline te potencijalno i transmitiranim zračenjem koje je kod većine tijela u infracrvenom dijelu spektra zanemarivo što je prikazano na Slici A.5.



Slika A.5: Shematski prikaz izvora upadnog zračenja prilikom mjerenja temperature infracrvenim detektorom.

Za ukupno zračenje vrijedi slijedeća relacija koja povezuje emitirano ϵ, reflektirano ρ i transmitirano τ zračenje:

$$\epsilon + \rho + \tau = 1 \tag{A.4}$$

Dana relacija pokazuje da je za pravilno određivanje temperature objekta bitno poznavanje temperature okoline čije se zračenje reflektira od mjerenog tijela. Naime, prema Stefan-Boltzmannovom zakonu A.3, električni signal (U) na detektoru infracrvene kamere proporcionalan je upadnoj snazi zračenja koja je proporcionalna temperaturi mjerenog objekta (T_{amb}) na četvrtu potenciju. No temperatura mjerenog objekta se zapravo sastoji od stvarne temperature objekta proizišle iz emitiranog zračenja, ambijentalne temperature (T_{amb}) reflektirane s površine tijela te temperature samog mjernog uređaja (T_{pyr}):

$$U \propto \epsilon T_{obj}^4 \tag{A.5}$$

$$U = C \cdot (\epsilon T_{obj}^4 + (1-\epsilon) T_{amb}^4 - T_{pyr}^4) \tag{A.6}$$

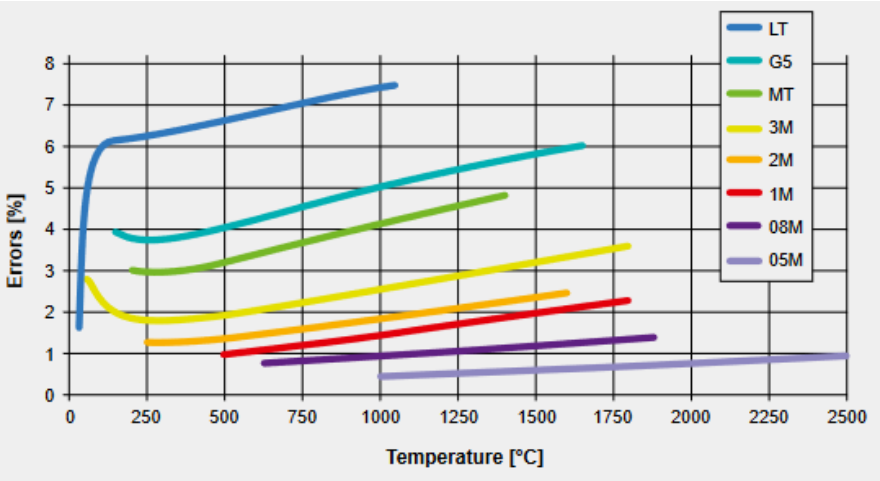
$$U = C \cdot (\epsilon T_{obj}^n + (1-\epsilon) T_{amb}^n - T_{pyr}^n) \tag{A.7}$$

gdje C predstavlja konstantu specifičnu za mjerni uređaj. Kako infracrveni termometri ne pokrivaju cijeli spektar valnih duljina potrebno je zamijeniti eksponent 4 s neodređenim eksponentom n koji ovisi o valnoj duljini. Za valne duljine između 1 i 14 μm vrijednost eksponenta varira između 17 i 2 (za veće valne duljine iznos je između 2 i 3 dok za kraće valne duljine iznosi između 15 i 17). Naposljetku iz posljednje, općenite, relacije slijedi izraz za temperaturu objekta [51]:

$$T_{obj} = \sqrt[n]{\frac{U - CT_{amb}^n + C\epsilon T_{amb}^n + CT_{pyr}^n}{C\epsilon}} \tag{A.8}$$

