

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Е.Ю. Боярко, Ю.Ю. Крючков, И.П. Чернов

МЕТОДЫ ЯДЕРНОГО АНАЛИЗА КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД

Учебное пособие

Издательство
Томского политехнического университета
Томск 2008

ББК 22.3
УДК 539.1
ЧЗ8

Боярко Е.Ю.

ЧЗ8 Методы ядерного анализа конденсированных сред: учебное пособие / Е.Ю. Боярко, Ю.Ю. Крючков, И.П. Чернов. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 303 с.

Учебное пособие подготовлено на кафедре общей физики. В работе изложены физические основы методов ядерного анализа на пучках заряженных частиц: резерфордовского и резонансного обратного рассеяния ионов гелия, ядер отдачи с использованием ионов гелия, углерода и азота, ядерных реакций, рентгено-флуоресцентный анализ, обсуждаются их возможности и ограничения. Рассмотрено сочетание этих методов с эффектом каналирования для исследования структуры твердого тела и местоположения примесных атомов. Проанализированы методические вопросы подготовки и проведения экспериментов с применением ядерно-физических методов исследования твердого тела.

Для студентов, магистров и аспирантов, занимающихся радиационной физикой твердого тела, ионной имплантацией, материаловедением и модификацией свойств полупроводников и материалов опто- и микроэлектроники, прикладной ядерной физикой. Полезно научным и инженерно-техническим работникам соответствующих специальностей.

Табл. 20. Илл. 118. Библ: 16 назв.

ББК 22.3
УДК 539.1

Рекомендовано к печати Редакционно-издательским советом
Томского политехнического университета

Рецензенты

Доктор физико-математических наук., профессор ТГПУ
В.И. Шишковский

Кандидат физико-математических наук, с.н.с. ИСЭ СО РАН
А.Г. Русских

© Томский политехнический университет, 2008

© Боярко Е.Ю., Крючков Ю.Ю., Чернов И.П.
2008

© Обложка. Издательство Томского
политехнического университета, 2008

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ	7
СПИСОК ОБОЗНАЧЕНИЙ	9
СПИСОК ОСНОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ	11
ГЛАВА 1. СПЕКТРОМЕТРИЯ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ ИОНОВ	12
1.1. Физические принципы	12
1.1.1. Сечение рассеяния	13
1.1.2. Кинематический фактор	15
1.1.3. Сечение торможения	20
1.1.4. Пробег ионов в веществе	30
1.1.5. Ширина спектра в обратном рассеянии	33
1.1.6. Форма спектра обратного рассеяния	38
1.2. Аналитические характеристики методов обратного рассеяния	40
1.2.1. Разрешение методов ОР по массам	40
1.2.2. Разрешение методов ОР по глубине	44
1.2.3. Стратегинг	47
1.2.4. Предел обнаружения малых концентраций элементов	50
ГЛАВА 2. СПЕКТРОМЕТРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ	53
2.1. Основные определения	56
2.1.1. Механизмы ядерных реакций	56
2.1.2. Сечение ядерной реакции	57
2.1.3. Кинематика ядерных реакций	59
2.2. Типы ядерных реакций	64
2.2.1. Неупругое рассеяние	64
2.2.2. Реакция радиационного захвата	65
2.2.3. Резонансные реакции	66
2.2.4. Реакции с перераспределением частиц	66
2.3. Метод анализа энергии	69
2.3.1. Реакции, возбуждаемые тепловыми нейтронами	70
2.3.2. Реакции, возбуждаемые заряженными частицами	72
2.3.3. Реакции с регистрацией γ – квантов	79
2.4. Метод резонансного обратного рассеяния быстрых ионов	85
2.4.1. Метод резонансного обратного рассеяния α -частиц высоких энергий (метод РезОР)	86
2.4.2. Метод резонансного обратного рассеяния α -частиц в резерфордовской области энергий (метод РОРез)	92

2.4.3. Некоторые методические особенности применения ядерных реакций	95
ГЛАВА 3. СПЕКТРОМЕТРИЯ ЯДЕР ОТДАЧИ	97
3.1. Основные физические принципы	97
3.1.1. Кинематический фактор	98
3.1.2. Сечение упругого рассеяния	101
3.2. Энергетические потери тяжелых заряженных частиц	103
3.2.1. Энергетические потери протонов	103
3.2.2. Энергетические потери α -частиц	104
3.2.3. Энергетические потери тяжелых ионов	105
3.3. Энергетический страгглинг тяжелых заряженных частиц	106
3.4. Основные аналитические характеристики метода	109
3.4.1. Массовое разрешение	109
3.4.2. Разрешение по глубине	110
3.4.3. Максимальная глубина анализа	118
3.4.4. Предел обнаружения	119
3.5.5. Чувствительность	122
ГЛАВА 4. СПЕКТРОМЕТРИЯ РАССЕЯНИЯ БЫСТРЫХ ИОНОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ	124
4.1. Эффект каналирования	125
4.2. Распределение потока ионов в каналах кристаллической решетки	134
4.3. Местоположение атомов в элементарной ячейке монокристалла	143
4.4. Деканалирование ионов в кристаллах. Анализ дефектов	152
4.5. Анализ материалов по выходу ХРИ, возбуждаемого каналированными ионами	157
ГЛАВА 5. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА РЕЗОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕСТОПОЛОЖЕНИЯ АТОМОВ КИСЛОРОДА, ВНЕДРЕННЫХ В РЕШЕТКУ КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ	162
5.1. Аналитические характеристики и методические особенности использования метода РезОР/К высоко энергетичных ионов ^4He при определении местоположения атомов кислорода в решетке кремния и германия	163
5.2. Экспериментально измеренные ориентационные зависимости выхода ионов гелия, рассеянных на атомах кислорода, внедренных в решетку германия и кремния	169

5.2.1. Ориентационные зависимости выхода ионов гелия, рассеянных на атомах кислорода, внедренных в решетку германия	170
5.2.2. Ориентационные зависимости выхода ионов гелия, рассеянных на атомах кислорода, внедренных в решетку кремния	172
5.3. Моделирование процесса многократного рассеяния заряженных частиц в решетке монокристалла (метод Монте-Карло)	174
5.3.1. Основные положения модели	176
5.3.2. Описание программы расчета	177
5.3.3. Эволюция потока альфа-частиц в решетке кремния	181
5.4. Расчет пространственного и углового распределения альфа-частиц в аксиальных каналах кремния в зависимости от угла падения (многоцепочное приближение)	185
ГЛАВА 6. РЕНГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ	193
6.1. Физические основы рентгеноспектрального анализа	193
6.1.1. Фотоэлектронное поглощение	195
6.1.2. Характеристическое рентгеновское излучение	199
6.1.3. Оже-эффект. Выход флуоресценции	203
6.1.4. Поток рентгеновской флуоресценции	206
6.2. Рассеяние рентгеновского излучения веществом	213
6.2.1. Рассеяние свободными электронами	214
6.2.2. Упругое рассеяние	219
6.2.3. Неупругое рассеяние	222
6.2.4. Рассеяние поляризованного излучения	225
6.3. Способы рентгеноспектрального анализа	230
6.3.1. Подготовка проб и образцов сравнения к анализу	230
6.3.2. Рентгеноспектральные измерения и их погрешности	233
6.3.3. Способ внешнего стандарта	240
6.3.4. Способ добавок	242
6.3.5. Способ внутреннего стандарта	243
6.3.6. Способ стандарта фона	248
6.3.7. Способ фундаментальных параметров	250
ГЛАВА 7. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА	253
7.1. Источники быстрых ионов	253
7.1.1. Электростатический генератор Ван-де-Граафа	254
7.1.2. Циклотрон	256

7.2. Экспериментальная установка для методов обратного рассеяния и ядер отдачи	260
7.2.1. Камера рассеяния и гониометр	262
7.2.2. Система регистрации и система мониторингования пучка	264
7.2.3. Методика ориентирования кристаллических образцов	267
7.3. Экспериментальное обеспечение рентгеноспектрального анализа с ионным возбуждением	273
7.3.1. Экспериментальная техника	273
7.3.2. Калибровка рентгеноспектральной установки с ионным возбуждением	278
7.4. Аппаратура для рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного анализа	281
ПРИЛОЖЕНИЯ (СПРАВОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ)	291
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	302

ПРЕДИСЛОВИЕ

Одна из замечательных особенностей современных технологий – важная роль поверхности и приповерхностных областей твердого тела. Ионная имплантация, импульсные ионные и электронные пучки, лазеры используются для изменения состава и структуры вещества, тонкие слои наносятся самыми разнообразными источниками, эпитаксиальные пленки выращиваются под действием молекулярных пучков, окисление и реакции катализа изучаются в поддающихся контролю условиях. Все это стало возможным благодаря доступности и широкому распространению методов исследования, чувствительных к составу и структуре поверхности твердых тел. Для удовлетворения технологических потребностей постоянно создаются новые методики и приборы, однако, принцип их действия сводится к нескольким фундаментальным процессам, которые управляют взаимодействием частиц с атомными ядрами. Данное пособие обращено к основам таких процессов, лежащих в основе методов ядерного анализа твердого тела. При подборе методов авторы руководствовались тремя принципами: методы должны быть неразрушающими и давать информацию об элементном составе и/или структуре исследуемого образца и они должны реализовываться на ускорителях тяжелых заряженных частиц. Метод обратного резерфордского рассеяния ионов позволяет определять элементный состав по глубине (профиль концентрации) и поверхности образца. Метод резерфордского обратного рассеяния изложен в гл. 1. Методам резонансного обратного рассеяния, ядер отдачи и ядерных реакций посвящены соответственно гл. 2,3. Эти методы позволяют получать надежные результаты при анализе легких (углерод, азот и кислород) и легчайших (водород и гелий) элементов в тяжелых матрицах и обладают исключительной избирательностью. Метод обратного рассеяния ионов в сочетании с эффектом каналирования используют при решении фундаментальных и прикладных задач физики твердого тела. В частности, для определения местоположения примесных атомов и собственных дефектов в элементарной ячейке кристалла, определения амплитуды тепловых колебаний атомов, изучения совершенства структуры кристалла и её нарушений при различных видах воздействия и др. Методы на основе эффекта каналирования рассмотрены в гл. 4,5. Методу элементного анализа твердого тела по выходу характеристического рентгеновского излучения, возбуждаемого быстрыми протонами и ионами, отведена глава 6. Авторы принимали непосредственное участие в создании экс-

периментального комплекса в НИИ ядерной физики при Томском политехническом университете на базе ускорителей – электростатического генератора ЭСГ –2,5 и циклотрона У-120М и в исследовательских программах по разработке методов и анализу материалов. Накопленный опыт обобщен в гл. 7. Осознавая необходимость обстоятельного рассмотрения методик, используемых в анализе тонких пленок и приповерхностных областей твердых тел, авторы считают, что для этой быстро меняющейся области исследований чрезвычайно важно глубокое понимание основных физических процессов, а не конкретных приборов и установок. Совершенствуются приборы, приходят новые исследователи, но фундаментальные процессы лежащие в основе методов ядерного анализа, остаются теми же самыми. Томск, сентябрь 2008 г.

СПИСОК ОБОЗНАЧЕНИЙ

A	– массовое число
а.е.м.	– атомная единица массы
A_0	– радиус Бора, $a_0 = \hbar^2/me^2 = 0,0529$ нм
$a_{ТФ}$	– радиус экранирования Томаса-Ферми
b	– прицельный параметр
d	– расстояние между атомами в цепочке
e	– заряд электрона, $e^2 = 1,44$ эВ·нм
E_0	– энергия налетающей частицы
E	– энергия регистрируемой частицы
E_1, E_2, E_3	– энергия частицы, рассеянной с глубины ℓ
ΔE	– разница в энергии частицы, рассеянной от атомов на поверхности и глубине ℓ
$\delta E_{уст}$	– энергетическое разрешение установки
$\delta E_{Д}$	– энергетическое разрешение детектора
δE_c	– энергетический страгглинг анализирующих ионов
$\delta E_{П}$	– неопределенность энергии ускоренных ионов
$\bar{E}_{вх}$	– средняя энергия частицы при входе в мишень
$\bar{E}_{вых}$	– средняя энергия частицы при выходе из мишени
$dE/dx, S(E)$	– удельные энергетические потери иона, движущегося в твердом теле
F_k	– поток каналирующих ионов
$F_{прим}$	– доля атомов примеси, занимающих узлы кристаллической решетки
H_i	– выход обратно рассеянных частиц в i -ом канале
k_{M_i}	– кинематический фактор
ℓ	– глубина
M_e	– масса покоя электрона
M	– атомная масса
M_1, M_2, M_i	– атомная масса анализирующего иона, элемента мишени, атома примеси
N	– концентрация атомов, атом/см ³
N_i	– концентрация i -го элемента
N_A	– число Авогадро
N_S	– число атомов мишени на 1 см ²
$(N\Delta x)_i$	– слоевая концентрация i -го элемента
N_d	– концентрация дефектов

Q	– число налетающих частиц
R	– радиус ядра
R_p	– проективный пробег ускоренного иона в твердом теле
S	– сечение ядерного торможения
$[S]$	– коэффициент энергетических потерь обратного рассеяния
x	– толщина
u_1, u_{\perp}	– амплитуда тепловых колебаний
Y	– выход на спектрах ОР, ядер отдачи
Y_d	– выход осевого спектра поврежденного кристалла
$Y_{н\>}, Y_{к}$	– выход на спектрах ОР неориентированных кристаллов и при каналировании
Z_1, Z_2	– атомный номер анализирующего иона, элемента мишени
Θ	– угол рассеяния
Θ_1	– угол влета
Θ_2	– угол вылета
Θ_D	– температура Дебая
Γ	– энергетическая ширина возбужденного состояния
ρ	– плотность, г/см ³
σ_D	– фактор деканалирования
σ_R	– сечение Резерфорда
$\sigma_{\text{экp}}$	– экранированное сечение рассеяния
$\sigma(\mathcal{G})$	– сечение рассеяния
ϕ	– угол отдачи
χ	– нормированный осевой выход вблизи поверхности
χ_v, χ_d	– нормированный осевой выход исходного кристалла, поврежденного кристалла
χ_r	– беспорядочная часть анализирующего пучка
ψ_1	– характеристический угол
$\psi_{1/2}, \psi_{\text{кр}}$	– критический угол каналирования
$\Delta\Omega$	– телесный угол детектора

СПИСОК ОСНОВНЫХ СОКРАЩЕНИЙ

РОР	– спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда
РезОР	– спектрометрия резонансного обратного рассеяния
ЯР	– анализ с помощью ядерных реакций
ЯО	– спектрометрия ядер отдачи, вылетающих вперёд
ХРИИП	– эмиссия характеристического рентгеновского излучения, индуцированного протонами
ХРИИИ(РСА)	– эмиссия характеристического рентгеновского излучения, индуцированного ионами
РОР/К	– спектрометрия обратного рассеяния Резерфорда в сочетании с эффектом каналирования
РезОР/К	– спектрометрия резонансного обратного рассеяния в сочетании с эффектом каналирования
ЯР/К	– спектрометрия ядерных реакций в сочетании с эффектом каналирования
ЯО/К	– спектрометрия ядер отдачи, вылетающих вперёд, в сочетании с эффектом каналирования
ХРИИП/К	– эмиссия характеристического рентгеновского излучения, индуцированного протонами, в сочетании с эффектом каналирования
ХРИИИ/К	– эмиссия характеристического рентгеновского излучения, индуцированного ионами, в сочетании с эффектом каналирования
ААЗЧ, ЧЗАА	– активационный анализ на заряженных частицах
НАА	– нейтронно-активационный анализ
МКС	– многокомпонентные структуры
ЭУ	– экспериментальная установка
ЭС	– энергетический спектр
РЭС (ХЭС)	– рэндомный (хаотический) энергетический спектр
ОЗВ	– ориентационная зависимость выхода
ИВК	– информационно-вычислительный комплекс
БППВ	– борновское приближение плоских волн
ПКП	– полуклассическое приближение
ПБС	– приближение бинарных столкновений

ГЛАВА 1. СПЕКТРОМЕТРИЯ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ ИОНОВ

1.1. Физические принципы

Для получения энергетического спектра рассеянных частиц хорошо коллимированный пучок ускоренных ионов (пучок ионов с малой угловой расходимостью) массой M_1 , порядковым номером Z_1 и энергией E_0 направляют на исследуемый образец под углом Θ_1 относительно нормали к облучаемой поверхности (см. рис. 1.1). Часть частиц пучка отражается от атомных ядер, находящихся в поверхностном слое, а большая часть проникает в среду и затем испытывает рассеяние. Рассеянные частицы регистрируются энергетическим спектрометром, основным элементом которого, как правило, является полупроводниковый поверхностно-барьерный детектор, устанавливаемый под углом Θ_2 к нормали образца или под углом Θ по отношению к направлению падения пучка (см. рис. 1.1).

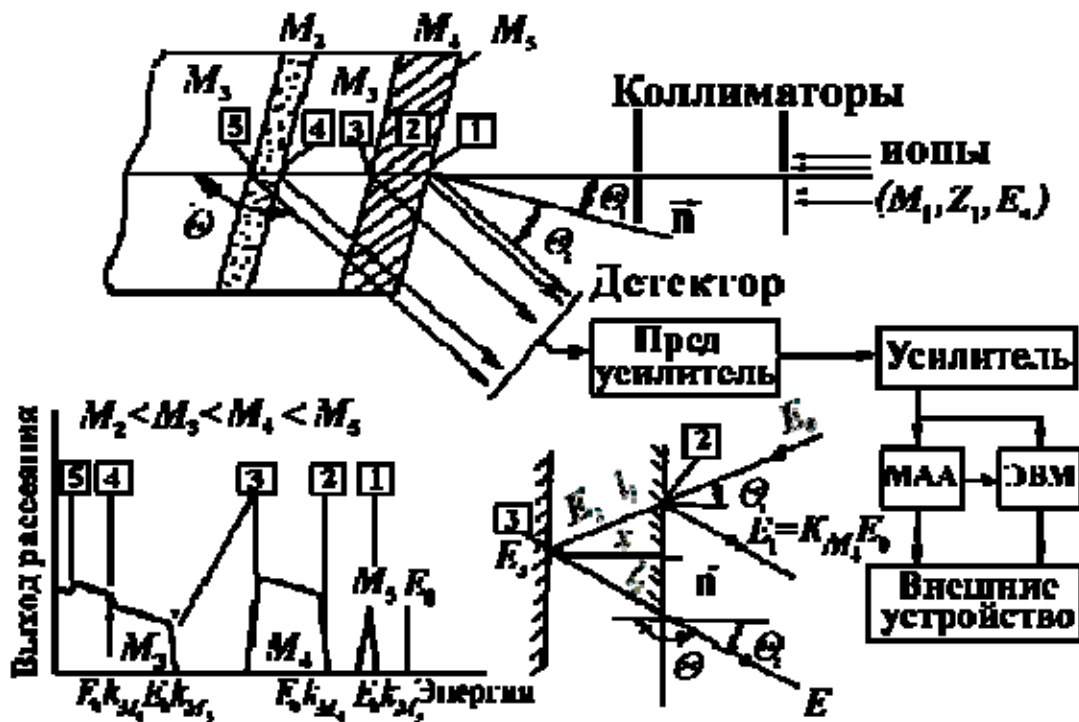


Рис. 1.1. Геометрия эксперимента, схема регистрации и идеализированный энергетический спектр от «толстой» мишени, (M_3 – основа, M_2 – примесь внедрения, M_4 – плёнка, M_5 – адсорбированная примесь, МАО – многоканальный амплитудный анализатор)

В зависимости от типа детектора регистрируется либо электромагнитное излучение (например, характеристическое рентгеновское излучение (ХРИ), возбуждаемое ионами), либо заряженные частицы (резерфордовское рассеяние, характерные ядерные реакции, ядра отдачи). А по положению детектора относительно направления падения пучка первичных частиц методы разделяют на спектрометрию обратного рассеяния ($90^\circ < \Theta < 180^\circ$) и прямого рассеяния ($0^\circ < \Theta < 90^\circ$). К первой группе относятся такие методы: метод резерфордовского обратного рассеяния (РОР), метод резонансного обратного рассеяния (РезОР), метод ядерных реакций с испусканием заряженных частиц. Ко второй группе относятся следующие методы: метод ядер отдачи (ЯО) и метод характеристического рентгеновского излучения (ХРИ).

1.1.1. Сечение рассеяния

Основой количественного анализа методами обратного рассеяния (ОР) является сечение дифференциального упругого рассеяния. Выход рассеянных ионов (интенсивность рассеяния) на атомах i -й компоненты с объёмной концентрацией N_i в тонком слое Δx даётся выражением

$$A_i = Q \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_i \Delta\Omega \frac{N_i \Delta x}{\cos \Theta_I}. \quad (1.1)$$

Здесь Q – полное число ионов, упавших на мишень за время набора энергетического спектра; $N_i \Delta x$ – содержание атомов в слое, $(d\sigma/d\Omega)_i$ – усреднённое дифференциальное поперечное сечение упругого рассеяния частиц анализирующего пучка на ядрах атомов; $\Delta\Omega = 2\pi \Theta d\Theta$ – элемент телесного угла.

Таким образом, при идентичных условиях анализа (постоянных Q , $\Delta\Omega$, и N_i) выход рассеянных ионов будет пропорционален $(d\sigma/d\Omega)_i$. Дифференциальное поперечное сечение рассеяния быстрых ионов на ядрах вещества включает чисто кулоновское рассеяние, ядерно-резонансное, ядерно-потенциальное и некогерентные члены рассеяния:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{кул} + \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{рез} + \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{пот} + \text{некогер. члены}. \quad (1.2)$$

Первые два члена в выражении (1.2) определяют две области использования упругого рассеяния в анализе материалов. Энергетическая граница между ними определяется кулоновским барьером – кулоновским потенциалом на расстоянии, равном сумме радиусов сталкивающихся ядер

$$B_k = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{R_1 + R_i}, \quad (1.3)$$

где e – заряд электрона. Если учесть, что $e \approx 1,44 \cdot 10^{-13}$ МэВ·см, а радиус ядра $R \approx r_0 \cdot A^{1/3}$ (A – массовое число в а.е.м. и r_0 – постоянная, равная $1,4 \cdot 10^{-13}$ см), и пренебречь R_1 в (1.3) при использовании ионов водорода или гелия, для оценки B_k в единицах МэВ получим простое выражение

$$B_k = Z_1 Z_2 A^{1/3}. \quad (1.4)$$

Значения B_k , рассчитанные согласно (1.4) для трёх видов ионов, представлены на рис. 1.2.

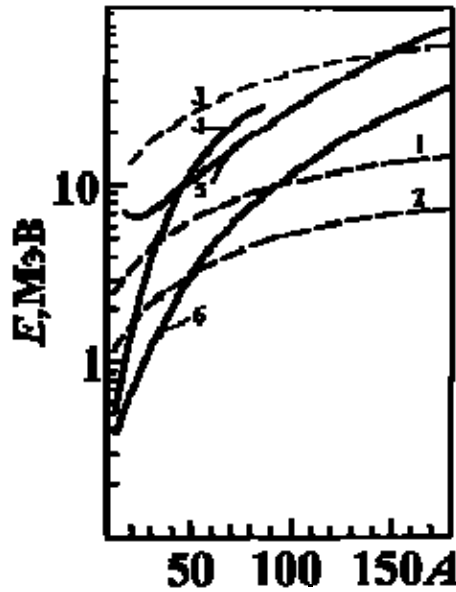


Рис. 1.2. Зависимость E_0 (сплошная линия) и B_k (пунктирная линия) от массового числа ядра мишени соответственно для ионов водорода (1,6), гелия (2,4) и углерода (3,5)

При энергиях сталкивающихся частиц ниже кулоновского барьера дифференциальное поперечное сечение рассеяния описывается известной формулой Резерфорда

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_0 \sin^2 \Theta} \right)^2 \frac{\left[\sqrt{1 - \left(\frac{M_1 \sin \Theta}{M_2} \right)^2} + \cos \Theta \right]^2}{\sqrt{1 - \left(\frac{M_1 \sin \Theta}{M_2} \right)^2}}. \quad (1.5)$$

Значения $d\sigma/d\Omega$, рассчитанные по (1.5) для различных комбинаций ион гелия – атом мишени и углов рассеяния Θ , представлены в приложении П.1.

Отклонение сечения упругого рассеяния от (1.5) наблюдается при малой скорости ионов, когда начинают проявляться эффекты, связанные с экранированием взаимодействующих ядер электронными оболочками, и при высокой энергии (свыше 1...2 МэВ/а.е.м.), когда существенную роль в упругом рассеянии начинают играть ядерные силы, т. е. в сечениях рассеяния начинает проявляться структура взаимодействующих ядер. Ввиду указанных особенностей сечения Резерфордовского рассеяния метод РОР является абсолютным, т. е. он не требует использования эталонных образцов для определения стехиометрического состава мишени.

С увеличением энергии вклад кулоновского рассеяния в поперечное сечение уменьшается, и начинают играть роль остальные члены. Резонансный член может значительно увеличить вклад в полное сечение рассеяния в области резонансных энергий, особенно под углами Θ , близкими к 180° . В функциях возбуждения рассеяния появляются резонансы. Как правило, сечение резонансного рассеяния в 2–3 раза, а иногда на 2–3 порядка выше сечения Резерфордовского рассеяния. В этом случае значения сечений сильно флуктуируют как от ядра к ядру, так и с изменением энергии взаимодействия. Для изолированного резонанса сечение упругого рассеяния удовлетворительно описывается известной формулой Брейта–Вигнера

$$\sigma(E_0) = \frac{\sigma(E_{рез}) \left(\frac{\Gamma}{2}\right)^2}{(E_0 - E_{рез})^2}. \quad (1.6)$$

Здесь $\sigma(E_0)$ – сечение при резонансной энергии $E_{рез}$, Γ – энергетическая ширина линии резонанса.

Очень часто экспериментальные сечения нормируют на сечение Резерфорда, поскольку формула Резерфорда предсказывает результат в абсолютных единицах. Метод ядерного микроанализа, основанный на применении резонансов в упругом рассеянии, называют методом резонансного обратного рассеяния (метод РезОР) и некоторые его аспекты будут рассмотрены в следующей главе.

1.1.2. Кинематический фактор

При упругом рассеянии структура сталкивающихся частиц не меняется, их суммарная энергия сохраняется, она лишь перераспределяется между ними. Следствием упругого рассеяния является изменение направления и импульса налетающего иона и приобретение энергии и импульса отдачи ядром атома мишени.

Основные закономерности процесса обратного рассеяния можно выяснить, если рассмотреть элементарный акт упругого соударения налетающего иона со свободным атомом. Пусть налетающая частица массой M_1 имеет скорость v и энергию E_0 ($E_0 = M_1 v^2 / 2$), а атом мишени с массой M_2 покоится. После столкновения значения скоростей v_1 и v_2 и энергий E_1 и E_2 налетающего иона и атома мишени определяются углом рассеяния Θ и углом отдачи ϕ . Обозначения и геометрия рассеяния в лабораторной системе координат приведены на рис. 1.3. Исходя из законов сохранения энергии и импульса в парном столкновении устанавливается однозначная связь между энергией E_1 после упругого взаимодействия, если известна энергия E_0 иона до рассеяния. Законы сохранения энергии и импульса, параллельных и перпендикулярных направлению движения налетающей частицы, выражаются уравнениями

$$\begin{aligned} \frac{1}{2} M_1 v^2 &= \frac{1}{2} M_1 v_1^2 + \frac{1}{2} M_2 v_2^2, \\ M_1 v &= M_1 v_1 \cos \Theta + M_2 v_2 \cos \phi, \\ 0 &= M_1 v_1 \sin \Theta - M_2 v_2 \sin \phi. \end{aligned}$$

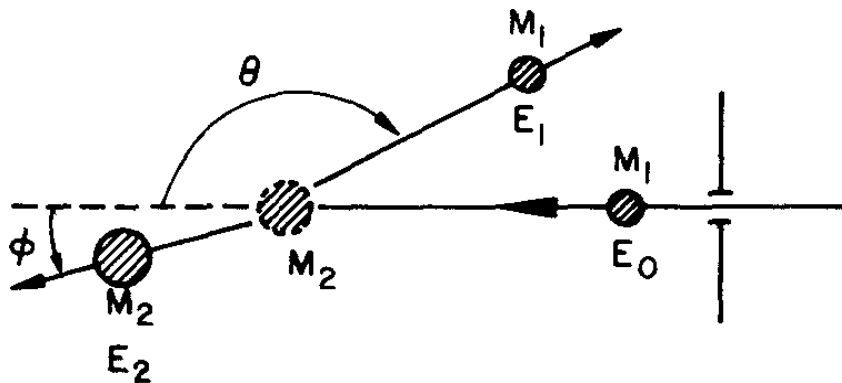


Рис. 1.3. Схема упругого столкновения движущейся со скоростью v и энергией E_0 частицы массой M_1 с первоначально неподвижным атомом мишени массой M_2 . Угол рассеяния Θ и угол отдачи ϕ отсчитываются от направления начального движения частицы и всегда положительны. Все величины относятся к лабораторной системе отсчета

Исключая сначала ϕ , а затем v_2 , находим отношение скоростей частицы

$$\frac{v_1}{v} = \frac{\pm \sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \Theta} + M_1 \cos \Theta}{M_2 + M_1}.$$

Отношение энергии налетающей частицы после соударения к ее энергии перед соударением, называется кинематическим фактором

$$k = \frac{E_1}{E_0}. \quad (1.7)$$

Вторая частица приобретет энергию $(1 - k)E_0$.

В общем случае кинематический фактор может быть записан в виде

$$k(\Theta, M_1, M_i) = \left(\frac{M_1 \cos \Theta \pm \sqrt{M_i^2 - M_1^2 \sin^2 \Theta}}{M_1 + M_i} \right)^2. \quad (1.8)$$

Как видно из (1.8), кинематический фактор зависит только от масс взаимодействующих частиц и угла рассеяния. Чтобы подчеркнуть зависимость k от массы атома мишени, обычно добавляется индекс: k_{M_i} . В выражении (1.8) M_1 и M_i – соответственно массы налетающего иона и ядра мишени, измеренные в атомных единицах массы; Θ – угол рассеяния (см. рис. 1.1) в лабораторной системе координат (л.с.к.). Значения кинематического фактора k для атомов различных элементов и угла рассеяния Θ приведены в приложении П.2. Зависимость кинематического фактора от массы атома мишени M_2 при фиксированном угле рассеяния $\Theta = 170^\circ$ изображена на рис. 1.4.

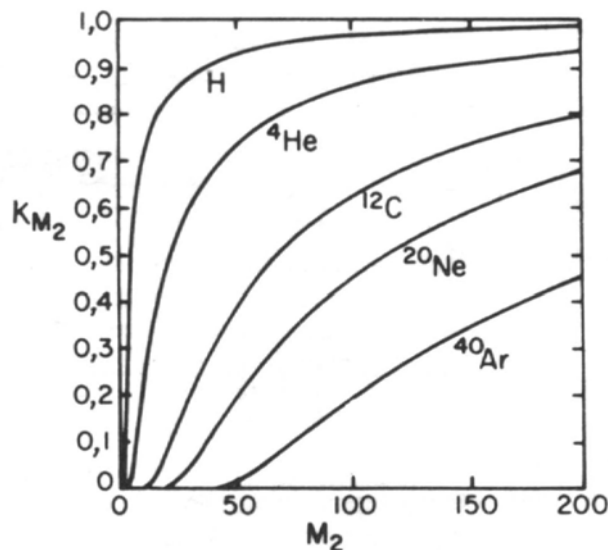


Рис. 1.4. Зависимости кинематического фактора k_{M_i} от массы M_i атомов мишени для ^1H , ^4He , ^{12}C , ^{20}Ne и ^{40}Ar при фиксированном угле рассеяния $\Theta = 170^\circ$

Выражение (1.8) для кинематического фактора получено в предположении, что соударение налетающего иона с атомом является чисто упругим. В случае твердотельного образца это справедливо, если вы-

полняются два условия: 1) энергия налетающей частицы должна быть достаточно высокой, чтобы передаваемая атому мишени энергия приводила к нарушению связи атома в узле решетки; 2) энергия налетающего иона не должна быть очень высокой, чтобы эффекты ядерных реакций и резонансного рассеяния не проявлялись. Второе условие для атомов легких элементов выполняется при энергии протонов и ионов гелия не выше соответственно 1 и 2 МэВ.

Кинематический коэффициент в области малых углов, независимо от масс сталкивающихся частиц, близок к единице (рис. 1.5). По мере увеличения угла рассеяния Θ коэффициент k (следовательно, и энергия рассеянных частиц) монотонно убывает. Скорость убывания зависит от M_1 и M_2 , она растет с увеличением массы рассеивающихся частиц и уменьшается с возрастанием M_1 . Различия в коэффициентах на соседних ядрах достигают своих максимальных значений при углах, близких к 180°

$$k = [(M_2 - M_1)/(M_2 + M_1)]^2 \quad (1.8a)$$

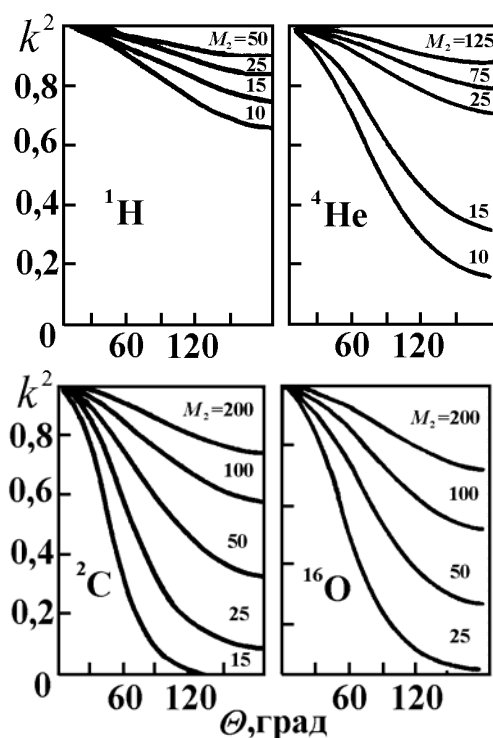


Рис. 1.5. Зависимость кинематического коэффициента k^2 от угла рассеяния для четырех видов ионов

Соответственно доля энергии, которую теряет ион в одном акте упругого рассеяния при этом угле, максимальна. Из-за последнего обстоятельства приходится вести анализ в обратной геометрии (см. рис. 1.1), т. е. использовать для идентификации атомных ядер ча-

стицы, рассеянные в обратную сторону по отношению к направлению падающего пучка. При $M_1 < M_i$ в выражении (1.8) берется знак плюс. В случае рассеяния ионов на угол 90°

$$k = \frac{M_2 - M_1}{M_2 + M_1}. \quad (1.8б)$$

Таким образом, измеряя энергию рассеянных ионов и угол рассеяния, можно с помощью соотношений (1.7) и (1.8) определить массу рассеивающего атома в том случае, если известны величины E_0 и M_1 . Это положено в основу использования

СОРБИ для определения элементного состава: положение по шкале энергий высоко энергетичного края парциального спектра i -й компоненты, соответствующее значению $k_i E_0$, используется для идентификации рассеивающих центров по массе. Если в состав образца входят атомы двух химических элементов, имеющих массу соответственно M_i и M_j (причем $M_i < M_j$), найти массу можно при условии: разность граничных энергий $E_i = k_i E_0$ и $E_j = k_j E_0$ достаточно велика и может быть измерена энергетическим спектрометром с разрешением δE_{cn} :

$$\Delta E_{ij} = (k_i - k_j) E_0 = \Delta k_{ij} E_0 > \delta E_{cn}. \quad (1.9)$$

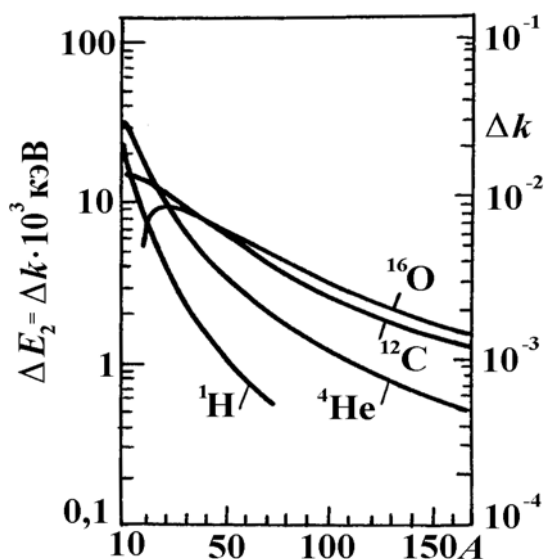


Рис. 1.6. Зависимость ΔE_{ij} и Δk_{ij} от массы

Величина ΔE_{ij} есть функция угла рассеяния, масс сталкивающихся частиц и энергии налетающих ионов. Исходя из рис. 1.4 можно сказать, что и Δk_{ij} и ΔE_{ij} растут с увеличением угла рассеяния θ . Очевидна и линейная зависимость ΔE_{ij} от E_0 . Поведение ΔE_{ij} и Δk_{ij} в зависимости от массового числа рассеивающего атома, рассчитанных согласно (1.9)

можно видеть на рис. 1.6 для ионов водорода, гелия, углерода и кислорода. В области легких ядер ($A < 25$) значение ΔE_{ij} выше для упруго рассеянных ионов водорода и гелия, в области средних и тяжелых ядер – для ионов углерода и кислорода. Из совместного рассмотрения рис. 1.4, 1.5 и 1.6 следует, что для увеличения ΔE_{ij} необходимо в эксперименте выбирать угол Θ близкий к 180° и использовать более тяжелые ионы с большей начальной энергией.

1.1.3. Сечение торможения

До этого момента предполагалось, что идентифицируемые атомы расположены на поверхности твердого тела. Рассмотрим, как с помощью СОРБИ можно определить зависимости концентраций элементов от глубины образца. Шкала глубины определяется энергетическими потерями dE/dx (используют также обозначение $S(E)$) ускоренных ионов (H^+ , d^+ , He^{++}) высоких энергий (0,5...5 МэВ) при их прохождении через твердое тело (см. рис. 1.1). Потери энергии прямо пропорциональны пройденной ионами толщине вещества, поэтому можно однозначно установить соответствие энергетического спектра регистрируемых частиц со шкалой глубины. Выход обратно рассеянных частиц пропорционален соответствующему сечению рассеяния; следовательно, зная потери энергии и сечения взаимодействия, можно найти зависимость элементного состава от глубины. При движении в образце ускоренные ионы теряют энергию (тормозятся) и изменяют направление движения (рассеиваются). Потери энергии частицы складываются из потерь $S_{\text{яд}}(E)$ в соударении с атомными ядрами (упругие столкновения) и потерь $S_{\text{эл}}(E)$, обусловленных столкновениями с электронами атомов (неупругие столкновения)

$$S(E) = S_{\text{яд}}(E) + S_{\text{эл}}(E). \quad (1.10)$$

Относительный вклад этих механизмов в общие энергетические потери зависит от энергии и атомного номера анализирующего иона: при малых E_0 и больших Z_1 преобладает ядерное торможение, при больших E_0 и малых Z_1 – электронное. Последнее соответствует спектрометрии обратного рассеяния быстрых ионов. Более того, рассеяние на ядрах происходит значительно реже, чем взаимодействие с электронами, так как ядра атомов имеют ничтожные по сравнению с самими атомами размеры, поэтому, описывая торможение частицы, в первом приближении можно пренебречь ядерным торможением и рассматривать только электронные потери энергии.

В каждом столкновении иона с электроном первый передает второму лишь малую часть кинетической энергии и отклоняется от своего первоначального положения на очень маленький угол. Процесс торможения

иона на электронах принято считать непрерывным, потери энергии в этом случае называют непрерывными электронными потерями, а траекторию движения частицы в среде до и после соударения с ядром представляют прямой линией (см. рис. 1.1). Если рассеяние произойдет на угол Θ (см. рис. 1.1), а кинетической энергии продуктов взаимодействия будет достаточно, чтобы, потеряв часть энергии на отрезке пути от точки соударения до поверхности, выйти из мишени, то частицы регистрируются детектором, амплитуда сигнала которого пропорциональна энергии попадающего в него иона. Сигналы с детектора после прохождения спектрометрического тракта поступают на многоканальный анализатор импульсов. Таким образом, информация о мишени регистрируется в виде энергетического спектра обратно рассеянных (ЭСОР) частиц, где по оси абсцисс откладывается номер канала анализатора (он однозначно связан с энергией регистрируемых частиц), а по оси ординат – выход рассеянных частиц (выражение (1.1)). В дальнейшем для краткости, особенно на рисунках, вместо выражения «выход рассеянных частиц» будет использован термин «выход рассеяния». Форма спектра зависит от энергетических потерь, которые, в свою очередь, определяются рядом факторов: энергией, атомным номером и массой налетающего иона, плотностью вещества ρ и концентрацией атомов N мишени и т. п.

Чтобы измерять потери энергии, мы должны определить две величины: расстояние Δt , которое ион проходит в мишени, и потерю энергии ΔE на этом расстоянии. Плотность ρ и концентрация N обычно объединяются с этим расстоянием в выражения вида $\rho\Delta t$ или $N\Delta t$, задающие количество вещества на единицу площади или число атомов на единицу площади, через которую должно пройти излучение, чтобы оставить в мишени энергию ΔE . Существуют различные способы описания энергетических потерь. Обычно для этого используют следующие величины: dE/dx , эВ/Å, – удельные энергетические потери или линейная тормозная способность (используют также обозначение $S(E)$); $(1/\rho) \times dE/dx$, эВ/(мг·см⁻²) – массовая тормозная способность; и $\varepsilon = (1/N)dE/dx = (1/N)S(E)$ – сечение торможения, эВ/(атом·см⁻²), которое представляет собой удельные потери энергии, рассчитанные на один атом, находящийся на 1 см² поверхности образца. Тормозная способность вещества в свою очередь характеризуется средними удельными потерями энергии и определяется через сечение торможения

$$S(E) = \varepsilon(E)N. \quad (1.11)$$

В теории неупругих столкновений заряженных частиц с атомами или молекулами мишени рассматриваются отдельно случаи быстрых и медленных соударений. Критерием является отношение скорости налета-

тающей частицы к средней орбитальной скорости атомных или молекулярных электронов в данной оболочке или подоболочке атома мишени. Когда скорость налетающей частицы намного превышает скорость орбитального электрона (случай быстрых частиц), влияние частицы на атом можно рассматривать как внезапное малое внешнее возмущение. Эта картина приводит к теории торможения Бора, разработанной на основе классической механики. В столкновении происходит мгновенная передача энергии от налетающей частицы к электрону мишени. Энергию, передаваемую быстрой частицей неподвижному ядру или электрону, можно вычислить по формулам рассеяния в центральном силовом поле. Бор нашел, что энергетические потери быстрой нерелятивистской частицы с зарядом Z_1e , массой M_1 и скоростью v при ее торможении в среде, содержащей N атомов в единице объема,

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi e^4 Z_1^2 N}{mv^2} \sum_{s=1}^{s=Z_2} \ln \frac{KM_1 m v^3}{\omega_s e^2 Z_1 (M_1 + m)}, \quad (1.12)$$

где e , m – заряд и масса электрона; ω_s – характерная частота s -го электрона; $K = 1,123$. Суммирование осуществляется по всем электронам атома мишени, общее число которых равно Z_2 . Для того чтобы формулу Бора можно было применять для описания торможения ионов, необходимо, чтобы выполнялись следующие соотношения между скоростью v , зарядом иона Z_1e и порядковым номером атома мишени Z_2 :

$$Z_2 \ll v/v_0, \quad (1.13a)$$

$$(Z_2^2 Z_1)^{1/3} \ll v/v_0, \quad (1.13б)$$

где $v_0 = 2.19 \cdot 10^{18}$ см·с⁻¹ – боровская скорость электрона, находящегося на самой близкой к ядру орбите атома водорода. Такую скорость, например, имеют ионы He⁺⁺ с энергией 0,1 МэВ или ионы H⁺ с энергией 25 кэВ. Чтобы пренебречь квантовыми эффектами, необходимо выполнение еще одного условия

$$Z_1 \gg v/v_0. \quad (1.13в)$$

С увеличением скорости сечение торможения уменьшается, так как частица проводит меньше времени в окрестности атома. При низких энергиях (случай малых скоростей) этот аргумент не срабатывает, и оказывается, что сечение торможения пропорционально скорости. Максимум сечения торможения достигается при некоторой энергии, разделяющей две указанные области (см. рис. 1.7). Обычно в спектрометрии обратного рассеяния используется диапазон энергий, расположенный немного выше значения, соответствующего максимуму.

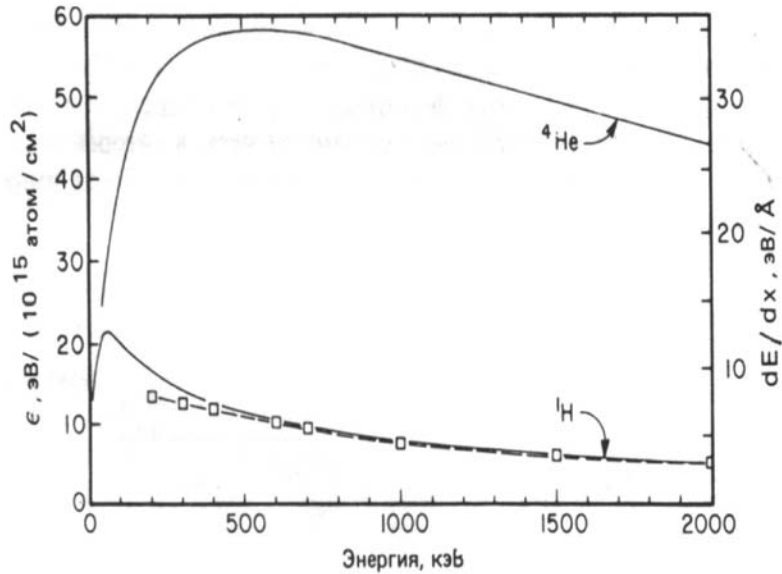


Рис. 1.7. Скорость потерь энергии $S(E)$ и сечение торможения ε для ионов ${}^4\text{He}$ и ${}^1\text{H}$ в алюминии

Квадратиками на рис. 1.7 отмечена линия $\varepsilon_H^{Al} = (\varepsilon_{He}/4)_{E/4}$, полученная из кривой потерь для ионов He^{++} следующими масштабными преобразованиями: сжатием по оси энергий ($E/4$) для сравнения потерь при одинаковых скоростях и уменьшением величины потерь в 4 раза в силу их Z_1 -зависимости. Плотность атомов алюминия равна $6 \cdot 10^{22}$ атом/см².

Штриховая кривая и квадратик на рис. 1.7 показывают значения потерь энергий для ионов ${}^4\text{He}$ в Al, уменьшенные в четыре раза [$Z_1^2(H)/Z_1^2(He) = 1/4$] и отнесенные к величине энергии, в четыре раза меньшей, чем на графике для He [$M(H)/M(He) = 1/4$], т. е. при одинаковых скоростях. При прохождении через вещество атомы He или H считаются полностью ионизованными (He^{++} или α -частица, H^+ или протон), так как скорость движения атомов настолько велика, что они теряют все свои электроны. С уменьшением скорости средний заряд налетающей частицы уменьшается, и число электронов среды, которые могут быть возбуждены взаимодействием, также становится меньше; поэтому потери энергии падают. Резюмируя, можно отметить, что теория Бора может быть применена лишь для описания торможения весьма тяжелых ионов в мишенях, состоящих из легких атомов. Кроме того, для выполнения условий (1.10б) и (1.10в) энергия налетающих ионов должна лежать в районе нескольких десятков мегаэлектронвольт, что практически не используется в спектрометрии обратного рассеяния.

Квантовая теория торможения быстрых заряженных частиц, основанная на применении борновского приближения для расчета дифференциального сечения неупругого рассеяния, разработана Бете. Условие

применимости борновского приближения к столкновениям ионов с атомами записывается в виде

$$v \gg Z_1 v_0 \quad (1.13z)$$

Формула торможения Бете для быстрых нерелятивистских частиц с массой, значительно большей электронной массы, имеет вид

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi e^4 Z_1^2 Z_2 N}{mv^2} \ln \frac{2mv^2}{I}. \quad (1.14)$$

В этом выражении торможение частицы определяется через средний ионизационный потенциал $-I$. Формула торможения Бете (1.14) применима в противоположность формуле Бора (1.12) для описания торможения легких ионов с высокими скоростями. Она может быть использована для расчета торможения, например, ионов гелия лишь при энергиях, превышающих несколько мегаэлектронвольт.

Блохом на основе квантовомеханического подхода разработана теория, обобщающая результаты Бора и Бете. Согласно этому рассмотрению энергетические потери тяжелых заряженных частиц

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi e^4 Z_1^2 Z_2 N}{mv^2} \left[\ln \frac{2mv^2}{I} + \Psi(I) - \operatorname{Re} \left(I + i \frac{Z_1 e^2}{\hbar v} \right) \right], \quad (1.15)$$

где Ψ – логарифмическая производная гамма-функции; $\operatorname{Re}(\Psi)$ действительная часть функции Ψ . В случае тяжелых ионов и относительно низких скоростей, когда $Z_1 e^2 / (\hbar v) \gg 1$, формула Блоха (1.15) переходит в формулу Бора (1.12), а для быстрых легких ионов $Z_1 e^2 / (\hbar v) \ll 1$ формула Блоха становится идентичной формуле Бете (1.14). Область ее применимости определяется неравенством $v \gg Z_2 v_0$. Кроме того, должно быть выполнено следующее неравенство:

$$(Z_2 Z_1)^{1/2} \ll v/v_0. \quad (1.16)$$

Средний ионизационный потенциал, входящий в формулы теории Бете и Блоха, по существу, представляет собой подгоночный параметр и обычно определяется из экспериментов по торможению заряженных частиц. Используя простые статистические оценки, Блох показал, что в рамках теории Томаса–Ферми

$$I = I_0 Z_2, \quad (1.17)$$

где I_0 – константа, в первом приближении, равная постоянной Ридберга ($R = 13,6$ эВ). Как показали экспериментальные исследования, величина

I_0 не является постоянной величиной, а несколько уменьшается с ростом Z_2 . Расчетные данные заметно отличаются от экспериментальных результатов, особенно в области с большим атомным номером тормозящего вещества. Можно проследить также зависимость от оболочечной структуры атомов. В результате анализа экспериментальных данных в рамках модифицированной модели Томаса–Ферми Стернхаймер предложил следующее выражение для среднего потенциала ионизации:

$$I_0 = a + bZ_2^{-p}, \quad (1.18)$$

где $a = 9,76$; $b = 58,8$; $p = 1,19$ (см. рис. 1.8).

Помимо общей тенденции к снижению величины среднего ионизационного потенциала при увеличении Z_2 наблюдаются осцилляции I , которые коррелируют с заполнением электронных оболочек атома (см. рис. 1.8).

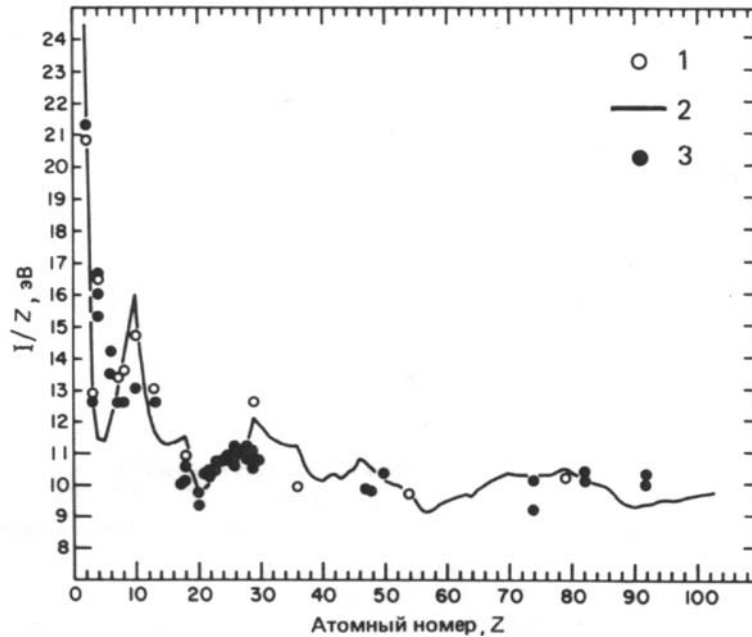


Рис. 1.8. Средняя энергия ионизации, вычисленная по теории Линдхарда и Шарфа с использованием распределения заряда Хартри–Фока–Слэтера. Расчетная зависимость I/Z от атомного номера обнаруживает структуру, наблюдаемую во многих экспериментах.

1, 2 – расчеты; 3 – эксперимент

В работах Линдхарда и Шарфа развит отличный от метода Бете подход к торможению, основанный на модели свободного электронного газа и атомной модели Томаса–Ферми. Энергетические потери заряженных частиц в свободном электронном газе могут быть рассчитаны, если известна диэлектрическая функция для свободного электронного газа $\xi(\mathbf{k}, \omega)$.

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi e^4 Z_1^2 n}{mv^2} L, \quad (1.19)$$

где

$$L = \frac{i}{\pi\omega_{рез}^2} \int_0^\infty \frac{dk}{k} \int_{-h\nu}^{+h\nu} \omega d\omega \left[\frac{1}{\varepsilon(k, \omega)} - 1 \right], \quad (1.20)$$

$\omega_{рез} = 4\pi e^2 n/m$ (n – электронная плотность).

Необходимо отметить, что диэлектрическая функция $\varepsilon(\mathbf{k}, \omega)$, зависящая от волнового вектора \mathbf{k} и частоты ω , описывает как одночастичные, так и плазмонные возбуждения. В случае высоких скоростей формула торможения в свободном электронном газе по структуре подобна формуле Бете, однако, отличается тем, что в качестве характерной частоты в нее входит классическая частота собственных колебаний электронного газа:

$$L = \ln \frac{2mv}{\hbar\omega_{рез}^2}. \quad (1.21a)$$

В предположении, что электронная плотность атомов мишени медленно изменяется в пространстве, можно записать функцию торможения L для атома:

$$L_{ам} = \frac{4\pi}{Z_2} \int_0^\infty r^2 dr n(r) L(n, v). \quad (1.21б)$$

Расчет торможения с учетом диэлектрического формализма позволяет описывать такие эффекты твердого тела, как возбуждение плазмонных колебаний и влияние электронной структуры реального твердого тела на энергетические потери ускоренных частиц. Влияние распределения электронной плотности в довольно грубом приближении может быть также учтено с помощью функции $L(n, v)$, которая рассчитывается с диэлектрической функцией свободного электронного газа, $n(r)$, получаемой из расчетов атомной электронной плотности по Хартри–Фоку. Описанное приближение использовано Чу для объяснения Z_2 -осцилляций сечения торможения легких ионов. Попытки выяснить влияние перераспределения электронной плотности в рамках этой модели нельзя считать удачными. Согласие с экспериментом при учете перераспределения электронной плотности в твердом теле в рамках данной модели ухудшается, что сильнее всего проявляется при относительно низких энергиях ($E \leq 400$ кэВ для альфа-частиц). Это обусловлено не-

правомерностью применения формулы для $L_{ат}$ в случае, когда электронная плотность резко изменяется в пространстве, что справедливо для атомов с учетом их оболочечной структуры. Следовательно, для корректных расчетов торможения ионов необходимо учитывать электронную структуру твердого тела уже при построении диэлектрической функции $\epsilon(\mathbf{k}, \omega)$.

Более детальное рассмотрение теорий торможения выходит за рамки пособия, но важно было убедиться, что для расчета потерь энергии ионов до сих пор не получено простое аналитическое выражение и проведение расчетов по существующим теориям достаточно трудная задача.

Отсутствие простых аналитических выражений, описывающих энергетические потери в широком диапазоне энергий, включая и промежуточные, где торможение максимально, с одной стороны, и большое количество экспериментально измеренных тормозных способностей для всевозможных сочетаний ион-мишень, с другой, привело к большому числу полуэмпирических выражений. Одна из таких формул предложена Вареласом и Бирзаком

$$1/\epsilon = 1/\epsilon_n + 1/\epsilon_b, \quad (1.22)$$

где ϵ_n , ϵ_b – соответственно сечение торможения при низкой и высокой энергии ионов. В случае протонов с энергиями 10...1000 кэВ тормозные способности материалов описываются выражениями

$$\epsilon_n = C_2 E_0^{0,45}, \quad (1.22a)$$

$$\epsilon_b = (C_3 / E_0) \ln[1 + (C_4 / E_0) + (C_5 / E_0)], \quad (1.22б)$$

а для $E > 1000$ кэВ

$$\epsilon = (C_6 / \beta^2) \left[\ln \left(\frac{C_7 \beta^2}{1 - \beta^2} \right) - \beta^2 - \sum_{i=0}^4 C_{i+8} (\ln E_0)^i \right]. \quad (1.22в)$$

Здесь $\beta = v/c$ (c – скорость света). Для ионов гелия с начальными энергиями, наиболее часто встречающимися в СОРБИ, $1 \text{ МэВ} < E < 10 \text{ МэВ}$ сечения торможения рассчитываются с помощью выражений

$$\epsilon = C_1 E_0^{C_2} \quad (1.22г)$$

$$\epsilon_b = (C_3 / E_0) \ln[1 + (C_4 / E_0) + (C_5 / E_0)].$$

В формулах (1.22а) – (1.22г) энергия E_0 измеряется в единицах МэВ; ϵ – в эВ/(10^{15} атом·см⁻²); C_1 – C_5 коэффициенты, которые для ионов водорода и гелия представлены в приложениях П.5, П.8 и П.9. Использование

полуэмпирических формул в некоторых случаях приводит к погрешности в определении сечений торможения до 10...20 %, поэтому ведутся постоянные работы по их уточнению. На рис. 1.9. приведены результаты расчетов ϵ для ионов гелия в различных мишенях. Максимум на кривых соответствует энергиям, при которых скорости налетающих частиц приблизительно равны скорости атомных электронов.

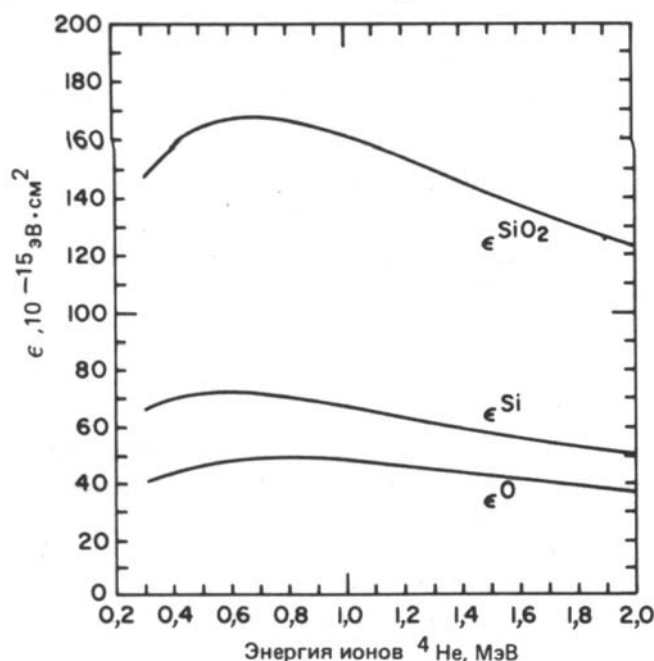


Рис. 1.9. Сечения торможения ϵ ионов ${}^4\text{He}$ в Si , O и SiO_2 . Сечение торможения в SiO_2 , определялось по правилу Брэгга $\epsilon^{\text{SiO}_2} = \epsilon^{\text{Si}} + 2\epsilon^{\text{O}}$ при $2,3 \cdot 10^{22}$ молекула/см³ SiO_2

На рис. 1.9 представлены расчеты как для мишени, состоящей из атомов одного сорта (Si и O), так и для соединения (SiO_2). В мишени, состоящей из более чем одного элемента, потери энергии складываются из потерь на отдельных элементах с весом, равным относительному содержанию элементов. Этот постулат известен как правило Брэгга и Климана (или правило аддитивности) и гласит, что сечение торможения $\epsilon^{A_m B_n}$ в твердом теле, имеющем состав $A_m B_n$, определяется выражением

$$\epsilon^{A_m B_n} = m\epsilon^A + n\epsilon^B, \quad (1.23)$$

где ϵ^A и ϵ^B – сечения торможения на атомах элементов A и B .

В качестве конкретного примера возьмем соединение SiO_2 . Тогда на микроскопическом уровне выполняется

$$\epsilon^{\text{SiO}_2} = \epsilon^{\text{Si}} + 2\epsilon^{\text{O}},$$

где $\varepsilon^{\text{SiO}_2}$ – тормозная способность в расчете на одну молекулу, так что $dE/dx = N\varepsilon^{\text{SiO}_2}$, где $N = 2,3 \cdot 10^{22} \text{ см}^{-2}$ – число молекул SiO_2 в единице объема. Потери энергии dE/dx ионов He^{++} с энергией 2,3 МэВ равны 28,3 эВ/ , что близко к значению 24,6 эВ/ в чистом кремнии.

Правило аддитивности применяется как для сплавов, так и для других сложных соединений отдельных элементов. Тормозная способность вещества, содержащего элементы с атомными номерами Z_i и весовыми множителями k_i , рассматривается как линейная комбинация тормозных способностей отдельных элементов. Правило аддитивности не учитывает химических связей, кристаллической структуры или физического состояния мишени.

Вопрос о применимости правила аддитивности обсуждался достаточно широко, поскольку от этого зависят результаты исследований сложных соединений и сплавов. Основной вывод сводится к тому, что правило аддитивности достаточно хорошо оправдывает себя в области сравнительно высоких энергий. Однако, в этой области есть исключения, так для полистирола при энергиях протонов 2...6 МэВ правило аддитивности не выполняется. В области низких скоростей падающих ионов оно оказалось неприменимым для углеводородных соединений при энергии протонов ниже 150 кэВ, поэтому его применение для протонов с энергией ниже 100 кэВ сомнительно.

В ряде работ высказано предположение, что тормозная способность зависит от физического состояния и структуры молекул тормозящего вещества, чем объяснялось различие значений тормозной способности элементов, находящихся в газообразном и твердом состояниях, например водорода. В приложении П.8 и П.9 приведены значения коэффициентов аппроксимации сечения торможения ионов He при низких энергиях соответственно для твердого тела и газа. Кроме того, на тормозную способность вещества сложного состава могут влиять химические связи. В частности, для углеводородных атомов было обнаружено, что правило аддитивности применимо к соединениям, содержащим одинарные и двойные связи, но неприменимо к соединениям с тройными связями, хотя, возможно, и соединения с двойными связями также требуют учета молекулярной структуры.

При обсуждении влияния химического и физического состояния мишени на тормозную способность предполагается, что и происхождение Z_2 -осцилляций поперечного сечения торможения и эффектов химического и физического состояния связано с конфигурациями электронного облака, которое изменяется в различных соединениях или агрегатных состояниях. Измерения тормозной способности конденсированных газов показали, что при энергиях ионов гелия свыше 1 МэВ

данные для твердой и газовой фаз согласуются в пределах ошибки опыта, а при энергиях ниже 1 МэВ тормозная способность вещества в твердой фазе на 5 % превышает тормозную способность газов. Однако, это различие оказалось гораздо меньше, чем предполагалось теоретически, и слишком малым, чтобы объяснить отклонение от правила аддитивности для оксидов. Возможно, более сильное влияние на торможение оказывают различия химических связей в металлах или в молекулярном кислороде и оксидах, чем физическое состояние системы. Заметим, что на точность расчетов тормозной способности соединений по правилу аддитивности в значительной степени оказывают влияние выбор значений тормозных способностей элементов, для которых разброс экспериментальных величин велик, особенно в области низких энергий.

1.1.4. Пробег ионов в веществе

Пробег частицы с начальной энергией E_0 , движущейся в некоторой среде, определяется как средняя длина пути, пройденная частицей до полной остановки. Экспериментально пробег находят как среднее расстояние, пройденное частицей в направлении первоначального движения (проекция пробега). В результате последовательных столкновений движущийся ион постепенно теряет свою энергию и останавливается. Каждое столкновение приводит к некоторому отклонению на небольшой угол – ион движется по сложной траектории. Существуют различные определения пробега. Линейный (полный, эффективный) пробег R_L определяется как полная длина пути, пройденная тормозящимся ионом (см. рис. 1.10). Векторный пробег R_V – это расстояние от точки начала движения иона в среде до точки остановки. Продольный (проективный) пробег R_P представляет собой проекцию векторного пробега на направление первоначального движения. Поперечный пробег R_I – это расстояние от точки остановки иона до оси, вдоль которой первоначально двигалась частица. Эта величина характеризует степень отклонения иона от первоначального направления движения.

Пробег выражают либо в линейных единицах, либо в единицах поверхностной плотности. Очевидны соотношения

$$R = 10^8 R \text{ см} = 10^5 R/\rho \text{ мг/см}^2, \quad (1.24)$$

где ρ – плотность тормозящего вещества.

Экспериментально чаще всего пробег определяется по кривым трансмиссии. Измеряется интенсивность пучка с начальной энергией E_0 , прошедших последовательно увеличивающийся слой исследуемого вещества поглотителя. В идеальном случае при определенной толщине поглотителя интенсивность должна скачком упасть до нуля. Статисти-

ческий характер столкновений приводит к тому, что частицы с одинаковой начальной энергией проходят различные расстояния. (см. рис. 1.10). Пробеги обладают некоторым распределением относительно среднего значения

$$\langle R \rangle = \int RP(R)dR, \quad (1.25)$$

где $P(R)$ – вероятность пробега при некоторой начальной энергии E_0 . За меру разброса пробега принимают дисперсию или второй момент распределения. Для проективного пробега

$$D = \int R^2 P(R)dR = \langle R_{\Pi p}^2 \rangle - \langle R_{\Pi p} \rangle^2. \quad (1.26)$$

Типичным распределением является гауссово распределение

$$P(R) = \frac{1}{\sqrt{2\pi D}} \exp\left\{-\frac{(R - \langle R \rangle)^2}{2D}\right\}. \quad (1.28)$$

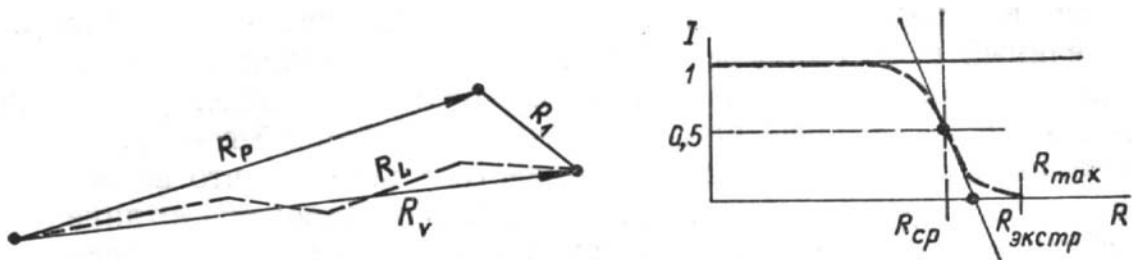


Рис. 1.10. К определению пробега

Различают средний, экстраполированный и максимальный пробеги. Средний пробег соответствует толщине слоя вещества поглотителя, в котором тормозится половина падающих ионов. Экстраполированный пробег определяется точкой пересечения с осью абсцисс касательной к кривой $I(d)$ в точке, соответствующей уменьшению интенсивности в два раза. Максимальный пробег – наибольшее расстояние, проходимое ионом в веществе. Заметим, что во всех случаях речь идет о проекции пробега, и для перехода к линейному пробегу необходимо учесть поправки на многократное рассеяние.

Если известна тормозная способность $S(E)$, то пробег определяется выражением

$$R(E) = \int_0^E dE' / S(E'). \quad (1.29)$$

Это полный линейный пробег. Для практических расчетов предыдущее выражение записывают так:

$$R(E) = R(E_0) + \int_{E_0}^E dE' / S(E') = R(E_0) - R'(E). \quad (1.30)$$

Величину $R'(E)$ называют остаточным пробегом, а $R(E_0)$ – начальным пробегом частицы с энергией E_0 (определяется экспериментально). Понятие об остаточном пробеге используется при расчете потерь энергии ионом, прошедшем через конечный слой вещества. На практике при расчетах пробегов очень часто используют различные эмпирические выражения вида

$$R(E) = a + bE^c, \quad (1.31)$$

где a , b и c – эмпирические константы.

При прохождении через вещество заряженная частица рассеивается кулоновским полем ядра на небольшие углы ϑ . В результате многократного рассеяния частица отклоняется от первоначального направления на величину, зависящую от числа соударений и угла ϑ . Влияние многократного рассеяния проявляется в угловом распределении пучка частиц, прошедших через поглотитель, в отличии измеренных пробегов от их истинной длины и, наконец, в увеличении потерь энергии за счет многократных соударений. При расчетах угловых распределений, обусловленных многократным рассеянием, наиболее широко используются результаты, полученные Мольер. Более поздние вычисления показали, что теория Мольер содержит неточные приближения, в связи с чем были проведены более последовательные расчеты. Однако результаты расчетов для рассеяния протонов средних энергий мало отличались от результатов расчета Мольер. Экспериментально измеренные угловые распределения протонов с энергией 6,6 МэВ, дейтронов и альфа-частиц с энергиями 12,5 и 24 МэВ соответственно, прошедших через кремниевые поглотители, обнаружили хорошее согласие с расчетами по формулам Мольер.

Влияние многократного рассеяния необходимо учитывать при сопоставлении экспериментальных пробегов с вычисленными. В приближенном расчете с учетом поправок на многократное рассеяние наблюдаемый пробег выражается через проекцию среднего пробега следующим образом:

$$R_{набл} = \sum_i l_i \cos \vartheta_i \approx \sum_i l_i (1 - \vartheta_i^2 / 2) \cong R_{cp} - \frac{1}{2} \sum_{и} l_i \vartheta_i^2, \quad (1.32)$$

где l_i – расстояние между i -м и $(i + 1)$ -м столкновениями при рассеянии на малый угол; ϑ_i – направление относительно оси падающего пучка после i -го столкновения. Длина пути увеличивается на величину

$$\Delta R = R_{cp} - R_{набл} = \frac{l}{2} \int \langle \vartheta^2(x) \rangle dx, \quad (1.33)$$

где $\langle \vartheta^2(x) \rangle$ – среднеквадратичное отклонение от направления первоначального движения; x – путь, проходимый частицей в веществе. Тщательное изучение процессов многократного рассеяния и страгглинга позволило повысить точность определения удельных потерь энергии по спектрам обратного рассеяния.

1.1.5. Ширина спектра в обратном рассеянии

Метод РОР обладает уникальным свойством: давать информацию о распределении примеси по глубине мишени (профиль концентрации или просто профиль), не разрушая ее, а в случае использования каналирования – также о распределении дефектов (профиль нарушения структуры) по глубине кристалла. Применение метода для определения пространственного распределения примесей и дефектов основано на возможности регистрировать разницу в энергии частиц ΔE , рассеянных от атомов, которые находятся на поверхности и на некоторой глубине x . Очевидно, для интерпретации энергетических спектров, с точки зрения построения профиля концентрации примесных атомов или дефектов, необходимо перейти от шкалы энергий регистрации частиц E к шкале глубин мишени x .

