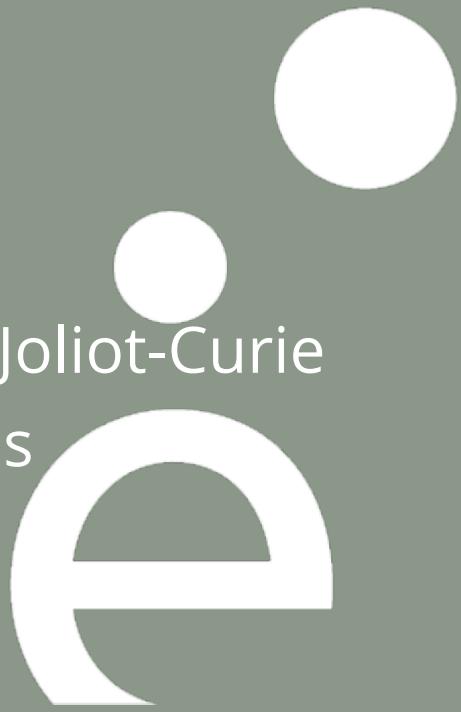


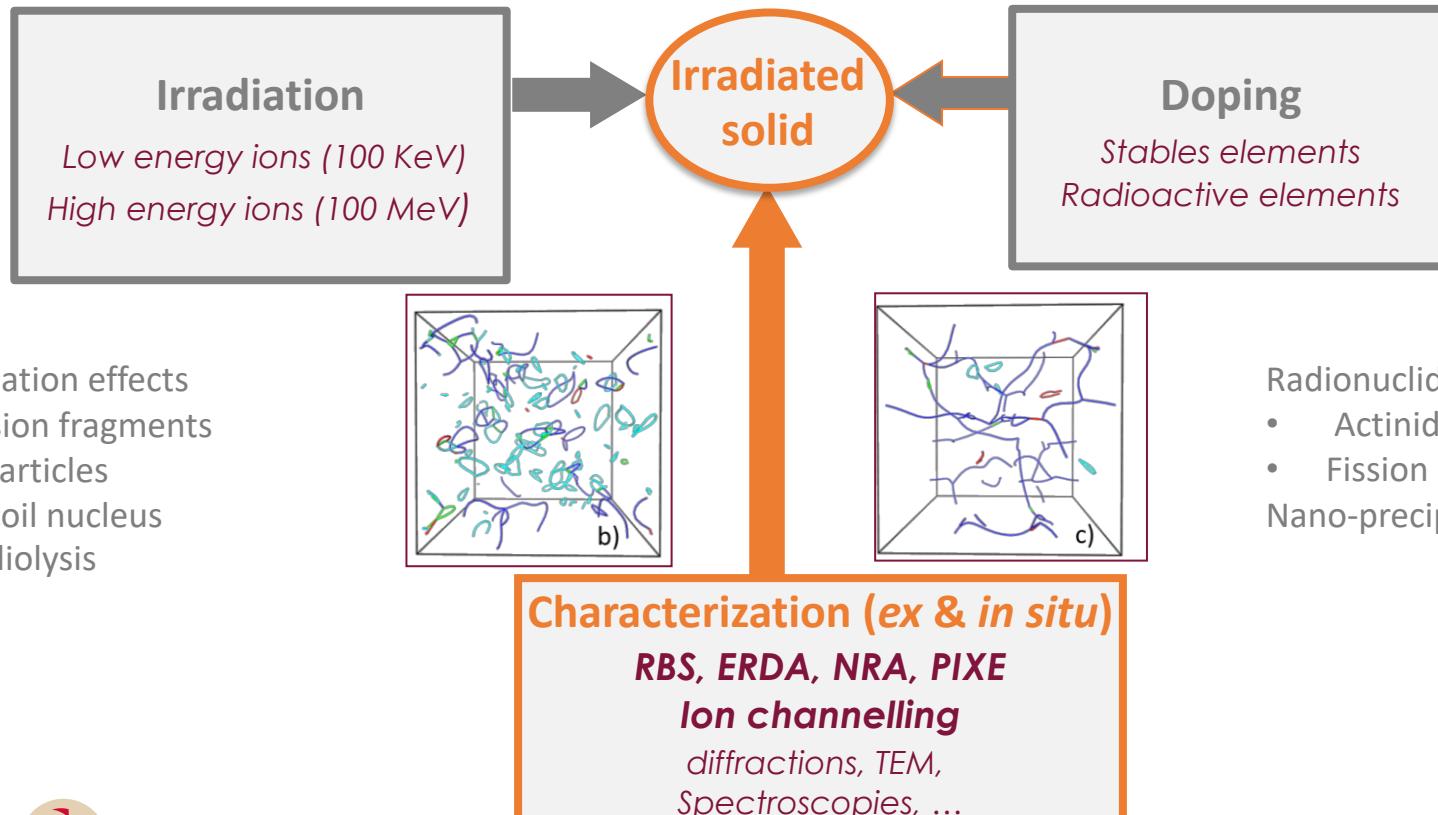
## Journée Irradiation & Caractérisation

# Caractérisation des Solides par Faisceaux d'Ions @ JANNuS-SCALP *Ion Beam Analysis*

Frederico Garrido  
Laboratoire de Physique des 2 Infinis Irène Joliot-Curie  
Université Paris-Saclay-CNRS, Orsay Campus



# Faisceaux d'ions et microanalyse nucléaire



# Analyse par faisceau d'ions



*Ion Beam Analysis – international conference since 1973*

## Ions rapides monocinétiques

- Ions légers (le plus souvent):  $p$ ,  $d$ ,  $He$
- Gamme d'énergie de l'ordre du MeV
- Technique de surface : épaisseur analysée de l'ordre du micron
- Conditions expérimentales très bien définies: géométrie d'irradiation et de détection, projectile, fluence
- Informations: analyse élémentaire (isotopique) quantitative et distribution en profondeur en surface et sub-surface
- Analyse essentiellement non destructive

# Analyse par faisceau d'ions



Très vaste domaine d'applications, e.g.