Ovaj izraz pokazuje da je za precizno mjerenje temperature ovom metodom važno znanje okolne temperature te emisivnosti uzorka. Slika A.6 prikazuje pogrešku u mjerenju temperature u ovisnosti o valnoj duljini za situaciju u kojoj je greška u određivanju emisivnosti 10%. Vidimo da najmanju grešku imaju one kamere koje mjere temperaturu koristeći infracrveno zračenje kraćih valnih duljina, dok je za korištenu kameru čije je mjerno područje 8-14 μm greška između 2 i 6%. Zato se moderne termokamere sastoje od dodatnog termometra koji mjeri temperaturu okoline dok senzor na kameri mjeri temperaturu samog detektora. Dobivene vrijednosti

temperatura se potom koriste unutar softvera kamere kako bi se automatski prilagodila vrijednost emisivnosti objekta na onu koja daje ispravno mjerenje temperature. No, ako se mjereni objekt nalazi u nestandardnoj okolini poput visoko reflektivne unutrašnjosti vakuumske komore, tada ovakav pristup s automatskim određivanjem emisivnosti može dati krive rezultate mjerenja te je potrebno naći druge načine za točno određivanje temperature tijela iz mjerenih podataka.



Slika A.6: Prikaz ovisnosti greške mjerenja temperature o temperaturi zbog krivo određene emisivnosti od 10% (LT: 8 – 14 μm; G5: 5 μm; MT: 3.9 μm; 3M: 2.3 μm; 2M: 1.6 μm; 1M: 1.0 μm); 08M: 800 nm; 05M: 525 nm. Preuzeto iz [51].

A.4 Detektori i uređaji za infracrveno mjerenje temperature

Najvažniji element u svakom infracrvenom termometru je detektor. Postoje dvije glavne grupe infracrvenih detektora: termalni detektori u koje spadaju bolometri, piroelektrični detektori i termočlanci te druga skupina kvantnih detektora.

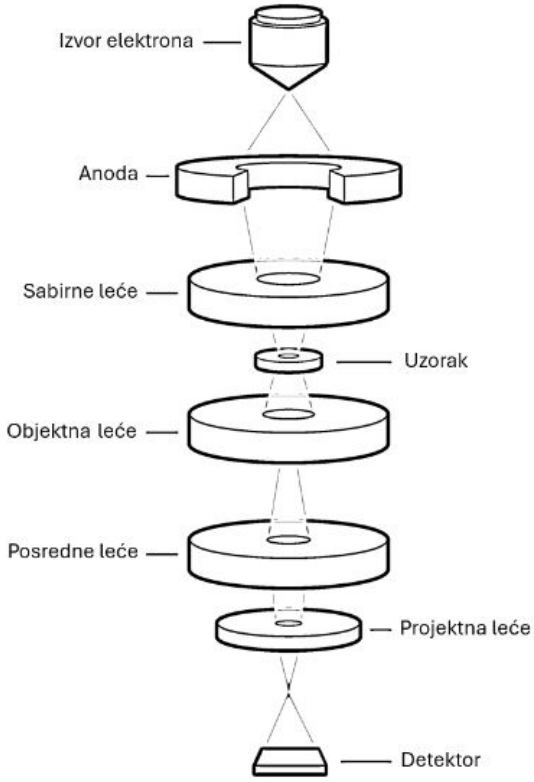
Kod termalnih detektora temperatura osjetljivog elementa u detektoru mijenja se zbog apsorpcije elektromagnetskog zračenja. Promjena temperature uzrokuje modifikaciju temperaturno osjetljivog dijela detektora koja je potom električki analizirana te dobiveni signal služi kao mjera apsorbirane energije te potom temperature mjerenog objekta. Na primjer, ako je kontakt između dva različita metala zagrijan dolazi do termoelektričnog efekta koji rezultira stvaranjem napona na krajevima metala koji su u kontaktu što je princip rada termočlanka. Dobiveni napon na krajevima je proporcionalan temperaturi kontakta što se može koristiti za mjerenje temperature. Kod piroelektričnih detektora, osjetljivi element se sastoji od piroelektričkog materijala poput galij nitrida (GaN) između dviju elektroda. Piroelektrični efekt predstav-

