

**СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

14-86-807

Р.А.Ильхамов*, Ли Зен Хо, Д.Махайдик,
Г.М.Осетинский, М.Пайек, В.Е.Тер-Нерсисянц**,
Р.Шандрик, Ш.Х.Хушмуродов*

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ
КОНЦЕНТРАЦИОННОГО ПРОФИЛЯ ВОДОРОДА
МЕТОДОМ ИЗМЕРЕНИЯ ПРОТОНОВ ОТДАЧИ**

* Научно-исследовательский институт
прикладной физики Ташкентского государственного
университета

** Государственный оптический институт
им. С.И.Вавилова, Ленинград

1986

1. ВВЕДЕНИЕ

За последние годы проведен ряд экспериментов по определению концентрации водорода на поверхности и в глубине различных материалов с использованием ядерно-физических методов анализа. Решение этой проблемы имеет большое прикладное значение, поскольку присутствие водорода оказывает большое влияние на электрические и физико-химические свойства многих материалов. В качестве примера можно указать на влияние водорода на электрические свойства аморфного кремния или нитрида кремния, влияние водорода на коррозию и хрупкость стали и ниобия^{/1/}. Определение концентрации изотопов водорода в поверхностных и приповерхностных слоях ряда материалов имеет существенное значение при создании термоядерных реакторов, поскольку имеется возможность получения информации об изменениях в структуре первой стенки реактора из-за интенсивного выделения водорода и обмена изотопов водорода из стенок в плазму. Важную информацию можно получить и для материалов, используемых в реакторах деления, поскольку присутствие водорода приводит к ухудшению качества материала^{/2/}. Можно указать еще на возможность решения ряда научных проблем, таких, как изучение влияния водорода, находящегося на поверхности, на хранение ультрахолодных нейтронов, датирование по концентрации водорода возраста стеклянных изделий, найденных при археологических раскопках, и ряд других. В настоящий момент существует 8 основных методов определения концентрационного профиля водорода с использованием пучков ускоренных ионов^{/3/}. Перечислим некоторые из них:

1. Методы, основанные на использовании ядерных реакций с детектированием γ -квантов: реакции $^1\text{H} (^{15}\text{N}, \alpha \gamma) ^{12}\text{C}$ при энергии 6,4 МэВ, $^1\text{H} (^{19}\text{F}, \alpha \gamma) ^{16}\text{O}$ при энергии ^{19}F 6,4 и 16,5 МэВ.

2. Ядерные реакции с детектированием заряженных частиц:
 $^1\text{H} (^{11}\text{B}, \alpha) ^8\text{Be}$.

3. Метод, основанный на измерении обратного рассеяния.

4. Измерение протонов отдачи при бомбардировке исследуемых мишеней пучком ионов более тяжелых масс.

К указанному перечню можно отнести методы, основанные на использовании вторичной ионной масс-спектрометрии /метод SIMS/, и ряд других^{/3/}. Каждый из указанных методов имеет свои достоинства и недостатки, и их применение связано с возможностью и целесообразностью их реализации в условиях той или иной лаборатории.

В настоящей работе приводится описание особенностей метода определения концентрационного профиля водорода с использованием одного из перечисленных ранее методов, а именно: метода, основанного на измерении энергетического спектра протонов, выбиваемых из исследуемого образца при бомбардировке его пучком ионов ^4He , ускоряемых на электростатическом ускорителе Ван-де-Граафа Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ. Основным достоинством этого метода является возможность исследования концентрации водорода на поверхности и по глубине в массивных образцах и его экспрессность. Использование его не приводит к разрушению исследуемого образца, и его реализация для прикладных исследований не требует применения ускорителей тяжелых ионов высоких энергий. Эта особенность делает его доступным для многих лабораторий, где имеется ускоритель Ван-де-Граафа с энергией $2\div 3$ МэВ.

2. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДА

Принцип метода легко проследить, рассматривая рис. 1. Как видно из рисунка, пучок ускоренных ионов, пройдя коллиматоры /1/, направляется на мишень /М/, наклоненную к пучку под углом α . Двигаясь в мишени, пучок ионов с энергией E_0 теряет свою энергию и на глубине x_i взаимодействует с водородом мишени. В результате взаимодействия в мишени образуются протоны отдачи, которые в направлении к детектору /Д/ имеют энергию $E_2 = kE_1$, где

$$E_1 = E_0 - \int_0^{x/\sin\alpha} S_1(E) dt. \quad /1/$$

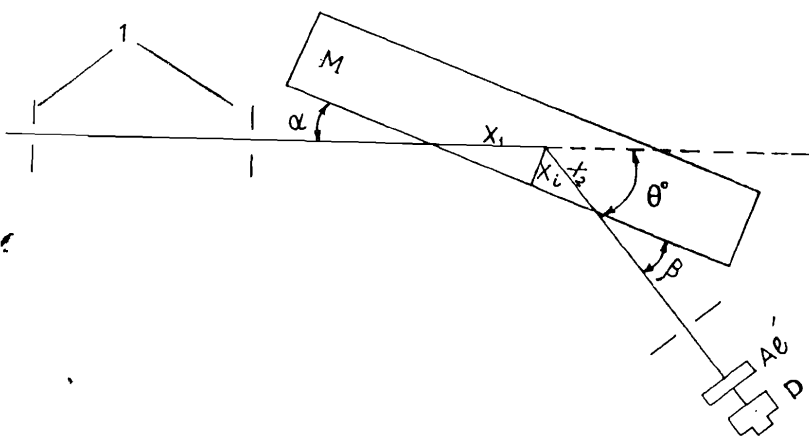


Рис. 1. Принципиальная схема метода измерений протонов отдачи.

В формуле /1/ $S_1(E)$ - тормозная способность ионов ^4He в мишени, k - кинематический фактор отдачи:

$$k = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} \cos^2\theta, \quad /2/$$

где M_1 и M_2 - массы бомбардирующего иона и атома водорода, соответственно.

Энергия протонов отдачи на выходе из мишени определяется как

$$E_p' = E_2 - \int_0^{x/\sin\beta} S_2(E) dt, \quad /3/$$

где $S_2(E)$ - тормозная способность протонов в мишени, $\beta = \theta - \alpha$, θ - угол детектирования протонов отдачи.

Как видно из рис. 1, между мишенью и детектором установлен Al -фильтр для поглощения ионов ^4He , упруго рассеиваемых в направлении детектирования. Толщина фильтра выбирается минимально достаточной для полного поглощения этих ионов. Энергия протонов отдачи, попадающих в детектор после прохождения Al -фильтра, определяется уравнением вида

$$E_{\text{дет}} = E_p' - \int_0^m S_3(E) dt, \quad /4/$$

где $S_3(E)$ - тормозная способность протонов в Al -фильтре толщиной m .