- Science des matériaux: semi-conducteurs, microélectronique, énergie, nucléaire, films minces, spatial
- Sciences de la Terre
- Sciences du patrimoine
- Biologie: cellules
- Environnement: aérosols

# Analyse par faisceau d'ions



## Interaction ion accéléré-atome

- Force d'interaction électromagnétique et nucléaire: détermination de la composition élémentaire et ou isotopique d'un échantillon
- Energie potentielle d'interaction de type Coulomb, modifiée par l'écrantage des électrons et l'échange de charges (perte ou gain d'électrons)

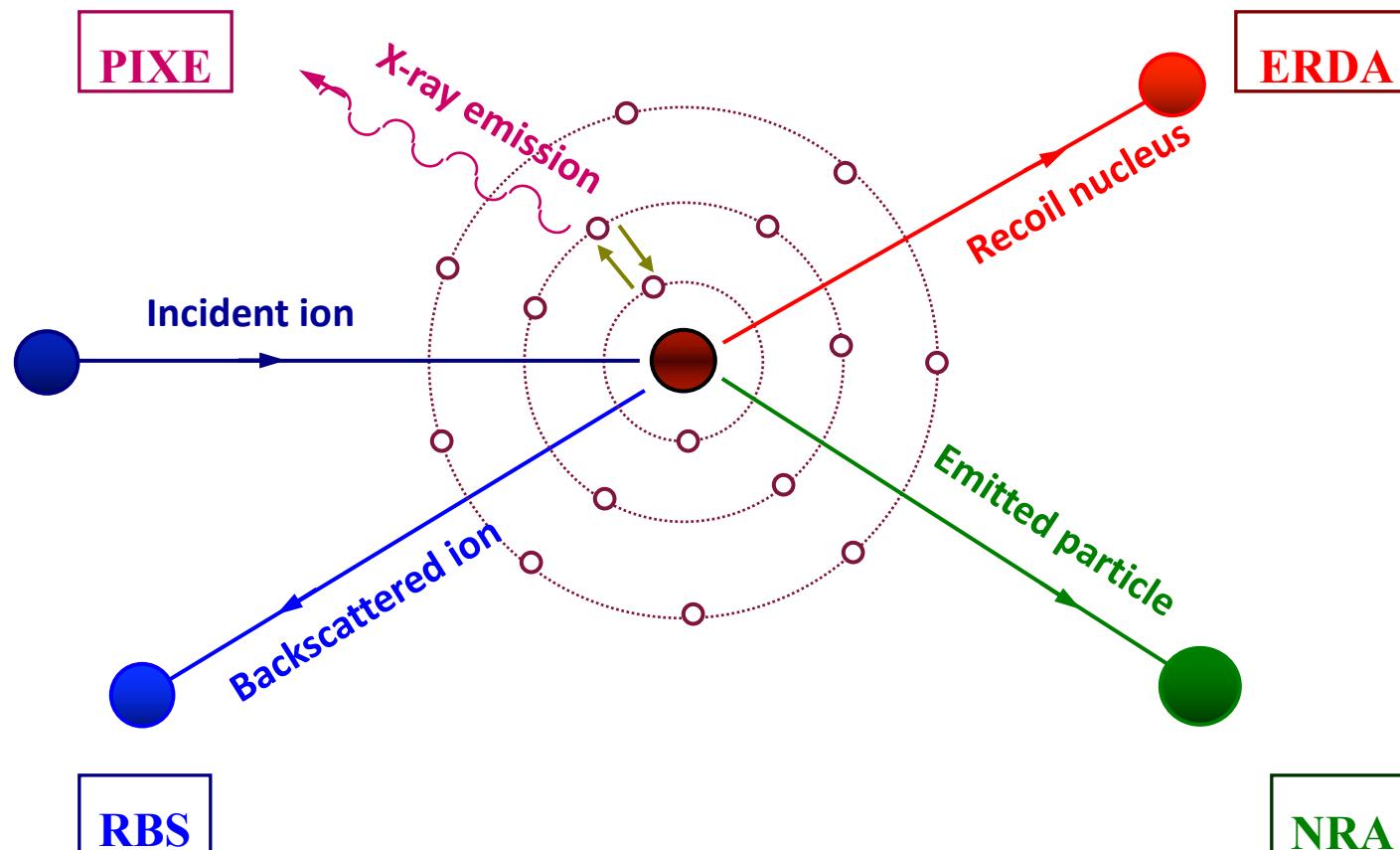
## Processus principaux

- Collisions atomiques élastiques
- Collisions atomiques inélastiques avec excitation électronique
- Collisions nucléaires élastiques
- Collisions nucléaires inélastiques avec excitation nucléaire

# Analyse par faisceau d'ions



Evènements à très petit paramètre d'impact (0.01-10 pm)



# Analyse par faisceau d'ions



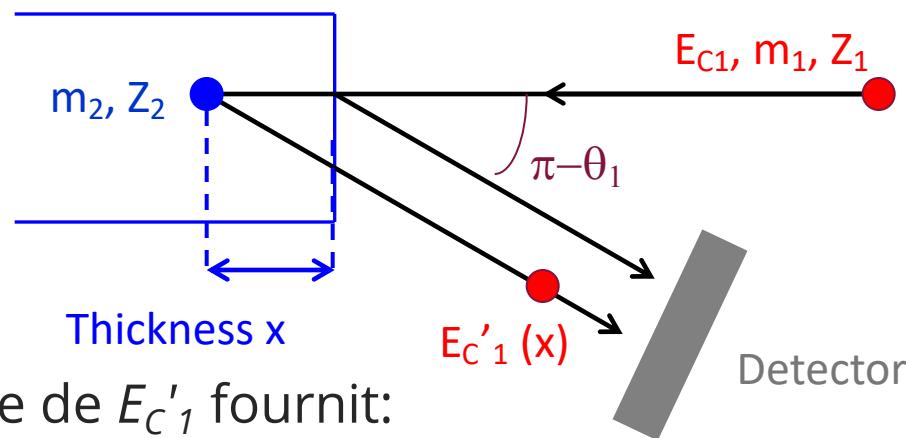
## Interaction ion-atome – Principales méthodes

Méthode	Particule détectée	Information	Sensibilité mono-couche	Résolution en profondeur	Profil en profondeur
RBS	Ions diffusés ( $H^+$ , $He^+$ )	Éléments: Be-U	$10-10^{-2}$	10 nm	<i>Via</i> perte d'énergie
ERDA	Atome de recul	H, d, He	1	50 nm	<i>Via</i> perte d'énergie
PIXE	Rayons X	Éléments: Na-U	aucune	100-1000 nm	aucun
NRA	Particule émise	Éléments légers: H-F	0.1	10-1000 nm	<i>Via</i> perte d'énergie

# Spectrométrie de Rétrodiffusion Rutherford - Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)



Principe:  $Z_1, m_1, E_{C1}, \theta_1$  fixés



- Mesure de  $E'_{C1}$  fournit:
  - Masse  $m_2$  des atomes rétrodiffuseurs
  - Profondeur à laquelle ils sont situés
- Nombre d'ions rétrodiffusés par un type donné d'atomes (à nombre de projectile donné) donne (*via* section efficace Rutherford)
  - Mesure absolue d'un type donné d'atomes