Обратимся к рис. 1.1 и рассмотрим процесс упругого рассеяния заряженных частиц (M_1, Z_1, E_0) на ядрах атомов (M_4, Z_4) тонкой пленки (толщина пленки x меньше пробега анализирующих ионов с заданной начальной энергией E_0). Пусть пленка нанесена на бесконечно толстую матрицу с массой атомов M_3 и $M_3 < M_4$. Посмотрим, какую энергию будут иметь упруго рассеянные частицы в точках, обозначенных цифрами 2, 3, 6 (см. рис. 1.1). Энергия частиц, рассеянных на поверхностных ядрах атомов пленки (потери энергии в бесконечно тонком слое адсорбированных примесных атомов с массой M_5 пренебрежимо малы),

$$E_1 = k_{M_4} E_0. \quad (1.34)$$

Двигаясь от поверхности пленки к границе раздела пленка – подложка, частица на пути $l_1 = x/\cos\Theta_1$ теряет часть энергии и перед актом соударения имеет энергию

$$E_2 = E_0 - \int_0^{l_1} S(E_2) dx. \quad (1.35)$$

После упругого соударения с ядрами атомов пленки на ее задней поверхности энергия частицы

$$E_3 = k_{M_4} E_2. \quad (1.36)$$

Возвращаясь назад и проходя путь, равный $\ell_2 = x/\cos\Theta_2$, частицы снова теряют часть своей энергии на ионизацию и приходят в детектор с энергией

$$E = E_3 - \int_0^{\ell_2} S(E_3) dx = k_{M_4} \left(E_0 - \int_0^{\ell_1} S(E_2) dx - \int_0^{\ell_2} S(E_3) dx \right). \quad (1.37)$$

Таким образом, ширина ΔE энергетического спектра частиц, обратно рассеянных пленкой толщиной Δx ,

$$\Delta E = E_1 - E = k_{M_4} \int_0^{\ell_1} S(E_{вх}) dx + \int_0^{\ell_2} S(E_{вых}) dx. \quad (1.38)$$

Индексы «вх» и «вых» указывают энергии (см. рис. 1.11), при которых вычисляется $S(E)$.

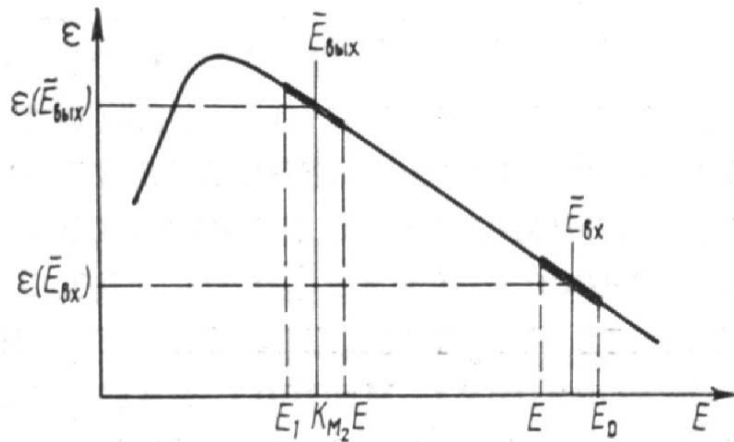


Рис. 1.11. Зависимость тормозного сечения ($\varepsilon \sim S$) от энергии анализирующих частиц E , используемая при переходе от шкалы энергий к шкале глубин

В бесконечно толстом образце энергия упруго рассеянных и зарегистрированных детектором частиц будет меняться от

$$E_{M_3} = k_{M_3} E_2 - \int_0^{\ell_2} S(E)_{вых}^{M_4} dx \quad (1.39)$$

до нуля. Энергетический спектр обратно рассеянных частиц для системы пленка на подложке бесконечной толщины будет представлять собой сплошной спектр рассеянных частиц на ядрах атомов матрицы ($0 \leq E \leq E_{M_3}$)

плюс дискретные конечной ширины пики ($E_4 \leq E \leq k_{M_4} E_0$), обусловленные рассеянием на ядрах атомов пленки и адсорбированных атомов примеси ($M_3 < M_4 < M_5$). Если атомы примеси легче атомов матрицы (на рис. 1.1 этот случай представлен для атомов с массой M_2 , внедренных в матрицу с массой атомов M_3), то в энергетическом спектре упруго рассеянными частицам будет соответствовать пик конечной ширины, расположенный на сплошном фоне от частиц, рассеянных на ядрах атомов матрицы. Огибающая этих пиков несет информацию о профиле концентрации примеси. Для извлечения этой информации необходимо энергетическую шкалу трансформировать в шкалу глубин, а шкалу выхода рассеянных частиц – в шкалу N (число ядер в 1 см^2). Последний перевод осуществляют с помощью выражения (1.1).

Перевод энергия-глубина можно осуществить с помощью уравнения (1.38). Однако из вида уравнения следует, что такой перевод – достаточно трудоемкая задача, так как при обработке энергетических спектров необходимо многократно решать интегральное уравнение. Поэтому прибегают к различного рода приближениям, в основе которых лежат особенности поведения энергетических потерь от энергии. К ним относятся, во-первых, слабые изменения $S(E)$ с E , во-вторых, практически линейная зависимость $S(E)$ от E в широкой области энергий. Сказанное иллюстрируется рис. 1.7, где показаны скорость потерь энергии dE/dx и сечение торможения $\varepsilon = (1/N)dE/dx$ для ионов ^4He и ^1H в алюминии.

Первая особенность – слабое изменение $S(E)$ от E позволяет вынести энергетические потери в уравнении (1.38) из под знака интеграла и получить «нулевое» или «поверхностное» приближение для вычисления Δx (РНП-приближение):

$$\Delta x = \Delta E^M / [S]^M, \quad (1.40)$$

$$[S]^M = k_M S(E_0) / \cos \Theta_1 + S(kE_0) / \cos \Theta_2, \quad (1.41)$$

где $[S]^M$ – форм-фактор тормозных потерь (измеряется в эВ/Å); k – кинематический фактор, Θ_1 и Θ_2 – угол падения и угол отражения соответственно (см. рис. 1.1); все величины с индексом M берутся для атомов матрицы. Отметим, что поверхностное приближение справедливо, когда энергетические потери малы по сравнению с начальной энергией частиц, т. е. для тонких пленок ($\Delta x \leq 100 \text{ нм}$).

Для простоты рассмотрим геометрию, когда угол $\Theta_1 = 0^\circ$, т. е. $\Theta_2 = 180^\circ - \Theta$. Тогда выражение (1.21) будет иметь вид

$$\Delta E = \Delta x \left[k \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{вх}} + \frac{1}{\cos \Theta} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{вых}} \right] = \Delta x [S]. \quad (1.41a)$$

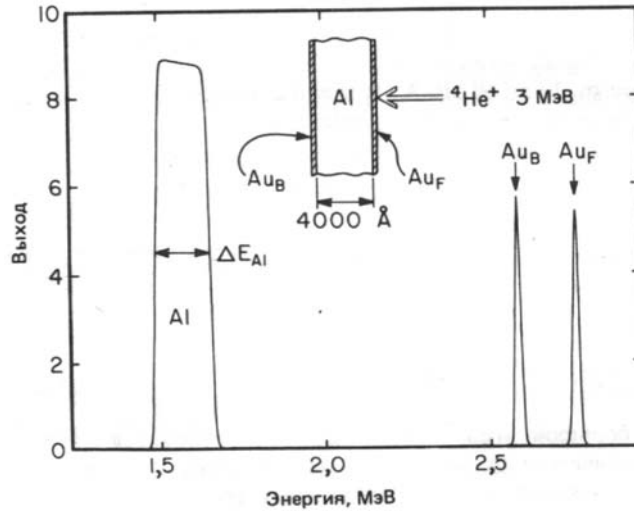


Рис. 1.12. Спектр обратного рассеяния ($\Theta = 170^\circ$) ионов гелия с энергией 3,0 МэВ, падающих на алюминиевую пленку толщиной 4000 \AA , покрытую с обеих сторон тонкими золотыми маркерами

Заметим, что эта геометрия наиболее применима на практике. На рис. 1.12 показан спектр обратного рассеяния при $\Theta = 170^\circ$ для ионов ^4He с энергией 3 МэВ, падающих на алюминиевую пленку толщиной 4000 \AA , покрытую с обеих сторон тонкими золотыми маркерами (≈ 3 монослоя Au). В алюминии скорость потерь энергии dE/dx вдоль траектории, направленной в глубь пленки, равна приблизительно 22 эВ/ при энергиях ионов около 3 МэВ, а вдоль траектории обратного движения эта скорость составляет примерно 29 эВ/ при энергиях ионов около 1,5 МэВ ($k_{\text{Al}} \cong 0,55$). Подставляя эти величины в выражение (1.41a), получаем для ширины сигнала ΔE_{Al} значение 165 кэВ. Расстояние между двумя Au-пиками в спектре составляет 175 кэВ, что немного больше ширины ΔE_{Al} , так как при расчете этого расстояния по формуле (1.41a) используется значение k для золота, а потери dE/dx берутся для алюминия.

Предположение о постоянстве значений dE/dx или ϵ вдоль траекторий, направленных как вглубь, так и наружу образца, приводит к линейному соотношению между шириной сигнала ΔE и глубиной x , на которой происходит рассеяние. Для тонких пленок толщиной $\Delta x \leq 100$ нм относительное изменение энергии вдоль траектории мало. Поэтому при вычислении dE/dx можно использовать РНП-приближение, согласно которому $dE/dx|_{\text{вх}}$ вычисляется при $E = E_0$, $dE/dx|_{\text{вых}}$ – при $E = kE_0$. В этом приближении ширина сигнала ΔE_0 от пленки толщиной Δx равна

$$\Delta E_0 = \Delta x \left[k \left(\frac{dE}{dx} \right)_{E_0} + \frac{1}{\cos \Theta} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{kE_0} \right] = \Delta x [S_0] \quad (1.41б)$$

где индексы указывают на нулевое или поверхностное приближение.

Аналогично $[S]$ введен и фактор тормозного сечения $[\varepsilon]$, который определяется следующим образом:

$$[\varepsilon]_M = k \frac{\varepsilon(E_0)}{\cos \Theta_1} + \frac{\varepsilon(kE_0)}{\cos \Theta_2} \quad (1.42)$$

$$\Delta x = \frac{\Delta E}{[\varepsilon]N}. \quad (1.43)$$

Вторая особенность – линейная зависимость $S(E)$ от E – позволяет для случаев, когда толщина пленки, а вместе с ней и длина пути ионов становится значительной, использовать более точное приближение. Для этого применяют аппроксимацию $S(E)$ постоянным значением при некоторой средней энергии \bar{E} промежуточной между энергиями на обоих концах каждой траектории. Налетающая частица входит в мишень с энергией E_0 и перед рассеянием на глубине Δx имеет энергию $E(\Delta x)$, так что

$$\bar{E}_{вх} = 0,5[E_0 + kE(\Delta x)], \quad (1.44)$$

после рассеяния частица имеет энергию $kE(\Delta x)$, так что на траектории выхода

$$\bar{E}_{вых} = 0,5[E_1 + kE(\Delta x)]. \quad (1.45)$$

В этой «аппроксимации средней энергии» энергию $E(\Delta x)$ перед рассеянием можно вычислить по значениям dE/dx или в свою очередь аппроксимировать, предположив, что разность энергий ΔE на выходе измерена или известна, и что потери распределяются поровну между прямой и обратной траекториями, так что $E(\Delta x)$ приближенно $E_0 - \Delta E/2$. Тогда

$$\bar{E}_{вх} = E_0 - 0,25\Delta E; \quad \bar{E}_{вых} = E_1 + 0,25\Delta E, \quad (1.46)$$

которые справедливы, строго говоря, для случаев $\Theta_1 \cong \Theta_2$ и $k_M \cong 1$.

Сравнение двух описанных приближений проведено на рис. 1.13 для ионов гелия с энергией 2,0 МэВ, рассеянных пленкой из Pt. В поверхностной аппроксимации ширина спектра ΔE пропорциональна толщине слоя Δx с коэффициентом пропорциональности 148,5 эВ/. В аппроксимации средней энергией зависимость ΔE от Δx отклоняется от линейной и значение ΔE для пленки толщиной 500 нм превышает значение ΔE , полученное в рамках поверхностной аппроксимации. Сравнение двух аппроксимаций дает быструю оценку возможных ошибок, вносимых поверхностной аппроксимацией. Главное, что необходимо

уяснить из сказанного выше, что энергетический спектр обратного рассеяния можно рассматривать как *линейный* профиль глубины для элементов, входящих в состав образца.

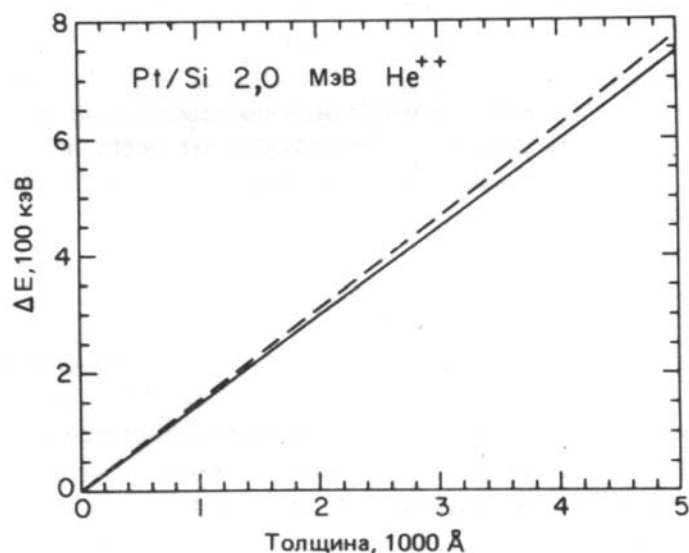


Рис. 1.13. Сравнение расчетных зависимостей ширины спектра ΔE от толщины платиновой пленки для обратного рассеяния ионов гелия с начальной энергией $E_0 = 2$ МэВ: сплошная линия – поверхностная аппроксимация; штриховая линия приближение средней энергии

В практике анализа встречаются случаи, когда энергия частиц на входе или выходе из мишени такова, что соответствующие тормозные сечения изменяются нелинейно с энергией. Например, в области энергий анализирующих частиц, где имеет место перегиб кривой $S(E)$ (см. рис. 1.7). В этих случаях перевод шкалы энергий в шкалу глубин осуществляется итеративным способом.

1.1.6. Форма спектра обратного рассеяния

Энергетический спектр обратного рассеяния на бесконечно толстой мишени имеет характерный склон (см. рис. 1.14), форму которого можно понять, исходя из соотношений между глубиной и потерями энергии и рассматривая зависимость сечения рассеяния Резерфорда от энергии.

Детектор, измеряющий обратное рассеяние, имеет телесный угол захвата $\Delta\Omega$, так что полное число зарегистрированных частиц Q_D , или выход рассеяния Y от тонкого слоя атомов толщиной Δx , равен

$$Q_D \equiv Y = \sigma(\theta) \cdot \Omega \cdot Q \cdot N\Delta x, \quad (1.47)$$

где $\sigma(\theta) = (d\sigma/d\Omega)$ – усредненное дифференциальное поперечное сечение упругого рассеяния анализирующих частиц на ядрах атомов; Q –

полное число ионов, упавших на мишень за время набора энергетического спектра; $N\Delta x$ – число атомов мишени на 1 см^2 слоя.

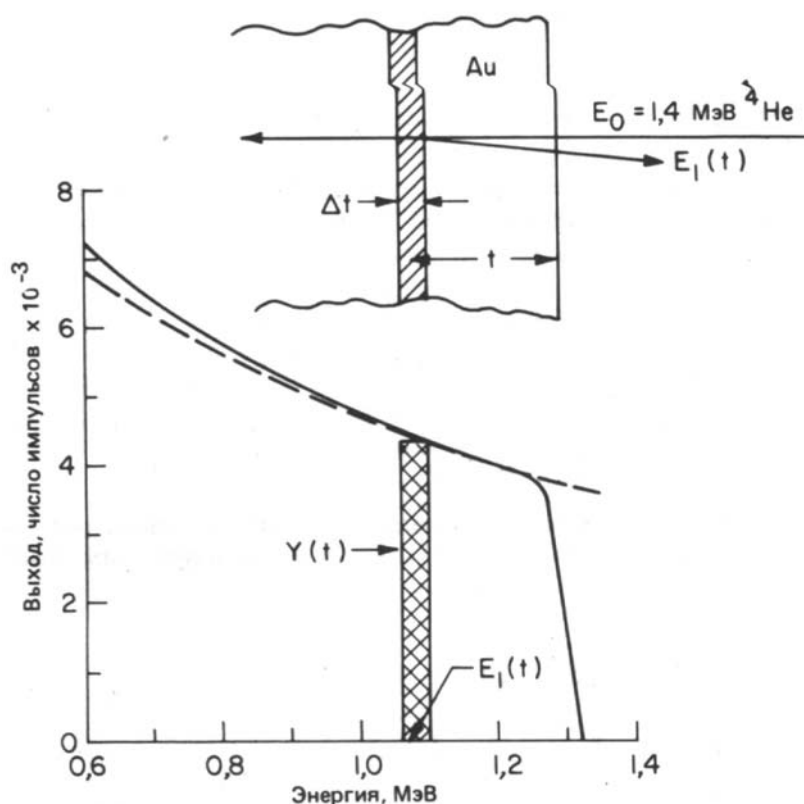


Рис. 1.14. Спектр обратного рассеяния для ионов гелия с начальной энергией $E_0 = 1,4 \text{ МэВ}$, налетающих на толстый образец из Au (здесь $t \equiv x$): сплошная линия – результаты эксперимента; штриховая линия – результаты расчета по формуле (1.51), нормированные на результаты эксперимента при энергии $1,3 \text{ МэВ}$

В случае более толстых слоев или объемных мишеней налетающие частицы могут рассеиваться на любой глубине x , что приводит к непрерывности спектра в сторону низких энергий. Выход рассеяния на тонком слое толщиной Δx , расположенном на глубине x , задается выражением (для $\Theta = 180^\circ$)

$$Y(x) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E(x)} \right)^2 Q \cdot \Delta\Omega \cdot N\Delta x \quad (1.48)$$

где $E(x)$ – энергия частицы на глубине x [см. (1.41)], N – концентрация атомов. В обратном рассеянии измеряется спектр частиц, вылетающих с энергией E_1 . Чтобы получить из выражения (1.48) спектральное распределение $Y(E_1)dE_1$ измеряемых энергий E_1 , заметим, что $E(x)$ является промежуточной энергией между E_0 и E_1 . Если обозначить через

$\Delta E_{\text{вх}} = E_0 - E(x)$ потери энергии на траектории входа, а через $\Delta E_{\text{вых}} = kE(x) - E_1$ потери энергии на траектории выхода, то для их отношения имеем

$$A = \frac{\Delta E_{\text{вых}}}{\Delta E_{\text{вх}}} = \frac{kE(x) - E_1}{E_0 - E(x)} \approx \frac{(dE/dx)_{\text{вых}}}{(dE/dx)_{\text{вх}}}. \quad (1.49)$$

Это отношение практически не зависит от x в случае медленно меняющихся по глубине потерь энергии, как, например, для ионов гелия с энергией 2,0 МэВ. Тогда энергия E на глубине x равна

$$E(x) = \frac{E_1 + AE_0}{k + A}, \quad (1.50)$$

где A – постоянная. Можно явно определить значение A , однако для мишени из тяжелых элементов выполняется $K \approx 1$, $A \approx 1$ и $E(x) = (E_0 + E_1)/2$, так что

$$Y(E_1) \propto (E_0 + E_1)^{-2}. \quad (1.51)$$

Полученная форма спектра изображена на рис. 1.14 для начальной энергии $E_0 = 1,4$ МэВ. Предварительные расчеты амплитуды и ширины выходного сигнала необходимо выполнять на стадии подготовки эксперимента для оптимизации геометрии эксперимента и выбора конфигурации образца.

1.2. Аналитические характеристики методов обратного рассеяния

При изложении материала данного раздела будет использован термин «методы обратного рассеяния», чтобы подчеркнуть единство подхода к описанию аналитических характеристик метода РОР и метода РезОР. Тем не менее, подчеркнем, что экспериментально и теоретически аналитические характеристики были изучены при разработке метода РОР, который является самым универсальным и наиболее применяемым в настоящее время ядерно-физическим методом элементного анализа. Другие методы используют дополнительно к методу РОР, чтобы улучшить одну из его характеристик, как правило, предел обнаружения.

1.2.1. Разрешение методов ОР по массам

Одна из важнейших аналитических характеристик методов ОР – их массовое разрешение, которое согласно выражению (1.9) можно записать в виде:

$$\Delta M_i(M_1, M_i, \Theta, E_0) \equiv \Delta E = \Delta k_i(M_1, M_i, M_{i+1}, \Theta) \frac{E_0}{E_{\text{уст}}}, \quad (1.52)$$

где $-\Delta k_i$ разность в значении k_i при изменении массы атома рассеивателя на единицу; $\delta E_{уст}$ – энергетическое разрешение установки:

$$\delta E_{уст} = \sqrt{(\delta E_D)^2 + (\delta E_C)^2 + (\delta E_G)^2 + (\delta E_K)^2 + (\delta E_{II})^2}, \quad (1.53)$$

здесь δE_D – разрешение детектора (для полупроводниковых детекторов $\delta E_D = 13 \div 20$ кэВ); δE_{II} – энергетический разброс ионов в пучке (для современных электростатических ускорителей $\delta E_{II} = 1$ кэВ); δE_C – энергетический страгглинг для анализирующих ионов (меняется с глубиной, например: в кремнии на глубине $x = 100$ нм ионы ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 1$ МэВ имеют $\delta E_C = 3$ кэВ, но для мишеней с более тяжелой массой атомов δE_C может быть соизмерим по величине с δE_D); δE_G – энергетический разброс за счет геометрической разности хода ионов (определяется конкретными условиями эксперимента – размером пучка на мишени, размером входного окна детектора, расстоянием между детектором и образцом, зависит от глубины и геометрии рассеяния); δE_K – энергетический разброс за счет кинематики, обусловленный изменением угла рассеяния $\Delta\Theta$ за счет конечного телесного угла детектора (обычно $\delta E_K \approx 1$ кэВ). Таким образом, в разрешение по глубине основной вклад дает разрешение детектора. Надежное разделение соседних ядер возможно только при условии

$$\frac{\Delta E}{\delta E_{уст}} \geq 1. \quad (1.54)$$

Из совместного рассмотрения рис. 1.3 и 1.4 и выражений (1.52–1.54) следует, что для улучшения разрешения по массам необходимо: увеличивать угол рассеяния; уменьшать энергетическое разрешение установки; увеличивать энергию анализирующих ионов и их массу. Увеличение угла рассеяния имеет естественный предел $\Theta = 180^\circ$, который достигается с использованием кольцевых детекторов. Энергетическое разрешение установки $\delta E_{уст}$ можно улучшить, используя в качестве детекторов магнитные или электростатические анализаторы МА и ЭСА, обладающие высоким энергетическим разрешением (~ 1 кэВ), что на порядок лучше, чем для полупроводниковых поверхностно-барьерных детекторов. Воспользоваться преимуществами ЭСА и МА для широкого использования в анализе материалов не удастся по двум причинам: 1) такие анализаторы разработаны для протонов с энергией $E_0 = 100 \div 150$ кэВ и для ионов ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 400 \div 600$ кэВ, что резко ограничивает возможность использования СОРБИ; 2) их применение приводит к значительному увеличению времени анализа, что обусловлено малым телесным углом и малой энергетической шириной окна для регистрируемых

ионов. Последнее обстоятельство приводит к необходимости для набора энергетического спектра проводить сканирование по энергии рассеянных частиц.

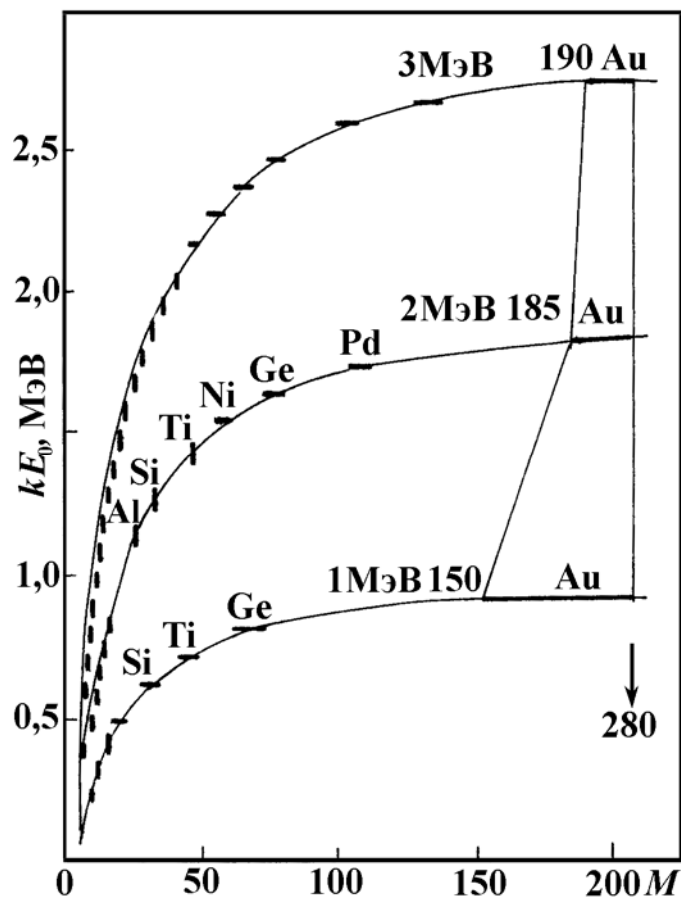


Рис. 1.15. Влияние энергии ионов ^4He на массовое разрешение

Преимуществом тяжелых ионов для улучшения массового разрешения пока не удастся в полной мере воспользоваться в силу ряда ограничений. Во-первых, разрешение полупроводниковых детекторов при регистрации тяжелых ионов на порядок хуже, чем для легких ионов. Если учесть реальное энергетическое разрешение спектрометров и вычислять минимальную энергию ионов $E_0^{\text{мин}}$, при которой выполняется соотношение (1.54), то окажется, что для ионов гелия удовлетворительное массовое разрешение достигается при значительно меньшей энергии, чем для тяжелых ионов (см. рис. 1.2). Энергия ионов гелия в два и более раза ниже, чем энергия ионов углерода. Другими словами, при заданной энергии анализирующих ионов увеличение их массы не улучшает ΔM_i . Увеличение энергии тяжелых ионов приводит к необходимости использования более энергоемких ускорителей (циклотронов вместо электростатических генераторов), что ведет к значительному удорожанию анализа. Во-

вторых, согласно общей тенденции, более тяжелые ионы аморфизируют структуру монокристаллов при значительно меньших (на 2–3 порядка) дозах внедрения, чем легкие. Для полупроводникового детектора это означает быструю деградацию его разрешающей способности и к выходу его из строя, возможно, даже, и за время проведения анализа.

Приведенные на рис. 1.2 зависимости $E_0^{min} = f(A_i)$ и $B_{кул} = f(A_i)$ для ионов водорода, гелия и углерода дают возможность по заданной энергии налетающих ионов определять, с каким массовым разрешением можно вести ядерный анализ. Например, ионы ${}^4\text{He}$ с энергией 3 МэВ позволяют анализировать с разрешением $\Delta M_i = 1$ ($E_0^{min} / E_0 \leq 1$) в области $16 < M_i < 48$ (ограничение снизу обусловлено высотой кулоновского барьера, чтобы избежать протекание ядерных реакций); с $\Delta M_i = 2$ ($1 < E_0^{min} / E_0 < 2$) в области $48 < M_i < 72$, с $\Delta M_i = 3$ ($2 < E_0^{min} / E_0 < 3$) – в диапазоне $72 < M_i < 90$ и т. д. Ионы углерода с энергией 15 МэВ позволяют анализировать с разрешением $\Delta M_i = 1$ – в области $25 < M_i < 60$, с $\Delta M_i = 2$ в диапазоне $60 < M_i < 110$, с $\Delta M_i = 3$ – в области $110 < M_i < 138$.

В многоэлементном анализе недостаточно только идентифицировать массы в образце. Для количественного анализа необходимо определять амплитуды или площади пиков в спектрах, т. е. с помощью улучшения массового разрешения получать полное или частичное разделение спектра на парциальные составляющие. Для правомерности проведения количественного анализа многокомпонентных структур с точки зрения массового разрешения введен χ -критерий, определяющий минимальное энергетическое расстояние между любыми парами элементов в образце, при котором возможен количественный анализ

$$\beta \leq (k_i - k_j)E / \delta E_{уст}, \quad (1.30)$$

где k_i, k_j – кинематические факторы данных элементов. В случае тонких пленок, когда спектр состоит из пиков, $\chi = 1,5$. При $\chi = 1,5$ для пиков одинаковой интенсивности высота провала между пиками составляет 25 % максимальной амплитуды. Для наложенных спектров $\chi = 4$. С помощью $\chi = 4$ можно оценить максимальное число элементов в многокомпонентной мишени, спектры которых надежно разделяются. На рис. 1.15 для различных энергий ионов ${}^4\text{He}$ и $\Theta = 170^\circ$ приведены зависимости kE_0 от массы атомов мишени. Горизонтальными полосами «шириной» $\delta E_{уст} = 20$ кэВ выделены участки, соответствующие энергетическому интервалу $4\delta E_{уст}$, начиная справа с массы $M_i = 208$. Число полосок на каждой кривой определяет максимально возможное число одновременно анализируемых масс при данной энергии. Длина полосы определяет массовое разрешение ΔM_i для каждой области масс. Напри-

мер, при $E_0 = 2$ МэВ не различаются массы в диапазоне $M_i = 185 \div 210$ а.е.м. В аппаратном спектре при $E_0 = 1; 2; 3$ МэВ можно было бы выделить 8, 13 и 20 компонент соответственно. Следовательно, даже с помощью ионов ${}^4\text{He}$ с энергией $E_0 = 1$ МэВ можно, в принципе, выделить 8 компонент. Реальные структуры имеют не более 5–6 компонент.

В настоящее время ядерный микроанализ осуществляют в большинстве случаев с использованием ионов гелия в области энергий 1...5 МэВ, для которой хорошо изучено поведение сечения рассеяния и сечения торможения. Для регистрации ионов ${}^4\text{He}$ созданы полупроводниковые детекторы с хорошим энергетическим разрешением, для ускорения ионов используются достаточно дешевые и наиболее распространенные электростатические генераторы.

1.2.2. Разрешение методов ОР по глубине

Другая важная характеристика методов ОР — их разрешение по глубине, которое можно оценить, если в выражение (1.40) или (1.43) вместо ΔE подставить $\delta E_{\text{уст}}$

$$\delta x = \delta E_{\text{уст}}/[S] = \delta E_{\text{уст}}/[kS_{\text{вх}}/\cos\theta_1 + S_{\text{вых}}/\cos\theta_2]. \quad (1.56)$$

Для стандартной постановки эксперимента ($\delta E_{\text{уст}} = 15$ кэВ), энергия ионов гелия $E_0 = 2$ МэВ, $\theta_1 = 0^\circ$, $\theta_2 = 150^\circ - 170^\circ$ разрешение по глубине на поверхности кремния ($\delta x_0 = \delta E_{\text{д}}/[S_0]$) составляет ≈ 30 нм.

В качестве первого примера рассмотрим случай незначительных концентраций примесей ($\leq 1\%$ атомов) тормозная способность определяется просто исходной матрицей. На рис. 1.16 изображен энергетический спектр для мишени из кремния с имплантированными ионами мышьяка. Перевод шкалы энергий в шкалу глубин задается соотношением (1.40), в котором потери dE/dx берутся для кремния, а $k = k_{\text{As}}$. Сдвиг ΔE_{As} указывает, что мышьяк имплантирован на некоторую глубину от поверхности кремния.

В качестве второго примера рассмотрим образец из кремния с тонкой пленкой никеля (см. рис. 1.17). На верхней части рис. 1.17 изображена нанесенная на кремний никелевая пленка толщиной 1000 . Почти весь пучок ионов ${}^4\text{He}$ проникает в мишень на глубину нескольких микрометров. Частицы, рассеянные на передней поверхности пленки из Ni, обладают энергией, которая определяется кинетическим соотношением $E_1 = k_{\text{Ni}}E_0$. Кинематический фактор для обратно рассеянных под лабораторным углом 170° ионов ${}^4\text{He}$ равен 0,76 при отражении от Ni (поэтому ионы ${}^4\text{He}$ с энергией 2 МэВ, рассеянные на внешней поверхности никелевой пленки, имеют энергию 1520 кэВ) и 0,57 при отражении от Si.

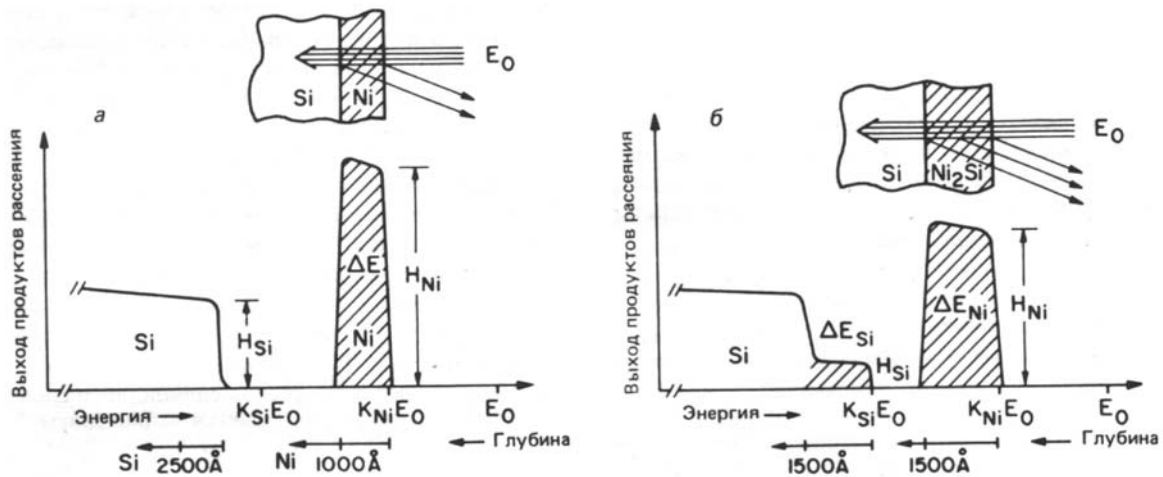


Рис. 1.16. Спектр обратного рассеяния ионов ^4He с энергией 2,0 МэВ на кристалле кремния, подвергнутом предварительной имплантации ионами As с энергией 250 кэВ при общей дозе $1,2 \cdot 10^{15}$ ион/см². Вертикальными стрелками отмечены энергии частиц, рассеянных на атомах ^{28}Si и ^{75}As на поверхности образца. Слева по оси ординат приведена шкала для Si, справа – для As

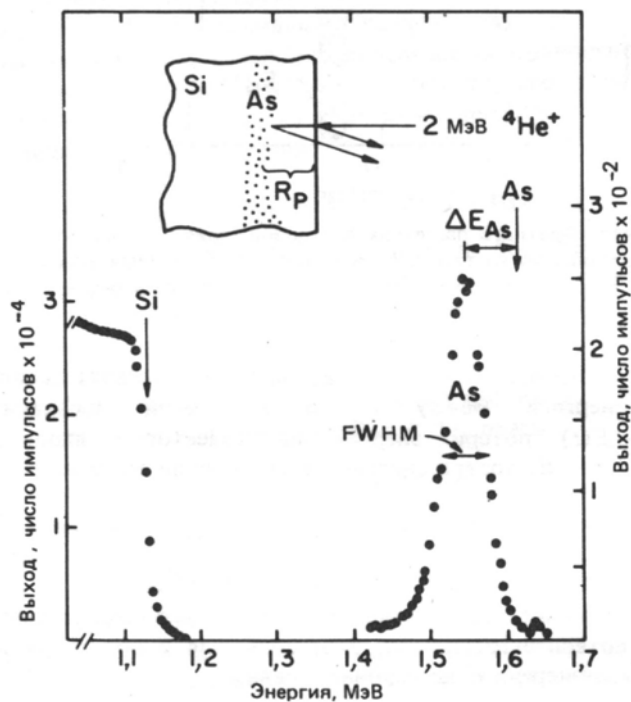


Рис. 1.17. Примерные спектры обратного рассеяния ионов ^4He с энергией 2 МэВ на кремнии с никелевой пленкой в случае четкой границы раздела (а) и в случае размытой границы и образования Ni_2Si (б). Шкала глубины указана ниже оси энергий

Остальные ионы, двигаясь в твердом теле, теряют энергию вдоль траектории со скоростью около 64 эВ/ (плотность никеля взята равной 8,9

г/см³). Потери энергии в тонких пленках с хорошей степенью точности зависят линейно от толщины. Таким образом, частица с первоначальной энергией 2 МэВ, достигнув внутренней поверхности Ni – Si, потеряет 64 кэВ. Непосредственно после обратного рассеяния от никеля на границе раздела частица будет иметь энергию 1471 кэВ, определяемую выражением $k_{Ni}(E_0 - 64)$. На обратном пути потери энергии будут немного другими, а именно 69 эВ/ , в силу зависимости потерь от энергии частицы. При выходе на поверхность ионы ⁴He, рассеянные на Ni вблизи границы раздела, будут иметь энергию 1402 кэВ. Разность энергий ΔE для частиц, рассеянных на внешней и на внутренней поверхностях пленки, составляет 118 кэВ, что может быть получено также из соотношения (1.40).

Обычно большой интерес представляют продукты реакции или профили внутренней диффузии. Нижняя часть рис. 1.17 соответствует случаю, когда никелевая пленка, реагируя с подложкой, образует соединение Ni₂Si. В результате реакции ширина ΔE_{Ni} сигнала от Ni немного увеличивается из-за наличия в пленке атомов кремния, дающих свой вклад в потери энергии. На сигнале от кремния появляется ступенька, соответствующая присутствию Si в соединении Ni₂Si. Необходимо отметить, что отношение амплитуд H_{Ni}/H_{Si} позволяет определить состав силицидного слоя. В первом приближении отношение концентраций задается выражением

$$\frac{N_{Ni}}{N_{Si}} = \frac{H_{Ni}}{H_{Si}} \frac{\sigma_{Ni}}{\sigma_{Si}} \approx \frac{H_{Ni}}{H_{Si}} \left(\frac{Z_{Si}}{Z_{Ni}} \right)^2, \quad (1.57)$$

где мы пренебрегли различием сечений торможения вдоль обратной траектории для частиц, рассеянных на атомах Ni и Si. Выход рассеяния на Ni или Si в силициде равен произведению амплитуды сигнала на его ширину ΔE . Поэтому более точное приближение для отношения концентраций двух элементов *A* и *B*, равномерно распределенных внутри пленки, задается выражением

$$\frac{N_A}{N_B} = \frac{H_A}{H_B} \frac{\sigma_B}{\sigma_A} \frac{\Delta E_A}{\Delta E_B}. \quad (1.58)$$

В случае Ni₂Si формулы (1.57) и (1.58) дают при определении стехиометрии силицида результаты, отличающиеся на 5 %.

Из выражения (1.56) следует, что для улучшения δx необходимо: 1) уменьшить энергетическое разрешение $\delta E_{уст}$; 2) оптимизировать тип и энергию анализирующих ионов с целью увеличения $[S]$; 3) оптимизировать геометрию эксперимента.

Пути повышения энергетического разрешения при использовании электростатического или магнитного анализаторов обсуждались в п. 1.2.1. Анализ работ по использованию тяжелых ионов для улучшения разрешения по глубине показывает, что использование тяжелых ионов в диапазоне энергий $1,5 \div 5$ МэВ не обеспечивает существенного улучшения разрешения по глубине по сравнению с ионами ${}^4\text{He}$: сравнение проведено для ионов ${}^4\text{He}$ с энергией $1 \dots 2$ МэВ и нескольких групп ионов: ${}^{40}\text{Ar}$, ${}^{84}\text{Kr}$ с энергией $1 \dots 2$ МэВ – для тяжелых ионов $\delta x_{\text{мин}}$ в тантале в 4 раза хуже, чем для ионов гелия; ${}^{12}\text{C}$ и ${}^{14}\text{N}$ с энергией ≈ 3.5 МэВ – $\delta x_{\text{мин}}$ в тантале сравнимо с $\delta x_{\text{мин}}$ для ${}^4\text{He}$; ${}^{12}\text{C}$ с энергией ≈ 5 МэВ – $\delta x_{\text{мин}}$ в Ni несколько хуже, чем $\delta x_{\text{мин}}$ для ионов ${}^4\text{He}$. Как показывает анализ работ к улучшению разрешения по глубине не приводит и увеличение энергии ионов. Так, $\delta x \approx 30$ нм в Ge получено на пучке ${}^{19}\text{F}$ ($E_0 = 17$ МэВ, $\Theta = 150^\circ$) и $\delta x = 50$ нм получено в $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$ (ионы ${}^{16}\text{O}$, $E_0 = 40$ МэВ, $\Theta = 117^\circ$ (использовалась геометрия скользящего рассеянного пучка, что само по себе улучшает разрешение по глубине).

Наиболее успешным оказался путь, связанный с оптимизацией геометрии эксперимента (использование скользящих углов падения и/или рассеяния). В геометрии скользящего пучка мишень располагают так, чтобы падающий пучок и детектор составляли малый угол с поверхностью и располагались по одну сторону от нормали к ней. С использованием оптимальной геометрии $\Theta_1 = 85^\circ$ и $\Theta_2 = 78^\circ$ (см. рис. 1.1) было достигнуто рекордное для полупроводниковых детекторов ($\delta E_{\text{д}} = 15$ кэВ) разрешение по глубине $\delta x_{\text{мин}} = 2,5 \div 4,0$ нм в кремнии для ионов ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 2$ МэВ.

Существует две разновидности геометрии скользящего пучка, которые позволяют улучшить разрешение по глубине в 5–6 раз: $\Theta_1 = 85^\circ$ и $\Theta_2 = 0^\circ$ (скользящий угол падения пучка к поверхности мишени и нормальное расположение детектора); $\Theta_1 = 0^\circ$ и $\Theta_2 = 85^\circ$ (нормальное падение пучка на мишень и расположение детектора под скользящим углом к поверхности). Эти две геометрии нашли наиболее широкое применение в элементном анализе по глубине, а вторая разновидность практически единственная, которая может быть использована для нахождения распределения дефектов по глубине монокристаллических образцов.

1.2.3. Страгглинг

Обычно предел разрешения энергии устанавливается двумя факторами: разрешением детектора $\delta E_{\text{д}}$ и страгглингом $\delta E_{\text{с}}$. Если предположить, что оба вклада независимы друг от друга и удовлетворяют распределению Пуассона, то полное разрешение δE_1 задается выражением

$$\delta E_I = \sqrt{(\delta E_D)^2 + (\delta E_C)^2}. \quad (1.59)$$

При движении в среде быстрая частица теряет энергию, испытывая множество отдельных столкновений. Этот дискретный процесс подвержен статистическим флуктуациям. В результате одинаковые частицы с одной и той же начальной скоростью после прохождения в однородной среде слоя толщиной Δx не могут обладать в точности равными энергиями. Потери энергии ΔE испытывают флуктуации. Это явление получило название разброса энергий, или энергетического страгглинга. Страгглинг устанавливает конечный предел точности определения потерь энергии и, следовательно, разрешения по глубине.

Легкие частицы, такие как ^1H и ^4He , в диапазоне энергий порядка нескольких мегаэлектронвольт теряют энергию преимущественно в столкновениях с электронами атомов мишени, и главный вклад в разброс энергий дают статистические флуктуации, присущие этим электронным взаимодействиям. Распределение потерь энергий ΔE для пучка частиц, проходящих через фольгу, является приближенно гауссовым, если величина ΔE мала по сравнению с начальной энергией E_0 . Для распределения Гаусса вероятность того, что потери энергии принадлежат интервалу от ΔE до $\Delta E + d\Delta E$, равна

$$P(\Delta E)d(\Delta E) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\Omega_B^2}} \exp\left(-\frac{(\Delta E)^2}{2\Omega_B^2}\right) d(\Delta E)$$

где Ω_B – среднеквадратичное отклонение. Если $d\sigma$ есть сечение передачи энергии, то для фольги толщиной x , содержащей n электронов в 1 см^3 , выполняется условие

$$\Delta E = nx \int T d\sigma, \text{ а } \Omega_B^2 = nx \int T^2 d\sigma. \quad (1.60)$$

Так как

$$T = \frac{\Delta p^2}{2m} = \frac{2Z_1^2 e^4}{b^2 m v^2} \text{ и } d\sigma(T) = -2\pi b db,$$

где b – прицельный параметр, а T – переданная в столкновении энергия, то

$$d\sigma = \frac{2\pi Z_1^2 e^4}{T^2 m v^2} dT,$$

так что

$$\Omega_B^2 = nx \frac{2\pi Z_1^2 e^4}{m v^2} (T_{\text{макс}} - T_{\text{мин}}),$$

где $T_{\text{макс}} = mv^2$, $T_{\text{мин}} = I$. Для рассматриваемых быстрых частиц $T_{\text{макс}} \geq I$ и $n = NZ_2$, что приводит к выражению

$$\Omega_B^2 = 4\pi Z_1^2 e^4 NZ_2 x, \quad (1.60a)$$

которое часто называют формулой Бора для энергетического страгглинга. Для вычисления разрешающей способности (1.59) заметим, что полная ширина на половине максимума (FWHM) в $2(2\ln 2)^{1/2}$ раза превышает стандартное отклонение, т. е. $\delta E_c = 2,35 \Omega_B$.

Теория Бора предсказывает, что разброс энергий не зависит от энергии налетающей частицы, но растет как квадратный корень из NZ_2x – электронной плотности на единицу площади мишени. Для ионов гелия величина Ω_B^2 / Nx , измеренная в единицах $10^{-12} (\text{эВ}\cdot\text{см})^2$, численно равна Z_2 с точностью 4 %. Этот приближенный способ подсчета позволяет выполнить простую оценку толщины мишени (в атом/см²), которая для ионов гелия с энергией 2 МэВ приводит к разбросу энергий, равному 15 кэВ. На рис. 1.18 представлены результаты вычислений разброса энергий для всех элементов периодической таблицы. Например, при использовании кремниевых пленок ($Z_2 = 14$, $N = 5 \cdot 10^{22}$ атом/см³) толщиной приблизительно 5000 разброс энергий не превышает стандартного разрешения детектора – 15...20 кэВ.

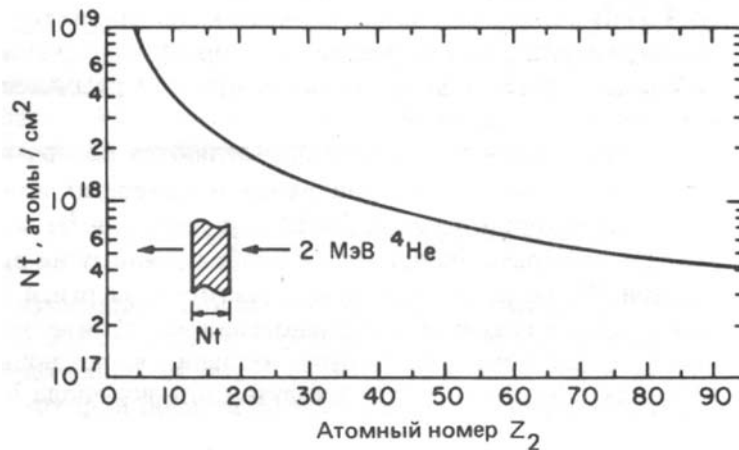


Рис. 1.18. Количество вещества мишени, которое порождает энергетический страгглинг 15 кэВ при прохождении или 21 кэВ при обратном рассеянии. Расчет выполнен по теории Бора для пучка ионов ⁴He с энергией 2 МэВ. Величина страгглинга определяется по ширине сигнала на половине его высоты

Страгглинг накладывает фундаментальное ограничение на разрешение глубины, достижимое с помощью измерения потерь энергии

ионных пучков. Разброс энергий является функцией глубины проникновения, так как Ω_B^2 пропорционально x . Для ионов гелия, падающих на слой толщиной ≤ 1000 , разброс энергий мал по сравнению с разрешающей способностью детектора и, следовательно, не влияет на разрешение по глубине. Для толщин свыше 2000 разброс потерь энергий становится заметным и ограничивает разрешение по глубине. Если частица рассеивается на глубине x под углом 95° , т. е. угол вылета составляет 5° относительно поверхности образца, то длина пути частицы в веществе достигает $10x$. Поэтому страгглинг, который в традиционной схеме обратного рассеяния влиял на энергетическое разрешение только при глубинах порядка 2000 , в этом случае становится существенным уже на глубинах примерно 200 . Таким образом, применение скользящих углов выхода позволяет повысить разрешающую способность по глубине только в достаточно тонком приповерхностном слое.

1.2.4. Предел обнаружения малых концентраций элементов

Предел обнаружения характеризует наименьшее содержание атомов данного элемента, которое может быть обнаружено с надежностью, не превышающей заданную. Данный параметр связан помимо энергетического разрешения с сигналом от этого элемента в энергетическом спектре обратно рассеянных частиц. Используя выражение (1.1) совместно с (1.40) или (1.43), можно записать в РНП-приближении выражение, связывающее высоту энергетического спектра с тремя количественными параметрами – k , $d\sigma/d\Omega$, $S(E)$ (при $\Theta_1 = 0^\circ$ в выражении (1.1))

$$H(E) = \frac{Q\Delta\Omega d\sigma_R(E_0)\delta E}{d\Omega[S(E_0)]}. \quad (1.61)$$

Из выражения (1.5) следует, что сечение рассеяния пропорционально Z_i^2 , поэтому при прочих равных условиях эксперимента предел обнаружения метода РОР выше при определении содержания тяжелых элементов в матрицах из легких атомов. Абсолютное значение слоевой концентрации примесных атомов $N\Delta x$ можно находить, используя в качестве эталона матрицу. Амплитуда энергетического спектра обратно рассеянных ионов на атомах поверхности образца определяется выражением

$$H_M = \frac{Q\Delta\Omega d\sigma_M(E_0)\delta E_{ан}}{d\Omega[\varepsilon_M]}, \quad (1.62)$$

где $\delta E_{ан}$ – энергетическая ширина канала анализатора. Используя выражения (1.1) и (1.2), получаем

$$(N\Delta x)_{II} = \frac{A_x d\sigma_M \delta E_{ан}}{H_M d\sigma_{II} [\varepsilon_M]}. \quad (1.63)$$

Применяя (1.63), можно найти концентрацию адсорбированных атомов M_5 на подложке – тонкой пленке из атомов M_4 и построить профиль концентрации атомов M_4 (см. рис. 1.1). Например, предел обнаружения при анализе ионами ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 2$ МэВ для атомов Au на поверхности кремния составляет $3 \cdot 10^{12}$ Au/см², что составляет $\approx 10^{-3}$ монослоя. Из выражений (1.1) и (1.61) следует: для мишени, со стоящей из нескольких элементов, отношение парциальных выходов при рассеянии на поверхностных атомах мишени

$$H_i/H_j = N_i Z_i^2 / (N_j Z_j^2). \quad (1.64)$$

Поэтому, если объемная концентрация легкого элемента в тяжелой матрице достаточно мала, то в спектре будет невозможно выделить парциальный вклад от легкого элемента и тем самым определить его относительную концентрацию в соединении. Критерием, определяющего возможность регистрации элемента, служит соотношение между выходом РОР на легком элементе и статистическим разбросом в выходе РОР на элементах матрицы при той же энергии рассеянных ионов. Принято считать условием возможности наблюдения легкого элемента тройное превышение над флуктуациями «фона». Для легкого элемента на поверхности это условие имеет вид

$$H_{II} \geq 3\sqrt{H_M}, \quad (1.65)$$

здесь индекс «II» относится к атомам примеси, а индекс «M» – к атомам матрицы. Следует иметь в виду, что накапливаемая при измерениях статистика обычно не превышает $\approx 10^4$ имп./канал для основных элементов матрицы (обусловлена разумным временем эксперимента $\approx 10 \dots 60$ мин). При использовании (1.61) получено оценочное соотношение для предельно малых обнаруживаемых относительных концентраций легких элементов основного состава или примесных атомов в тяжелом материале

$$C_{II}^{пред} \geq \frac{3Z_M^2}{Z_{II}^2} \%. \quad (1.66)$$

Согласно (1.37), предел обнаружения кислорода в матрице с $Z_M = 40$ оценивается на уровне 75 ат.%, а более точный расчет, выполненный с учетом условий эксперимента в работе и представленный на

рис. 1.20 (верхняя кривая), дает $C_{\text{п}}^{\text{пред}} \cong 50$ ат.%. Поэтому пользоваться выражением (1.65) и (1.66) следует только для очень грубых оценок. Как видно из рис. 1.19 (верхняя кривая), достаточно большое содержание кислорода (60...90 %) не контролируется методом РОР в матрице, в состав которой входят элементы с $Z = 60 \div 80$.

Улучшить предел обнаружения согласно (1.65) можно увеличением отношения $H_{\text{п}}/H_{\text{фон}}$. Это достигается двумя способами. В первом из них уменьшают число фоновых отсчетов под полезной информацией, сохраняя при этом неизменными статистические флуктуации фона в спектре РОР от тяжелых элементов матрицы. Последнее условие выполняется увеличением времени анализа, чтобы обеспечить статистику 10^4 имп./канал. Для реализации этого способа используют либо тонкие пленки, либо монокристаллические образцы.

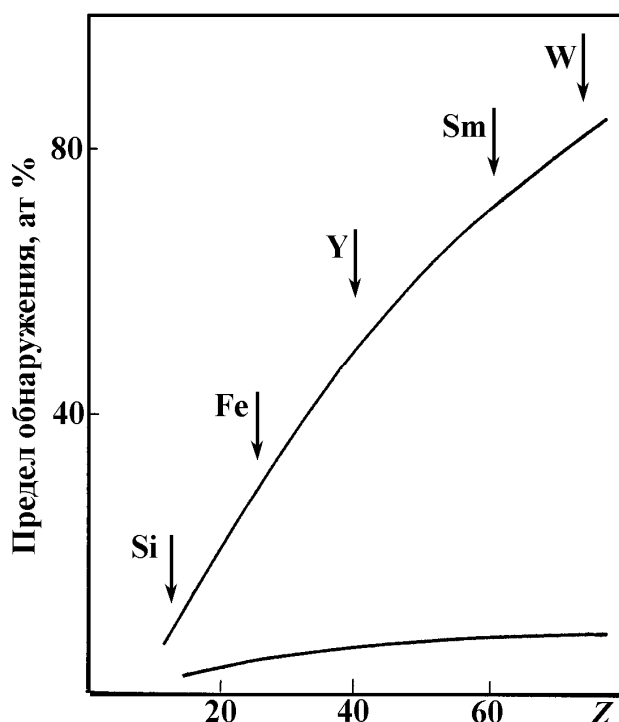


Рис. 1.19. Предел обнаружения кислорода в матрице с порядковым номером Z_i по критерию $3\sqrt{N_{\text{фон}}}$, где $N_{\text{фон}} = 10^4$ имп./канал: верхняя кривая – РОР ($E_0 = 2$ МэВ), нижняя кривая – РОРез ($E_0 = 3,045; 5,15$ МэВ)

Во втором способе увеличивают число отсчетов полезной информации, оставляя неизменным число отсчетов фона. Это достигается использованием резонансов.

ГЛАВА 2. СПЕКТРОМЕТРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ

Введение

Резерфордовское обратное рассеяние оказывается неэффективным при определении малых количеств легких элементов в матрицах из элементов среднего и тяжелого атомного веса. Это связано с тем, что, как следует из кинематики рассеяния, энергетическое распределение ионов, рассеянных на ядрах примеси, накладывается на интенсивный фон, обусловленный рассеянием на ядрах матрицы. Сказанное иллюстрируется рис. 1.1, где на фоне энергетического спектра от атомов мишени M_3 наблюдается пик от внедренных атомов $M_2 < M_3$. Выделение сигнала от легких элементов на фоне сигнала от более тяжелых элементов становится достаточно трудной задачей. Поэтому при определении легких элементов используются ядерные реакции или резонансное рассеяние. В этом случае сигнал от легких элементов будет выглядеть как сигнал от атомов с массой M_4 и M_5 (см. рис. 1.1), а сигнал от более тяжелых элементов можно отсечь с помощью поглотителя.

В отличие от методов анализа, основанных на электронных взаимодействиях и уже давно использовавшихся в лабораторном материаловедении, методы, основанные на ядерной спектроскопии, появились сравнительно недавно. Если радиоактивность наводится с помощью облучения, а впоследствии регистрируется, то такой метод называется активационным анализом; если же регистрируется излучение, испускаемое непосредственно во время облучения, то это мгновенный ядерный (радиационный) анализ. Например, если материал, содержащий углерод, облучается пучком дейтронов, то одной из ядерных реакций, происходящих с углеродом ^{12}C , является превращение его в радиоактивный азот ^{13}N с непосредственным испусканием нейтрона n . Содержание углерода в образце может быть определено как с помощью измерения излучения, испущенного радиоактивным нуклидом ^{13}N (активационный анализ), так и измерением выхода нейтронов (мгновеннорadiационный анализ). Радиоактивные нуклиды, которые используются в ядерном анализе, имеют периоды полураспада в диапазоне от миллисекунд до тысячи лет (период полураспада ^{13}N равен 9,96 мин), тогда как быстрое излучение, вызванное ядерной реакцией, испускается за время, меньшее 10^{-12} с после ее начала.

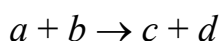
Методы мгновенного анализа обладают рядом преимуществ по сравнению с активационным анализом:

1. Чувствительность методов мгновенного анализа обычно выше, поскольку время анализа не связано с периодом полураспада конечного ядра.
2. Достигается большая селективность вследствие использования энергетических зависимостей (таких, как порог реакции, зависимость пробега от энергии и сорта частицы и т. д.).
3. Абсолютные значения, получаемые при мгновенном анализе, обладают меньшей погрешностью в связи с тем, что анализ осуществляется в один этап.

Здесь будем рассматривать только методы мгновенного анализа, а метод активационного анализа будет изложен в главе 7. С помощью, как резонансного рассеяния, так и ядерных реакций определяется не химический элемент, а какой-либо из изотопов этого элемента, причем для анализа, как правило, выбирается такая энергия налетающих частиц, для которой в функции возбуждения соответствующего взаимодействия наблюдается изолированный интенсивный резонанс. Такой подход позволяет с высоким разрешением исследовать распределение примесей по глубине образца.

Для анализа могут быть использованы несколько различных типов ядерных взаимодействий:

1. Заряженная частица может упруго рассеяться на заряженном ядре мишени, как при резерфордовском рассеянии (гл. 1); это упругое ядерное рассеяние.
2. Частицы могут возбуждать ядро до более высокого энергетического состояния (аналогично переводу электрона на более высокое энергетическое состояние в атомной спектроскопии); снятие возбуждения ядра может произойти с испусканием γ -излучения.
3. В результате ядерной реакции может образоваться другое ядро. В большинстве ядерных реакций участвуют две частицы или два ядра, взаимодействующие с образованием двух других ядер. Таким образом:



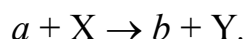
Реагирующие	Продукты
частицы	реакции

Любая реакция должна удовлетворять требованию баланса суммы атомных номеров и массовых чисел для частиц, вступающих в реакцию, и для продуктов реакции. Другими словами,

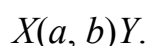
$$\begin{aligned} Z_a + Z_b &= Z_c + Z_d, \\ A_a + A_b &= A_c + A_d. \end{aligned}$$

Масса, однако, изменяется.

Хотя теоретически нет ограничений на тип нуклидов a , b , c и d , практически обе части уравнения обычно содержат очень легкий нуклид. Именно они часто называются частицами. Если обозначить «частицу» (следует помнить, что разделение на частицу и ядро достаточно произвольно) строчной буквой, ядерную реакцию можно записать в виде



Эту же реакцию в общепринятом обозначении записывают как



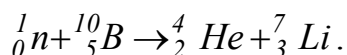
Ядро с четырьмя нейтронами и тремя протонами обозначается как



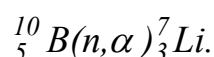
где нижний символ соответствует Z , количеству протонов, а верхний символ указывает полное число нуклонов, которое называют массовым числом A . Более общее обозначение имеет вид



Ядерная реакция, используемая для определения глубины залегания атомов бора, имеет вид



В краткой записи



Легкие частицы, вступающие в реакцию и являющиеся продуктом реакции, указываются в скобках и разделяются запятой.

Как и в любой специальной области, используемые специфические обозначения основаны на соображениях удобства и традиции. Наиболее часто употребляемые термины даны ниже.

Нуклид – ядро определенного вида с заданным числом протонов Z и нейтронов N .

Изотопы – нуклиды с одинаковыми Z , но различными N .

Изобары – нуклиды с одинаковыми массовыми числами A ; $A = Z + N$.

Изотоны – нуклиды с одинаковыми N , но различными Z .

Изомеры – нуклиды в возбужденном состоянии с измеримым временем полураспада.

Дейтрон (d) – ${}^2_1\text{H}$, один протон и один нейтрон.

Тритон (t) – ${}^3_1\text{H}$, один протон и два нейтрона.

Альфа-частица (α) – ${}^4_2\text{He}$, два протона и два нейтрона.

2.1. Основные определения

2.1.1. Механизмы ядерных реакций

Различают прямые ядерные реакции и реакции с образованием составного ядра, протекающие в два этапа. Рассмотрим облучение ядер пучком протонов, а именно облучение ${}^{12}\text{C}$ протонами (рис. 2.1). Некоторые из налетающих протонов могут упруго рассеиваться за счет кулоновского взаимодействия с ядром на больших расстояниях (описанного в гл. 1). Заряженные частицы не могут эффективно взаимодействовать посредством ядерных сил, пока их энергия не станет сравнимой с высотой кулоновского барьера (выражения (1.3) и (1.4)) атомов мишени, который устанавливает нижний предел для используемых энергий. Если протоны обладают достаточной энергией для преодоления кулоновского барьера, они могут фактически захватываться ядром с образованием «составного ядра». Составное ядро находится тогда в сильно возбужденном состоянии, а кинетическая энергия падающей частицы складывается с энергией возбуждения. В модели составного ядра предполагается, что энергия возбуждения случайным образом распределяется среди всех нуклонов в образовавшемся ядре, так что ни один из них не обладает достаточной энергией для того, чтобы сразу покинуть ядро, и поэтому составное ядро имеет время жизни $10^{-14} \dots 10^{-18}$ с, большое по сравнению с временем, затрачиваемым нуклоном на пересечение ядра ($10^{-21} \dots 10^{-22}$ с). Снятие возбуждения сильно возбужденного составного ядра может идти многими различными путями: испусканием γ -излучения, протонов, нейтронов, альфа-частиц и т. д. Налетающие протоны могут, однако, передать значительную энергию отдельным нуклонам или группам нуклонов (таким, как дейтроны или альфа – частицы), такую, что они могут быть непосредственно выброшены из ядра. Примерами таких прямых взаимодействий являются реакции (p, n), (p, α) и (α, p) и (α, n). Реакции с образованием составного ядра более вероятны при сравнительно низких энергиях, тогда как вероятность прямого взаимодействия возрастает с увеличением энергии.

Прямые ядерные реакции протекают в один этап путем взаимодействия налетающей частицы с одним или несколькими нуклонами ядра. В прямых реакциях продукты реакции вылетают преимущественно вперед. Прямые ядерные реакции могут происходить под действием частиц с малой энергией связи, например дейтронов, даже при энергии налета-

ющих частиц ниже высоты кулоновского барьера для взаимодействующих ядер. Поскольку энергетической границы, разделяющей оба механизма реакции, не существует, во многих случаях наблюдается интерференция вкладов прямого механизма и реакции с образованием составного ядра. Ниже приведены ядерные реакции, которые могут происходить в процессе облучения протонами:

- (p, p) упругое (резерфордское) рассеяние.
- (P, p) упругое рассеяние через составное ядро.
- (p, p') неупругое рассеяние.
- (p, γ) быстрое испускание γ -излучения.
- (p, n) быстрое испускание нейтронов.
- (p, α) быстрое испускание альфа-частиц.

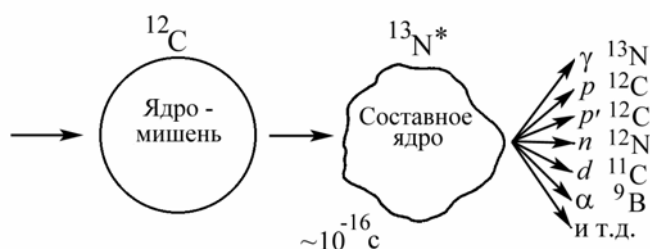


Рис. 2.1. Схематическое представление образования и распада составного ядра ^{13}N во время ядерной реакции между протонами и ^{12}C

2.1.2. Сечение ядерной реакции

Интенсивность реакции определяется величиной, называемой эффективным поперечным сечением или сечением реакции, характеризующим вероятность протекания данной реакции. Если на мишень, содержащую n атомов в 1 см^2 какого-либо изотопа X , падает пучок N_0 частиц, то сечение реакции $X(a, b)Y$ запишется так:

$$\sigma = \frac{N}{nN_0}, \quad (2.1)$$

где $n = N_X \rho d / A$; N – число частиц из реакции; ρ – плотность вещества мишени; d – толщина мишени; A – масса атома мишени. Сечение имеет размерность площади. За единицу сечения принят барн ($1 \text{ барн} = 10^{-24} \text{ см}^2$).

Вероятность реакции между налетающей частицей и ядром мишени может быть аппроксимирована геометрическим поперечным сечением ядра мишени по отношению к налетающей частице точечного размера. Радиус ядра довольно точно дается эмпирической формулой

$$R = R_0 A^{1/3},$$

где A – массовое число, а R_0 – постоянная, равная $1,4 \cdot 10^{-13}$ см. Для ядер среднего веса, таких, как ^{66}Zn , геометрическое сечение можно найти следующим образом:

$$\sigma_{\text{геом}} = \pi \left(1,4 \cdot 10^{-13} \cdot 66^{1/3} \right)^2 = 1,006 \cdot 10^{-24} \text{ см}^2.$$

При изучении ядерных реакций обычно измеряются дифференциальные сечения, которые определяют вероятность вылета частиц, образовавшихся в результате ядерной реакции, под углом θ в телесный угол $d\Omega$

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \sigma(\theta). \quad (2.2)$$

Величина σ связана с $\sigma(\theta)$ соотношением

$$\sigma = 2\pi \int_0^{\pi} \sigma(\theta) \sin \theta d\theta. \quad (2.3)$$

Дифференциальные сечения измеряются в барнах на стерадиан.

Поскольку углы в лабораторной системе и системе центра масс различны, дифференциальные поперечные сечения в разных системах координат различны. Формула для перевода дифференциальных сечений из одной системы в другую имеет вид

$$\sigma(\theta) = \left\{ \frac{[1 + 2m_3 \cos \bar{\theta} / m_4 + (m_3 / m_4)^2]^{3/2}}{1 + m_3 \cos \bar{\theta} / m_4} \right\} \bar{\sigma}(\bar{\theta}), \quad (2.4)$$

где $\sigma(\theta)$ – дифференциальное поперечное сечение в лабораторной системе; $\bar{\sigma}(\bar{\theta})$ – дифференциальное поперечное сечение в системе центра масс; $\bar{\theta}$ – угол вылета частиц в системе центра масс.

Вообще говоря, сечения реакций не могут быть даны в виде простых аналитических функций. Например, из рис. 2.2 видно, что сечение реакции $^{18}\text{O}(p, \alpha)^{15}\text{N}$ плавно меняется с изменением энергии, меньшей и большей резонанса, расположенного при 0,629 МэВ. В особых случаях величины сечений можно найти в различных справочниках.

Величина резонансного сечения количественно описывается методом Брейта-Вигнера. Вероятность реакции $X(a, b)Y$ может быть обозначена через сечение $\sigma(a, b)$. В соответствии с двухступенчатым рассмотрением ядерных реакций с помощью составного ядра можно написать

$$\sigma(a, b) = \sigma_c(a) \times (\text{относительная вероятность испускания } b),$$

где $\sigma_c(a)$ – сечение образования составного ядра. Относительная вероятность испускания b равна Γ_b/Γ , где Γ_b – скорость перехода с испусканием b , называемая также парциальной шириной уровня для b , а Γ – полная ширина уровня $\Gamma = \hbar/\tau$, где τ – среднее время жизни состояния, так что $\sigma_c(a) \times \Gamma_b/\Gamma$.

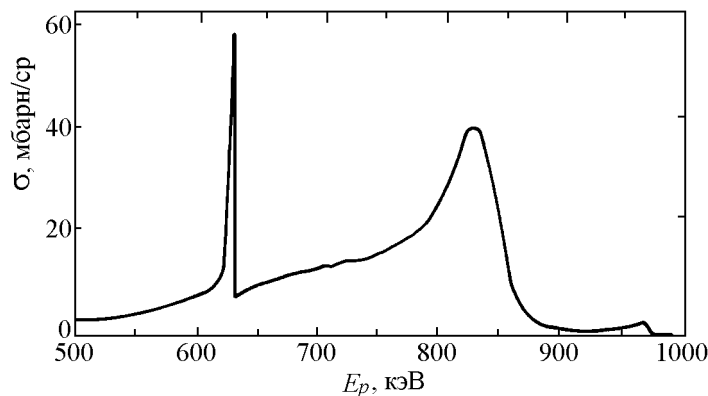


Рис. 2.2. Зависимость сечения σ от энергии E налетающего протона при угле регистрации $\theta = 165^\circ$ для реакции $^{18}\text{O}(p, \alpha)^{15}\text{N}$

В общем случае величины сечений и ширин уровней зависят от энергии налетающей частицы и от заряда и массы ядра мишени. В простейшем виде формула Брейта-Вигнера дает величину сечения вблизи одиночного резонансного уровня составного ядра, которое образуется налетающей частицей с нулевым угловым моментом. В этих условиях формула имеет вид (1.6), из которой видно, что максимум сечения достигается при $E = E_0$. Предельной максимальной величиной для сечения реакции является площадь, определяемая как

$$\sigma_{\text{макс}} = \pi(R_{\text{я}} + r_u)^2, \quad (2.5)$$

где $R_{\text{я}}$ и r_u – радиусы ядра мишени и иона соответственно.

2.1.3. Кинематика ядерных реакций

В двухчастичной ядерной реакции заряженная частица сталкивается с ядром мишени. В результате их взаимодействия образуются частица и ядро-продукт. Энергия продуктов реакции зависит от энергии налетающей частицы, массы сталкивающихся ядер и ядер-продуктов и угла вылета и определяется кинематическими соотношениями и энергетическим балансом реакции, которые вытекают из общих законов сохранения энергии и импульса.