Определение концентрации водорода на поверхности и глубине проводится по измерению площади энергетического спектра протонов отдачи, зарегистрированного под углом θ . Для проведения расчетов концентрации необходимо знать энергию падающих ионов ^4He , число частиц, падающих на мишень, геометрический фактор детектирования, сечение выхода протонов отдачи под углом детектирования θ . При расчетах следует также учитывать:

- 1/ энергетическое разрешение детектора;
- 2/ разброс по энергии /"страгглинг"/ протонов отдачи при прохождении их в мишени и в фильтре в направлении угла θ ;
- 3/ многократное рассеяние ионов в мишени;
- 4/ геометрическое разрешение детектора, возникающее из-за расходимости пучка и конечного угла детектора.

При пренебрежении этими поправками концентрация водорода на глубине x_i может быть определена формулой вида

$$N_i = \sigma(\theta) Q c(x_i) \Omega \delta x_i, \quad /5/$$

где Q - число частиц, падающих на мишень, N_i - амплитуда спектра в i -канале, $\sigma(\theta)$ - дифференциальное сечение выхода протонов отдачи, измеренное под углом θ , $c(x_i)$ - концентрация водорода на глубине x_i , Ω - геометрический фактор:

$$\Omega = \Omega_0 \left(1 - \frac{1}{4} \frac{l^2}{R^2} \cos^2 \beta\right) \quad (l \ll R), \quad /6/$$

здесь $\Omega_0 = \frac{S}{R^2}$, S - площадь диафрагмы детектора, R - расстояние между точкой пересечения оси пучка с мишенью и диафрагмой детектора, l - излучающая длина поверхности мишени. В условиях нашего эксперимента, когда угол наклона плоскости мишени к оси пучка составляет от $2,5^\circ$ до 15° , величина l изменяется от 7 до 2,5 мм.

Следует указать на определенные затруднения в выборе величины $\sigma(\theta)$. Они связаны с тем, что эти сечения не являются резерфордскими и их значения могут быть взяты из ряда опубликованных работ /2, 5-7/ или измерены независимо от них. Такие измерения, по-видимому, необходимы, поскольку опубликованные данные для σ получены при небольшом наборе углов θ , что ограничивает экспериментальные возможности по выбору оптимальных значений этих углов при планировании эксперимента. Немаловажное значение имеет и тот факт, что литературные данные сечений в интересующем нас интервале энергий налетающих ионов ^4He на $20 \pm 30\%$ различаются между

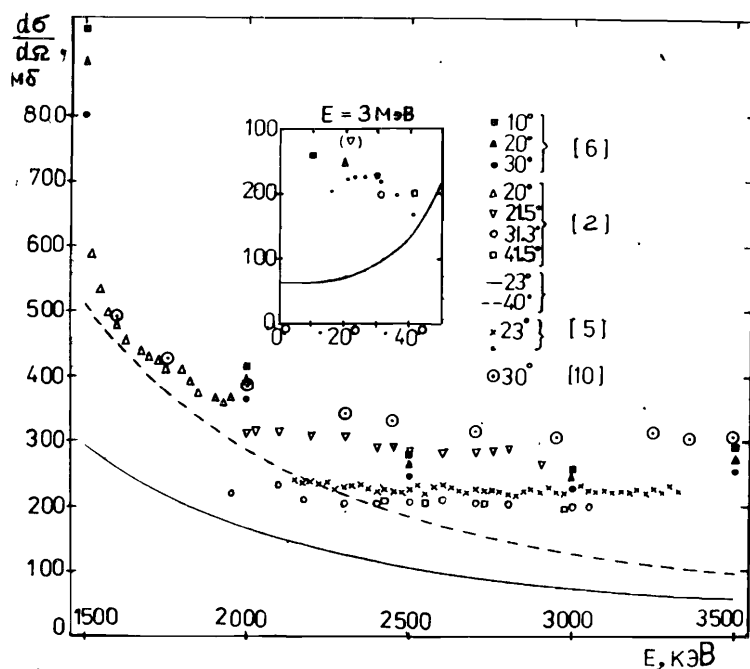


Рис. 2. Энергетическая зависимость дифференциального сечения выхода протонов отдачи, измеренного различными авторами. Сплошные и пунктирные кривые - сечения резерфордского рассеяния, рассчитанные для 23° и 40° соответственно.

собой, и трудно в связи с этим отдать предпочтение тому или иному их значению. С учетом этого в настоящей работе использованы усредненные значения сечений, взятые из работ Виелунски и др. /6/, Нагата и др. /2/. Выбор этих данных связан с тем, что сечения, взятые из этих работ, наиболее близки друг другу, а данные Виелунски и др. /6/ получены в результате пересчета достаточно надежных данных по сечению упругого рассеяния реакции $^4\text{He}(p,p)^4\text{He}$ в реакцию $^1\text{H}(^4\text{He}, ^4\text{He})^1\text{H}$. На рис. 2 представлены экспериментальные значения энергетических зависимостей дифференциальных сечений выхода протонов отдачи, измеренные различными авторами. Из рисунка видно расхождение их значений между собой и их большое расхождение с резерфордским /сплошные кривые на рис. 2/. Параметры, которыми можно варьировать для получения оптимальных условий эксперимента, являются

- 1/ энергия и масса ускоренных ионов,
- 2/ угол падения пучка на мишень, α ,
- 3/ угол детектирования протонов отдачи, θ ,
- 4/ диаметр и расходимость пучка ускоренных ионов ^4He ,
- 5/ телесный угол детектирования.

Анализ влияния этих параметров на получение концентрационного профиля по поверхности и глубине с максимально возможным разрешением по глубине обсуждается в ряде экспериментальных исследований /2, 4, 5, 7/. В настоящей работе выбор этих параметров в существенной мере базировался на результатах этих статей.

3. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Нами развита методика определения концентрационного профиля водорода, когда поверхность образца не проходит дополнительной очистки и когда измерения проводятся в вакуумной камере с давлением $2 \cdot 10^{-6}$ Тор.

