



Univerzita Komenského v Bratislave
Prírodovedecká fakulta
Katedra jadrovej chémie

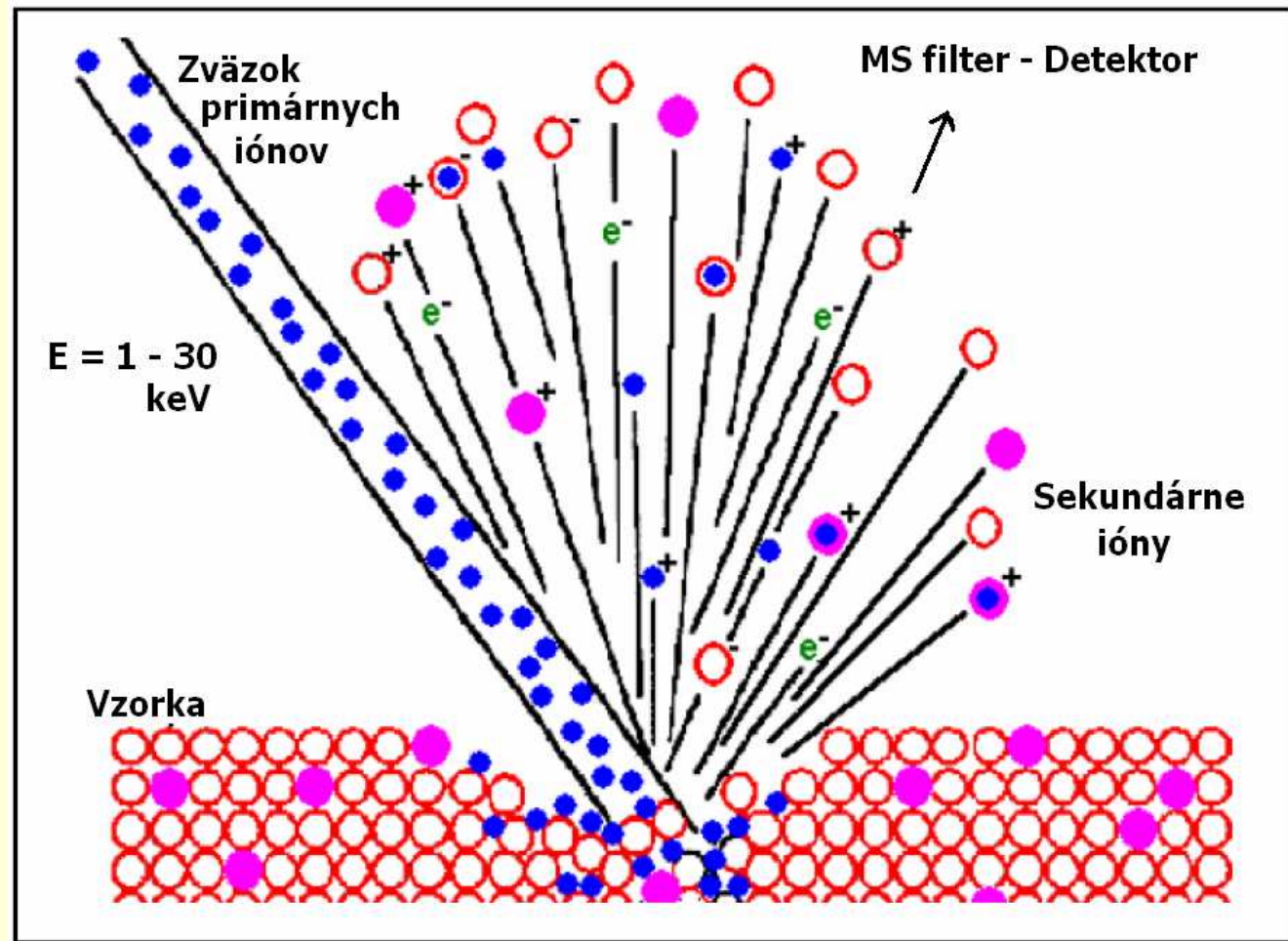


Komparatívne stanovenie izotopov uránu metódami alfa spektrometrie a hmotnostnej spektrometrie sekundárnych iónov (SIMS). Prvý krok pre kvantifikáciu uránu so SIMS

