

تعیین توزیع عمقی عناصر با روش پیکسی تفاضلی

راضیه جواهری^{۱،۲}؛ محمد لامعی رشتی^{۱*}

۱- سازمان انرژی اتمی ایران، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای

۲- دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تهران مرکزی، دانشکده علوم پایه، گروه فیزیک

چکیده:

در این مقاله از تکنیک پیکسی تفاضلی و همچنین از روش پس‌پراکندگی رادرفورد برای راستی آزمائی نتایج، جهت تعیین توزیع عمقی عناصر استفاده شده است. آزمایش با انرژی‌های مختلف پروتون فرودی جهت ایجاد اعماق نفوذ مختلف بر روی تکه‌ای استیل آبکاری شده با نقره صورت گرفته است و نتایج حاصل از آنالیز با نتایج حاصل از دو نوع نمونه شبیه سازی شده دارای ساختارهای همگن و لایه‌ای با استفاده از نرم‌افزار GUPIX مورد بررسی و مقایسه قرار گرفتند که در نتیجه تشخیص ساختار لایه‌ای نمونه با روش پیکسی تفاضلی به راحتی امکانپذیر می‌شود.

کلید واژه: پیکسی دیفرانسیلی - پس‌پراکندگی رادرفورد

مقدمه

در مواردی همچون نمونه‌هایی که دارای ساختار ناهمگن هستند و معمولاً از چند لایه با چگالی‌های عنصری متفاوت ساخته شده‌اند، داشتن اطلاعات درباره عمق توزیع عنصری و همچنین ضخامت‌های لایه‌های عنصری ضروری است. بیشتر اشیا فلزی و آبکاری شده، جز دسته نمونه‌های ناهمگن و با ساختار لایه‌ای محسوب می‌شوند؛ و بنابراین داشتن اطلاعات کافی درباره ساختارهای لایه‌ای آنها بسیار مفید و کاربردی است چراکه فلزات و اشیا باستانی و گرانبهای بسیاری وجود دارند که مطالعه آنها کمک شایان توجهی به بررسی روش‌های آبکاری فلزات در زمان‌های مختلف می‌کند؛ و بنابراین می‌توان به انجام اقدامات مناسب و صحیح در جهت رفع فرسودگی‌ها و تعمیر و پاکسازی این نوع نمونه‌ها پرداخت [۱-۳].

روش پیکسی یا "گسیل پرتو X در اثر تابش پروتون" بمباران کردن نمونه توسط باریکه‌ای از پروتون است که در نتیجه آن با توجه به انرژی یا طول موج پرتو X تولید شده توسط نمونه، می‌توان به نوع عناصر موجود در نمونه پی‌برد [۴]. پیکسی تنها نوع و غلظت عناصر موجود در نمونه را مشخص می‌کند و قادر به شناسایی



ساختارهای لایه‌ای و تعیین توزیع عمقی عناصر و محاسبه ضخامت آنها نیست اما با بکار بردن نوع خاص پیکسی به صورت تفاضلی می‌توان به تعیین توزیع عمقی عناصر پرداخت. استفاده از روش پس‌پراکندگی رادرفورد به صورت مکمل برای روش پیکسی امری مفید است. روش آنالیز پس‌پراکندگی رادرفورد بر اساس آشکارسازی ذرات باردار است که به صورت کشسان از هسته نمونه مورد آنالیز، پراکنده می‌شوند. این روش با در نظر گرفتن پارامترهای توان توقف و ضریب سینماتیک، قادر به شناسایی نوع عناصر و همچنین تعیین توزیع عمقی آنها تا ابعاد چند نانومتر است [۵]. با انجام این آزمایش قابلیت دیگری برای روش پیکسی ایجاد می‌شود که توانایی‌های آنالیزی آن را بیشتر خواهد کرد. Denker و همکاران در سال ۲۰۰۵ فرسودگی و خوردگی چند نمونه سکه باستانی را با استفاده از روش پیکسی بررسی کردند [۶]؛ همچنین Demortier و همکاران وی از این روش برای مطالعه ساختار و نحوه ساخت طلا و جواهرات منطقه مزوامریکایی (از پرو، کلمبیا، مکزیکو و غیره) استفاده کرده‌اند [۷]؛ Mando نیز با همکاران خود از روش پیکسی تفاضلی در مطالعه یکی از آثار لئوناردو داوینچی به منظور اندازه‌گیری ضخامت لایه‌های روی نقاشی استفاده نموده است [۸].