Схема камеры исследований представлена на рис. 3. Как видно из рисунка, пучок ускоренных ионов ^4He , проанализированный по импульсам магнитным анализатором, пройдя входной и выходной коллиматоры диаметром 0,5 мм, попадает на мишень, установленную в центре камеры. Расстояние между диафрагмами 950 мм. Мишень изолирована от корпуса камеры и присоединяется к интегратору тока. Конструкция мишени предусматривает возможность изменения угла наклона поверхности мишени к оси пучка /угла α / в интервале $0-90^\circ$ с погрешностью $\pm 0,2\%$. Для исключения ошибки в измерении тока пучка мишень окружена цилиндром, к которому подводится отрицательное напряжение - 500 В. Под углом θ по отношению к падающему пучку на подвижном кронштейне установлен кремниевый по-верхностно-барьерный детектор, измеряющий протоны отдачи, выбиваемые падающим пучком ионов ^4He из мишени. Кронштейн с детектором может быть установлен под любым углом в интервале углов $\theta = 0^\circ-90^\circ$. Энергетическое разрешение детектора, измеренное на α -частицах ^{238}Pu , составляет 17 кэВ. Импульсы от детектора че-

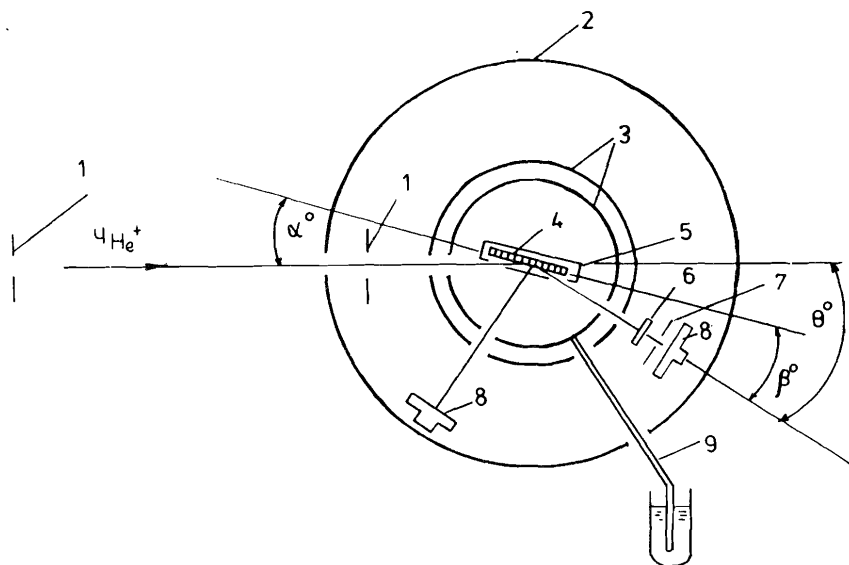


Рис. 3. Схема камеры исследований: 1 - коллиматоры пучка диаметром 0,5 мм, 2 - корпус камеры, 3 - экраны для вымораживания паров углеводов, 4 - мишень, 5 - экран для задержки вторичных электронов из мишени, 6 - Al-фильтр, 7 - коллиматор детектора размером 1,2x4 мм, 8 - Si - детектор, 9 - хладопровод с дьюаром жидкого азота.

рез предусилитель, усилитель подавались на ЭВМ MERA-60/30 для их записи и последующей обработки на ЭВМ PDP-11/70. На этом же кронштейне между мишенью и детектором установлена Al-фольга, являющаяся фильтром, поглощающим ионы ^4He , упруго рассеиваемые мишенью в направлении угла θ . Толщина этой фольги рассчитывается в зависимости от энергии ионов ^4He , рассеиваемых мишенью. В табл. 1 представлены данные расчета толщины Al-фильтра.

Таблица 1

E_{He} МэВ	Материал фильтра	Толщина /мкм/
2,4	Al	9,4
3,0	Al	10,4

На рис. 4 представлен типичный энергетический спектр протонов отдачи при бомбардировке пучком ионов ^4He мишени из майлара ($\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_4$), измерения проводились при углах $\alpha = 7^\circ$, $\theta = 15^\circ$ и $\alpha = 15^\circ$, $\theta = 30^\circ$. Для расчета концентрационного профиля на по-

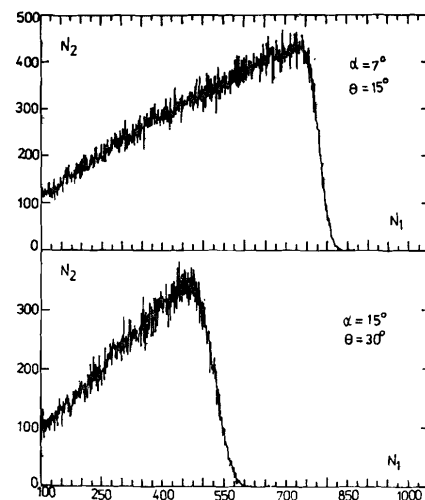


Рис. 4. Энергетический спектр протонов отдачи при бомбардировке пленок майлара $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_4$ пучком ионов ^4He с энергией 2,4 МэВ. N_1 - каналы многоканального анализатора импульса, N_2 - выход протонов отдачи.

верхности и глубине необходимо учитывать состояние поверхности исследуемого образца, условия его хранения до установки в камеру исследований и, главное, вакуумные условия в камере исследований. Хорошо известно, что при вакууме $\sim 10^{-6}$ Тор в камере присутствуют пары воды и углеводородов, выделяющихся из вакуумных уплотнений и стенок вакуумной системы, которые осаждаются на поверхности мишени, искажая тем самым первоначальную концентрацию водорода на ее поверхности. И только изменения концентрации, проводимые в сверхвысоком вакууме ($\sim 10^{-9}$ Тор), и связанный с его получением предварительный прогрев камеры измерений до температуры $\sim 250^\circ\text{C}$ могут обеспечить получение правильного результата. На рис. 5 в качестве иллюстрации возрастания концентрации водорода на поверхности Si во время измерения приведены спектры протонов отдачи, измеренные при вакууме в камере $2 \cdot 10^{-6}$ Тор с интервалами между измерениями в 60 мин при непрерывном облучении мишени /спектры нормированы на один и тот же заряд, переносимый на мишень/. Из спектров видно, что выход протонов отдачи, нормированный на одно и то же число падающих ионов ^4He на мишень, растет с течением времени. Это обстоятельство нельзя не учитывать при планировании эксперимента. Вместе с тем нельзя не принимать во внимание и тот факт, что определение концентрации водорода в условиях сверхвысокого вакуума - задача достаточно трудоемкая при проведении массовых анализов.