# Spectrométrie de Rétrodiffusion Rutherford - Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)



Principe:  $Z_1, m_1, E_{c1}, \theta_1$  fixés

- Nature des atomes
- Facteur cinématique K

$$T = T_M \sin^2\left(\frac{\theta^*}{2}\right) = \frac{4 m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} E_{c1} \sin^2\left(\frac{\theta^*}{2}\right)$$

$$K\left(\frac{m_1}{m_2}, \theta^*\right) = \frac{E_{c1} - T}{E_{c1}} = 1 - \frac{4m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} \sin^2\left(\frac{\theta^*}{2}\right)$$

– Quantité (stoechiométrie, traces)

- Section efficace
- Très sensible pour de fortes Z
- Section efficace de Coulomb

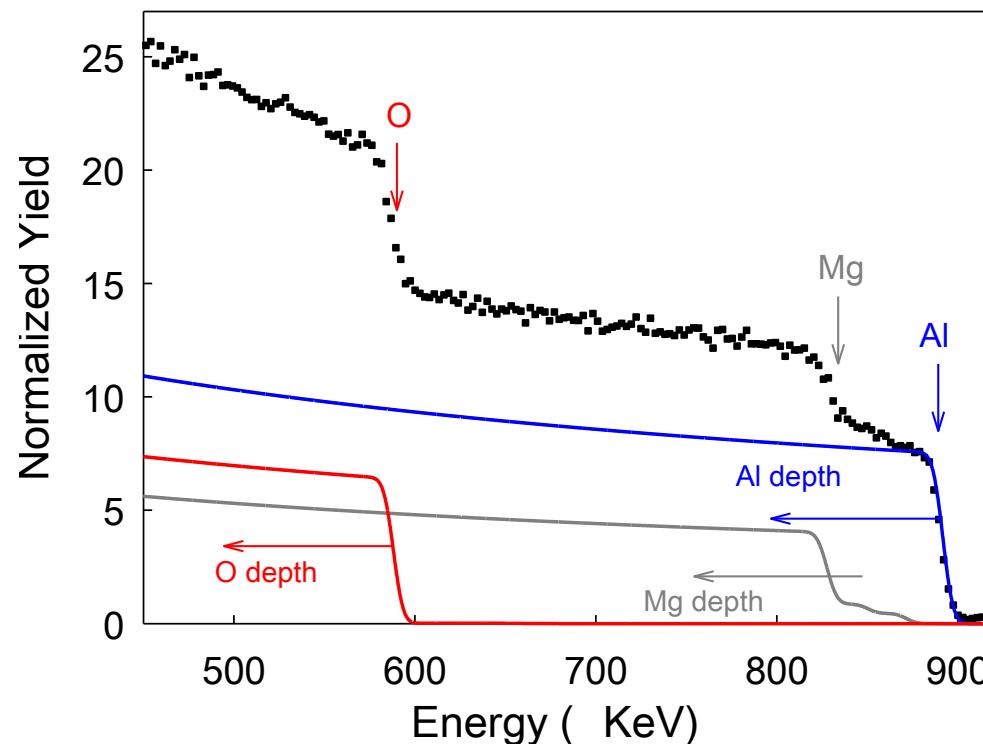
$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{b^2}{16} \frac{1}{\sin^4\left(\frac{\theta^*}{2}\right)} = \frac{1}{16} \left( \frac{Z_1 Z_2 e^2}{4\pi\epsilon_0 \frac{1}{2} \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2} v_1^2} \right)^2 \frac{1}{\sin^4\left(\frac{\theta^*}{2}\right)}$$

– Profondeur (profils)  
– Perte d'énergie électronique

$$\begin{aligned} \langle E_{c1}(x) \rangle &= K(E_{c1} - \langle \Delta E(x) \rangle_{in}) - \langle \Delta E(x) \rangle_{out} \\ \Leftrightarrow \langle E_{c1}(x) \rangle &\approx KE_{c1} - x \left[ K \left( \frac{dE}{dx} \right)(E_{c1}) + \frac{1}{|\cos\theta_1|} \left( \frac{dE}{dx} \right)(KE_{c1}) \right] \\ \Leftrightarrow \langle E_{c1}(x) \rangle &= KE_{c1} - xS \quad (S \text{ energy-loss factor}) \end{aligned}$$

# Spectrométrie de Rétrodiffusion Rutherford - Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)

Spinelle ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) analysé avec des ions He de 1.6 MeV

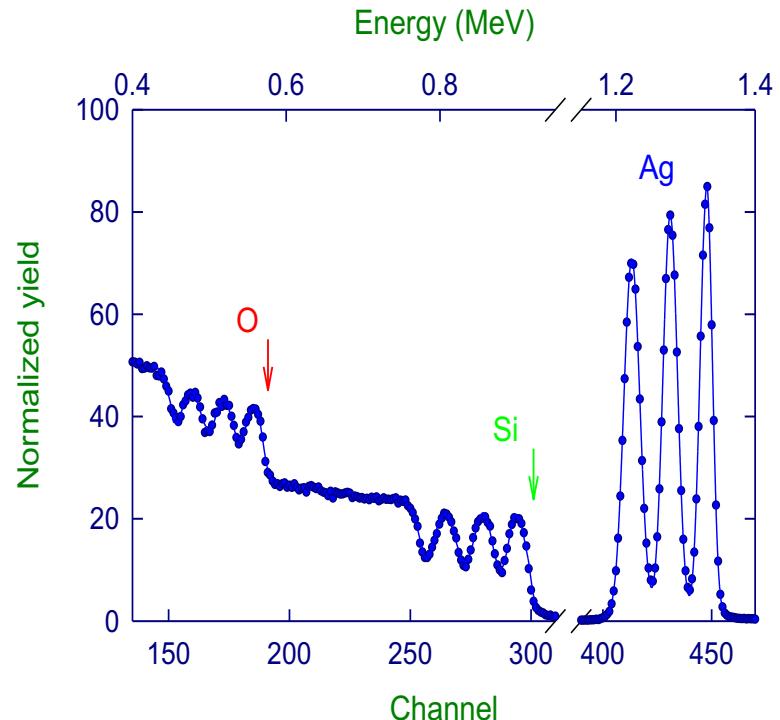


# Spectrométrie de Rétrodiffusion Rutherford - Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)



## Multicouches SiO<sub>2</sub>/Ag pour des applications opto-électroniques

- He 2.4 MeV
- Couche SiO<sub>2</sub>/Ag 150 nm/50
- Mesure d'épaisseurs



# Spectrométrie de Rétrodiffusion Non Rutherford – Non Rutherford Backscattering Spectrometry

Peu de sensibilité pour des éléments légers en RBS

Utilisation de réactions nucléaires résonantes:  
franchissement de la barrière coulombienne,  
augmentation de section efficace pour les éléments  
légers