**Kuruc J.¹ – Harvan D.¹ – Galanda D.¹ – Mátel L.¹ –
Aranyosiová M.² – Velič D.²**

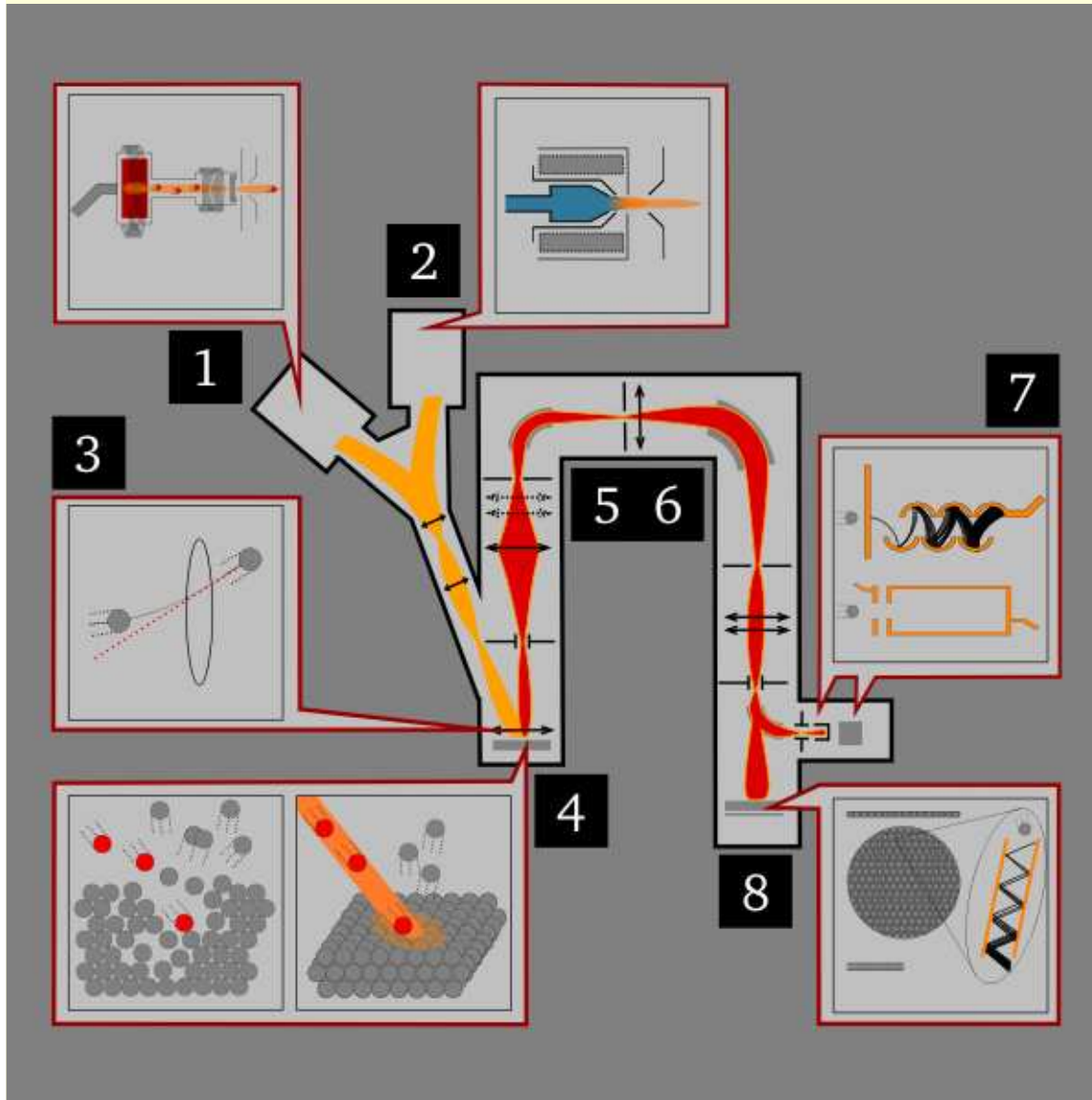
1. Katedra jadrovej chémie, Prírodovedecká fakulta, Univerzita Komenského, Mlynská dolina CH – 1, 842 15 Bratislava
2. Katedra fyzikálnej a teoretickej chémie, Prírodovedecká fakulta, Univerzita Komenského, Mlynská dolina CH – 1, 842 15 Bratislava; Medzinárodné Laserové Centrum, Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava

Princíp SIMS



Princíp SIMS pozostáva v bombardovaní povrchu látky primárnymi iónmi s vysokou energiou. Dochádza k prenosu kinetickej energie iónov na zasiahnuté atómy ⇒ emisia atómov, molekúl a klastrov z povrchu a ich súčasná ionizácia

Základná schéma SIMS



1. Zdroj iónov Cs⁺
2. Duoplazmatrón
3. Elektrostatické šošovky
4. Vzorka
5. Elektrostatický sektor – analyzátor energií iónov
6. Elektromagnetický analyzátor hmôt
7. Elektrofotonásobič / Faradayova klieťka
8. Fluorescenčný displej - detektor zobrazovania iónov

Základné charakteristiky SIMS

- Detekčné limity pre väčšinu stopových prvkov sú od 10^{12} do 10^{16} atómov/cm³, silne závisia od typu použitého zariadenia, použitého zväzku primárnych iónov, analyzovanej plochy a od iných faktorov.
- Vzorky môžu byť malé, napr. ako zrnká peľu alebo mikrofosílie.
- Množstvo látky z vytvoreného mikrokrátera na povrchu počas bombardovania urýchlými iónmi závisí od prúdu (pulzný alebo kontinuálny) a od rozmerov primárneho zväzku iónov.

SIMS

Hmotnostná spektrometria sekundárnych iónov

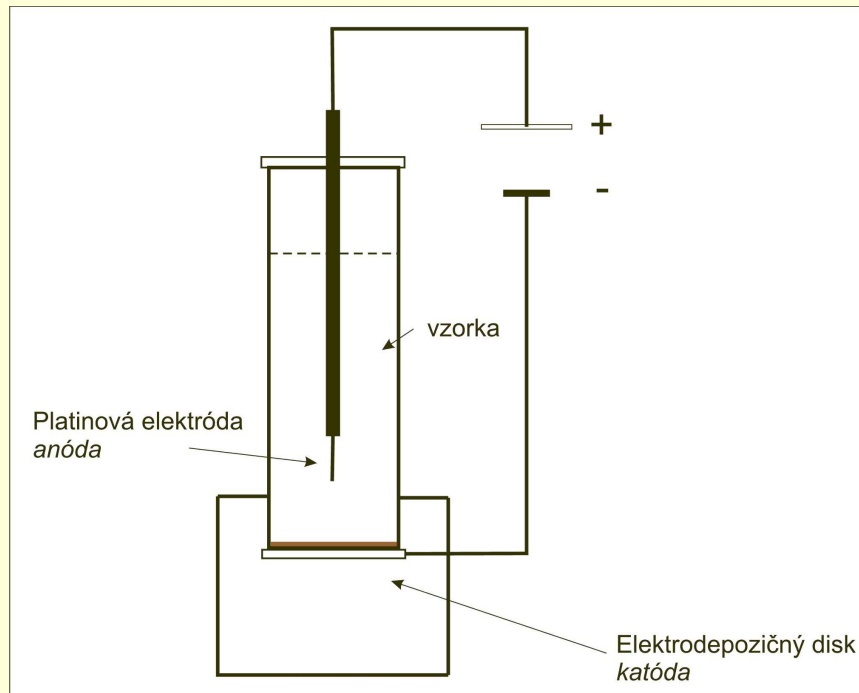
- metóda na analýzu chemického zloženia povrchov rôznych materiálov
- materiál – akýkoľvek, aj biologický
- V tradičnej SIMS – analyzované iba pozitívne ióny
- Bombardujúce častice : I^+ (obr. č. 1), Ga^+ , C_{60}^+ (oba na obr. č. 1), Ar^+ , Au^+ , Cs^+ , O_2^+ a aj ióny alkalických kovov