С учетом этого нами подробно исследован один из вариантов проведения измерений, который позволил получить достаточно надежную информацию о концентрационном профиле водорода в условиях традиционно существующего вакуума в камере и ионопроводе ускорителя $\sim 2 \div 3 : 10^{-6}$ Тор/. Этот метод основывается на локальном вымораживании паров углеводов в небольшом объеме, окружающем мишень. Для этой цели исследуемая мишень окружалась двумя замкнутыми металлическими экранами с отверстиями для входа и выхода ионов, изолированными друг от друга и от корпуса камеры. Один из экранов /диаметром 80 мм/, ближайший к мишени, изготовленный из Cu, охлаждался до температуры -140°C . Охлаждение этого экрана осуществлялось с помощью хладопровода из медного гибкого провода

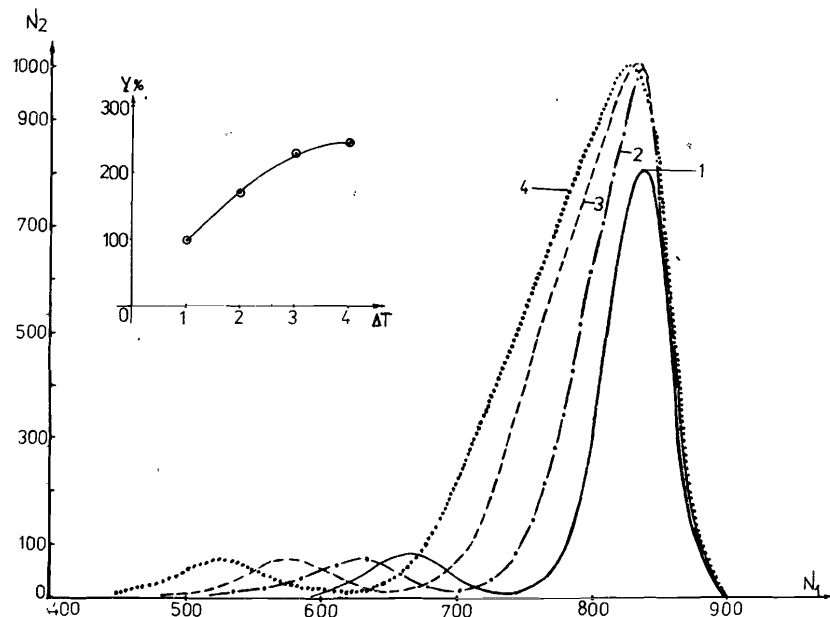


Рис. 5. Энергетические спектры протонов отдачи от поверхности Si, измеренные с интервалами в 60 мин при непрерывном облучении поверхности мишени пучком ионов ^4He . Мишень находится в камере при давлении $2 \cdot 10^{-6}$ Тор. N_1 - каналы многоканального анализатора импульса, N_2 - выход протонов отдачи. Кривая 1 - спектр, измеренный через 60 мин после получения в камере давления $\sim 2 \cdot 10^{-6}$ Тор, кривые 2,3,4 - измерение спектров проведено с интервалами 60 мин при непрерывном облучении мишени.

/сечением 2 см^2 /, введенного через теплоизолированный ввод в вакуумную камеру. Участок хладопровода вне камеры охлаждался жидким азотом. Второй, тщательно полированный экран из Al /диаметром 120 мм/, уменьшал тепловое влияние стенок камеры на степень охлаждения основного экрана. Как показали исследования, такая система достаточно хорошо вымораживает водородосодержащие соединения в объеме, ограничиваемом этими экранами, значительно снижая при этом их осаждение на мишень. Это подтверждается графиком на рис. 6, где приведены данные выхода протонов отдачи, измеренные на Si - мишени при том же режиме облучения, который был проведен без охлаждения указанных экранов. Как видно из рисунка, нормированный выход протонов отдачи, измеренный в различное время, через 60 мин после начала охлаждения остается в пределах ошибок постоянным с тенденцией к его уменьшению с течением времени.

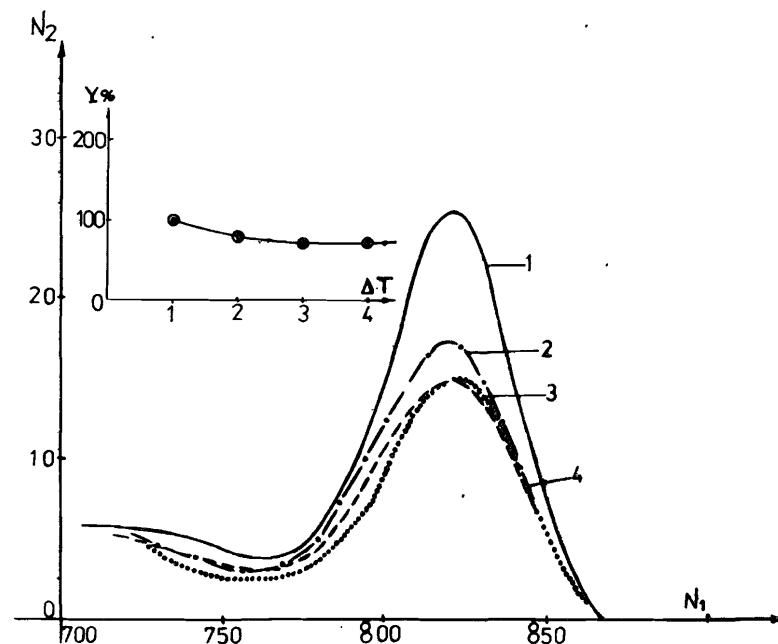


Рис. 6. Энергетические спектры протонов отдачи от поверхности Si, измеренные с интервалами в 60 мин при непрерывном облучении мишени в условиях локального вымораживания паров углеводородов в объеме, непосредственно прилегающем к мишени. Давление в камере $1 \pm 2 \cdot 10^{-6}$ Тор. N_1 и N_2 аналогичны рис. 5. Кривая 1 - спектр, измеренный через 60 мин после получения в камере давления $\sim 2 \cdot 10^{-6}$ Тор, кривые 2,3,4 - измерение спектров проведено с интервалами 60 мин при непрерывном облучении мишени.

Схема размещения экранов представлена на рис. 3. При замене мишени экран, охлажденный до низких температур, необходимо нагреть до комнатной температуры. Это производится нагревателем. Процесс нагревания производится одновременно с откачкой газа в течение 30-40 мин. Охлаждение экрана до температуры -150°C занимает 45-50 мин и контролируется термопарой, введенной через уплотнение в камеру исследований.