lja mogućnost nekih materijala da induciraju potencijal kada su zagrijani što zatim generira signal koji se može koristiti za određivanje temperature. Danas najrasprostranjeniji tip detektora su bolometri, oni iskorištavaju ovisnost električnog otpora o temperaturi. Osjetljivi element sastoji se od otpornika čiji se otpor mijenja kada apsorbira toplinu. Promjena otpora vodi na različiti izlazni signal napona. Korišteni materijal treba imati veliku osjetljivost električnog otpora na promjene u temperaturi kako bi ostvarile veliku preciznost mjerenja za što se osim otpornika mogu koristiti i poluvodiči.

Glavna razlika između termalnih i kvantnih detektora je u njihovom bržem vremenu reakcije (ns do μs) pri apsorpciji zračenja. Kvantni detektori se zasnivaju na fotoelektričnom efektu, fotoni infracrvenog zračenja upadaju na poluvodički detektor gdje dovode do porasta broja elektrona u višem energetskom stanju. Kada se elektroni relaksiraju u osnovno stanje dolazi do generacije signala koji se zatim opaža u obliku napona na krajevima detektora. Također, mogući je utjecaj na otpor detektora.

Na temeljima rada različitih detektora razvila su se dva načina beskontaktnog mjerenja temperature s pomoću infracrvenog zračenja. Infracrvene kamere, čija je svrha bilježenje slika okoline koja može biti dinamična ili statična, bilježe radijativno zračenje unutar slike te ga složenim algoritmima preračunavaju u temperature objekata na slici, tj. svakom pikselu senzora pridodana je vrijednost temperature određena na temelju količine infracrvenog zračenja koje je upalo u taj piksel na detektoru. U ovisnosti o svrsi, kamere s različitim optikama i rezolucijama su dostupne. S druge strane, infracrveni termometri ili pirometri mogu mjeriti temperaturu objekta u jednoj točci s čime pružaju mogućnost preciznijeg mjerenja nauštrb općenitijeg poznavanja temperaturne raspodjele. Infracrveni termometri su veoma kompaktni te se mogu veoma lagano integrirati u veliki raspon okruženja.

Dodatak B TEM i STEM



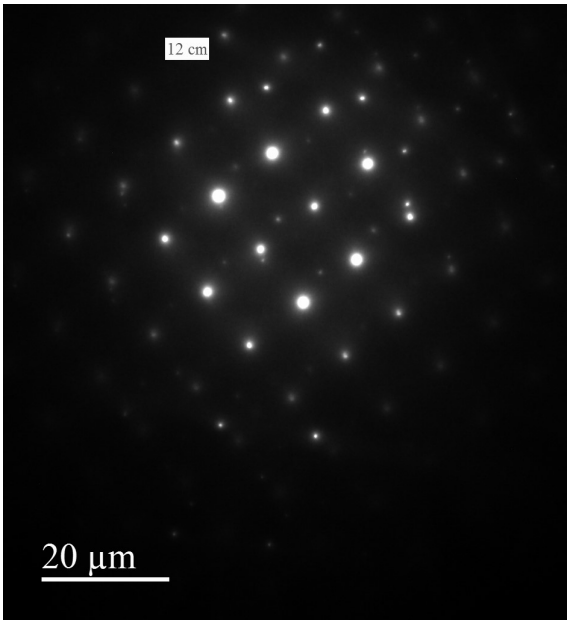
Slika B.1: Shematski prikaz TEM i STEM načina snimanja transmisijskim elektronskim mikroskopom. Preuzeto iz [53]

Transmisijska elektronska mikroskopija, eng. *Transmission Electron Microscopy*, (TEM) napredna je mikroskopska tehnika koja koristi prolaz visokoenergetskog elektronskog snopa kroz izuzetno tanak uzorak, obično debljine manje od 100 nm, za stvaranje slike s visokom rezolucijom. Budući da elektroni imaju de Broglieovu valnu duljinu manju od valne duljine vidljive svjetlosti, TEM omogućuje postizanje rezolucije na atomskoj skali, daleko iznad mogućnosti konvencionalnih optičkih mikroskopa. Kao što je prikazano na slici B.1, osnovni elementi TEM sustava uključuju vakuumski sustav, izvor elektrona, sustav elektromagnetskih leća, sustav za ubrzavanje elektronskog snopa i detektor.