- Využitie a výhody metódy :
 1. Detekcia všetkých elementov a izotopov
 2. Vysoká citlivosť
 3. Kvalitatívna informácia
 4. Kvantitatívna informácia
 5. Laterálne rozlíšenie 100 nm
 6. Hĺbkové rozlíšenie 1 nm

Ciele práce

- Zistiť, či existuje korelácia medzi alfa spektrometriou a SIMS
- Využitie hmotnostnej spektrometrie sekundárnych iónov (SIMS) ako kvantitatívnej metódy pri stanovení izotopov uránu na povrchu kovov

Experiment



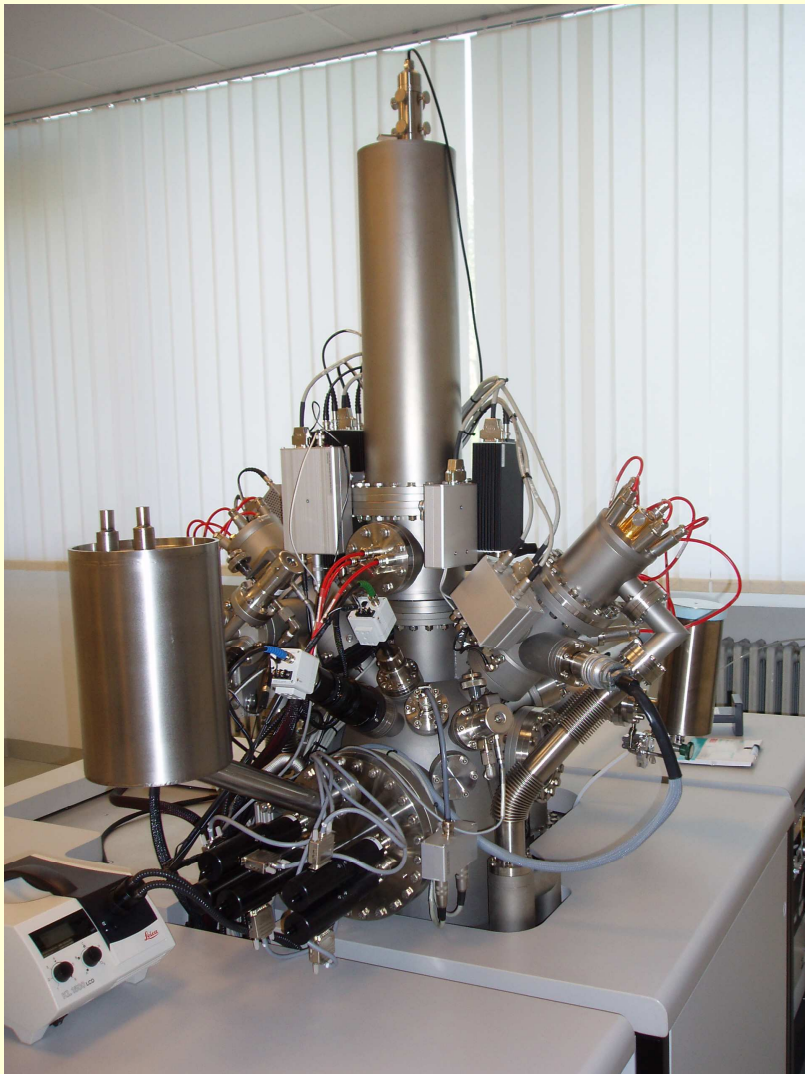
Obr. 3: Schematický diagram elektrodepozičného zariadenia – vzorka sa skladá z elektrolytu a roztoku dusičnanu uranylu. Pri elektrolýze dochádza k deponovaniu uránu na katódu – ocelový elektrodepozičný disk



Obr. 4: Ocelový disk po elektrodepozícii

- Plocha deponovaného uránu je $2,97 \text{ cm}^2$

TOF – SIMS IV v Medzinárodnom laserovom centre v Bratislave



Experimentálne podmienky:

Iónové delo: Au

Primárne ióny: Bi⁺

Energia iónov: 25 keV

Prúd iónov: 1 pA

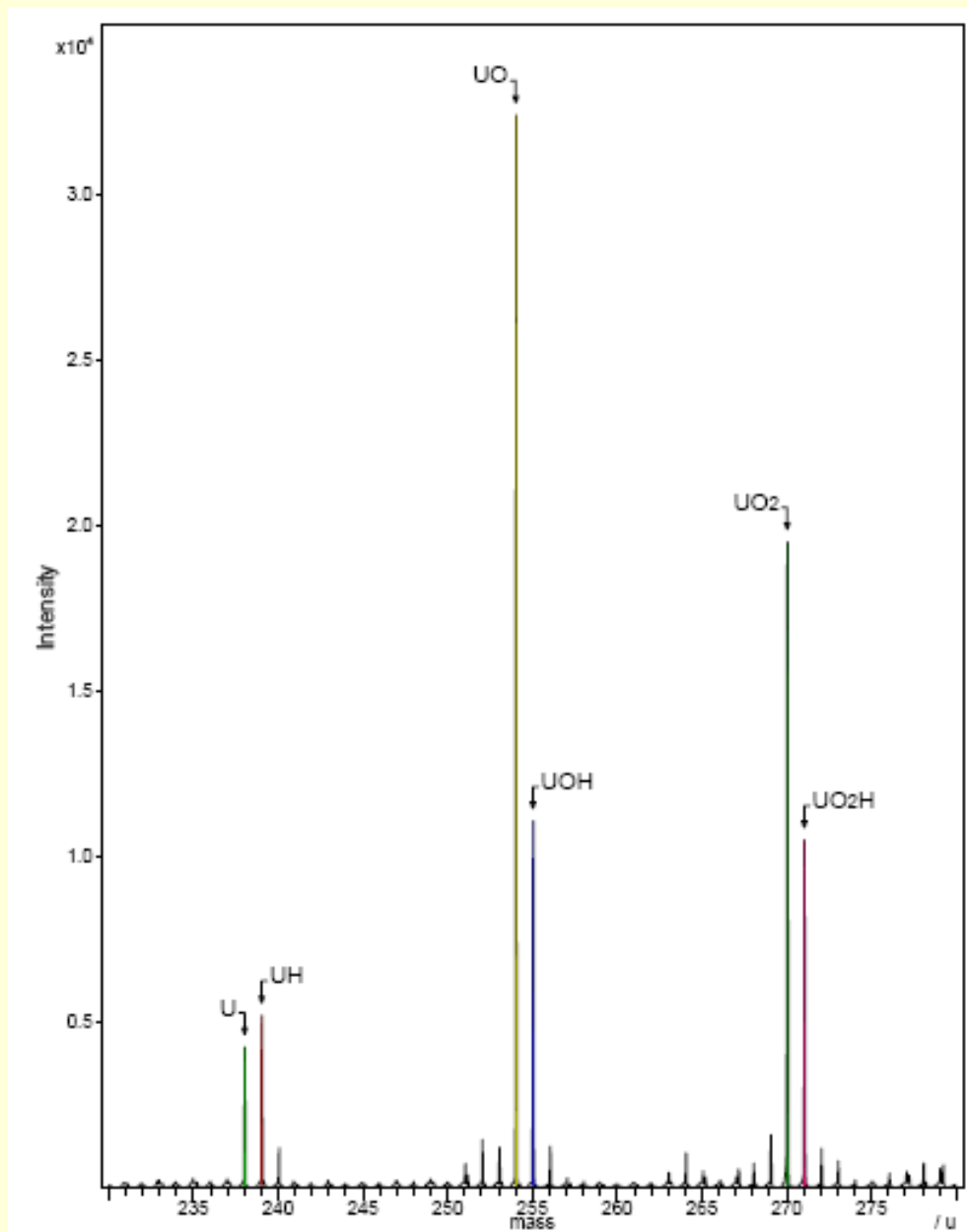
Plocha: 150×150 O m^2

**Počet iónov: 5×10^{12}
iónov·cm²**

Polarita: pozitívna

Software: IonSpec.

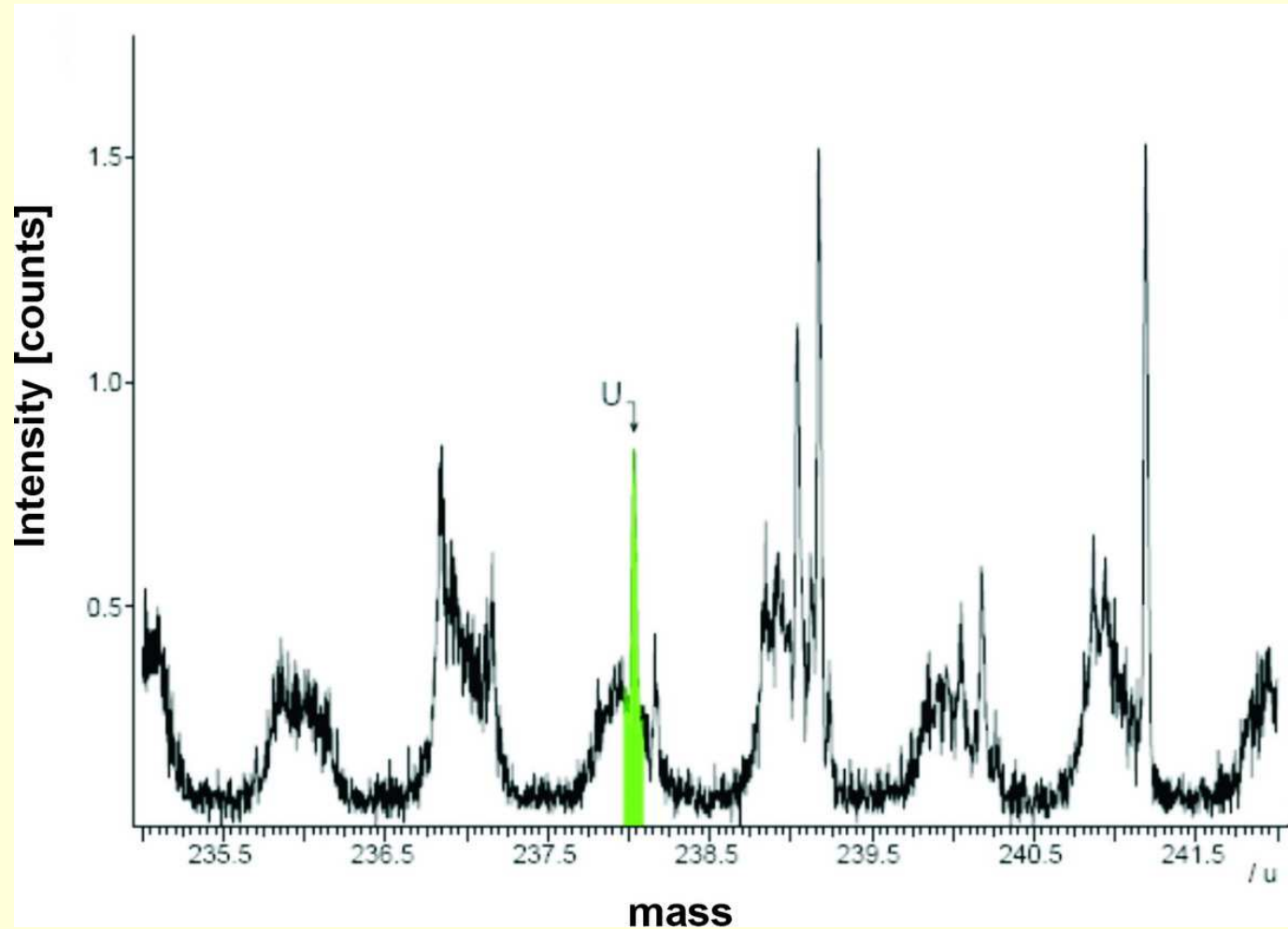
Hmotnostné spektrá sekundárnych iónov uránu