Ядерные реакции удовлетворяют следующим законам сохранения:

1. Сохранение числа нуклонов (A).

2. Сохранение заряда (Z).
3. Сохранение массы-энергии (E).
4. Сохранение импульса (p).

Если сложить точные значения масс покоя исходных частиц и продуктов ядерной реакции, то между двумя суммами, по всей вероятности, будет различие, так как масса и энергия могут заменять друг друга согласно соотношению

$$E = mc^2, \quad (2.6)$$

где E – энергия, m – масса, c – скорость света в вакууме. Масса покоя микрообъекта может выражаться в различных единицах, например в граммах. Однако для описания атомных частиц принята шкала масс, единицей которой является $1/12$ массы нуклида ^{12}C (а.е.м.). В некоторых случаях удобно выражать массу частиц в энергетических единицах. Если m – масса частицы, выраженная в атомных единицах массы (а.е.м.), то в энергетических единицах масса равна $931,5 \cdot m$ МэВ.

Различие в массе будет соответствовать либо испусканию, либо поглощению энергии. Таким образом, ядерную реакцию следует записывать в виде



где Q – баланс энергии, обычно приводимый в мегаэлектронвольтах. Если в результате реакции энергия высвобождается, то величина Q будет положительной. Если величина Q отрицательна, энергия должна поступать извне. Тогда будет существовать определенный порог, ниже которого эти эндоэнергетические реакции не будут происходить.

Когда происходит ядерная реакция, испускаемые излучения являются характеристическими для возбужденного ядра, что во многом сходно с оптическим излучением, характеристическим для возбужденного излучающего атома. Именно существование характерного набора вполне определенных энергетических уровней в атоме или ядре позволяет использовать испускаемое излучение для идентификации его источника.

Символически ядерная реакция может быть записана в виде



где M_1 – налетающее ядро, M_2 – мишень, M_3 – испущенное излучение, которое может быть либо ядерной частицей, либо гамма-излучением, M_4 – ядро-остаток, Q – высвободившаяся (поглощенная) энергия в реакции. Q представляет собой просто разность между полной энергией взаимодействующей системы в состоянии покоя до реакции и после того, как реакция произошла. Если в качестве M взять массы частиц, то

$$Q = (M_1 + M_2)c^2 - (M_3 + M_4)c^2. \quad (2.7)$$

Рассмотрим реакцию ${}_{17}^{35}\text{Cl} + {}_0^1n \rightarrow {}_{15}^{32}\text{P} + {}_2^4\text{He} + Q$, которая в сокращенном виде может быть записана как ${}^{35}\text{Cl}(n, \alpha){}^{32}\text{P}$.

Эта реакция сбалансирована по нуклонам и заряду в том отношении, что взаимодействующие частицы до реакции и ее продукты имеют одинаковое число нуклонов (36) и протонов (17). Энергия реакции Q эквивалентна разнице масс между первоначальными ядрами и продуктами реакции

$$\begin{aligned} \Delta M &= M({}^{35}\text{Cl}) + M(n) - M({}^{32}\text{P}) - M({}^4\text{He}) = \\ &= 34,96885 + 1,00867 - 31,97391 - 4,00260 = +0,00101 \text{ а.е.м.} \\ Q &= 0,00101 \cdot 931,4 \text{ МэВ} = +0,94 \text{ МэВ.} \end{aligned}$$

Аналогичным образом величина Q может быть рассчитана для следующей реакции:

$${}^{14}\text{N}(p, n){}^{14}\text{O} = -5,931 \text{ МэВ}$$

Таким образом, величины Q могут быть положительными или отрицательными. Положительная величина Q – экзоэнергетическая ядерная реакция. Отрицательная величина Q – эндоэнергетическая ядерная реакция.

Если остаточное ядро M_4 остается в возбужденном энергетическом состоянии, величина Q для этой реакции уменьшится по отношению к величине, которая получилась бы, если бы остаточное ядро осталось в основном состоянии. Уменьшение равно величине энергии возбуждения. Для точно определенной энергии пучка энергетический спектр M_3 , будет «характеристическим» по возможным значениям Q в рассматриваемой реакции или, что эквивалентно, по возбужденным состояниям остаточного ядра. Даже если не наблюдаются испущенные частицы M_3 , гамма-излучение, испущенное непосредственно в процессе снятия возбуждения ядра M_4 , будет характеристическим для этого ядра.

В случае активационного анализа характеристиками, позволяющими идентифицировать радиоактивное ядро M_4 , могут быть период полураспада, типы испускаемого излучения и характеристическое гамма-излучение дочернего ядра M_4 .

В случае мгновеннорadiационного анализа PRA (от англ. Prompt Radiation Analysis), если M_3 – гамма-излучение, ядерная реакция называется реакцией прямого захвата. Случай $M_1 = M_3$ и $Q = 0$ является именно реакцией упругого рассеяния. Если $M_1 = M_3$, но $Q \neq 0$, реакция называется неупругим рассеянием, и наконец, случай $M_1 \neq M_3$, обычно называют столкновением с перегруппировкой.

В противоположность свойствам атомов ядерные характеристики обычно значительно различаются для двух изотопов одного и того же химического элемента. Испускаемые излучения или продукты реакции характерны не только для химического элемента, но и для каждого изотопа этого элемента. Именно на этом свойстве основаны многие важные приложения методов обнаружения стабильных и радиоизотопов. Кроме нескольких исключений, на ядерные реакции не влияет состояние атомных электронов, и, таким образом, эти реакции не дают прямой информации о химических связях или химически связанном состоянии элементов в образце.

Для реакции, возбуждаемой налетающей частицей M_1 с энергией E_1 (рис. 2.3), энергия E_3 испущенной в направлении θ частицы M_3 (по отношению к направлению падения в лабораторной системе) определяется сохранением полной энергии и импульса и в нерелятивистском случае дается соотношением

$$E_3^{1/2} = C \pm (C^2 + C_1)^{1/2} \quad (2.8)$$

где:

$$C = \frac{(M_1 M_3 E_1)^{1/2}}{M_3 + M_4} \cos \theta, \quad C_1 = \frac{M_4 Q + E_1 (M_4 - M_1)}{M_3 + M_4} \quad (2.9)$$

с использованием $M_1 + M_2 = M_3 + M_4$.

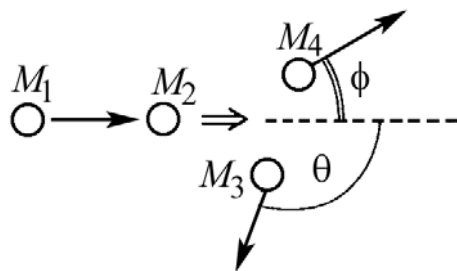


Рис. 2.3. Используемые обозначения ядерных реакций, где масса налетающей частицы обозначается M_1 , энергия E_1 , а испущенная частица с массой M_3 , регистрируется под углом θ по отношению к направлению налетающей частицы

Из выражений (2.8) и (2.9) следует, что энергия E_3 является характеристической для реакции при заданных E_1 , и θ . В самом деле, оставшееся ядро может остаться в основном или в возбужденном состояниях, каждое состояние соответствует различным значениям Q той же самой реакции и, следовательно, различным значениям E_3 . Энергетический спектр испущенных частиц будет представлять собой серии пиков,

которые характерны для данной реакции, что дает возможность регистрации данного ядра M_2 . Энергия пика позволяет идентифицировать реакцию (и, таким образом, ядро M_2), а по интенсивности пика может быть определено количество частиц M_2 .

Уравнение (2.8) может быть аппроксимировано в широком диапазоне энергий как

$$E_3 = \alpha E_1 + \beta, \quad (2.10)$$

где α и β [как C и C_1 в (2.8)] присущи изучаемой ядерной реакции и зависят от угла регистрации θ .

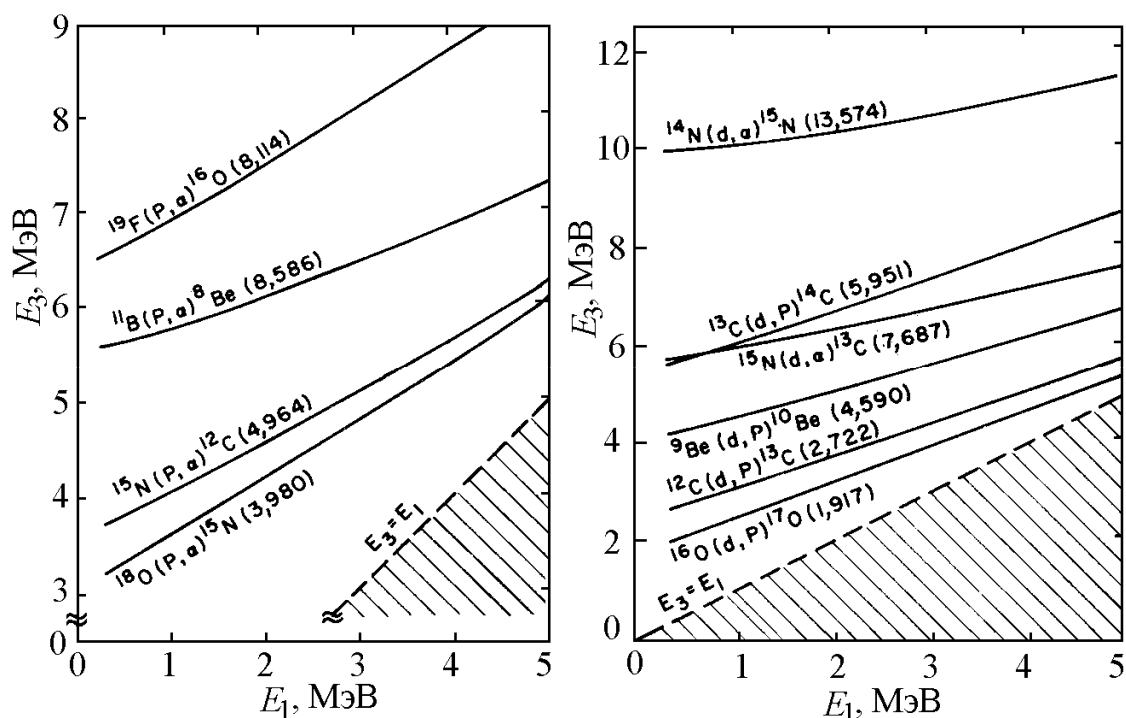


Рис. 2.4. Зависимость энергии E_3 частиц, испущенных под углом $\psi = 135^\circ$, от энергии налетающих частиц E_1 для реакций, возбуждаемых протонами (а) и дейтронами (б). Величины Q даны в скобках, а штриховые линии $E_3 = E_1$

Кинематика некоторых конкретных реакций, возбуждаемых дейтронами, соответствуют максимуму энергии частиц, рассеянных в мишени на элементах с большой массой ядра показана на рис. 2.4. Соотношение между энергией E_3 испущенной и энергией E_1 налетающей частиц приблизительно следует уравнению (2.10) с различными значениями α и β для каждой реакции. Штриховая линия $E_3 = E_1$ обозначает максимум энергии упруго рассеянных частиц и может рассматриваться в качестве высокоэнергетического предела для наиболее распространенного упруго-

го рассеяния. Обнаружение легких примесей в подложке из атомов большой массы во многих случаях может быть произведено без помех со стороны упруго рассеянных на подложке налетающих частиц.

Для эндонергетической реакции ($Q < 0$) в силу законов сохранения энергии необходимо, чтобы энергия частицы превышала некоторую минимальную кинетическую энергию, называемую порогом реакции. Порог реакции определяется соотношением

$$E_{\text{пор}} = -Q \frac{M_1 + M_2}{M_2}. \quad (2.11)$$

Если при $E_1 > E_{\text{пор}}$ второе слагаемое под корнем в выражении (2.8) отрицательно, т. е. $M_4 Q + (M_4 - M_1) \cdot E_1 < 0$ или $E_1 < (-M_4 Q) / (M_4 - M_1) = E_{\text{макс}}$, то значения угла вылета θ ограничиваются областью острых углов от θ до $\theta_{\text{макс}}$, для которых корень действителен. При этом возможны два значения энергии E_3 , соответствующие обоим знакам перед корнем в выражении (2.8). Максимальное значение угла вылета определяется из выражения

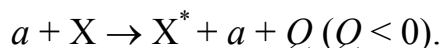
$$\cos^2 \theta_{\text{макс}} = \frac{-(M_4 + M_3)[M_4 Q + (M_4 - M_1) E_1]}{M_1 M_3 E_1}, \quad (2.12)$$

где $\theta_{\text{макс}} \leq 90^\circ$. Таким образом, если $Q > 0$, $M_1 > M_4$ или $Q < 0$, $M_1 < M_4$, $E_{\text{пор}} < E_1 < E_{\text{макс}}$, каждому значению угла θ соответствуют два значения энергии E_3 и E_4 . В табл. П.15 приведены значения Q для некоторых реакций на легких ядрах.

2.2. Типы ядерных реакций

2.2.1. Неупругое рассеяние

Если продукты реакции идентичны сталкивающимся частице и ядру во входном канале, но ядро мишени после взаимодействия остается в возбужденном состоянии, то процесс называют неупругим рассеянием. Неупругое рассеяние можно записать как



Величина Q определяется энергией соответствующего возбужденного состояния ядра-мишени. При неупругом рассеянии часть энергии налетающей частицы расходуется на возбуждение ядра-мишени, причем если налетающей частицей является сложное ядро, то в результате взаимодействия оно также может оказаться в возбужденном состоянии.

Переход возбужденного ядра в основное состояние происходит путем испускания γ -квантов.

2.2.2. Реакция радиационного захвата

В реакции радиационного захвата налетающая частица захватывается ядром-мишенью, в результате чего образуется ядро в высоковозбужденном состоянии, которое при переходе в основное состояние испускает γ -кванты:



Реакции радиационного захвата наиболее интенсивно происходят при взаимодействии с легкими ядрами. Согласно законам сохранения энергии и момента количества движения возбужденное ядро, находящееся в покое в лабораторной системе координат, испуская γ -квант, испытывает отдачу в направлении, перпендикулярном движению фотона. Исходя из энергетического баланса реакции, энергию перехода E запишем в виде

$$E = \frac{M_Y v^2}{2} + E_\gamma, \quad (2.13)$$

где M_Y – масса ядра Y ; v – скорость ядра отдачи; E_γ – энергия испускаемого γ -кванта. Энергия γ -кванта оказывается несколько меньше энергии перехода.

Если ядро, испускающее γ -квант, движется относительно детектора со скоростью v под углом θ к направлению испускания кванта, то в энергии γ -кванта будет наблюдаться небольшое смещение. Этот эффект называется эффектом Доплера. В реакциях радиационного захвата полный момент P частицы a передается составному ядру Y , которое движется в направлении движения частицы со скоростью v . Энергия γ -кванта с учетом указанных эффектов

$$E_\gamma = \left(E - \frac{5,37 \cdot 10^{-4} E^2}{A} \right) \left(1 + \frac{\sqrt{2M_a E_a}}{M_Y c} \cos \theta \right), \quad (2.14)$$

где A – относительная атомная масса ядра; M_a , E_a – масса и энергия падающей частицы; θ – угол вылета γ -кванта.

Как следует из выражения (2.14), γ -кванты с максимальной энергией регистрируются в направлении движения падающих частиц, на обратных углах они имеют минимальную энергию. Под каждым углом в энергетическом распределении γ -квантов будут наблюдаться пики, ширина которых главным образом зависит от телесного угла, разрешения детектора, эффекта Доплера и естественной ширины линии.

2.2.3. Резонансные реакции

Реакция захвата протона, наблюдаемая для легких ядер, может происходить как прямой захват или через составное ядро. Прямой захват низкоэнергетических протонов возможен только на легких ядрах с очень малым сечением, которое слабо изменяется с энергией. Энергия возбуждения остаточного ядра

$$E_Y^* = Q + E_p M_X / (M_p + M_X), \quad (2.15)$$

где E_p , M_p – энергия и масса протона; M_X – масса ядра мишени. В то же время резонансный захват протона, при котором происходит образование составного ядра, имеет большое сечение, резонансы хорошо изолированы в легких ядрах.

Полное сечение процесса радиационного захвата, сопровождающегося испусканием γ -квантов, описывается формулой Брейта-Вигнера (см. формулу (1.6)). Дифференциальное сечение $d\sigma/d\Omega$ для испускания γ -кванта под углом θ в лабораторной системе координат запишется так:

$$\sigma(E, \theta) = \sigma \frac{\Gamma^2 / 4}{(E - E_{рез})^2 + \frac{\Gamma^2}{4}} = \frac{\sigma}{\left(\frac{E - E_{рез}}{\Gamma/2}\right)^2 + 1}, \quad (2.16)$$

где σ – значение сечения в резонансе с учетом углового распределения испускаемых γ -квантов, т. е. с учетом угла детектора; E – энергия протона; $E_{рез}$ – энергия резонанса; Γ – полная ширина на полувысоте резонанса ($E_{рез} \gg \Gamma$).

Для перехода в систему центра масс пользуются соотношениями

$$\bar{E}_{рез} = M_X E_{рез} / (M_X + M_a), \quad \bar{\Gamma} = M_X \Gamma / (M_a + M_X). \quad (2.17)$$

Время жизни резонанса τ связано с его шириной $\bar{\Gamma}$, т. е. естественной шириной уровня составного ядра, соотношением неопределенности $\bar{\Gamma}\tau = \hbar$, где $\hbar = 6,582 \cdot 10^{-22}$ МэВ·с.

В элементном анализе используются и другие резонансные реакции типа $(p, p'\gamma)$, $(p, \alpha\gamma)$, $(p, n\gamma)$, $(d, p\gamma)$, $(d, n\gamma)$, $(^3\text{He}, p\gamma)$, $(^3\text{He}, n\gamma)$, $(\alpha, n\gamma)$, которые на легких ядрах ($Z < 20$) имеют большое сечение.

2.2.4. Реакции с перераспределением частиц

Взаимодействие, при котором частицы в выходном канале не совпадают с исходными ядрами, называется столкновением с перераспределением частиц и является собственно ядерной реакцией



Ядро Y может находиться как в основном, так и в возбужденном состоянии. Величина Q может быть положительной или отрицательной в зависимости от масс ядер во входном и выходном каналах.

Сечение реакции, при которой происходит образование составного ядра, возрастает с увеличением энергии налетающих частиц. Причем для реакций с $Q > 0$ сечение начинает расти при энергии $E = 0$, а в случае реакций с $Q < 0$ рост сечения начинается с $E = E_{\text{пор}}$. Сечение возрастает до энергии $E \approx B_K$, где B_K – высота кулоновского барьера, а при дальнейшем увеличении энергии налетающих частиц начинает уменьшаться. Это связано с тем, что при больших энергиях возбуждения промежуточного ядра появляются конкурирующие способы распада, которые снижают относительную вероятность распада по данному каналу.

Если энергия частицы меньше высоты кулоновского барьера ($E < B_K$), частица попадает в ядро за счет туннельного эффекта, вероятность которого определяется проницаемостью кулоновского барьера

$$D \cong e^{-2/\hbar} \int_R^{r_E} \sqrt{2\mu(B_K - E)} dr, \quad (2.18)$$

где $r_E = Z_2 Z_1 e^2 / E$; Z_2, Z_1 – атомные номера ядра и частицы соответственно; E – кинетическая энергия частицы; R – радиус ядра; $B_K(r)$ – кулоновский потенциал (см. (1.3) и (1.4)); $\mu = M_a M_X / (M_a + M_X)$ – приведенная масса. Примером реакции с перераспределением частиц может служить реакция (p, α) . Величина Q обычно положительна. Протеканию реакции (p, α) на тяжелых ядрах препятствует большая высота кулоновского барьера. Поэтому эта реакция наиболее вероятна на легких ядрах.

Реакция (α, p) . Энергия возбуждения промежуточного ядра в случае реакции (α, p) во всем диапазоне значений Z примерно одинакова и составляет около 20 МэВ. Поэтому если энергия налетающей α -частицы равна или больше высоты кулоновского барьера ядра-мишени, то почти с одинаковой вероятностью протекает реакция как (α, p) , так и (α, n) . Следует отметить, что резонансный характер зависимости сечения реакции от энергии налетающих частиц впервые был установлен для (α, p) реакции.

Реакция срыва (d, p) . Широко используется в элементном анализе прямая реакция срыва (d, p) , сечение которой в максимуме может достигать 100 мб. Угловое распределение продуктов прямой реакции имеет осциллирующий характер с явно выраженным максимумом в направлении вперед (рис. 2.5).

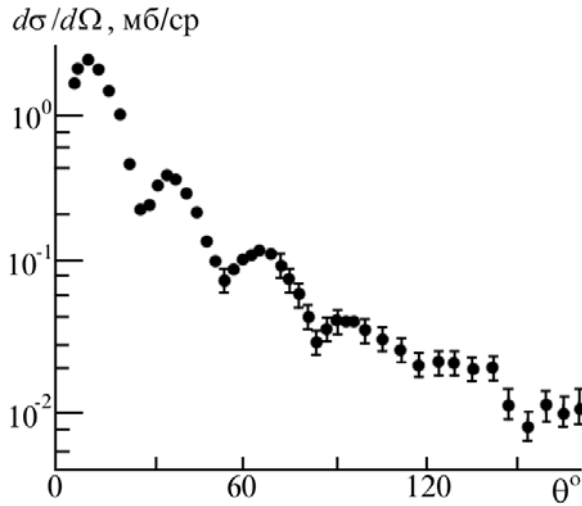


Рис. 2.5. Угловое распределение протонов из реакции $^{61}\text{Ni}(d, p)^{62}\text{Ni}$

Рассмотрим энергетические диаграммы для возможных каналов протекания ядерных реакций (рис. 2.6). Ядро A может захватить частицу a , в результате чего образуется ядро C в возбужденном состоянии, которое переходит в какое-либо из низколежащих состояний, испуская каскадные γ -кванты. В эксперименте обычно наблюдаются γ -кванты, испущенные при переходе из низколежащих возбужденных состояний в основное.

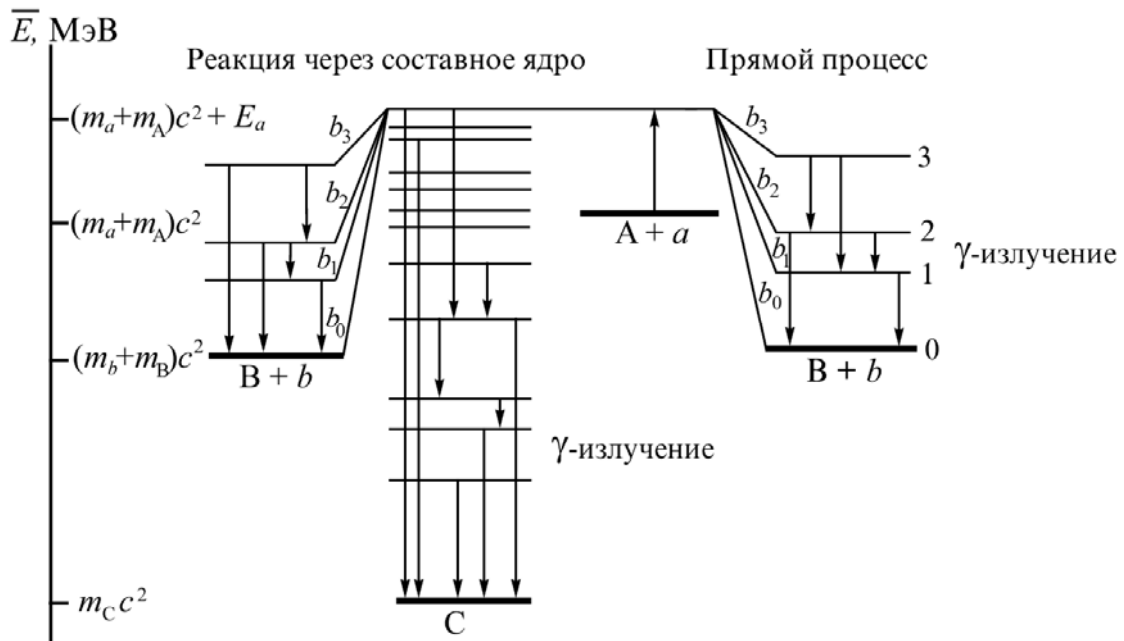


Рис. 2.6. Энергетические диаграммы ядерной реакции

Этот тип реакции соответствует процессу радиационного захвата. Энергия реакции радиационного захвата, как видно из диаграммы,

$$Q = (M_a + M_A - M_C)c^2,$$

а энергия возбуждения ядра С

$$E_C = (M_a + M_A - M_C)c^2 + \bar{E}_a.$$

Кроме того, возможен распад ядра C^* с испусканием частицы b и образованием ядра В в основном или в одном из возбужденных состояний. Такую реакцию можно записать в виде $A(a, b\gamma)B$. В эксперименте можно зарегистрировать γ -кванты, испускаемые при переходе из возбужденных состояний в основное состояние ядра В. Такая же реакция может происходить без образования составного ядра путем прямого взаимодействия, отличительной особенностью которого является значительно меньшее время протекания реакции, чем реакции с образованием составного ядра. Сечения прямых ядерных реакций медленно изменяются с энергией, а в функциях возбуждения не наблюдается узких резонансов, в отличие от реакций, протекающих через стадию образования составного ядра. Как видно из рис. 2.6, при обоих механизмах протекания реакции возможно образование одних и тех же продуктов реакции. Поэтому в эксперименте обычно наблюдается картина, обусловленная суммарным вкладом обоих механизмов в сечение реакции.

2.3. Метод анализа энергии

В мгновеннорadiационном анализе присутствие элементов в образце определяется по ядерным излучениям, испускаемым непосредственно в ходе ядерных реакций, производимых в мишени облучающим пучком. Пределы регистрации могут быть довольно хорошими, но обычно они не столь хороши, как пределы, которых можно было бы достичь в идеальных условиях активационного анализа.

Одним из важных преимуществ мгновеннорadiационного анализа и метода обратного рассеяния, рассмотренного в гл. 1, является возможность исследования распределения элементов по глубине в объеме или в приповерхностной области образца. Зависимость свойств испускаемых излучений от глубины обусловлена энергетическими потерями налетающих ионов по мере их проникновения в образец, а также энергетическими потерями, испытываемыми испускаемыми в реакциях заряженными частицами при выходе их из образца.

Поскольку анализ с помощью ядерных реакций может позволить практически бесфоновое обнаружение легких элементов ($Z < 15$), то может быть измерено распределение по глубине чрезвычайно малых концентраций примесей в приповерхностной области. В нашем рассмотрении мгновеннорadiационного анализа основной упор делается на определение

распределений ничтожных количеств примесей элементов по глубине. В мгновеннорадиационном анализе распределений по глубине применяются два различных метода: метод анализа энергии и метод резонанса. Первый используется, когда сечение ядерной реакции является медленно меняющейся функцией энергии. Во время анализа энергия анализирующего пучка поддерживается постоянной, а записывается энергетический спектр частиц, испущенных в процессе реакции, по которому определяется распределение примеси по глубине. Вторым методом используется, когда в зависимости сечения от энергии имеется острый пик (резонанс) (см. рис. 2.2), а распределение по глубине определяется по измерениям выхода ядерных реакций как функции от энергии анализирующего пучка. Метод анализа энергии будет рассмотрен здесь, а метод резонанса – в главе 3.

Большинство ядерных реакций, используемых в элементном анализе, индуцируется протонами, дейтронами, ионами гелия-3 или гелия-4 с энергией 0,1...5 МэВ. В основном метод ядерных реакций наиболее пригоден при определении легких элементов, так как ядерные реакции на легких ядрах обычно имеют большую величину Q реакции и достаточно большое сечение. В зависимости от конкретных задач эксперимента выбирается тип реакции, причем регистрироваться может либо заряженная частица, либо γ -квант, либо нейтрон.

2.3.1. Реакции, возбуждаемые тепловыми нейтронами

Распределение по глубине ничтожных количеств определенных элементов может быть найдено с помощью пучка тепловых нейтронов, которые вступают с этими элементами в реакции, дающие выход моноэнергетических заряженных частиц. Эти изотропно испускаемые частицы теряют энергию при прохождении через вещество, а остающаяся у них энергия, с которой они покидают поверхность образца, зависит прежде всего от толщины слоя вещества, через который они проходят. Для данного образца с известной плотностью атомов энергия регистрируемой частицы определяется глубиной, на которой произошла реакция. Количественный профиль распределения элемента с глубиной дается непосредственно спектром заряженных частиц. Для распределения примесей вблизи поверхности, когда скорость потери энергии почти постоянна, разность ΔE между энергиями регистрируемых частиц, испускаемых атомами на поверхности и на глубине x , определяется скоростью потери энергии dE/dx на выходном пути:

$$\Delta E = x (dE/dx), \quad (2.19)$$

тогда как при обратном резерфордовском рассеянии (гл. 1) глубина определяется потерей энергии на пути как вглубь, так и обратно.

Как видно из табл. 2.1, сечения реакций с тепловыми нейтронами могут существенно превышать геометрические сечения ($\cong 1$ барн). Для полной дозы тепловых нейтронов в 10^8 нейтрон/см² чувствительность обнаружения примесей составляет около 10^{14} атом/см².

Таблица 2.1

Энергии и сечения реакций для тепловых нейтронов

Элемент	Реакция	Энергия испускаемых частиц, кэВ	Сечение, барн
Li	${}^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$	2056	940
B	${}^{10}\text{B}(n, \alpha){}^7\text{Li}$	1472	3836
Be	${}^7\text{Be}(n, p){}^7\text{Li}$	1439	48000
Na	${}^{22}\text{Na}(n, p){}^{22}\text{Ne}$	2248	29000

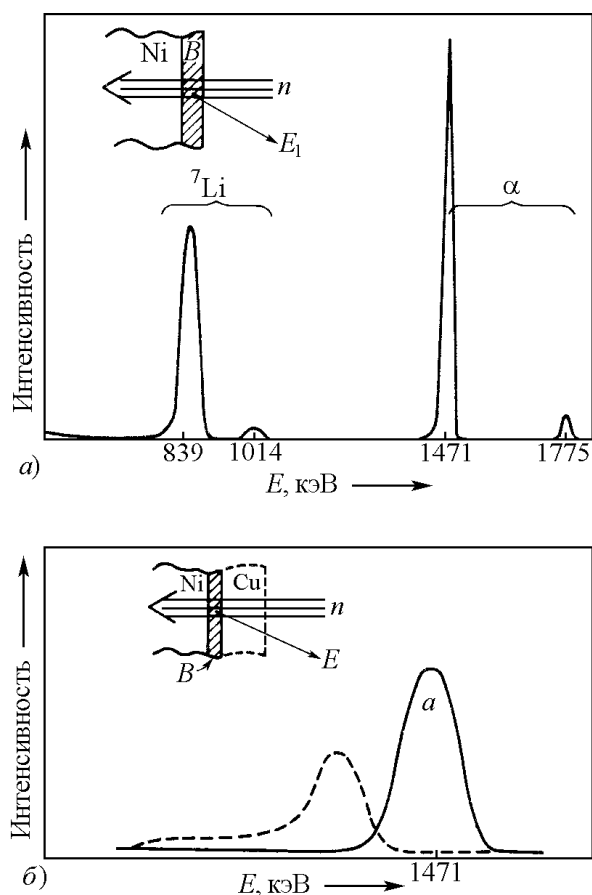


Рис. 2.7. а – спектр заряженных частиц, испущенных атомами ${}^{10}\text{B}$ при облучении тепловыми нейтронами (n) никелевого образца, покрытого пленкой бора толщиной 100 . Часть спектра, обусловленная α -частицами с энергией $E = 1471$ кэВ, увеличена (б) и показана для образцов, покрытых слоем меди толщиной 500 , – штриховой линией, а непокрытых – сплошной линией

На рис. 2.7 показан спектр заряженных частиц для тонкой пленки бора (100 \AA) на никеле. Четыре пика в спектре соответствуют вторичным и первичным α -частицам, а также ионам лития, испускаемым в ходе реакции $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$. Когда реакция происходит на поверхности образца, измеренные энергии четырех заряженных частиц являются наибольшими. Если же реакция происходит внутри образца, то частицы должны пройти через верхний слой вещества и весь спектр заряженных частиц сдвигается в сторону низких энергий. Максимальное расстояние, которое может пройти частица и все же выйти из поверхности образца, – пробег – меняется в зависимости от состава образца, но обычно находится в пределах $1 \dots 10 \text{ мкм}$ для всех твердых тел. На рис. 2.7, б показан сдвиг в спектре первоначального альфа-пика, который происходит при покрытии пленки бора слоем меди толщиной 500 \AA . Помимо спектрального сдвига за счет покрытия можно заметить также признаки диффузии атомов бора в никелевую подложку. Левая сторона пика уширена, а высота уменьшена, что указывает на перемещение атомов бора.

2.3.2. Реакции, возбуждаемые заряженными частицами

Заряженные частицы, чаще протоны или дейтоны, ускоренные до энергий от $0,5$ до 2 МэВ , направляются на мишень, вызывая при определенных условиях ядерные реакции с ядрами легких элементов. При взаимодействии H^+ и d^+ с ядрами тяжелых элементов и элементов средних масс имеет место упругое рассеяние анализирующих частиц. Регистрируют продукты ядерных реакций, записывая их энергетические спектры. Последние, как правило, содержат несколько пиков, так как кроме ожидаемых ядерных реакций протекают еще и ядерные реакции на других легких элементах, присутствующих в мишенях, например на ядрах углерода, азота, а также на ядрах изотопов, как это показано на рис. 2.8. Форма пиков зависит от сечения взаимодействия, энергетической ширины конкретной реакции и энергии частиц, так как эти параметры влияют на толщину анализируемого слоя.

Как и в случае обратного резерфордовского рассеяния, выход реакций зависит от дифференциального сечения, но в отличие от обратного рассеяния простой аналитической формулы для сечения не существует. Зависимость сечений от энергии можно найти в литературе по ядерной физике. Общей особенностью является то, что из-за отталкивания кулоновским барьером ядра со средними и большими Z не вступают в реакции (с частицами мегаэлектронвольтных энергий). Это в сочетании с тем обстоятельством, что испущенные частицы имеют энергии, намного превышающие энергию налетающих частиц (вследствие больших значений Q для большинства реакций), дает возможность бесфоновой регистрации легких эле-

ментов на более тяжелых подложках. Чтобы исключить из детектирования продуктов реакций вклад обратно рассеянных частиц, используют поглотители, размещаемые перед полупроводниковыми детекторами, например металлизированные майларовые пленки разной толщины. Таким образом удастся предотвратить перегрузку детектора и электронных систем.

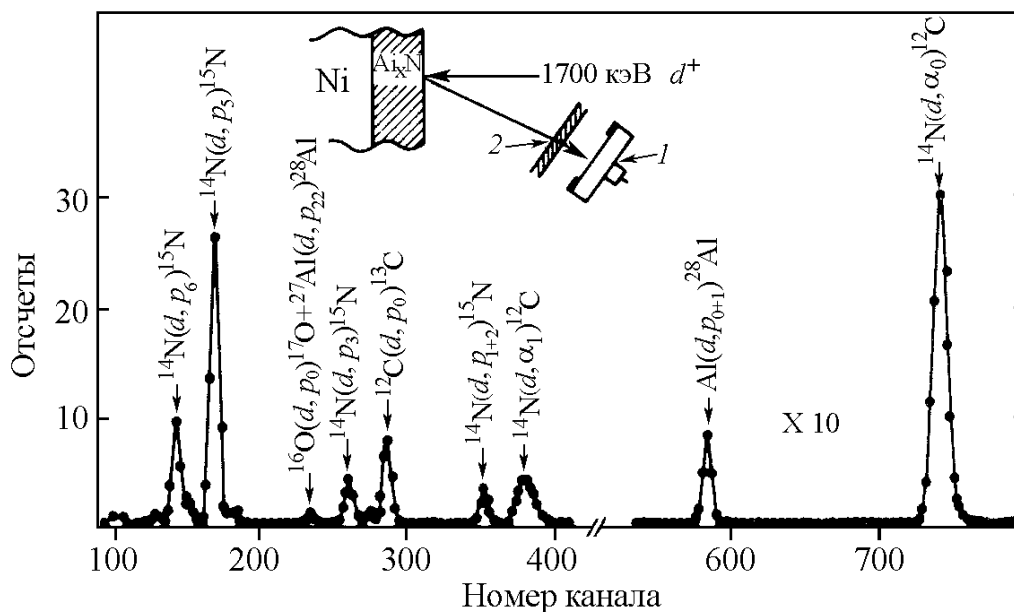


Рис. 2.8. Энергетический спектр с шагом 8,23 кэВ/канал при бомбардировке дейтронами пленки нитрида алюминия толщиной 1700 на никелевой подложке. Энергия дейтронов равна 1700 кэВ, угол регистрации 160°. Для блокирования детектора (1) от рассеянных дейтронов и уменьшения, таким образом, фона, приводящего к наложению импульсов в регистрирующей системе, используется майларовая пленка

Для определения полного числа ядер элементов, участвующих в реакции, измеряют интегральный выход конкретных пиков на энергетическом спектре продуктов ядерной реакции. При этом полагают известными абсолютные значения сечения реакции $\sigma(E)$ и противолежащий угол детектора частиц Ω , точно контролируют число падающих на мишень анализирующих частиц Q . Выход ядерной реакции $Y(E_0)$ при энергии пучка первичных частиц E_0 рассчитывают из выражения

$$Y(E_0) = q\Omega \int_0^x \sigma[E(x')]N(x')dx', \quad (2.20)$$

где $N(x)$ – концентрация ядер анализируемого элемента на глубине x' , ядер/см³; x – толщина слоя, в котором распределен анализируемый элемент. Энергия частиц на глубине x

$$E(x) = E_0 - \int_0^x |(dE/dx')| dx', \quad (2.21)$$

так как значение потерь энергии легкими ионами при прохождении через вещества в широком интервале энергий и для большинства веществ известны из гл. 1. Сечения наиболее используемых ядерных реакций от энергии первичных частиц и других параметров представлены в табл. 2.2.

Таблица 2.2

Наиболее употребительные реакции с заряженными частицами, используемые для обнаружения легких атомов

Ядро	Реакция	Энергия частиц, МэВ	Энергия ¹⁾ испущенных частиц, МэВ	$\sigma_{\text{лаб}}(E_0)$, мбарн/ср	Выход ²⁾ , отсчет/мкКл
^2H	$^2\text{H}(d, p)^3\text{H}$	1,0	2,3	5,2	30
^2H	$^2\text{H}(^3\text{He}, p)^4\text{He}$	0,7	13,0	61	380
^3He	$^3\text{He}(d, p)^4\text{He}$	0,45	13,6	64	400
^6Li	$^6\text{Li}(d, \alpha)^4\text{He}$	0,7	9,7	6	35
^7Li	$^7\text{Li}(p, \alpha)^4\text{He}$	1,5	7,7	1,5	9
^9Be	$^9\text{Be}(d, \alpha)^7\text{Li}$	0,6	4,1	~1	6
^{11}B	$^{11}\text{B}(p, \alpha)^8\text{Be}$	0,65	5,57(α_0)	0,12(α_0)	0,7
		0,65	3,70(α_1)	90(α_1)	550
^{12}C	$^{12}\text{C}(d, p)^{13}\text{C}$	1,20	3,1	35	210
^{13}C	$^{13}\text{C}(d, p)^{14}\text{C}$	0,64	5,8	0,4	2
^{14}N	$^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$	1,5	9,9(α_0)	0,6(α_0)	3,6
		1,2	6,7(α_1)	1,3(α_1)	7,0
^{15}N	$^{15}\text{N}(p, \alpha)^{12}\text{C}$	0,8	3,9	~15	90
^{16}O	$^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$	0,90	2,4(p_0)	0,74(p_0)	5
		0,90	1,6(p_1)	4,5(p_1)	28
^{18}O	$^{18}\text{O}(p, \alpha)^{14}\text{N}$	0,730	3,4	15	90
^{19}F	$^{19}\text{F}(p, \alpha)^{16}\text{O}$	1,25	6,9	0,5	3
^{23}Na	$^{23}\text{Na}(p, \alpha)^{20}\text{Ne}$	0,592	2,238	4	25
^{31}P	$^{31}\text{P}(p, \alpha)^{28}\text{Si}$	1,514	2,734	16	100

Как следует из формулы (2.10), при начальной энергии E_0 энергия регистрируемых частиц E_3 для поверхностных реакций равна $E_3 \cong \alpha E_0 + \beta$. Тогда разность ΔE между энергиями частиц, образовавшихся на поверхности и на глубине x , зависит как от потерь энергии dE/dx налетающей частицы на пути внутрь образца, так и от потерь энергии частицей, образовавшейся в результате реакции на пути наружу:

$$\Delta E = x \left[\alpha \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{внутри}} + \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{наружу}} \right]. \quad (2.22)$$

Здесь опять использовано приближение постоянства потерь энергии в приповерхностной области. Множитель α , определяемый конкретной реакцией, уравнивает энергетические потери на пути внутрь образца точно таким же образом, как и кинематический множитель обратного рассеяния [формула (1.40а)]. Формула (2.21) задает соответствие между глубинной и энергетической шкалами. Если сечение известно, профиль концентраций может быть выведен из формы экспериментального спектра.

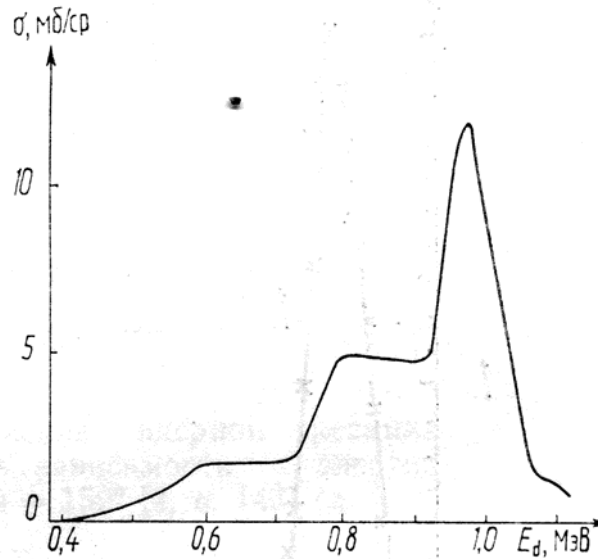


Рис. 2.9. Сечение ядерной реакции $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$ для p_1 в зависимости от энергии дейтронов, $\theta = 150^\circ$

Наиболее удобны в практическом отношении такие энергии первичных частиц, при которых дифференциальное сечение ядерной реакции слабо зависит от энергии. Например, при анализе содержания кислорода в мишенях с применением ядерной реакции $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$ рекомендуется использовать дейтроны с $E_0 = 900$ кэВ. В окрестности этой энергии и ниже (до 800 кэВ) сечение реакции практически не зависит от энергии дейтронов (рис. 2.9). Поэтому выражение (2.20) для выхода ядерной реакции на кислороде при анализе слоев материалов толщиной до нескольких сотен нанометров принимает вид

$$Y(E_0) = kQ\Omega\sigma(E_0) \int_0^x N(x') dx', \quad (2.23)$$

здесь k – константа. Тогда слоевое содержание ядер кислорода (ядер/см²) $N_0 x = \int_0^x N(x') dx'$ находится из (2.23), если известны выход $Y(E_0)$ и константа k .

Как правило, для определения абсолютного содержания контролируемых элементов, в том числе и кислорода, в мишенях пользуются стандартами, содержащими точно установленное количество тех или иных веществ. Из имеющихся стандартов при анализе кислорода чаще применяют пленки Ta₂O₅ известной толщины.

На спектре продуктов ядерной реакции $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$, полученном при изучении поверхности никелевого электрода, который имплантировался ионами Ag⁺ с $E = 50$ кэВ и $\Phi = 2,9 \cdot 10^{15}$ см⁻² и прошел цикл электрохимических испытаний в качестве анода при электролизе щелочного раствора, имеется информация о количестве кислорода (рис. 2.10). Пик 1 на этом рисунке отражает выход реакции в виде протонов (p_1) с $E = 1,6$ МэВ, сечение которой $\sigma = 4,5$ мб/ср. Цифрой 2 обозначен пик выхода протонов (p_0) с $E = 2,4$ МэВ, цифрой 3 – пик выхода протонов с $E = 3,1$ МэВ – продукта ядерной реакции $^{12}\text{C}(d, p)^{13}\text{C}$, протекающей параллельно на ядрах углерода, которые имеются на поверхности анализируемой мишени. Интенсивность пика 3 выше, чем интенсивность пиков 1 и 2, потому что сечение реакции (см. рис. 2.9 и 2.11) приблизительно на порядок выше, чем сечение реакции $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$.

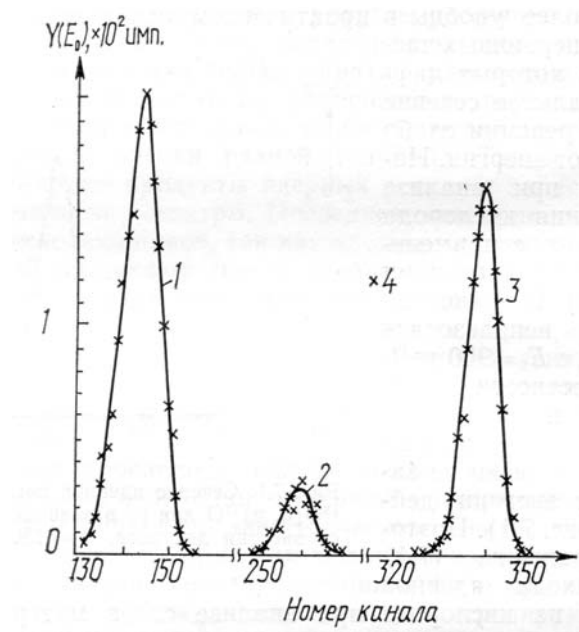


Рис. 2.10. Спектр протонов, полученный под углом $\theta = 150^\circ$ при бомбардировке никелевой мишени дейтонами с $E = 900$ кэВ:
 1 – $^{16}\text{O}(d, p_1)^{17}\text{O}$; 2 – $^{16}\text{O}(d, p_0)^{17}\text{O}$; 3 – $^{12}\text{C}(d, p)^{13}\text{C}$

Результаты интегрирования выхода каждого из трех пиков представлены в табл. 2.3. Выход получен усреднением результатов трех опытов, в которых продукты реакций интегрировались за несколько отличающееся время, но при натекании равного заряда дейтонов ($Qe = 40$ мкКл). Следует заметить, что данный заряд является зарядом частиц, попадавших в цилиндр Фарадея, периодически вводимый на короткое время в анализирующий пучок дейтонов, за время проведения опыта. Здесь же показаны результаты анализа мишени-стандарта из окисленного тантала с содержанием кислорода ^{16}O в пленке Ta_2O_5 в количестве $9,8 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$.

Таблица 2.3

Результаты анализа никелевого электрода

Мишень	Время опыта, с	Выход реакции, имп.				Количество в мишени, см^{-1}	
		$^{16}\text{O}(d,p_1)^{17}\text{O}$	$^{16}\text{O}(d,p_0)^{17}\text{O}$	$^{16}\text{O}(d,p_{0+1})^{17}\text{O}$	$^{12}\text{C}(d,p)^{13}\text{C}$	^{16}O	^{12}C
Электрод (Ta_2O_5)Ta	204	2089	265		5425		
	209	2437	330	2436	5393	$3,13 \cdot 10^7$	$7,4 \cdot 10^8$
	205	1936	251		4730		
	274	6884	781		2246		
	243	6845	727	7630	1066	$9,8 \cdot 10^{17}$	$2,4 \cdot 10^8$
	234	6857	795		1796		

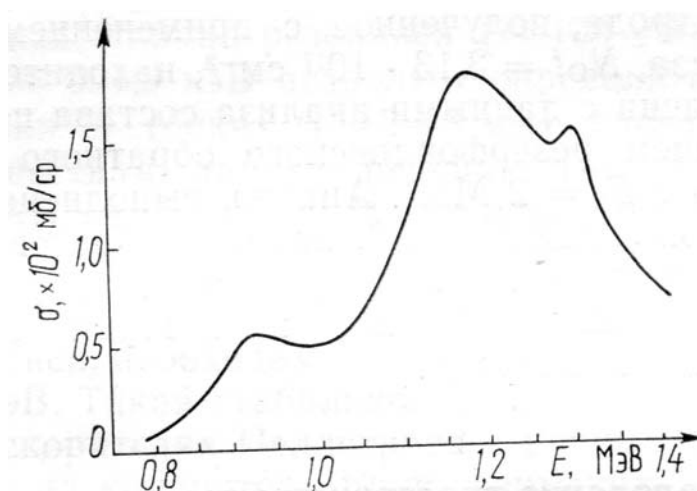


Рис. 2.11. Сечение ядерной реакции $^{12}\text{C}(d,p)^{13}\text{C}$ в зависимости от энергии дейтонов, $\theta = 150^\circ$

Количество кислорода в поверхностной пленке никелевого электрода, полученное с применением ядерного микроанализа, $N_{Ox} = 3,13 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, находится в приемлемом согласии с данными анализа состава поверхности с применением резерфордовского обратного рассеяния ионов гелия с $E_0 = 2 \text{ МэВ}$. Анализ, выполненный по методике, изложенной в п. 3.3, показал образование в результате электролиза на поверхности электрода пленки $\text{Ni}_{0,25}\text{O}_{0,75}$ толщиной 40 нм, в которой содержится $3,15 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ кислорода.

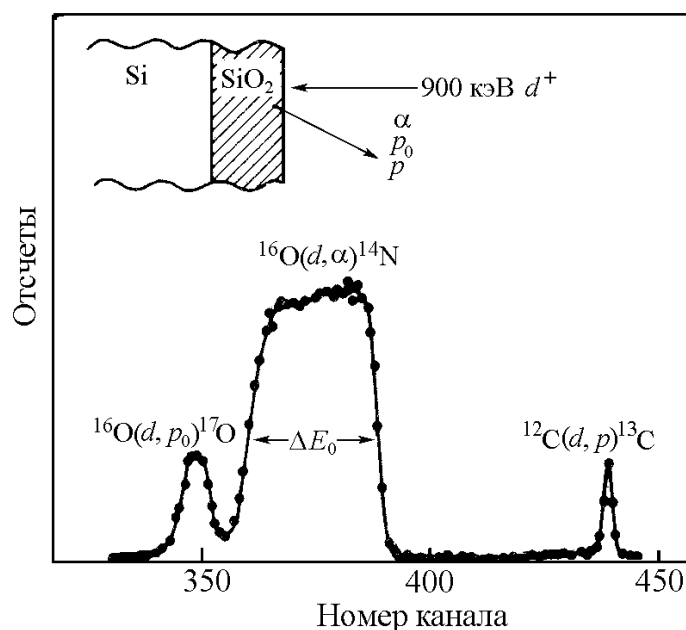


Рис. 2.12. Часть энергетического спектра с шагом 6,75 кэВ/канал, полученного для угла регистрации $\theta = 145^\circ$ при облучении слоя SiO_2 , толщиной 600 нм дейтронами с энергией 900 кэВ. Энергетическая ширина ΔE_0 , сигнала кислорода непосредственно связана с толщиной слоя окисла

Для измерений распределения кислорода по глубине может быть использована реакция $^{16}\text{O}(d, \alpha)^{14}\text{N}$. При низких энергиях дейтрона в ходе реакции испускаются α -частицы в основном состоянии α_0 . Для α -частиц, соответствующих первому возбужденному состоянию ядра ^{14}N , реакция имеет отрицательное значение $Q = -0,829 \text{ МэВ}$ (а следовательно, и пороговую энергию) и не происходит при энергии дейтронов, меньшей 933 кэВ. При бомбардировке дейтронами низких энергий величина энергии частиц α_0 на больших углах выхода мала, поэтому тормозная способность или потеря энергии на единицу длины довольно велика и обеспечивает улучшенное разрешение по глубине. На рис. 2.12 показан энергетический спектр, который наблюдался для слоя SiO_2 ,

толщиной 600 нм при нормальном падении пучка на мишень ($\varphi = 0^\circ$) и регистрации под углом 145° . Для того, чтобы избежать перекрытия с реакцией $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$, не допускалось превышение глубиной обеднения детектора величины 26 мкм. В то время как α -частицы останавливаются на этой толщине и отдают всю свою энергию детектору, протоны отдают лишь часть своей энергии и поэтому смещаются в энергетическом спектре частиц в сторону низких энергий.

Преимущество выполнения экспериментов с частицами, имеющими большую тормозную способность, отчетливо видно из сравнения рис. 2.10 и рис. 2.12. В то время как протоны, образовавшиеся при реакции $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$ (см. рис. 2.10), имеют довольно узкий спектр и не могут быть использованы для измерения распределения по глубине, для этой цели могут служить α_0 -частицы, энергетический спектр которых достаточно широк (см. рис. 2.12).

2.3.3. Реакции с регистрацией γ – квантов

Гамма-кванты регистрируются в случае реакций как радиационного захвата, так и с вылетом заряженных частиц. Во втором случае регистрация γ -квантов иногда более предпочтительна, так как для них можно значительно увеличить телесный угол детектора. Рассмотрим условия эксперимента. Пучок падает нормально к поверхности образца. Поглощением γ -лучей в образце пренебрегаем. Число зарегистрированных γ -квантов N_3 связано с числом испущенных $N_{\text{исп}}$ соотношением

$$N_3 = N_{\text{исп}}\varepsilon\Omega, \quad (2.24)$$

где ε – эффективность детектора (включая зависимость испущенных γ -лучей от угла детектора); Ω – его телесный угол.

Наиболее широко при определении содержания легких элементов используются резонансы в функциях возбуждения для сечения испускания γ -квантов. Для узких резонансов сечение отличается от нуля в небольшом энергетическом интервале вблизи резонансного значения энергии $E_{\text{рез}}$ падающих частиц. При этом тормозная способность для них будет практически постоянной в указанном энергетическом диапазоне.

Для тонкого образца, когда потери энергии в нем значительно меньше ширины резонанса, число зарегистрированных γ -лучей в зависимости от энергии падающих частиц можно записать так:

$$\Delta N_3(E) = \sigma(E) N_0 \Omega \varepsilon N_A k C x / M_A, \quad (2.25)$$

где $\sigma(E) = \sigma / [1 + (E - E_{\text{рез}})^2 / (\Gamma/2)^2]$; σ – максимальная величина сечения в резонансе; $E_{\text{рез}}$ – резонансное значение энергии; $\Gamma/2$ – ширина ре-

зонанса на полувысоте; x – толщина образца; C – концентрация определяемого элемента в образце.

При анализе толстого образца его разбивают на тонкие слои и выражение (2.24) интегрируют по энергии. Тогда для слоя толщиной Δx число зарегистрированных γ -квантов

$$N_3(E_0) = \frac{CkN_A\sigma I\varepsilon\Omega N_0}{2M_A S(E_{рез})} \arctg \frac{E - E_{рез}}{\Gamma/2} \Big|_{E_0 - \Delta E}^{E_0}, \quad (2.26)$$

где E_0 – энергия налетающих ионов; E – энергия частиц в слое Δx (изменяется от E_0 до $E_0 - \Delta E$, где ΔE – потери энергии в слое Δx).

С увеличением энергии падающих частиц и, следовательно, глубины анализируемого слоя число зарегистрированных γ -квантов асимптотически приближается к величине

$$N_3(\infty) = \frac{\pi CkN_A\sigma I\varepsilon\Omega N_0}{2M_A S(E_{рез})}. \quad (2.27)$$

Эту величину можно определить из двух измерений на толстом образце при $E_0 \leq E_{рез} - 5\Gamma$ и $E_0 \geq E_{рез} + 5\Gamma$, получив разность между количествами отсчетов, соответствующими этим двум значениям энергии. Узкие резонансы в функциях возбуждения (рис. 2.13) используются для исследования распределения примеси по глубине образца. Для этого энергия налетающих ионов изменяется от $E_0 = E_{рез} - 5\Gamma$ до величины $E_0 = E_{рез} + P\bar{S}(E)$ с шагом ΔE , определяющим изменение резонансной энергии с глубиной $\Delta P = \Delta E / S(E_{рез})$, причем $\bar{S}(E)$ принимается равной $S(E_0 + E_{рез} / 2)$. Разрешение по глубине будет определяться разбросом энергий в падающем пучке, шириной резонанса и страгглингом.

Наиболее просто концентрация примеси и профиль ее распределения по глубине образца определяются сравнением спектров, полученных на исследуемом образце, со спектрами от стандартного образца известного состава.

Рассмотрим процедуру определения пространственного распределения алюминия в тонких имплантационных слоях «тяжелой» матрицы, в частности арсенида галлия, используя резонансную реакцию. Резонансная реакция $^{27}\text{Al}(p, \gamma)^{28}\text{Si}$ для профилирования алюминия привлекает специалистов прежде всего тем, что узкая ширина резонанса (~ 100 эВ) при энергии протонов 991,9 кэВ позволяет определять количество алюминия в тонких ($\sim 2 \dots 3$ нм) слоях мишеней. К преимуществам данной реакции (по сравнению с $^{27}\text{Al}(d, p)^{28}\text{Al}$) при $E_d = 1,9$ МэВ

также относят большее сечение реакции ($\sigma_{(p,\gamma)} \approx 20 \cdot \sigma_{(d,p_{0+i})}$). Однако, чтобы полностью использовать возможности реакции в узкой ширине резонанса, необходима стабильность энергии протонов ~ 100 эВ. Такая стабильность энергии частиц достижима на ускорителях Пеллетрона с цепным транспортером заряда на кондуктор. Если применять ускорители Ван-де-Граафа, то разрешение по глубине определяется неопределенностью энергии ускоренных частиц ($\pm 0,5$ кэВ), хотя регистрируемый сигнал получают из слоя толщиной 2...3 нм.

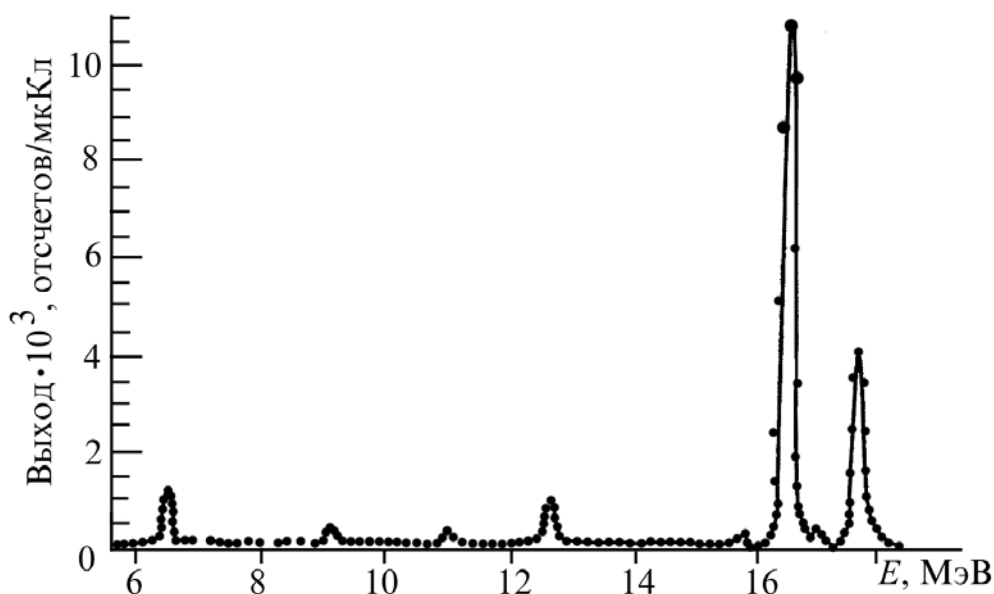


Рис. 2.13. Выход для реакции ${}^1\text{H}({}^{19}\text{F}, \alpha\gamma){}^{16}\text{O}$, используемой при определении водорода

Для регистрации продуктов ядерной реакции, например γ -квантов, используют сцинтилляционные детекторы на основе кристаллов NaI(Tl). Поэтому имеется фон от космического излучения, несмотря на дополнительные меры защиты детекторов, например размещение последних в свинцовых кожухах. Это означает, что при выполнении экспериментов следует тщательно контролировать существующий фон и вносить соответствующие коррективы.

Поскольку определение количеств Al в мишенях, как правило, проводят сравнением выхода сигнала $Y_{\text{Al}}^{\text{GaAs}}$ выходом γ -излучения $Y_{\text{Al}}^{\text{Al}}$, получаемым для тех же

значений энергии протонов при анализе мишени с известной концентрацией алюминия (например, алюминиевого стандарта), то в экспериментах прежде всего необходимо иметь нормировочную кривую зависимости выхода от энергии протонов. Так, на рис. 2.14 показаны

значения выхода γ -квантов при разных E_p в области трех пиков. Здесь же штриховыми линиями показаны уровни фона в различных энергетических интервалах спектра γ -квантов. Заметим, что снятие кривых зависимостей выхода γ -квантов от энергии протонов также полезно для градуировки энергии ускорителя ионов, так как позволяет уточнить те или иные отклонения в энергии частиц. Каждая точка на рис. 2.14 получена при натекании за контролируемое время (~ 300 с) на периодически вводимый в пучок протонов цилиндр Фарадея заряда 20 мкКл.

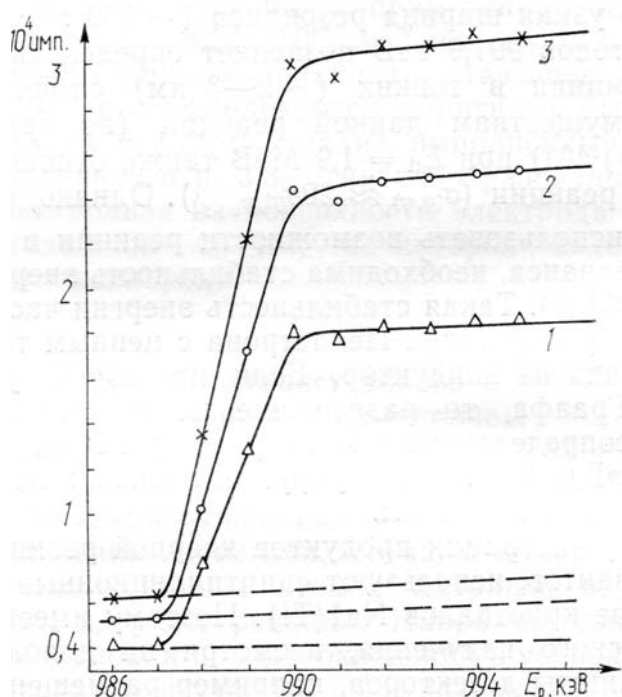


Рис. 2.14. Выход γ -квантов ядерной реакции $^{27}\text{Al}(p, \gamma)^{28}\text{Si}$ на Al в зависимости от энергии протонов в окрестности резонанса (992 кэВ): 1, 2 и 3 – выход в пиках, наблюдаемых на энергетическом спектре γ -квантов в интервале 1,05...5,1 МэВ. Детектор $12,5 \times 12,5 \text{ см}^2 \text{ NaI (Tl)}$ расположен в 1 см от мишени, $\theta = 0^\circ$

В качестве мишени брали (100) кристалл GaAs, имплантированный ионами Al^+ с $E = 50$ кэВ и $\Phi = 8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ при $T = 373$ К. Зависимости выхода сигнала алюминия от энергии протонов с вычетом фона и фон, рассчитанный на 1 с при разных значениях E_p , показаны на рис. 2.15. Кривые выхода γ -излучения как функции энергии протонов, начиная со значения энергии резонанса (см. рис. 2.15, а), могут служить приближенным профилем распределения имплантированного в GaAs алюминия, если на ось абсцисс нанести шкалу глубины для расчета которой использовать значения потерь энергии протонов ($E_p \sim 992$ кэВ) в материале мише-

ни. Однако применение мишени-стандарта позволяет получить точный профиль алюминия, имплантированного в кристалл GaAs.

Поскольку $Y_{Al}^{GaAs} \sim N_{Al}^{GaAs}$ и $Y_{Al}^{Al} \sim N_{Al}^{Al}$, $N_{Al}^{Al} = \Delta E / \varepsilon^{Al}$, где ΔE – энергетическая ширина анализируемого слоя, ε^{Al} – тормозная способность атомов алюминия, то $Y_{Al}^{Al} \sim \Delta E / \varepsilon^{Al}$, тогда справедливо

$$N_{Al}^{GaAs} = \frac{Y_{Al}^{GaAs}}{Y_{Al}^{Al}} \frac{\Delta E}{\varepsilon^{Al}}. \quad (2.28)$$

При определении содержания алюминия в GaAs выходы Y_{Al}^{GaAs} и Y_{Al}^{Al} получают в эксперименте, ε^{Al} находится из таблиц (см. приложения) значение ΔE известно.

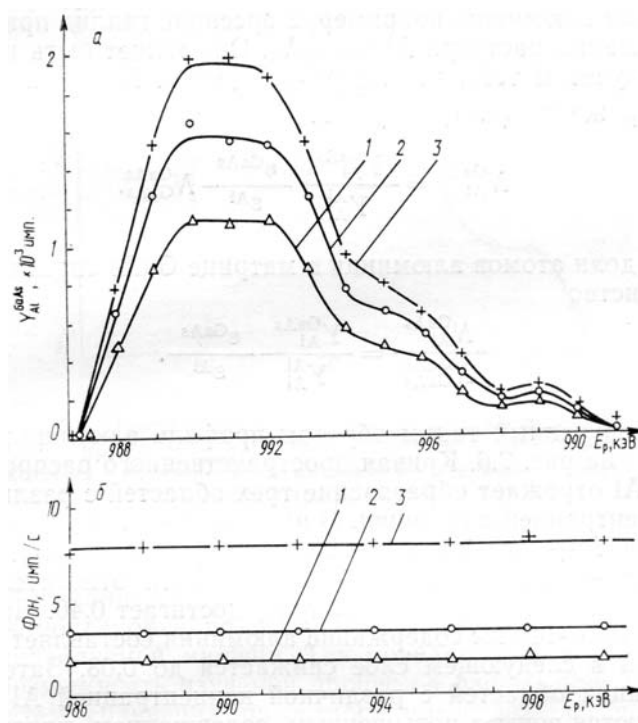


Рис. 2.15. Выход γ -квантов реакции $^{27}Al(p, \nu)^{28}Si$ на кристалле GaAs, имплантированном Al с $E = 50$ кэВ $\Phi = 8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ при $T = 373$ К в зависимости от энергии протонов с вычетом фона (а) и уровень фона на разных участках энергетического спектра γ -квантов, регистрируемых при бомбардировке протонами неимплантированного GaAs (б): 1, 2, 3 – участки спектра γ -излучения в области энергий 1,05...5,1 МэВ

Вместе с тем зачастую важна относительная концентрация алюминия, например, в арсениде галлия при формировании раствора $Al_xGa_{1-x}As$. Она может быть найдена с учетом того, что $N_{GaAs}^{GaAs} = \Delta E / \varepsilon^{GaAs}$. Подставляя ΔE в выражение (2.28), получают

$$N_{Al}^{GaAs} = \frac{Y_{Al}^{GaAs}}{Y_{Al}^{Al}} \frac{\varepsilon^{GaAs}}{\varepsilon^{Al}} N_{GaAs}^{GaAs}. \quad (2.29)$$

Для доли атомов алюминия в матрице GaAs справедливо равенство

$$\frac{N_{Al}^{GaAs}}{N_{GaAs}^{GaAs}} = \frac{Y_{Al}^{GaAs}}{Y_{Al}^{Al}} \frac{\varepsilon^{GaAs}}{\varepsilon^{Al}}. \quad (2.29a)$$

Полученный таким образом профиль алюминия приведен на рис. 2.16. Кривая пространственного распределения Al отражает образование трех областей с различной концентрацией алюминия. В приповерхностном слое толщиной $R + \Delta R_p$ формируется соединение $Al_xGa_{1-x}As$, где $x = 0,3 - 0,32$. При этом на поверхности относительная концентрация Al увеличивается и достигает 0,46. На глубине 100...140 нм содержание алюминия составляет 0,1...0,12 и в следующем слое снижается до 0,03. Затем на границах областей с различной концентрацией Al формируются зоны с повышенным содержанием протяженных дефектов типа дислокаций.

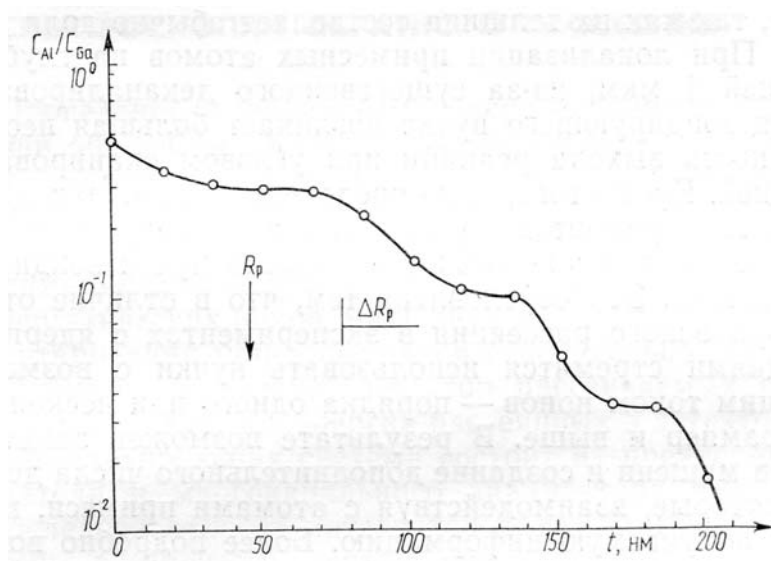


Рис. 2.16. Профиль алюминия, имплантированного в (100) GaAs при $E = 50$ кэВ, $\Phi = 8 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$, $T = 373$ К, который получен с применением ядерной реакции $^{27}Al(p, \gamma)^{28}Si$

При переходе от шкалы энергии (см. рис. 2.15) к шкале глубины (см. рис. 2.16) учитывалось уменьшение тормозной способности имплантированной матрицы вследствие введения сравнимого с концентрацией атомов матрицы количества более легких атомов алюминия. Изменяющаяся с глубиной тормозная способность имплантированного

слоя кристалла рассчитывалась с учетом правила аддитивности для тормозной способности смесей

$$\varepsilon^{Al_xGa_{1-x}As} = \frac{x}{2} \varepsilon^{Al} + \left(1 - \frac{x}{2}\right) \varepsilon^{GaAs}. \quad (2.30)$$

Разрешение по глубине оказалось в данном опыте зависящим от содержания алюминия и составило по мере увеличения глубины от 19 до 16 нм. Полезно отметить, что интегрирование сигнала под кривой распределения алюминия по глубине показывает его слоевое содержание в анализируемой мишени. Так появляется дополнительная возможность изучения процессов распыления мишени путем сравнения расчетного интегрального потока имплантированных ионов и фактического количества материала в облученном слое. Например, при интегрировании сигнала от алюминия (см. рис. 2.16) получено $N_{Alt} = 8,01 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, что совпадает с расчетной дозой внедренного алюминия. Совпадение можно интерпретировать как отсутствие распыления атомов алюминия в процессе его внедрения в арсенид галлия при потоках $\Phi \sim 8,0 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$.