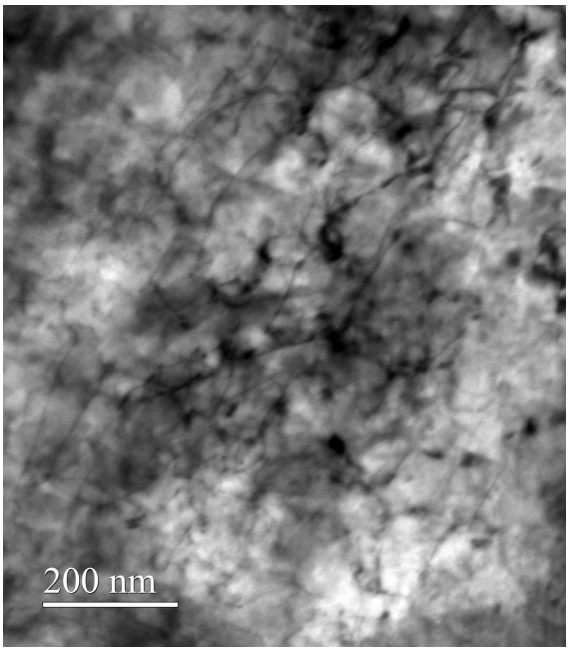
U TEM-u, elektronski snop se generira u izvoru elektrona, koji može biti toplinski izvor (poput volframove niti) gdje zagrijavanjem katode dolazi do otpuštanja elektrona ili izvor hladne emisije (poput FEG-a eng. *Tungsten Field Emission Gun*) kod kojih elektroni bivaju otpušteni sa emitera zbog efekta kvantnog tuneliranja. Elektroni se potom ubrzavaju kroz sustav pod vakuumom, pri tlaku od otprilike $\sim 10^{-4}$

Pa, što omogućuje postizanje velike razlike potencijala bez pojave električnih izboja i smanjenje sudara elektrona s molekulama zraka na zanemarivu razinu [54]. Pritom, elektronski snop zatim prolazi kroz sustav elektromagnetskih leća, koje služe za fokusiranje snopa na uzorak.

Kad elektronski snop prolazi kroz uzorak, neki elektroni se rasprše, dok drugi prođu kroz uzorak bez značajne interakcije. Karakteristike transmitiranih elektrona, poput intenziteta i faze, mijenjaju se ovisno o sastavu i strukturi uzorka. Ove promjene se koriste za stvaranje slike na detektoru. Slika se stvara ovisno o gustoći materijala kroz koji su elektroni prošli; gušći dijelovi uzorka rasprše više elektrona, stvarajući tamnija područja na slici, dok tanji dijelovi rezultiraju svjetlijim područjima. Osim slike s visokim povećanjem, TEM omogućuje i dobivanje difrakcijskog uzorka, što pruža vrijedne informacije o kristalnoj strukturi uzorka, njegovim kristalnim osima i ravninama, kao i o prisutnosti defekata ili interakcijama implantiranih iona s materijalom uzorka. Primjeri difrakcijske i TEM slike uzorka prikazani su na slikama B.2a i B.2b.



(a) TEM snimka uzorka snimana u difrakcijskom modu snimanja. Vidljive su bijele točke koje predstavljaju 2D projekciju recipročne kristalne rešetke iz koje se mogu dobiti informacije o kristalnom sustavu.