Obr. 6: Typický obrázok hmotnostného spektra povrchu kontaminovaného uránom

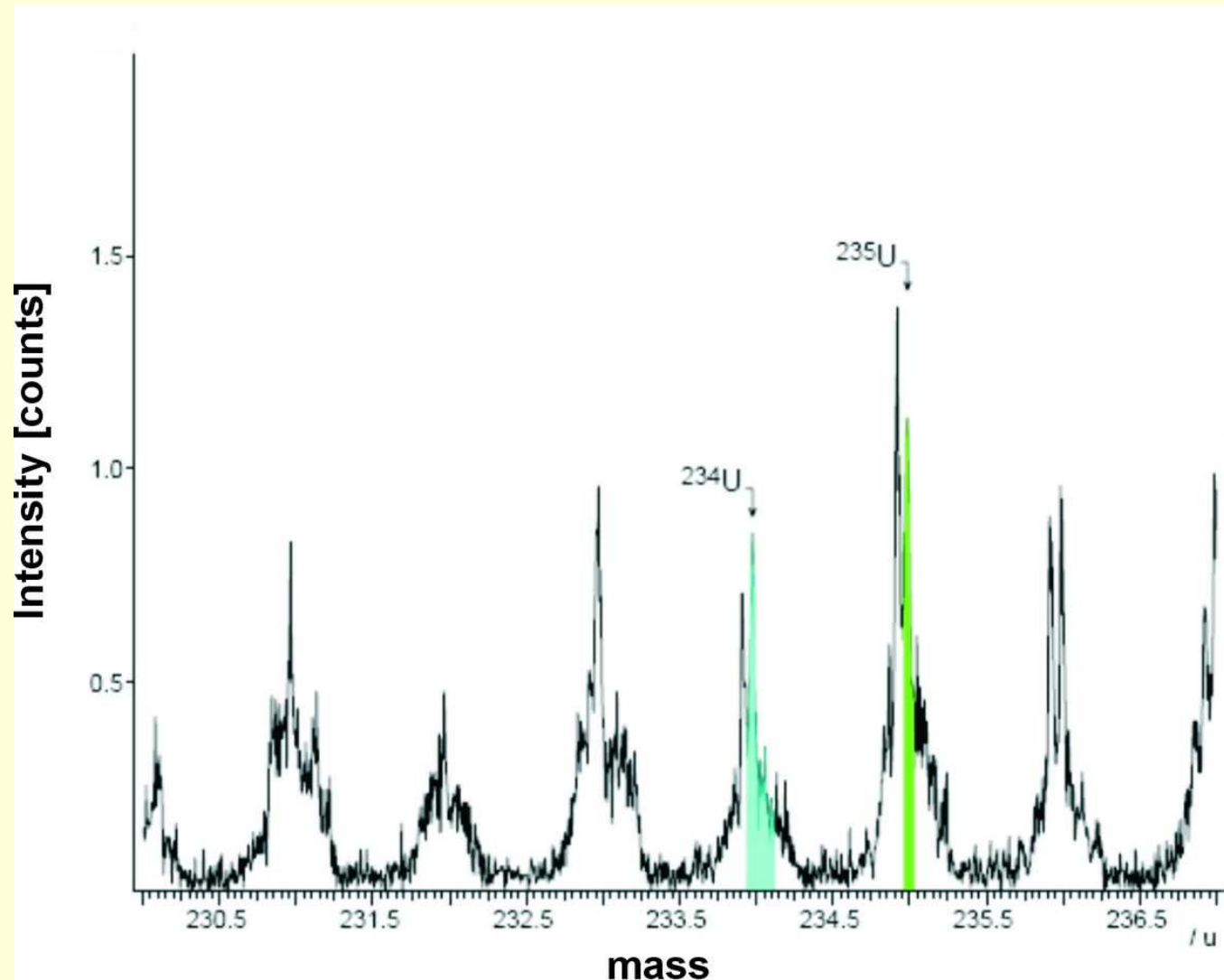
- Okrem uránu môžeme sledovať aj iónové klastre UH^+ , UOH^+ , UO_2^+ , UO_2H^+