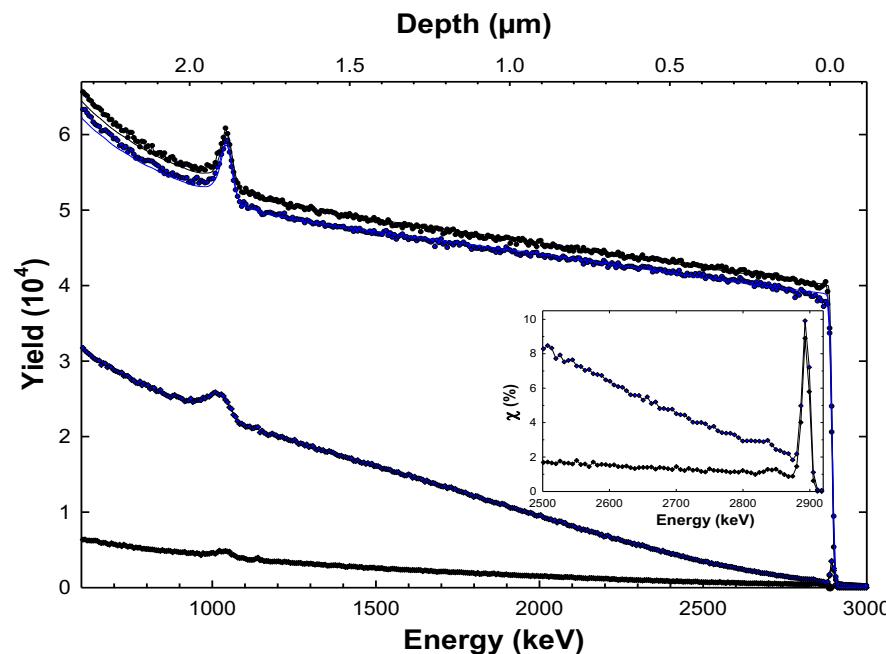
- Avantages: détection simultanée des éléments lourds (RBS) et légers (NRBS)
- Difficultés: absence d'expression analytique simple de la section efficace (littérature ou mesures sur des standards nécessaires)

# Spectrométrie de Rétrodiffusion Non Rutherford – Non Rutherford Backscattering Spectrometry



Oxydes d'uranium: réaction nucléaire élastique résonante  $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$  à 3.034 MeV ( $\Gamma = 9.7 \text{ keV}$ )

- Information sélective sur les deux sous-réseaux U et O
- Energie du faisceau détermine la profondeur sondée

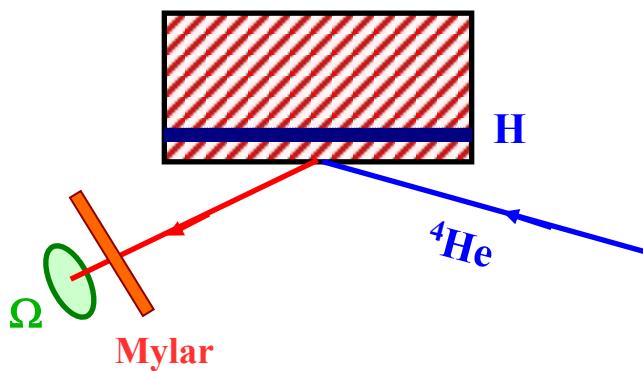


# Spectrométrie de Rétrodiffusion Non Rutherford

## – Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)

Principe: (presque) la même physique que la RBS  
mais détection de l'atome de recul

- Energie transférée

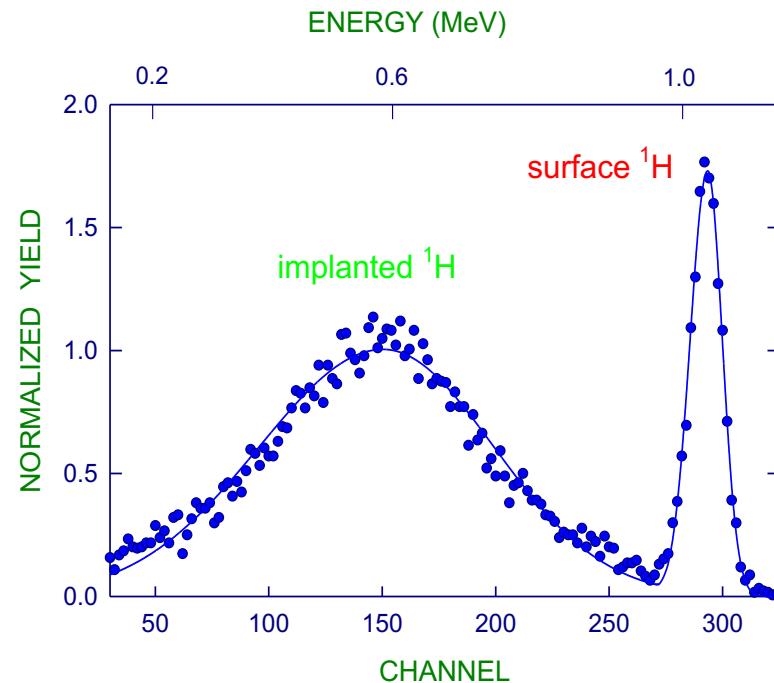
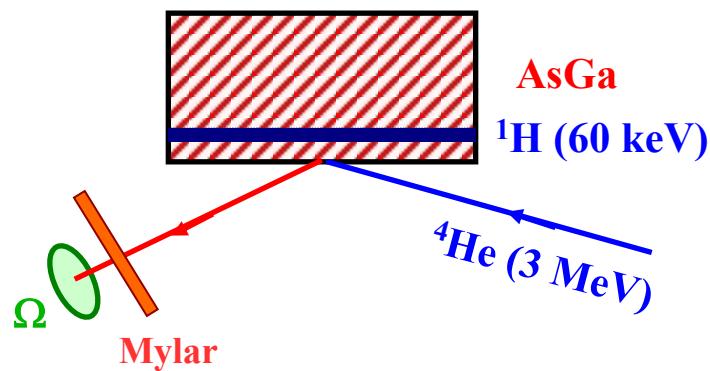


$$\begin{cases} T = T_M \sin^2\left(\frac{\theta^*}{2}\right) = T_M \cos^2 \theta_2 \\ T_M = \frac{4 m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} E_{c1} \end{cases}$$