تهیه نمونه و تجهیزات آزمایش

برای نشان دادن امکانپذیری آزمایش، یک نمونه با ساختار لایه‌ای ساخته شد. این نمونه مورد آزمایش از لایه‌ای از نقره است که با روش انباشت فیزیکی بخار بر روی تکه‌ای از استیل لایه نشانی شده است. در این حالت ضخامت لایه نقره به صورت تقریبی قابل اندازه‌گیری است؛ اما ضخامت دقیق با روش پس‌پراکندگی رادرفورد انجام شد.

اندازه‌گیری‌ها و آزمایشات با استفاده از شتابدهنده و اندوگراف انجام شده است؛ نمونه درون محفظه‌ای با خلأ در حدود 10^{-5} تور (میلی‌مترجیوه) قرار گرفت و باریکه‌ای از پروتون‌های با انرژی ۷۵۰ تا ۱۰۰۰ کیلوکترون-ولت بر آن تابیده شد. در این آزمایش، تغییر انرژی باریکه مستقیماً توسط دستگاه شتابدهنده و اندوگراف ایجاد شد. آنالیزهای پیکسی و پس‌پراکندگی رادرفورد با قرار دادن دو آشکارساز در زوایای مناسب بطور همزمان انجام شد. آشکارساز مناسب برای روش پیکسی آشکارساز Si(Li) است و در روش پس‌پراکندگی رادرفورد از آشکارساز سدسطحی استفاده می‌شود. با توجه به اساس کار این دو روش پروتون‌های پراکنده شده از اتم‌های نمونه در آشکارساز سدسطحی واقع در زاویه ۱۶۵ درجه نسبت به باریکه، ثبت شده (آنالیز پس‌پراکندگی

رادرفورد) و پرتوهای X ناشی از القا اتم‌های نمونه پس از برخورد پروتون‌های فرودی با الکترون‌های اتمی، در آشکارساز Si(Li) آشکار می‌شوند که در زاویه ۱۳۵ درجه نسبت به باریکه قرار دارد (آنالیز پیکسی).

روش آزمایش

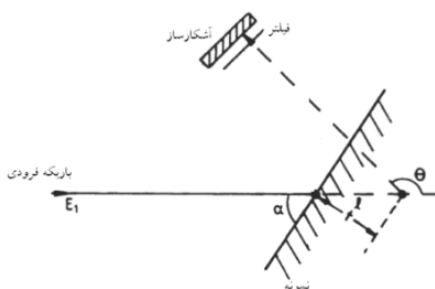
با استفاده از برنامه GUPIX در هر انرژی، نوع عناصر و غلظت بدست آمده در نمونه مورد آزمایش اندازه‌گیری شد [۴]. با افزایش انرژی پروتون و افزایش بهره پرتوهای ناشی از هر عنصر این نتیجه را می‌توان گرفت که پروتون فرودی به عمق بیشتری نفوذ کرده و بنابراین با اتم‌های بیشتری برهمکنش داشته است. روش آنالیز مورد استفاده در این مقاله بر اساس شبیه سازی دو نمونه با ساختارهای همگن و لایه‌ای با استفاده از نرم افزار GUPIX و مقایسه با نمونه واقعی قرار دارد. برای محاسبه بهره پرتوایکس در مورد نمونه همگن فرض شد که تمامی عناصر به صورت یکنواخت در نمونه وجود دارند و تنها بایستی ضریب کارایی آشکارساز در محاسبات در نظر گرفته شود. در مورد نمونه دارای ساختار لایه‌ای دو مطلب مورد توجه قرار دارد؛ اتلاف انرژی پروتون-های فرودی در لایه سطحی و میزان جذب پرتوهای ایکس ناشی از عناصر موجود در لایه زیرین، که در لایه سطحی رخ می‌دهد (شکل ۱). محاسبه انرژی پروتون‌هایی که به استیل می‌رسند از مقدار کاهش انرژی پروتون-های فرودی در لایه سطحی نقره طبق رابطه (۱) بدست می‌آید:

$$\Delta E_{in} = \int_0^t \frac{dE}{dx} dx \cong \left. \frac{dE}{dx} \right|_{in} \cdot t \quad (1)$$