Hmotnostné spektrá sekundárnych iónov uránu



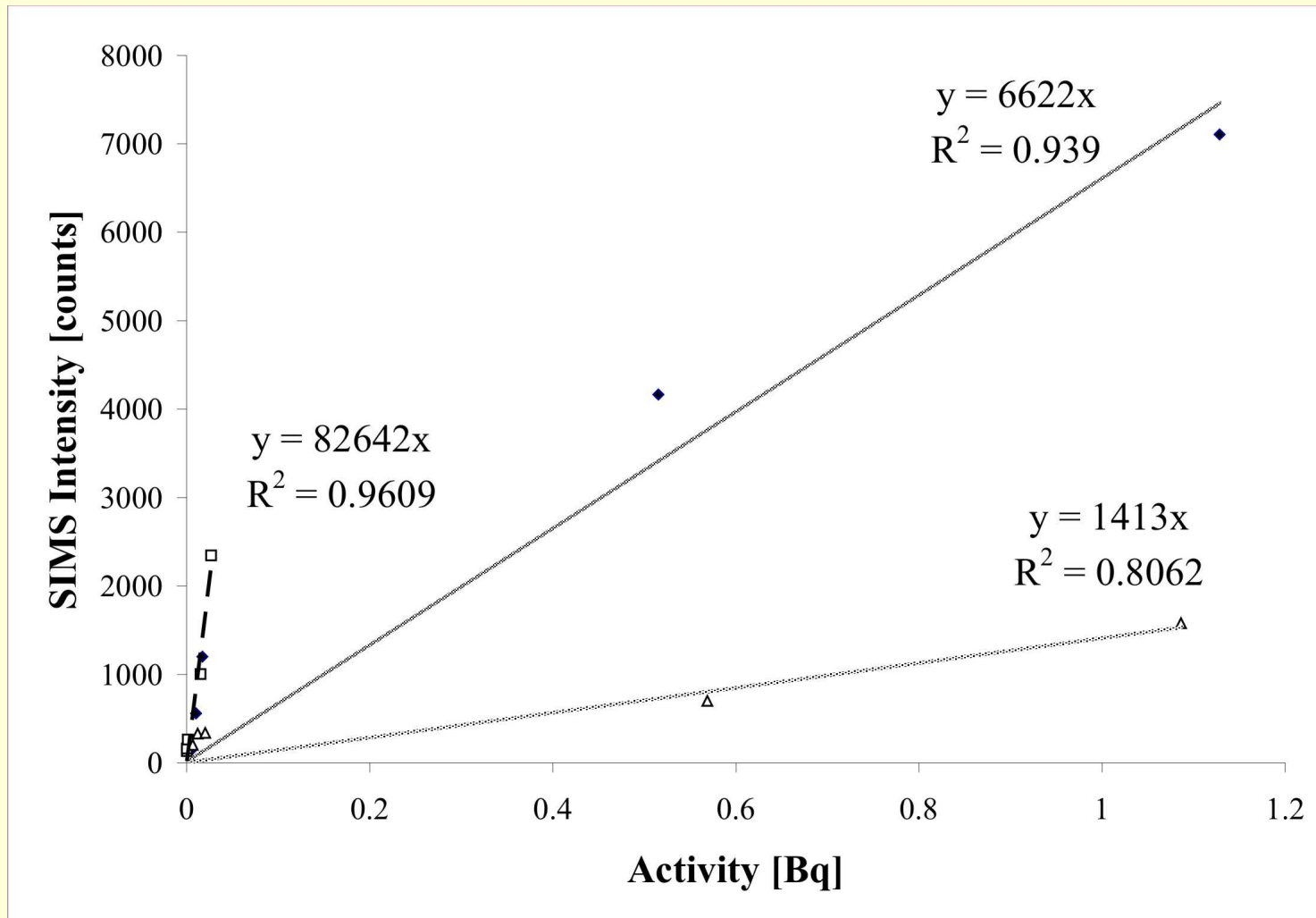
Obr. 7: Hmotnostné spektrum ^{238}U

Hmotnostné spektrá sekundárnych iónov uránu



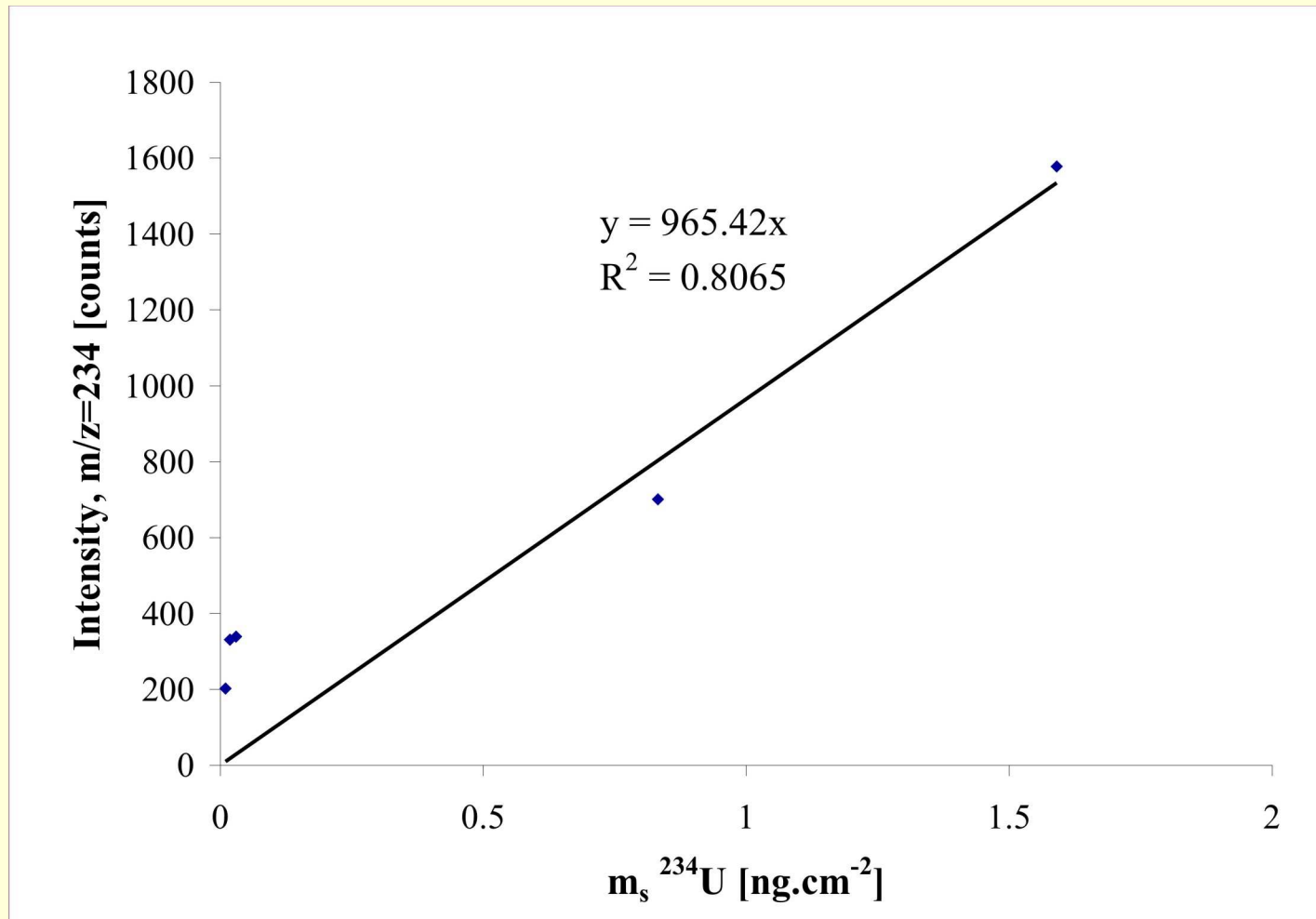
Obr. 8: Hmotnostné spektrum ^{234}U a ^{235}U