2.4. Метод резонансного обратного рассеяния быстрых ионов

По мере увеличения энергии анализирующего пучка ионов вклад кулоновского рассеяния уменьшается и в выражении (1.2) все большую роль начинают играть другие члены. В резонансных методах используется упругое ядерное рассеяние, функция возбуждения (зависимость сечения от энергии) которого обладает резонансной структурой, причем в энергетической зависимости сечения предусматривается наличие как изолированного, узкого и высокого пика, так и широкого пика (см., например, рис. 2.2). Как правило, сечение резонансного рассеяния в 2–3 раза, а иногда на 2–3 порядка выше, чем сечение резерфордовского рассеяния. Это обстоятельство позволяет определять интегральное содержание и профиль концентрации атомов с массой меньшей массы атомов матрицы, что и нашло применение, например, при анализе углерода, азота и кислорода в образцах среднего и тяжелого атомного состава. Выше был продемонстрирован метод резонансного обратного рассеяния на заряженных частицах с регистрацией γ -квантов. Здесь же рассмотрим метод резонансного обратного рассеяния быстрых ионов, в частности, обратного рассеяния альфа-частиц высоких энергий (≈ 20 МэВ) и альфа-частиц с энергией в резерфордовской области. Отличительной особенностью этих реакций является то, что наибольшие сечения резонансного рассеяния достигаются на углах, близких к 180° . Поэтому анализ с их помощью проводят в обратной геометрии.

Эффективность метода зависит от особенности функции возбуждения: ширина резонанса определяет разрешающую способность (шаг по глубине) метода, соотношение площадей резонансной и нерезонансной частей функции возбуждения – его предел обнаружения, а наличие соседних резонансов – глубину анализа. Профиль концентрации получают, измеряя выход рассеяния шаг за шагом, при энергии падающих частиц, равной и выше резонансной, что является недостатком метода. При использовании широких резонансов энергию падающего пучка выбирают на пологом участке функции возбуждения и во время анализа не изменяют.

Для иллюстрации применимости резонансного ядерного рассеяния приведем примеры анализа содержания кислорода, введенного в поверхностные слои твердого тела, и кислорода, являющегося одним из основных компонентов вещества (высокотемпературные сверхпроводящие керамики – $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ или железо-иттриевые гранаты – $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ и многие другие многокомпонентные кислородсодержащие материалы – МКС).

2.4.1. Метод резонансного обратного рассеяния α -частиц высоких энергий (метод РезОР)

Экспериментальное изучение поведения дифференциального сечения рассеяния α -частиц на легких ядрах при энергии выше кулоновского барьера показало, что на больших углах рассеяния угловые распределения имеют осцилляторную структуру, которая характеризуется резким увеличением сечения на углах, близких к 180° . Особенно ярко этот эффект проявляется при рассеянии α -частиц с энергией 15...30 МэВ на ядрах атомов кислорода и углерода. При некоторых значениях энергии сечение может достигать нескольких сот миллибарн. На рис. 2.17 представлено угловое распределение α -частиц на ядрах ^{16}O . Видно, что сечение рассеяния на ^{16}O при угле рассеяния 178° достигает примерно $1000 \text{ мб}\cdot\text{ср}^{-1}$. Сечение рассеяния сильно зависит от энергии падающих α -частиц.

На рис. 2.18 приведены функции возбуждения рассеяния α -частиц на ядрах ^{12}C , ^{14}N и ^{16}O на угол 175° . Из кривых следует, что оптимальная энергия при анализе содержания углерода лежит в области 18,5 МэВ, а кислорода – в области 21,4 МэВ. При этих же энергиях на ядрах средних и тяжелых элементов сечение рассеяния значительно меньше. Сказанное иллюстрируется рис. 2.17, где показаны экспериментально измеренные дифференциальные сечения рассеяния α -частиц на ядрах ^{16}O ($E_0 = 21,37 \text{ МэВ}$), Zn ($E_0 = 21,9 \text{ МэВ}$). Здесь же приведены сечения рассеяния α -частиц на ядрах ^{16}O , ^{28}Si , ^{65}Zn и ^{73}Ge для этих же

энергий, рассчитанные по формуле Резерфорда (1.5). Величина отношения экспериментально измеренного дифференциального сечения рассеяния альфа-частиц на ядрах атомов кислорода на угол 175° к сечению кулоновского рассеяния на ядрах атомов матрицы на тот же угол будет равна 240, 64 и 54 для кремния, цинка и германия соответственно.

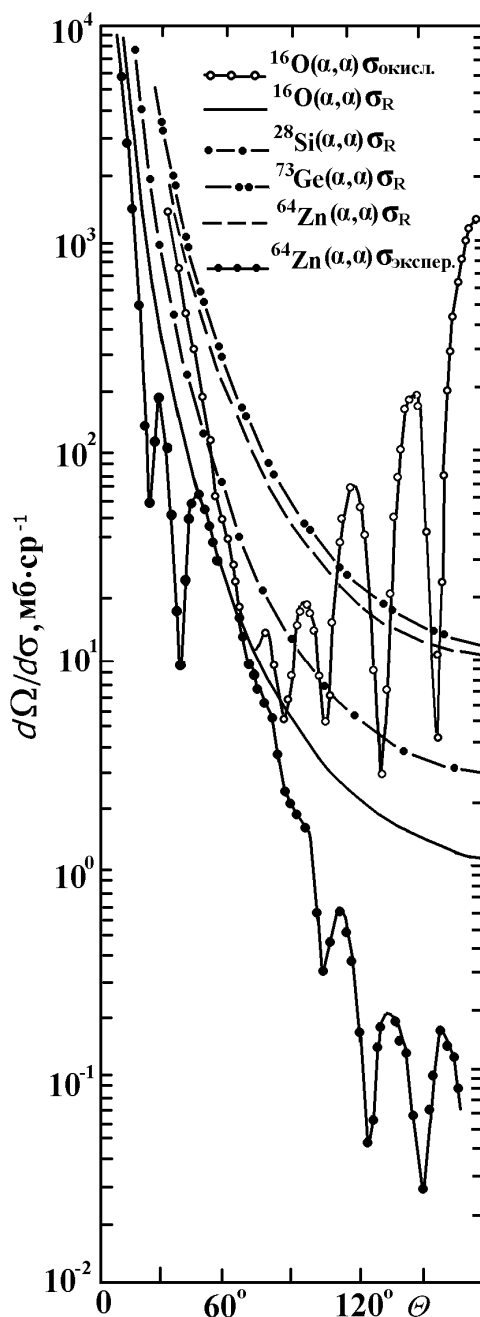


Рис. 2.17. Экспериментально измеренные $\sigma_{\text{эксп}}$ и рассчитанные σ_R дифференциальные сечения упругого рассеяния α -частиц с энергией 21,37 МэВ на ядрах ^{16}O , ^{28}Si , ^{73}Ge и с энергией 21,9 МэВ на ядрах ^{64}Zn

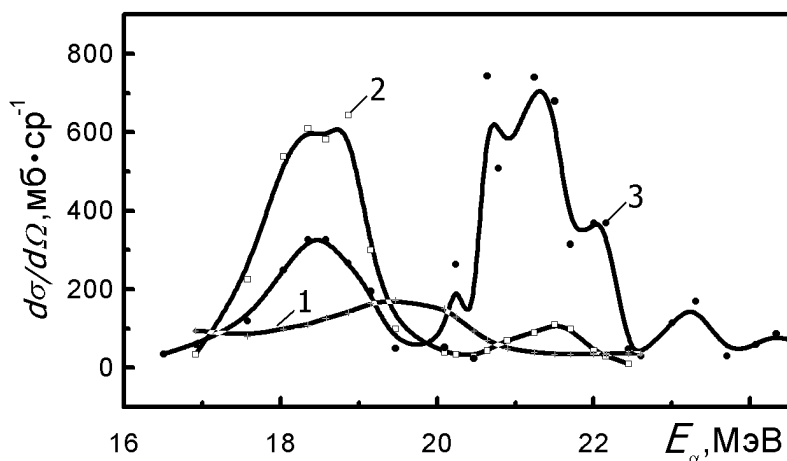


Рис. 2.18. Функция возбуждения упругого рассеяния α -частиц на ядрах ^{12}C (1), ^{14}N (2) и ^{16}O (3) на угол $\Theta = 175^\circ$

В реальном случае данное соотношение должно возрасти, так как сечение упругого рассеяния α -частиц на средних ядрах при энергиях выше кулоновского барьера становится ниже рассчитанного по формуле Резерфорда (1.5). Например, экспериментально измеренное сечение рассеяния α -частиц на ядрах атомов ^{65}Zn на угол 168° составляет $16,6 \text{ мб}\cdot\text{ср}^{-1}$, что на два порядка меньше кулоновского сечения и примерно в $6 \cdot 10^4$ меньше сечения рассеяния α -частиц на ядрах ^{16}O (см. рис. 2.17). Это означает, что предел обнаружения легких элементов (^{12}C , ^{14}N и ^{16}O) резко повышается по сравнению с пределом обнаружения их методом РОР. Это позволило предложить метод для анализа легких элементов в поверхностных слоях материалов. Наиболее широко метод резонансного обратного рассеяния высокоэнергетичных ионов гелия применялся для изучения содержания и профиля концентрации кислорода при анализе сверхпроводников на основе ниобия.

Минимальный шаг, с которым может быть осуществлен анализ на кислород по глубине методом РезОР, определяется энергетическим разрешением спектрометра (1.53). При разрешении спектрометра 15 и 60 кэВ минимальный шаг для образцов из германия составит 50 и 200 нм соответственно. Максимальная анализируемая толщина в общем случае определяется значением E_0 , атомным номером основы и перекрытием спектров импульсов, принадлежащих упруго рассеянными частицам на соседних легких ядрах, и колеблется в пределах 5...10 мкм, для мишеней с массами $40 \leq M_i \leq 140$. Пределы одновременного обнаружения примесей углерода, азота и кислорода в тонких свободных пленках составляют $4 \cdot 10^{12}$, $1,3 \cdot 10^{13}$ и $4 \cdot 10^{12}$ атом·см $^{-2}$ при статистической погрешности 10%, $\Delta\Omega = 8 \cdot 10^{-3}$ ср, $Q = 1,8$ мкКл. Значение $S_{\text{мин}}$ на поверхности

«толстых» образцов зависит от соотношения сигнал/фон, так как сигнал от атомов кислорода, азота и углерода в энергетическом спектре рассеянных частиц накладывается на сигнал от атомов матрицы. Экспериментальную оценку минимальной концентрации $C_{\text{мин}}$ осуществляют с помощью выражения (1.36).

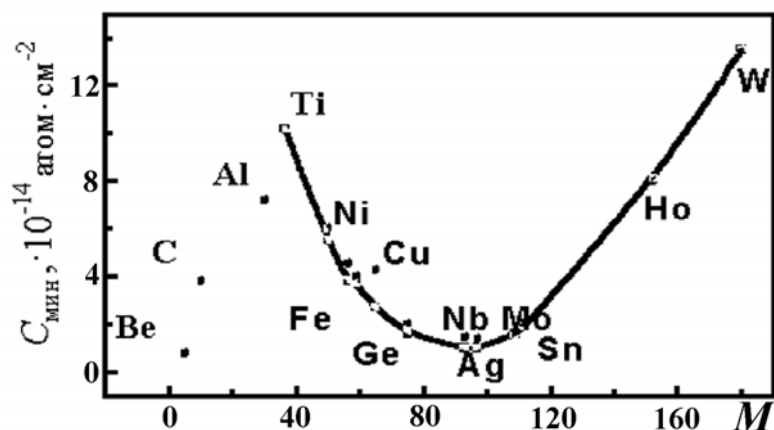


Рис. 2.19. Зависимость предела обнаружения $C_{\text{мин}}$ кислорода на поверхности от массы атома образца:
 $E_0 = 21,4 \text{ МэВ}$, $\Delta\Omega = 8 \cdot 10^{-3} \text{ ср}$, $I = 0,5 \text{ мкА}$, $t = 3600 \text{ с}$

Для оценки минимальной концентрации число каналов фона под пиком принимают равным удвоенному энергетическому разрешению детектора. Рассчитанные и экспериментальные значения $C_{\text{мин}}$ для поверхностного определения кислорода в зависимости от массового числа матрицы приведены на рис. 2.19. Превышение экспериментальных значений над теоретической кривой говорит о вкладе в фоновую часть спектра не упруго рассеянных α -частиц и протонов из (α, p) -реакций на ядрах матрицы. С учетом этого обстоятельства можно показать, что предел обнаружения легких элементов на поверхности достигает порядка $5 \cdot 10^{14} \text{ атом} \cdot \text{см}^{-2}$ для большинства материалов любого состава с массами в интервале $40 \leq M_i \leq 150$ и практически находится на том же уровне, что и при определении примеси тяжелых элементов в легкой матрице с использованием α -частиц низкой энергии.

Для уменьшения фона от атомов матрицы можно использовать монокристаллические образцы. В качестве примера рассмотрим результаты, приведенные на рис. 2.20 и 2.21. Для уменьшения фоновых импульсов под полезным сигналом от ядер кислорода использовали тонкие образцы Si ($l = 10 \div 15 \text{ мкм}$) и Ge ($l = 20 \div 30 \text{ мкм}$). На рис. 2.20 показаны энергетические спектры α -частиц с $E_0 = 21,4 \text{ МэВ}$, рассеянных на $\Theta = 175^\circ$ при неориентированном падении пучка на монокристаллы Si и

Ge, имплантированные ионами кислорода ($E = 150$ кэВ) при температуре $593 \dots 643$ °К до дозы 10^{17} см $^{-2}$ и 10^{16} см $^{-2}$ соответственно. Видно, что в спектрах наблюдается отчетливый пик, соответствующий упругому резонансному рассеянию α -частиц на ядрах атомов ^{16}O и его выделение на фоне не упруго рассеянных частиц не представляет затруднений при таких дозах внедрения.

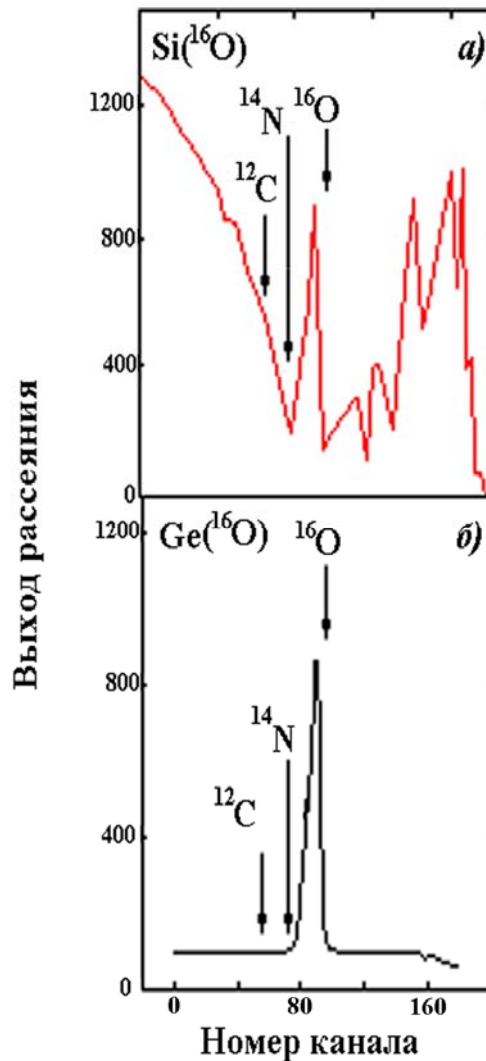


Рис. 2.20. Энергетические спектры α -частиц ($E_0 = 21,4$ МэВ), рассеянных на угол $\Theta = 175^\circ$ монокристаллом кремния (а) и германия (б).

Образцы имплантировали ионами кислорода ($E = 150$ кэВ) кэВ) при температуре $T = 623$ К до дозы 10^{17} см $^{-2}$ (Si) и 10^{16} см $^{-2}$ (Ge).

Спектры получены при неориентированном падении пучка частиц на кристалл

Следует заметить, что при легировании малыми дозами выделение и обработка кислородного пика значительно проще для германиевых

образцов, так как фон в этом случае значительно ниже и более равномерно распределен под кислородным пиком. Нанесенные на рис. 2.20 стрелки указывают номера каналов, в которых должны наблюдаться пики, соответствующие α -частицам, рассеянным на ядрах атомов углерода и азота. Видно, что для кремниевых образцов определение углерода и азота при малых дозах имплантации проблематично, так как соответствующие им пики будут располагаться на интенсивном фоне не упруго рассеянных α -частиц на ядрах атомов кремния. Для германия положение значительно упрощается. На рис. 2.21 представлен энергетический спектр α -частиц ($E_0 = 21,4$ МэВ), рассеянных $\langle 111 \rangle$ монокристаллом кремния толщиной 30 мкм, на переднюю поверхность которого наложена лавсановая пленка ($C_{10}H_8O_4$) толщиной $0,324$ мг/см². Из рисунка следует, что, во-первых, α -частицы, рассеянные на ядрах атомов углерода и кислорода, надежно разделяются. Во-вторых, в энергетических спектрах всегда можно наблюдать пики, соответствующие рассеянию на ядрах атомов углерода, если их концентрация выше концентрации атомов кислорода. В-третьих, использование эффекта каналирования уменьшает фон под значимыми для анализа пиками и тем самым повышает предел обнаружения метода.

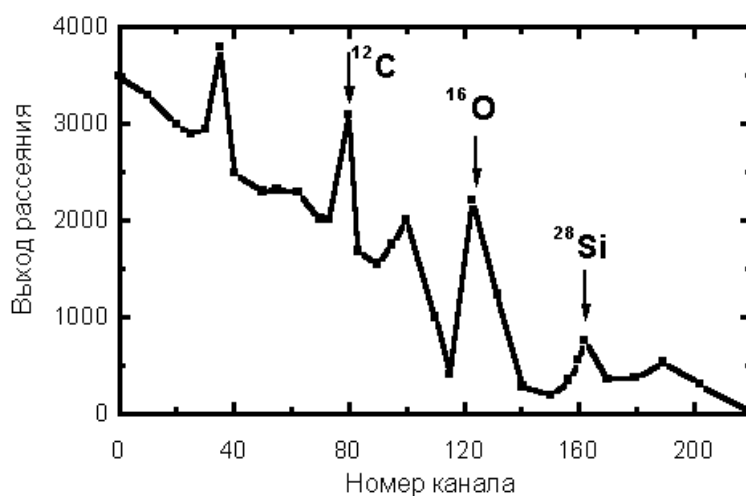


Рис. 2.21. Энергетические спектры α -частиц ($E_0 = 21,4$ МэВ), рассеянных на угол $\Theta = 175^\circ$ $\langle 111 \rangle$ монокристаллом Si толщиной 30 мкм с наложенной на поверхность лавсановой пленкой ($l = 0,324$ мг/см²)

Следует заметить, что применение высоко энергетических ионов требует для своей реализации соответствующих ускорителей. В отмеченных выше работах для анализа использовали циклотрон У-120 (Р-7М), что естественно уменьшает возможности широкого использования метода РезОР высоко энергетических α -частиц.

2.4.2. Метод резонансного обратного рассеяния α -частиц в резерфордовской области энергий (метод РОРез)

Основной недостаток метода РезОР высокоэнергетических ионов, помимо сказанного выше, заключается в том, что он используется лишь для анализа кислорода как примесного элемента и не дает никакой информации о содержании других элементов в образце. В ряде работ для определения профиля концентрации кислорода использовали изолированный резонанс при упругом рассеянии $^{16}\text{O}(\alpha, \alpha)^{16}\text{O}$ с $E_0 = 3,045$ МэВ. Основное преимущество этого энергетического диапазона – получение полной информации о составе образца, так как сечение упругого рассеяния на ядрах более тяжелых элементов, начиная с Al, достаточно точно описывается формулой Резерфорда (1.5). Таким образом, в этом случае один энергетический спектр обратно рассеянных частиц сочетает в себе как спектр РезОР для кислорода, так и спектр РОР для других элементов. Это стимулировало исследование упругого рассеяния ионов гелия на ядрах ^{16}O при энергии выше 3 МэВ и углах $165 \dots 170^\circ$ для выявления других резонансов и в сочетании с резерфордовским обратным рассеянием на ядрах атомов средней и тяжелой массы для определения относительного атомного состава многокомпонентных кислородсодержащих структур (МКС).

Максимально возможная область энергии ускоренных ионов ^4He , где кулоновское рассеяние еще является основным видом взаимодействия для ядер элементов среднего и тяжелого атомного состава, оценивается из условия (1.3) или (1.4): прицельное расстояние должно быть больше суммы радиусов сталкивающихся ядер. Приближенно r_0 можно оценить из соотношения

$$[1 + (M_1/M_i)^2 + 2(M_1/M_i)\cos \Theta_c]Z_1Z_i/E_0 > r_0(A^{1/3} + A_i^{1/3}), \quad (2.31)$$

где r_0 – параметр радиуса ядра, значение его находится в пределах $(1,0 \div 1,8) \cdot 10^{-13}$ см; Θ_c – угол рассеяния в системе центра инерции (с.ц.и.), используя экспериментальные данные о взаимодействии α -частиц с ядрами.

Для рассеяния $^{208}\text{Pb}(\alpha, \alpha)^{208}\text{Pb}$ в угловых распределениях экспериментально установлено, что дифференциальное сечение рассеяния чисто кулоновское вплоть до $E_0 = 17$ МэВ, что соответствует $r_0 \sim 1,7$ Фм.

Аналогично, для $^{16}\text{O}(\alpha, \alpha)^{16}\text{O}$ до $E_0 = 2,2 \div 2,3$ МэВ, что соответствует $r_0 \sim 1,4$ Фм, для изотопов Mg чисто кулоновское рассеяние имеет место вплоть до $E_0 = 3,3$ МэВ, что соответствует $r_0 \sim 1,6$ Фм. Отсюда можно заключить, что область совместного использования методов РОР

и РезОР (метод РОРез) для МКС заключена в интервале 2,3...17 МэВ для всех масс элементов периодической таблицы Д.И. Менделеева от $Z = 8$ до $Z = 82$.

При $E_0 > 2,3$ МэВ (область метода РОРез для анализа МКС) сечение рассеяния α -частиц на ядрах ^{16}O отличается от Резерфордского, функция возбуждения имеет сложный немонотонный характер с изолированными резонансами, а в области углов $\Theta \cong 180^\circ$ в угловых распределениях наблюдаются аномально высокие максимумы (как и в случае высоко энергетичных α -частиц. общий вид функции возбуждения в интересующей нас области энергий представлен на рис. 2.22. Наиболее значим резонанс при $E_0 = 3,045$ МэВ (по другим данным $E_0 = 3,0382$ МэВ) с шириной $\Gamma = 8,1$ кэВ (с.ц.и.).

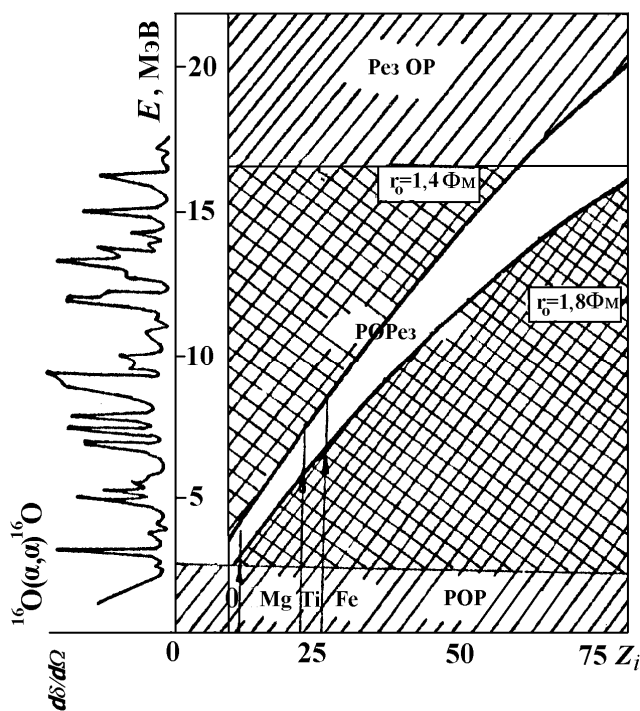


Рис. 2.22. Энергетическая область метода РОРез

Другая группа пригодных для анализа резонансов лежит в области энергий $E_0 = 4,9 \div 5,2$ МэВ. В этом диапазоне энергий ядерные данные по сечениям и угловым распределениям практически отсутствуют. Можно лишь с некоторой долей определенности говорить о положении резонанса, его ширине Γ и возбуждаемых состояниях. Резонанс при $E_0 = 5,152$ МэВ с $\Gamma = 23,75$ кэВ может быть рассмотрен для повышения точности определения атомной доли кислорода в МКС, компоненты которой по массе тяжелее Ti (см. рис. 2.22).

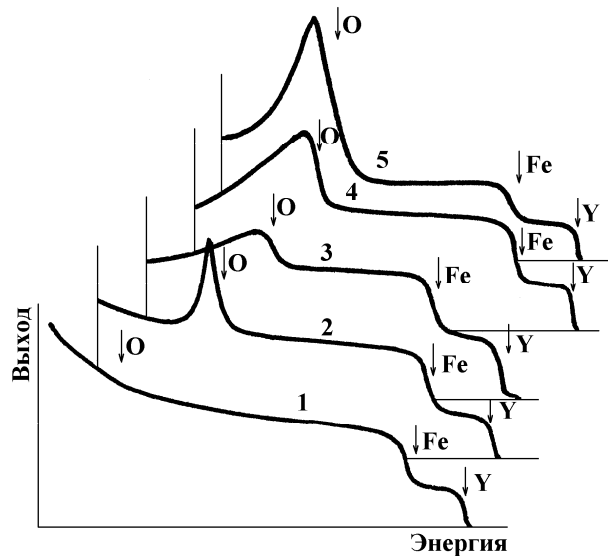


Рис. 2.23. Энергетические спектры ионов ${}^4\text{He}$ рассеянных на угол $\Theta = 170^\circ$ на монокристалле $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ при различных энергиях E_0 анализирующего пучка:
 1 – 2,0; 2 – 3,12; 3 – 4,5; 4 – 4,95; 5 – 5,2 МэВ

Следующий диапазон энергий, который может быть использован в элементном анализе, находится в районе широкого резонанса $E_{\text{рез}} \approx 6,57$ МэВ с $\Gamma = 121,25$ кэВ. Область применения данного резонанса в методе РОрез еще более ограничена резерфордовским рассеянием на ядрах элементов тяжелой средней атомной массы анализируемого вещества. Так, при элементном анализе твердых тел, содержащих Fe, требуются экспериментальные данные, подтверждающие наличие резерфордовского сечения на ядрах атомов Fe в этой области энергий. На рис. 2.23 приведены экспериментальные энергетические спектры обратно рассеянных от атомов монокристалла железо-иттриевого граната $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (ЖИГ), измеренные в режиме хаотического падения пучка ионов ${}^4\text{He}$ при разных энергиях: 2; 3,12; 4,5; 4,95; 5,2 МэВ. Отношение амплитуд спектра для кислорода и матрицы $C = H({}^{16}\text{O})/H_{\text{ф}}$ зависит от E_0 : для $E_0 = 2$ МэВ $C \sim 0,7$; $E_0 = 3,12$ МэВ $C \sim 0,63$; $E_0 = 4,5$ МэВ $C \sim 0,12$; $E_0 = 4,95$ МэВ $C \sim 0,58$; $E_0 = 5,2$ МэВ $C \sim 1,25$. Из спектра, соответствующего энергии $E_0 = 2,0$ МэВ, извлекается информация только об отношении атомных долей тяжелых компонентов. Использование ионов ${}^4\text{He}$ с энергией вблизи резонансов при упругом рассеянии 3,045; 4,95; 5,2 МэВ значительно повышает точность определения атомной доли кислорода в МКС. В многоэлементном анализе при содержании в мишени элементов тяжелее Ti оптимальнее использовать энергии, близкие к $E_0 = 5,15$ МэВ. Это обусловлено, во-первых, тем, что с ростом энергии анализирующих ионов массовое разрешение методов ОР улучшается.

Во-вторых, в области 5,15 МэВ в функции возбуждения есть гладкий участок, с которым удобнее работать. В-третьих, сравнение отношения $N(^{16}\text{O})/N_{\text{ф}}$, соответствующего различным энергиям падающего пучка показало, что это отношение максимально в области энергий 5,2 МэВ.

Таким образом, резонанс 3,045 МэВ в функции возбуждения упругого рассеяния $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$ предпочтительнее использовать для анализа структур, в состав которых входят элементы Mg, Al, Si, а резонанс 5,15 МэВ – для анализа МКС с массой атомов больше массы атомов титана. Для реализации метода РОрез необходимо использовать либо электростатические генераторы на энергию до 5 МэВ (ЭГ-5), либо циклотроны типа У-120 (Р-7), либо совместно использовать ЭСГ-2.5 и циклотрон.

2.4.3. Некоторые методические особенности применения ядерных реакций

Сечение ядерных реакций, вызываемых заряженными частицами, обычно меньше, чем сечение резерфордского и, конечно, резонансного рассеяний. Однако, поскольку сорт частиц в выходном канале реакции не совпадает с сортом частиц во входном канале, имеется возможность избирательной регистрации продуктов реакции, что позволяет избавиться от фона как рассеянных образцом частиц, так и частиц из сопутствующих реакций. Для этой цели при регистрации заряженных частиц применяются телескопы счетчиков, позволяющие одновременно определять сорт и энергию частицы. Используются тонкие полупроводниковые детекторы, позволяющие эффективно регистрировать короткопробежные частицы из реакции на фоне длиннопробежных частиц пучка. Часто применяются поглотители, устанавливаемые перед детектором и отсекающие короткопробежные частицы пучка от регистрируемых длиннопробежных частиц из реакции. Например, при исследовании диффузии фосфора, имплантированного в кремний, с помощью реакции (p,α) для регистрации использовался телескоп счетчиков, состоящий из тонкого (около 10 мкм) и толстого (около 300 мкм) полупроводниковых детекторов, включенных на антисовпадения. Это позволило практически избавиться от фона упруго рассеянных протонов. Содержание бора, имплантированного в кремний, исследуют с помощью реакции $^{11}\text{B}(p,\alpha)^8\text{Be}^*$ при энергии протонов 660 кэВ. Для отсеки упруго рассеянных на кремнии протонов использовался майларовый поглотитель толщиной 1,1 мг/см². Чувствительность реакции при таких условиях оценивается величиной в $3 \cdot 10^{-8}$ ат.% при пределе обнаружения в 10^{12} атомов/см². Кроме того, иногда применяется одновременная регистрация частиц из реакции и конечного ядра, угол разлета которых строго определен кинематикой реакции. Так, при определении

изотопного состава лития с помощью реакций ${}^6\text{Li}(p, \alpha){}^3\text{He}$ и ${}^7\text{Li}(p, \alpha){}^4\text{He}$ сложение энергий для соответствующих частиц позволило существенно уменьшить энергетический разброс, вызванный кинематическим уширением вследствие конечного телесного угла детектора. При регистрации γ -квантов детектор выбирается таким, чтобы его эффективность была максимальной в диапазоне энергий γ -квантов из реакции. Например, при изучении содержания фтора в полупроводниках с помощью реакции ${}^{19}\text{F}(p, p'\gamma){}^{19}\text{F}$ (энергии γ -квантов 110 и 197 кэВ) использовался Ge(Li)-детектор объемом $1,4\text{ см}^3$, т. е. с низкой эффективностью для γ -лучей больших энергий, что позволило улучшить отношение сигнал/фон примерно в 4 раза.

Иногда, например, для выяснения источников появления какого-либо элемента в исследуемом образце, используется тот факт, что реакция происходит на конкретном изотопе данного элемента. Так, при изучении влияния кислорода на формирование силицида платины использовались реакции ${}^{16}\text{O}(d, \alpha){}^{14}\text{N}$ для определения кислорода, имплантированного в образец, и ${}^{18}\text{O}(p, \alpha){}^{15}\text{N}$ (чувствительность ее значительно выше) для определения кислорода, поступающего из других источников.

В последние годы появились системы, позволяющие существенно сократить время исследования распределения примесей по глубине образца с помощью резонансных ядерных реакций. Такие системы позволяют автоматически изменять энергию пучка частиц (при наборе наперед заданного числа отсчетов в спектре) с требуемым шагом в определенном энергетическом интервале. Время анализа одного образца составляет при этом примерно 30 мин.

ГЛАВА 3. СПЕКТРОМЕТРИЯ ЯДЕР ОТДАЧИ

Введение

Первые работы по методу ядер отдачи (как методу именно элементного анализа) появились в 1975 г. В одной из них были приведены результаты определения концентрации ядер водорода в некоторых материалах с использованием для анализа пучков нейтронов. В другой пучки протонов с энергией 16 МэВ были использованы для определения концентрации ядер дейтерия и трития, имплантированных в алюминий. Почти одновременно с этими появились работы российских и канадских физиков, в которых был предложен вариант метода ядер отдачи, наиболее близкий к современному. Отличительная особенность указанных работ состояла в использовании для анализа ионов пучка, масса которых больше массы ядра анализируемой примеси. Именно эта особенность позволила полностью избавиться от фона, что существенно повысило чувствительность метода. Данное направление в последующие годы получило дальнейшее развитие и сейчас можно, по-видимому, считать, что этот вариант метода наиболее признан и распространен.

3.1. Основные физические принципы

В основе метода ядер отдачи лежит взаимодействие пучка ускоренных ионов с образцом, содержащим атомы легких элементов (водород, гелий и др.). Для иона пучка существует конечная вероятность столкнуться на своем пути с ядром легкой примеси и выбить его из образца. Эта вероятность определяется сечением упругого рассеяния ионов на ядрах примеси, числом ионов, концентрацией ядер примеси и др. На общем фоне других процессов выбивание ядра примеси – чрезвычайно редкое событие, поэтому необходима эффективная система его регистрации. Такую систему создать просто, если использовать для анализа пучки тяжелых ионов с энергией около 1 МэВ/а.е.м. В этом случае единственным фоновым ядерным процессом будет кулоновское рассеяние ионов пучка на ядрах матрицы, а от этого фона легко избавиться, поместив перед детектором поглотитель. Поглотитель представляет собой пленку из некоторого материала, толщина которой должна быть не меньше пробега ионов пучка с начальной энергией. Ионы пучка, рассеянные на ядрах матрицы в телесный угол детектора, этой пленкой полностью поглощаются. Ядра же отдачи легкой примеси пройдут сквозь пленку, потеряв лишь малую часть своей энергии, и будут этим детектором зарегистриро-

ваны. Такая схема реализует практически бесфоновые условия анализа, поэтому чувствительность метода высока.

Ионы анализирующего пучка на пути движения в образце непрерывно теряют свою энергию вплоть до полной остановки. Часть этой энергии расходуется на упругие столкновения с атомами матрицы образца. Столкновения инициируют каскады смещений атомов матрицы, т. е. вызывают, структурные нарушения. Часть энергии ионов, как правило, большая, расходуется на взаимодействие с электронной подсистемой матрицы образца, что приводит к его разогреву. Отметим, что плотность тепловой энергии, выделяемой в анализируемом объеме, может быть значительной. И структурные нарушения, и нагрев приводят к нежелательным (в смысле чистоты анализа) явлениям, например, к перераспределению ядер анализируемой примеси. На фоне этих процессов происходят относительно редкие события рассеяния на большие углы ионов пучка на ядрах матрицы и еще более редкие события выбивания ядер отдачи анализируемой примеси. Количественную основу метода составляют функции удельных энергетических потерь ионов и ядер отдачи в образце и сечения упругого рассеяния ионов анализирующего пучка на ядрах анализируемой примеси. Чем точнее известны эти функции, тем точнее метод.

В ядерно-физических методах влияния анализирующего пучка на свойства исследуемого образца полностью избежать не удастся, поэтому важна оптимизация параметров эксперимента, позволяющая свести это влияние к минимуму.

Рассеяние ионов пучка на ядрах матрицы и примеси характеризуется кинематикой, дающей связь энергий и углов рассеяния, и сечениями, определяющими вероятность рассеяния. Рассмотрим основные соотношения, используемые в методе ядер отдачи.

3.1.1. Кинематический фактор

Рассмотрим элементарный акт упругого рассеяния частицы с массой M_1 на ядре с массой M_2 . Рассмотрение удобно проводить в лабораторной системе координат. В этой системе ядро-мишень до рассеяния покоится. Энергия ядра отдачи массы M_2 , рассеянного под углом Θ_2 , (см. рис. 1.1) определяется соотношением

$$E_2 = kE_0 = [4M_1M_2 \cos^2 \Theta_2 / (M_1 + M_2)^2] E_0, \quad (3.1)$$

где E_0 – энергия налетающего иона; k – кинематический фактор. В приложении П.2 приведены значения кинематического фактора, полученные для ядер отдачи изотопов водорода и гелия и ионов пучка от ^1H до ^{35}Cl . Зависимость k от угла вылета ядер отдачи рассчитана в диапазоне

0...80° с шагом 10°. Угол Θ_2 связан с углом рассеяния Θ_1 налетающей частицы соотношением

$$\operatorname{ctg}\Theta_2 = \frac{-\operatorname{ctg}\Theta_1 \pm \sqrt{\operatorname{ctg}^2\Theta_1 + 1 - (M_1/M_2)^2}}{1 - M_1/M_2}, \quad (3.2)$$

которое получено в предположении $M_1 \neq M_2$. При $M_1 = M_2$ связь между углами принимает вид

$$\operatorname{ctg}\Theta_1 \cdot \operatorname{ctg}\Theta_2 = 1. \quad (3.3)$$

На рис. 3.1 представлена зависимость $\Theta_2 = f(\Theta_1)$ для различных отношений масс M_1/M_2 , которая иллюстрирует важную особенность: независимо от отношения масс ядра отдачи рассеиваются только в переднюю полусферу. Что же касается частицы M_1 , то при $M_1/M_2 < 1$ она рассеивается в диапазон углов 0...180°, при $M_1/M_2 = 1$ – в диапазон углов 0...90° и при $M_1/M_2 > 1$ – в конус с максимальным углом раствора, определяемым соотношением $\Theta_{1\max} = \arcsin(M_2/M_1)$, причем для этого случая характерна неоднозначная связь между углами рассеяния Θ_1 и Θ_2 .

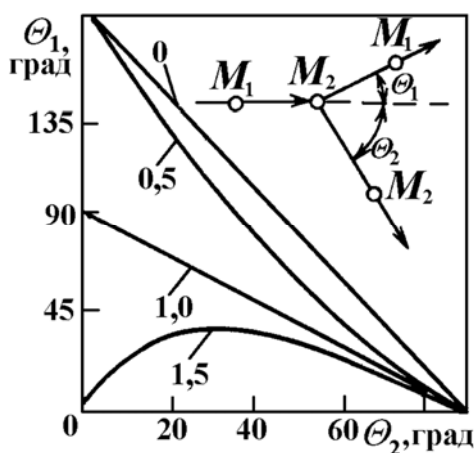


Рис. 3.1. Связь углов рассеяния налетающей частицы M_1 и ядра отдачи M_2 для различных M_1/M_2

Энергия частицы M_1 , рассеянной на угол Θ_1 , определяется выражением (1.7). Знак плюс перед корнем этого выражения, как говорилось выше, соответствует случаю $M_1/M_2 < 1$. При $M_1/M_2 > 1$ необходимо учитывать оба знака. Все эти случаи отражены в диаграмме, представленной на рис. 3.2. Она изображена в полярных координатах (энергия и угол рассеяния) и включает в себя информацию как о частице, рассеянной на покоящемся ядре (правая часть диаграммы), так и о ядре отдачи (левая часть диаграммы) при различных отношениях масс M_1 и M_2 .

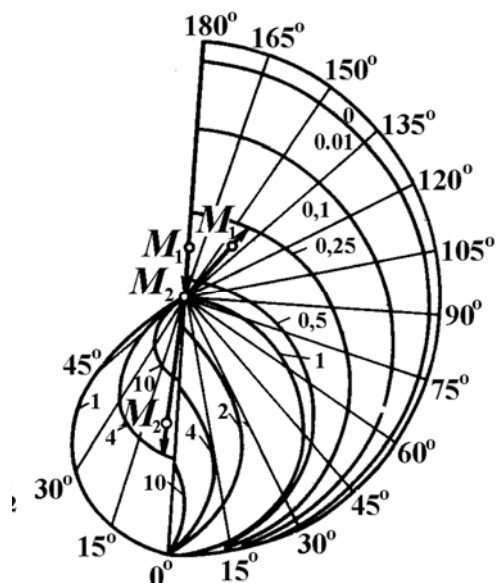


Рис. 3.2. Энергетическая диаграмма упругого рассеяния для различных значений M_1/M_2

Из кинематики упругого рассеяния следует, что ядра отдачи выбиваются только в переднюю полусферу независимо от отношения M_1/M_2 , поэтому при анализе образцов толщиной на много больше длины пробега ионов пучка применима только скользящая геометрия (рис. 3.3, а). При анализе тонких пленок кроме этой геометрии возможна геометрия «на пролет» (рис. 3.3, б).

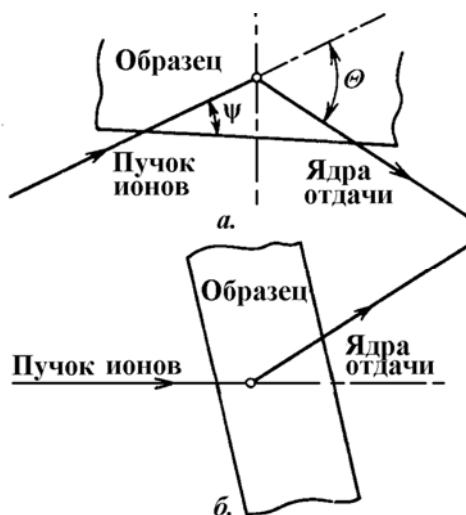


Рис. 3.3. Геометрия анализа «на отражение» (а) и «на пролет» (б)

Ионы анализирующего пучка на пути движения в образце непрерывно теряют свою энергию вплоть до полной остановки. Часть этой энергии расходуется на упругие столкновения с атомами матрицы об-

разца. Столкновения инициируют каскады смещений атомов матрицы, т. е. вызывают структурные нарушения.

Часть энергии ионов, как правило большая, расходуется на взаимодействие с электронной подсистемой матрицы образца, что приводит к его разогреву. Следует отметить, что плотность тепловой энергии, выделяемой в анализируемом объеме, может быть значительной. И структурные нарушения, и нагрев приводят к нежелательным (в смысле чистоты анализа) явлениям, например, к перераспределению ядер анализируемой примеси.

На фоне этих процессов происходят относительно редкие события рассеяния на большие углы ионов пучка на ядрах матрицы и ещё более редкие события выбивания ядер отдачи анализируемой примеси. Количественную основу метода составляют функции удельных энергетических потерь ионов и ядер отдачи в образце и сечения упругого рассеяния ионов анализирующего пучка на ядрах анализируемой примеси. Чем точнее известны эти функции, тем точнее метод.

В ядерно-физических методах влияния анализирующего пучка на свойства исследуемого образца полностью избежать не удаётся, поэтому важна оптимизация параметров эксперимента, позволяющая свести это влияние к минимуму.

3.1.2. Сечение упругого рассеяния

Как и кинематика, сечение рассеяния характеризует элементарный акт взаимодействия двух частиц, но в смысле вероятности его наступления. Сечения измеряют экспериментально и рассчитывают на основе некоторых модельных представлений.

Все эксперименты обычно проводят в лабораторной системе координат (л.с.к.), теоретический же анализ данных удобней проводить в системе центра инерции (с.ц.и.). Поэтому в публикациях можно встретить данные о сечениях, представленные как в л.с.к., так и в с.ц.и. Сечение вылета ядер отдачи в л.с.к. связано с сечением рассеяния в с.ц.и. соотношением

$$d\sigma / d\Omega(\Theta) = 4 \cos\Theta \sin\Theta d\sigma / d\Omega(\bar{\Theta}), \quad (3.4)$$

где Θ – угол вылета ядра отдачи в л.с.к. Он связан с углом рассеяния $\bar{\theta}$ в с.ц.и. простым соотношением $\pi - \bar{\theta} = 2\theta$. Если же данные о сечениях приведены в л.с.к., то они, как правило, относятся к рассеянию более легкой частицы (в соответствии с нашими обозначениями массой M_2) на неподвижном ядре-мишени (массой M_1). Чтобы из этих данных получить сечения вылета ядер отдачи M_2 при упругом соударении с ионами M_1 , необходимо сначала пересчитать исходные сечения в с.ц.и. по формулам

$$\frac{d\sigma}{d\Omega(\bar{\theta})} = \frac{d\sigma}{d\Omega(\theta_l)} \frac{(1 - g^2 \sin^2 \theta_l)^2}{\sqrt{g \cos \theta_l + (1 - g^2 \sin^2 \theta_l)}} \quad (3.5)$$

$$\bar{\theta} = \theta_l + \arcsin(g \sin \theta_l). \quad (3.6)$$

Здесь $g = M_2/M_1$, $d\sigma/d\Omega(\bar{\theta})$ – сечение в с.ц.и. упругого рассеяния частицы с массой M_2 , на ядре с массой M_1 ; $d\sigma/d\Omega(\theta_l)$ – сечение в л.с.к. упругого рассеяния на угол θ_l частицы с массой M_2 на неподвижном ядре-мишени с массой M_1 . Затем, для получения сечения вылета ядер отдачи M_2 необходимо воспользоваться формулами (3.4).

К настоящему времени накоплено огромное количество экспериментальных данных о сечениях различных реакций и упругого рассеяния, однако нужное сечение найти не всегда удается. Связано это, по-видимому, с тем, что при измерении сечений преследовались цели, лежащие в сфере интересов ядерной физики, и то обстоятельство, что некоторые из этих данных полезны для элементного анализа, можно считать случайным. Для метрологического обеспечения метода необходима целенаправленная работа по созданию банка данных по сечениям упругого рассеяния в соответствующих энергетических и угловых диапазонах. В принципе эта проблема решается в рамках самого метода ядер отдачи. Действительно, считая задачу извлечения из энергетического спектра (ЭС) профиля концентрации ядер отдачи примеси решенной, метод можно направить на измерение сечений. Измерения в этом случае необходимо проводить на образцах с известным профилем концентрации ядер примеси (лучше всего с профилем, равномерным по глубине). Затем, используя имеющуюся методику, извлекать из экспериментальных энергетических спектров функцию возбуждения упругого рассеяния.

При энергиях взаимодействия ядер ниже кулоновского барьера сечение упругого рассеяния описывается формулой Резерфорда (1.5). Для ядер отдачи в л.с.к. это сечение преобразуется к виду

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_R = \left[\frac{Z_1 Z_2 (1 + M_1/M_2)}{E}\right]^2 \frac{5,185 \cdot 10^{-27}}{\cos^3 \theta}, \quad (3.7)$$

где E , M_1 и Z_i – соответственно энергия, МэВ, масса, а.е.м., и атомный номер налетающего иона; M_2 , Z_2 и θ – соответственно масса, атомный номер (в единицах заряда электрона) и угол вылета ядра отдачи. Единица сечения Резерфорда – см².

В приложении П.4 приведены сечения вылета ядер отдачи изотопов водорода и гелия при взаимодействии с ионами от ^1H до ^{35}Cl , имеющие

ми энергию 1 МэВ/а.е.м., которые рассчитаны по формуле (3.7) в угловом диапазоне $0 \dots 70^\circ$ с шагом 10° . Чтобы получить сечение вылета при энергии ионов E_1 , необходимо табличное значение сечения умножить на $(E/E_1)^2$, где E – табличное значение энергии иона.

3.2. Энергетические потери тяжелых заряженных частиц

Для обработки спектрометрической информации, оценок метрологических характеристик метода и т. п. необходимо знать энергетические потери взаимодействующих с образцом частиц (ионов пучка и ядер отдачи примеси). Энергетические потери характеризуются функциями средних энергетических потерь на единице длины пути (удельные потери или тормозная способность вещества) и флуктуациями средних (энергетический страгглинг). И то, и другое является предметом многочисленных экспериментальных и теоретических исследований, причем интерес к этим исследованиям в последнее время возрастает. Накопленная информация периодически систематизируется, в результате чего появляются сборники табулированных сечений торможения, пробегов и других характеристик взаимодействия ионов с веществом. В 1977–1980 гг. был выпущен шеститомный труд под общей редакцией Циглера, в котором с максимальной на то время полнотой отражены экспериментальные исследования взаимодействия протонов, α -частиц и тяжелых ионов с веществом. Ниже приводится информация, необходимая для того, чтобы пользоваться этими результатами.

3.2.1. Энергетические потери протонов

В справочнике под общей редакцией Циглера обобщены данные по энергетическим потерям протонов в 47 элементах в энергетическом диапазоне 10 кэВ – 20 МэВ (всего 13 800 экспериментальных точек). В приложении П.5 приведены формулы аппроксимации сечения торможения протонов в диапазоне энергий 1 кэВ – 100 МэВ. В приложениях П.6 и П.7 приведены сечения торможения и пробеги протонов в 28 элементах: С, Al, Si, Ti, V, Cr, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Nb, Mo, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Te, Ta, W, Pt, Au, Pb, Bi. Сечения рассчитаны в диапазоне $1 \dots 900$ кэВ (приложение П.6) с шагом 1, 10 и 100 кэВ и в диапазоне энергией $1 \dots 10$ МэВ (приложение П.7) с шагом 100 кэВ. Расчет сечений торможения сделан по формулам с коэффициентами аппроксимации, приведенными в приложении П.5 перед таблицей. Полный пробег протонов вычисляли по формулам

$$R = R_0 + \int_{E_{\min}}^E dE / S(E) \quad (3.8)$$

$$R_0 = 1,85 / S(E_{\text{мин}}) \cdot n' \quad (3.9)$$

где n' – атомная плотность вещества, 10^{-22} см^{-3} ; $S(E)$ – сечение торможения, $\text{эВ} \cdot \text{см}^2 / 10^{15}$; R_0 – остаточный пробег, мкм.

Чтобы от сечения торможения перейти к массовой тормозной способности S_v , $\text{МэВ} \cdot \text{см}^2 / \text{мг}$, необходимо табличное значение умножить на $(n/\rho) \cdot 10^{-24}$, где n – атомная плотность вещества, см^{-3} ; ρ – массовая плотность вещества, $\text{г} \cdot \text{см}^{-3}$. Для перевода пробегов в единицы $\text{мг} / \text{см}^2$ табличное значение необходимо умножить на $\rho / 10$. Данными приложений П.6 и П.7 можно пользоваться для определения сечения торможения и пробега изотопов водорода. Перерасчет необходимо делать с помощью формул

$$S_i(E) = S_p(M_p E / M_i) \quad (3.10)$$

$$R_i(E) = (M_i / M_p) R_p(M_p E / M_i), \quad (3.11)$$

где индекс p относится к протону, а индекс i – к дейтрону или тритону.

3.2.2. Энергетические потери α -частиц

На основе экспериментальных данных (около 5000 экспериментальных точек) предложена аппроксимация сечений торможения α -частиц в диапазоне энергий $1 \dots 100\,000$ кэВ для всех элементов. Формулы аппроксимации и коэффициенты для вычисления сечений торможения при низких энергиях (до 10 МэВ) в твердом теле приведены в приложении П.8, а в газе – в приложении П.9. Следует обратить внимание на то, что в приложение П.8 входят элементы, являющиеся в свободном состоянии газами, хотя таблица предназначена для твердых тел. Это связано с тем, что сечение торможения этими элементами в связанном состоянии отличается от сечения торможения в состоянии газообразном. Поэтому для определения удельных энергетических потерь, например, в диоксиде кремния необходимо парциальное сечение торможения в кислороде вычислять по данным приложения П.8; Коэффициенты для вычисления удельных энергетических потерь при высоких энергиях (свыше 10 МэВ) приведены в приложении П.10. Погрешность вычисления сечений торможения в области высоких энергий может достигать 6 %, а в области низких энергий (до 1 МэВ/а.е.м.) – еще больших значений. Основная причина относительно высокой погрешности связана с трудностями в определении эффективного заряда α -частиц, движущихся в среде.

В области низких энергий взаимодействия α -частиц со средой необходимо учитывать ядерное торможение. Формулы для вычисления сечения ядерного торможения приведены в приложении П.8. Для полу-

чения сечения в единицах $\text{эВ}\cdot\text{см}^2/10^{15}$ необходимо значение, получаемое по формулам, умножить на

$$c = \frac{8,462Z_1Z_2M_1}{(M_1 + M_2)(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{1/2}}, \quad (3.12)$$

где M_1, Z_1 и M_2, Z_2 – соответственно масса и атомный номер частицы и атома вещества.

В приложении П.11 приведены сечения торможения и пробеги α -частиц в диапазоне энергий 0,1...10 МэВ с шагом 100 кэВ для 24 элементов. Полный пробег α -частиц вычисляли с учетом ядерного торможения по формуле, аналогичной формуле для пробега протонов. На основании этих данных можно по формулам предыдущего раздела вычислять сечение торможения и пробег ионов ${}^4\text{He}$.

3.2.3. Энергетические потери тяжелых ионов

Для вычисления сечений торможения тяжелых ионов можно пользоваться данными приложений П.6 и П.7 и соотношением

$$S_i(E) = S_p \left(\frac{M_p E}{M_i} \right) Z_i^2 \left(\frac{Z'_i / Z'_p}{Z'_p} \right)^2$$

справедливым при равных скоростях иона и протона, где S_i – сечение торможения иона; S_p – сечение торможения протона; Z_i – атомный номер иона. Приведенный эффективный заряд $(Z'_i / Z'_p)^2$ иона вычисляется по формуле

$$\left(\frac{Z'_i / Z'_p}{Z'_p} \right)^2 = 1 - e^{-A} \left(1,034 - 0,17777 e^{-0,0811Z_i} \right), \quad (3.13)$$

где

$$A = B + 0,0378 \sin\left(\frac{\pi B}{2}\right) \quad (3.14)$$

$$B = 0,886 \frac{(E / 25M_i)^{1/2}}{Z_i^{2/3}}, \quad (3.15)$$

здесь E – энергия, кэВ; M_i – масса иона, а.е.м.

На рис. 3.4 представлены результаты сравнения рассчитанных по этим формулам и экспериментальных сечений торможения тяжелых ионов и протонов. Приведены экспериментальные сечения торможения

ионов от углерода до урана при энергии от 0,22 до 22 МэВ/а.е.м. в мишенях от бериллия до золота. Характерно, что примерно 95 % экспериментальных данных не выходит за рамки 5%-го отклонения от расчетных данных.

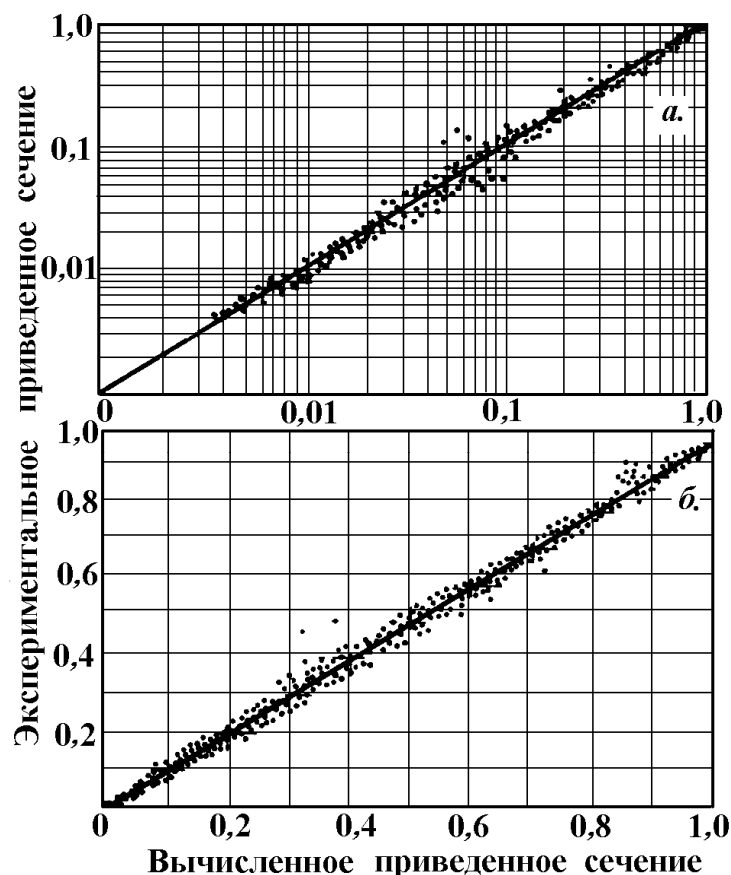


Рис. 3.4. Сравнение экспериментальных и вычисленных сечений торможения тяжелых ионов (а) и протонов (б)

3.3. Энергетический страгглинг тяжелых заряженных частиц

Если путь, пройденный частицами в веществе, не очень мал (не меньше $0,2/Z_1^2$, мг/см²), то флуктуации энергетических потерь частиц на этом пути достаточно хорошо описываются распределением Гаусса с полушириной, вычисляемой по формуле Бора:

$$\delta E_B = 29,44 Z_1 (x Z_2 / M_2)^{1/2}, \quad (3.16)$$

где Z_1 и Z_2 – соответственно атомный номер частицы и атома вещества; M_2 – масса атомов вещества; x – путь, мг/см², проходимый частицей, мг/см²; δE_B – полуширина распределения, кэВ. В приложении П.12 приведены расчетные значения энергетического страгглинга на единице

длины пути $\delta E_B / x$ 172 ионов от ^1H до ^{35}Cl в однокомпонентных веществах от ^4He до ^{238}U . Строка в таблице, помеченная знаком «*», относится к элементам с $Z_2/M_2 = 0,5$. Кроме ^4He этому условию удовлетворяют $^{10}_5\text{B}$, $^{12}_6\text{C}$, $^{14}_7\text{N}$, $^{16}_8\text{O}$, $^{20}_{10}\text{Ne}$, $^{24}_{12}\text{Mg}$, $^{28}_{14}\text{S}$, $^{32}_{16}\text{S}$, $^{36}_{18}\text{Ar}$, $^{40}_{20}\text{Ca}$. Для того, чтобы на основе этих данных получить значение страгглинга для частицы или иона, прошедших путь x_1 , соответствующее табличное значение необходимо умножить на $x_1^{1/2}$.

Характерной особенностью формулы Бора является независимость энергетического страгглинга, рассчитанного с ее помощью, от энергии частицы. Это справедливо для энергий, не меньших 1 МэВ/а.е.м., когда скорость частицы или иона намного больше орбитальной скорости электронов в атомах вещества. При меньших энергиях частиц формула Бора дает завышенный результат. В некоторых работах на основе модельных представлений получены предсказания энергетического страгглинга в области энергий, меньших 1 МэВ/а.е.м., лучше согласующиеся с экспериментом. Например, Линдхард и Шарф предложили следующую зависимость страгглинга от энергии частицы:

$$\frac{\Omega^2}{\Omega_B^2} = \begin{cases} 0,5L(\gamma) & \gamma \leq 3 \\ 1 & \gamma > 3 \end{cases} \quad (3.17)$$

где $\gamma = [v_1/(Z_2v_B)]^2$. Здесь v_1 и v_B – скорости частицы и электрона на первой боровской орбите атома водорода соответственно. Функцию Линдхарда можно выразить через тормозную способность с помощью соотношения

$$S(E) = L(\gamma) \cdot 4Z_1^2 Z_2^2 / (m_e v_1^2), \quad (3.18)$$

где m_e – масса электрона. Тогда для приращения дисперсии энергетического распределения частиц, прошедших путь, на котором их средняя энергия E_0 изменится до значения E_1 , справедливо соотношение

$$\Delta\Omega^2(E_0, E_1) = \frac{(E_0^2 - E_1^2)}{E_0^2} \frac{m_e}{2M_1}. \quad (3.19)$$

На рис. 3.5, 3.6 приведены данные эксперимента по изучению страгглинга протонов и изотопов гелия. Здесь же проведено сравнение с результатами расчета, показывающее хорошее согласие. Сравнение экспериментальных данных с предсказаниями Бора дает следующее. Страгглинг протонов в веществах из легких элементов (углерод, алю-

миний) превышает боровский при энергиях 0,5 МэВ и выше. При увеличении атомного номера матрицы вещества это различие уменьшается и уже для атомов золота реальный энергетический страгглинг становится меньше боровского. Для изотопов гелия превышение страгглинга над боровским было замечено при энергиях 10 МэВ/а.е.м. и выше.

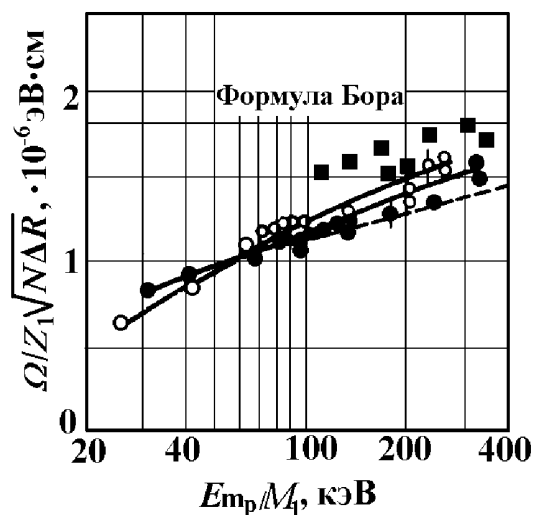


Рис. 3.5. Энергетический страгглинг протонов и ядер ^3He в алюминии:
 ●, ■ – протоны; ○ – ^3He .

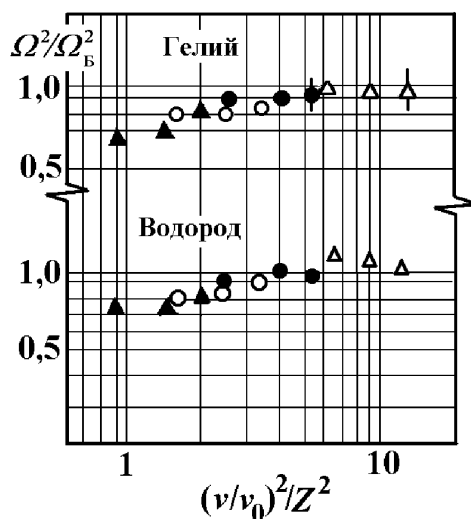


Рис. 3.6. Энергетический страгглинг водорода и гелия в поликристаллах:
 ▲ – золота; ○ – серебра; ● – никеля и Δ – алюминия.

Для тяжелых ионов экспериментальных данных почти нет и здесь формула Бора становится практически единственным источником количественной информации для проведения оценочных расчетов.

3.4. Основные аналитические характеристики метода

3.4.1. Массовое разрешение

Массовое разрешение метода определяется его энергетическим разрешением и кинематикой рассеяния. Для ядер отдачи, отличающихся по массе на i а.е.м., разность энергий, обусловленная кинематикой,

$$\Delta E = 4M_1 E_0 \cos^2 \theta \left[\frac{M_2}{(M_1 + M_2)^2} - \frac{M_2 + i}{(M_1 + M_2 + i)^2} \right]. \quad (3.20)$$

Надежное разделение спектрометрической информации от различных типов примесей имеет место при выполнении условия $\Delta E > dE$, где dE – энергетическое разрешение метода. На рис. 3.7 представлены результаты расчета ΔE для всех комбинаций пар изотопов водорода и гелия в зависимости от массы ионов пучка при их энергии 1 МэВ/а.е.м. и $\theta = 0^\circ$. Для функции ΔE характерна нелинейная зависимость от M_1 типа насыщения, которая показывает, что увеличивать массу ионов пучка имеет смысл примерно до неона. На рис. 3.8 представлен результат расчета ΔE в зависимости от массы ионов пучка и угла регистрации ядер отдачи. Расчет сделан при энергии ионов пучка 10 МэВ для пары изотопов $^1\text{H} - ^2\text{H}$. Зависимость представлена линиями постоянного уровня ΔE . Смысл результата прост: наилучшего массового разрешения для изотопов водорода можно добиться при $\theta = 0^\circ$ и значении массы ионов пучка, равном примерно 6 а.е.м.

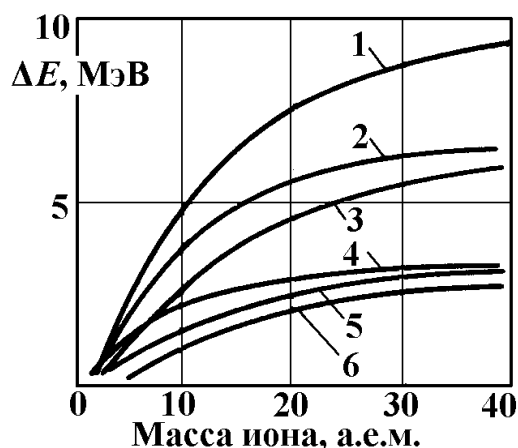


Рис. 3.7. Зависимость массового разрешения метода от массы ионов пучка и разности масс анализируемых ядер при энергии.

$E = 1 \text{ МэВ/а.е.м.}$ и $\Theta = 0^\circ$:

1 – $^4\text{He}-^1\text{H}$; 2 – $^3\text{He}-^1\text{H}$; 3 – $^4\text{He}-^2\text{H}$; 4 – $^2\text{H}-^1\text{H}$; 5 – $^3\text{He}-^2\text{H}$; 6 – $^4\text{He}-^3\text{He}$

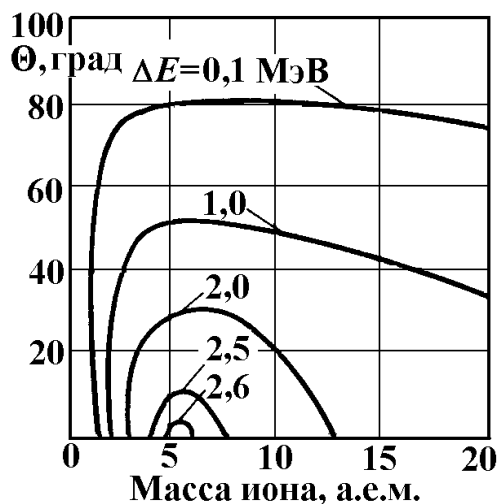


Рис. 3.8. Зависимость массового разрешения метода от массы ионов пучка и угла регистрации ядер отдачи

Приведенные результаты справедливы и при наличии поглотителя перед детектором, поскольку его включение в рассмотрение характеристики не приводит к заметным изменениям последней.

3.4.2. Разрешение по глубине

Разрешение по глубине показывает, с каким шагом по глубине анализируемого слоя образца можно измерять профиль концентрации примеси. В количественном отношении разрешение по глубине – это минимальная толщина слоя, из которого выбитые ядра отдачи будут зарегистрированы с разностью энергий, равной энергетическому разрешению метода. Энергетическое разрешение определяется совокупностью многих факторов, но пока зафиксируем этот параметр и рассмотрим зависимость разрешения по глубине от типа, энергии ионов пучка и геометрии анализа.

Энергия ядер отдачи, выбитых из глубины x , определяется соотношением (1.37). Рассматривая разность энергий dE , образующуюся при выбивании ядер отдачи из слоя dx на глубине x , приходим к соотношению

$$dx = dE/[kS_1(E_1)/\sin\psi \pm S_2(kEi)/\sin(\theta - \psi)] = dE/[S]. \quad (3.21)$$

Углы θ и ψ связаны с углами θ_1 и θ_2 соотношениями $\theta_1 = 90^\circ - \psi$, $\theta_2 = 90^\circ - (\theta - \psi)$. Выражение (3.21) можно рассматривать как определение разрешения по глубине, если параметр dE принять за энергетическое разрешение метода. Выражение в квадратных скобках принято называть геометрическим $[S]$ -фактором. Включение в рассмотрение геометрии «на пролет» приводит к тому, что в зависимости S -фактора от углов появляется особенность: его значение становится равным нулю

при некоторых θ и ψ . Это значит, что в геометрии «на пролет» при определенных θ и ψ ядра отдачи, выбиваемые из разных глубин пленки, будут регистрироваться с близкими значениями энергии, т. е. вся спектрометрическая информация будет сосредотачиваться в минимальном числе каналов анализатора. Это обстоятельство в некоторых случаях можно использовать для повышения чувствительности метода.

На рис. 3.9 представлен результат расчета $[S]$ -фактора в зависимости от энергии и атомного номера ионов анализирующего пучка. Расчет выполнен для ядер отдачи водорода при $\psi = 15^\circ$, $\theta = 30^\circ$ и $dE = 10$ кэВ, исследуемый образец – алюминий. Функция $[S]$ представлена в виде рельефа с линиями постоянного уровня, определенными в единицах $\text{МэВ}\cdot\text{см}^2/\text{мг}$.

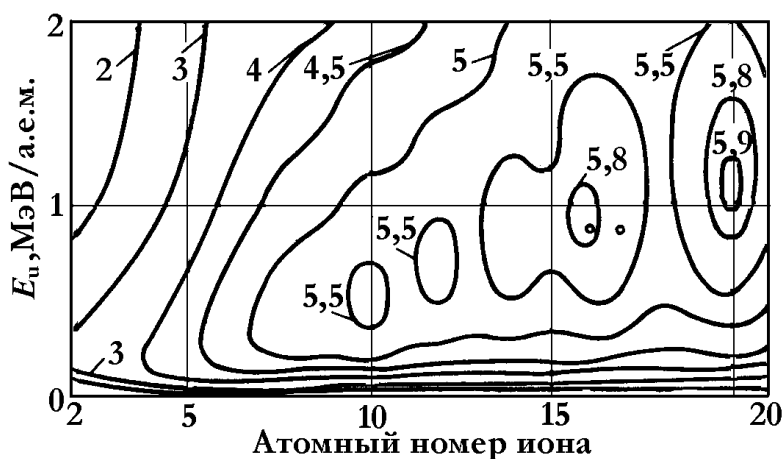


Рис. 3.9. Зависимость $[S]$ -фактора от энергии и атомного номера ионов пучка для ионов водорода в алюминии при $\psi = 15^\circ$, $\theta = 30^\circ$ и $dE = 10$ кэВ

Представляют интерес локальные максимумы на фоне общего увеличения значения $[S]$ -фактора при увеличении атомного номера ионов пучка. На первый взгляд, появление максимумов неожиданно, но при более пристальном рассмотрении все становится на свое место. Дело в том, что $[S]$ -фактор зависит как от тормозной способности, определяемой атомным номером ионов пучка, так и от кинематического фактора, определяемого массой иона, и если учесть, что существуют изотопы, то станет ясно, откуда появились максимумы. Заметим, что для удобства графического представления функции атомный номер ионов условно можно принять непрерывным.