توان توقف عنصر نقره و ضخامت لایه نقره است که از آزمایش پس پراکندگی رادرفورد محاسبه شد [۹]. در نهایت انرژی پروتون وقتی که به استیل می‌رسد از رابطه (۲) قابل محاسبه است.

$$E_{ps} = E_p - \Delta E \quad (2)$$

محاسبه جذب پرتوهای ایکس در لایه نقره نیز با داشتن ضریب جذب آنها توسط عنصر نقره و اندازه‌گیری مسیر طی شده در لایه نقره تا آشکارساز انجام می‌شود.



شکل ۱: نمودار محاسبه مسیر پرتوهای ایکس مشخصه

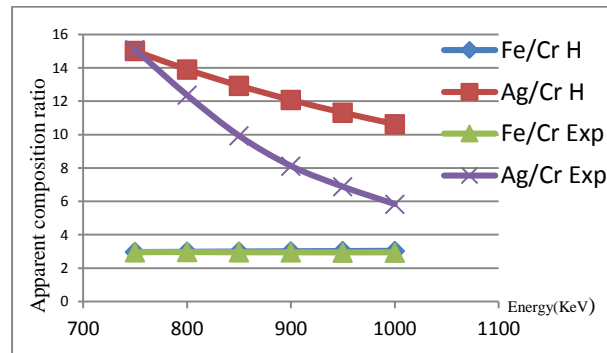
با انجام محاسبات ساده مثلثاتی، با توجه به زاویه آشکارساز و ضخامت لایه نقره مسیر پرتوهای ایکس محاسبه می‌شود. در نهایت ضریب جذب عناصر استیل در لایه نقره با توجه به اندازه مسیر طی شده توسط پرتوهای ایکس مشخص می‌شود.

آنالیز داده‌ها و نتایج

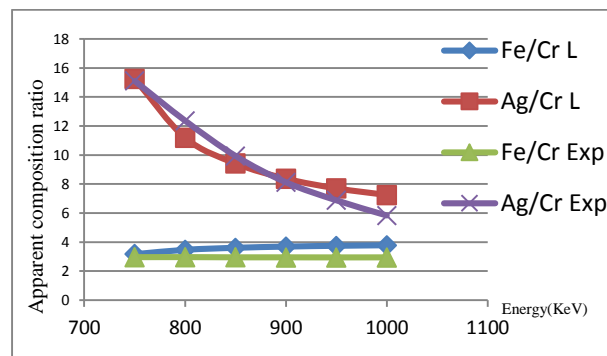
آلیاژ استیل با توجه به آزمایش پیکسی از عناصر عمده آهن، کروم و نیکل تشکیل شده که با توجه به اینکه مقادیر آهن و کروم بسیار بیشتر از سایر عناصر بود این دو عنصر بیشتر برای نتیجه‌گیری مورد توجه است. پس از در نظر گرفتن تصحیحات لازم، نمودارهای نسبت خطوط CrK_{α} و FeK_{α} ، AgL_{α} را به ازاء انرژی، در دو حالت نمونه همگن و نمونه لایه‌ای رسم می‌کنیم و هرکدام را جداگانه با نسبت سطح زیر پیک‌ها که از آزمایش بدست آمد مقایسه می‌کنیم. در شکل (۲) مقایسه داده‌های آزمایشگاهی با داده‌های نمونه همگن نشان داده شده است. همانطور که دیده می‌شود اختلاف زیادی بین مقادیر مربوط به عنصر نقره وجود دارد که این اختلاف زیاد نشان می‌دهد عنصر نقره در تمام نمونه به صورت یکنواخت پخش نشده و دارای توزیع متفاوتی نسبت به عناصر دیگر است.