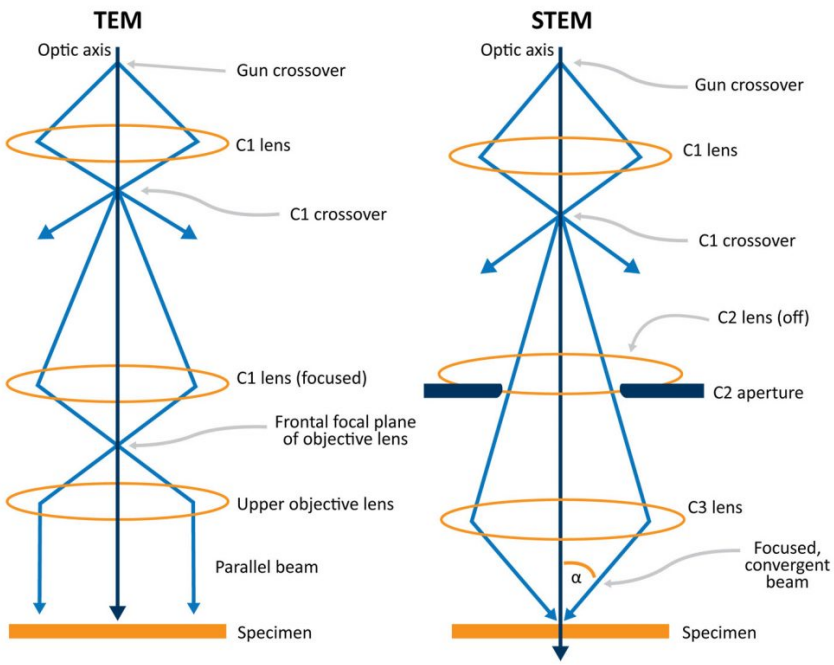


(b) TEM snimka uzorka u normalnom modu snimanja.

Slika B.2: Prikaz TEM mjerenja koristeći difrakcijski i normalni mod snimanja.

Skenirajući transmisijski elektronski mikroskop, eng. *Scanning transmission electron microscopy*, (STEM) je varijanta TEM-a koja kombinira prednosti skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM) s visokom rezolucijom TEM-a. U STEM-u se elektronski snop fokusira u izuzetno sitnu točku, često manje od 1 nm, koja se zatim skenira po površini uzorka. Za razliku od TEM-a, gdje paralelni snop elektrona istovremeno osvjetljava cijelo područje slike, u STEM-u se slika generira postupnim skeniranjem točkaste zrake po uzorku. Svaka točka na uzorku generira signal koji detektori prikupljaju i koriste za izgradnju slike. Ova metoda omogućuje postizanje slike s manjom količinom šuma i višom razlučivošću, posebno u uzorcima složenih materijala.

U STEM-u su dostupni različiti tipovi detektora koji omogućuju različite vrste kontrasta. Na primjer, eng. *annular dark-field* (ADF) detektori koriste raspršene elektrone za stvaranje slike koja je vrlo osjetljiva na atome visoke atomske mase, omogućujući dobivanje jasnih slika teških elemenata. Svijetlopoljni detektori koriste elektrone koji prolaze kroz uzorak bez raspršivanja za stvaranje slike visoke rezolucije, slično TEM-u. Zbog načina skeniranja, STEM je sporija metoda u usporedbi s TEM-om, ali pruža detaljnije informacije o uzorku na atomskom nivou, uključujući lokalnu kemijsku analizu i mapiranje elemenata. Razlike između TEM-a i STEM-a također su prikazane na slici B.3.



Slika B.3: Shematski prikaz TEM i STEM načina snimanja transmisijskim elektronskim mikroskopom. Preuzeto iz [55]

Bibliography

[1] J Gittus. Irradiation effects in crystalline solids, Jan 1978.

[2] H. Ullmaier. The influence of helium on the bulk properties of fusion reactor structural materials. *Nuclear Fusion*, 24(8):1039–1083, August 1984.