Представленная на рис. 3.9 информация наглядна – хорошо видно, при каких параметрах пучка можно добиться наилучшего разрешения по глубине (имея в виду, конечно, что энергетическое разрешение за-

фиксировано). Представляет интерес и то обстоятельство, что параметры пучков, приводимые в литературе, дают значения $[S]$ -фактора как раз в области максимумов (эти значения на рельефе отмечены точками). Совпадение, конечно, не случайно, но здесь необходимо иметь в виду, что максимумы в зависимости $[S]$ -фактора от энергии ионов пучка соответствуют максимуму в энергетической зависимости удельных потерь энергии. Как известно, в области максимума погрешность определения тормозных способностей наибольшая, стало быть, максимальна и погрешность при обработке спектрометрической информации.

Для изучения зависимости разрешения по глубине от геометрии анализа зафиксируем тип и энергию ионов пучка. Пусть это будет неон с энергией 1 МэВ/а.е.м., исследуемый образец – алюминий. На рис. 3.10 представлена расчетная зависимость разрешения по глубине при $dE = 10$ кэВ от углов θ и ψ для ядер отдачи водорода. Зависимость представлена в виде рельефа с линиями постоянного уровня, определенными в нанометрах. Результат получен для обеих геометрий анализа: правая от диагонали $\theta - \psi = 0$ область соответствует геометрии «на пролет», левая – геометрии «на отражение». Аналогичная зависимость для ядер отдачи гелия изображена на рис. 3.11. Характер рельефа приведенных функций показывает, что улучшать разрешение по глубине можно несколькими путями, однако, для выбора наиболее эффективного из них нужна дополнительная информация.

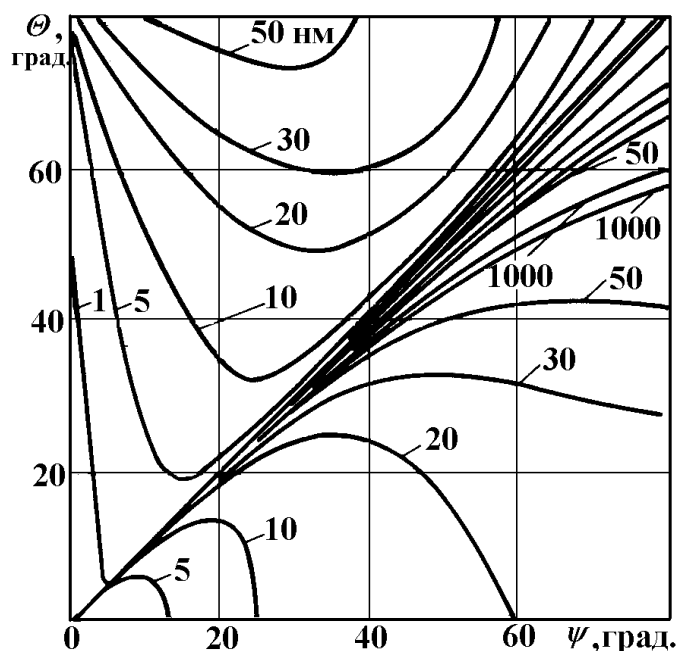


Рис. 3.10. Разрешение по глубине как функция углов θ и ψ для ядер отдачи водорода

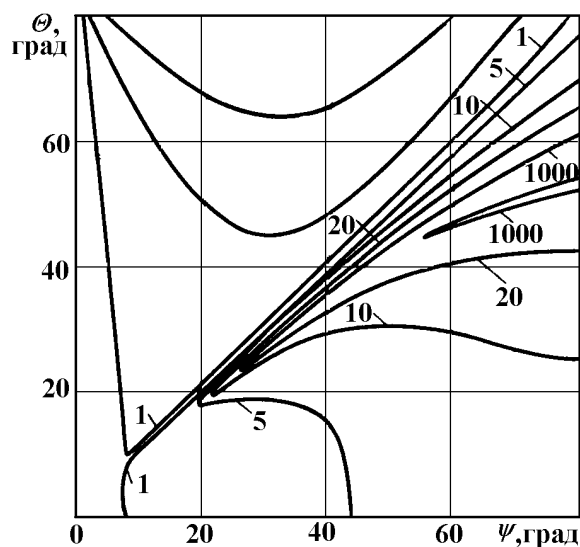


Рис. 3.11. Разрешение по глубине как функция углов θ и ψ для ядер отдачи гелия

Кроме $[S]$ -фактора, разрешение по глубине определяет энергетическое разрешение метода. До сих пор мы считали его константой, на самом же деле это сложная функция большого числа параметров эксперимента. Определим энергетическое разрешение как реакцию экспериментальной установки на бесконечно тонкий спой анализируемой примеси, расположенной на некоторой глубине образца.

По определению она зависит от немонотонности ионов пучка, конечных размеров поперечного сечения пучка и апертуры детектора, состояния поверхности исследуемого образца, процессов многократного рассеяния и энергетического страгглинга ионов пучка и ядер отдачи в образце и поглотителе, геометрии анализа, энергетического разрешения спектрометра и т. д. Все эти факторы в различной степени влияют на энергетическое разрешение, и недетальный анализ их вклада целесообразно, по-видимому, начать с тех из них, влияние которых принципиально неустранимо.

Множественное рассеяние. Вклад множественного рассеяния в энергетическое разрешение метода обусловлен прежде всего пространственным уширением пучка ионов в матрице анализируемого образца и скользящей геометрией анализа. Уширение пучка приводит к тому, что на некоторой фиксированной глубине x_0 образца при скользящей геометрии анализа (см. рис. 3.3) у ионов пучка появляется энергетический разброс δE , обусловленный разностью δx , проходимых ими путей. Эту разность можно вычислить с помощью функции распределения ионов. Для этого следует задать уровень $N = aN_{\text{макс}}$, соответствующий фиксированной доле ионов с заданным разбросом путей, и написать уравнение

$$a = \left(\frac{x_m}{x}\right)^3 \exp\left\{\frac{3tg^2\theta}{x_0} \left[\frac{(x_0 - x_m)^2}{x_m^3} - \frac{(x_0 - x)^2}{x^3}\right]\right\}. \quad (3.22)$$

Здесь x_m – параметр, при котором распределение ионов имеет максимум; x_0 – фиксированная глубина анализа.

Решив уравнение, найдем координаты x_1 и x_2 , разность которых и есть искомый разброс путей x . Несовпадение параметров x_m и x_0 в данном случае обусловлено зависимостью $N_{\text{макс}}$ от глубины x_0 , вытекающей из закона сохранения числа ионов при взаимодействии с веществом.

Энергетический разброс δE связан с разбросом путей δx простым соотношением $\delta E = \bar{s} \delta x$, где \bar{s} – тормозная способность, усредненная в соответствующем энергетическом интервале. Расчеты показывают, что вклад многократного рассеяния в энергетическое разрешение метода настолько существен, что, начиная с некоторой глубины, он становится преобладающим.

На рис. 3.12 представлен результат расчета энергетического разброса δE ядер отдачи водорода, возникающего при взаимодействии бесконечно узкого моноэнергетического пучка ионов с энергией 1 МэВ/а.е.м. с примесью. Энергетический разброс рассмотрен как функция глубины анализа и типа ионов пучка. Геометрия анализа в данном случае фиксирована и составляет $\psi = 20^\circ$ и $\theta = 30^\circ$.

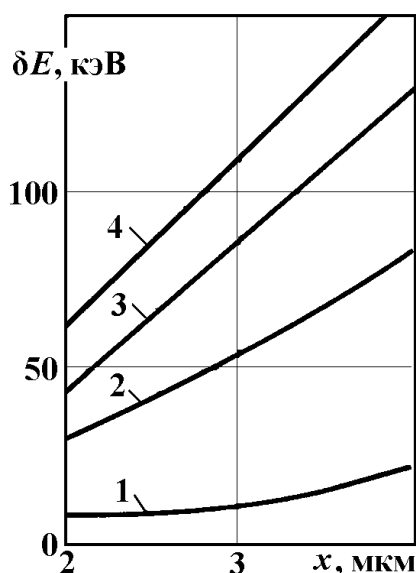


Рис. 3.12. Энергетический разброс ядер отдачи водорода, возникающий из-за пространственного уширения ионов пучка. Расчет выполнен в алюминии для пучка протонов (1), α -частиц (2), углерода (3) и азота (4) при геометрии анализа $\psi = 20^\circ$ и $\theta = 30^\circ$

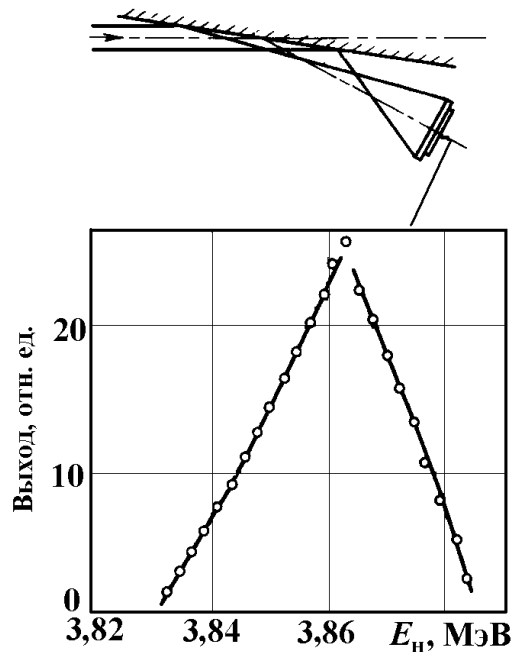


Рис. 3.13. Функция энергетического распределения ядер отдачи водорода, выбитых моноэнергетическим пучком ионов азота конечных размеров в поперечном сечении с поверхности образца

Фактор конечной геометрии. Специфика анализа методом ядер отдачи такова, что малые углы наклона образца в геометрии «на отражение» приводят к увеличению размеров облучаемой пучком поверхности. Это, в свою очередь, приводит к увеличению кинематического разброса регистрируемых ядер отдачи. Угловым разброс $\delta\theta$, появляющийся при этом, является функцией геометрических параметров установки:

$$\delta\theta = \arctg \left\{ \frac{r_d \sin\psi + r_n \sin(\theta - \psi)}{L \sin\psi + r_n \cos(\theta - \psi)} \right\} + \arctg \left\{ \frac{r_d \sin\psi + r_n \sin(\theta - \psi)}{L \sin\psi - r_n \cos(\theta - \psi)} \right\}. \quad (3.23)$$

Здесь r_d – радиус входного окна детектора; r_n – радиус поперечного сечения пучка; L – расстояние от мишени до детектора.

Приведенный угловой разброс соответствует максимальному энергетическому разбросу ядер отдачи, выбиваемых с поверхности образца. Это значит, что все ядра отдачи укладываются в этот энергетический интервал. Однако значительная доля этих ядер имеет энергетический разброс, меньший рассмотренного интервала, поскольку функция распределения числа ядер отдачи по энергии близка по форме к распределению Гаусса. На рис. 3.13 представлен результат расчета функции, иллюстрирующий это утверждение. На рис. 3.14 приведена зависимость энергетического разброса ядер отдачи водорода, обусловленного фактором конечной геометрии, от углов $\theta - \psi$. Расчет сделан для пучка ионов

азота с энергией 16 МэВ, $r_d = r_n = 1$ мм, $L = 100$ мм. Приведенный результат полезен тем, что показывает, как нужно изменять геометрию анализа, чтобы свести к минимуму энергетический разброс δE .

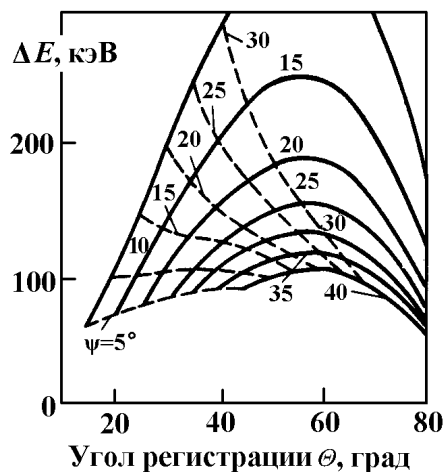


Рис. 3.14. Зависимость энергетического разброса ядер отдачи от углов θ и ψ :
 — — линии постоянного ψ ; - - - - линии постоянной разности $\theta - \psi$

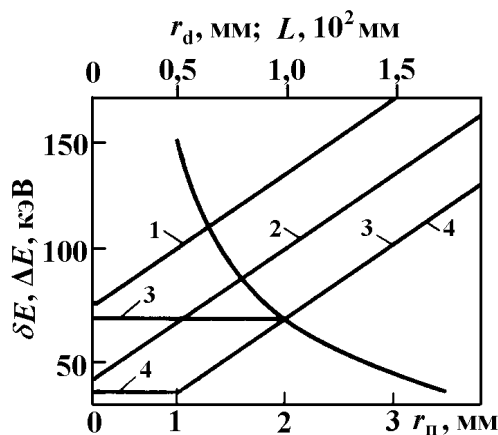


Рис. 3.15. Зависимость энергетического разброса ядер отдачи от параметров геометрии установки:
 1 – полный ΔE от радиуса r_n поперечного сечения пучка;
 2 – δE от радиуса входного окна детектора r_d ;
 3 – разброс на полувысоте распределения ядер отдачи δE от r_n ;
 4 – δE от r_d ; 5 – δE от расстояния мишени до детектора

На рис. 3.15 приведены функции максимального энергетического разброса ΔE и разброса δE , являющегося полушириной распределения числа ядер отдачи по энергии, в зависимости от радиусов поперечного сечения пучка и входного окна детектора, а также от расстояния между детектором и мишенью.

Результаты, приведенные на рис. 3.13–3.15, относятся к определенному типу ионов пучка и ядер отдачи. Однако этих данных достаточно для оценки фактора конечной геометрии при любых комбинациях ион – ядро отдачи и геометрических параметрах. Например, для перехода к другой энергии ионов пучка энергетический разброс необходимо умножить на отношение энергий.

Для перехода к другому типу ионов пучка или ядер отдачи энергетический разброс необходимо умножать на отношение соответствующих кинематических факторов и т. п. Аналогичный пересчет нельзя сделать лишь для зависимости энергетического разброса, обусловленного фактором конечной геометрии, от глубины анализа.

Расчеты показывают, что энергетический разброс с увеличением глубины уменьшается. Для ионов азота эта зависимость изображена на рис. 3.16.

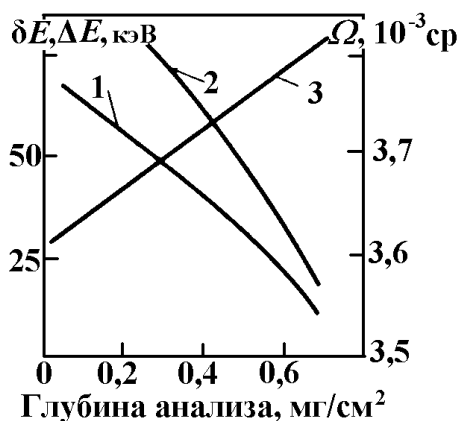


Рис. 3.16. Зависимость δE (1), ΔE (2) и телесного угла детектора (3) от глубины анализа

Фактор конечной геометрии относится к числу принципиально устранимых факторов, но на практике сделать это довольно трудно. Действительно, уменьшать сечение пучка (без увеличения его плотности) и телесный угол детектора нельзя из-за потери в статистике набора энергетических спектров, увеличение же плотности пучка порождает проблему точности анализа, связанную с возмущающим его влиянием на исходное состояние анализируемого образца.

Энергетический страгглинг. Энергетический разброс регистрируемых ядер отдачи, обусловленный страгглингом, возникает при прохождении ионов пучка в образце и ядер отдачи в образце и поглотителе. Результирующий разброс определяется соотношением

$$\Omega^2 = k^1 \Omega_{in}^2 + \Omega_{out}^2 + \Omega_a^2,$$

где k – кинематический фактор для ядер отдачи, $\Omega_{in}^2 + \Omega_{out}^2$ – страгглинг ионов пучка и ядер отдачи в образце, Ω_a^2 – страгглинг ядер отдачи в поглотителе. С учетом геометрии анализа и с привлечением формулы Бора для этих величин можно написать следующие соотношения:

$$\begin{aligned}\Omega_{in} &= 29,44Z_1[xZ_m/A_m - \sin\psi]^{1/2}, \\ \Omega_{out} &= 29,44Z_2[xZ_m/A_m - \sin(\theta - \psi)]^{1/2}, \\ \Omega_a &= 29,44Z_2[t_p Z_a/A_a]^{1/2}.\end{aligned}\quad (3.24)$$

Учет остальных факторов, формирующих энергетическое разрешение метода, достаточно прост, поскольку эти факторы – постоянные величины. Энергетическое разрешение равно сумме средних квадратических вкладов компонентов, что предполагает их независимость. Это неверно по отношению к компонентам вклада от многократного рассеяния, но здесь рассматривается лишь один из них – вклад, обусловленный пространственным уширением пучка ионов.

3.4.3. Максимальная глубина анализа

Определим максимальную глубину анализа как глубину как глубину анализируемого слоя, с которой выбиваемые ядра отдачи регистрируются с энергией, равной порогу регистрации E_p спектрометра. Воспользовавшись соотношением (1.40) или (1.43) и подставив вместо E_2 энергию порога регистрации E_p , получим

$$x = (kE_0 - E_p)l[k\bar{S}_1/\sin\psi + \bar{S}_2/\sin(\theta - \psi)].\quad (3.25)$$

Зависимость глубины анализа от энергии ионов пучка достаточно очевидна – чем выше энергия, тем больше глубина анализа.

При фиксированной энергии ионов пучка существует угол регистрации θ , при котором глубина анализа максимальна. Этот угол можно найти из равенства нулю производной $\delta x/\delta\theta$. Простые вычисления дают следующее соотношение:

$$\cos\theta\cos(\theta - \psi)\left[1 - \frac{R_2(E_p)}{R_2(kE_1)}\right] = 2\sin\theta\sin(\theta - \psi)\frac{\delta\ln R_2}{\delta\ln(kE_1)}.\quad (3.26)$$

Если пробег ядер отдачи аппроксимировать выражением $R_2 = \alpha E^n$, то последнее соотношение преобразуется к виду

$$\cos\theta\cos(\theta - \psi)\left[1 - \left(\frac{E_p}{kE_1}\right)^n\right] = 2n\sin\theta\sin(\theta - \psi)\quad (3.27)$$

Если же $E_p \ll kE_1$, то выражение еще более упрощается

$$\cos \theta \cos(\theta - \psi) = 2n \sin \theta \sin(\theta - \psi) \quad (3.28)$$

Рассмотренные соотношения относятся к геометрии «на отражение». В геометрии «на пролет» все упрощается – максимальная глубина анализа достигается при $\theta = 0^\circ$ и при $\psi = 90^\circ$. По сравнению со скользящей геометрией здесь достижимы большие глубины анализа. Однако геометрия анализа «на отражение» имеет определенные преимущества, связанные с возможностью анализировать образцы любой толщины, в то время как геометрия «на пролет» позволяет анализировать только тонкие пленки. Толщина этих пленок определяется пробегом ядер отдачи и в рассматриваемом нами диапазоне энергий и типов ионов пучка может составлять до 100 мкм в алюминии.

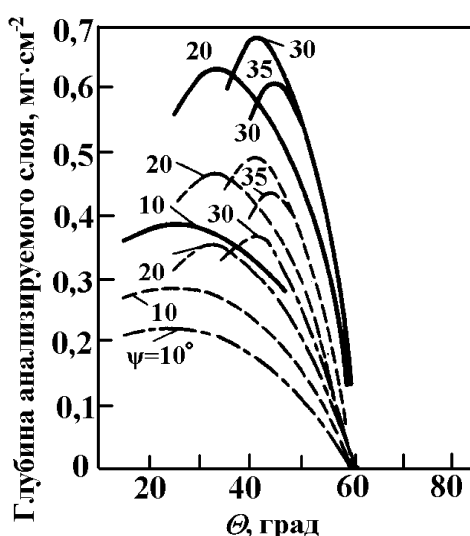


Рис. 3.17. Максимальная глубина анализа как функция углов θ и ψ и для различных ионов: — — — углерод; - - - - азот; - - - - - кислород

На рис. 3.17 представлены расчетные зависимости максимальной глубины анализа от типа ионов пучка, углов θ и ψ . Расчеты показывают, что независимо от типа ионов пучка максимальная глубина достигается при углах θ и ψ , равных примерно 40° и 30° соответственно. Связь углов θ и ψ , при которых достигается глубина анализа максимальна, слабо зависит от типа матрицы исследуемого образца.

3.4.4. Предел обнаружения

Определим предел обнаружения как минимальное количество ядер отдачи анализируемой примеси, которое с заданной надежностью $P(a)$ может быть обнаружено данным методом. Реакцию метода на присутствие примеси в исследуемом образце представим в виде

$$\Delta N = N_0 d\Omega \int_{E_l}^{E_0} \sigma(E) C dE / S_l(E) = N - N_f, \quad (3.29)$$

где N_f – число фоновых событий, зарегистрированных спектрометром; ΔN – число полезных событий, зарегистрированных спектрометром. Перепишем это соотношение по-иному:

$$\Delta N = N_0 d\Omega \frac{\int_{E_l}^{E_0} \sigma(E) C dE / S_l(E)}{\int_{E_l}^{E_0} \sigma(E) dE / S_l(E)} = N_0 Y_0 \bar{C}. \quad (3.30)$$

Усредненная таким образом концентрация анализируемой примеси связана с числом полезных событий в энергетическом спектре ядер отдачи соотношением $\bar{c} = (N_0 Y_0)^{-1} \Delta N = R \Delta N$. Предположим, что статистика счета подчиняется закону Пуассона, а распределение случайных ошибок – нормальному закону. Тогда минимальное число зарегистрированных полезных событий определится из

$$\Delta N \geq \alpha \gamma (\Delta N) \geq \alpha (\Delta N + 2N_f)^{1/2}, \quad (3.31)$$

а минимальная усредненная концентрация – из соотношения

$$\bar{C} = \alpha \gamma (R \Delta N) \geq \alpha \sqrt{\gamma_R^2 + N^2 + R^2 \gamma^2 (\Delta N)}. \quad (3.32)$$

С учетом (3.31) имеем

$$\bar{C} \geq \Delta N \sqrt{\alpha^2 \gamma^2 + R^2}. \quad (3.33)$$

Значение ΔN найдем, приравняв левую и правую части (3.31):

$$\Delta N = (\alpha^2 / 2) [1 + (1 + 8N_f / \alpha^2)^{1/2}]. \quad (3.34)$$

Объединив последние выражения, получим

$$\bar{C} = (\alpha^2 / 2) \cdot (\alpha^2 \gamma^2 + R^2)^{1/2} \cdot \left[1 + (1 + 8N_f / \alpha^2)^{1/2} \right]. \quad (3.35)$$

При $\gamma_R = 0$, $N_f > 1$ и $\alpha = 2$ (что соответствует 95%-й вероятности)

$$\bar{C} \geq \frac{2(2N_f)^{1/2}}{N_0 Y_0}. \quad (3.36)$$

Одним из факторов, определяющих предел обнаружения, является фон. В методе ядер отдачи, реализованном на пучках тяжелых ионов,

фон очень мал, поскольку энергия ионов существенно ниже кулоновского барьера ядер матрицы и фоновых реакций на этих ядрах просто нет. Вторым фактором – это выход ядер отдачи, который определяется параметрами пучка и геометрией анализа. Изменить выход варьированием параметров можно в ограниченных пределах, поскольку ограничено сечение вылета ядер отдачи. Третьим фактором, определяющим предел обнаружения, – это число N_0 падающих на исследуемый образец ионов. Формальных ограничений на увеличение N_0 в процессе анализа не существует, поэтому, казалось бы, можно уменьшить предел обнаружения до любого значения. На самом деле это не так, поскольку существует сильное ограничение на N_0 , связанное с возмущающим влиянием пучка на исходное состояние исследуемого образца.

Проблема воздействия на исследуемый образец многопланова. С методической точки зрения следует выбирать тот минимум числа ионов пучка, который не приведет в процессе анализа к заметному перераспределению анализируемой примеси. Однако это число можно увеличить, если есть способ внести поправку в измеряемую величину. В свою очередь, допустимое с этой точки зрения увеличение числа ионов может вызвать необратимые изменения в матрице образца и в конечном счете окажется, что исследуется объект с физическими свойствами, отличными от свойств исходного объекта. Иными словами, оптимизация числа падающих ионов за анализ – задача, требующая конкретного решения в каждом конкретном случае.

Рассмотрим модельную задачу о возмущающем влиянии пучка. Сформулируем ее следующим образом: необходимо набрать одну и ту же сумму в энергетическом спектре ядер отдачи при анализе разными пучками одного и того же образца. Пусть толщина анализируемого слоя составляет $0,1 \text{ мг/см}^2$ с концентрацией ядер водорода 10^{21} см^{-3} . Параметры пучков выберем следующие:

Тип ионов пучка	^1H	^4He	^{12}C	^{14}N	^{20}Ne	^{35}Cl
Энергия, МэВ	0,5	2,5	12	14	18	30

Сечение рассеяния ионов пучка на ядрах водорода примем Резерфордским, а затем сделаем поправку на реальные сечения. В процессе анализа пучок теряет в анализируемом слое часть своей энергии, по которой можно судить о возмущающем его влиянии. Результаты расчета потерь энергии в анализируемом слое представлены кривыми 1 и 2 на рис. 3.18. Эти результаты получены с учетом ионизационного торможения ионов, однако, для тяжелых ионов становится существенным и ядерное торможение. Например, для выбранных нами пучков сечение ядерного торможения:

Тип ионов пучка	^1H	^4He	^{12}C	^{14}N	^{20}Ne	^{35}Cl
Сечение ядерного торможения, $\text{эВ}\cdot\text{см}^2/10^{15}$	0,0056	0,078	1,603	6,175	20,22	24,0

Ядерное торможение ионов пучка ответственно за структурные нарушения в матрице исследуемого образца, поэтому его необходимо включать в рассмотрение. На рис. 3.18 кривая 3 соответствует сечению дефектообразования как функции атомного номера ионов пучка [76]. Резюме к полученным зависимостям может быть следующим.

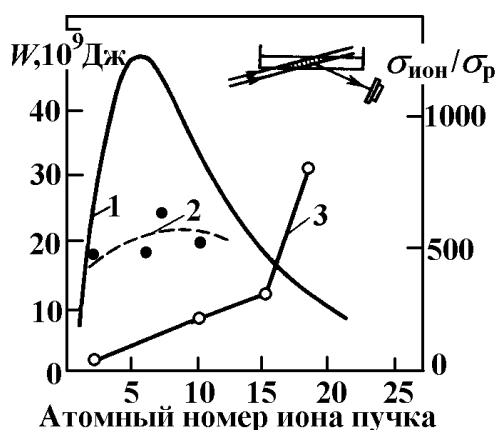


Рис. 3.18. Энергия, выделяемая в анализируемом объеме при взаимодействии с ионами пучка:

1 – расчет на основе сечения Резерфорда; 2 – то же на основе реальных сечений; 3 – зависимость приведенного сечения дефектообразования в анализируемом объеме от атомного номера ионов пучка

Потери энергии на ионизационное торможение имеют максимум в области атомного номера ионов пучка, равного 6, при сечении рассеяния, равном резерфордовскому. Поправка на реальные сечения в значительной степени «подсаживает» этот максимум и в рассматриваемом нами диапазоне атомных номеров ионов пучка потери энергии примерно равны. Однако с учетом структурных нарушений предпочтение должно быть отдано более легким ионам, поскольку сечение дефектообразования резко возрастает с увеличением атомного номера ионов пучка.

3.5.5. Чувствительность

Будем рассматривать чувствительность как способность метода определять с заданной надежностью малую разность концентраций ядер анализируемой примеси в различных образцах.

Концентрацию примеси определим относительным способом:

$$C_i = C_c \Delta N_i N_{0c} Y_{0c} / (\Delta N_c N_{0i} Y_{0i}) = k_i C_c. \quad (3.37)$$

Индекс i относится к исследуемому образцу, а c – к образцу сравнения. Если погрешность, с которой известную концентрацию. интересующих ядер в образце сравнения принять равной нулю, то относительная средняя квадратическая погрешность определения концентрации примеси в исследуемом образце

$$\delta^2 C_i = \delta^2 \Delta N_i + \delta^2 \Delta N_c + \delta^2 \Delta N_{0c} + \delta^2 N_{0i} + \delta^2 Y_{0c} + \delta^2 Y_0, \quad (3.38)$$

где

$$\delta^2 \Delta N = D(\Delta N)/\Delta N^2 = D(N - N_f)/\Delta N^2 = (N - 2N_f)/\Delta N^2 \quad (3.39)$$

Истинное значение концентрации примеси, определяемой с надежностью $P(a)$, лежит в доверительном интервале

$$C_i = C_{0i} \pm \alpha C_c k \delta C_i. \quad (3.40)$$

Минимальную разность концентраций примеси для двух образцов $\Delta C = C_i - C_r$ можно «почувствовать» только в том случае, когда доверительные интервалы для этих концентраций не перекрываются

$$\Delta C = \alpha C_c (k_1 \Delta C_i + k_2 \delta C_2). \quad (3.41)$$

Если учесть, что $\Delta N_c = N_{0c} Y_{0c} C_0$, $\Delta N = N_{0i} Y_0 C_i$, то для разности концентраций получим

$$\Delta C = \alpha (C_1 \delta C_1 + C_2 \delta C_2). \quad (3.42)$$

Таким образом, чувствительность определяется погрешностью измерения концентраций ядер примеси. Если эти концентрации в образце и эталоне различны, то для уменьшения статистической погрешности необходимо оптимизировать N_{0i} и N_{0c} при заданном общем количестве ионов пучка N_0 . Из условия равенства нулю производной $\partial(\delta^2 C_i)/\partial N_{0i}$ получим

$$N_{0i} = N_0 \frac{C_c^{1/2}}{C_c^{1/2} + C_i^{1/2}}; \quad \frac{N_{0i}}{N_{0c}} = \frac{C_c}{C_i}. \quad (3.43)$$

При этих соотношениях параметров статистическая погрешность минимальна. Кроме того, чувствительность метода определяется статистикой набора ΔN_i . Если исходить из разумного ограничения числа ионов пучка, то ΔN_i можно увеличивать увеличению атомного номера ионов пучка. Но на этом пути существует все то же ограничение, связанное с возмущающим влиянием пучка на исходные свойства исследуемого образца.

ГЛАВА 4. СПЕКТРОМЕТРИЯ РАССЕЯНИЯ БЫСТРЫХ ИОНОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ

Введение

При описании ядерно-физических методов анализа предполагалось, что анализирующий пучок ионов взаимодействует с аморфными твердыми телами. Таким образом, из рассмотрения были исключены кристаллы, характеризующиеся упорядоченным расположением атомов. Для описания кристаллической решетки достаточно знать размещение атомов в элементарной ячейке, повторением которой, путем параллельных дискретных перемещений (трансляций), образуется вся структура кристалла.

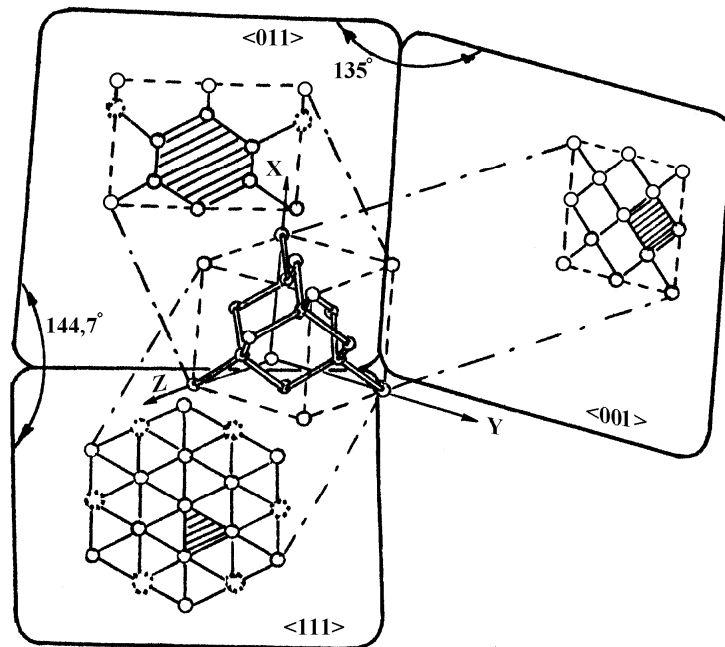


Рис. 4.1. Проекция элементарной ячейки со структурой алмаза на плоскости, перпендикулярные главным кристаллографическим направлениям

На рис. 4.1 представлена структура (элементарная ячейка) алмаза (кристаллы, состоящие из атомов одного сорта, например, Si, Ge) или сфалерита (кристаллы, состоящие из разнородных атомов, например, GaAs, InAs, GaP, InP и т. п.) и ее проекции на плоскости, перпендикулярные главным кристаллографическим осям. Атомы кристаллической решетки вдоль главных кристаллографических направлений образуют каналы (заштрихованные области), которые ограничены плотно упакованными цепочками или плоскостями. Изучение процесса прохождения

заряженных частиц через монокристаллы привело к открытию ориентационных эффектов – эффекта каналирования и эффекта тени.

Эффект каналирования – такой режим движения частиц в кристаллической решетке, который обусловлен большим числом последовательных малоугловых соударений с отдельными атомами кристалла, находящимися в рассматриваемой цепочке или плоскости. При таком движении каналированные частицы длительное время находятся в области малой электронной плотности, что уменьшает их энергетические потери на электронное торможение и, следовательно, увеличивает их пробег в монокристалле. Это экспериментально наблюдали Дэвис с сотрудниками и одновременно расчетно – теоретически получили Оен и Робинсон путем прямого моделирования на ЭВМ траекторий движения ионов в решетке монокристалла меди.

Эффект блокировки (тени) проявляется в уменьшении выхода рассеянных частиц в направлении атомных рядов или плоскостей, если частицы вылетают из узлов решетки. Данный эффект был впервые обнаружен в работах А.Ф. Тулинова с сотр., Геммела и Голланда, нашел широкое применение в изучении времени протекания ядерных реакций и практически не использовался для анализа твердых тел. Поэтому ниже будет рассмотрен только эффект каналирования.

4.1. Эффект каналирования

Для установления характера движения заряженной частицы в канале рассмотрим простой пример двумерного канала, образованного атомными рядами, проекция которого показана на рис. 4.2. Потенциал частицы в канале $U(r)$ может быть рассчитан как сумма кулоновских потенциалов нескольких ближайших к частице цепочек. При малых значениях r такой потенциал хорошо аппроксимируется квадратичной функцией r , т. е. гармоническим потенциалом $U(r) = \alpha r^2$, где α – постоянная, характерная для данного вещества. Сила, действующая на ион в таком поле, $F(r_1) = -\alpha r_1$ и движение частицы по координате \bar{r}_\perp описывается уравнением $d^2 \bar{r}_\perp / dt^2 + 2\alpha \bar{r}_\perp / M_1 = 0$, где M_1 – масса иона. Решением этого уравнения является гармоническое колебание частицы с периодом

$$\tau_0 = 2\pi / \omega_0 = 2\pi (M_1 / 2\alpha)^{1/2}. \quad (4.1)$$

Скорость движения вдоль оси канала составляет $v = (2E/M_1)^{1/2}$, полное поперечное колебание совершается за время, в течение которого ион проходит расстояние $\tau = v\tau_0 = 2\pi(E/\alpha)^{1/2}$, а уравнение движения принимает вид

$$\bar{r}_\perp = \bar{r}_c \sin[Z(\alpha/E)^{1/2}] + \bar{r}_{\perp 0} \cos[Z(\alpha/E)^{1/2}], \quad |\bar{r}_c| = \Psi_0(E/\alpha)^{1/2}, \quad (4.2)$$

где Ψ_0 – угол пересечения траектории с осью канала; \bar{r}_c – эффективная ширина канала; $r_{\perp 0}$ – точка влета частицы в кристалл. Из уравнения (4.1) следует, что каналированная частица, двигаясь вдоль канала, совершает синусоидальные колебания относительно его оси.

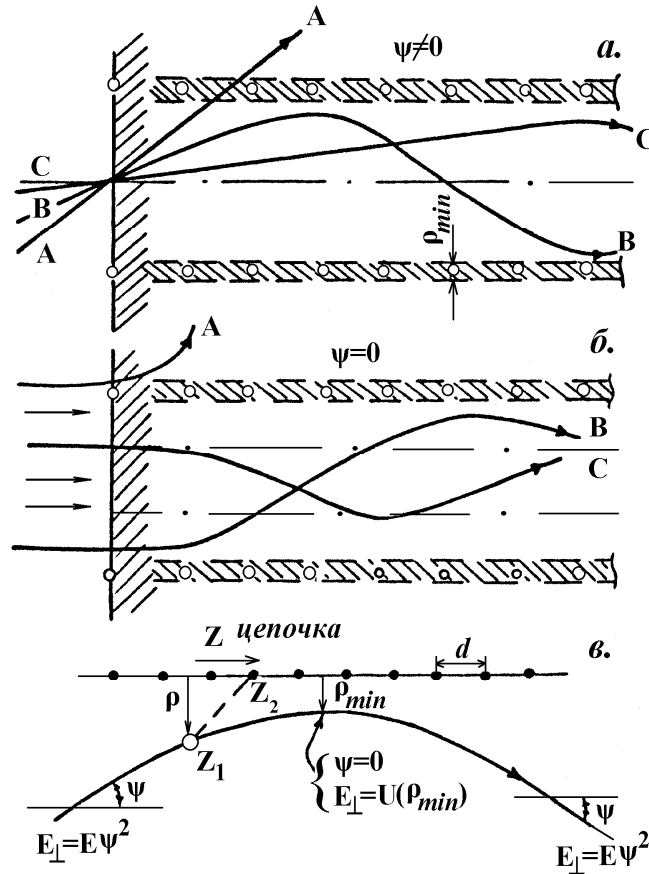


Рис. 4.2. Траектория движения частиц в аксиальном канале при различных условиях влета их в канал: $\psi \neq 0$ (а), $\psi = 0$ (б) и схема соударений каналирующей частицы с идеальной статической цепочкой атомов (в)

При увеличении E и Ψ_0 амплитуда колебаний r_c растет и при больших r каналированная частица начинает взаимодействовать с индивидуальными атомами стенки канала. Поэтому существуют предельные значения $\Psi_1(E)$ и $E(\Psi_1)$ для которых можно осуществить каналирование. При пересечении оси кинетическая энергия, связанная с поперечным движением, равна $E\Psi^2$, а при достижении максимальной амплитуды $r_{\text{смакс}}$ вся кинетическая энергия превращается в потенциальную энергию $U(r_{\text{смакс}})$. Таким образом

$$E\Psi^2 = U(r_{\text{смакс}}) \text{ или } \Psi_1 = [U(r_{\text{смакс}})/E]^{1/2}, \quad (4.3)$$

что дает нам через потенциал канала простое соотношение между $r_{\text{смакс}}$ и Ψ_1 . Типичные значения Ψ_1 и $U(r_{\text{смакс}})$ составляют соответственно $\sim 2^\circ$ и ~ 30 эВ для ионов гелия с энергией 1 МэВ.

Основополагающей для широкого использования ориентационных эффектов при решении фундаментальных и прикладных задач явилась работа Линдхарда, в которой были разработаны основы теории каналирования. Непреходящее значение этой работы в том, что в ней определены критерии выхода частиц из режима каналирования, являющиеся и по сегодняшний день константами, на которых проверяются те или иные теоретические модели и экспериментальные результаты. Эти критерии широко используются при интерпретации результатов, полученных с помощью эффекта каналирования при решении прикладных задач.

Для описания процесса рассеяния заряженных частиц в упорядоченных структурах Линдхард использовал представления классической механики, а для расчета конкретных параметров применил статистическое описание. При построении теории каналирования им было сделано следующее основное предположение: процесс рассеяния заряженных частиц представляет собой совокупность коррелированных скользящих столкновений с отдельными атомами цепочек или плоскостей, потенциал которых является непрерывен и равномерно распределен. В непрерывном приближении усредненный потенциал на расстоянии r от оси цепочки имеет вид

$$U(r) = \frac{1}{d} \int_{-\infty}^{\infty} V(R = \sqrt{r^2 + z^2}) dz, \quad (4.4)$$

где $V(R)$ – потенциал ион-атомного взаимодействия; d – период цепочки – расстояние между атомами в цепочке в направлении движения частицы (см. рис. 4.2, в). Потенциал, описывающий взаимодействие между ионом с атомным номером Z_1 и изолированным атомом с атомным номером Z_2 , в общем случае является функцией, зависящей от многих параметров: расстояния R , зарядовых и массовых характеристик иона и атома. Корректный учет всех этих факторов чрезвычайно затруднен, поэтому, как правило, используют аппроксимацию, сводящую число параметров к некоторому минимально возможному. Во многих случаях хорошим приближением является статистическая модель Томаса-Ферми

$$V(r) = (Z_1 Z_2 e^2 / R) \varphi(R/a_{\text{ТФ}}), \quad (4.5)$$

где $a_{\text{ТФ}}$ – экранирующая длина ион-атомного взаимодействия, равная $a_{\text{ТФ}} = a_0 \cdot 0,8853(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{-1/2}$, $\varphi(R/a_{\text{ТФ}})$ – функция Ферми для изолированного атома; a_0 – радиус первой борновской орбиты; Z_1 , Z_2 и e^2 –

определены в (1.3). На практике часто используется аналитическая аппроксимация $\varphi(R/a_{\text{ТФ}})$, предложенная Мольер

$$\varphi(R/a_{\text{ТФ}}) = \sum_{i=1}^3 \alpha_i \exp(-\beta_i R/a_{\text{ТФ}}), \quad (4.6)$$

где $\alpha_i = (0,1; 0,55; 0,35)$ и $\beta_i = (6,0; 1,2; 0,3)$. Если справедливо (4.6), то для усредненного потенциала цепочки можно записать

$$U(r) = (2Z_1 Z_2 / d) \sum_{i=1}^3 \alpha_i K_0(\beta_i r / a_{\text{ТФ}}), \quad (4.7)$$

где K_0 – модифицированная функция Бесселя нулевого порядка.

Движение частицы в идеальном кристалле можно разложить на продольное и поперечное, соответственно параллельное и перпендикулярное направлению цепочки. Так как потенциал (4.5) зависит только от расстояния между налетающей частицей и цепочкой, то, пренебрегая неупругими процессами, можно предположить, что продольная составляющая скорости сохраняется и движение частицы в канале можно изучить, если рассмотреть проекции скорости на плоскость, перпендикулярную цепочке. Соответствующая полная энергия поперечного движения частицы E_{\perp} сохраняется и определяется выражением

$$E_{\perp} = E \sin^2 \Psi + U(r) = E \Psi^2 + U(r), \quad (4.8)$$

где E – энергия налетающей частицы; Ψ – угол между направлением падения пучка и кристаллографической осью; $U(r)$ – потенциал в точке падения частицы

$$U(r) = \sum_i V(\rho_i) - U_{\text{мин}}. \quad (4.9)$$

Суммирование ведется по потенциалам всех цепочек, образующих канал, $U_{\text{мин}}$ – потенциал, величина которого выбирается таким образом, чтобы $U(r) |_{\text{ось канала}} = 0$; ρ_i – расстояние от цепочки до иона (см. рис. 4.2, в). Полагают, что при каналировании заряженная частица рассеивается на цепочке атомов, не приближаясь к ней ближе некоторого расстояния $\rho_{\text{мин}}$ (рис. 4.2, в). В противном случае приближение непрерывности нарушается. В общем случае $\rho_{\text{мин}}$ определяется радиусом экранирования $a_{\text{ТФ}}$ и поперечной составляющей амплитуды среднеквадратичных отклонений из положения равновесия $\langle u_j^2 \rangle$, обусловленной тепловыми колебаниями. Данному расстоянию должна соответствовать энергия $E_{\perp} = U(\rho_{\text{мин}})$. Пусть частицы попадают в точку, соответствующую минимуму потенциальной энергии, и пересекают цепочку атомов,

тогда, учитывая (4.3) и используя (2.7) в предельном случае ($\rho_{\min} \rightarrow 0$) для критического угла каналирования можно записать

$$\Psi_1 = (2Z_1Z_2e^2/Ed)^{1/2} \quad (4.10)$$

или в удобном для оценок Ψ_1 , град или рад, виде

$$\Psi_1 \approx 0,307(2Z_1Z_2/Ed)^{1/2} \quad (4.11)$$

$$\Psi_1 \approx 5,36 \cdot 10^{-3} (Z_1Z_2/Ed)^{1/2}$$

В выражениях (4.10) и (4.11) E – энергия, МэВ, d – период цепочки, Å. Например, для ионов ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 2$ МэВ, каналирующих в $\langle 110 \rangle$ направлении монокристалла Ge, $\Psi_1 \approx 0,87^\circ$, а для энергии $E_0 = 21,4$ МэВ – $\Psi_1 \approx 0,265^\circ$.

При $\Psi < \Psi_1$ ионы, влетающие в кристаллы, будут каналировать (траектория «С» на рис. 4.2, а). Группа частиц «А» падает на кристалл под углом $\Psi \gg \Psi_1$ и не испытывает никакого направляющего действия потенциала атомных цепочек. Траектории движения этой группы частиц подобны траекториям движения частиц в аморфном теле. Наконец, имеется группа частиц «В», угол влета которых в кристалл $\Psi_{\text{кк}}$ незначительно превышает Ψ_1 . Эта группа частиц движется как бы в условиях повышенной плотности атомов по сравнению с неориентированным кристаллом (группа частиц «А»). Это режим квазиканалирования. Если $\Psi = 0$, то поперечная энергия согласно (4.8) будет определяться потенциалом в точке входа, и каналирующая частица должна двигаться в области, где поперечная энергия больше или равна потенциальной энергии. Этот случай представлен на рис. 4.2, б. Здесь также можно выделить три группы частиц, подобных рассмотренным выше.

Таким образом, если частицы падают на кристалл под углом $\Psi = 0$ или $\Psi < \Psi_1$, то они будут двигаться в решетке кристалла по осциллирующим траекториям (условие (4.1)), не приближаясь к цепочке атомов на расстояние, меньшее ρ_{\min} (заштрихованная область на рис. 4.2). Частицы, попавшие каким-либо образом в цилиндрическую область радиусом ρ_{\min} выбывают из режима каналирования и рассеиваются на большой угол (намного больше Ψ_1). Как видно на рис. 4.2, всегда имеется группа частиц «А», при любых условиях влета попадающая в область, определяемую радиусом ρ_{\min} . Для оценки этой доли частиц введена величина χ_{\min} (нормированный минимальный выход совершенного кристалла или в дальнейшем для краткости – минимальный выход). Для осевого каналирования

$$\chi_{\min} = \pi \rho_{\min}^2 Nd, \quad \rho_{\min}^2 = u_2^2 + a_{T\Phi}^2, = u_2^2 \quad (4.12)$$

а для плоскостного каналирования

$$\chi_{\text{мин}} = 2\rho_{\text{мин}}/d_{\text{плос}}, \rho_{\text{мин}} = u_1 + a_{\text{ТФ}}. \quad (4.13)$$

Здесь N – число атомов в единице объема ($N = N_0 a^{-3}$); $d_{\text{плос}}$ – расстояние между двумя ближайшими плоскостями, $u_2^2 = 2u_1^2$ – амплитуды тепловых колебаний атомов решетки, измеренные в направлении, перпендикулярном к атомной цепочке u_1 или плоскости u_2 . Расстояния определяются выражениями $d = k_a a$ и $d_{\text{плос}} = k_{\text{плос}} a$, соответственно для оси и плоскости. Коэффициенты k_a и $k_{\text{плос}}$ приведены в табл. 4.1. Здесь же даны значения N_0 – число атомов на элементарную ячейку.

Таблица 4.1

Коэффициенты связи межатомного k_a и межплоскостного $k_{\text{плос}}$ расстояний с постоянной решетки a для простых кубических структур

Структура кристалла	Число атомов на элементарную ячейку	k_a			$k_{\text{плос}}$		
		$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\{100\}$	$\{110\}$	$\{111\}$
ГЦК	4	1	$1/\sqrt{2}$	$\sqrt{3}$	$1/2$	$1/2\sqrt{2}$	$1/\sqrt{3}$
ОЦК	2	1	$\sqrt{2}$	$\sqrt{3}/2$	$1/2$	$1/\sqrt{2}$	$1/2\sqrt{3}$
Алмаз	8	1	$1/\sqrt{2}$	$\sqrt{3}/4$ $3\sqrt{3}/4$	$1/4$	$1/2\sqrt{2}$	$1/4\sqrt{3}$ $\sqrt{3}/4$

Для вычисления амплитуды тепловых колебаний используется выражение

$$u_1 = 12,1[\{\Phi(x)/x + 1/4\}(M_2 T_D)^{-1}]^{1/2}, \quad (4.14)$$

где $\Phi(x)$ – функция Дебая (см. Приложение П.13); $x = T_D/T$ (T_D – температура Дебая, K , и T – температура кристалла, K); M_2 – масса атомов мишени, а.е.м. Анализ формул 4.12 и 4.13 с учетом табл. 4.1 показывает, что минимальный выход для плоскостного случая значительно превышает минимальный выход для осевого каналирования. Типичные значения $a_{\text{ТФ}}$ от 0,01 до 0,02 нм, значения амплитуды тепловых колебаний u_1 от 0,005 до 0,01 нм.

В ядерно-физических методах анализа с использованием эффекта каналирования источником информации служит энергетический спектр продуктов взаимодействия анализирующего пучка с атомными ядрами

кристалла. При этом используют типичные для ядерно-физических методов анализа схемы эксперимента, но измеряют энергетические спектры трех типов. На рис. 4.3, *а* буквой «Д» обозначен энергетический спектр, полученный при точном совмещении кристаллографической оси с направлением падения пучка частиц. Такие спектры принято называть осевыми (аксиальными) или плоскостными энергетическими спектрами (ОЭС и ПЭС) соответственно для случая осевого или плоскостного каналирования. Буквой «А» обозначен спектр, подобный наблюдаемым при взаимодействии заряженных частиц с атомными ядрами аморфной мишени того же атомного состава, что и монокристалл, и в идентичных условиях эксперимента, но полученный на монокристаллической мишени при разориентации кристаллографического направления относительно направления падения пучка на угол $\Psi \gg \Psi_1$. Такие спектры принято называть случайными (хаотическими, рэндомными) энергетическими спектрами (РЭС).

Угол между направлением падения пучка и выбранным кристаллографическим направлением можно изменять, вращая кристалл вокруг одной из осей, перпендикулярных оси пучка. При каждом изменении угла измеряют энергетический спектр. Таким образом, получают характерную зависимость выхода продуктов взаимодействия анализирующего пучка с атомными ядрами монокристалла от угла наклона выбранного кристаллографического направления относительно оси пучка. Такую зависимость называют ориентационной зависимостью (ОЗВ) соответственно осевой или плоскостной для случая аксиального или плоскостного каналирования.

Для удобства сравнения результатов, полученных для разных монокристаллов, и для извлечения количественной информации пользуют не энергетические спектры выхода продуктов взаимодействия, а нормированные выходы, т. е. энергетические спектры, полученные при точном совмещении или при изменении угла между кристаллографическим направлением и осью пучка, нормируют на хаотический спектр. Нормированный выход в зависимости от энергии обозначают $\chi(E)$, от глубины – $\chi(l)$, от угла наклона – $\chi(\Psi)$. Аппроксимированный к поверхности нормированный выход определяет экспериментальное значение минимального выхода $\chi(l) = \chi_{\min}^2$. Из сравнения $\chi_{\min}^{\text{Э}}$ и χ_{\min}^{T} (выражения (4.12) и (4.13)) можно сделать вывод о степени совершенства приповерхностной области кристалла.

На рис. 4.3, *б* представлен нормированный выход в зависимости от угла наклона кристалла к пучку. В этом случае выход частиц описывается двумя основными параметрами: полушириной углового распреде-

ления $\Psi_{1/2}$, определяемой на высоте $(1 - \chi_{\min})$, и нормированным выходом χ_{\min} , которые могут быть вычислены с высокой степенью точности. Например, эти параметры в зависимости от сорта и энергии частиц анализирующего пучка, типа кристаллической решетки, ее температуры и ориентации, рассчитанные с помощью выражений, полученных Барреттом, дают согласие с экспериментом в пределах 10...20 %:

$$\Psi_{1/2}^B = 0,80F(\xi) \Psi_1, \quad (4.15)$$

$$\chi_{\min}^B = 18,8Ndu_1^2 (1 + \Delta^{-2})^{-1/2} \equiv 3Nd\pi\rho^2(1 + \Delta^{-2})^{-1/2}. \quad (4.16)$$

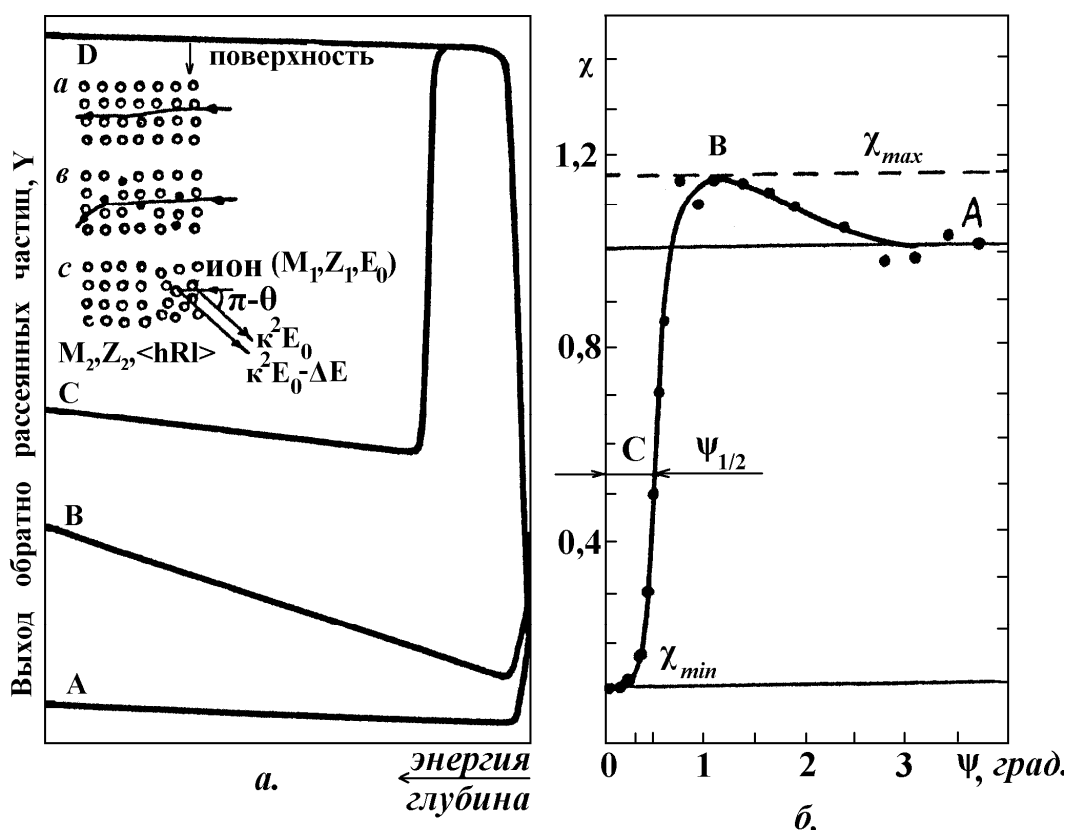


Рис. 4.3. Схематическое изображение энергетических спектров от образцов с различным типом нарушений кристаллической решетки (а) и зависимости χ от угла наклона кристалла (ориентационная зависимость выхода – ОЗВ) (б) (буквы у кривых на ОЗВ соответствуют различным группам частиц пучка (рис. 4.2), взаимодействующих с атомными ядрами монокристалла)

Здесь Ψ_1 определен соотношением (4.11); $\xi = 1,2u_1/a_{\text{ТФ}}$; функция $F(\xi)$ представляет собой корень квадратный из безразмерного потенциала цепочки (выражение (4.5)), при расчете которого использована функция

экранирования Мольтера (выражение (4.6)) (значения функции $F(\xi)$ дано в Приложении П.14); $\Delta = 126u_1/(\Psi_{1/2}d) = 1,55\rho/(\Psi_{1/2}d)$, где $\Psi_{1/2}$, град. В табл. 4.2 приведены значения Ψ_1 , $\Psi_{1/2}$ и χ_{\min} для ионов ${}^4\text{He}$ с энергией $E = 1,0$ МэВ, каналирующих в направлении кристаллографической оси $\langle 100 \rangle$ монокристаллов Si, Ge и W. Отметим, что $\Psi_{1/2}^1$ рассчитано для случая использования стандартного потенциала Линдхарда:

$$\Psi_{1/2}^1 = (\Psi_1/\sqrt{2}) \ln \{ (Ca_{\text{ТФ}}/\rho) + 1 \}^{1/2}.$$

Как видно из табл. 4.2, лучшее согласие с экспериментом наблюдается при использовании формул Барретта для критического угла $\Psi_{1/2}^B$. Для минимального выхода ни одной из приведенных формул нельзя отдать предпочтение (за исключением выражения (4.12), которое дает явно заниженные значения величины χ_{\min}). Выбор формулы для расчета χ_{\min} определяется только индивидуальным подходом исследователя. Тем не менее, отметим, что необходимо выбирать меньшее из двух значений для χ_{\min}^T .

Таблица 4.2

*Критический угол и минимальный выход
для ионов ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 1,0$ МэВ для $\langle 100 \rangle$ направления различных кристаллов*

Кристалл	Критический угол $\Psi_{1/2}$, град				Минимальный выход χ_{\min} , отн. ед.			
	Ψ_1	$\Psi_{1/2}^1$	$\Psi_{1/2}^B$	$\Psi_{1/2}^D$	$Nd\pi\rho^2$	$3Nd\pi\rho^2$	χ_{\min}^B	χ_{\min}^D
Si	0,70	0,71	0,60	0,63	$1,03 \cdot 10^{-2}$	$3,1 \cdot 10^{-2}$	$3,3 \cdot 10^{-2}$	$2,9 \cdot 10^{-2}$
Ge	1,03	0,89	0,77	0,80	$1,13 \cdot 10^{-3}$	$3,39 \cdot 10^{-3}$	$3,6 \cdot 10^{-3}$	$4,2 \cdot 10^{-3}$
W	2,1	2,17	1,81	1,97	$0,31 \cdot 10^{-3}$	$0,92 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-3}$

Примечание. В расчетах для d и ρ использовали следующие значения: $\langle 100 \rangle$ Si $d = 5,43 \text{ \AA}$, $\rho = 0,106 \text{ \AA}$; $\langle 100 \rangle$ Ge $d = 5,66 \text{ \AA}$, $\rho = 0,120 \text{ \AA}$; $\langle 100 \rangle$ W $d = 3,16 \text{ \AA}$, $\rho = 0,064 \text{ \AA}$.

Для плоскостного каналирования,

$$\Psi_{(1/2)\text{плос}} = \gamma(2\pi Z_1 Z_2 e^2 N d_{\text{плос}} a_{\text{ТФ}}/E)^{1/2}, \quad (4.17)$$

где γ – коэффициент, равный 1.5...2.0. В табл. 4.3 приведены значения минимального выхода для $\langle 100 \rangle$ осевого и $\{100\}$ плоскостного каналирования ионов ${}^4\text{He}$ с энергией $E_0 = 1,0$ МэВ в монокристаллах Si, Ge, W. Из табл. 4.3 видно, что χ_{\min} для плоскости значительно выше, чем для оси. Плоскостное каналирование не нашло столь широкого применения в прикладных задачах из-за высокого значения χ_{\min} и малой полуширины $\Psi_{(1/2)\text{плос}}$ угловой зависимости, как осевое каналирование.

Таблица 4.3

Сравнение осевых и плоскостных параметров ориентационных кривых для ионов ${}^4\text{He}$ с энергией 1,0 МэВ в различных монокристаллах

Кристалл	Критический угол $\Psi_{1/2}$, град (эксперимент)		Минимальный выход $\chi_{\text{мин}}$, отн.ед. (расчет)	
	ось $\langle 100 \rangle$	плоскость $\{100\}$	ось $\langle 100 \rangle$	плоскость $\{100\}$
Si	0,63	0,17	$1,1 \cdot 10^{-2}$	$11 \cdot 10^{-2}$
Ge	0,80	0,18	$1,1 \cdot 10^{-2}$	$12 \cdot 10^{-2}$
W	1,97	0,38	$0,3 \cdot 10^{-2}$	$6,3 \cdot 10^{-2}$

Теоретическое значение $\chi_{\text{мин}}^{\text{T}}$ служат пределом, к которому должна стремиться величина $\chi_{\text{мин}}^{\text{Э}}$, полученная в эксперименте. Минимальный выход $\chi_{\text{мин}}$ и угловая полуширина $\Psi_{1/2}$ на половине высоты являются константами и с их помощью можно идентифицировать кристаллографическую ось или плоскость.

С помощью выражений (4.12), (4.13), (4.15) – (4.17) определяют значения $\Psi_{1/2}$ и $\chi_{\text{мин}}$ для поверхности кристалла. С увеличением глубины проникновения ускоренных ионов в кристалл значения $\Psi_{1/2}$ уменьшаются, а $\chi_{\text{мин}}$ возрастают.

Таким образом, для каналированных частиц в кристалле существуют разрешенные и запрещенные области. В совершенном кристалле 95...98 % частиц первоначального анализирующего пучка может быть захвачено в режим осевого каналирования. Для этой части пучка запрещены процессы, требующие прицельных параметров меньше, чем $\rho_{\text{мин}}$. Следовательно, выходы таких процессов для случая каналированных частиц (обратное рассеяние, ядерная реакция, генерация характеристического рентгеновского излучения) будут сильно уменьшаться по сравнению с выходом из неориентированного кристалла. Это и нашло применение в практических целях.

4.2. Распределение потока ионов в каналах кристаллической решетки

Теоретическое рассмотрение распределения плотности заряженных частиц в канале кристалла было осуществлено как с использованием моделирования на ЭВМ траекторий движения частиц в решетке кристалла, так и аналитически, на основе приближения непрерывности Линдхарда. На возможность использования данного явления для точного определения местоположения примесного атома, находящегося в межузельном положении, указывалось в самых первых работах.

Явление пространственного перераспределения каналирующих ионов заключается в том, что плотность частиц в центральной части канала становится значительно выше, чем при хаотическом падении пучка на кристалл. Это можно объяснить, исходя из условия сохранения полной поперечной энергии частиц. Канализующая частица движется в потенциальном поле, образованном совокупностью атомных цепочек. Потенциал в каждой точке канала можно определить, используя выражение (4.9). На вставке рис. 4.4, б показаны аксиально-симметричные каналы монокристалла кремния (см. рис. 4.1), для заштрихованных частей, составляющих четверть аксиального канала представлены эквипотенциальные линии, рассчитанные по (4.9) (цифры у каждой эквипотенциали дают значение потенциала в электронвольтах).

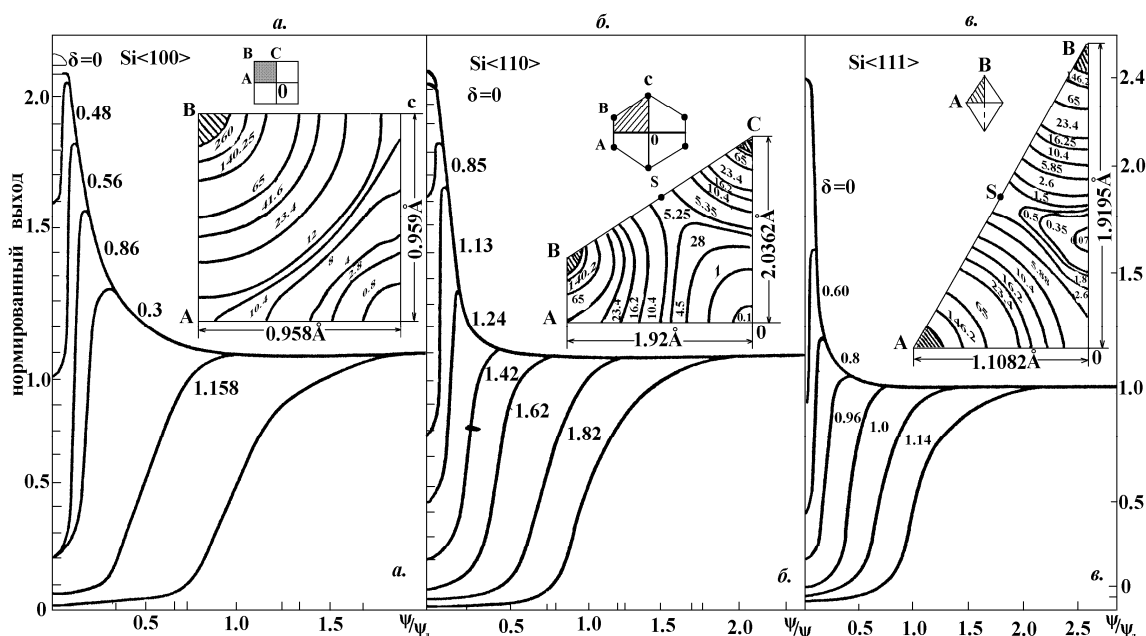


Рис. 4.4. Рассчитанные угловые распределения ионов ${}^4\text{He}$ ($E_0 = 21,4$ МэВ) в поперечной плоскости $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ каналов монокристалла кремния (цифры у кривых указывают расстояние δ от центра канала в ангстремах). На вставках: – рассчитанные эквипотенциальные линии (цифры у кривых указывают значение потенциала в эВ)

Пусть частица входит в кристалл под углом Ψ_0 к оси канала в точку с координатами (x_0, y_0) тогда ее поперечная энергия согласно (4.8) равна

$$E_{\perp}(x_0, y_0, \Psi_0) = E \Psi_0^2 + U(x_0, y_0), \quad (4.18)$$

где $U(x_0, y_0)$ рассчитывается по (4.9). В идеальном кристалле энергия поперечного движения сохраняется, а это значит, что частица будет двигаться в области, где $E_{\perp}(x_0, y_0, \Psi_0) \geq U(x, y)$, т. е. $U(x, y)$ определяет эк-

випотенциаль, доступную для частиц с данной энергией. Обозначим $S(E_{\perp})$ площадь канала, ограниченную эквипотенциалью $U(x,y)$. При достижении статистически равновесного распределения вероятность $P_0(E_{\perp})$ нахождения частиц с данной поперечной энергией внутри площадки не зависит от положения частицы в поперечной плоскости:

$$P_0(E_{\perp}) = \begin{cases} 1/S(E_0) & \text{при } U(r) \leq E_{\perp} \\ 0 & \text{при } U(r) > E_{\perp} \end{cases} \quad (4.19)$$

Из (4.19) следует, что при аксиальном каналировании ион равномерно заполняет доступную область. Суммарная вероятность $F(r)$ нахождения иона в точке r может быть найдена интегрированием по всем поперечным плоскостям:

$$F(r) = \int_{E_{\perp}(r_0, E_0, \Psi_0) \geq U(r)} dS(r_0) / S(r_0, E_0, \Psi_0) \quad (4.20)$$

Таким образом, для заданной поперечной потенциальной энергии можно найти для любого угла падения и в любой точке канала с помощью выражения (4.20) усредненное значение плотности ионов.

Из выражения (4.20) для неориентированного и ориентированного падения пучка частиц на кристалл можно сделано два вывода. В случае $\Psi_{\text{пад}} \neq 0$ и для точек с координатой r поперечной плоскости канала, где $U(r) \leq E \Psi_{\text{пад}}^2$ интегрирование ведется по всей плоскости падения частиц, а из этого следует, что внутри области, ограниченной эквипотенциалью $U(r) = E \Psi_{\text{пад}}^2$, поток является равномерным; для $\Psi_{\text{пад}} = 0$ выражение (4.20) становится достаточно простым, так как

$$S(r_{\text{пад}}, E, 0) = S[U(r_{\text{пад}})] = S'(r_{\text{пад}}) \text{ и потому:} \\ F(r) = \int_{U(r_{\text{пад}}) \geq U(r)} dS(r_{\text{пад}}) / S'(r_{\text{пад}}) = \ln [S_0(r) / S'(r)], \quad (4.21)$$

где $S_0 = 1/Nd$ – поперечная площадь канала. Из выражения (4.21) следует, что своего максимального значения поток достигает в точках, соответствующих минимуму потенциальной энергии, т. е. в центральной части канала. Более того, при $\Psi_{\text{пад}} = 0$, когда r стремится к нулю, $F(r)$ стремится к бесконечности, т. е. $F(r)$ имеет логарифмическую особенность, что по многим причинам является не физическим результатом.

При выводе приведенных выше выражений предполагалось, что кристалл является идеальным и поперечная энергия частиц E_{\perp} при движении в аксиальном канале сохраняется. В действительности поперечная энергия иона изменяется из-за рассеяния на электронах, тепло-

вых колебаний атомов остова, дефектов решетки, из-за расходимости пучка и т. п. Вследствие изменения поперечной энергии изменяется и доступная область, что приводит к изменению плотности потока. Необходимо отметить, что эти процессы существенно влияют на поток в центре канала, так как в этой области значение потенциала минимально, поэтому всякое изменение поперечной энергии приводит к значительному увеличению доступной области. В то же время на периферии канала, где значения потенциала велики, изменение поперечной энергии заметно не влияет на плотность потока. Все это требует оценки влияния процессов многократного рассеяния на поток в центральной части канала. На рис. 4.5 представлено рассчитанное изменение поперечной энергии в $\langle 100 \rangle$ канале монокристалла Си в зависимости от энергии падающих частиц для различных источников многократного рассеяния: расходимость пучка $\pm 0,03^\circ$, толщина аморфной пленки 0,72 нм, амплитуда среднеквадратичных колебаний атомов относительно равновесного положения $\sim 0,0104$ нм при 0°C , расчет увеличения поперечной энергии за счет тепловых колебаний проводился до толщины 20 нм. Из рис. 4.5 видно, что основной вклад в увеличение поперечной энергии вносят при низкой энергии падающих частиц поверхностная аморфная пленка (кривая 2), а при высоких энергиях – расходимость пучка (кривая 3). Второй по важности вклад в увеличение поперечной энергии дает неупругое рассеяние (кривая 4). Тепловые колебания атомов решетки (кривая 5) не оказывают сильного влияния на поперечную энергию для хорошо коллимированного пучка при любой энергии. Однако для частиц с относительно высокой поперечной энергией $E_{\perp} \approx 1/2(E \Psi_{\text{колл}}^2)$ и для неориентированной компоненты пучка (кривая 6) многократное рассеяние из-за тепловых колебаний атомов становится основным процессом, обуславливающим увеличение поперечной энергии. Подобные рассуждения справедливы для любого сочетания типа кристаллов и падающих частиц.

Обозначим $\delta E'_{\perp}$ флуктуации поперечной энергии, обусловленные многократным рассеянием, а $S(\delta E'_{\perp})$ – область, доступную частицам с данной поперечной энергией. В этой области потенциальная энергия $U(r)$ изменяется значительно медленнее, чем $\delta E'_{\perp}$ и к тому же она стремится уменьшить свое значение, поэтому в центральной части канала потенциал становится плоским.