- Difficultés
  - DéTECTEUR accessible aux ions diffusés par l'avant (nécessite un absorbeur)
  - Section efficace non Rutherford sur les atomes légers

# Spectrométrie de Rétrodiffusion Non Rutherford – Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)

Principe: (presque) la même physique que la RBS  
mais détection de l'atome de recul

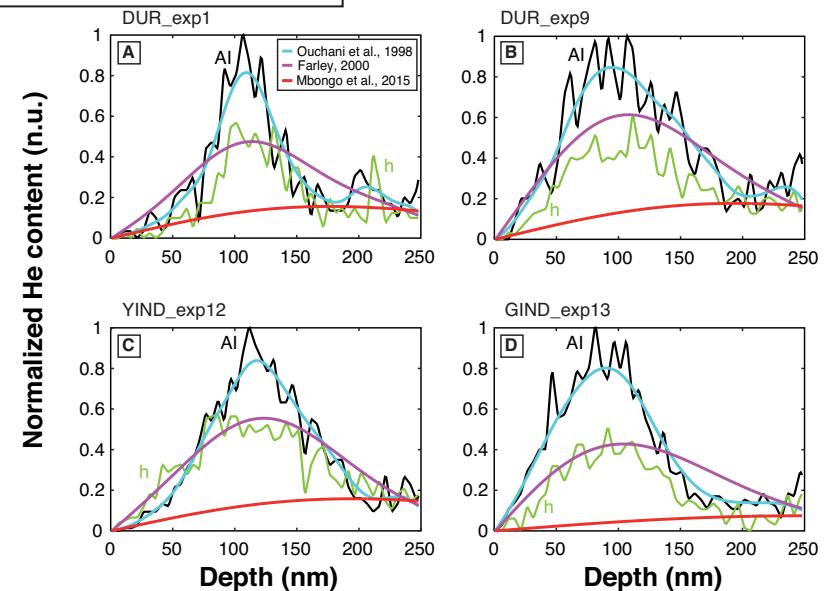
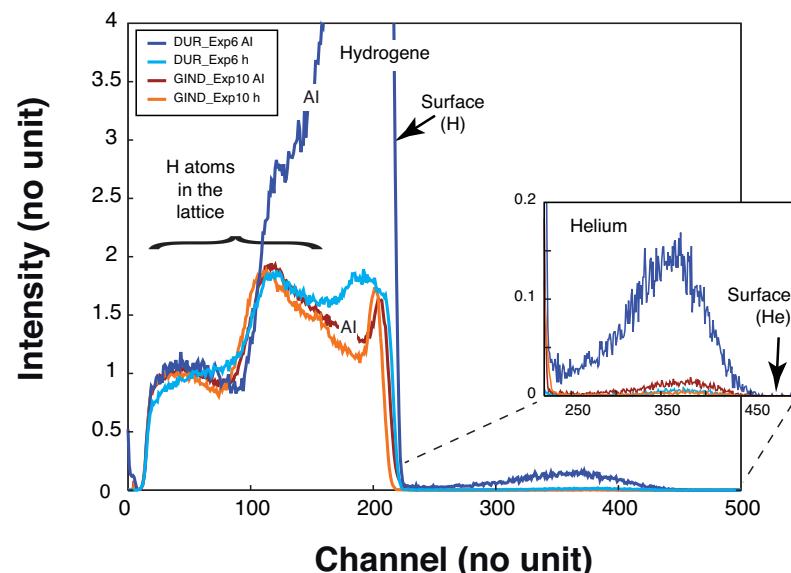
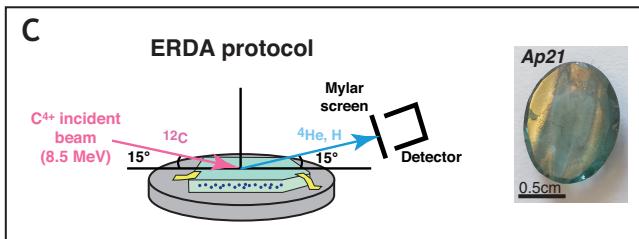
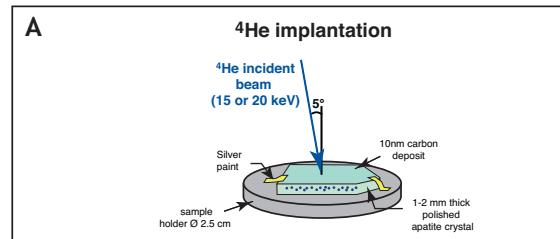


L. Thomé et al.

# Spectrométrie de Rétrodiffusion Non Rutherford – Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)



## Comportement de l'hélium dans les apatites

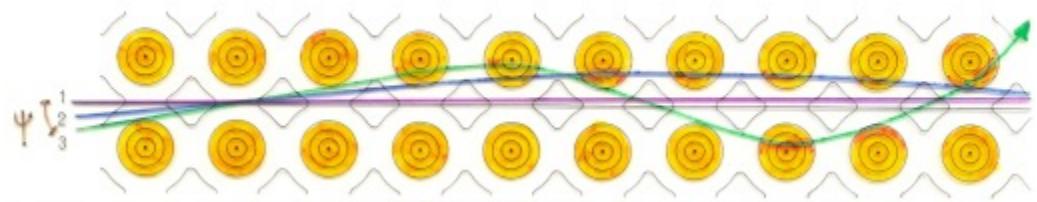
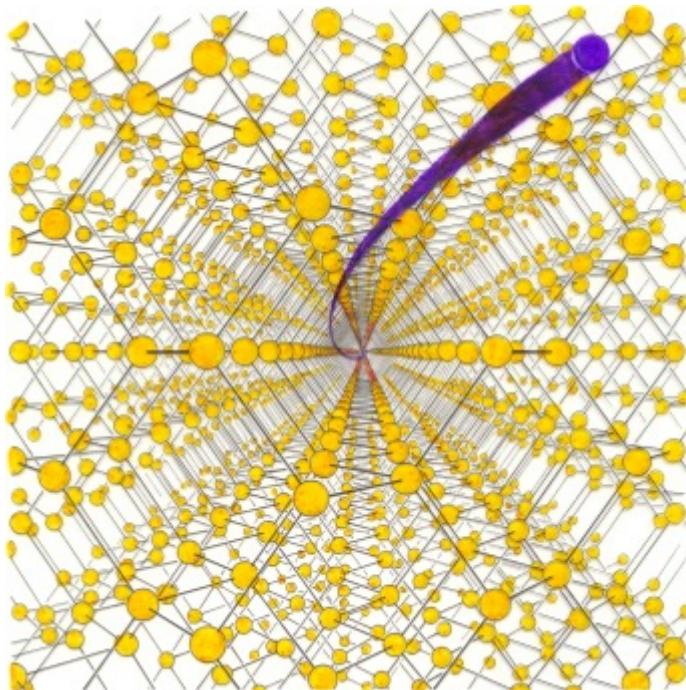