При определении концентрационного профиля водорода в электроизоляционных материалах /оптическое стекло, изоляторы/ для создания проводимости поверхности и исключения в этой связи ошибки в определении числа частиц, падающих на мишень, поверхность этой мишени покрывалась тонким слоем Al. Слой Al толщиной $\sim 100 \text{ \AA}$ наносился в результате распыления Al в вакууме до установки мишени в камеру исследований. Толщина напыленного слоя, значение ко-

торой необходимо знать для расчета концентрации, определялась в камере исследований методом обратного рассеяния ионов ^4He . Для этой цели /см. рис. 3/ под углом 135° в ЛСК в камере установлен кремниевый поверхностно-барьерный детектор. Импульсы от детектора через соответствующую спектрометрическую аппаратуру направлялись на ЭВМ МЭРА 60/30 для записи и последующей обработки. Этот же детектор мог быть использован для исследований концентрационного профиля различных элементов, входящих в состав исследуемой мишени, методом обратного рассеяния одновременно с измерением в ней концентрационного профиля водорода.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗРЕШЕНИЯ ПО ГЛУБИНЕ

Полное разрешение по глубине δx выражается через полное энергетическое разрешение $\delta E_{\text{дет}}$ как

$$\delta x = \frac{\delta E_{\text{дет}}}{R\{S\}}, \quad /7/$$

где $\{S\}$ - параметр энергетических потерь:

$$\{S\} = \frac{kS_1}{\sin \alpha} + \frac{S_2}{\sin \beta}, \quad /8/$$

здесь $\beta = \theta - \alpha$ и S_1, S_2 - тормозные способности для падающих и рассеянных атомов соответственно, k - кинематический фактор:

$$k = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} \cos^2 \theta,$$

M_1 и M_2 - масса падающих ионов и атомов мишени, R - отношение тормозных способностей рассеянных ионов в фильтре с энергиями d и после фольги соответственно.

Полное энергетическое разрешение зависит от:

1. Энергетического разрешения детектора $\delta E'$.
2. Геометрического разрешения δE_d из-за расходимости пучка и телесного угла детектора. В соответствии с работой ^{/5/} величина этого разрешения определяется как

$$\delta E_d = 2kE_0 \operatorname{tg} \theta \frac{1}{D} \left(W^2 + \frac{d^2 \sin^2 \beta}{\sin^2 \alpha} \right)^{1/2}, \quad /9/$$

где E_0 - энергия пучка ионов ^4He , падающих на мишень, W - ширина окошка детектора в плоскости угла θ , D - расстояние от мишени до детектора, d - диаметр пучка ионов ^4He . При малом d вторым членом можно пренебречь, и величина δE_d определяется отношением W/D . Величину W желательно выбирать по возможности малой $\sim 1 \div 1,5$ мм/ для того, чтобы свести к минимуму влияние этой величины на общий энергетический разброс из-за $\Delta \theta$.

3. Энергетического страгглинга δE_S , возникающего в мишени и в Al - фильтре, стоящем перед детектором. Страгглинг определяется формулой вида ^{/4/}

$$\delta E_S = (32 \ln 2 \pi e^4 Z_1^2 Z_2 t)^{1/2}, \quad /10/$$

Z_1, Z_2 - заряд налетающего иона и заряд ядра соответственно, t - длина пути, причем

$$t = \frac{x}{\sin \alpha} \quad \text{для падающего на мишень иона } ^4\text{He},$$

$$t = \frac{x}{\sin(\theta - \alpha)} \quad \text{для вылетающего протона отдачи.}$$

4. Многократного рассеяния, которое приводит к энергетическому разбросу δE_{ms} согласно формулам, указанным в работе ^{/4/}.

Полное энергетическое разрешение детектирования протонов отдачи определяется как

$$(\delta E_{\text{дет}})^2 = (\delta E')^2 + (\delta E_d)^2 + \sum_{i=1}^3 (\delta E_{ms_i})^2 + \sum_{i=1}^3 (\delta E_{S_i})^2, \quad /11/$$

где индексы 1, 2 и 3 означают: путь иона ^4He в мишени, путь протонов отдачи в мишени и Al - фильтре соответственно. Надо отметить, что на величину $\delta E_{\text{дет}}$ влияет также неоднородность толщины Al - фольги: Учитывая, что вклад каждого из перечисленных факторов в общую величину энергетического разрешения не подчиняется закону Гаусса, указанную формулу следует считать приближенной.

На рис. 7 показан взятый из работы ^{/4/} график изменения энергетического разрешения в зависимости от угла α при неизменном угле θ для параметров, указанных выше и рассчитанных для глубины $x = 1000$ Å. Как видно из рисунка, при изменении углов от 4° до 27° основной вклад в полное энергетическое разрешение вносят разрешение детектора и страгглинг для протонов отдачи в мишени и фильтре, установленном перед детектором. Влияние этих величин и учитывается при расчетах, приводимых в настоящей работе. Экспериментальное определение разрешения по глубине проводилось на многослойных мишенях. Одна из них состояла из матрицы кремния, на которой осаждался слой углеводородов с последующим напылением на эту поверхность слоя Al толщиной 540 Å. После определения тол-

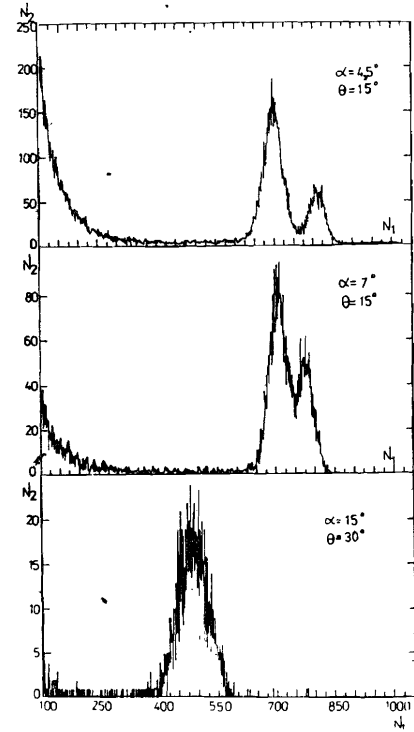
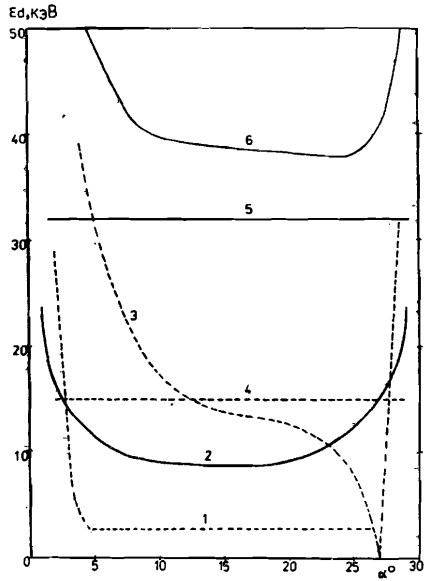


Рис. 7. График зависимости отдельных параметров разрешения, входящих в полное энергетическое разрешение уравнения, от угла α при неизменном угле θ . На оси абсцисс - угол наклона α пучка к плоскости мишени. На оси ординат - энергетическое разрешение в кэВ. Кривая 1 - многократное рассеяние, 2 - страгглинг протонов, 3 - геометрия детектирования, 4 - детектор, 5 - Al-фильтр, 6 - полное энергетическое разрешение согласно уравнению /11/.