Тогда поток внутри области можно считать равномерным и его значение, согласно дается выражением:

$$F_{\text{макс}} = 1 + \ln(S_0/S(\delta E'_{\perp})). \quad (4.22)$$

Выражения (4.21) и (4.22) были получены для $\Psi_{\text{пад}} = 0$. Для случая, когда угол между направлением падения пучка и осью кристалла не равен нулю, получены следующие соотношения:

$$F = \ln(1 + S_0/S(E \Psi_{\text{пад}}^2)) \text{ при } E \Psi_{\text{пад}}^2 \geq \delta E'_{\perp}, \quad (4.23)$$

$$F = 1 - S(E \Psi_{\text{пад}}^2)/S(\delta E'_{\perp}) + \ln\{S_0 + S(E \Psi_{\text{пад}}^2)\}/S(\delta E'_{\perp}) \text{ при } E \Psi_{\text{пад}}^2 \leq \delta E'_{\perp}. \quad (4.24)$$

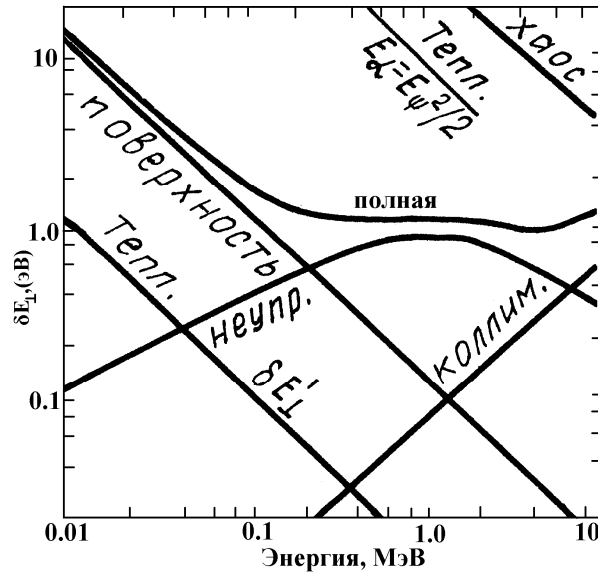


Рис. 4.5. Изменение поперечной энергии ионов ${}^4\text{He}$ в зависимости от начальной энергии пучка для различных источников многократного рассеяния: 1 — полное; 2 — поверхностная аморфная пленка; 3 — расходимость пучка; 4 — рассеяние на электронах; 5 — тепловые колебания атомов остова; 6 — неориентированная компонента пучка

На рис. 4.4, а показаны рассчитанные согласно (4.21) – (4.24) распределения потока ионов ${}^4\text{He}$ с энергией 21,4 МэВ в поперечной плоскости аксиальных каналов $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ монокристалла кремния в зависимости от угла падения частиц относительно выбранных кристаллографических направлений. Чтобы снять логарифмическую особенность в (4.21) (значение потока в центре канала стремится к бесконечности) в расчет была введена расходимость первичного пучка, которая дает основной вклад в увеличение поперечной энергии высокоэнергетичных частиц (см. рис. 4.5). Для расчета флуктуации поперечной энергии используют соотношение:

$$\delta E_{\perp} = E \Psi_{\text{колл}}^2/3. \quad (4.25)$$

При расходимости пучка $\Psi_{\text{колл}} = 0,3^\circ$ флуктуации поперечной энергии $\delta E_{\perp} \approx 2$ эВ. На рис. 4.4, *a* цифры, проставленные у кривых углового распределения, обозначают расстояние δ от точки, где потенциал $U(r)$ равен нулю, в ангстремах. Видно, что в центре канала для трех главных кристаллографических осей наблюдаются пики в угловых распределениях потока каналирующих ионов ^4He .

Увеличение плотности частиц в центре канала можно понять из следующих простых соображений. При нулевом угле падения пучка к кристаллографической оси все частицы будут двигаться в области, ограниченной эквипотенциалью, определяемой точкой входа частиц в канал. Периферийная область канала доступна лишь небольшой группе частиц с большой поперечной энергией, а центральная часть канала доступна всем частицам, причем частицы с малой поперечной энергией в основном пребывают в ней. Согласно (4.19) каналирующие ионы равномерно заполняют доступную область, что объясняет столь резкое увеличение потока в центре канала. При изменении угла падения увеличивается поперечная энергия частицы, следовательно, увеличивается доступная область, и когда частицы достигнут этой области, поток будет иметь значение, близкое к максимальному. В этом случае наблюдается расщепление в угловом распределении потока [например, поток на расстоянии $\delta = 0,048 \div 0,086$ нм для $\langle 100 \rangle$, $\delta = 0,085 \div 0,134$ нм для $\langle 110 \rangle$ и $\delta = 0,060 \div 0,080$ нм для $\langle 111 \rangle$ каналов монокристалла кремния (см. рис. 4.4, *a*)].

Впервые эффект перераспределения потока каналирующих частиц экспериментально наблюдали А.Ф. Тулинов с сотр. и Андерсен с сотр. при изучении зависимостей выхода продуктов ядерных реакций на ядрах атомов примеси. Тулинов с сотр. Использовали монокристалл Nb, насыщенный атомами дейтерия, который в направлении кристаллографической оси $\langle 111 \rangle$ находится в центральной части канала. Было получено значительное увеличение выхода протонов из ядерной реакции $^2\text{H}(d,p)^3\text{H}$ (см. рис. 4.6, *a*, кривая 1). Аномальное увеличение выхода α -частиц реакции $^7\text{Li}(p,\alpha)^4\text{He}$ (рис. 4.6, *b*, кривая 1) по сравнению с выходом обратно рассеянных протонов на атомах монокристалла Si наблюдал Андерсен с сотр.

До сих пор рассматривалось распределение потока заряженных частиц в поперечной плоскости канала на глубинах, где из-за фазового перемешивания их траекторий наступило равновесное распределение, так называемый режим установившегося каналирования. Обычно такой режим устанавливается на глубинах, приблизительно равных $0,1 \dots 1,0$ мкм. На меньших глубинах из-за периодического характера движения частиц в канале (условие (4.1)) плотность потока также будет осциллировать по глубине. Если для расчета этого процесса исходить из формулы (4.19), никаких осцилляций такое описание не дает.

Большую роль в изучении перераспределения плотности потока частиц по глубине аксиальных и плоскостных каналов сыграли расчеты, где использовалось прямое моделирование на ЭВМ траекторий движения частиц в решетке монокристалла и, в первую очередь, работы Барретта.

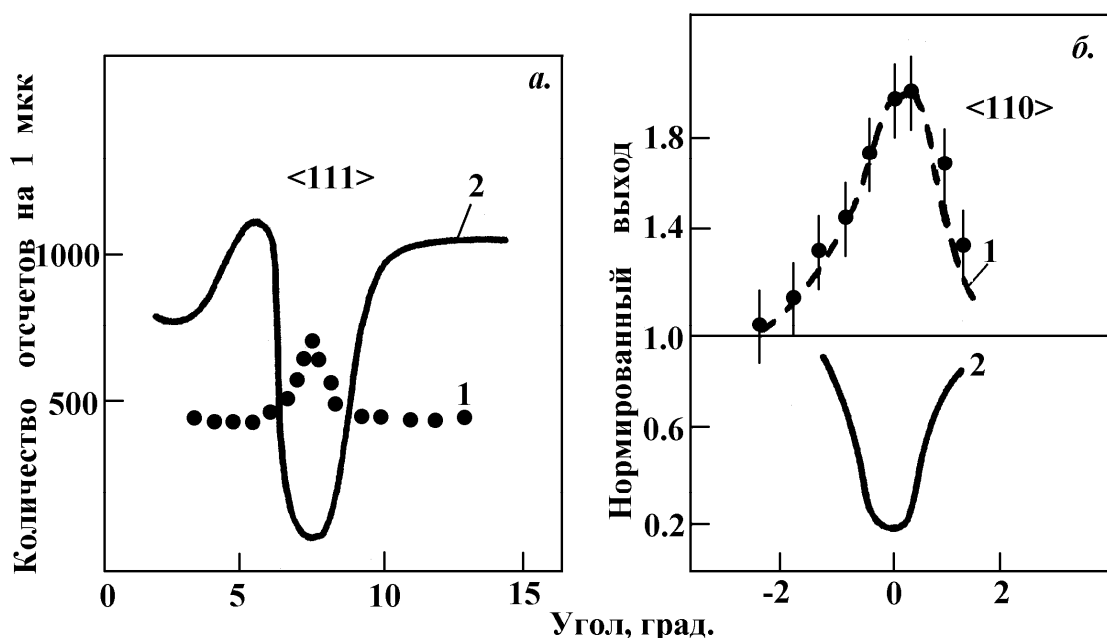


Рис. 4.6. Эффект увеличения выхода продуктов ядерных реакций.:
 а – протоны реакции ${}^2\text{H}(d,p){}^3\text{H}$ (1) и дейтроны (2), рассеянные на атомах Nb;
 б – α -частицы реакции ${}^7\text{Li}(p,\alpha){}^4\text{He}$ (1) и протоны, упруго рассеянные на атомах Si (2)

Компьютерное моделирование описывает процесс взаимодействия заряженных частиц на любой глубине кристалла с учетом реальных экспериментальных условий, что позволяет построить модель, максимально приближенную к эксперименту.

В рамках модели бинарных соударений были получены пространственные распределения α -частиц (рис. 4.7) и спектр прицельных параметров (рис. 4.8) в поперечной плоскости <110> канала Si при энергии анализирующего пучка $E_0 = 21,4$ МэВ и при угле падения его относительно оси канала $\Psi = 0$. Представленные распределения наглядно показывают, что при движении вдоль оси α -частицы эффективно отжимаются от атомных цепочек и наступает момент, когда на некоторой глубине кристалла (~192 нм для <110> Si) они концентрируются в центральной области канала (см. рис. 4.7, д). По мере увеличения глубины проникновения в кристалл число частиц вблизи оси канала уменьшается (см. рис. 4.7, е–к), а затем снова возрастает (см. рис. 4.7, л). Сказанное подтверждается результатами, приведенными на рис. 4.8.

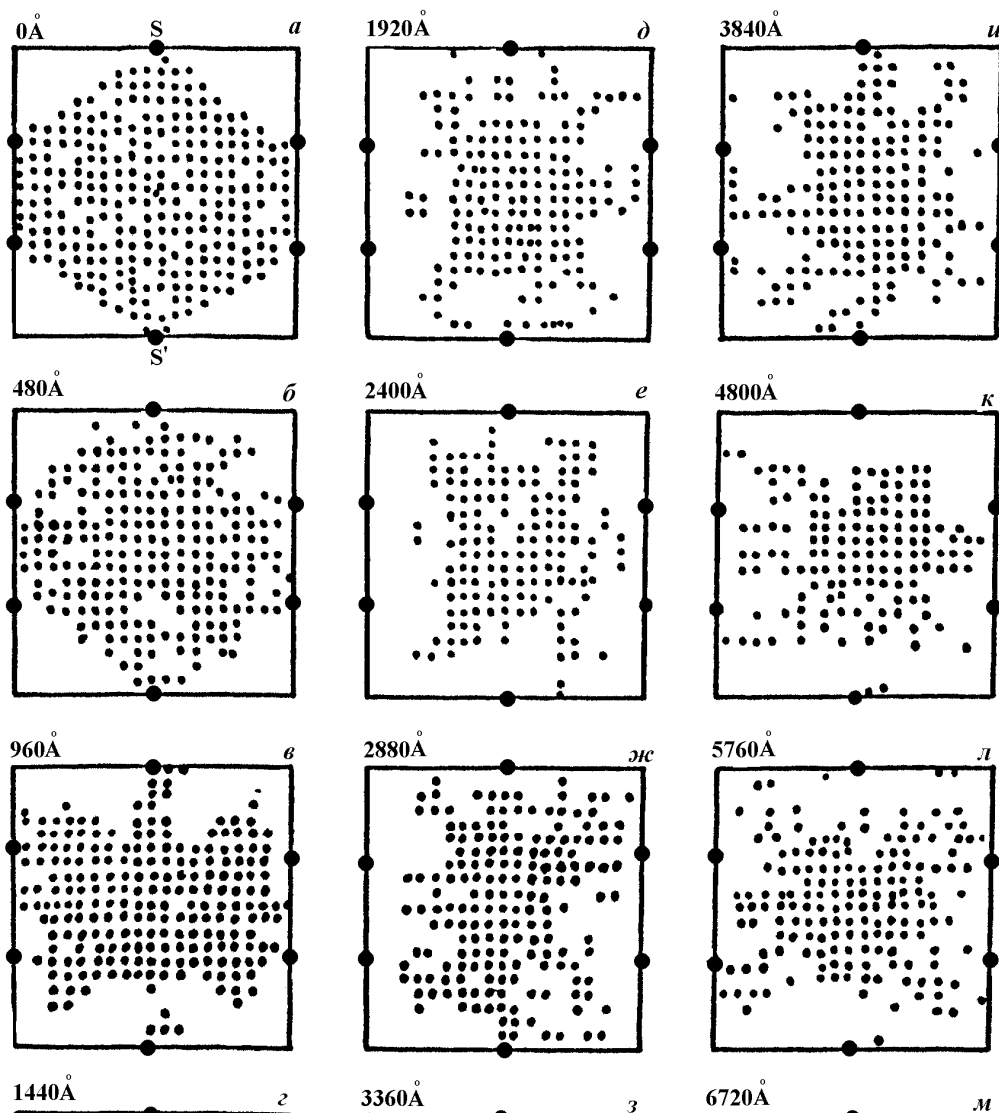


Рис. 4.7. Пространственное распределение альфа-частиц ($E_0 = 21,4$ МэВ) в поперечной плоскости $\langle 110 \rangle$ канала кремния в зависимости от глубины проникновения в кристалл

Здесь по оси абсцисс отложены прицельные параметры соударений в единицах радиуса канала (вдоль линии SS' на рис. 4.7, a), а по оси ординат число соударений, которое испытали частицы с данными прицельными параметрами после прохождения слоя толщиной $\ell = 9,6$ нм на различной глубине кристалла. Отметим, что на рис. 4.8 кривые построены только для одной половины канала $\langle 110 \rangle$ монокристалла Si, так как пространственное распределение частиц симметрично относительно центра канала (см. рис. 4.7). Представленные результаты свидетельствуют, что α -частицы испытывают наибольшее число соударений с атомами решетки на расстоянии, равном расстоянию от цепочки до центра канала.

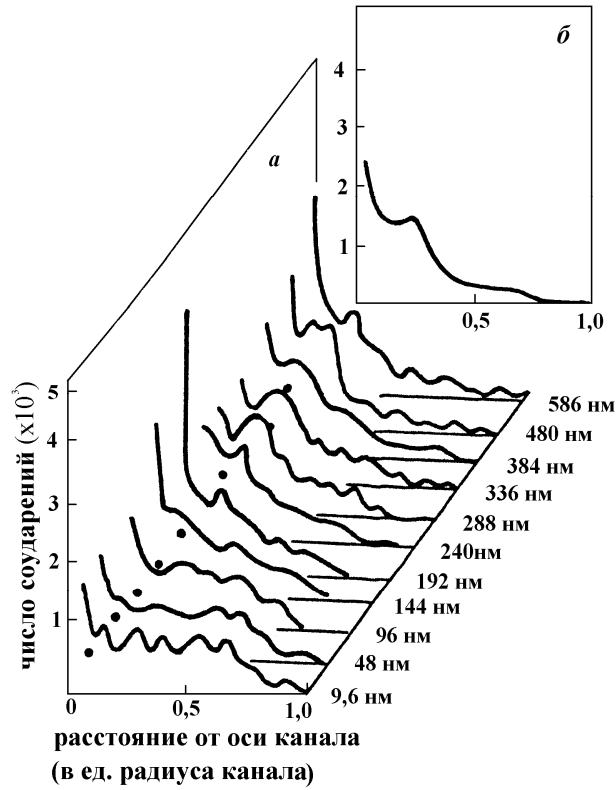


Рис. 4.8. Спектр прицельных параметров α -частиц ($E_0 = 21,4$ МэВ) по сечению SS (см. рис. 4.7) $\langle 110 \rangle$ канала кремния в зависимости от глубины

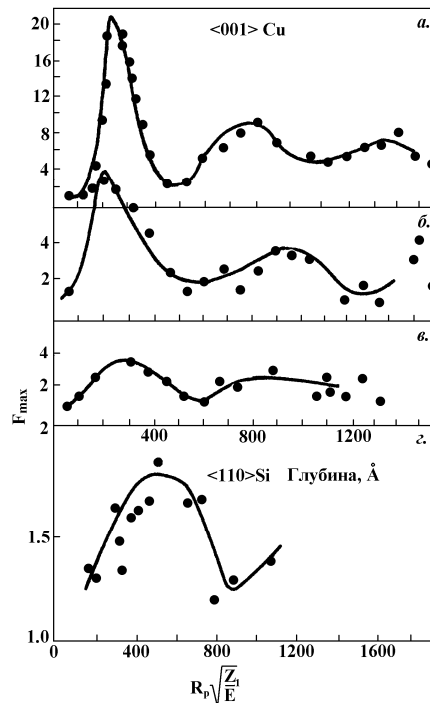


Рис. 4.9. Изменение потока альфа-частиц в $\langle 001 \rangle$ канале Cu (расчет):
 а) без учета многократного рассеяния; б) $T = 0$ °С, $\Psi_{\text{колл}} = \pm 0,06^\circ$;
 в) $T = 0$ °С, $\Psi_{\text{колл}} = \pm 0,23^\circ$; г) в $\langle 110 \rangle$ канале кремния (эксперимент)

Эта тенденция сохраняется и для усредненного числа соударений по глубине 200...600 нм (см. рис. 4.8, б). Представленные результаты служат доказательством того, что центральная область канала наиболее доступна для каналирующих частиц, и они в основном пребывают в этой области. На рис. 4.9 представлены результаты расчета относительного потока α -частиц с начальной энергией $E_0 = 1$ МэВ в центре $\langle 100 \rangle$ канала монокристалла меди в зависимости от глубины проникновения частиц.

Видно, что наиболее сильные осцилляции потока наблюдаются в приповерхностной области канала и по мере продвижения частиц вглубь осцилляции затухают. На амплитуду осцилляций существенное влияние оказывают процессы многократного рассеяния (см. рис. 4.9, б, в). Экспериментальное исследование поведения потока каналирующих ионов в зависимости от глубины впервые было приведено Эйзенем и Угерхом. Для этой цели ионы Yb с разной энергией внедрялись в решетку кремния. При использовании пучка ионов ^4He с энергией E_0 , равной 0,5; 1,0; 2,0 МэВ, падающих вдоль $\langle 110 \rangle$ оси Si, была получена зависимость выхода обратно рассеянных частиц от глубины залегания примесных атомов (см. рис. 4.9, г). Из сравнения результатов, приведенных на рис. 4.9, видно, что рассчитанная зависимость потока от глубины хорошо описывает экспериментальные результаты.

4.3. Местоположение атомов в элементарной ячейке монокристалла

Явление перераспределения потока каналирующих ионов нашло широкое применение в методе определения местоположения в элементарной ячейке кристалла примесных атомов, которые могут занимать различные позиции: находиться строго в узлах или в каком-либо междоузлии, а могут быть хаотически распределены между ними. Для идентификации примесных атомов используют один из ядерно-физических методов (РОР, РезОР, ЯО, метод ядерных реакций (ЯР), метод характеристического рентгеновского излучения, возбуждаемого протонами или ионами (метод ХРИ)) в сочетании с одним из ориентационных эффектов. Однако наиболее используемым является метод, основанный на сочетании эффекта каналирования с резерфордским обратным рассеянием (метод РОРКИ, или метод РОР/К).

Наряду с эффектом каналирования для определения позиций, занимаемых примесью в элементарной ячейке монокристалла, могут быть использованы эффект блокировки и метод двойной ориентации. Эффект блокировки применялся в ранних работах, где для внедрения использовали радиоактивные изотопы ряда элементов. Недостаток данного метода в том, что при его использовании получают сведения только об атомах примеси (так как регистрируют только продукты распада радио-

активных изотопов). Для получения сведений об атомах матрицы необходимо проводить дополнительные исследования с помощью метода обратного рассеяния. По этой причине метод не нашел широкого применения для определения местоположения примесных атомов.

Метод двойной ориентации, когда и анализирующий и регистрируемый пучки заряженных частиц ориентированы вдоль главных кристаллографических осей или плоскостей, обладает рядом преимуществ по сравнению с методом РОР/К: во-первых, он имеет более высокую чувствительность обнаружения примесного атома (чувствительность может быть повышена на порядок; во-вторых, он позволяет более точно определять позиции, занимаемые примесью в решетке монокристалла; в-третьих, это единственный метод, позволяющий определять положение примесных атомов, внедренных в собственную решетку (например, положение атомов Si, внедренных в решетку монокристалла кремния). Недостаток этого метода состоит в том, что требуется много времени на анализ (примерно в $10^2 \dots 10^3$ раз больше, чем в экспериментах с применением метода РОР/К). Это также обусловило очень низкую степень использования данного метода.

Для определения позиций, занимаемых примесными атомами в решетке кристалла, обычно используют эффект каналирования. Его применение основывается на следующем: для каналированных частиц выходы процессов, требующих сближения частиц с атомами на расстояние меньше $\rho_{\text{мин}} = 0,01 \div 0,02$ нм, в десятки раз ниже по сравнению с хаотическим падением пучка на кристалл. Также будут уменьшаться выходы продуктов взаимодействия частиц с атомами примеси, если они занимают узлы решетки или позиции вдоль цепочек атомов матрицы. Если атомы примеси смещены из цепочек (или плоскостей) на расстояние больше, чем $\rho_{\text{мин}}$, или, если они занимают регулярные междоузлия в центральной части канала, то уменьшения выходов процессов, требующих близких соударений, наблюдаться не будет. Более того, выход для каналированных частиц может превысить выход при хаотическом падении частиц на кристалл.

Важную роль в интерпретации экспериментальных результатов по определению местоположения примесных атомов, занимающих регулярные междоузлия, играет явление динамического перераспределения потока ионов, движущихся в осевых или плоскостных каналах. Это явление заключается в том, что плотность частиц в центральной части канала на некоторой глубине становится значительно выше, чем при неориентированном падении пучка на кристалл. Канализованный поток частиц осциллирует по глубине, то сжимаясь к центру канала, то приближаясь к его стенкам. Существенная неравномерность плотности по-

тока приводит к тому, что число рассеянных на атомах примеси частиц будет меняться в зависимости от того, в каком именно междоузельном положении находится примесный атом. Таким образом, исследователи получили метод, позволяющий прямым путем отделять одно междоузельное положение, занимаемое примесным атомом, от другого.

В основе метода лежит построение нормированных угловых (ориентационных) зависимостей выхода продуктов взаимодействия частиц анализирующего пучка с атомными ядрами матрицы (образца) и примеси. Такие зависимости строят, как правило, для трех главных кристаллографических осей, иногда для двух главных кристаллографических осей и плоскости (низко индексной или более высокого порядка). Основными параметрами ориентационных кривых, которые используются для интерпретации экспериментальных результатов, являются χ_{\min} и $\Psi_{1/2}$. Из сравнения этих параметров для экспериментально измеренных угловых зависимостей выхода частиц на атомах матрицы и примеси с теоретически рассчитанными судят о местоположении примесных атомов и об их доле в данной позиции. Наиболее прост для интерпретации случай, когда атомы примеси находятся в узлах кристаллической решетки и их амплитуды тепловых колебаний незначительно отличаются от амплитуды тепловых колебаний атомов кристалла. В этом случае нормированные угловые зависимости рассеянных частиц на атомах примеси и матрицы должны совпадать как по $\Psi_{1/2}$, так и по χ_{\min} . Такой результат был получен при изучении местоположения атомов золота, растворенных в монокристалле меди при его выращивании из расплава с 2 % атомным содержанием примеси Au (рис. 4.10, а).

При этом было известно, что 100% атомов золота занимает замещающее положение. Поэтому данный эксперимент являлся своего рода проверкой возможностей метода РОР/К. В работе, являющейся логическим продолжением в том плане, что изучалось местоположение внедренных с энергией 200 кэВ атомов Au в решетку монокристалла меди, доза внедрения 10^{16} Au/см² и рассматривались две области – поверхность (рис. 4.10, б) и на глубине ≈ 80 нм, соответствующей максимальной концентрации атомов золота. Видно, что угловые распределения частиц, рассеянных на атомах Au и Cu в пределах статистической погрешности совпадают друг с другом. Следовательно, 100% внедренных атомов Au, как и в случае легирования из расплава, занимают узлы кристаллической решетки, замещая атомы меди. Небольшая разница в полуширине кривых (см. рис. 4.10, б, в) объясняется влиянием глубины на $\Psi_{1/2}$. Поэтому очень важно для получения достоверной информации о местоположении примесных атомов ориентационные зависимости строить для участков, соответствующих одной и той же глубине как для примеси, так и для

матрицы. В то же время отмечается несовпадение угловых зависимостей для W и Na, образующих в направлении $\langle 111 \rangle$ в вольфрамовой бронзе смешанную цепочку, что объясняется различиями в амплитудах тепловых колебаний ($u_1^W = 0,014$ нм, $u_1^{Na} = 0,005$ нм) (рис. 4.10, з).

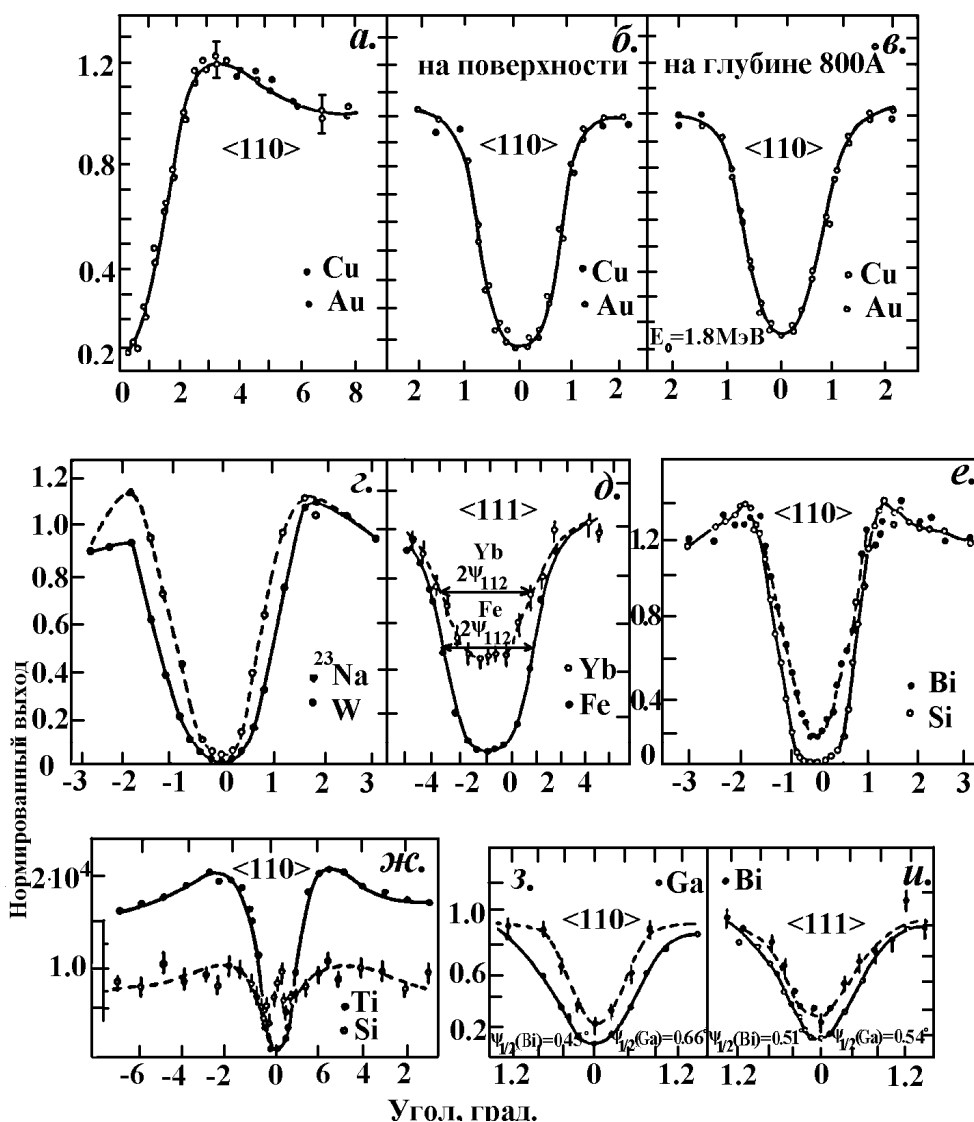


Рис. 4.10. Возможности определения местоположения примесных атомов с помощью эффекта каналирования

При изучении местоположения атомов Yb, внедренных в решетку Fe, для анализа были использованы ионы ^{12}C и ^{14}N с начальной энергией несколько мегаэлектронвольт. Концентрация атомов Yb составляла 0,3 %. Угловое сканирование осуществлялось относительно трех главных кристаллографических осей. Во всех случаях ориентационные зависимости для Yb имели полуширину, близкую к полуширине ориентационных зависимостей рассеяния на атомах Fe, но отличались

существенно меньшей глубиной (см. рис. 4.10, *д*). Это означает, что часть атомов примеси занимает замещающее положение или затеняется атомами матрицы, расположенными вдоль соответствующих цепочек.

Эту долю атомов можно оценить, используя соотношение

$$f_{\text{мин}} = (\chi_{\text{прим}}^{\langle hkl \rangle} - \chi_M^{\langle hkl \rangle}) / (1 - \chi_M^{\langle hkl \rangle}) \quad (4.26)$$

Здесь $\chi_{\text{прим}}^{\langle hkl \rangle}$ и $\chi_M^{\langle hkl \rangle}$ – минимальные выходы рассеянных частиц для атомов примеси и матрицы для рассматриваемых кристаллографических направлений $\langle hkl \rangle$. Если значения $f_{\text{прим}}^s$ совпадают для двух осей, можно утверждать, что $f_{\text{прим}}^s$ определяет долю атомов замещения. С помощью соотношения (4.26) можно показать, что примерно 60% атомов Yb занимают позиции замещения при имплантации без дальнейшего отжига, а остальная часть равномерно распределена по элементарной ячейке, так как на ориентационных зависимостях отсутствуют локальные максимумы.

Рассмотрим местоположение Bi , внедренного в кристалл кремния (доза внедрения $(2 \dots 4) \cdot 10^{14} \text{ Bi/cm}^2$). Измерения проводились с использованием пучка ионов ${}^4\text{He}$ с энергией $E_0 = 1 \text{ МэВ}$. Результаты углового сканирования относительно оси $\langle 110 \rangle \text{ Si}$ при $T = 296 \text{ К}$ представлены на рис. 4.10, *е*. Из рисунка видно, что в области малых углов кривые значительно отличаются по ширине. Наличие особенностей на угловых зависимостях в области $0,4 \dots 0,7$ относительного выхода рассеяния на ядрах атомов Bi указывает на то, что не все примесные атомы расположены в узлах решетки, как это первоначально предполагалось. Для оценки доли атомов, находящихся в узлах кристаллической решетки, был проведен расчет по модели Андерсена в рамках приближения непрерывного потенциала и установлено, что хорошее совпадение с экспериментальными данными получается, если предположить, что около 50% атомов Bi локализованы в узлах решетки, а остальные смещены на расстояние $\delta = 4,5 \text{ нм}$. Расстояние смещения можно оценить, используя выражение (4.15) и (4.16), но вместо $\langle u_1 \rangle$ подставить $u_1^p = (u_1^2 + \delta^2)^{1/2}$.

Если примесные атомы занимают центральную часть канала, то на соответствующих ориентационных зависимостях будет наблюдаться узкий максимум. По мере увеличения угла падения пучка частиц по отношению к кристаллографической оси выход будет уменьшаться. При изучении местоположения Tl относительно оси $\langle 110 \rangle$ кристалла кремния (см. рис. 4.10, *ж*) был получен интересный результат. В этом случае ориентационная зависимость представляет собой узкий пик при нулевом угле падения пучка ионов и двух симметрично расположенных минимумов. Малая угловая ширина центрального пика свидетельствует о наличии атомов талия в центральной части канала $\langle 110 \rangle$, а наличие ми-

нимумов – о том, что часть атомов Тl затеняется атомами матрицы. Сравнение результатов измерений, проведенных при каналировании вдоль осей $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$, позволило авторам предположить, что около 25% атомов Тl находятся в тетраэдрических междуузлиях, а 75% – в узлах решетки. Однако М.А. Кумахов, анализируя полученные результаты на основании расчетов перераспределения потока показал, что в междуузлиях решетки кремния находится примерно 50% атомов Тl.

В решетке монокристалла имеется несколько эквивалентных положений, характеризующих одно и то же регулярное междуузлие. Например, на рис. 4.11 представлена четвертая часть элементарной ячейки с возможными регулярными междуузлиями: тетраэдрическим (Т), гексаэдрическим (Н), центрированным (С) и расщепленная в направлении $\langle 100 \rangle$ конфигурация (S). При проецировании элементарной ячейки на плоскость, перпендикулярную выбранному кристаллографическому направлению (см. рис. 4.1).

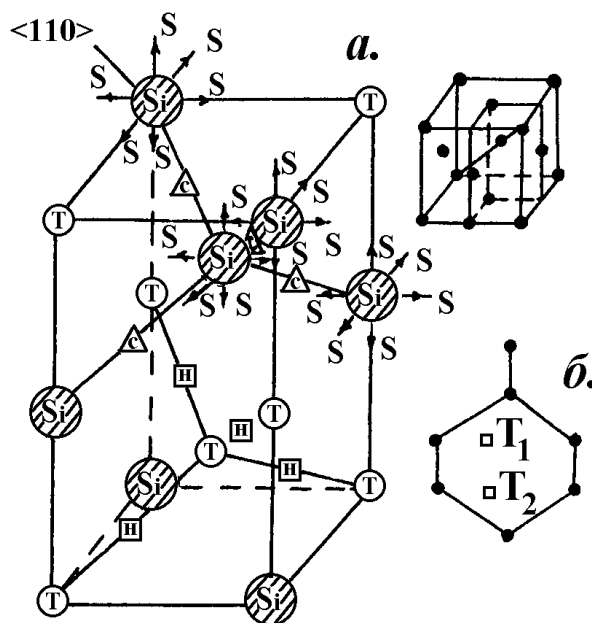


Рис. 4.11. Элементарная ячейка кристалла с решеткой алмаза с возможными регулярными междуузлиями: тетраэдрическое междуузлие (Т) с координатами $(1/2, 0, 0)$, $(1/2, 1/2, 1/2)$, $(1/4, 1/4, 1/4)$; гексаэдрическое (Н) – $(3/8, 1/8, 7/8)$, $(1/8, 3/8, 7/8)$, $(3/8, 3/8, 5/8)$, $(1/8, 1/8, 5/8)$; центрированное (С) – $(1/8, 1/8, 1/8)$, $(3/8, 3/8, 1/8)$, $(1/8, 3/8, 3/8)$, $(3/8, 1/8, 3/8)$; расщепленная в направлении $\langle 100 \rangle$ конфигурация (S) – $(L) \pm (1/8, 0, 0)$, где (L) – координаты атомов решетки. Координаты даны в единицах постоянной атомной решетки a

Может оказаться, что различные эквивалентные положения, соответствующие одному регулярному междуузлию, будут иметь одинаково-

вые проекции: так, в положение T_1 проецируются два тетраэдрических междуузлия, а в положение T_2 – только одно междуузлие (см. рис. 4.11, б). Поэтому при расчете выхода частиц от атомов примеси, находящихся в каком-либо регулярном междуузлии, для выбранного кристаллографического направления надо учитывать долю атомов, имеющих одинаковые проекции в поперечной плоскости. Это обусловлено тем, что угловые распределения потока частиц в различных точках поперечной плоскости различны (см. рис. 4.4).

Для случая, когда 100% примесных атомов занимают одно из регулярных междуузлий, представленных на рис. 4.11, а, с учетом всех возможных эквивалентных положений, и использовании угловых распределений для трех главных кристаллографических осей, (см. рис. 4.4), можно рассчитать нормированные угловые зависимости. Результаты расчета для ионов ^4He с $E_0 = 21,4$ МэВ рассеянных на атомах кислорода приведены на рис. 4.12, причем показаны только половины угловых распределений выхода рассеянных частиц. Как видим, представленные зависимости отличаются как по минимальному выходу, так и по угловой полуширине на половине высоты.

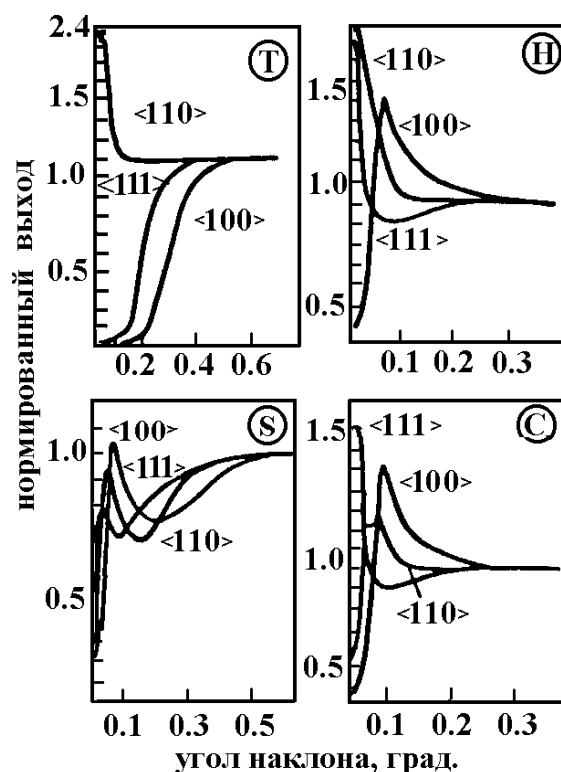


Рис. 4.12. Рассчитанные нормированные угловые распределения для атомов кислорода, занимающих одно из возможных междуузельных положений в решетке кремния

Например, выход от атомов примеси в тетраэдрическом междоузлии характеризуется пиком при нулевом угле падения частиц к кристаллографической оси $\langle 110 \rangle$ и минимумами в направлении $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$. Причем, полуширина угловых зависимостей для этих направлений различна. Для гексаэдрического междоузлия характерно пикообразное угловое распределение, и если для кристаллографических осей $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ минимальное значение выхода наблюдается при нулевом угле падения, а ориентационные зависимости отличаются угловой полушириной на половине высоты и величиной амплитуды в максимуме, то для направления $\langle 100 \rangle$ пик в выходе рассеянных частиц смещен относительно центра. В этом направлении проекция гексаэдрического междоузлия смещена относительно центра канала. Для центрированного междоузлия в направлении $\langle 111 \rangle$ наблюдается пик в ориентационной зависимости при $\Psi = 0$, а для кристаллографических осей $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ наблюдаются пики, смещенные от центра. Причем ориентационные зависимости имеют различные $\Psi_{1/2}$. Расщепленная конфигурация характеризуется расщепленными угловыми распределениями для всех трех кристаллографических осей, различающихся как по $\Psi_{1/2}$, так и по минимальному выходу. По положению смещенного пика на ориентационной кривой можно оценить на каком расстоянии от цепочки или оси канала в поперечной плоскости отстоит примесный атом. Причем положение пика на ориентационной зависимости очень чувствительно к изменению расстояния проекции от оси или цепочки атомов. Это отчетливо прослеживается на угловых распределениях, подобных приведенным на рис. 4.4.

В кристаллах химических соединений интерпретация экспериментальных результатов по определению местоположения примесных атомов имеет особенности, обусловленные тем, что аксиальные и плоскостные каналы в том или ином кристаллографическом направлении образованы либо разными цепочками, состоящими из атомов одного сорта (канал $\langle 110 \rangle$ в кристаллах типа цинковой обманки ZnS, в которую кристаллизуются GaAs, GaP и т. п., образован цепочками, состоящими или из атомов сорта «А», или из атомов сорта «В»), либо цепочками, состоящими из равного числа атомов обоих сортов (канал $\langle 111 \rangle$ в решетке типа ZnS). Для этих случаев разработано несколько методик.

Фелдман с сотр. изучали местоположение атомов Bi, внедренных при температуре 450 °C в решетку фосфида галлия GaP, доза внедрения $3 \cdot 10^{14}$ ион/см². Были измерены угловые ширины для атомов примеси $\Psi_{1/2}^{Bi}$ и для атомов матрицы ($\Psi_{1/2}^{Ga}$) и ($\Psi_{1/2}^P$) при каналировании ионов ⁴He вдоль цепочек Ga и P, расположенных в направлении оси $\langle 110 \rangle$ (см. рис. 4.10, з). С целью сравнения, кривые угловой зависимости выхода рассеянных ионов ⁴He измерялись для смешанных цепочек GaP, распо-

ложенных вдоль оси $\langle 111 \rangle$ (см. рис. 4.10, *u*). Для данного кристаллографического направления в выражения (4.10) или (4.11) для $\Psi_{1/2}$ подставляли Z_2 , равное среднеарифметическому порядковых номеров элементов, образующих смешанную цепочку. Как видно (см. рис. 4.10, *з, u*), угловые ширины для атомов примеси и матрицы различаются незначительно. В то же время величина $\Psi_{1/2}^{\text{Bi}}$ значительно меньше величины $\Psi_{1/2}^{\text{Ga}}$ в направлении $\langle 110 \rangle$ GaP, что позволило авторам сделать вывод о том, что большая часть атомов Bi локализована в узлах решетки, замещающая атомы фосфора. Таким образом, данный метод основан на сравнении угловых ширин ориентационных кривых, измеренных для разных подрешеток данного типа кристалла.

Г.П. Похил с сотр. разработали способ определения местоположения примесных атомов, используя то обстоятельство, что при изменении угла падения первичного пучка ионов относительно выбранного кристаллографического положения, можно смещать максимум потока частиц из центра канала к его периферии, что приведет к увеличению выхода рассеянных частиц от атомов примеси, находящихся в межцепочечном пространстве канала. В этом случае, измеряя угол Ψ , при котором наблюдается увеличение выхода обратно рассеянных на атомах примеси частиц, и используя полуэмпирическую формулу (4.15), находят точное положение атомов примеси.

В работах Н.Г. Чеченина с сотр. для определения местоположения примесных атомов в кристаллах с решеткой типа A^3B^5 предложено использовать асимметрию в выходе обратно рассеянных частиц от атомов примеси и матрицы, что обусловлено эффектом взаимной экранировки попарно расположенных «А» и «В» цепочек в кристаллографическом направлении $\langle 110 \rangle$. Такое расположение приводит к преимущественному рассеянию вблизи поверхности на атомах сорта «А» – при положительных углах падения Ψ и на атомах сорта «В» – при симметричных отрицательных углах ($-\Psi$). Установлено, что асимметрия выхода обратно рассеянных частиц при симметричных углах наклона наблюдается в интервале $\Psi = (0,8 - 2,0) \Psi_1$ (формула 4.10) и на глубинах рассеяния, меньших длины установления статистического равновесия Линдхарда. Также показано, что при определенных условиях эксперимента (энергия частиц анализирующего пучка, угол наклона) в энергетических спектрах наблюдаются затухающие с глубиной осцилляции выхода обратно рассеянных частиц в противофазе на «А» и «В» подрешетках структуры A^3B^5 и в противофазе для симметричных углов наклона на одной компоненте. На основании эффекта взаимной экранировки цепочек $\langle 110 \rangle$ разработан метод определения местоположения замещающей фракции примесных атомов в соединениях A^3B^5 (метод асимметрии). С помощью

данного метода было показано, что атомы In располагаются преимущественно в узлах Ga подрешетки, а атомы Sb – в узлах P или As подрешетки в кристаллах GaPи GaAs.

4.4. Деканализирование ионов в кристаллах. Анализ дефектов

На малых глубинах кристалла, как показывают аналитические расчеты и результаты компьютерного моделирования, поток частиц в каналах $F(r)$, осциллирует с глубиной и амплитуда осцилляций зависит от степени совершенства кристалла. На больших глубинах кристалла в поперечной плоскости канала устанавливается статистически равновесное распределение потока. При этом поток распределен по поперечному сечению канала неравномерно (см. рис. 4.8): плотность потока в средней части канала сильно возрастает вследствие соответствующего ослабления плотности потока вблизи атомных ядер. Под воздействием таких факторов, как рассеяние частиц на атомных электронах, тепловые колебания атомов в узлах решетки и дефекты кристалла, распределение потока частиц в каналах решетки изменяется. Это происходит из-за изменения поперечной энергии. Функция распределения частиц по поперечной энергии $g(E_{\perp}, l)$ зависит от глубины проникновения частиц в кристалл, и вероятность найти частицу с большим значением E_{\perp} увеличивается с ростом глубины. Зависимость минимального выхода для ориентированного пучка от глубины проникновения в кристалл – функция деканализирования – определяется как

$$\chi(l) = \int_{E\Psi^2}^{\infty} g(E_{\perp}, l) dE_{\perp} \quad (4.27)$$

На сегодняшний день разработано множество моделей деканализирования, что свидетельствует о недостаточности наших знаний о данном процессе и необходимости его дальнейшего изучения. Общим итогом значительного количества теоретических работ явилось дальнейшее развитие двух направлений описания эффекта: статистической теории каналирования, построенной на основе микроканонического распределения, и описания эффекта с помощью кинетических уравнений движения. Основным фактором, определяющим эволюцию потока каналированных частиц, является многократное рассеяние на всевозможных рассеивающих центрах.

Различают два вида многократного рассеяния. Первый – многократное рассеяние каналированных частиц на непрерывных цепочках или плоскостях, когда элементарным процессом является рассеяние на отдельной цепочке атомов, а не рассеяние на отдельных атомах, как это

имеет место в аморфной среде. Это направление основано на описании эффекта с помощью кинетического уравнения движения Больцмана. Уравнение Больцмана описывает переход системы к состоянию статистического равновесия, если отсутствуют корреляции между соударениями частицы с отдельными цепочками атомов кристалла. Эффект каналирования в этом способе описания можно представить в виде случайного или двумерного рассеяния частиц на хаотически расположенных непрерывных цепочках или плоскостях. Наличие открытых кристаллографических каналов и воздействие непрерывного потенциала, управляющего движением частиц, учитывается в этом подходе через сечение рассеяния частиц на изолированных цепочках или плоскостях.

Ко второму виду многократного рассеяния каналированных частиц относится рассеяние на электронах, тепловых и нулевых колебаниях атомов кристалла. Многочисленные работы, относящиеся к исследованию этого вида многократного рассеяния каналированных частиц, могут быть разделены на две большие группы. Первая группа работ имеет свое начало в теории каналирования Кагана и Кононца, построенной на основе формализма матрицы плотности. Многократное рассеяние каналированных частиц учитывается в рамках диффузионного приближения основного кинетического уравнения в области больших глубин проникновения. В уравнении диффузии наличие потенциала атомных цепочек или плоскостей, управляющих движением каналированных частиц, учитываются опосредственно через диффузионные коэффициенты.

Основу второй группы работ составляет анализ решений кинетического уравнения движения типа Фоккера–Планка. В этом цикле работ предполагается, что многократное рассеяние каналированных частиц является определяющим в процессе достижения статистического равновесия в области малых глубин проникновения и решение уравнения Фоккера–Планка описывает распределение средних значений координаты и скорости потока каналированных частиц по сечению канала.

Таким образом, основой метод исследования влияния многократного рассеяния на движение каналированных частиц – метод классических кинетических уравнений движения. Однако расчеты функции деканалирования на основе решения кинетического уравнения трудоемки, что обусловило поиск приближенных методов, дающих достаточно хорошие результаты.

Одним из таких способов является раздельное рассмотрение движения частиц с малыми и большими прицельными параметрами. Полагая, что первые движутся в центральной части канала и испытывают рассеяние только на атомных электронах, а вторые движутся в периферийной области и для них основным в деканалировании является рассе-

яние на атомных ядрах, были получены аналитическое выражение для функции деканализации, достаточно хорошо описывающее соответствующие экспериментальные результаты.

Отметим, что все указанные модели описывают деканализацию в бездефектных кристаллах, где основными деканализующими факторами служат рассеяние частиц на тепловых колебаниях атомов и многократное рассеяние частиц на электронах. Деканализация ионов в кристаллах, содержащих различные типы дефектов, изучено гораздо хуже. Характерной особенностью каналирующих ионов является тот факт, что при своем движении они не могут приближаться к атомным рядам или плоскостям на расстояние меньше радиуса экранирования Томаса–Ферми $a_{ТФ}$. Поэтому все процессы взаимодействия, требующие определенных параметров, меньших $a_{ТФ}$, как, например, обратное резерфордское и резонансное рассеяние, ядерные реакции и т. п., невозможны на атомах, расположенных в атомных цепочках.

В совершенном кристалле каналирующая частица рассеивается на очень малый угол при столкновении с электронами. Угол, с которым частица проходит через центр канала, монотонно увеличивается из-за такого многократного рассеяния и таким образом увеличивается количество частиц, подходящих близко к рядам или плоскостям. Такие частицы могут испытать близкие столкновения с атомами решетки, смещенными относительно их положения равновесия в результате тепловых или нулевых колебаний. В таких столкновениях частица может рассеяться на угол, больший критического угла каналирования. Таким образом, многократное рассеяние на электронах и атомах решетки, испытывающих тепловые или нулевые колебания, увеличивает число деканализованных частиц. Еще более усиливают процесс многократного рассеяния атомы, находящиеся в междоузельных положениях в каналах решетки.

В реальных кристаллах существуют одновременно несколько типов дефектов, хотя в конкретной ситуации может преобладать один тип. Поэтому, чтобы выделить, каким типом дефектов обусловлен тот или иной энергетический спектр, необходимо знать, какой вклад в осевой выход дает деканализация ионов на определенном типе дефектов. В общем случае этот вклад будет определяться сечением рассеяния на дефекте – σ_d и для спектров, подобных «В» (рис. 4.13, а), можно записать параметр, характеризующий тип дефектов:

$$f = (1 - \chi_d) / (1 - \chi_v) \cong \exp(-\sigma_d N_d). \quad (4.33)$$

Сечение рассеяния зависит от природы дефектов и может иметь совершенно различную функциональную зависимость от параметров каналируемых частиц, например, от энергии ускоренных ионов. Теоре-

тически было показано, что деканализирование на хаотически смещенных атомах $\sim E^{-1}$, на дефектах упаковки и порах деканализирование почти не зависит от энергии $\sim E^0$ на дислокациях деканализирование $\sim E^{1/2}$ и на междоузельных атомах $\sim E^{-1/2}$. Фактор деканализирования для двойников имеет сложную энергетическую зависимость. Двойники характеризуются ориентационной зависимостью, полуширина $\Psi_{1/2}$ которой уже, чем полуширина для данной кристаллографической оси.

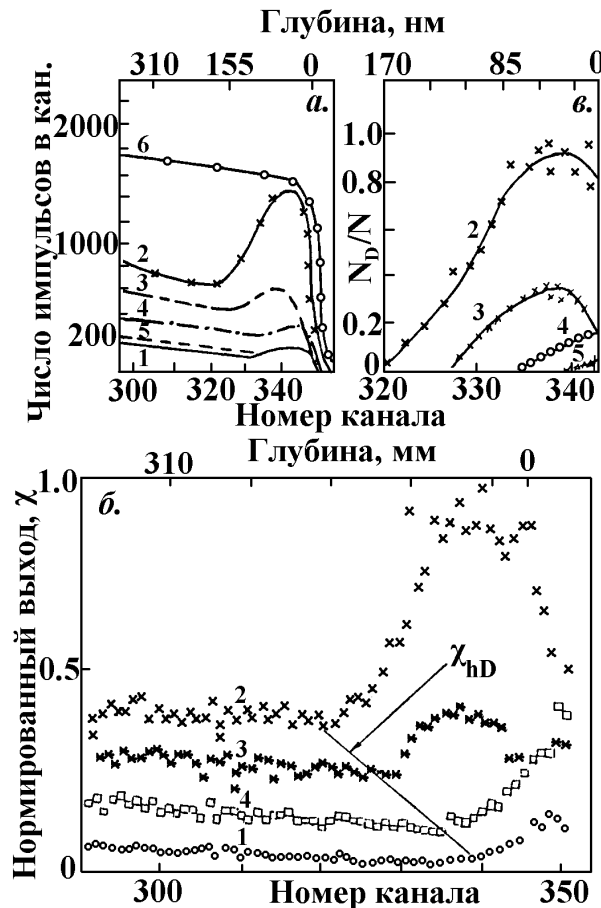


Рис. 4.13. Энергетические спектры (а), нормированные выходы (б) и профили дефектов для образцов $\langle 100 \rangle$ GaAs<Cr> (в):

1 – осевой спектр и выход для не имплантированного (контрольного) образца;
 2–5 – то же для имплантированного ионами серы ($E = 100$ кэВ, доза $1 \cdot 10^{15}$ см $^{-2}$);
 отожжен после имплантации при различной температуре
 (3 – 573К, 4 – 773К, 5 – 873К); 6 – спектр разориентированного кристалла

Итак, если на один и тот же кристалл (содержащий постоянное число дефектов n_d) направлять анализирующие ионы различных энергий и следить за изменением выхода на одних и тех же глубинах кристалла в осевом и неориентированном направлениях, то можно установить тип дефектов, играющих определяющую роль в деканализировании частиц анализирующе-

го пучка. На рис. 4.14 схематично представлены нормированные выходы и сечения деканализирования для различных типов дефектов.

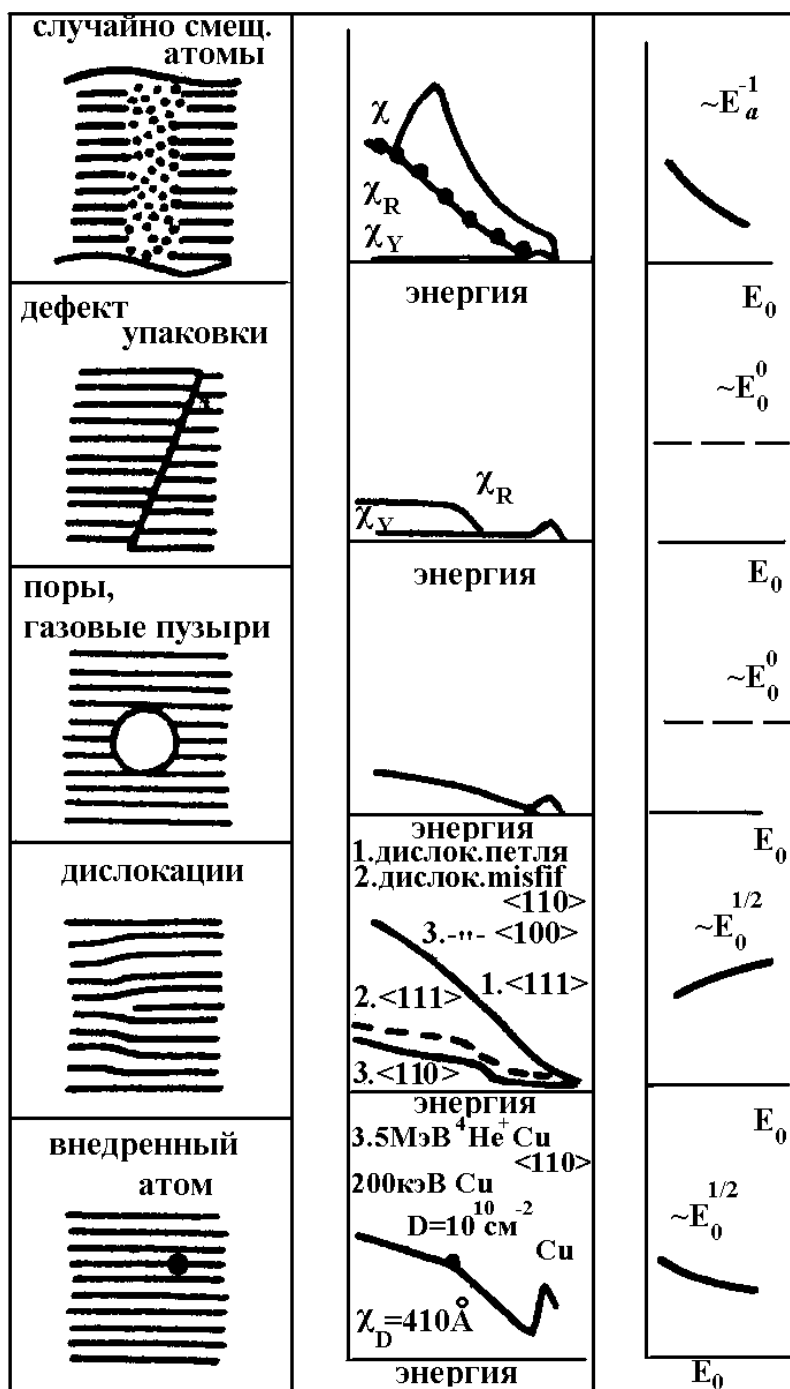


Рис. 4.14. Схематическое представление нормированных выходов и сечения деканализирования для различных типов дефектов

Таким образом, с помощью эффекта каналирования можно определять местоположение примесных атомов и дефектов, строить их распределение по глубине и определять тип дефекта. Измерение профиля

дефектов и их местоположение в решетке зависит от правильности наших знаний о функции деканализации ионов на дефектах в кристаллах, а также о распределении потока каналированных частиц по глубине кристалла и сечению канала. Все это требует дальнейших разработок и получения новых экспериментальных данных. Последнее нельзя выполнить без соответствующей экспериментальной базы.

4.5. Анализ материалов по выходу ХРИ, возбуждаемого каналированными ионами

За последнее десятилетие метод, основанный на анализе спектров ХРИ, возбуждаемого пучками ускоренных ионов, нашел широкое применение в различных областях науки и техники. Наиболее часто он используется для решения задач материаловедения, а также в исследованиях биологических объектов (листья, древесина, кровь, ткани), аэрозольных частиц, жидкостей и суспензий, при решении задач судебной медицины и криминалистики.

Имеются определенные преимущества элементного анализа по выходу ХРИ с использованием эффекта каналирования ионов. Интенсивность сплошного фона в этом случае может быть существенно уменьшена (в основном сильно убывает компонента фона, обусловленная быстрыми электронами). Уменьшение выхода быстрых электронов вызывается подавлением близких столкновений с электронами (особенно внутренними) в режиме каналирования частиц. В ряде случаев интенсивность фона может быть уменьшена на порядок (рис. 4.15). Сильное снижение фона наблюдается для каналированных частиц. Пик, соответствующий атомам Si, обусловлен осаждением на поверхности кристалла паров из масляного насоса, в то время как пики C1, K и Ca определяют поверхностные распределения осажденных примесей в процессе промывки в жидкостях. За счет снижения фона достигается существенное увеличение чувствительности метода (табл. 4.4).

Чувствительность метода относительно атомов C1, K и Ca составляет приблизительно 10^{13} атомов/см². Для кристаллов Ge наблюдается большее увеличение чувствительности в ориентированном случае, чем для GaAs, поскольку первые не имплантированы, т. е. они менее нарушены. На чувствительность метода оказывает влияние также интегральный поток зондирующих ионов (20 мкКл для GaAs и 4 мкКл для Ge). В целом, несмотря на то, что фон может быть уменьшен в 10 раз, чувствительность анализа увеличивается приблизительно только в 3 раза. Этот экспериментальный факт соответствует известному требованию, согласно которому примесь наблюдается, если $N_{\text{п}} \geq 3N_{\text{ф}}^{1/2}$. Это выражение учитывает статистические флуктуации фона.

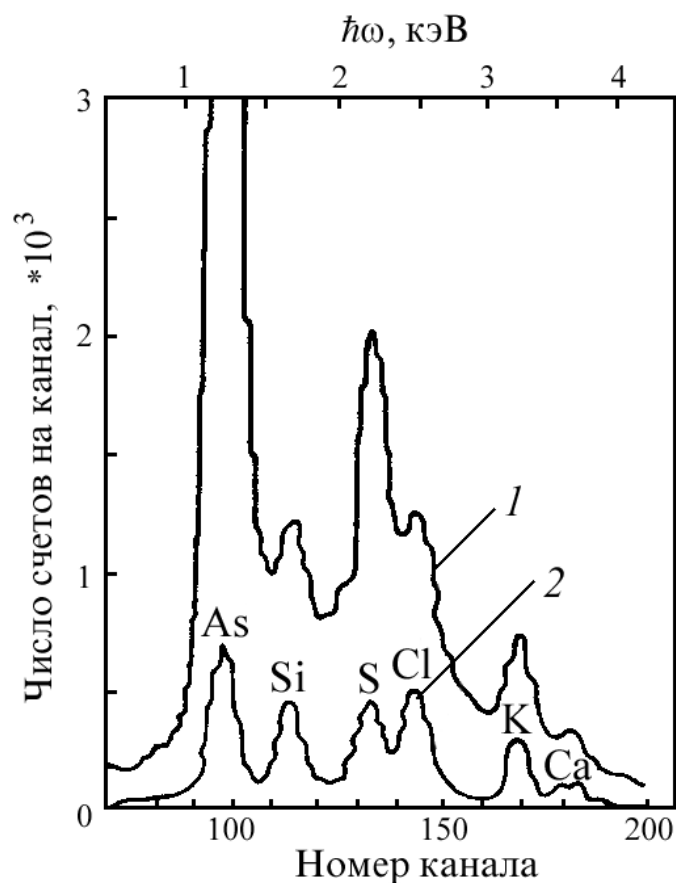


Рис. 4.15. Спектры ХРИ для кристаллов GaAs, предварительно имплантированных ионами $^{34}\text{S}^+$, возбуждаемые ионами гелия с $E = 2 \text{ МэВ}$:
 1 – неориентированный кристалл; 2 – ориентированный вдоль $\langle 110 \rangle$ оси

Таблица 4.4

Минимальные детектируемые концентрации примесей N_i при возбуждении ХРИ в кристаллах GaAs и Ge ионами He^+ с $E = 2 \text{ МэВ}$

Элемент	Ориентация	Минимальная концентрация примесей в кристаллах, 10^{13} атом/см 2	
		GaAs	Ge
Al	R / A		-/500
Si	R / A	48/24	250/100
S	R / A	4/3	
P	R / A		100/30
Cl	R / A	1,5/0,9	-/2
K	R / A	1/0,5	3/1
Ca	R / A	1/0,6	-/1

Примечание. R – неориентированный кристалл; A – $\langle 110 \rangle$ ориентация; «-» примесь не детектируется; $N_i = N_{\text{п}} / 3 N_{\text{ф}}^{1/2}$, где $N_{\text{п}}$ – число счетов в пике, $N_{\text{ф}}$ – фон, измеренный для точек, соответствующих полуширине спектральных линий.

Следует отметить, что при выполнении анализа примесей в приповерхностной области реальные концентрации измеряются только при неориентированном облучении кристаллов частицами. Если же для подавления фона, генерируемого быстрыми вторичными электронами, используется режим каналирования, то результаты должны быть скорректированы на эффект каналирования относительно неориентированного случая. При каналировании частиц выход ХРИ уменьшается для примесей, находящихся в замещающем состоянии, и усиливается, если атомы примеси располагаются в междоузельных положениях (из-за флукс-пикинг эффекта для потока положительных частиц в каналах).

Метод ХРИ, возбуждаемого каналированными ионами, весьма эффективен для определения местоположения как тяжелых (анализируя более внешние, чем К-оболочки), так и легких примесных атомов ($Z_2 > 5$) в элементарной ячейке кристалла, поскольку выход ХРИ возрастает с уменьшением атомного номера (сечение ионизации внутренней оболочки растет быстрее, чем уменьшается флуоресцентный выход). Метод обратного рассеяния ионов в последнем случае трудно использовать. Только в случае очень тонких кристаллов, когда спектры ОР для легких примесных атомов и более тяжелых атомов матрицы разделяются, эффективны оба метода. Для тяжелых примесей в более легкой мишени удобнее использовать L- и M-линии излучения. При хорошем энергетическом разрешении детектора ХРИ можно исследовать атомы соседних элементов.

Поглощение излучения в мишени ограничивает глубину зондирования слоя. Следует заметить также, что если для примесных атомов, расположенных в узлах решетки, ХРИ выходит с небольших глубин, то роль деканалирования незначительна и кривые угловых зависимостей выхода для примесных атомов и атомов матрицы совпадают. Для атомов примеси, расположенных в решетке на расстояниях от атомных цепочек и плоскостей, превышающих $a_{T-Ф}$, значение χ_{min} оказывается больше, а значение $\psi_{1/2}$ меньше, чем для атомов матрицы.

В целом полная интенсивность выхода ХРИ, генерируемого каналированными ионами в толстых кристаллах, может быть записана в виде

$$I(\psi) = \sum_{i=1}^3 I_i(\psi), \quad (4.34)$$

где ψ – угол ориентации кристалла по отношению к пучку; $I_1 = \rho_{min}^2(\psi)I_0 / \rho_0^2$ – выход ХРИ для частиц, не попавших в режим каналирования непосредственно при входе в кристалл (I_0 – выход при неориентированном облучении кристалла); I_2, I_3 – выходы ХРИ от примеси, возбуждаемого даканалированными частицами и каналированными ионами соответственно.

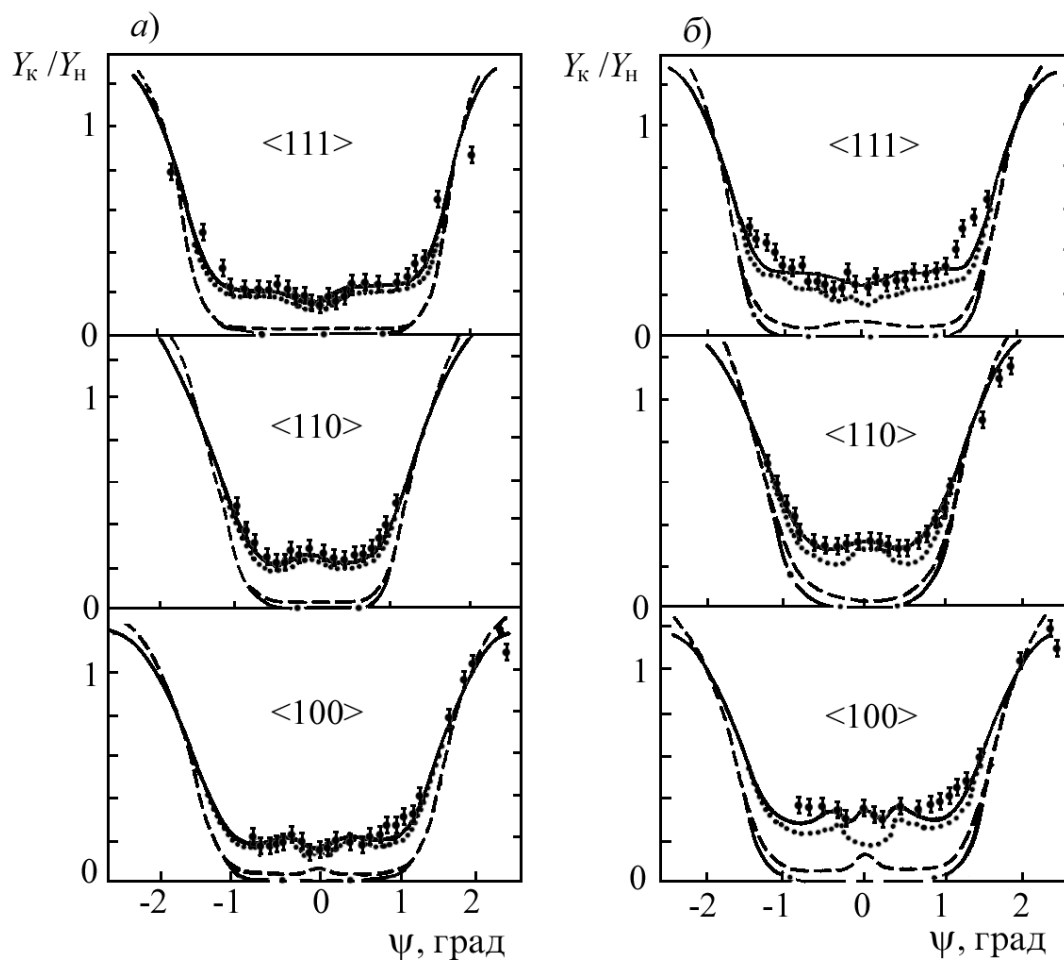


Рис. 4.16. Угловая зависимость выхода $CoK\alpha$ ХРИ при облучении кристаллов Мо протонами с $E = 600$ кэВ при $T_{обл} = 50$ К, $\Phi = 3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (а) и $\Phi = 8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (б)

Выход ХРИ, возбуждаемого каналированными протонами с $E = 600$ кэВ, использован для изучения местоположения атомов кобальта в решетке кристаллов молибдена, введенных имплантацией ионов Co^+ с $E = 250$ кэВ после отжига при $T = 1400$ К. Экспериментальный выход ХРИ для направлений $\langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ сравнивался с теоретическим выходом, полученным методом моделирования Монте-Карло (рис. 4.16). Как показал анализ этих зависимостей, около 95 % атомов кобальта в исходных кристаллах находится в замещающем состоянии. При протонном облучении часть этих атомов переходит в междуузельные положения. Причем реализуются такие ситуации, когда основная часть атомов смещается на 0,105 нм вдоль $\langle 110 \rangle$ направления. При более высоких дозах облучения часть атомов кобальта смещается на 0,14 нм в $\langle 100 \rangle$ направлении.

Сочетание метода ХРИ при каналировании частиц с теоретическим расчетом, учитывающим эффект перераспределения потока по глубине

кристалла, позволяет эффективно определять местоположения примесных атомов после различных обработок кристаллов. Отрицательные частицы, такие как π^- -мезоны, могут быть полезными при анализе локализации примесных атомов, находящихся вблизи атомных цепочек или плоскостей. В этом случае траектории каналированных частиц располагаются вблизи цепочек или плоскости кристалла.

Метод успешно использовался для определения ориентационной зависимости функции деканалирования легких ионов по глубине кристалла. В эксперименте требовались особые условия, при которых резко проявлялось самопоглощение ХРИ и одновременно подавлялось возбуждение ХРИ каналированными частицами.

Теоретические результаты приведены для сравнения с экспериментом с учетом предположений: в предположении, что все атомы кобальта находятся в замещающем положении ($- \cdot - \cdot -$); 18 % (*a*) и 25 % (*b*) атомов кобальта находятся в $\langle 110 \rangle$ расщепленной конфигурации ($\bullet\bullet\bullet$); 1,7 % (*a*) и 5 % (*b*) атомов кобальта находятся в октаэдрическом положении ($- - -$); обе последние конфигурации имеют место (---).