Výsledky



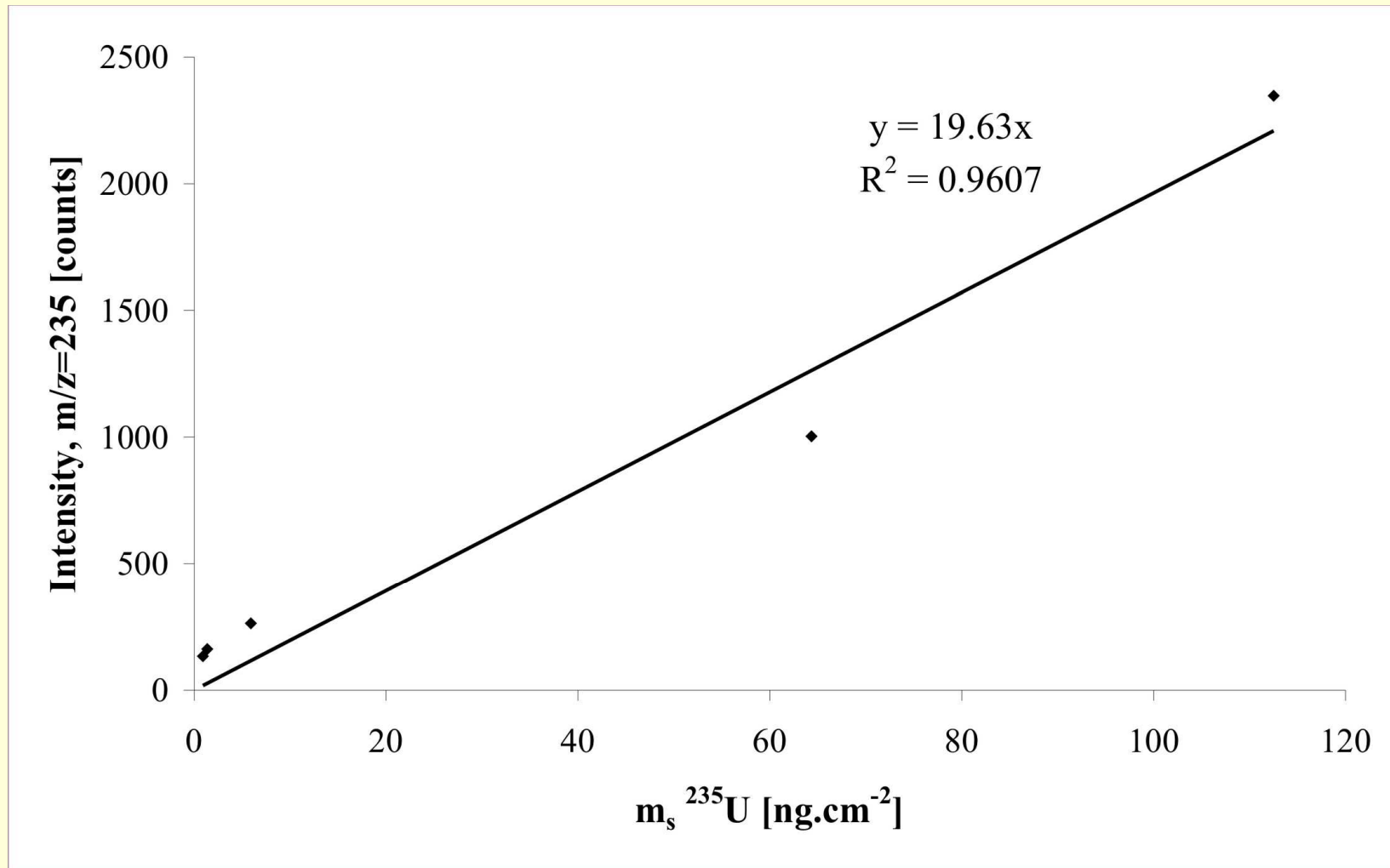
Obr. 9: Závislosť SIMS intenzity izotopov uránu od ich aktivity, (Δ) pre ^{234}U , (\square) pre ^{235}U , (\blacklozenge) pre ^{238}U