C. Gérin et al. Geochimica et Cosmologica Acta (2017)

# Canalisation d'ions légers



Guidage des particules le long des directions (ou des plans) de grande symétrie d'un cristal



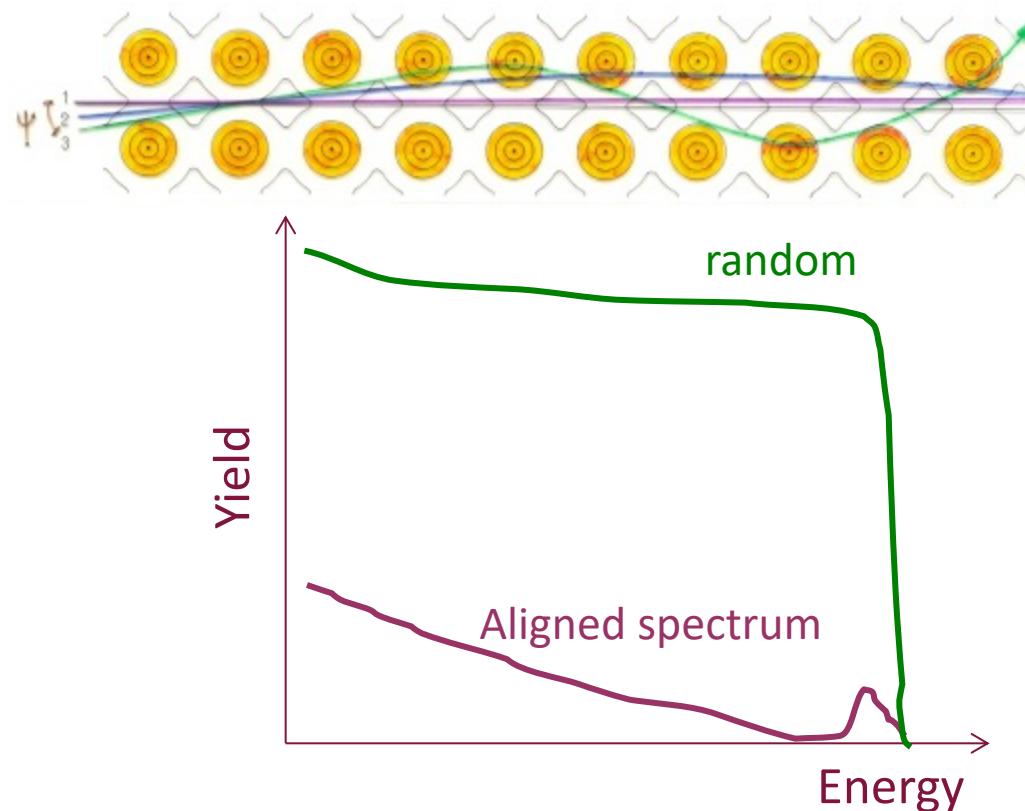
- Spécifique des cibles monocristallines
- Ions (chargés positivement) piégés dans une boîte de potentiel créée par les rangées atomiques (noyaux)
- Le cristal n'est pas vu comme un réseau de diffraction mais comme composé de rangées et de plans atomiques – ion = sonde locale qui se propage dans les canaux (longueur d'onde  $10^{-14}$  m)

W. Brandt, Scientific American **218** (1968)

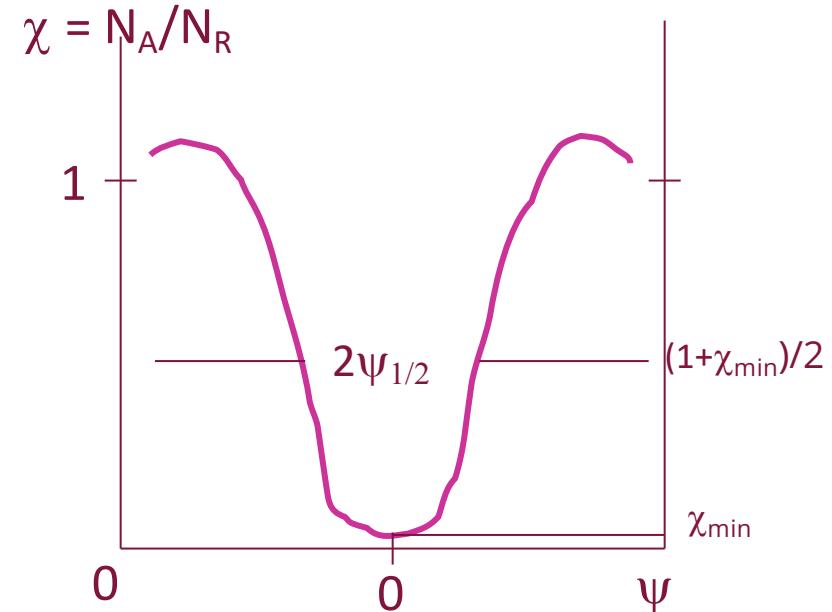
# Canalisation d'ions légers – RBS/C



Guidage des particules le long des directions (ou des plans) de grande symétrie d'un cristal



- Canalisation couplée avec RBS, NRA (PIXE)
- Très forte diminution de la probabilité d'interaction attendue