ГЛАВА 5. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА РЕЗОР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕСТОПОЛОЖЕНИЯ АТОМОВ КИСЛОРОДА, ВНЕДРЕННЫХ В РЕШЕТКУ КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ

Введение

В этой главе метод резонансного обратного рассеяния высокоэнергетичных альфа-частиц в сочетании с эффектом каналирования будет рассмотрен для определения местоположения атомов кислорода, внедренных в решетку кремния и германия. Будет продемонстрировано: как сочетание эксперимента с расчетами перераспределения потока частиц, каналирующих в осевых каналах, позволяет дать точное местоположение примесных атомов в кристаллической решетке. Кислород относится к элементам VI группы. Местоположение ряда элементов VI группы изучалось довольно интенсивно: S в Ge, Se и Te в Si, Te в GaAs. Для всех этих примесей характерным является то, что большая их доля локализуется в узлах кристаллической решетки. Для S в Ge, однако был получен результат, указывающий, что атомы примеси смещены из узлов на 0,03 нм.

В то же время интерес к кислороду необычайно высок, что обусловлено рядом обстоятельств. Во-первых, практически невозможно исключить проникновение кислорода в материалы из-за его высокого содержания в атмосфере. Во-вторых, кислород можно использовать для создания полуизолирующих слоев SiO₂ на поверхности и изолирующих в глубине кристалла путем внедрения ионов кислорода до дозы 10¹⁸ см⁻² и выше, используя низкие энергии для первого случая и высокие энергии для второго случая. Полученные внедрением полуизолирующие слои обладают свойствами, характерными для термически нанесенных пленок, а для их создания не требуется применение высоких температур. Это очень важно в случае, когда требуемый профиль распределения примеси нужно получить в результате самого ионного внедрения, а высокотемпературные операции должны быть исключены, чтобы избежать диффузионного расширения профиля. Необходимо сказать, что внедрение ионов кислорода при больших дозах может изменить свойства оксида, что, в частности, может быть вызвано смещением атомов. В-третьих, кислород в ряде случаев существенно усиливает эффективность отжига пар атом примеси – вакансия, образуя при этом новый вид дефекта. Формирование этого нового вида дефекта зависит от концентрации кислорода и от его положения в решетке.

Во всех рассмотренных случаях доза ионного внедрения очень высока, что соответствует либо образованию аморфного слоя, либо границе между сохранением структуры кристаллов и образованием такого слоя. Поэтому актуальным является вопрос о местоположении атомов кислорода в таких структурах.

Наконец, представляет большой интерес получение данных о местоположении кислорода в решетке монокристаллов с точки зрения построения общей картины поведения элементов VI группы в полупроводниках.

Несмотря на такие прекрасные перспективы, открывающиеся перед исследователями при использовании ионного внедрения кислорода, работ по определению его местоположения очень и очень мало, что обусловлено следующими причинами: 1) отсутствием надежных источников ионов кислорода как низких, так и высоких энергий (использование циклотронов для внедрения высокоэнергетичных ионов кислорода возможно только для лабораторных исследований, но никак не в производстве); 2) отсутствием простых и надежных методов анализа (хотя бы таких как метод РОР). Надо сказать, что использование высокоэнергетичных ионов гелия (метод РезОР) или метода РОРез нельзя отнести к простым методам анализа, так как они требуют электростатических генераторов на энергию 5 МэВ и выше или циклотронов (на энергию до 22 МэВ).

Не очень просто использовать и ядерные реакции $^{18}\text{O}(p,\alpha)^{15}\text{N}$ и $^{16}\text{O}(d,p)^{17}\text{O}$ из-за их низкого сечения. Дифференциальное сечение реакции $^{18}\text{O}(p,\alpha)^{15}\text{N}$ в области резонансов составляет 60 мбарн/стер ($E_p = 625$ кэВ) и 40 мбарн/стер ($E_p = 750$ кэВ). Сечение реакции $^{16}\text{O}(d,p)^{17}\text{O}$ при энергии дейтронов $E_d = 900$ кэВ (резонанс) составляет величину $\cong 10$ мбарн/стер, что более чем в 15 раз и в 100 раз меньше сечения упругого рассеяния ионов гелия 21,4 МэВ на атомах кислорода ($\cong 1000$ мбарн/стер). Нам неизвестны работы, где бы эти реакции использовались для определения местоположения кислорода в решетке полупроводников. Однако справедливости ради надо сказать, что была предпринята попытка определения местоположения кислорода в Si с помощью 3,05 МэВ резонанса ионов гелия. Ниже мы еще вернемся к этой работе, где обсудим ее результаты в сравнении с данными, полученными методом РезОР.

5.1. Аналитические характеристики и методические особенности использования метода РезОР/К высоко энергетичных ионов ^4He при определении местоположения атомов кислорода в решетке кремния и германия

Для определения местоположения примесных атомов ^{12}C , ^{14}N и ^{16}O в решетке полупроводниковых монокристаллов был использован эффект каналирования в сочетании с упругим рассеянием альфа-частиц на

ядрах атомов данных элементов при энергии 18...25 МэВ. В этой области энергий в функциях возбуждения упругого рассеяния ионов ^4He на ядрах атомов углерода, азота и кислорода на углы, близкие к 180° , наблюдаются ярко выраженные резонансы (см. рис. 2.18). Например, на ядрах ^{12}C ($E_\alpha = 17,5 - 19,1$ МэВ) и ^{16}O ($E_\alpha = 20,8 - 22,0$ МэВ) сечения упругого рассеяния альфа-частиц на угол 175° составляют 0,5 мбарн/стер и 0,8 мбарн/стер и превышают сечения упругого рассеяния на средних и примесных ядрах в $10^2 \dots 10^4$ раз (см. рис. 2.17). Это различие в сечениях обратного упругого рассеяния ионов ^4He и является основой метода резонансного обратного рассеяния (метод РезОР).

Проведенные теоретические, а затем экспериментальные исследования основных характеристик метода РезОР/К показали, что при анализе на кислород германиевых и кремниевых образцов в случае использования альфа-частиц с энергией 21,4 МэВ предел обнаружения находится на уровне 10^{15} и 10^{16} ядер/см², соответственно для Ge и Si (рис. 5.1), разрешение по глубине 200 нм и 400 нм, максимальная анализируемая глубина $l = 30$ и 40 мкм. При таких глубинах анализа неупругие процессы рассеяния ионов ^4He с $E_0 = 21,4$ МэВ на атомных ядрах Ge и Si не вносят существенного вклада в область энергетического спектра, определяемого упругим рассеянием на ядрах кислорода.

Определение ^{12}C , ^{14}N и ^{16}O представляется затруднительным, так как в соответствующей им области энергий фон от упругого рассеяния на кремнии настолько велик, что выделение ионов, соответствующих упруго рассеянными ионам ^4He на ядрах данных элементов является проблематичным (рис. 2.20, а); положение значительно улучшается для германиевой матрицы (рис. 2.20, б) и в тонких монокристаллах германия ($l < 30$ мкм) можно определять местоположение атомов ^{12}C и ^{14}N .

Экспериментально исследовано влияние кислорода окисной пленки на результаты измерений. В начале исследовалось влияние окисной пленки, образованной в процессе изготовления и хранения образцов. Для этой цели $\langle 100 \rangle$ монокристалл Si ($l = 15$ мкм) до и после легирования ионами кислорода до дозы 10^{16} см⁻² ($E_{\text{и}} = \text{кэВ}$) помещали в камеру рассеяния установки «ТОКАМА-1» и измеряли рэндомные энергетические спектры, рассеянных на угол $\Theta = 175^\circ$ ионов гелия с $E_0 = 21,4$ МэВ. На рис. 5.1, а показан участок энергетического спектра в окрестности упруго рассеянных ионов гелия на ядрах атомов кислорода для исходного (пунктир) и имплантированного (сплошная линия) образцов. При этом энергетический спектр для исходного кристалла измерялся за время в 20 раз больше, чем для имплантированного, остальные условия эксперимента были идентичны.

Заметим, что для удобства сравнения на рис. 5.1, а энергетические спектры приведены к одному и тому же показанию относительного мо-

нитора. Из рис. 5.1, *а* следует, что в процессе длительного облучения альфа-частицами нелегированного образца кремния, в энергетическом спектре рассеянных частиц не наблюдается пик, соответствующий рассеянию альфа-частиц на кислороде, а на имплантированном образце этот пик отчетливо виден даже при достаточно малом времени анализа. Более того, как показали экспериментальные исследования, пик от атомов кислорода, имплантированных до дозы 10^{15} см^{-2} (рис. 5.1, *б*) также наблюдается в энергетическом спектре за время анализа меньше, чем был измерен спектр (пунктир) на рис. 5.1, *а*. Это позволило сделать вывод, что концентрация кислорода в окисной пленке, образованной в процессе подготовки образцов, находится на уровне предела обнаружения метода РезОР/К. Следовательно, можно утверждать, что кислород окисной пленки не будет оказывать существенного влияния на экспериментальные результаты даже при длительном облучении ионами гелия.

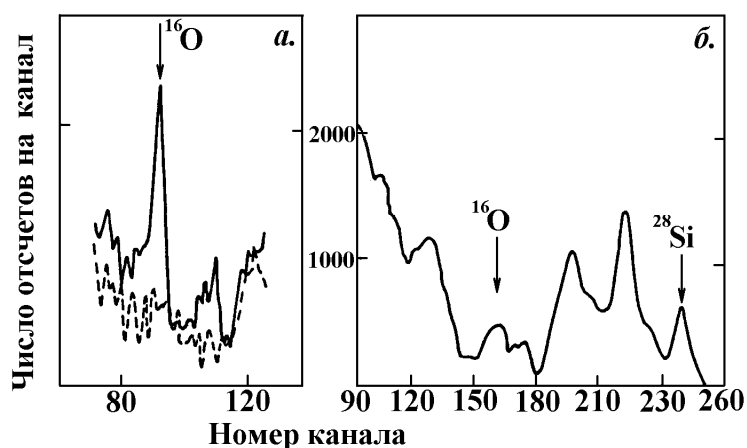


Рис. 5.1. Рэндомные энергетические спектры ионов ^4He с $E_0 = 21,4 \text{ МэВ}$ рассеянных на угол $\Theta = 175^\circ$ монокристаллом Si до (пунктир) и после имплантации (сплошная линия) ионами ^{16}O ($E_u = 150 \text{ кэВ}$, $T_u = 623 \text{ К}$) дозой: а) 10^{16} ионов $\cdot \text{см}^{-2}$, б) 10^{17} ионов $\cdot \text{см}^{-2}$

С целью оценки влияния пленки, образованной в камере рассеяния под действием пучка альфа-частиц и остаточного газа, рассмотрим результаты экспериментального исследования германиевого образца. В данном эксперименте в образец германия внедряли ионы кислорода до дозы $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и измеряли рэндомные энергетические спектры ионов гелия ($E_0 = 21,4 \text{ МэВ}$), рассеянных на атомах кислорода ($\Theta = 175^\circ$). Измерения проводили в течение суток (время, которое обычно необходимо на получение ориентационной зависимости для одной кристаллографической оси или плоскости). Энергетические спектры снимали через каждые четыре часа, время измерения одного спектра со-

ставляло 30 мин. На рис. 5.2 представлены полученные результаты. Здесь по оси абсцисс отложено время облучения, а по оси ординат – нормированный выход, где за единицу принята площадь пика, полученного после первых 30 мин облучения монокристалла Ge альфа-частицами с энергией 21,4 МэВ.

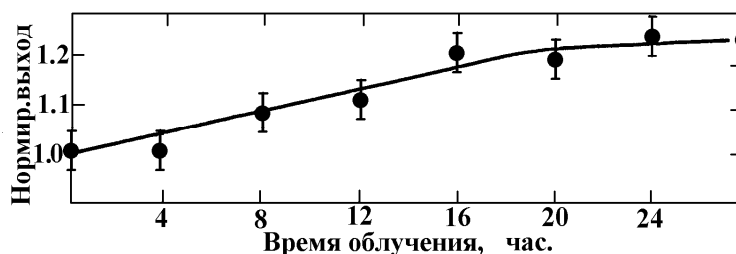


Рис. 5.2. Зависимость изменения концентрации кислорода на поверхности образца от времени облучения ионами ${}^4\text{He}$ с $E_0 = 21,4$ МэВ. За единицу принята концентрация $1 \cdot 10^{16}$ ион·см $^{-2}$

Из рис. 5.2 следует, что в процессе длительного облучения альфа-частицами имплантированного атомами кислорода образца происходит увеличение концентрации кислорода на 10...20 %. Для уменьшения влияния этого процесса на результаты исследований необходимо начинать измерения ориентационных зависимостей (ОЗВ) рассеянных частиц в минимуме, то есть при точном совмещении кристаллографической оси с направлением падения пучка, предварительно измерив энергетические спектры в минимуме, на полувысоте, на «бруствере» и на расстоянии $5 \Psi_{1/2}$ (чтобы корректировать ОЗВ альфа-частиц, рассеянных на атомах кислорода). Применение такой процедуры позволяет снизить ошибку, обусловленную увеличением концентрации кислорода при длительном облучении ионами гелия до 10%, а в ряде случаев и ниже.

Для уменьшения времени воздействия ионов гелия на образцы, их ориентацию проводили не путем использования процедуры («КВАДРАТ»), а путем снятия альфаграмм на «просвет», то есть путем получения отпечатка пучка после прохождения монокристалла на фотопленку. (Эти методы изложены ниже в главе 7). Обычно достаточно получить 3–4 альфаграммы, что занимает 15–20 минут ускорительного времени, чтобы сориентировать предварительно кристалл. Окончательное совмещение осуществляли путем сканирования с мелким шагом в окрестности кристаллографической оси. На рис. 5.3 приведена ориентационная зависимость (кривая 1), полученная для неимплантированного кремния толщиной 10 мкм при рассеянии на угол 175° ионов гелия с энергией 21,4 МэВ. Сканирование проводилось относительно кристал-

лографического направления $\langle 111 \rangle$. Полученная зависимость свидетельствует, что разработанная методика и используемая экспериментальная установка позволяют проводить измерения ОЗВ для малых угловых ширин наблюдаемых зависимостей.

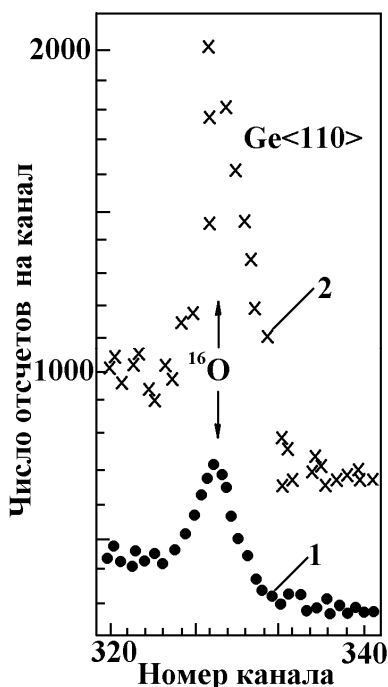


Рис. 5.3. Ориентационная зависимость выхода ионов ^4He с $E_0 = 21,4$ МэВ, рассеянных на угол $\Theta = 175^\circ \langle 111 \rangle$ монокристаллом Si:
 1 – до имплантации; 2 – после имплантации ионами ^{16}O с $E_u = 150$ кэВ дозой $1 \cdot 10^{17}$ ион·см $^{-2}$ при $T_u = 623\text{K}$;
 3 – после имплантации и отжига малой дозой γ -квантов

Другой методической особенностью, позволяющей сократить время непродуктивного воздействия ионов гелия на образец, является использование калибровочного образца для определения энергии анализирующего пучка и определение области в энергетическом спектре, где должен наблюдаться пик обратно рассеянных ионов ^4He с $E_0 = 21,4$ МэВ. Для этой цели в непосредственной близости от образца во время эксперимента целесообразно вводить мишень, состоящую из Nb с тонкой окисной пленкой Nb_2O_5 . Области, соответствующие альфа-частицам, рассеянным на ядрах атомов Nb и ^{16}O , хорошо разделяются. После предварительной калибровки спектрометрического тракта с помощью стандартного источника ОСАИ ^{226}Ra , определяется область, где должен наблюдаться пик альфа-частиц ($E_0 = 7,7$ МэВ), рассеянных на ядрах кислорода на угол $\Theta = 175^\circ$ при энергии падающих частиц $E_0 = 21,4$ МэВ. Затем в пучок вводится калибровочная мишень Nb_2O_5

и измеряется энергетический спектр обратно рассеянных от нее частиц. Если пик от атомов кислорода попадает в область, определенную заранее при калибровке, то энергия анализируемого пучка ионов гелия равна 21,4 МэВ. Отметим также, что в процессе измерения ОЗВ после набора каждой экспериментальной точки необходимо проводить измерения энергетических спектров калибровочной мишени (это следует делать во время, когда двигатели гониометра обрабатывают заданный угол наклона образца), что обеспечивает контроль за энергией пучка и уменьшает время облучения образца ионами гелия (т. к. калибровочная мишень перекрывала образец).

Для оценки влияния радиационных нарушений кристаллической решетки, образованных при внедрении ионов ^{16}O до высоких концентраций, и при длительном облучении исследуемых образцов анализирующим пучком альфа-частиц проведены специальные экспериментальные исследования. Степень разупорядоченности структуры оценивалась по значению минимального выхода $\chi_{\text{мин}}$ обратно рассеянных ионов ^4He при каналировании вдоль главных кристаллографических направлений, приведенного в табл. 5.1.

Таблица 5.1

Минимальный выход $\chi_{\text{мин}}$, измеренный при рассеянии ионов ^4He ($E_0 = 21,4$ МэВ) на ядрах атомов кислорода, кремния и германия на угол $\Theta = 175^\circ$

Доза внедрения ионов кислорода, ионов/см ²	Кристаллографическое направление	Минимальный выход – $\chi_{\text{мин}}$		
		^{16}O	^{73}Ge	^{28}Si
$1 \cdot 10^{16}$	<110>	$0,30 \pm 0,03$	$0,25 \pm 0,03$	–
	<100>	$0,35 \pm 0,03$	$0,22 \pm 0,03$	–
	<111>	$0,35 \pm 0,03$	$0,22 \pm 0,03$	–
$1 \cdot 10^{17}$	<110>	$0,85 \pm 0,1$	$0,80 \pm 0,05$	–
	<100>	$0,90 \pm 0,1$	$0,85 \pm 0,05$	–
	<111>	$0,85 \pm 0,1$	$0,82 \pm 0,05$	–
	<110>	$0,90 \pm 0,05$	–	$0,31 \pm 0,03$
	<100>	$0,53 \pm 0,06$	–	$0,55 \pm 0,05$
	<111>	$0,58 \pm 0,05$	–	$0,43 \pm 0,03$
Исходный	<111>	–	–	$0,22 \pm 0,03$

На рис. 5.3 представлены ОЗВ для <111> Si ($\ell = 15$ мкм) до (кривая 1) и после (кривая 2) имплантации ионами кислорода ($E = 150$ кэВ, $D = 1 \cdot 10^{17}$ см⁻²) и после отжига малой дозой γ -квантов (кривая 3). Из рисунка

видно, что минимальный выход альфа-частиц, рассеянных на легированном образце, значительно выше, чем на исходном. Однако аморфизации не произошло (этому способствовал тот факт, что внедрение ионов кислорода проводили при достаточно высокой температуре, когда протекает процесс динамического отжига). Отжиг малыми дозами γ -квантов приводит к почти полному восстановлению структуры нарушенной области.

Из данных, приведенных в табл. 5.1, следует, что кристаллографическое направление $\langle 100 \rangle$ наиболее чувствительно к радиационным нарушениям. Для этой оси получена самая большая величина $\chi_{\text{мин}}$. При дозе внедрения ионов кислорода 10^{16} см^{-2} не наблюдается существенного ухудшения структуры монокристаллов Si и Ge; увеличение дозы легирования до 10^{17} ионов/ см^2 приводит к сильным нарушениям кристаллической решетки Ge, для Si степень нарушений значительно меньше. Поэтому для определения позиций, занимаемых атомами кислорода в решетке Si и Ge, были выбраны дозы внедрения ионов ^{16}O – 10^{17} ионов/ см^2 и 10^{16} ионов/ см^2 , соответственно.

5.2. Экспериментально измеренные ориентационные зависимости выхода ионов гелия, рассеянных на атомах кислорода, внедренных в решетку германия и кремния

Таблица 5.2

Характеристические углы осевого каналирования ионов ^4He для главных кристаллографических направлений монокристаллов Si и Ge, рассчитанные согласно (4.11)

Матрица	Кремний		Германий		Энергия анализирующих ионов ^4He
	Характеристический угол каналирования				
Кристаллографическое направление	мрад	Град	мрад	Град	МэВ
$\langle 100 \rangle$	5.25	0,30	7,80	0,45	21,4
$\langle 110 \rangle$	4.42	0,25	6,56	0,38	
$\langle 111 \rangle$	3.46	0,20	5,15	0,30	

В измерениях использовались монокристаллы Si n-типа и Ge p-типа. Из слитков вырезались мишени требуемой ориентации, которые путем механической шлифовки с последующим химическим полированием доводились до толщины 5...15 мкм (Si) и 20...30 мкм (Ge). В геометрии, исключая влияние каналирования на имплантацию, ионы кислорода внедрялись с энергией 150 кэВ до дозы 10^{16} (Ge) и 10^{17} (Si) при температуре подложки (593...623) °К, плотность тока ионов $j < 1,8 \text{ мкА/см}^2$. Образцы не подвергались дополнительному термиче-

скому или γ -отжигу перед измерением ориентационных кривых. Пробег ионов кислорода в Si при энергии 150 кэВ составляет $R_p = 364$ нм с $\Delta R_p = 100$ нм, и в германии $R_p = 223$ нм с $\Delta R_p = 104$ нм. В табл. 5.2 представлены значения характеристического угла Ψ_1 , рассчитанного согласно выражению (4.11) для ионов гелия с $E_0 = 21,4$ МэВ, каналирующих вдоль главных кристаллографических направлений монокристаллов Ge и Si (постоянная решетки Si – $a = 0,5431$ нм, Ge – $a = 0,5657$ нм).

5.2.1. Ориентационные зависимости выхода ионов гелия, рассеянных на атомах кислорода, внедренных в решетку германия

На рис. 5.4 показаны энергетические спектры упруго рассеянных альфа-частиц ($E_0 = 21,4$ МэВ) на ядрах атомов кислорода на угол $\Theta = 175^\circ$, измеренные в осевом и хаотическом режиме движения относительно $\langle 110 \rangle$ направления монокристалла Ge. Можно видеть, что в обоих случаях упруго рассеянные частицы на ядрах атомов кислорода надежно выделяются на фоне упруго и неупруго рассеянных ионов гелия на ядрах атомов германия. В связи с тем, что сечение рассеяния альфа-частиц с энергией 21,4 МэВ на ядрах германия имеет низкую величину (см. рис. 2.17) и, следовательно, выход упруго рассеянных частиц на ядрах германия с поверхности образца будет мал. В связи с этим, для получения ориентационных зависимостей от атомов матрицы был установлен дополнительный детектор под углом $\Theta = 30^\circ$ к направлению падения пучка. Полученные таким образом кривые обеспечивали контроль ориентации кристалла.

На рис. 5.5 представлены ориентационные зависимости выхода альфа-частиц, рассеянных на ядрах атомов кислорода в германии, полученные после обработки энергетических спектров, подобных приведенным на рис. 5.4. Видно, что для трех главных кристаллографических направлений монокристалла германия ОЗВ характеризуются минимумами, глубина которых в пределах экспериментальной ошибки одинакова (см. табл. 5.1). Полуширины ОЗВ близки к полуширинам, рассчитанным по (4.11) и приведенным в табл. 5.2. Это говорит о том, что часть атомов кислорода занимает узлы кристаллической решетки германия. Для оценки этой доли использовали соотношение (4.31), подставляя в него значения χ_{\min} для Ge, приведенные в табл. 5.2.

Было получено, что 80...90 % атомов кислорода занимают узлы, замещая атомы Ge. Данный результат хорошо согласуется с результатами работ, где определялось местоположение атомов Te и Se в решетке монокристалла Si (доля атомов, находящихся в положении замещения, составляла 60%).

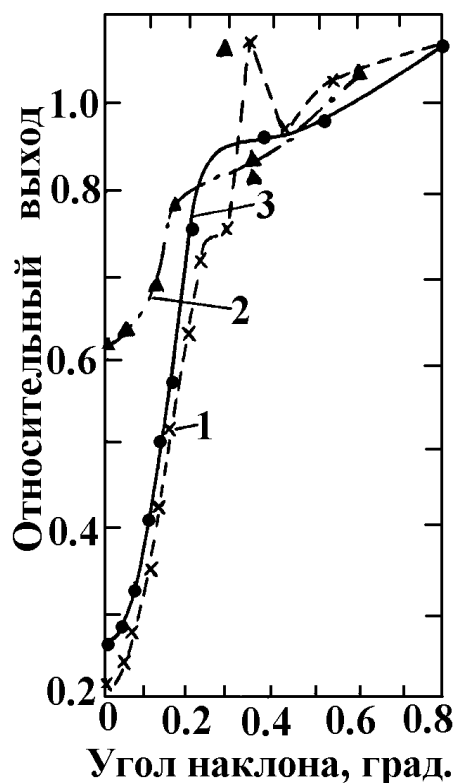


Рис. 5.4. Энергетические спектры ионов ^4He , рассеянных на угол $\Theta = 175^\circ$ на Ge, имплантированном ионами ^{16}O : при ориентированном (\bullet) и неориентированном (\circ) падении пучка относительно оси $\langle 110 \rangle$ ($E_\alpha = 21,4$ МэВ, $E_u = 150$ кэВ, доза ионов $1 \cdot 10^{16}$ ион $\cdot \text{см}^{-2}$, $T_u = 623\text{K}$)

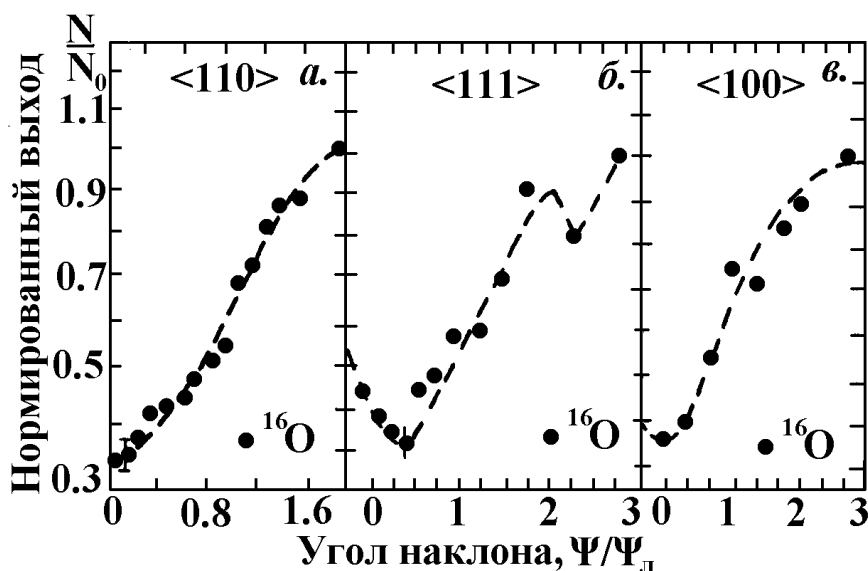


Рис. 5.5. Зависимость выхода ионов ^4He , рассеянных на ядрах атомов кислорода на угол 175° , от угла наклона кристалла относительно главных кристаллографических осей Ge: а) $\langle 110 \rangle$, б) $\langle 111 \rangle$, в) $\langle 100 \rangle$. $E_\alpha = 21,4$ МэВ, $E_u = 150$ кэВ, доза $1 \cdot 10^{16}$ см^{-2}

5.2.2. Ориентационные зависимости выхода ионов гелия, рассеянных на атомах кислорода, внедренных в решетку кремния

Результаты углового сканирования относительно $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ осей монокристалла Si представлены на рис. 5.6, из которых следует несколько выводов. Во-первых, ОЗВ характеризуются минимумами для всех главных кристаллографических направлений. Во-вторых, полуширины минимумов для атомов кислорода в направлении $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ совпадают с соответствующими полуширинами ОЗВ для атомов кремния. В-третьих, минимум для ^{16}O в направлении $\langle 100 \rangle$ имеет полуширину $\Psi_{1/2}$, равную приблизительно $\Psi_{1/2}/3$ минимума для Si. В-четвертых, в направлении $\langle 110 \rangle$ в выходе альфа-частиц, рассеянных на атомах кислорода, получен пик при $\Psi = 0$; в-пятых, величина $\chi_{\text{мин}}$ совпадает (см. табл. 6) для кислорода в пределах ошибки эксперимента для всех трех осей (для оси $\langle 110 \rangle$ величина минимального выхода оценивалась по глубине минимума, на котором расположен пик).

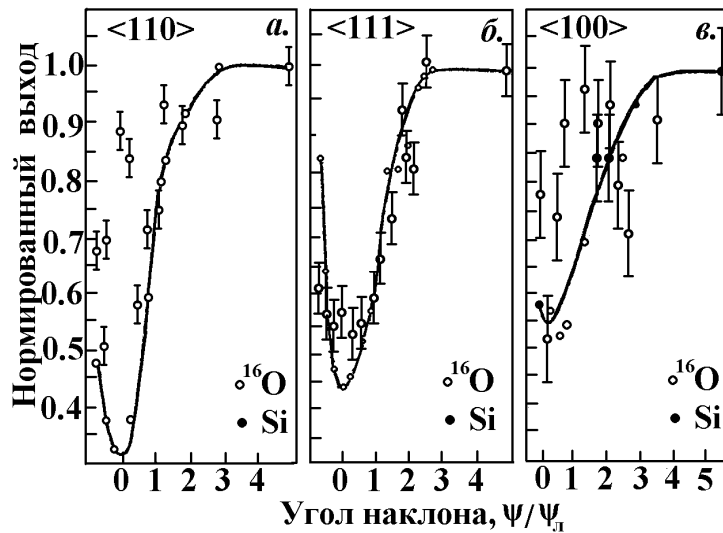


Рис. 5.6. Зависимость выхода ионов ^4He , рассеянных на угол 175° от угла наклона кристалла относительно главных кристаллографических осей монокристалла Si: а) $\langle 110 \rangle$, б) $\langle 111 \rangle$, в) $\langle 100 \rangle$, (o) – выход на кислороде, (●) – выход на кремнии, $E_\alpha = 21$, МэВ, $E_u = 150$ кэВ, доза $1 \cdot 10^{17}$ ион·см $^{-2}$, $T_u = 623\text{K}$

На основе полученных данных можно провести качественную интерпретацию экспериментальных результатов. Из результатов измерения для $\langle 110 \rangle$ Si следует, что в данном направлении часть атомов ^{16}O находится либо в положении замещения, либо распределена вдоль цепочки (характерный минимум с полушириной, равной полуширине ми-

нимума для атомов Si). Другая часть атомов примеси занимает позиции в центральной части (пик в центре) аксиального канала $\langle 110 \rangle$, находясь или в тетраэдрическом в гексаэдрическом междоузлии, а могут быть просто смещены от цепочки в центр канала и попасть в область пиккинга потока ионов гелия.

Такое смещение может произойти, если атомы кислорода образуют с атомами кремния, смещенными из узлов, комплексы гантелеобразной конфигурации. Из результатов для кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ следует, что имеется часть атомов, находящихся в положении замещения (полуширины для атомов ^{16}O и Si совпадают для каждой оси соответственно). Наконец, из результата для оси $\langle 100 \rangle$ следует, что имеется доля атомов кислорода, которая смещена от $\langle 100 \rangle$ цепочки атомов на расстояние ≈ 0.03 нм [5], о чем свидетельствует малая полуширина минимума. Для оценки расстояния смещения использовано соотношение (4.15), но вместо $\langle u_1 \rangle$ подставляем $u_1 = (u_1^2 + \delta^2)^{1/2}$. Таким образом, качественный анализ дает три компоненты для размещения атомов кислорода в решетке кремния: междоузельную, замещающую и смещенную.

Здесь уместно вернуться к работе, где, как говорилось выше, сделана попытка определить местоположение ^{16}O в решетке Si. Авторы получили ОЗВ ионов гелия ($E_0 = 3,05$ МэВ) только для $\langle 100 \rangle$ направления Si (рис. 5.7). Отметим, что отжиг в течение 5 часов не привел к заметному изменению ОЗВ для кислорода и кремния. Представленные на рис. 5.7 угловые зависимости очень похожи на угловую зависимость, представленную на рис. 5.6: такой же узкий минимум, также наблюдается пик в периферийной области для атомов ^{16}O . Отличие только в глубине минимума для атомов кислорода и кремния.

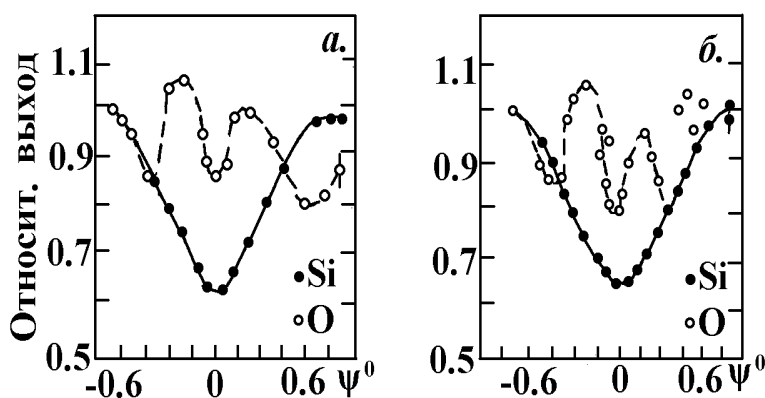


Рис. 5.7. Зависимость выхода ионов ^4He рассеянных Si от угла наклона относительно оси $\langle 100 \rangle$, имплантированного кислородом до дозы $1,7 \cdot 10^{17}$ ион/см 2 .
а) время после имплантационного отжига – 2 часа, б) время отжига – 5 часов

Такое поведение ОЗВ для $\langle 100 \rangle$ направления дает право предполагать, что имеется доля смещенных из цепочки атомов. Исходя из экспериментального результата была сделана оценка величины смещения δ и она оказалась равной 0,16 нм при использовании высокоэнергетичного резонанса. В тоже время для рассматриваемых результатов смещение $\delta = 0,12$ нм. На близости результатов для смещения δ было предположено, что основная часть атомов находится в этих смещенных положениях. Из схожести результатов для направления $\langle 100 \rangle$ уместно предположить, что и в других направлениях результаты могли бы совпадать, но, к сожалению, таковые результаты отсутствуют. Поэтому должны еще раз подчеркнуть, чтобы получить точные сведения о местоположении примесных атомов, когда измеренные ОЗВ имеют сложную структуру, нельзя ограничиваться измерением ОЗВ для какой-либо одной кристаллографической оси, а надо проводить анализ для всех главных кристаллографических направлений. Более того, в таких случаях надо привлекать расчеты ОЗВ от атомов примеси с учетом перераспределения потока каналированных частиц.

5.3. Моделирование процесса многократного рассеяния заряженных частиц в решетке монокристалла (метод Монте-Карло)

Характеристики потока могут быть получены путем моделирования процесса многократного рассеяния частиц в монокристалле на ЭВМ (метод Монте-Карло) или вычислены аналитически с использованием непрерывного потенциала Линдхарда. Оба метода в настоящее время применяются для интерпретации экспериментальных результатов. Каждый из них имеет свои преимущества, недостатки и области применимости. В том и другом методе трудно учесть все эффекты, связанные со свойствами реального кристалла (тепловые колебания атомов решетки, рассеяние на электронах, дефекты структуры, загрязнение поверхности и т. д.) и условиями эксперимента (расходимось пучка частиц, стабильность его энергии во времени и многие другие). Тем не менее, метод Монте-Карло имеет ряд преимуществ. Во-первых, в рамках этого метода можно построить модель, достаточно близкую к реальному кристаллу; во-вторых, в методе Монте-Карло осуществляется прямое моделирование эксперимента путем рассмотрения большого количества траекторий частиц, представляющих собой совокупность последовательных бинарных столкновений с атомами решетки, что позволяет включать в модель реальные экспериментальные условия. В то же время в этом проявляется один из основных недостатков метода. Включение в рассмотрение большого количества эффектов делает модель громоздкой и требует

больших затрат компьютерного времени. Вот почему этот метод наиболее успешно используется для получения характеристик потока на малых глубинах кристалла.

Основное преимущество аналитического подхода – простота и наглядность. Если использовать в качестве потенциала взаимодействия между налетающей частицей и цепочкой атомов потенциал Линдхарда, то, как было показано в 4 главе, можно получить ряд простых соотношений для потока частиц, которые позволяют провести лишь качественную оценку положения примеси, так как точность метода в определении величины потока недостаточно высокая. Если же использовать для расчетов потенциал вида (4.7) или ввести в рассмотрение какие-либо реальные условия эксперимента или свойства кристалла, то точность повышается, однако решение усложняется. Существенным недостатком аналитического метода является и то, что на сегодня нет единого подхода в описании поведения потока в центральной части канала и на его периферии. Поток в непосредственной близости от атомных цепочек рассчитывают, привлекая модели, развитые для расчета формы тени, а для расчета потока в центральной части канала применяют многоцепочное приближение, основанное на доступной области, которая для каналирующих частиц зависит от их поперечной энергии.

Следует заметить, что аналитические методы используются для расчета характеристик потока на глубинах, где наступило статистически равновесное распределение. Для тяжелых положительно заряженных частиц с $E_0 \cong 1$ МэВ можно пользоваться представлением о равновесии в поперечной плоскости, начиная с глубины 100 нм. В то же время примесные атомы внедряются в кристалл на глубину меньше, чем 0,1 мкм. В связи с тем, что примесь в кристалле при внедрении распределена в слое соответствующей толщины, из-за конечного разрешения регистрирующей аппаратуры и в силу симметрии кристалла в эксперименте измеряют средний выход рассеянных частиц, то есть практически не удается обнаружить влияние осцилляций потока на выход рассеяния в имплантированных образцах. В этом случае для расчета ориентационных кривых можно пользоваться значениями потока, усредненными по некоторой глубине кристалла. В ряде исследований было показано, что ориентационные кривые для атомов примеси, полученные как с помощью усредненного потока ионов ^{14}N на глубине $\Delta l = 50 - 100$ нм, рассчитанного методом Монте – Карло, так и с помощью потока, рассчитанного в аналитическом приближении, хорошо совпадают друг с другом и с экспериментальными ОЗВ. Для ионов азота с $E_0 = 3,5$ МэВ глубина 50...100 нм в железе является переходной между режимами неустановившегося каналирования и статистически равновесным распре-

делением. Следовательно, в переходной области можно использовать аналитические методы.

При использовании как метода Монте-Карло, так и аналитических приближений приходится отказаться от обобщения сведений о распределении плотности частиц в канале кристалла, так как результаты расчетов применимы к конкретным кристаллическим структурам и учитывают реальные экспериментальные параметры. Для получения данных о распределении потока каналирующих частиц с $E_0 = 21,4$ МэВ в решетке кремния было использовано моделирование методом Монте-Карло и аналитический метод на основе многоцепочного приближения. Моделирование методом Монте-Карло позволило проследить за эволюцией потока альфа-частиц и установить глубину, где использование аналитических методов становится правомерным. Кроме того, данным методом были рассчитаны параметры потока в периферийной области осевых каналов. С помощью аналитического приближения получено распределение плотности потока в поперечной плоскости осевого канала в зависимости от угла наклона кристалла. На основе этих данных были рассчитаны ОЗВ рассеянных частиц от атомов кислорода, внедренных в решетку кремния.

5.3.1. Основные положения модели

Основываясь на классическом описании движения заряженной частицы в кристалл была разработана компьютерная программа, моделирующая процесс взаимодействия частиц с атомами решетки монокристалла, в основу которой положены следующие положения:

1. Кристалл разбивается на сферические ячейки с центрами в узлах кристаллической решетки, радиус которых для выбранного кристаллографического направления определяется геометрией канала. Радиус сферы ограничивает размеры области взаимодействия частицы с данными атомами. Тогда движение частицы можно рассматривать как совокупность последовательных столкновений с атомами тех ячеек, в которые она попадает. Расчет движения заряженной частицы в решетке монокристалла сводится, таким образом, к нахождению ее траектории в системе плотноупакованных ячеек.

2. Для построения траектории использовалось асимптотическое приближение, привлекая понятие «параметр соударения» (прицельный параметр соударения) и угол рассеяния. При этом траектория и центр рассеяния лежат в одной плоскости, асимптоты траектории частицы, падающей и рассеянной, лежат на одинаковом расстоянии от центра рассеяния.

3. Потенциал взаимодействия заряженных частиц с атомами кристалла выбирался в виде потенциала Томаса-Ферми в аппроксимации Мольера (выражение 4.7) и использовалась модель бинарных соударений.

4. Угол рассеяния Θ рассчитывался как функция параметра соударения в импульсном приближении в виде

$$\Theta = (2Z_1Z_2e^2/E a_{ТФ})\sum\alpha_i\beta_iK_1(-\beta_ib/a_{ТФ}), \quad (5.1)$$

где K_1 – модифицированная функция Бесселя первого порядка, остальные величины определены раньше (выражения (4.5) – (4.7)). На рис. 5.7 показана схема рассеяния заряженной частицы (заштрихованный кружочек) атомами монокристалла в процессе однократного соударения. Когда угол Θ становится больше, чем $5\Psi_{1/2}$ формула (4.17), альфа-частицы из дальнейшего рассмотрения исключаются.

5. Тепловые колебания атомов решетки учитывались, исходя из модели Дебая. Пространственная функция распределения атомов относительно равновесного состояния была представлена в виде распределения Гаусса – величина дисперсии определяла среднеквадратичное тепловое смещение, а значение математического ожидания – конкретное положение узла кристаллической решетки, то есть распределение по тепловым смещениям имеет вид

$$P(s) = \exp(-s^2/u_2^2), \quad (5.2)$$

где u_1 рассчитывается согласно (4.14). При моделировании учитывалось только смещение в плоскости, перпендикулярной рассматриваемой кристаллографической оси.

6. Энергетические потери для альфа-частиц с энергией $E_0 = 21,4$ МэВ при движении в кристалле не учитывались, что обусловлено малой толщиной рассматриваемого слоя 0,5...1,5 мкм.

7. Программа предусматривает проведение расчетов на простой кубической, объемноцентрированной (ОЦК), гранецентрированной (ГЦК) и алмазоподобной решетке для аксиального каналирования и эмиссии частиц (эффект блокировки) из атома кристалла при энергии от сотен килоэлектронвольт до десятков мегаэлектронвольт.

5.3.2. Описание программы расчета

Программа делится на три основных модуля:

1. Модуль задания начальных значений и параметров, а также формирование рабочих массивов.
2. Модуль вычисления траекторий частиц в кристалле.
3. Модуль вывода результатов.

Первый модуль содержит вычисление параметров кристалла и частиц, а также присваивает эти параметры рабочим переменным программы. Формируются рабочие константы и переводные коэффициенты. Создаются массивы углов рассеяния и прицельных углов.

Второй модуль, учитывая данные первого, начинает строить траектории частиц в канале. Траектория каждой частицы начинается со случайной точки на входной грани кристалла и просматривается до заданной толщины. Проекция входной грани кристалла с алмазоподобной решеткой на плоскости, перпендикулярные кристаллографическим осям $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$, показаны на рис. 4.1. Для розыгрыша параметров асимптоты траектории падающей на кристалл частицы на входной грани кристалла выбирали площадку (заштрихованные области на рис. 4.1) и рис. 5.8, б. В качестве единицы длины используется постоянная решетки. На первой плоскости по площади всего канала с равномерной плотностью распределения случайным образом разыгрывались координаты попадания частиц. Схема векторов, используемая в этом случае для канала $\langle 100 \rangle$ Si, показана на рис. 5.8, в. В зависимости от зоны попадания выбирается центр первого столкновения и из него проводим вектор \mathbf{a} в точку падения P .

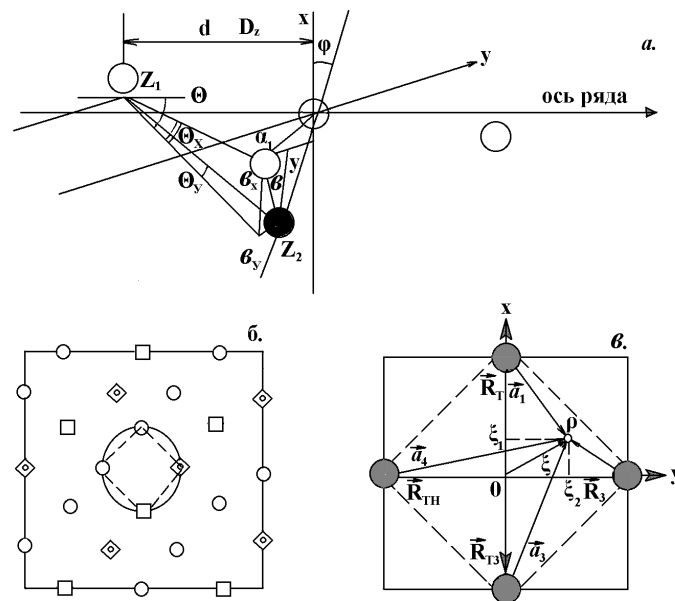


Рис. 5.8. а) Схема рассеяния ионов ${}^4\text{He}$ на атомах монокристалла Si в процессе однократного рассеяния;
 б) Проекция входной грани в направлении $\langle 100 \rangle$ Si;
 в) Схема векторов, используемых при розыгрыше координат падения частицы на кристалл

Единичный вектор направления пролетающей частицы $\mathbf{m}_{\text{вх}} = \{m_x, m_y, m_z\}$ для случая, когда кристалл повернут вокруг соответствующей оси на угол φ по отношению к направлению падения частицы, определяется следующим образом:

$$\text{ось } \langle 100 \rangle \quad m_x = 0; \quad m_y = \sin\varphi; \quad m_z = \cos\varphi;$$

$$\text{ось } \langle 110 \rangle \quad m_x = \sin \varphi; \quad m_y = m_z = (1/2)\cos \varphi; \quad (5.3)$$

$$\text{ось } \langle 111 \rangle \quad m_x = (1/\sqrt{3})\cos \varphi; \quad m_y = m_z = (1/\sqrt{3})(\cos \varphi - \sin \varphi).$$

Тогда уравнение асимптоты траектории частицы, рассеивающейся в центральном поле, в векторной форме можно записать в виде

$$[\mathbf{a}\mathbf{m}_{\text{вх}}] = N, \quad (5.4)$$

где N – вектор нормальной плоскости рассеяния, в которой лежит центр рассеяния и траектории однократного соударения. Модуль N есть прицельный параметр соударения, то есть $|N| = b$. В выражении (5.4) $a = \xi - R_i$, где R_i есть вектор, проведенный из начала координат в центр рассеяния (рис. 5.8б), $\xi = \{ \xi_1, \xi_2 \}$, где ξ_1 и ξ_2 – две случайные независимые величины, равномерно распределенные в интервале $(0, d)$. Направление единичного вектора частицы после рассеяния

$$\mathbf{m}_{\text{вых}} = \mathbf{m}_{\text{вх}} \cos \{ \Theta(b) \} + [\mathbf{m}_{\text{вх}}N] \sin \{ \Theta(b) \} / b \quad (5.5)$$

Значение угла рассеяния вычислялись с помощью выражения (5.1) с точностью 0.001% и в целях экономии компьютерного времени были сведены в таблицу для ряда значений прицельных параметров. В программе для данной величины прицельного параметра они вычислялись линейной интерполяцией табличных значений. Зная угол рассеяния и его проекции

$$\Theta_x = (2Z_1Z_2e^2b_x / |\mathbf{b}| E a_{\text{TФ}}) \sum \alpha_i \beta_i K_1(-\beta_i |\mathbf{b}| / a_{\text{TФ}}), \quad (5.6)$$

$$\Theta_y = (2Z_1Z_2e^2 b_y / |\mathbf{b}| E a_{\text{TФ}}) \sum \alpha_i \beta_i K_1(-\beta_i |\mathbf{b}| / a_{\text{TФ}}),$$

а также направление асимптоты $\mathbf{m}_{\text{вых}}$, находим точку пересечения асимптоты со следующей плоскостью рассеяния (рис. 5.8) – $b_x' = \xi_1' + D_Z \text{tg} \Theta_x$, $b_y' = \xi_2' + D_Z \text{tg} \Theta_y$, где ξ_1' и ξ_2' – новые значения случайной величины, а D_Z – расстояние между плоскостями рассеяния. Тогда прицельный параметр следующего столкновения $b' = |N'|$, где $N' = [a' \mathbf{m}_{\text{вх}}]$. Если перенести начало координат в центр новой плоскости рассеяния, то $\mathbf{m}_{\text{вх}} = \mathbf{m}_{\text{вых}}$ и $\mathbf{m}' = \mathbf{a} - \mathbf{R}_T$, где \mathbf{R}_T – вектор трансляции. Перепишем уравнение $[a' \mathbf{m}_{\text{вх}}] = N - \mathbf{R}_T \mathbf{m}'_{\text{вых}}$. Тогда параметр нового соударения определим как

$$b' = |N - [\mathbf{R}_T \mathbf{m}'_{\text{вых}}]| \quad (5.7)$$

Новым центром рассеяния будет тот центр, для которого прицельный параметр минимален.

Все вышеперечисленное было проведено без учета тепловых колебаний атомов. Введем в рассмотрение температуру кристалла и опреде-

лим среднеквадратичное отклонение из положения равновесия с помощью выражения (4.14). Разыграем координаты вектора смещения \mathbf{S}_T данного атома из узла:

$$\begin{aligned} \mathbf{S}_{Tx} &= \gamma \sqrt{\langle u_1^2 \rangle} \sin(1 - 2\alpha_1) \cos(2\pi\alpha_2), \\ \mathbf{S}_{Ty} &= \gamma \sqrt{\langle u_1^2 \rangle} \sin(1 - 2\alpha_1) \sin(2\pi\alpha_2), \\ \mathbf{S}_{Tz} &= \gamma \sqrt{\langle u_1^2 \rangle} \cos(1 - 2\alpha_1), \end{aligned} \quad (5.8)$$

где α_1 и α_2 – две случайные независимые величины, равномерно распределенные в интервале (0, 1), а γ – случайная величина, распределенная по нормальному закону с математическим ожиданием, равным нулю, и среднеквадратичным отклонением, равным единице. Истинный прицельный параметр определяем из (5.7), где вместо R_T подставим $(R_T - S_T)$. Далее вычисляем угол рассеяния по (5.1), проекции угла по (5.6) и определяем направление движения частиц после рассеяния по (5.5). Затем снова определяем положение следующего центра и так далее.

Таким образом, процесс построения траектории движения частицы в кристалле сводится к последовательному нахождению векторов \mathbf{m} и \mathbf{N} , которые определяют уравнение асимптоты в пространстве. Причем разыгрываются параметры только первого соударения (на входной грани кристалла), а далее их находят из рекуррентных соотношений (5.5) и (5.7). Если в рассмотрение включаются тепловые колебания, то для каждого атома разыгрывают координаты вектора смещения. Зная траекторию движения частицы в кристалле, можно найти угловое распределение частиц за кристаллом, распределение прицельных параметров отдельных атомных столкновений, число близких столкновений с ядром атома, число гиперканализованных частиц и т. д. На рис. 5.9 приведена блок-схема расчета, из которой видна последовательность операций при данном компьютерном эксперименте.

Необходимо отметить, что кристалл по толщине разбивался на слои, число плоскостей рассеяния в которых было постоянным и независимым от кристаллографической оси. Так толщина слоя в направлении $\langle 100 \rangle$ была равна 6.7855 нм, в $\langle 110 \rangle$ – 9.6111 нм, в $\langle 111 \rangle$ – 15.675 нм и в каждом слое было 50 плоскостей рассеяния. После прохождения частицами первого слоя выводится информация об их угловом и радиальном распределении, строится спектр параметров соударения частиц, испытавших столкновения в этом объеме кристалла и т. д. Затем поток частиц, характеризуемый угловыми и радиальными распределениями, зарегистрированными на выходе из предыдущего слоя, направлялся на входную грань следующего слоя. Как видно, выводимые после каждого слоя данные несут информа-

цию о пространственном и угловом распределении частиц с глубиной проникновения их в кристалл.

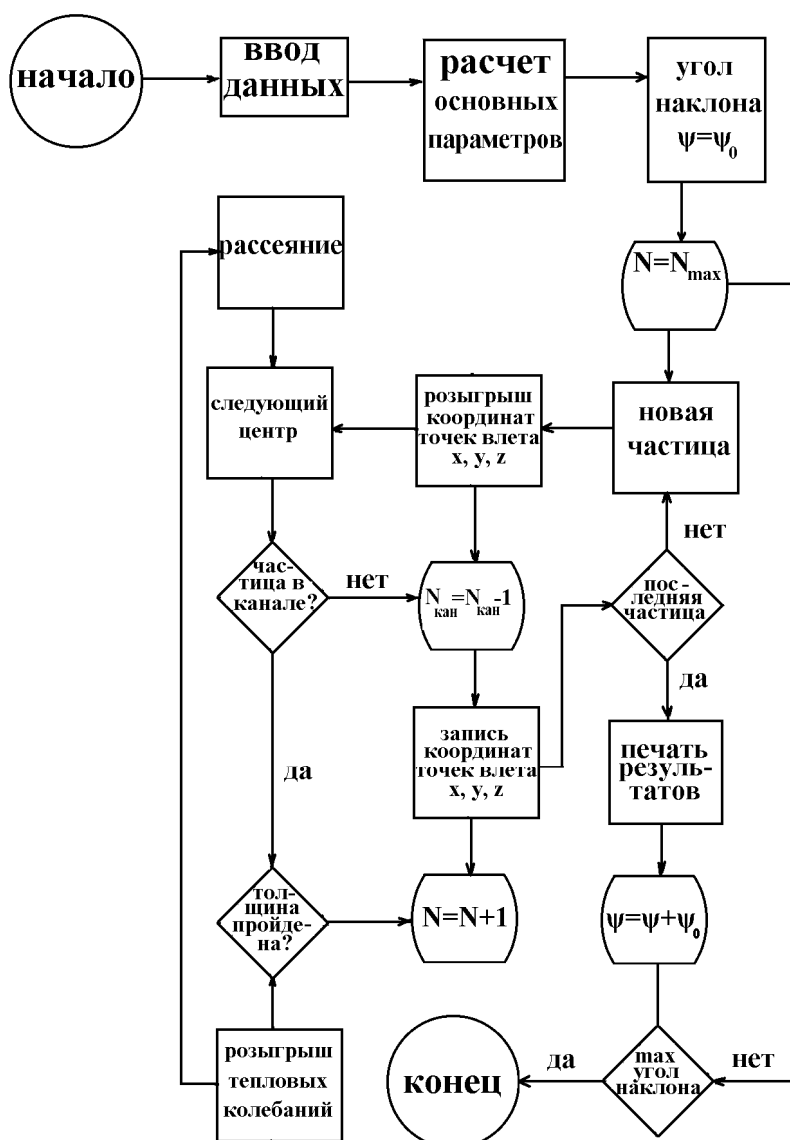


Рис. 5.9. Блок-схема компьютерной программы

5.3.3. Эволюция потока альфа-частиц в решетке кпемния

Методом компьютерного моделирования траекторий заряженных частиц в решетке кремния было исследовано изменение плотности потока альфа-частиц внутри осевых каналов, изменение их углового распределения и числа гиперканализированных частиц. Расчеты проводились для следующих условий: 1) начальная энергия альфа-частиц $E_0 = 21,4$ МэВ; 2) температура Дебая монокристалла кремния $T_D = 658$ К; 3) температура решетки равна 293К; 4) число падающих частиц $N = 500$; 5) число плоскостей рассеяния от 300 до 5000.

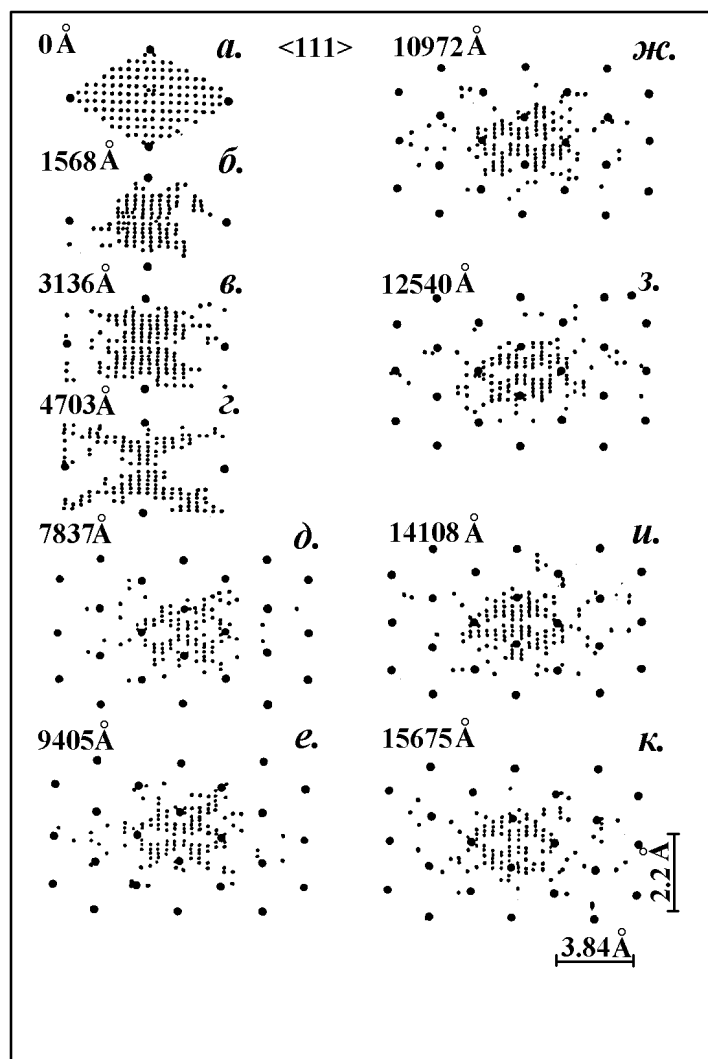


Рис. 5.10. Пространственное распределение ионов ${}^4\text{He}$ ($E_0 = 21,4 \text{ МэВ}$) в поперечной плоскости $\langle 111 \rangle$ канала Si в зависимости от глубины проникновения в кристалл

В главе 4 на рис. 4.7 и 4.8 представлена часть из полученных результатов. Здесь остановимся еще на двух результатах. Во-первых, из данных, представленных на рис. 4.7 следует, что доля гиперканализированных альфа – частиц (то есть доля частиц, движущихся в одном канале с момента входа в кристалл и до выхода из него) мало изменяется при движении вдоль $\langle 110 \rangle$ оси кремния. В то же время для других кристаллографических направлений наблюдается интенсивный переход из одного канала в другой. Эти переходы осуществляются в направлении плоскостных каналов. Для наглядности на рис. 5.10 представлено пространственное распределение частиц в плоскости, перпендикулярной кристаллографической оси $\langle 111 \rangle$. Координаты частицы выбирались случайно, равномерно распределенными по площади поперечного сече-

ния канала $\langle 111 \rangle$ (рис. 5.10) и прослеживалась эволюция потока частиц на глубине $0 \div 1567,5$ нм. На рис. 5.10, *a-z* представлена входная грань кристалла Si в направлении $\langle 111 \rangle$ с полным числом каналов, которые рассматривались в данном компьютерном эксперименте. Видно, что частицы покидают первоначальный канал в направлении плоскостных каналов (рис. 5.10, *z*), с увеличением глубины проникновения увеличивается как число частиц, движущихся в соседних каналах, так и число каналов, в которых их можно встретить (рис. 5.10, *д-з*). Затем наблюдается процесс возврата частиц в свой исходный канал (рис. 5.10, *и-к*). Анализ полученных результатов показывает, что приблизительно 50% всех частиц не достигает глубины, соответствующей второму максимуму в распределении частиц (5.11), двигаясь в одном канале. Следует также заметить, что в период интенсивных межканальных переходов часть частиц выбывает из режима каналированного движения – деканализирует. Все это требует изучения поведения потока частиц по глубине кристалла с учетом межканальных переходов.

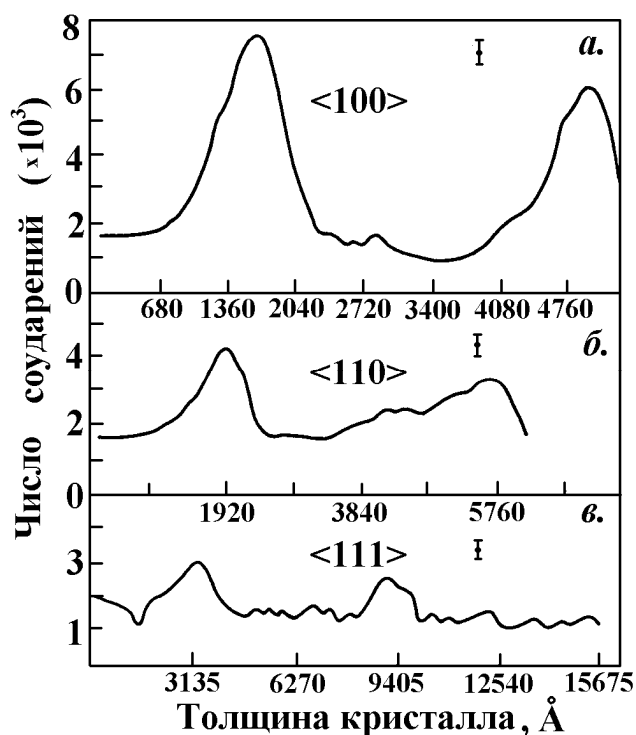


Рис. 5.11. Рассчитанная зависимость изменения плотности потока ионов ${}^4\text{He}$ ($E_0 = 21,4$ МэВ) в центре аксиальных каналов Si от глубины проникновения частиц в кристалл:
a) $\langle 100 \rangle$, *б)* $\langle 110 \rangle$, *в)* $\langle 111 \rangle$

На рис. 5.11 представлена зависимость изменения плотности потока альфа – частиц в центральной области аксиальных каналов $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$

и $\langle 111 \rangle$ Si от глубины проникновения частиц в кристалл. При построении приведенных зависимостей проведено суммирование по всем каналам, включенным в рассмотрение для выбранного кристаллографического направления. Обращают на себя внимание следующие факты. Во-первых, используя приближение непрерывности, можно показать, что частицы, падающие на кристалл вблизи атомных цепочек, концентрируются в центре канала на глубине $l = \lambda/4 + n\lambda/2$ (λ – длина волны осцилляции, $n = 0, 1, 2, 3, \dots$) и возвращаются на эквипотенциали, соответствующие точкам их падения, на глубине $l = (n + 1)\lambda/2$. Результаты, приведенные на рис. 5.11 (а также на рис. 5.10), подтверждают вышесказанное. Действительно, для центральной области аксиальных каналов $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ первый максимум плотности потока имеет место на глубине $l = \lambda/4 = 160$ нм, 180...190 нм, 310...320 нм соответственно, а второй максимум наблюдается на глубине, приблизительно равной 480 нм ($\langle 100 \rangle$), 540...560 нм ($\langle 110 \rangle$) и 930...950 нм ($\langle 111 \rangle$), что соответствует приведенным соотношениям. Во-вторых, величина отношения амплитуды второго максимума к амплитуде первого остается постоянной и равной 0.8 для всех трех рассмотренных кристаллографических осей. Если учесть, что при построении кривых, приведенных на рис. 5.11, не учитывались частицы, выбывшие из режима каналированного движения, то можно утверждать, что приблизительно 20% альфа-частиц деканализуют на глубине между двумя осцилляциями потока. В-третьих, из результатов, приведенных на рис. 4.8 и рис. 5.11 следует, что плотность частиц в центре канала изменяется слабо и стремится к постоянной величине на глубине $l = 200 \dots 600$ нм. Это обстоятельство позволяет использовать для расчета ориентационных зависимостей выхода рассеянных частиц атомов примеси, внедренных на такую глубину, усредненное значение потока. Следовательно, для получения данных об изменении плотности потока частиц в поперечной плоскости аксиальных каналов в зависимости от угла падения частиц, можно использовать аналитическую модель.

Наконец, представляет интерес сравнение результатов настоящих расчетов с результатами, полученными для ионов гелия с начальной энергией $E_0 = \{2,0; 2,1; 2,8\}$ МэВ в решетке Si методом Монте-Карло. Проведенные расчеты показали, что первый максимум плотности потока ${}^4\text{He}^+$ с энергией $E_0 = 2,1$ МэВ в аксиальных каналах $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ находится на глубине $l_M = \lambda/4 = 32,6$ нм и 52,8 нм соответственно. В наших расчетах для альфа-частиц с $E_0 = 21,4$ МэВ первый максимум плотности потока находится на глубине $l_K = \lambda/4 = 160$ нм ($\langle 100 \rangle$) и 180...190 нм ($\langle 110 \rangle$). Результаты, полученные для $\langle 110 \rangle$ оси, подчиняются известному соотношению

$$\lambda_k = \lambda_M \sqrt{E_k/E_M}. \quad (5.9)$$

Для $\langle 100 \rangle$ канала такого хорошего согласия с (5.9) не наблюдается.

Причина расхождения результатов кроется, возможно, в выборе расстояния между плоскостями рассеяния. Если для кристаллографического направления $\langle 110 \rangle$ расстояние между плоскостями $D_z = a\sqrt{2}/2$ (a – постоянная решетки), то для $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ направлений нет единого подхода в выборе значений D_z .

Таким образом, с помощью программы, моделирующей процесс многократного рассеяния частиц в решетке монокристалла, были получены данные о пространственном распределении альфа-частиц с энергией $E_0 = 21,4$ МэВ в решетке кремния по глубине и по поперечному сечению аксиальных каналов $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$.

5.4. Расчет пространственного и углового распределения альфа-частиц в аксиальных каналах кремния в зависимости от угла падения (многоцепочное приближение)

В аналитической модели, основанной на приближении непрерывных потенциалов, лежат два предположения: 1) о сохранении поперечной энергии частиц и 2) о доступной области для частиц с данной поперечной энергией, внутри которой частицы распределены равномерно по всей площади. Выше было показано (4.8), что поперечная энергия частицы, в общем случае, определяется потенциалом в точке ее входа в канал, углом падения относительно кристаллографической оси и кинетической энергией частицы. Потенциал $U(r)$ в поперечной плоскости аксиального канала на расстоянии r от его центра определяется суммой потенциалов всех цепочек, образующих данный канал (4.9). Потенциал Томаса-Ферми в аппроксимации Мольер для цепочки на расстоянии ρ оси дается выражением

$$U(\rho) = (Z_1 Z_2 e^2 / d) \sum \alpha_i K_0(-\beta_i \rho / a_{TF}), \quad (5.10)$$

где $i = 1, 2, 3$. Величины, входящие в данное выражение определены раньше – соотношениями (4.6, 4.7).

В силу симметрии кристаллической решетки в поперечной плоскости аксиального канала всегда можно найти множество точек с одинаковым значением потенциала. Это множество точек образует линии равного потенциала – эквипотенциали, которые ограничивают области, доступные для частиц с данной поперечной энергией. Для расчета пространственного распределения частиц в аксиальном канале в зависимости от угла наклона необходимо рассчитать площади, ограниченные эквипотенциалами, где $E_{\perp} \geq U(r)$ (см. 4.19–4.24).

Выше уже отмечалось, что в центре канала значение потока, вычисленного с помощью соотношения (4.21), стремится к бесконечности. Чтобы снять логарифмическую особенность в (4.21) в расчет была введена расходимость анализирующего пучка, которая дает основной вклад в увеличение поперечной энергии высокоэнергетических частиц (см. рис. 4.5). Для расчета флуктуации поперечной энергии использовалось выражение из работы

$$\delta E_{\perp} = E \Psi_{\text{колл}}^2 / 3, \quad (5.11)$$

где $\Psi_{\text{колл}} = 0,03^{\circ}$ – расходимость падающего пучка частиц.

Для проведения расчетов была создана компьютерная программа, позволяющая проводить расчеты для трех главных кристаллографических осей простой кубической, объемноцентрированной, гранецентрированной и решетки типа алмаза. Две особенности имели место. Первая – при расчете потенциала аксиального канала учитывались потенциалы не только цепочек, образующих канал, а и потенциалы ближайших к данному каналу цепочек. На практике в рассмотрение включались все цепочки, которые можно видеть на проекциях одной элементарной ячейки кремния на плоскости, перпендикулярные соответствующим главным кристаллографическим направлениям (см. рис. 4.1). Вторая особенность заключалась в том, как вычислялись площади, ограниченные эквипотенциалами. Одна четвертая проекции соответствующего аксиального канала разбивалась на квадраты или прямоугольники (в зависимости от геометрической формы канала), площадь которых ΔS_i была постоянной для всех аксиальных каналов. С помощью формул (4.7) и (4.9) рассчитывался потенциал $U(r)$ в центре каждой площадки. При этом для сокращения времени счета 1500 значений функции Бесселя нулевого порядка $K_0(x)$ для значений аргумента $x = 0,025 - 37,5$ были вычислены предварительно и сведены в таблицу. Такая процедура позволяет, помимо всего прочего, рассчитывать значения $U(r)$ для любого типа кристалла, если известна длина экранирования $a_{\text{ТФ}}$. В программе для данного ρ значения $K_0(x)$ вычислялись линейной интерполяцией табличных значений. На вставках к рис. 4.4 показаны поперечные сечения плоскостных каналов, на которых указаны их геометрические параметры и нанесены линии, соединяющие точки с одинаковыми значениями потенциала. Площадь доступной области определялась как сумма площадок ΔS_i , потенциал которых $U(r) \leq E_{\perp}$. Распределение потока в поперечной плоскости аксиальных каналов $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ монокристалла Si рассчитывалось с помощью выражений (4.20) и (4.24) и для флуктуации поперечной энергии было выбрано значение $\delta E_{\perp} \cong 2$ эВ.

На рис. 4.4 приведены значения потока от угла падения относительно кристаллографических осей для различных точек в поперечной плоскости. Цифры, проставленные у кривых на рис. 4.4, обозначают расстояние δ до точки, где потенциал равен нулю, в ангстремах.

Выход частиц, рассеянных на внедренных атомах примеси, в зависимости от начальной энергии E_0 и угла падения $\Psi_{\text{пад}}$ определяется выражением

$$Y(E_0, \Psi_{\text{пад}}) = N \sum k_{\text{в}} \int F(\mathbf{r}, l) f(\mathbf{r}, \mathbf{r}_i) d\mathbf{r} dl, \quad (5.12)$$

где \mathbf{r} – координата частицы в поперечной плоскости аксиального канала; $F(\mathbf{r}, l)$ – пространственное распределение потока альфа – частиц на глубине l ; $f(\mathbf{r}, \mathbf{r}_i)$ – вероятность найти атом примеси, занимающего позицию \mathbf{r}_i в поперечной плоскости в точке \mathbf{r} . В выражении (5.12) суммирование ведется по всем возможным позициям, которые примесь занимает в элементарной ячейке, а $k_{\text{в}}$ – весовая функция, учитывающая число атомов примеси, занимающих данное регулярное междоузлие и имеющих одинаковые проекции в поперечной плоскости (см. рис. 4.11б).