[3] Jia Huang, Haocheng Liu, Zhiying Gao, Yue Su, Qingyuan Liu, Wei Ge, Fengping Luo, Songqin Xia, Liuxuan Cao, Jianming Xue, Yugang Wang, and Chenxu Wang. Helium-Hydrogen Synergistic Effects in Structural Materials Under Fusion Neutron Irradiation. *Frontiers in Materials*, 9:849115, February 2022.

[4] H. Ullmaier, editor. *Atomic Defects in Metals*, volume 25 of *Landolt-Börnstein - Group III Condensed Matter*. Springer-Verlag, Berlin/Heidelberg, 1991.

[5] Y. Dai, G.R. Odette, and T. Yamamoto. The Effects of Helium in Irradiated Structural Alloys. In *Comprehensive Nuclear Materials*, pages 141–193. Elsevier, 2012.

[6] H Trinkaus and B.N Singh. Helium accumulation in metals during irradiation – where do we stand? *Journal of Nuclear Materials*, 323(2-3):229–242, December 2003.

[7] Antonius Johannes Donné. Roadmap Towards Fusion Electricity (Editorial). *Journal of Fusion Energy*, 38(5-6):503–505, December 2019.

[8] Michio Kiritani, Naoaki Yoshida, and Shiori Ishino. The Japanese experimental program on RTNS-II of DT-neutron irradiation of materials. *Journal of Nuclear Materials*, 122(1-3):602–607, May 1984.

[9] B.N. Singh and S.J. Zinkle. Defect accumulation in pure fcc metals in the transient regime: a review. *Journal of Nuclear Materials*, 206(2-3):212–229, November 1993.

[10] H.L. Heinisch. Effects of the neutron spectrum on mechanical property changes in low dose irradiations. *Journal of Nuclear Materials*, 155-157:121–129, July 1988.

[11] H. Matsui, K. Abe, S. Hirano, O. Yoshinari, and M. Koiwa. Irradiation hardening of iron and vanadium by fission and fusion neutrons. *Journal of Nuclear Materials*, 133-134:615–618, August 1985.

[12] H. Matsui, S. Takehana, and M.W. Guinan. Resistivity recovery in high purity iron after fission- and fusion- neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 155-157:1284–1289, July 1988.

[13] A. Okada, T. Yasujima, T. Yoshiie, I. Ishida, and M. Kiritani. Mechanical property changes and microstructures of iron irradiated with fission and fusion neutrons. *Journal of Nuclear Materials*, 179-181:1083–1087, March 1991.

[14] T. Muroga, H. Watanabe, K. Araki, and N. Yoshida. Fission-fusion correlation of void swelling in pure nickel. *Journal of Nuclear Materials*, 155-157:1290–1295, July 1988.

[15] Arunodaya Bhattacharya and Steven J. Zinkle. Cavity Swelling in Irradiated Materials. In *Comprehensive Nuclear Materials*, pages 406–455. Elsevier, 2020.

[16] B.M. Oliver, Y. Dai, and R.A. Causey. Helium and hydrogen release measurements on various alloys irradiated in SINQ. *Journal of Nuclear Materials*, 356(1-3):148–156, September 2006.

[17] G.S. Was, Z. Jiao, E. Getto, K. Sun, A.M. Monterrosa, S.A. Maloy, O. Anderoglu, B.H. Sencer, and M. Hackett. Emulation of reactor irradiation damage using ion beams. *Scripta Materialia*, 88:33–36, October 2014.

[18] S.J. Zinkle and L.L. Snead. Opportunities and limitations for ion beams in radiation effects studies: Bridging critical gaps between charged particle and neutron irradiations. *Scripta Materialia*, 143:154–160, January 2018.

[19] E10 Committee. Practice for Investigating the Effects of Neutron Radiation Damage Using Charged-Particle Irradiation.