# Canalisation d'ions légers



## Nombreuses Applications potentielles

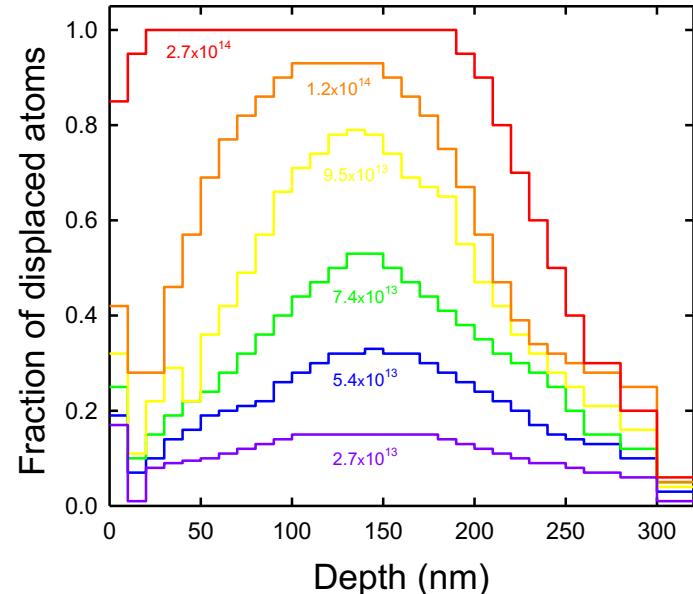
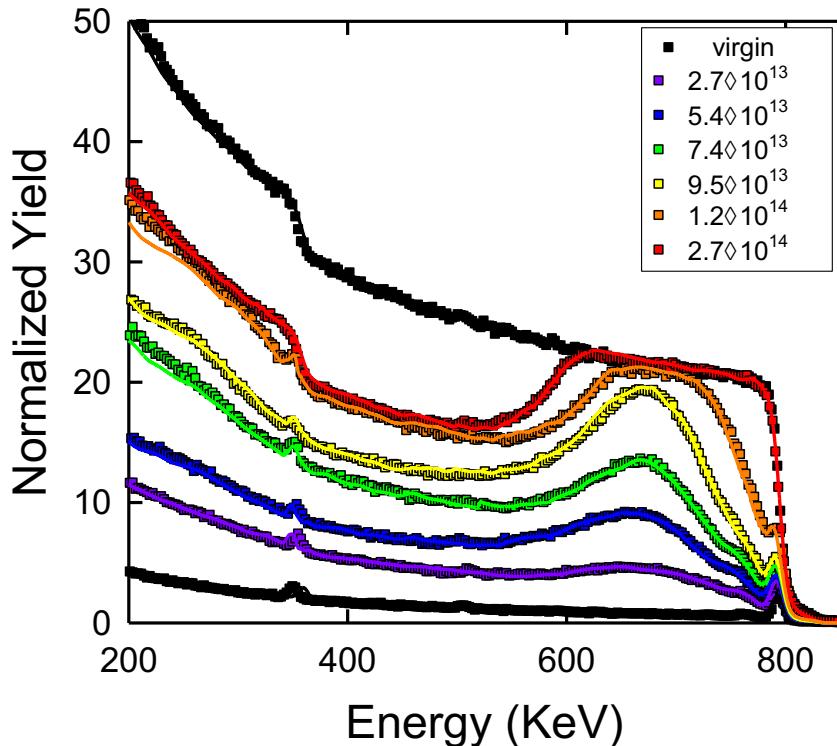
- Orientation cristalline et structure cristalline
- Localisation d'éléments étrangers
- Structure des surfaces et interfaces
- Imperfections du réseau cristallin: vibrations thermiques, mosaïcité
- Dommage d'irradiation (nature, distribution)
- Mesure de temps de vie de noyaux
- Cristaux courbes - Guidage des ions très énergétiques (GeV)