щины Al-слоя на поверхность Al вновь осаждался водород. Осаждение водорода проводилось в камере исследований при облучении мишени пучком ионов ^4He диаметром 6 мм с энергией 1,5 МэВ без вымораживания паров углеводородов в камере. Определение толщины напыленного слоя Al проводилось на оптическом интерферометре, а в некоторых случаях - по измерению упругого рассеяния ионов ^4He под углом 135° на мишени, напыляемой одновременно с исследуемой мишенью Si.

На рис. 8 представлен один из типичных энергетических спектров протонов отдачи, измеренных на многослойной мишени под углами $\alpha = 4,5^\circ, \theta = 15^\circ, \alpha = 7^\circ, \theta = 15^\circ, \alpha = 15^\circ$ и $\theta = 30^\circ$. Пик, расположенный в районе 800-го канала анализатора импульсов, соответствует тонкому слою водорода,

Рис. 8. Энергетические спектры протонов отдачи, измеренные на многослойной мишени Si:H:Al:H при различных углах α и θ . Здесь и в дальнейшем: N_1 - число каналов многоканального анализатора импульсов, N_2 - выход протонов отдачи.

Таблица 2

Разрешение по глубине при определении концентрации водорода методом измерения протонов отдачи

Мишень	Энергия ионов ^4He в МэВ	θ / град. /	α / град. /	Глубина зондирования / нм /	Разрешение по глубине / нм /	Ссылка на работу
a Si:H	2,1	30	15	0	50 экспер.	1
Si	2,5	30	2	100	23 теорет.	4
a Si:H	2,5	30	15	0	80 экспер.	4
Si	2,5	30	7	100	50 экспер.	4
Al	3,0	20	3	0	35 теорет.	2
Al	3,0	20	7	310	62 теорет.	2
Al	3,0	20	6	0	50 экспер.	2
a Si:H	3	23	12,5	0	75	5
a Si:H	3	15	4,5	0	22	5
a Si:H	3	15	4,5	100	30	5
a Si:H	3	15	4,5	200	35	5
a Si:H	3	15	4,5	350	60	5
Si:H:Al:H	2,4	15	4,5	54	26	*
Si:H:Al:H	2,4	15	7,0	54	37	*

* Данные настоящей работы

осажденному на поверхность Δl . Второй пик, расположенный в районе 700-го канала, соответствует водороду, находящемуся на поверхности Si . Как видно из рисунка, с увеличением углов α и θ энергетическое разрешение ухудшается и при $\alpha = 15^\circ$ и $\theta = 30^\circ$ оно ухудшается настолько, что эти пики сливаются в один. Из спектров, измеренных под углами $\alpha = 4,5^\circ$ и $\theta = 15^\circ$, можно определить минимальное энергетическое разрешение для данной серии измерений. Оно определяется формулой вида

$$\delta x = \frac{f}{\{S\}R}, \quad /12/$$

где f - экспериментальная ширина пика на половине высоты от слоя водорода, ближайшего к поверхности Si . Значения величин, входящих в указанную формулу, определены ранее. Учитывая, что экспериментальные значения полуширины пика определяются в единицах числа каналов для расчета по формуле /6/, необходимо знать, к какому энергетическому интервалу относятся эти значения. Этот переход осуществлялся по кривой энергия - канал анализатора, полученной по измерению выхода α -частиц с энергией 5,49 МэВ из источника ^{238}Pu , и измерению энергетического спектра упруго рассеянных ионов 4He под углом 135° при бомбардировке тонкой мишени Ti в интервале энергий от 1,2 до 3 МэВ. Для энергетического спектра, указанного на рис. 8, разрешение по глубине составляет 26 нм /см. табл. 2/.

5. МЕТОДИКА РАСЧЕТА КОНЦЕНТРАЦИОННОГО ПРОФИЛЯ ВОДОРОДА ПО ИЗМЕРЕНИЮ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО СПЕКТРА ПРОТОНОВ ОТДАЧИ

Метод расчета концентрации основывается на моделировании теоретического спектра протонов отдачи и сравнении его с экспериментальным спектром. При проведении моделирования учитывалось влияние на форму спектра энергетического стрэгглинга ионов 4He и протонов отдачи, а также влияние разрешения спектрометрического тракта. Входными параметрами при проведении расчета являются: энергия и число ионов 4He , падающих на мишень, телесный угол детектора, энергетическая ширина канала анализатора, угол наклона мишени к пучку α и угол детектирования θ , табличные данные dE/dx для ионов 4He и 1H и данные, относящиеся к модели исследуемого образца.

Моделирование теоретического спектра основывается на разбиении глубины зондирования образца на тонкие слои. Выход протонов отдачи N_i из каждого i -го слоя толщины δx_i на глубине x_i определяется указанным ранее уравнением /5/. Выбор толщины проводится таким образом, чтобы разность в энергиях протонов отдачи, соответствующая передней и задней поверхностям i -го слоя, была равна энергетической ширине канала в многоканальном анализаторе импульсов. Тогда выход протонов отдачи из каждого i -го слоя

мишени будет соответствовать i -му каналу энергетического спектра, что даст возможность поканально сравнивать моделированный спектр с экспериментальным. Исходя из заданной модели образца программа моделирует теоретический спектр, который визуально на экране дисплея сравнивается с экспериментальным спектром. Количественный результат по концентрационному профилю водорода получается путем последовательного приближения моделированного спектра к экспериментальному, причем это приближение осуществляется изменением модели образца. При проведении этого приближения варьируемыми параметрами являются элементный состав матрицы и предполагаемое распределение концентрации водорода по глубине исследуемой матрицы.

Программа написана на языке Фортран-IV для операционной системы RSX-11M-PLUS и ЭВМ PDP-11/70 и работает в диалоговом режиме. Подробное описание программы приводится в нашей работе /8/. На рис. 9 приведен пример подгонки моделированного спектра протонов отдачи к экспериментальному для многослойной структуры, состоящей из Si , на поверхность которого нанесены слои водорода, алюминия и водорода.

На рис. 10 приводится типичный пример подгонки моделированного спектра к экспериментальному для образца Si , в который имплантирован водород с энергией имплантации 30 кэВ и дозой $8 \cdot 10^{14}$ ат/см². Измерения проведены при углах: $\alpha = 7^\circ$, $\theta = 15^\circ$ и $\alpha = 15^\circ$, $\theta = 30^\circ$.