[20] K. O. E. Henriksson, K. Nordlund, A. Krasheninnikov, and J. Keinonen. Difference in formation of hydrogen and helium clusters in tungsten. *Applied Physics Letters*, 87(16):163113, October 2005.

[21] P.P. Liu, Q. Zhan, W.T. Han, X.O. Yi, S. Ohnuki, and F.R. Wan. Effect of helium and hydrogen synergy on vacancy migration energy in Fe-10Cr model alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 788:446–452, June 2019.

[22] Haocheng Liu, Jia Huang, Liuxuan Cao, Yue Su, Zhiying Gao, Pengfei Ma, Songqin Xia, Wei Ge, Qingyuan Liu, Shuang Zhao, Yugang Wang, Jinchi Huang, Zhehui Zhou, Pengfei Zheng, and Chenxu Wang. Helium-hydrogen synergistic effects on swelling in in-situ multiple-ion beams irradiated steels*. *Chinese Physics B*, 30(8):086106, August 2021.

[23] Y.E. Kupriiyanova, V.V. Bryk, O.V. Borodin, A.S. Kalchenko, V.N. Voyevodin, G.D. Tolstolutskaya, and F.A. Garner. Use of double and triple-ion irradiation to study the influence of high levels of helium and hydrogen on void swelling of 8–12% Cr ferritic-martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 468:264–273, January 2016.

[24] Li Jiang, Qing Peng, Pengyuan Xiu, Yan Yan, Zhijie Jiao, Chenyang Lu, Tong Liu, Chao Ye, Rui Shu, Yehong Liao, Qisen Ren, Fei Gao, and Lumin Wang. Elucidating He-H assisted cavity evolution in alpha Cr under multiple ion beam irradiation. *Scripta Materialia*, 187:291–295, October 2020.

[25] O.V. Borodin, V.V. Bryk, A.S. Kalchenko, V.V. Melnichenko, V.N. Voyevodin, and F.A. Garner. Synergistic effects of helium and hydrogen on self-ion-induced swelling of austenitic 18Cr10Nii stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 442(1-3):S817–S820, November 2013.

[26] Anthony M. Monterrosa, Zhijie Jiao, and Gary S. Was. The influence of helium on cavity evolution in ion-irradiated T91. *Journal of Nuclear Materials*, 509:707–721, October 2018.

[27] Daniel Brimbal, Lucile Beck, Oliver Troeber, Ermile Gaganidze, Patrick Trocellier, Jarir Aktaa, and Rainer Lindau. Microstructural characterization of Eurofer-97 and Eurofer-ODS steels before and after multi-beam ion irradiations at JANNUS Saclay facility. *Journal of Nuclear Materials*, 465:236–244, October 2015.

[28] L.L. Horton, J. Bentley, and W.A. Jesser. The microstructure of “triple-beam” ion irradiated Fe and Fe-Cr alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 104:1085–1089, January 1981.

[29] E. Wakai, K. Kikuchi, S. Yamamoto, T. Aruga, M. Ando, H. Tanigawa, T. Taguchi, T. Sawai, K. Oka, and S. Ohnuki. Swelling behavior of F82H steel irradiated by triple/dual ion beams. *Journal of Nuclear Materials*, 318:267–273, May 2003.

[30] Gary S. Was. *Fundamentals of Radiation Materials Science*. Springer New York, New York, NY, 2017.

[31] Bernd Schmidt and Klaus Wetzig. *Ion Beams in Materials Processing and Analysis*. Springer Vienna, Vienna, 2013.

[32] K. L. Brown and G. W. Tautfest. Faraday-Cup Monitors for High-Energy Electron Beams. *Review of Scientific Instruments*, 27(9):696–702, September 1956.

[33] D. Benzeggouta and I. Vickridge. Handbook on Best Practice for Minimising Beam Induced Damage during IBA, 2013. Version Number: 1.

[34] John David Jackson. *Classical electrodynamics*. Wiley, Hoboken, NY, third edition, international adaption edition, 2021.