# Canalisation d'ions légers - Mesure de l'endommagement



SiC irradié avec des ions I de 700 keV

- *In situ* irradiation et caractérisation @JANNuS-SCALP

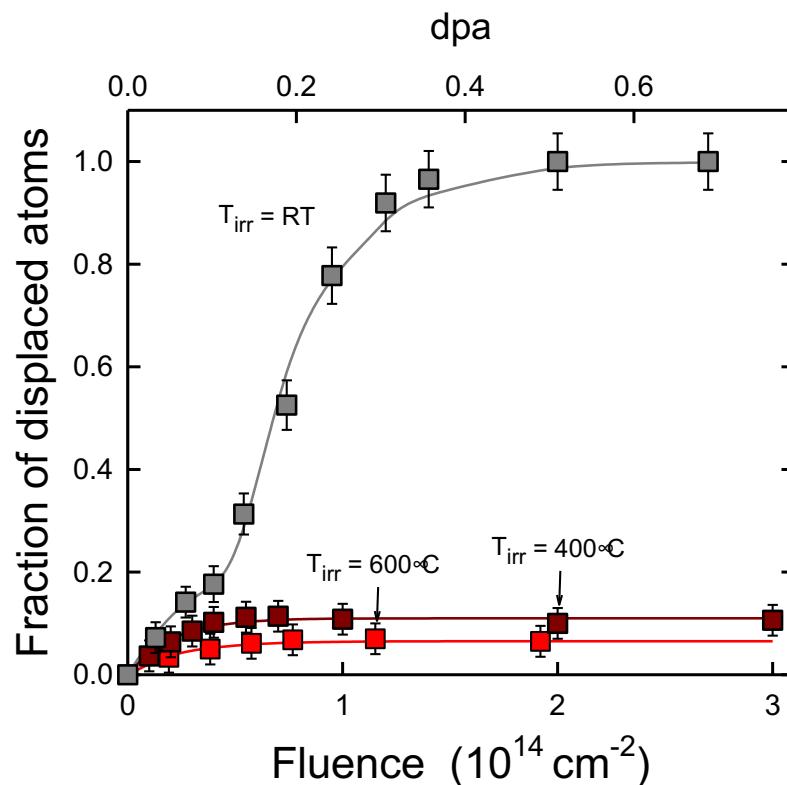


# Canalisation d'ions légers - Mesure de l'endommagement



SiC irradié avec des ions I de 700 keV

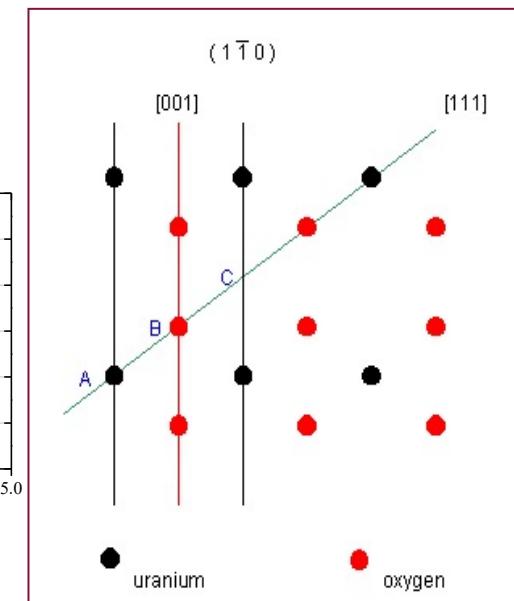
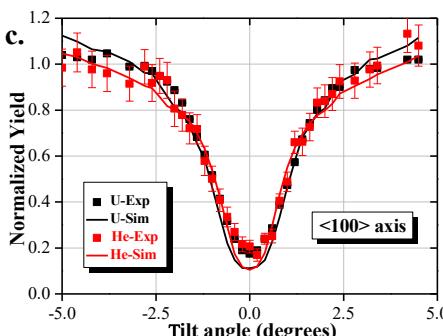
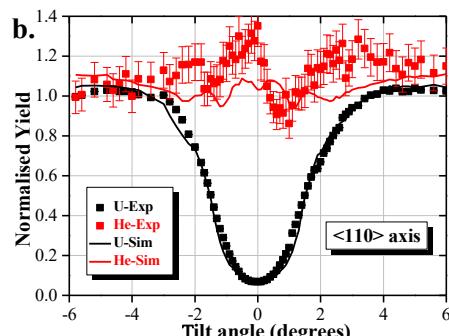
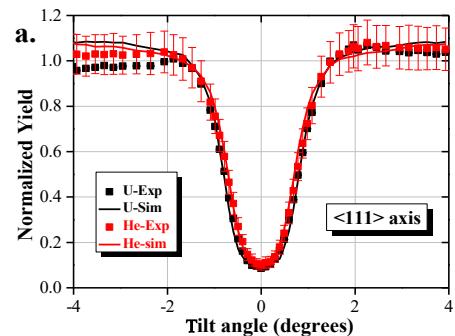
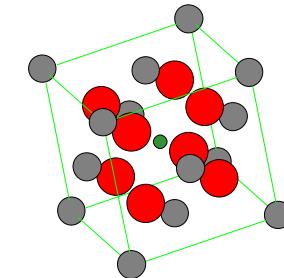
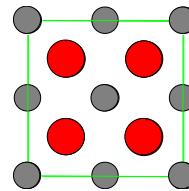
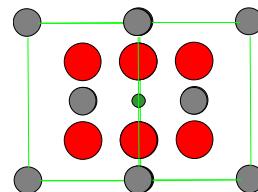
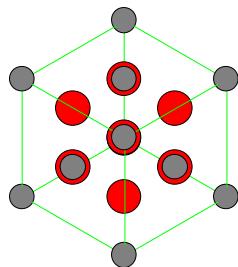
- Cinétique d'endommagement en fonction de T



# Canalisation d'ions légers - Localisation d'impuretés



## Hélium dans l'oxyde $\text{UO}_2$



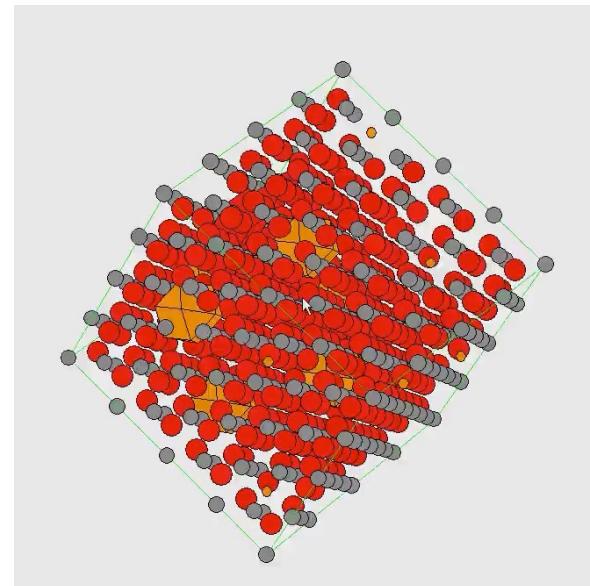
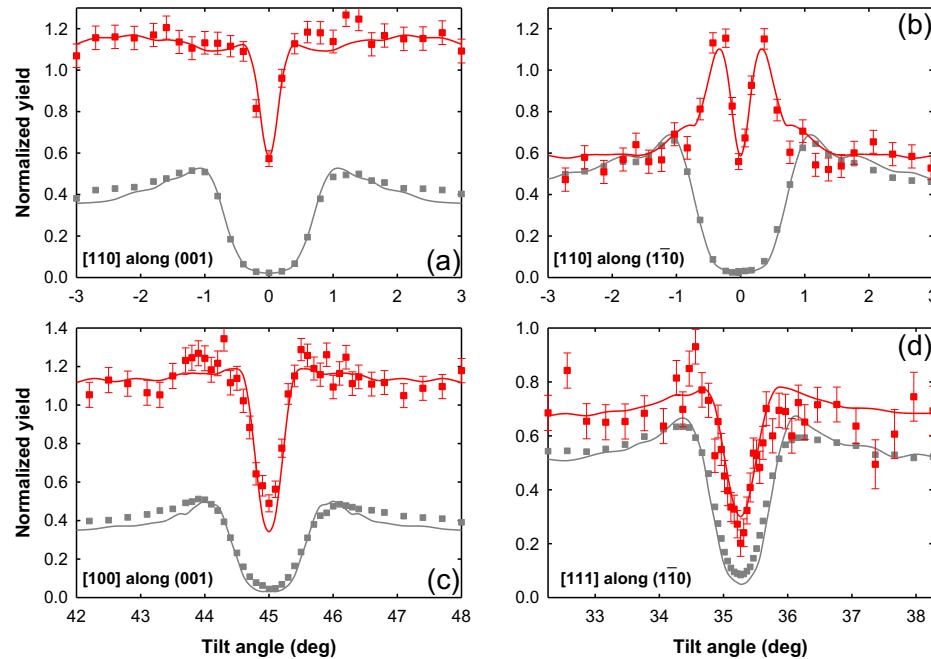
He localisés dans les sites octaédriques T. Belhabib *et al.* JNM 467 (2015) Pelletron (CEMHTI-Orléans)

# Canalisation d'ions légers - Cristallographie dans l'espace direct



## Arrangements atomiques dans l'oxyde $\text{U}_4\text{O}_9$

- Caractéristiques des cuboctaèdres répartis dans la structure fluorine



$$q_{\text{U}} = 1.8 \pm 0.1; q_{\text{O}} = 2.0 \pm 0.2; r_{\text{O}} = 308 \text{ pm}; \text{F. Garrido, L. Nowicki, L. Thomé, PRB } \mathbf{74} \text{ (2006)}$$