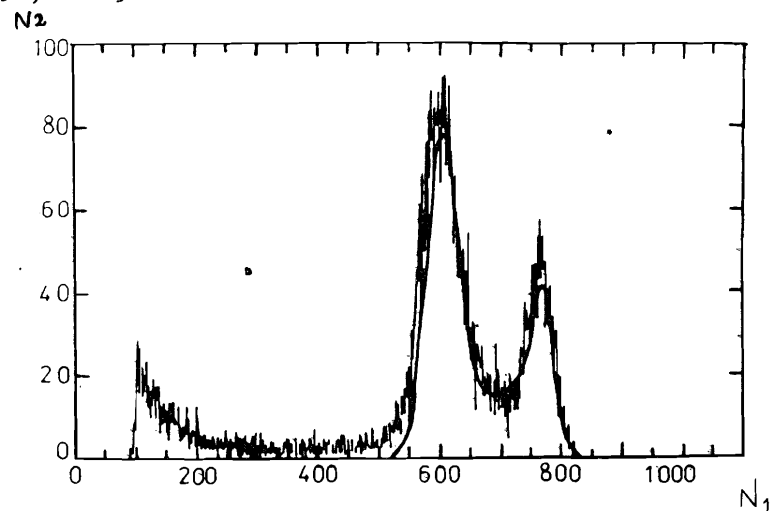


Рис. 9. Подгонка моделированного спектра к экспериментальному энергетическому спектру протонов отдачи для многослойной структуры, состоящей из Si , на поверхность которого нанесены слои водорода, алюминия и вновь водорода. Измерение проведено при $\alpha = 7^\circ$, $\theta = 15^\circ$. Энергия ионов 4He - 2,4 МэВ. Толщина слоя Δl - 1100 Å.

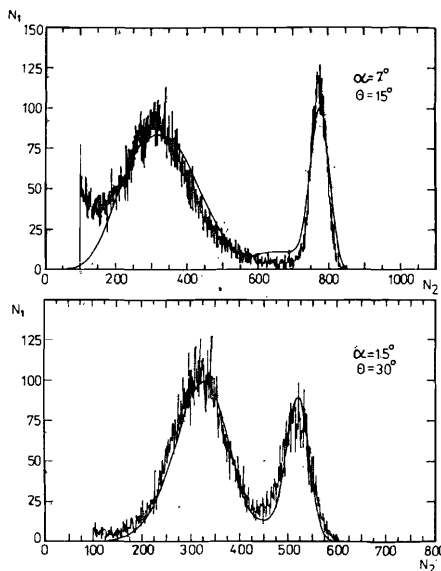


Рис. 10. Подгонка моделированного спектра к экспериментальному для Si, в который имплантирован водород с энергией 30 кэВ. Доза имплантации $8 \cdot 10^{16}$ ат/см². Верхний график получен при $\alpha = 7^\circ$, $\theta = 15^\circ$, нижний – при $\alpha = 15^\circ$, $\theta = 30^\circ$.

В целях проверки правильности получаемых результатов измерения и расчеты проводились на ряде мишеней Si, в которых имплантировался водород с энергией 20 и 30 кэВ указанной дозы. В табл. 3 представлены данные имплантации и значения глубин местоположения атомов водорода в Si, взятые для приведенных энергий имплантации из таблиц пробегов в работе /9/.

В этой же таблице приведены расчетные значения концентрации, полученные при моделировании экспериментальных спектров. Как видно из таблицы, в пределах 20% данные хорошо согласуются между собой. Отметим, что число имплантированных атомов в мишенях известно с погрешностью 10%.

Таблица 3

Данные расчета числа атомов водорода и глубины его залегания в мишени при различных дозах имплантации

Энергия имплантации, E /кэВ/	Доза имплантации, ат/см ²	Расчет числа атомов (ат/см ²) по программе на ЭВМ	Пробеги имплантированных атомов водорода /мкм/, взяты из таблиц /9/	Расчет глубины залегания водорода x_i /мкм/ по программе на ЭВМ
20	$4 \cdot 10^{15}$	$4,5 \cdot 10^{15}$	0,21	0,23
30	$8 \cdot 10^{14}$	$8,6 \cdot 10^{14}$	0,30	0,34
30	$8 \cdot 10^{16}$	$6,6 \cdot 10^{16}$	0,30	0,34

Средняя квадратичная ошибка в определении концентрации составляет ~25%. Она состоит из:

- 1/ погрешности ΔN в определении выхода протонов отдачи. Обычно эта величина при бомбардировке мишени током пучка $5 \div 10$ мА и измерении в течение 60 мин не превышает $3 \div 5\%$;
- 2/ погрешности определения числа частиц, падающих на мишень, 2%;
- 3/ определения геометрического фактора 3%;
- 4/ погрешности определения сечения ~20%. Взято из работы /2/.
- 5/ ошибки определения $\delta x_i \sim 15\%$ (формула /5/).

Как видно из приведенной таблицы ошибок, наибольший вклад в полную квадратичную ошибку определения концентрации водорода вносит погрешность в определении сечения. В этой связи дальнейшие работы по уточнению этой величины представляют большой практический интерес.

Как показала практика, в процессе проведения анализа представляет определенный интерес получение экспрессной качественной информации о концентрационном профиле водорода в исследуемом образце. Эта информация может быть получена с помощью графика зависимости между номером канала многоканального анализатора импульсов и глубиной слоя /в мкм/, откуда импульсы протонов отдачи попадают в канал. Одна из указанных зависимостей для измерений, проведенных под углами $\alpha = 15^\circ$, $\theta = 30^\circ$, представлена на рис. 11. Она получена на основании определения положения энергетического спектра протонов отдачи под указанными углами на ряде мишеней Si, в каждую из которых имплантирован водород с энергией 20, 30, 40, 50, 60 кэВ с дозой имплантации $5 \cdot 10^{16}$ ат/см². Пробеги протонов этих энергий в Si определялись по таблицам, приведенным в работе /9/.

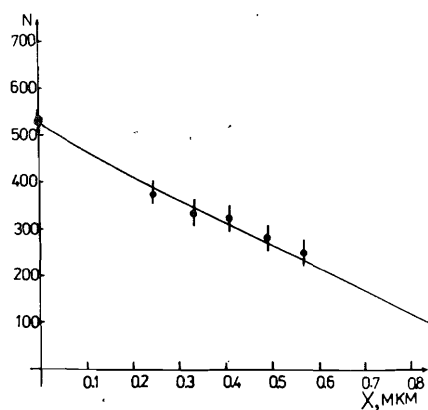


Рис. 11. Зависимость глубины залегания водорода в Si от номера канала многоканального анализатора. На оси абсцисс – глубина слоя /в мкм/ расположения атомов водорода. На оси ординат – номер канала многоканального анализатора импульсов.