Výsledky



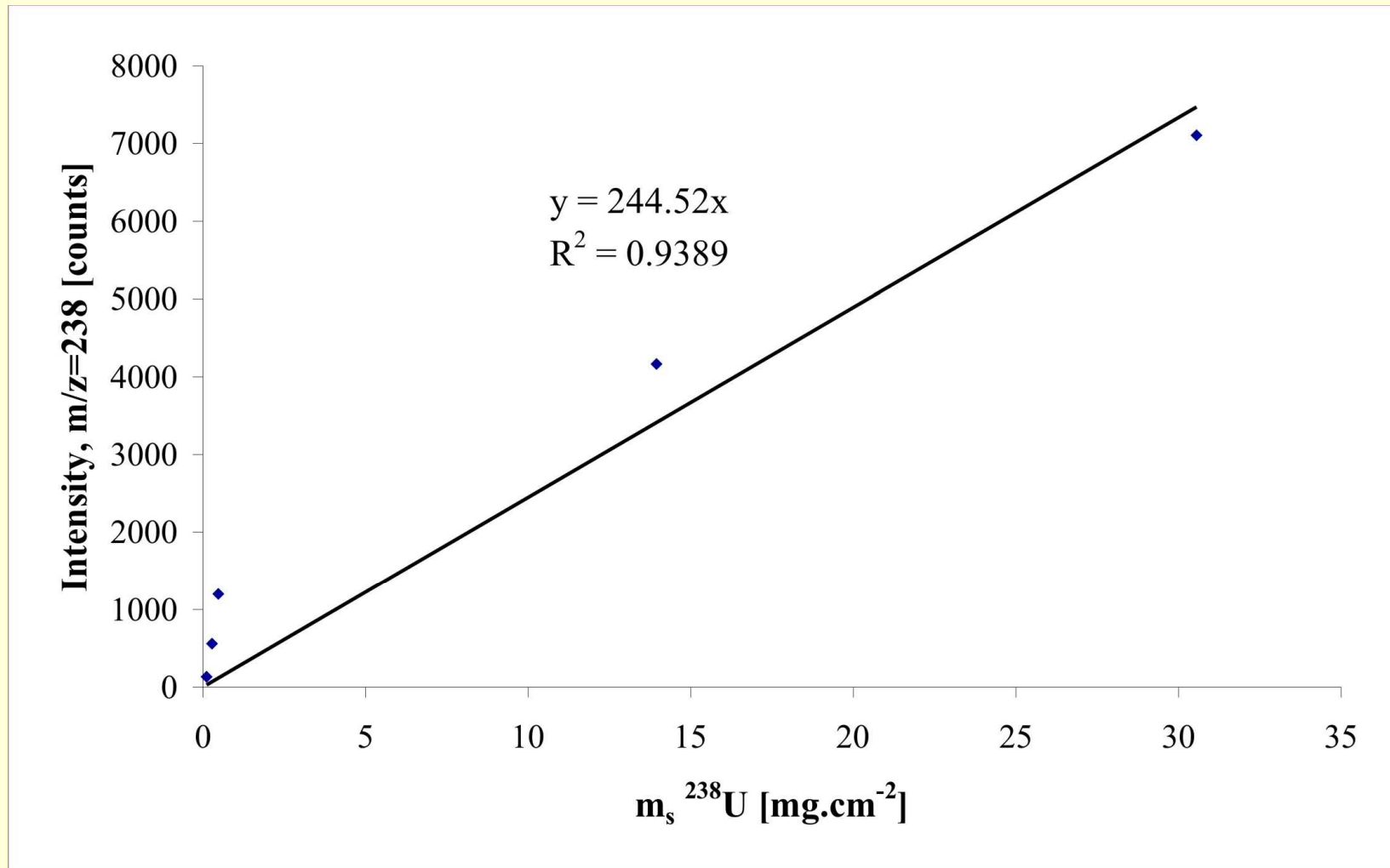
Obr. 10: Lineárna korelácia SIMS intenzity ^{234}U od plošnej hmotnosti ^{234}U

Výsledky



Obr. 11: Lineárna korelácia SIMS intenzity ^{235}U
od plošnej hmotnosti ^{235}U

Výsledky



Obr. 12: Lineárna korelácia SIMS intenzity ²³⁸U od plošnej hmotnosti ²³⁸U

Závery

- Bola získaná lineárna korelácia intenzít iónových maxím zo SIMS a alfa aktivít izotopov uránu
- Pozoruje sa lineárna závislosť intenzity iónov izotopov uránu-235 a uránu-238 od ich plošnej hmotnosti
- Pozoruje sa odklon od linearity pri nízkoaktívnych vzorkách (je potrebné stanovenie minimálnej detekovateľnej hmotnosti pre SIMS, reprodukovateľnosti, ...)
- Ďalšie informácie môžu poskytnúť hĺbkové profily distribúcie uránu ako aj o rovnomernosti distribúcie uránu na povrchu kovu

Pod'akovanie

Táto práca bola podporená Agentúrou na podporu výskumu a vývoja pod č. APVV-20-007105 ako aj Vedeckou grantovou agentúrou Ministerstva školstva SR a SAV – VEGA projekt 1/2447/05.

Publikované v: The Comparative Study of Uranium Isotopes by Alpha Spectroscopy Spectrometry and Secondary Ion Mass Spectrometry. Preliminary Results.

ACTA FACULTATIS ECOLOGIAE, 16: Suppl. 1, 83–90 Zvolen (Slovakia), 2007.

A close-up photograph of several vibrant red flowers, likely from a flowering quince, with green leaves. The flowers are in various stages of bloom, showing multiple layers of petals and prominent yellow stamens. The background is a soft, out-of-focus green.

**Ďakujem
za pozornosť**