شکل (۳) نشان دهنده مقایسه نمونه شبیه سازی شده دارای ساختار لایه‌ای و نمونه واقعی است، در این حالت نتایج حاصل از آنالیز آزمایشگاهی با نسبت‌های حاصل از بهره خطوط در نمونه شبیه سازی شده با تقریب نسبتاً خوبی بر هم منطبق هستند و با توجه به اینکه نمونه شبیه سازی شده به صورت لایه‌ای از نقره بر روی

استیل بود می‌توان به ماهیت لایه‌ای نمونه واقعی پی برده و همچنین نتیجه‌گیری کرد که لایه سطحی از نقره درست شده است.



شکل ۲- مقایسه نسبت بازدهی پرتوهای ایکس مشخصه برای نمونه همگن و نمونه مورد آنالیز



شکل ۳- مقایسه نسبت بازدهی پرتوهای ایکس مشخصه برای نمونه لایه‌ای و نمونه مورد آنالیز

بحث و نتیجه‌گیری

روش آنالیزی پیکسی تنها قادر به شناسایی عناصر موجود در نمونه و غلظت آن‌ها است چنانچه انرژی باریکه فرودی تغییر داده شود عمق نفوذ در ماده نیز تغییر کرده و بنابراین می‌توان به توصیف مناسبی از چگونگی توزیع عناصر در نمونه دسترسی داشت. روش‌های دیگری برای شناسایی ساختار نمونه وجود دارند اما از لحاظ غیرمخرب بودن و دقت، آنالیز روش پیکسی ارجحیت دارد [۱۰]. برای رسیدن به نتایج دقیق‌تر روش پیکسی تفاضلی در کنار روش پس‌پراکندگی رادرفورد انجام می‌شود. در مواردی که به علت بزرگی نمونه یا حساسیت آن به خلأ لازم است که از پیکسی با باریکه خارجی استفاده شود، آنالیز RBS نمونه مشکل یا تقریباً ناممکن

می‌شود؛ لذا استفاده از روش پیکسی تفاضلی (با تغییر انرژی باریکه پروتون) تنها روشی است که اطلاعاتی در زمینه توزیع عمقی نمونه به دست خواهد داد. در این آزمایش نمونه‌ای شناخته شده بررسی شد ولی در مورد نمونه‌های ناشناخته باید گام‌های انرژی بیشتر و فرضیه‌های بیشتری برای شبیه سازی در نظر گرفت.

مراجع

- [۱] M. Jaro, E. Gondar, A. Toth, Antiquites nationals memoire ۲ (۱۹۹۳) ۱۱۹.
- [۲] J. A. Darrah, in: Metal Threads and filaments, Recent Advances in Conservation and Analysis of Artifacts, Summer School Press, University of London, ۱۹۸۷, p.۲۱۱.
- [۳] M. Jaro, Gold Bull. ۲۳ (۱۹۹۰) ۴۰.
- [۴] Bird, J. R. Williams, J.S. Ion Beams for Materials Analysis, ACADEMIC PRESS, Harcourt Brace Jovanovich, Publishers Sydney San Diego New York Berkeley Boston London Tokyo Toronto, P:۲۰۹, ۱۹۸۹.
- [۵] Verma, H. R. Atomic and Nuclear Analytical Methods. © Springer-verlag Berlin Heidelberg. ۲۰۰۷.
- [۶] A. Denker & Et al, Influence of corrosion layers on quantitative analysis, Nuclear Inst & Meth in Physics Research B۲۳۹, ۶۵-۷۰, ۲۰۰۵.
- [۷] G. Demortier, G. L. Ruvalcaba-Sil, Differential PIXE analysis of Mesoamerican jewelry items, Nuclear Inst & Meth in Physics Research B۱۱۸, ۳۵۲-۳۵۸, ۱۹۹۶.
- [۸] P. A. Mandò & Et al, Differential PIXE for investigating the layer structure of paintings, Nuclear Inst & Meth in Physics Research B۲۳۹, ۷۱-۷۶, ۲۰۰۵.
- [۹] M. Mayer, SIMNRA: Simulation of RBS Spectra. <http://www.rzg.mpg.de/~mam/>
- [۱۰] O. Enguita, A. Climent-Font, Characterization of metal threads using differential PIXE analysis, Nuclear Inst & Meth in Physics Research B۱۸۹, ۳۲۸-۳۳۳, ۲۰۰۲.