В заключение отметим, что проведенная работа подтвердила практическую ценность использования низкоэнергетических ионов ⁴He для определения концентрационного профиля водорода по глубине. Представленные в работе энергетические спектры протонов отдачи указывают на возможность отделения водорода поверхности от его распределения по глубине. Предложенная в работе методика локального вымораживания паров

углеводородов в камере исследования и получения авторами разрешения по глубине 260 Å позволяет проводить анализы при вакууме в камере исследований на уровне $2 \div 3 \cdot 10^{-6}$ Тор. Описываемый в работе метод достаточно экспрессен /измерение проводится в течение часа/ и не требует использования ускорителей тяжелых ионов. Он не требует также создания сверхвысокого вакуума и может быть применен в камерах, где проводятся исследования ядерных реакций или определение элементного состава методом обратного рассеяния. Более того, совместные измерения данными методами дополняют эти исследования. К недостаткам метода следует отнести: а/ невозможность отделения водорода на поверхности от водорода, осевшего на исследуемую поверхность во время хранения мишени или во время нахождения мишени в камере исследований; б/ малую чувствительность метода /~ 0,1 атомных %/ и относительно большую погрешность определения концентрации /~ 25%/; более тщательные измерения $\sigma(E)$ могут уменьшить величину этой погрешности; в/ при определении профиля по глубине не достигается тех разрешений, которые могут быть достигнуты при использовании для этих целей ядерных реакций /для реакции ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma){}^{12}\text{C}$ это разрешение ≤ 14 нм/. Однако этот недостаток, как уже указывалось, компенсируется простотой эксперимента и малыми затратами времени на его осуществление.

Авторы весьма благодарны группе эксплуатации ускорителя Ван-де-Граафа ЛНФ ОИЯИ за помощь в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Huan-Sheng Cheng et al. - Nucl. Instr. and Meth., 1983, 218, p.601.
2. Nagata S. et al. - Nucl. Instr. and Meth., 1985, 86, p.553.
3. Ziegler J.F. et al. - Nucl. Instr. and Meth., 1978, 149, p.19.
4. Turós A., Meyer O. - Nucl. Instr. and Meth., 1984, 84, p.92.
5. Pászti F. et al. - Nucl. Instr. and Meth., 1986, 815, p.486.
6. Wielunski L.S., Benenson R.E., Landford W.A. - Nucl. Instr. and Meth., 1983, 218, p.120.
7. Yamaguchi S. et al. - Nucl. Instr. and Meth., 1983, 218, p.598.
8. Ильхамов Р.А. и др. ОИЯИ, Р10-86-774, Дубна, 1986.
9. Ziegler J.F. The Stopping and Ranges of Ions in Matter. Vol.3, Pergamon Press, New-York, 1977.
10. Ingram D.C. et al. - Nucl. Instr. and Meth., 1985, 86, p.430.

Рукопись поступила в издательский отдел
19 декабря 1986 года.

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

D2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
D9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
D3,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтронной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.
D11-83-511	Труды совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике. Дубна, 1982.	2 р. 50 к.
D7-83-644	Труды Международной школы-семинара по физике тяжелых ионов. Алушта, 1983.	6 р. 55 к.
D2,13-83-689	Труды рабочего совещания по проблемам излучения и детектирования гравитационных волн. Дубна, 1983.	2 р. 00 к.
D13-84-63	Труды XI Международного симпозиума по ядерной электронике. Братислава, Чехословакия, 1983.	4 р. 50 к.
D2-84-366	Труды 7 Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1984.	4 р. 30 к.
D1,2-84-599	Труды VII Международного семинара по проблемам физики высоких энергий. Дубна, 1984.	5 р. 50 к.
D17-84-850	Труды III Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1984. /2 тома/	7 р. 75 к.
D10,11-84-818	Труды V Международного совещания по проблемам математического моделирования, программированию и математическим методам решения физических задач. Дубна, 1983.	3 р. 50 к.
	Труды IX Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1984 /2 тома/	13 р. 50 к.
D4-85-851	Труды Международной школы по структуре ядра, Алушта, 1985.	3 р. 75 к.
D11-85-791	Труды Международного совещания по аналитическим вычислениям на ЭВМ и их применению в теоретической физике. Дубна, 1985.	4 р.
D13-85-793	Труды XII Международного симпозиума по ядерной электронике. Дубна 1985.	4 р. 80 к.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

**ТЕМАТИЧЕСКИЕ КАТЕГОРИИ ПУБЛИКАЦИЙ
ОБЪЕДИНЕННОГО ИНСТИТУТА ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Индекс	Тематика
1.	Экспериментальная физика высоких энергий
2.	Теоретическая физика высоких энергий
3.	Экспериментальная нейтронная физика
4.	Теоретическая физика низких энергий
5.	Математика
6.	Ядерная спектроскопия и радиохимия
7.	Физика тяжелых ионов
8.	Криогеника
9.	Ускорители
10.	Автоматизация обработки экспериментальных данных
11.	Вычислительная математика и техника
12.	Химия
13.	Техника физического эксперимента
14.	Исследования твердых тел и жидкостей ядерными методами
15.	Экспериментальная физика ядерных реакций при низких энергиях
16.	Дозиметрия и физика защиты
17.	Теория конденсированного состояния
18.	Использование результатов и методов фундаментальных физических исследований в смежных областях науки и техники
19.	Биофизика

Ильхамов Р.А. и др.
Определение концентрационного профиля водорода методом измерения протонов отдачи

14-86-807

Описан метод определения профиля концентрации водорода, основывающийся на измерении протонов отдачи, выбиваемых пучком ионов ^4He , ускоряемых на электростатическом ускорителе Ван-де-Граафа ЛНФ. Измерение концентрации водорода в поверхностных и приповерхностных слоях исследуемых материалов проводилось при углах наклона пучка к плоскости мишени $\alpha = 2,5^\circ \div 4,5^\circ$ и угле детектирования $\theta = 10^\circ$. Измерение более глубоких профилей концентрации происходило при углах $\alpha = 15^\circ$ и $\theta = 30^\circ$. Расчет профиля концентрации проводился на ЭВМ по программе, построенной на основе моделирования теоретического спектра и сравнения его с экспериментальным. Программа учитывает влияние энергетического страгглинга в мишени и алюминиевом фильтре, а также влияние разрешения измерительного тракта на форму энергетического спектра протонов отдачи.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1986

Перевод О.С.Виноградовой

Ilkhamov R.A. et al.
Hydrogen Concentration Profile Determination by Recoil Proton Energy Spectra

14-86-807

The method of hydrogen concentration profile determination by proton elastic recoil detection (ERD) using ^4He ion beam from the Van de Graaf generator of JINR is described. For the shallow hydrogen profiles the target tilt angle $\alpha = 2.5^\circ - 4.5^\circ$ and the detector angle $\theta = 10^\circ$ were used, while for the deeper profiles $\alpha = 15^\circ$ and $\theta = 30^\circ$ were selected. The final hydrogen profiles were obtained by modelling experimental spectra. The effects of energy straggling in the target and Al stopper, and energy resolutions were included in the computer code designed for these purposes.

The investigation has been performed at the Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1986