[35] Thomas A. Cahill, Douglas W. McColm, and Bruce H. Kusko. Control of temperature in thin samples during ion beam analysis. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 14(1):38–44, January 1986.

[36] J.A. Cookson. Specimen damage by nuclear microbeams and its avoidance. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 30(3):324–330, March 1988.

[37] M. L. Crespillo, J. T. Graham, Y. Zhang, and W. J. Weber. Temperature measurements during high flux ion beam irradiations. *Review of Scientific Instruments*, 87(2):024902, February 2016.

[38] R Bailey. CAS - CERN Accelerator School, Ion Sources, 2013.

[39] Daniel Faircloth. Ion sources for high-power hadron accelerators. February 2013.

[40] Bernhard H. Wolf and Chemical Rubber Company, editors. *Handbook of ion sources*. CRC Press, Boca Raton, Fla., 1995.

[41] Accelerators, (31.07.2024), Institut Ruđer Bošković, https://www.irb.hr/Zavodi/Zavod-za-eksperimentalnu-fiziku/Laboratorij-za-interakcije-ionskih-snopova/Clanci/Akceleratori.

[42] Tonči Tadić, Toni Dunatov, Stjepko Fazinić, Donny Domagoj Cosic, Milko Jakšić, Zdravko Siketić, Milan Vićentijević, Wataru Kada, and Christopher D. Hardie. Development of the Dual-Beam Ion Irradiation Facility for Fusion Materials (DiFU). *Materials*, 16(3):1144, January 2023.

[43] K. Mergia and N. Boukos. Structural, thermal, electrical and magnetic properties of Eurofer 97 steel. *Journal of Nuclear Materials*, 373(1-3):1–8, February 2008.

[44] Metals, Metallic Elements and Alloys - Thermal Conductivities, 01.08.2024., https://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-metals-d_858.html.

[45] Optris pi640i datasheet, 19.08.2024., https://www.optris.com/en/product/infrared-cameras/pi-series/pi-640i/.

[46] Sergei G Krivoshlykov. Holographic recording of infrared diffractive optics based on ZnSe material. *Applied Optics*, 2015.

[47] L. Del Campo, R. B. Pérez-Sáez, M. J. Tello, X. Esquisabel, and I. Fernández. Armco Iron Normal Spectral Emissivity Measurements. *International Journal of Thermophysics*, 27(4):1160–1172, July 2006.

[48] K. Papamihail, K. Mergia, F. Ott, Yves Serruys, Th. Speliotis, G. Apostolopoulos, and S. Messoloras. Magnetic effects induced by self-ion irradiation of Fe films. *Physical Review B*, 93(10):100404, March 2016.

[49] Z. Kotsina, A. Theodorou, E. Mitsi, M. Axiotis, and G. Apostolopoulos. The effect of recrystallization on the resistivity recovery of W. *Journal of Nuclear Materials*, 558:153368, January 2022.

[50] J. Riesch, A. Feichtmayer, J.W. Coenen, B. Curzadd, H. Gietl, T. Höschen, A. Manhard, T. Schwarz-Selinger, and R. Neu. Irradiation effects in tungsten—From surface effects to bulk mechanical properties. *Nuclear Materials and Energy*, 30:101093, March 2022.

[51] Basic principles of non-contact temperature measurement, 09.08.2024., `https://www.optris.com/en/`.

[52] M. Q. Brewster. *Thermal radiative transfer and properties*. A Wiley-Interscience publication. Wiley, New York, NY, 1992.

[53] TEM_shema.JPG, 20.08.2024., `https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/sem-vs-tem-331262`, August 2024.

[54] B. Fultz and James M. Howe. *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*. Graduate texts in physics. Springer, Heidelberg ; New York, 4th ed edition, 2013. OCLC: ocn796932144.

[55] Scanning transmission electron microscopy basics, 20.08.2024., `https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-transmission-electron-microscopy/`, August 2024.