Таблица 5.3

Особенности поведения ориентационных зависимостей обратно рассеянных альфа (расчет и эксперимент)

Ось	Эксперимент	Теория				Примечание
		T	H	C	S	
<100>	$\Phi(\approx 0,6)$	$\Phi(2,4)$	$\Phi(\approx 1,8)$	МУ	МУ	В расчете 100 % атомов ^{16}O занимают соответствующее положение
<111>	M	M	$\Phi(\approx 1,75)$	$\Phi(\approx 1,75)$	МУ	
<110>	МУ	M	ФC	ФC	M	

На рис. 4.12 приведены ориентационные зависимости выхода альфа-частиц, рассеянных на атомах кислорода, занимающих различные положения внедрения. Расчеты проведены с помощью соотношения (5.12) с использованием данных о пространственном распределении альфа-частиц (рис. 4.8) и в предположении, что 100% атомов кислорода находятся в соответствующем междоузлии. Для удобства сравнения в табл. 5.3 приведены результаты расчета и эксперимента. При этом были приняты следующие обозначения: Φ – если наблюдается увеличение выхода частиц, рассеянных на атомах примеси (цифры в скобках обозначают величину выхода в относительных единицах при нулевом угле падения, т. е. при $\Psi = 0$); M – если ориентационная кривая характеризу-

ется минимумом, полуширина которого совпадает с полушириной ориентационной кривой для атомов матрицы; M_y – если полуширина ориентационной кривой меньше, чем полуширина кривой для матрицы; M_M – если величина минимального выхода при $\Psi = 0$ превышает величину 0,2; Φ_C – если ориентационные кривые характеризуются максимумами, смещенными от центра.

Из результатов, приведенных в табл. 5.3, следует два вывода. Во-первых, ни одна совокупность теоретических кривых для одного и того же положения внедрения для различных кристаллографических направлений не совпадает с экспериментально измеренными ОЗВ альфа-частиц, рассеянных на ядрах атомов кислорода. Следовательно, ^{16}O в решетке кремния не занимает одно конкретное положение внедрения, что подтверждает вывод, сделанный выше. Во-вторых, возможны две принципиально разные комбинации положений, занимаемых примесью в решетке, включающее гексаэдрическое или тетраэдрическое междоузлие. Действительно, в эксперименте в направлении оси $\langle 110 \rangle$ наблюдается пик в кривых выхода рассеяния альфа-частиц на ядрах атомов ^{16}O . В расчетах увеличения выхода рассеяния для этого направления наблюдается как для гексаэдрического, так и тетраэдрического положения внедрения. Причем, на первый взгляд, атомы кислорода, вероятнее всего, должны занимать гексаэдрическое положение (см. рис. 4.12), так как в теоретических кривых высота максимума для этого положения меньше, чем высота максимума, полученного для тетраэдрического внедрения (рис. 4.12). С другой стороны, в эти комбинации должны быть включены положения, соответствующие атомам кислорода, занимающим узлы решетки, или образующим расщепленную конфигурацию в направлении $\langle 100 \rangle$.

На рис. 5.12–5.14 приведены экспериментальные и рассчитанные зависимости выхода альфа-частиц, рассеянных на атомах матрицы и примеси. Пунктирными линиями показан теоретический выход для атомов кислорода, занимающих различные положения в решетке кремния. В начале рассмотрим комбинацию с гексаэдрическим междоузлием.

1. В экспериментальных кривых выхода альфа-частиц, рассеянных на ядрах кислорода, в направлении $\langle 110 \rangle$ наблюдается максимум, величина которого $h_{\text{ЭКСП}} \cong 0,6$ при $\Psi = 0$ (см. рис. 5.6). Для атомов кислорода, занимающих гексаэдрическое междоузлие, величина рассчитанного максимума $h_{\text{ТЕОР}} \cong 1,85$ (рис. 4.11). Таким образом, если атомы ^{16}O занимают H – положение, то их доля должна быть $\sim 30\%$. Далее предположим, что оставшаяся часть атомов примеси занимает положение замещения. Результаты расчета приведены на рис. 5.12А. Из него видно,

что в направлении $\langle 110 \rangle$ в теоретических кривых получается максимум, который по полуширине и по высоте близок к экспериментальному результату (рис. 5.12А,а). Однако в двух других направлениях рассчитанные кривые не совпадают с экспериментальными: для $\langle 100 \rangle$ оси теоретическая кривая имеет полуширину меньше, чем полуширина экспериментальной кривой (рис. 5.12А,в), а в направлении $\langle 111 \rangle$ в расчетах получается ярко выраженный максимум при $\Psi = 0$ (рис. 5.12А,б).

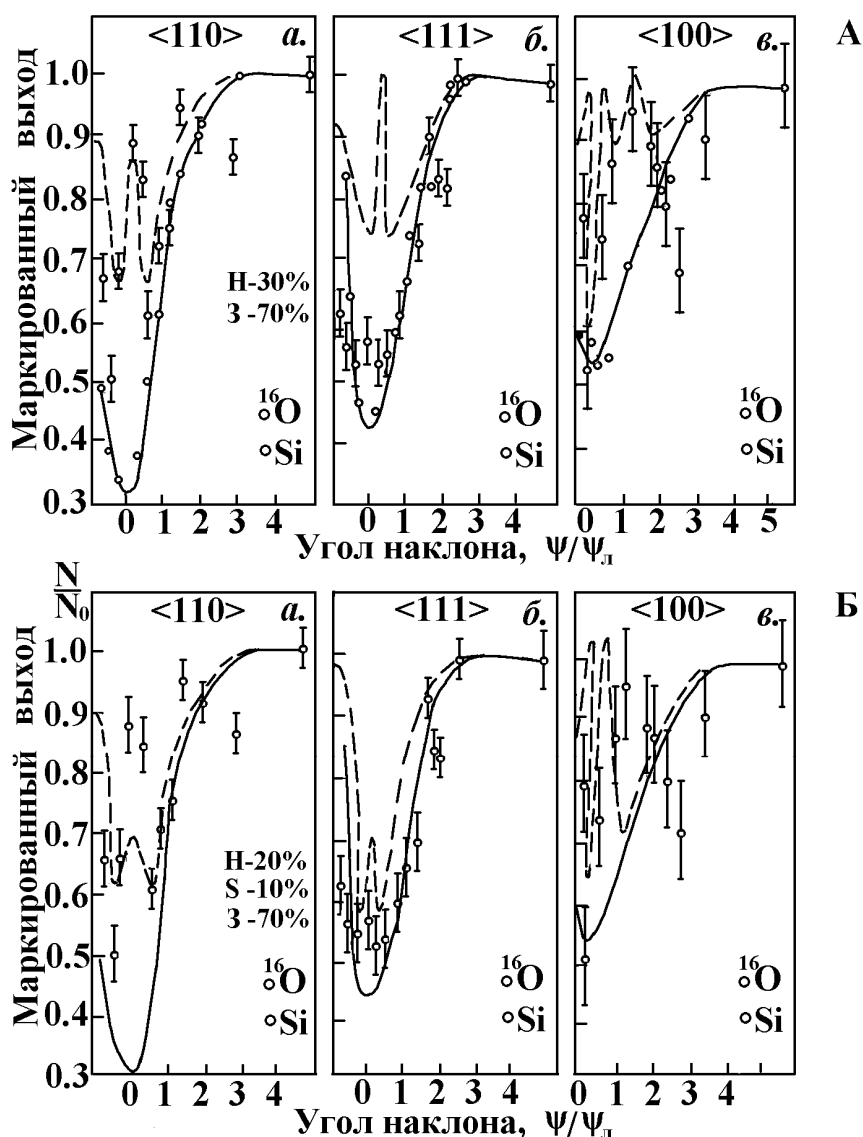


Рис. 5.12. Сравнение экспериментально измеренных (o) и рассчитанных (--) зависимостей выхода ионов ^4He на атомах ^{16}O относительно кристаллографических осей: а) $\langle 110 \rangle$, б) $\langle 111 \rangle$, в) $\langle 100 \rangle$. Расчет: А – 30% атомов ^{16}O в гексаэдрическом междоузлии (H), 70% – в положении замещения (З); Б – 20% атомов ^{16}O в гексаэдрическом междоузлии (H), 70% – в положении замещения (З), 10% – в расщепленной конфигурации (S)

Изменение процентного содержания атомов кислорода в том или ином положении приводило к изменениям величины максимумов для осей $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ и минимума для оси $\langle 100 \rangle$, но поведение кривых не изменялось. Авторам рассматриваемой работы не удалось получить совокупность теоретических кривых, которые совпали с экспериментальными кривыми, если примесь занимает H -положение и узлы решетки.

2. Включили в рассмотрение гантелеобразную конфигурацию и предположили, что 10% атомов ^{16}O находится в расщепленном положении (S -положение), 20% – в H -положении и 70% – в положении замещения. Полученный результат приведен на рис. 5.12 Б. Картина резко изменилась: экспериментальные и рассчитанные ОЗВ рассеянных частиц совпадают теперь только для кристаллографического направления $\langle 111 \rangle$. Для осей $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ полученные ОЗВ характеризуются минимумами, смещенными от центра, причем полуширина кривой для $\langle 100 \rangle$ направления меньше, чем полуширина экспериментальной кривой. Как и в первом случае, изменение процентного содержания атомов кислорода в различных положениях не приводит к результату, совпадающему с экспериментом.

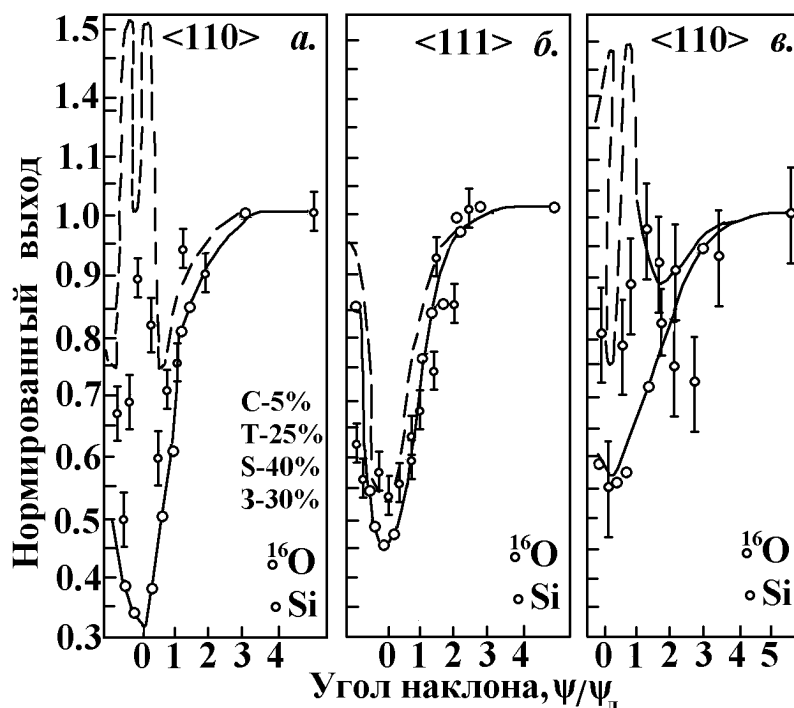


Рис. 5.13. Сравнение экспериментально измеренных (o) и рассчитанных (--) зависимостей выхода ионов ^4He на атомах ^{16}O относительно кристаллографических осей: а) $\langle 110 \rangle$, б) $\langle 111 \rangle$, в) $\langle 100 \rangle$.

Расчет: 25 % атомов ^{16}O в тетраэдрическом междоузлии (Т), 30% – в положении замещения (З), 40% – в расщепленной конфигурации (S), 5% – в центрированном междоузлии (С). В расчетах предполагалось, что атомы ^{16}O смещены от центра гантели на расстояние $\rho = 0,07$ нм

3. Если 100% атомов ^{16}O занимают T -положение, то в теоретических кривых для $\langle 110 \rangle$ получается максимум, величина которого $h_{\text{ТЕОР}} \cong 2,35$. Следовательно, чтобы получить в эксперименте максимум в выходе альфа-частиц, рассеянных на ^{16}O , величина которого $h_{\text{ЭКСП}} = 0,6$, необходимо предположить, что $\sim 25\%$ атомов кислорода занимают T -позиции. Рассмотрим следующую комбинацию: 25% атомов примеси в T -междоузлии, 30% – в положении замещения, 5% – в центрированном (C -позиция на рис. 4.11), остальная часть – 40% – в S -конфигурации. При этом предполагалось, что атомы кислорода смещены от центра гантели на расстояние $\rho = 0,07$ нм. Полученный результат приведен на рис. 5.13. Из рисунка видно, что рассчитанные кривые верно отражают ход экспериментальных кривых. В то же время наблюдается несоответствие между значениями выходов, теоретически рассчитанных и измеренных для всех кристаллографических осей, а для оси $\langle 100 \rangle$ полуширина рассчитанной кривой меньше, чем полуширина экспериментальной ОЗВ. Следовательно, и в этом случае не было получено теоретических кривых, совпадающих с экспериментальными.

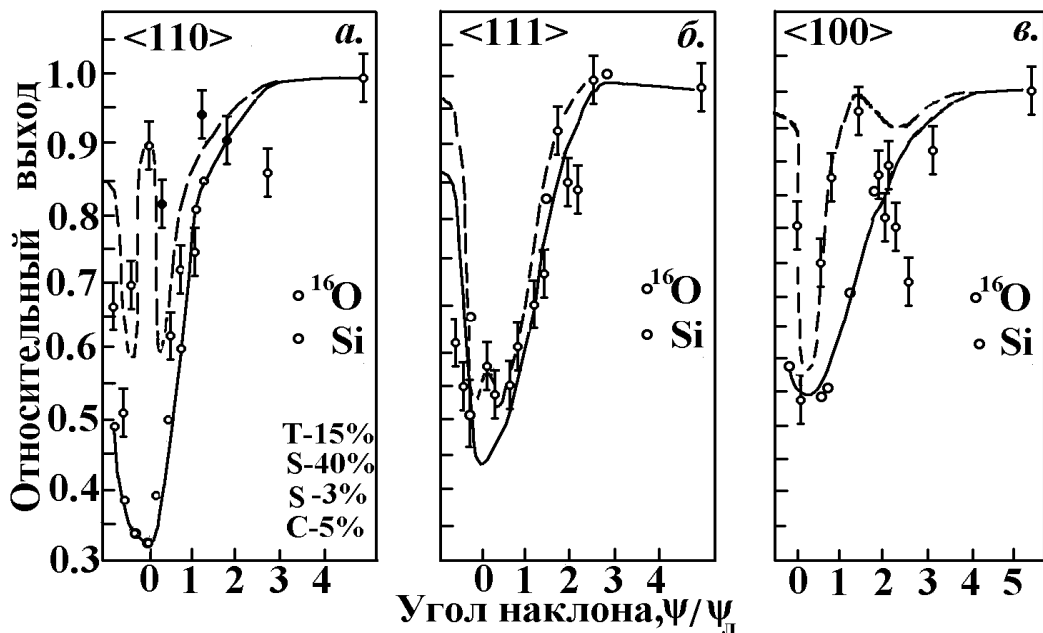


Рис. 5.14. Сравнение экспериментально измеренных (o) и рассчитанных (--) зависимостей выхода ионов ^4He на атомах ^{16}O относительно кристаллографических осей: а) $\langle 110 \rangle$, б) $\langle 111 \rangle$, в) $\langle 100 \rangle$.

Расчет: 25% атомов ^{16}O в тетраэдрическом междоузлии (T), 30% – в положении замещения (Z), 40% – в расщепленной конфигурации (S), 5% – в центрированном междоузлии (C). В расчетах предполагалось, что атомы ^{16}O смещены от центра гантели на расстояние $\rho = 0,035$ нм

4. Наконец, предположим, что атомы кислорода в весовом отношении распределены между различными положениями внедрения так же, как и в предыдущем случае, но в расщепленной конфигурации они смещены от центра гантели на расстояние 0,035 нм. Рассчитанные ОЗВ для этого случая представлены на рис. 5.14. Наблюдается хорошее согласие между экспериментом и расчетом. Таким образом, если ионы кислорода с энергией $E_{и} = 150$ кэВ внедряются в монокристалл Si дозой $1 \cdot 10^{17}$ см⁻² при температуре подложки (593...623)К, то они занимают следующие положения в решетке: 25% атомов ¹⁶O находится в тетраэдрическом междоузлии; $\approx 30\%$ занимают узлы, замещая атомы Si; $\approx 40\%$ смещены из цепочек на расстояние $\rho = 0,035$ нм; небольшая доля кислорода ($\approx 5\%$) занимают центрированное положение.

Проведенный расчет ОЗВ и сравнение с экспериментальными данными, на наш взгляд, убедительно продемонстрировали, насколько важно проводить измерения для всех главных кристаллографических направлений и учитывать все возможные позиции, занимаемые примесью, а также учитывать перераспределение потока анализирующих частиц по глубине и сечению аксиальных каналов. Укажем на тот факт, что для атомов S в Ge был получено, что они смещены из узлов на расстояние 0,03 нм. Там же указывается, что часть атомов S находится в положении внедрения, но не расшифровывается, в каком именно междоузлии находятся атомы примеси. В данном исследовании трудно определить положение внедрения, так как анализ основывался только на экспериментальных результатах, без привлечения данных о распределении потока каналированных частиц.

ГЛАВА 6. РЕНГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ

6.1. Физические основы рентгеноспектрального анализа

Введение

Метод рентгеноспектрального анализа с ионным возбуждением возник как соединение традиционных рентгеноспектральных методов исследования твердых тел и методов, основанных на применении пучков ускоренных ионов. Традиционными способами возбуждения рентгеновских квантов является облучение исследуемого образца пучком электронов или рентгеновским излучением.

Возбуждение характеристического рентгеновского излучения тяжелыми частицами известно практически со времен открытия радиоактивности. В настоящее время при рентгенорадиографическом анализе используются α -частицы радиоактивных источников. Однако низкая интенсивность потока частиц, некохроматичность и невозможность изменять энергию частиц, фокусировать их ограничивают пороговую чувствительность анализа, а для снятия спектров требуется значительное время.

Если для возбуждения рентгеновского излучения использовать сфокусированные пучки ионов, получаемые на ускорителях, ситуация резко улучшается. При этом за счет повышения интенсивности пучка сокращается время экспозиции; изменяя энергию частиц, можно получить оптимальные условия возбуждения рентгеновских квантов для исследуемого сорта атомов (селективное возбуждение); наблюдается низкий фон тормозного излучения по сравнению с возбуждением электронами. В силу того, что ионы тормозятся в пределах тонкого (~ 1 мкм) приповерхностного слоя (легкие ионы с энергией несколько мегаэлектронвольт и меньше), а в ряде случаев в слое толщиной порядка 0,01 мкм (тяжелые ионы с энергией до 1 МэВ), метод идеально подходит для исследований тонких мишеней, а также послойного анализа массивных образцов. Применение современных проточных пропорциональных счетчиков и особенно полупроводниковых детекторов позволяет проводить анализ ряда элементов при одном измерении, причем возможна высокая степень автоматизации измерений. На одном пучке частиц можно ставить одновременно различные, дополняющие друг друга методики. Особенно удачно сочетаются обратное резерфордовское рассеяние ионов и одновременное измерение выхода рентгеновского излучения. Эти методы хорошо дополняются обладающим ис-

ключительной избирательностью методом ядерных реакций, позволяющим получить надежные результаты в случае легких элементов.

Измерение выхода характеристического рентгеновского излучения в условиях каналирования предоставляет ряд качественно новых возможностей исследования кристаллов. В частности, можно определять местоположение примесных атомов или дефектов в решетке кристалла, при этом атомы примеси могут быть как тяжелее, так и легче атомов матрицы. Следует отметить также, что при возбуждении ХРИ тяжелыми ионами сечение возбуждения излучения увеличивается в $10^2 \dots 10^3$ раз. Меняя сорт ионов и их энергию, можно селективно возбуждать линии того или иного элемента в многокомпонентных системах. Излучение, генерируемое непосредственно в процессе ионной имплантации в подложку, дает информацию о количестве внедренных атомов и их глубинном распределении, что особенно важно в замкнутых технологических процессах создания интегральных микросхем.

В результате взаимодействия заряженной частицы с электронами атомов вещества происходит их ионизация и возбуждение. Переход атомов в основное состояние сопровождается двумя процессами: вылетом оже-электронов (преобладающим в случае легких атомов) и испусканием характеристического рентгеновского излучения (ХРИ), которое преобладает для тяжелых атомов. Соотношение между этими двумя процессами определяется величиной выхода флуоресценции ω , который характеризует вероятность испускания ХРИ и почти не зависит от способа возбуждения атома. Значения ω приведены в табл. П15,16.

Энергия ХРИ зависит от оболочек, между которыми происходит переход в ионизованном атоме. Соответствующие переходам линии в энергетическом спектре обозначаются как К-линии, если переход происходит на К-оболочку, и как L-линии, если переход осуществляется на К-оболочку, и т. д. Кроме того, для линий наблюдается тонкая структура: K_α -линия, соответствующая переходу электрона с L-оболочки на К-оболочку, и K_β – линия, соответствующая переходу с M-оболочки на К-оболочку, и т. д. Энергия рентгеновских лучей является плавной функцией атомного номера элемента. В элементном анализе с помощью ХРИ, индуцируемого ионами, обычно используются K_α, K_β – и $L_\alpha, L_\beta, L_\gamma$ – линии. В табл. П.15,16 приведены значения энергий этих линий.

Число зарегистрированных детектором рентгеновских лучей, образовавшихся при облучении заряженными частицами тонкой мишени,

$$N_0 = \sigma_u \omega \frac{x \rho N_A}{A} n \frac{\Omega}{4\pi} \varepsilon, \quad (6.1)$$

где σ_u – поперечное сечение ионизации оболочки, на которую происходит переход, см²; x – толщина мишени, см; ρ – плотность вещества мишени, г/см³; A – атомная масса вещества мишени, г; n – число налетающих ионов; Ω – телесный угол детектора; ε – эффективность детектора для рентгеновских лучей с учетом поглощающих эффектов. Сечение ионизации σ_u можно измерить экспериментально или рассчитать с достаточно высокой точностью теоретически.

Бомбардировка вещества нерелятивистскими ускоренными заряженными частицами сопровождается рядом процессов. Так, ускоренные ионы, проникая в вещество, подвергаются упругим и неупругим столкновениям с атомами мишени. Неупругие соударения приводят к возбуждению и ионизации атомных электронов. В случае быстрых легких ионов (протоны, ионы гелия), которые при проникновении в вещество теряют электронные оболочки, ионизация атомов мишени осуществляется путем прямого кулоновского взаимодействия с электронами. Максимальная энергия, которая может быть передана тяжелой частицей массой M_1 с энергией E свободному электрону с массой m ,

$$T_{\text{макс}} = \frac{4M_1m}{(M_1 + m)^2} E.$$

Для протонов $T_{\text{макс}} = E / 460$. Значит, протоны с энергией от 300 кэВ до 3 МэВ передают электронам энергию, приблизительно равную 0,6...6 кэВ, что как раз соответствует энергиям связи электронов К-оболочек элементов от кислорода до железа, L-оболочек от хрома до лантана ($Z_2 = 57$) и M-оболочек для элементов с $50 < Z_2 < 94$. Для указанных оболочек имеет место значительная вероятность процесса ионизации внутренних электронов и, следовательно, возникновение вакансий в соответствующих оболочках. Для ионов гелия передаваемая максимальная энергия $T_{\text{макс}} = E/1840$ в 4 раза меньше при той же начальной энергии, поэтому меньшим будет и сечение ионизации электронов внутренних оболочек.

Имеется ряд теоретических подходов для описания сечения ионизации таких электронов. Наиболее часто для систематических расчетов сечений ионизации используются борновское приближение плоских волн (БППВ), полуклассическое приближение (ПКП) и классическое приближение бинарных столкновений (ПБС).

6.1.1. Фотоэлектронное поглощение

Сечение ионизации электронов внутренней оболочки в нерелятивистском варианте борновского приближения плоских волн определяется согласно выражению

$$\begin{aligned}\sigma_{n'n} &= \frac{1}{2\pi} \frac{1}{\hbar^2 v^2} \int dq \left| \int \psi_{n'}^*(r) \frac{Z_1 e^2 e^{iqR}}{|R-r|} \psi_n(r) dr dR \right|^2 = \\ &= 8\pi Z_1^2 \left(\frac{e^2}{\hbar v} \right)^2 \int \frac{dq}{q^3} \left| \int \psi_{n'}^* e^{iqr} \psi_n dr \right|^2,\end{aligned}\quad (6.2)$$

где $\hbar q$ – величина передаваемого налетающей частицей импульса; v – скорость частицы; $Z_1 e$ – ее заряд; n, n' – начальное и конечное состояния электрона. Просуммировав (6.2) по всем конечным состояниям, получим полное сечение ионизации внутренней оболочки:

$$\sigma_n = 8\pi Z_1^2 \frac{a_0^2}{Z_s^4} \frac{1}{\eta} \int_{W_{min}}^{\infty} \frac{dW}{W} \int_{Q_{min}}^{\infty} \frac{dQ}{Q} F_n(W, Q), \quad (6.3)$$

где Z_s – эффективный заряд ядра для электрона n -й оболочки; $\eta = \frac{m}{M_1} \frac{E}{Z_s^2 Ry}$; E и M_1 – энергия и масса налетающей частицы; W – пе-

редаваемая частицей энергия в единицах $Z_s^2 Ry$ ($1 Ry = 13,6$ эВ);

$W_{min} = \frac{\Theta}{n^2}$; Θ – энергия связи электрона в безразмерных единицах;

$Q_{min} = \frac{W^2}{4\eta}$; $Q = \frac{\hbar^2 q^2}{2m} \frac{1}{Z_s^2 Ry}$. Энергия W связана с волновым вектором k

плоской волны ионизированного электрона посредством соотношения

$W = k^2 + \frac{1}{n^2}$, где k – измеряется в единицах $\frac{Z_s}{a_0}$. Обобщенная сила осциллятора

$$F_n(W, Q) = (2l_n + 1) \frac{W}{Q} \int \frac{d\Omega k}{4\pi} \left| \int \psi_k^* e^{iqr} \psi_n dr \right|^2. \quad (6.4)$$

Для малых передаваемых импульсов $dr \ll 1$ она соответствует далеким столкновениям частицы с облаком электронов внутренней оболочки. Если же $dr \gg 1$, область столкновения мала по сравнению с размерами оболочки и электроны оболочки могут рассматриваться как свободные, поскольку изменение кулоновского поля в области столкновения незначительно: $\delta V_k / V_k \cong 1 / qr$; таким образом, поле во время столкновения может быть принято постоянным. В случае такого импульсного приближения равенство (6.4) может быть записано в виде

$$F_n^{ПБС}(W, Q) = (2l_n + 1) \frac{W}{2Q} \frac{Ry}{\hbar q} \int_{v_{min}}^{\infty} f_n(v_2) \frac{d v_2}{v_2}, \quad (6.5)$$

где l_n – азимутальное квантовое число начального состояния; $v_{2min} = Z_s^2 Ry |W - Q| / \hbar q$; $f_n(v_2)$ – распределение электронов по скоростям в начальном состоянии. Выражение (6.4) представляет собой основу для приближения бинарных столкновений, и в области значений $Q \geq W$ оно дает результаты, хорошо соответствующие (6.4). Для численных расчетов это выражение по методу ПБС намного проще, чем в БППВ. Сечение ионизации в ПБС получается путем интегрирования распределения по скоростям электронов в начальном состоянии. В ряде работ были получены импульсные представления волновых функций Слэтера, а также волновых функций Дирака для электронов тяжелых атомов (когда важны релятивистские поправки), что позволило находить $f_n(v_2)$ практически для любых электронных оболочек. Применение волновых функций Рутана – Хартри – Фока в расчетах сечения ионизации в рамках ПБС позволило получить приемлемые результаты не только для К-оболочек, но и для L- и M-оболочек, а также исследовать относительные сечения ионизации отдельных подоболочек. В области низких энергий ионов ($E \leq 3$ МэВ) лучше согласуются с экспериментом результаты ПБС, в то время как БППВ дает лучшие результаты при высоких энергиях, когда необходимо учитывать вклад далеких соударений.

Расчеты с применением строгих теорий и точных волновых функций для электронных состояний позволяют лучше учесть особенности конкретного атома, но для целей планирования экспериментов по рентгеноспектральному анализу с применением ускоренных ионов более удобны аналитические выражения или универсальные кривые, позволяющие быстро провести расчет сечений или найти соотношение сечений при изменении энергии ионного пучка, переходя к другому сорту атомов. Имеется ряд таблиц по сечениям ионизации электронов внутренних оболочек. Одни из них составлены на основе теоретических расчетов в рамках БППВ, другие – на основе полуклассического приближения или приближения бинарных столкновений. Частично сечения ионизации для протонов представлены в табл. П.17.

В БППВ сечение ионизации К-оболочек обычно описывается в безразмерных переменных, так что зависимость сечения в этих переменных от энергии представляет собой некоторую универсальную кривую. Энергия связи электронов оболочки U нормируется на соответствующую энергию связи водородоподобного состояния и представляется переменной $\Theta_n = n^2 U / Z_s^2 Ry$, где n – главное квантовое число оболочки.

Кинетическая энергия частицы выражается в безразмерных переменных величиной η , которая определяется из равенства

$$\eta_n = \frac{m}{M_1} \frac{E}{Z_s^2 R_y}$$

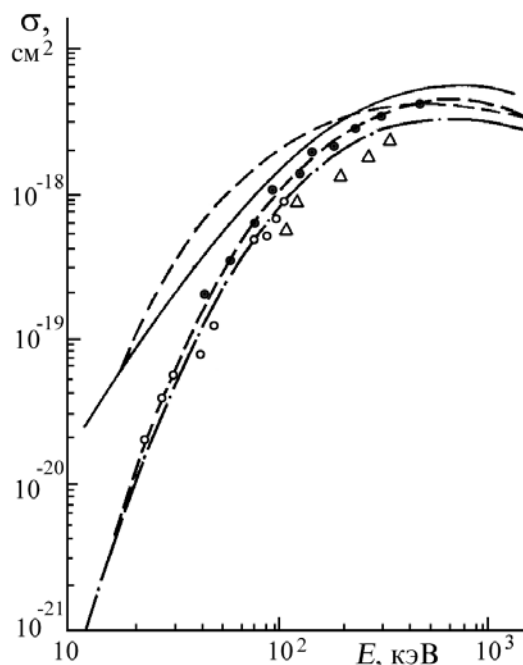


Рис. 6.1. Энергетическая зависимость сечения ионизации электронов L-оболочки в атомах аргона протонами без учета поправок в ПБС (1), БППВ (2) и с учетом поправок в ПБС (3), БППВ (4): \circ , \bullet , Δ – эк

Величина эффективного заряда $Z_s = Z - \sigma$, где σ – экранировочная константа, зависящая от подоболочки. Для K-оболочки ее значение равно 0,3; для L1-, L2-, L3-подоболочек – 4,15; для M1-, M2-, M3-подоболочек – 11,25; для M4-, M5-подоболочек – 21,15. Сечение ионизации n-й оболочки (подоболочки) в безразмерных единицах БППВ запишется в виде

$$\sigma_n = \sigma_{0n} \Theta_n^{-1} F_n(\eta_n / \Theta_n^2, \Theta_n), \quad (6.6)$$

где $\sigma_{0n} = 8\pi a_0^2 Z_1 Z_s^{-4}$. Функция F_n является универсальной в указанных переменных и она слабо зависит от Θ_n . Для сечения ионизации электронов K-оболочки в области низких ($\eta_n / \Theta_n^2 \leq 0,01$) и высоких ($\eta_n / \Theta_n^2 \geq 95$) энергий имеются аналитические формулы.

Сравнение расчетов с экспериментом указывает на систематические отклонения измеренных сечений ионизации от расчетных. В обла-

сти низких энергий ($\eta_K / \Theta_K^2 < 0,1$) экспериментальные данные располагаются существенно ниже

6.1.2. Характеристическое рентгеновское излучение

Используя зависимость сечения ионизации от энергии связи электрона U в соответствии с выражением (6.8), были обобщены результаты измерений сечения ионизации K- и L-оболочек в виде полиномиальных подгоночных формул. Измерение сечений σ проводилось на тонких образцах при возбуждении протонным пучком. Получена следующая формула:

$$\ln(\sigma U^2) = \sum_{n=0}^5 b_n x^n, \quad (6.7)$$

где U – энергия связи электрона, эВ; $x = \ln(E / \lambda U)$, $\lambda = 1836$ – отношение массы протона к массе электрона. Сечение σ измеряется в $10 \dots 14 \text{ см}^2$. Для расчета сечений ионизации K- и L-оболочек по формуле (6.9) используются коэффициенты b_n (табл. 6.1).

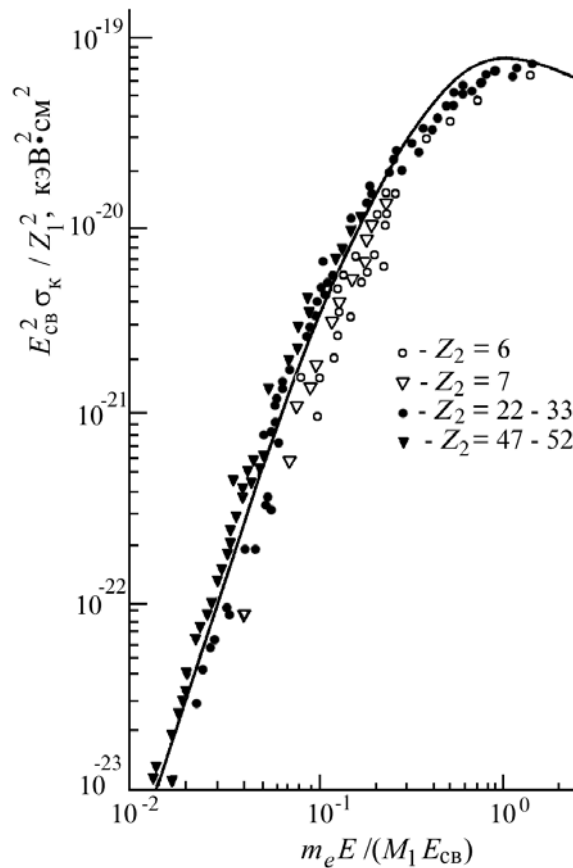


Рис. 6.2. Универсальная кривая, полученная в ПБС для $1s$ -состояния:

○, ●, △, ▲ – экспериментальные данные

Формула (6.9) воспроизводит экспериментальные значения сечений ионизации К-оболочек со среднеквадратичной точностью 1 % в области энергий, для которой $0,034 < E / \lambda U < 0,92$. Погрешность на краях интервала не превышает 5 %.

Для L-оболочек точность формулы 2 % для интервала $E/\lambda U$ от 0,084 до 2,33 и погрешность на краях интервала не более 8 %.

Формула (6.9) покрывает диапазон энергий, представляющий интерес для рентгеновского анализа с протонным возбуждением. Так, для расчета сечений ионизации К-оболочки кремния и L-оболочки германия она справедлива в области энергий от 100 кэВ до 3 МэВ и от 200 кэВ до 6 МэВ соответственно.

Таблица 6.1

Значения коэффициентов b_n

Коэффициент	Значение коэффициента для	
	К-оболочки	L-оболочки
b_0	2,0471	3,6082
b_1	-0,65906 (-2)	0,37123
b_2	-0,47448	-0,36971
b_3	0,99190 (-1)	0,78593 (-4)
b_4	0,46063 (-1)	0,25063 (-2)
b_5	0,60853 (-2)	0,12613 (-2)

Были также систематизированы экспериментальные данные для сечений ионизации электронов К-оболочек быстрыми протонами. Рассматривались результаты как для тонких, так и для толстых мишеней (когда необходимо учитывать потери энергии частиц и поглощение излучения). Сечения ионизации рассчитывали с помощью полиномиальных представлений вида

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^6 a_i x_i, \quad (6.8)$$

где $y = \ln(\sigma)$; a_i – подгоночные параметры (табл. 6.2); $x = \ln(E)$; сечение σ приводится в барнах. Коэффициенты представлений a_i в табл. 6.2 приведены только для $12 \leq Z \leq 50$, поскольку элементы с $Z < 12$ не могут эффективно детектироваться рассматриваемым методом из-за поглощения генерируемых квантов в камере образцов и окне детектора; для $Z > 50$ вместо К-излучения следует измерять L-излучение из-за более высокого его выхода.

Таблица 6.2

Коэффициенты a_i для полиномиального представления энергетической зависимости

Атомный номер	a_0	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6	Диапазон энергии *), МэВ
12	10,13	0,9983	-0,2287	0,4691	0,2034	0,02817		$0,03 \leq E \leq 4,0$
13	9,543	1,027	-0,6932	0,08703	0,08467	0,01568		$0,03 \leq E \leq 4,0$
14	9,276	1,350	-0,4966					$0,75 \leq E \leq 4,0$
18	7,258	1,818	-0,5307	0,02048				$0,07 \leq E \leq 5,0$
20	5,877	2,561	-0,8322	0,07349				$2,0 \leq E \leq 25,0$
22	5,243	3,072	-0,7028	-0,3010	0,08511	0,03363	-0,009681	$0,09 \leq E \leq 25,0$
23	5,085	2,410	-0,6368					$0,10 \leq E \leq 3,0$
25	3,909	2,962	-0,3478	-0,1492	-0,04029	0,02468		$0,10 \leq E \leq 12,0$
26	3,810	3,007	-0,8283	-0,1444	0,1445	0,0219	-0,01776	$0,10 \leq E \leq 12,0$
27	3,386	2,636	-0,5700	0,0701				$0,10 \leq E \leq 11,0$
28	-0,0294	-1,256	-1,945					$0,09 \leq E \leq 0,042$
28	3,084	2,764	-0,4703					$1,0 \leq E \leq 28,0$
29	2,674	3,157	-0,6527	-0,03928	0,02582			$0,13 \leq E \leq 12,0$
30	2,388	3,144	-0,5831					$0,15 \leq E \leq 12,0$
32	1,595	2,941	-0,3701					$0,50 \leq E \leq 6,0$
34	1,043	3,062	-0,4655					$0,40 \leq E \leq 2,0$

Окончание табл. 6.2

Атомный номер	a_0	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6	Диапазон энергии *), МэВ
36	1,100	3,009	-0,3488					$1,5 \leq E \leq 5,0$
38	0,02774	2,700	-0,5903	3,369	-3,050			$0,60 \leq E \leq 2,0$
40	-0,9995	3,824	-0,6063					$0,20 \leq E \leq 5,5$
42	-1,153	3,479	-0,620	0,04887				$0,24 \leq E \leq 12,0$
46	-2,373	3,772	-0,9647	0,4189				$0,60 \leq E \leq 2,0$
48	-2,692	3,724	-0,6658	0,07476				$0,60 \leq E \leq 11,0$
50	-3,273	3,522	-0,1569	-0,1413	-0,03847	0,2303	-0,1067	$0,20 \leq E \leq 6,0$

201

*) Указан диапазон энергий, для которого выполнялась обработка экспериментов

В рамках полиномиальных представлений построены также зависимости сечения от Z_2 :

$$\ln(\sigma) = b_0 + \sum_{i=1}^6 b_i (\ln Z_2)^i, \quad (6.9)$$

где b_i – подгоночные коэффициенты (табл. 6.3).

Таблица 6.3

Обозначение линий характеристического рентгеновского излучения

Переход	Линии ХРИ	Переход	Линии ХРИ	Переход	Линии Хри
K – L _I	K α_{13}	L _I – O _{II, III}	L γ_4	L _{III} – N _I	L β_6
K – L _{II}	K α_2	L _I – P _{II, III}	L γ_{13}	L _{III} – N _{IV}	L β_{15}
K – L _{III}	K α_1	L _{II} – M _I	L η	L _{III} – N _V	L β_2
K – M _{II}	K β_3	L _{II} – M _{III}	L β_{17}	L _{II} – N _{VI, VII}	Lu
K – M _{III}	K β_1	L _{II} – M _{IV}	L β_1	L _{II} – O _I	L β_7
K – M _{IV, V}	K β_5	L _{II} – N _I	L γ_5	L _{III} – O _{IV, V}	L β_5
K – N _{II, III}	K β_2	L _{II} – N _{IV}	L γ_1	M _{III} – N _V	M γ
K – N _{VI, V}	K β_4	L _{II} – N _{IV}	Lo	M _{IV} – N _{II}	M ξ_2
L _I – M _{II}	L β_4	L _{II} – O _I	L γ_8	M _{IV} – N _{III}	M δ
L _I – M _{III}	L β_3	L _{II} – O _{IV}	L γ_6	M _{IV} – N _{IV}	M β
L _I – M _{IV}	L β_{10}	L _{III} – M _I	Ll	M _{IV} – O _{II, III}	M η
L _I – M _V	L β_9	L _{III} – M _{II}	Lt	M _V – N _{III}	M ξ_1
L _I – N _{II}	L γ_2	L _{III} – M _{III}	Ls	M _V – N _{VI}	M α_2
L _I – N _{III}	L γ_3	L _{III} – M _{IV}	L α_2	M _V – N _{VII}	M α_1
L _I – N _V	L γ_{11}	L _{III} – M _V	L α_1		

Выражения (6.9) – (6.11) удобны для проведения анализа материалов по выходу ХРИ, возбуждаемого легкими ионами.

6.1.3. Оже-эффект. Выход флуоресценции

На основе численных расчетов в рамках ПБС с точными нерелятивистскими волновыми функциями получены табулированные значения для сечения кулоновской ионизации K-электронов, которые с точностью выше 10 % описываются следующим аналитическим выражением:

$$\sigma_K = \frac{Z_1^2 \beta^2}{U^2} S_K(T, \beta), \quad (6.10)$$

где $S_K(T, \beta) = \exp \sum_{l=1}^6 \sum_{m=1}^4 A_{lm} \beta^{m-1} \ln^{l-1}(1,01 \cdot 10^3 T)$; $\beta = 2U / me (Z_2 - \sigma)$

α_2 α_1 ; me – масса электрона; $(Z_2 - \sigma)$ – эффективный заряд ядра

для К-электронов; $\alpha = 1/137$ – постоянная тонкой структуры; $T = E1 / \lambda U$; $\lambda = M1 / me$; коэффициенты A_{lm} приведены в табл. 6.4. Формула (6.11) в пределах указанной точности годится для интервала энергий частиц $10^{-3} \leq T \leq 10$.

Таблица 6.4

Относительные интенсивности K_{β} / K_{α}

Z_2	K_{β} / K_{α}	Z_2	K_{β} / K_{α}	Z_2	K_{β} / K_{α}
12	0,013	40	0,190	68	0,260
14	0,027	42	0,197	70	0,264
16	0,059	44	0,204	72	0,267
18	0,105	46	0,210	74	0,269
20	0,128	48	0,213	76	0,273
22	0,134	50	0,220	78	0,275
24	0,135	52	0,225	80	0,278
26	0,135	54	0,232	82	0,280
28	0,135	56	0,237	84	0,283
30	0,138	58	0,242	86	0,286
32	0,147	60	0,247	88	0,287
34	0,157	62	0,250	90	0,288
36	0,172	64	0,255	92	0,289
38	0,180	66	0,257	94	0,291

Теоретические результаты, приведенные на рис. 6.2, а также следующие из выражения (6.12), соответствуют ионизации атомов с низкими и средними порядковыми номерами. Для тяжелых атомных систем ($Z_2 \geq 40$) становится существенным релятивизм внутренних электронов. Учет релятивистской поправки приводит к увеличению сечения ионизации, в то время как учет коррекций на кулоновское отклонение траектории частицы от прямолинейной и изменение энергии связи электрона в присутствии положительной частицы – к его уменьшению. В ряде случаев эти поправки могут взаимно компенсироваться.

Теоретические результаты, приведенные на рис. 6.2, а также следующие из выражения (6.12), соответствуют ионизации атомов с низкими и средними порядковыми номерами. Для тяжелых атомных систем ($Z_2 \geq 40$) становится существенным релятивизм внутренних электронов. Учет релятивистской поправки приводит к увеличению сечения ионизации, в то время как учет коррекций на кулоновское отклонение траектории частицы от прямолинейной и изменение энергии связи электрона в присутствии положительной частицы – к его уменьшению. В ряде случаев эти поправки могут взаимно компенсироваться.

Релятивистский эффект в рамках БППВ для интервала энергий $E_1 \leq 1 \div 4$ МэВ / а. е. м. может быть описан с помощью следующих выражений для сечений ионизации К-оболочки и L1-, L2-, L3-подоболочек L-оболочки:

$$\begin{aligned} \frac{\sigma_{\text{К}}^{\text{рел}}}{\sigma_{\text{К}}^{\text{нрел}}} &= \frac{2^{2\gamma-4} [\Gamma(\gamma+1)]^2 (1+g_0^2)^{3-\gamma}}{\Gamma(2\gamma+1) g_0^2} \left((1+\gamma) \sin^2 [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] + \right. \\ &\quad \left. + (1-\gamma) \times \left\{ \cos [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] - \frac{(1+g_0^2)^{1/2}}{g_0} \sin [\gamma \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 \right); \\ \frac{\sigma_{L_1}^{\text{рел}}}{\sigma_{L_1}^{\text{нрел}}} &= \frac{2^{2\gamma-6} (2\gamma+1) [\Gamma(\gamma+1)]^2 (1+g_0^2)^{5-\gamma}}{3\Gamma(2\gamma+1) g_0^2 (g_0^2-1)^2} \left(\left(2 + \frac{\gamma-1}{4} \right) \left\{ \sin [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] - \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{3(\gamma+1)}{(2\gamma+1)(1+g_0^2)^{1/2}} \sin [(\gamma+2) \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 + \frac{\gamma-1}{4} \times \right. \\ &\quad \left. \times \left\{ \frac{2(1+g_0^2)^{1/2}}{g_0} \sin [\gamma \tanh^{-1} g_0] - 2 \cos [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] - \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{3}{(2\gamma+1)g_0} \sin [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] + \frac{3(\gamma+1)}{(2\gamma+1)g_0} \cos [(\gamma+2) \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 \right); \quad (6.13) \\ \frac{\sigma_{L_2}^{\text{рел}}}{\sigma_{L_2}^{\text{нрел}}} &= \frac{3 \cdot 2^{2\gamma-8} [\Gamma(\gamma+1)]^2 (1+g_0^2)^{5-\gamma}}{2(\gamma+1)\Gamma(2\gamma+1) g_0^6} \left(\left(2 + \frac{\gamma-1}{4} \right) \left\{ \sin [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] - \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{(\gamma+1)g_0}{(1+g_0^2)^{1/2}} \cos [(\gamma+2) \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 + \frac{1-\gamma}{4} (2\gamma+1) \left\{ g_0 \sin [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] - \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{\gamma+1}{2\gamma+1} \frac{g_0}{(1+g_0^2)^{1/2}} \sin [(\gamma+2) \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 \right); \\ \frac{\sigma_{L_3}^{\text{рел}}}{\sigma_{L_3}^{\text{нрел}}} &= \frac{3 \cdot 2^{\gamma-8} [\Gamma(\gamma)]^2 (1+g_0^2)^{6-\gamma}}{\Gamma(2\gamma+1) g_0^6} \left(\frac{2+\gamma}{2} \left\{ \sin [\gamma \tanh^{-1} g_0] - \frac{g_0}{(1+g_0^2)^{1/2}} \times \right. \right. \\ &\quad \left. \left. \times \cos [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 + \frac{2-\gamma}{2} \left\{ \frac{3}{\gamma-1} \frac{(1+g_0^2)^{1/2}}{g_0} \sin [(\gamma-1) \tanh^{-1} g_0] - \right. \right. \\ &\quad \left. \left. - \frac{(\gamma+1)g_0}{(1+g_0^2)^{1/2}} \sin [(\gamma+1) \tanh^{-1} g_0] - 3 \cos [\gamma \tanh^{-1} g_0] \right\}^2 \right); \end{aligned}$$

где $\sigma_{\text{рел}}/\sigma_{\text{нрел}}$ – отношение релятивистского сечения к нерелятивистскому; $\gamma = [k^2 - \alpha^2(Z - \sigma)^2]^{1/2}$, k – релятивистское квантовое число; $\Gamma(x)$ – гамма-функция; $g_0 = a_2 g_{\text{min}}$, $a_2 = a_0 / n(Z - \sigma) - 1$, a_0 – боровский радиус, n – главное квантовое число; $g_{\text{min}}^2 = 2M_1 E_1 [1 - (1 - (1 - U/E)^{1/2})^2]$.

При выводе выражений (6.13) учитывались нерелятивистские водородоподобные волновые функции для $\sigma_{\text{нрел}}$ и волновые функции Дирака для $\sigma_{\text{рел}}$. Таким образом, используя выражения (6.8) – (6.11) или данные рис. 6.2, легко рассчитать по (6.13) сечения ионизации электронов К- и L-оболочек в тяжелых атомных системах, где внутренние электроны являются релятивистскими. Роль релятивистской поправки при различных энергиях налетающих частиц особенно существенна для низкоэнергетических ионов (рис. 6.3).

6.1.4. Поток рентгеновской флуоресценции

Максимум сечения ионизации достигается при энергии ионов порядка $E \sim M_1 U/m$. Для кремния, например, энергия связи К-электронов равна 1,8 кэВ, и,

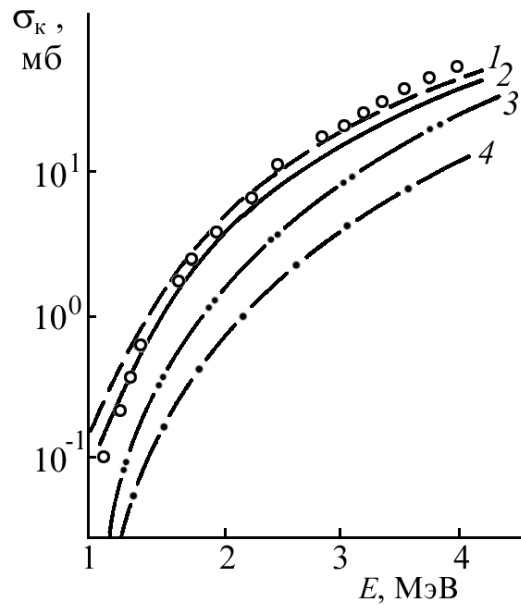


Рис. 6.3. Сравнение теоретических и экспериментальных данных по ионизации электронов К-оболочки атомов золота протонами: 1 – расчет в БППВ, скорректированный на эффект релятивизма электронов, согласно; 2 – в БППВ с учетом (6.12); 3 – в БППВ без учета поправок; 4 – в БППВ с учетом поправок на кулоновское отклонение траектории частицы и изменение энергии связи электрона: \circ – экспериментальные данные

Следовательно, максимальное значение сечения ионизации соответствует энергии около 3,5 МэВ. С другой стороны, при такой энергии

возрастает соответственно и фон, связанный с выбиванием вторичных электронов. Поэтому в большинстве случаев для элементного анализа энергия возбуждающего пучка

выбирается более низкой: $E \leq \frac{M_1}{m} U$. Асимптотическая формула

для сечения ионизации в случае низких энергий дает следующую его зависимость от энергии, массы налетающей частицы и порядкового номера примеси: $\sigma \sim E^4 / M_1^4 Z_s^8 \Theta^8$. Принимая во внимание, что Θ имеет величину порядка единицы, а $Z_s \approx Z_2$, сечение ионизации будет обратно пропорционально восьмой степени порядкового номера примеси. Поэтому при обычно используемых энергиях возбуждающего ионного пучка (~ 1 МэВ) чувствительность анализа по выходу ХРИ легких примесей выше, чем тяжелых. Сечение возбуждения ХРИ превышает сечение обратного рассеяния для легких элементов и увеличивается с возрастанием энергии пучка частиц (рис. 6.4).

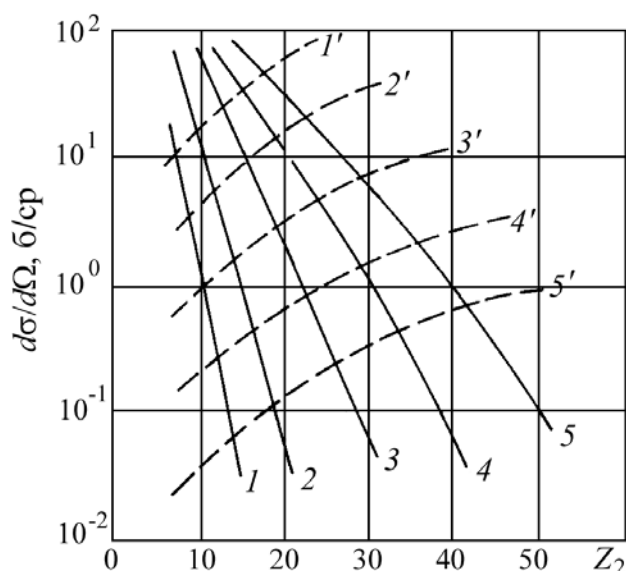


Рис. 6.4. Зависимость сечения рассеяния ионов He^+ (штриховые кривые) и возбуждения K -излучения протонами (сплошные кривые) в единицу телесного угла в направлении 150° от E и Z_2 :
 1, 1' – $E = 100$ кэВ; 2, 2' – $E = 200$ кэВ; 3, 3' – $E = 500$ кэВ;
 4, 4' – $E = 1000$ кэВ; 5, 5' – $E = 2000$ кэВ

Сечение ионизации при бомбардировке мишеней тяжелыми ионами ($Z \geq 3$) на два-три порядка выше рассчитанного в предположении ударного кулоновского механизма ионизации. Выход рентгеновского излучения при возбуждении тяжелыми ионами может быть значительным уже при низких энергиях порядка $10 \dots 100$ кэВ. Сечение ионизации

при ион-атомных столкновениях для тяжелых ионов немонотонно зависит от порядковых номеров атомов мишени и ионов. Глубина осцилляций $\sigma(Z1)$ достигает двух-трех порядков. Поэтому при соответствующем выборе сорта ионов представляется возможность селективно возбуждать исследуемые примеси.

Тяжелые ионы вследствие более сильного упругого и неупругого торможения быстро останавливаются в мишени и возбуждают рентгеновское излучение только с тонких приповерхностных слоев толщиной порядка 10 нм. Поэтому их целесообразно использовать для анализа приповерхностных областей, а также исследования имплантированных слоев. В последнем случае этот метод применяют в сочетании с послойным травлением материала образца либо без разрушения его путем изменения энергии частиц или геометрии эксперимента.

В то же время необходимо указать на отрицательные стороны рентгеноспектрального анализа с возбуждением тяжелыми ионами. Бомбардировка поверхности образца такими ионами часто приводит к изменению свойств образца вследствие внедрения в глубь образца анализирующих частиц. Тяжелые ионы производят большие радиационные повреждения в образце, чем легкие.

Сечения ионизации и торможения тяжелых ионов сложным образом зависят от порядкового номера партнеров по столкновению и в большинстве случаев известны с недостаточной точностью для проведения количественного анализа. Поэтому при интерпретации экспериментальных данных необходимо применять эталонные образцы. Вероятность образования внутренних вакансий при столкновении тяжелых атомов с атомами мишени определяется в основном расстоянием между ядрами атомных систем и слабо зависит от относительной скорости столкновения. Образование вакансий во внутренних оболочках происходит за счет перехода электрона на незанятые энергетические уровни в квазимолекуле, формирующейся в процессе ион-атомного столкновения. После разлета партнеров по столкновению такой электрон может оказаться в непрерывном спектре.

После того, как в результате ионизации электрона во внутренней оболочке образуется вакансия, на освободившееся место переходит электрон с одной из более удаленных от ядра оболочек. При этом испускается либо квант рентгеновского излучения, уносящий избыточную энергию, либо вторичный электрон. Первый процесс называется флуоресценцией, второй – оже-эффектом. В тяжелых атомах преобладают радиационные переходы, сопровождающиеся испусканием квантов рентгеновского излучения. Энергия последних равна разности энергии связи электрона в состояниях, между которыми произошел переход. В

легких атомах преобладают безрадиационные переходы с испусканием оже-электронов.

Вакансии в отдельных L-подоболочках и последующих внешних оболочках могут заполняться и электронами более удаленных подоболочек этих же оболочек. Такие переходы называются переходами Костера – Кронига. Переходы Костера – Кронига приводят к перераспределению вакансий между подоболочками в пределах оболочки, причем вакансии как бы переходят на внешние подоболочки.

В спектре рентгеновского излучения отдельным радиационным переходам соответствуют линии, характерные для атомов определенного элемента (табл. 6.5).

Таблица 6.5

Относительные интенсивности K_{β} / K_{α}

Z_2	K_{β} / K_{α}	Z_2	K_{β} / K_{α}	Z_2	K_{β} / K_{α}
12	0,013	40	0,190	68	0,260
14	0,027	42	0,197	70	0,264
16	0,059	44	0,204	72	0,267
18	0,105	46	0,210	74	0,269
20	0,128	48	0,213	76	0,273
22	0,134	50	0,220	78	0,275
24	0,135	52	0,225	80	0,278
26	0,135	54	0,232	82	0,280
28	0,135	56	0,237	84	0,283
30	0,138	58	0,242	86	0,286
32	0,147	60	0,247	88	0,287
34	0,157	62	0,250	90	0,288
36	0,172	64	0,255	92	0,289
38	0,180	66	0,257	94	0,291

Эти линии – характеристическое рентгеновское излучение. Наиболее интенсивные линии соответствуют так называемым дипольным переходам со следующими изменениями квантовых чисел состояний: $|\Delta l| = 1$; $|\Delta j| = 0$, $|\Delta j| = 1$, $|\Delta n| \neq 0$. При заполнении вакансий в одной из оболочек или подоболочек высвечивается серия линий, соответствующая переходу на уровень, где имелась вакансия. Если интенсивность наиболее сильных линий $K\alpha_1$, $L\alpha_1$, $M\alpha$ принять за 100 %, то интенсивность линий $K\alpha_2$ равна 50 %, $K\beta_1$ – 20, $K\beta_2$ – 6, $K\beta_3$ – 10, $L\alpha_2$ – 10, $L\beta_1$ – 50, $L\beta_2$ – 20, $L\beta_3$, $L\beta_4$ – 5...6, $L\gamma_1$ – 2, $M\beta$ – 50, $M\gamma$ – 1...2 %.

Относительная интенсивность линий несколько зависит от порядкового номера элемента, в особенности для тех линий, которые связаны

с переходами с внешних оболочек. Экспериментально показано, что соотношения между интенсивностями линий мало зависят от способа возбуждения ХРИ и приблизительно одинаковы как при флуоресцентном возбуждении рентгеновскими квантами, так и при ударном возбуждении протонами или альфа-частицами. (Энергетические положения линий характеристического рентгеновского излучения представлены в таблицах практически для всех элементов.)

Вероятность заполнения вакансий в той или иной оболочке или подоболочке при переходе, сопровождаемом выходом ХРИ, называется выходом рентгеновской флуоресценции. Сумма вероятностей выхода рентгеновской флуоресценции и оже-электронов равна единице. Сечение выхода ХРИ при ионизации К-электронов $\sigma_{Kx} = \omega_K \sigma_K$, где σ – сечение ионизации; ω – выход рентгеновской флуоресценции, который зависит от порядкового номера атомов и для широкого интервала значений Z может быть определен по формуле

$$\left(\frac{\omega_K}{1 - \omega_K} \right)^{1/4} = A + BZ_2 + CZ_2^3 \quad (6.11)$$

Наилучшее согласие результатов по (6.14) с экспериментом получается для следующих значений коэффициентов: $A = 0,015 \pm 0,01$, $B = 0,0327 \pm 0,0005$, $C = -(0,64 \pm 0,07) \cdot 10^{-6}$. Первый член в (6.14) учитывает поправку на экранирование, а последний – релятивистскую поправку, которая пренебрежимо мала для легких атомов.

Для выхода флуоресценции L-оболочки теоретический и экспериментальный методы усложняются, так как последняя имеет три подоболочки. Вакансии из отдельных подоболочек могут переходить на более высокие подоболочки посредством переходов Костера – Кронига, поэтому выход рентгеновской флуоресценции определяется первоначальным распределением вакансий по подоболочкам, вероятностями переходов Костера – Кронига и выходами флуоресценции отдельных подоболочек. Сечение выхода ХРИ L-серии определяется по формуле $\sigma_{Lx} = v_1 \sigma_1 + v_2 \sigma_2 + v_3 \sigma_3$, где σ_i – сечение ионизации соответствующих подоболочек; v_i – вероятность испускания квантов L-серии, обусловленная наличием первичной вакансии на 1-й подоболочке. Вероятности v_i связаны с вероятностями переходов Костера – Кронига f_{ij} и выходами флуоресценции отдельных подоболочек ω_i : $v_1 = \omega_1 + f_{12}\omega_2 + (f_{13} + f_{12} f_{23}) \omega_3$; $v_2 = \omega_3 + f_{23}\omega_3$; $v_3 = \omega_3$.

Выходы флуоресценции для отдельных подоболочек и вероятности переходов Костера – Кронига для L- и M-оболочек приведены соответственно в справочной литературе. Выражения для выхода рентгенов-

ской флуоресценции М-оболочек более громоздки, так как М-оболочка включает в себя пять подоболочек. Поэтому для нее часто используют среднее значение выхода рентгеновской флуоресценции $\bar{\omega}_M$, соответствующим образом усредненное по подоболочкам.

Возбуждаемое ускоренными ионами ХРИ при выходе из толстых мишеней частично ослабляется из-за его поглощения атомами мишени. Дополнительное поглощение излучения происходит на входном окне детектирующей системы. Как газовые счетчики, так и полупроводниковые кремний-литиевые (германий-литиевые) детекторы должны быть изолированы от вакуумной системы. (В случае газовых счетчиков окно предотвращает вытекание рабочего газа в вакуумную систему, а полупроводниковые детекторы предохраняются входным окном от загрязнений, содержащихся в техническом вакууме с давлением 10^{-4} – 10^{-5} Па.)

Ослабление пучка монохроматического излучения при увеличении пути его в мишени описывается формулой Ламберта – Бера

$$I_t = I_0 \exp(-\mu t), \quad (6.12)$$

где I_t – интенсивность пучка на глубине t в мишени; I_0 – начальная интенсивность пучка; μ – линейный коэффициент ослабления, равный обратной величине длины пути, на котором происходит ослабление излучения в e раз ($e = 2,7183$), зависит от энергии квантов и состояния вещества. Более удобно использовать массовый коэффициент ослабления (в $\text{см}^2/\text{г}$) $\mu_m = \mu / \rho$, где ρ – плотность среды. Массовый коэффициент поглощения характеризует способность химического элемента поглощать излучение в материале данного сорта.

В случае сложной среды, состоящей из n компонентов, коэффициент ослабления аддитивен:

$$\bar{\mu}_m = \sum_n C_n \mu_{mn}, \quad (6.13)$$

где C_n , μ_{mn} – относительные концентрации отдельных компонентов в мишени и соответствующие им массовые коэффициенты ослабления.

С учетом всех процессов взаимодействия излучения с веществом линейный коэффициент ослабления $\mu = N \sum_l \sigma_l$, где N – число атомов

в 1 см^3 мишени; σ_l – эффективное сечение l -го процесса в пересчете на атом. Диапазон рассматриваемых энергий квантов определяет роль того или иного процесса. Так, при низких энергиях ($E_0 = \hbar\omega < I$, где I – потенциал ионизации внешних электронных оболочек) важным является рэлеевское (упругое) рассеяние, на которое накладывается комбинаци-

онное рассеяние. При упругом (когерентном) рассеянии на связанных электронах энергия рассеянного излучения не изменяется, а изменяется только его пространственное распределение.

При энергиях квантов выше порога ионизации основным механизмом ослабления излучения становится фотоэффект. В этом случае при поглощении кванта $\hbar\omega$ часть энергии превращается в кинетическую энергию фотоэлектрона $\hbar\omega = I_i + E_{кин}$. Здесь I_i – потенциал ионизации i -го электрона; $E_{кин}$ – кинетическая энергия фотоэлектрона. Следовательно, в рентгеновском диапазоне спектра наиболее вероятным процессом взаимодействия излучения с веществом является фотопоглощение. Коэффициент поглощения мягкого рентгеновского излучения с $\hbar\omega \leq 10$ кэВ полностью определяется фотопоглощением. В промежутках между краями поглощения массовый коэффициент μ_m изменяется приблизительно пропорционально третьей степени длины волны λ^3 поглощаемого излучения и пропорционально четвертой степени порядкового номера поглотителя Z^4 .

Эффективное сечение фотопоглощения на К-оболочке для фотонов с энергией $\hbar\omega$ определяется из выражения

$$\sigma_K^{\phi} = \sigma_T \left(\frac{8}{Z_2} \right)^2 \left(\frac{\hbar c}{e^2} \right)^3 \left(\frac{I_K}{\hbar\omega} \right)^{7/2} g(\eta), \quad (6.14)$$

где $\sigma_T = \frac{8\pi}{3} r_e^2 = \frac{8\pi}{3} \left(\frac{e^2}{mc^2} \right)^2 = 6,65 \cdot 10^{-25} \text{ см}^2$ – эффективное сечение томсоновского рассеяния; r_e – классический радиус электрона;

$$g(\eta) = 2\pi \sqrt{\frac{I_K}{\hbar\omega}} \frac{\exp(-4\eta \operatorname{arccotg} \eta)}{1 - e^{-2\pi\eta}},$$

$$\eta = \sqrt{\frac{I_K}{\hbar\omega - I_K}} = \frac{Z_{2\text{эфф}} e^2}{\hbar\omega},$$

$Z_{2\text{эфф}} = Z_2 - 0,3$ – эффективный заряд ядра для каждого из электронов К-оболочки. Здесь принималось

$$I_K = \frac{1}{2} Z_{2\text{эфф}}^2 \frac{e^2}{a_0} = Z_{2\text{эфф}}^2 R_y,$$

где $1\text{Ry} = 13,6 \text{ эВ}$; $a_0 = 0,53 \text{ \AA}$ – боровский радиус. Эффективное сечение фотопоглощения максимально вблизи границы фотопоглощения, когда $\hbar\omega \cong \text{ИК}$:

$$\sigma_K^{\text{фmax}} = \frac{2\pi^2}{3} \left(\frac{4}{2,27} \right) \frac{\alpha}{Z_{2\text{эфф}}^2} a_0^2, \quad (6.15)$$

где $\alpha = \frac{e^2}{\hbar c} = \frac{1}{137}$ – постоянная тонкой структуры. При увеличении $\hbar\omega$ сечение $\sigma_K^{\text{ф}}$ убывает сначала как $(\hbar\omega)^{-8/3}$, а для более жесткого излучения, когда $\hbar\omega \gg \text{ИК}$, – как $(\hbar\omega)^{-7/2}$.

При энергиях квантов, когда $\hbar\omega < \text{ИК}$, эффективное сечение фотоэффекта определяется фотоионизацией электронов L-, M-, ... оболочек атомов мишени.

6.2. Рассеяние рентгеновского излучения веществом

В связи с этим было предложено учитывать изменение энергии связи электрона из-за присутствия заряженной частицы при близких ион-атомных столкновениях, а также влияние отклонения траектории иона в кулоновском поле ядра атомов мишени. Изменение энергии связи может быть учтено путем введения множителя $\varepsilon \geq 1$ таким образом, чтобы эффективная энергия связи была равна $\Theta_n^{\text{эфф}} = \varepsilon\Theta_n$. Окончательное выражение для сечения ионизации с учетом обеих поправок имеет вид

$$\sigma_n(E) = \sigma_n(E') \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \left(1 - \frac{2Z_1 U'}{E} \right)^{1/2} \right]^2, \quad (6.16)$$

где $E' = E - 2Z_1 U$; $U' = \varepsilon U$.

Расчеты сечения ионизации в ПВС и БППВ с учетом и без учета поправок показали, что учет поправок необходим не только для K-оболочек, но и для L-оболочек (рис. 6.1). Причем поправки для L-оболочек еще более важны, особенно для легких элементов. Достаточно точно описывается сечение ионизации L-оболочек легких элементов при учете поправок на кулоновское отклонение траекторий и изменение энергии связи. Для определения сечения ионизации электронов K-оболочек тяжелых атомов ($Z \geq 40$) существенными становятся релятивистские поправки (учет релятивистских волновых функций).

В ПБС так же, как и в БППВ, применяя водородоподобные волновые функции для атомных состояний, можно получить «универсаль-

ные» кривые для сечений ионизации отдельных под-оболочек. Принимая во внимание, что водородоподобные волновые функции являются приемлемым приближением для К-электронов, на рис. 6.2 приведена универсальная кривая для сечений ионизации, рассчитанная в ПБС для 1s-состояния. Отклонение экспериментальных точек от универсальной кривой может быть следствием того, что волновые функции отличаются от водородоподобных. Зная энергию связи электронов К-оболочки, с помощью универсальной кривой (см. рис. 6.2) легко определить значение сечения ионизации для заданной энергии налетающих частиц. При использовании водородоподобных волновых функций в ПБС устанавливается масштабный закон, который позволяет вычислить сечение ионизации электрона с энергией связи UB, если известно сечение ионизации электрона с энергией связи UA:

$$\sigma(UB, E^*) = (UA / UB)^2 \sigma(UA, E), \quad (6.17)$$

где $E^* = (UB / UA)E$.

6.2.1. Рассеяние свободными электронами

Аналогичные выражения могут быть записаны для вкладов в полное сечение поглощения Li-подобной оболочки с учетом двух 2s-электронов:

$$\sigma_{L_1}^{\Phi} = \frac{2^{14} \pi \hbar a_0}{3mc} \frac{(v_1/v)^4}{(Z_2 - S_L)^2} \left(1 + 3 \frac{v_1}{v} \right) \frac{\exp[-8(\upsilon/\upsilon_1)]}{1 - \exp(-4\pi\upsilon/\upsilon_1)} \quad (6.18)$$

и с учетом шести 2p-электронов:

$$\sigma_{L_2}^{\Phi} + \sigma_{L_3}^{\Phi} = \frac{2^{14} \pi \hbar a_0}{3mc} \frac{(v_1/v)^5}{(Z_2 - S_L)^2} \left(3 + 8 \frac{v_1}{v} \right) \frac{\exp[-8(\upsilon/\upsilon_1)] \operatorname{arccotg}(\upsilon/\upsilon_1)}{1 - \exp(-4\pi\upsilon/\upsilon_1)}, \quad (6.19)$$

где $v_1 = \frac{1}{4} \frac{(Z_2 - S_L)^2 Ry}{h}$; $v_2 = \frac{1}{2} \frac{e^2}{\hbar} (Z_2 - S_L)$ – орбитальная скорость

электронов в начальном состоянии; $\hbar\omega = \frac{\hbar\omega}{2\pi Ry}$; $\frac{v}{v_1} = 1 + \left(\frac{\upsilon}{\upsilon_1} \right)^2$.

При $\hbar\omega \geq mc^2$ (m, c – масса покоя и скорость электрона) для расчета полного коэффициента ослабления излучения наряду с фотоэффектом необходимо учитывать неупругое рассеяние квантов (эффект Комптона), поглощение фотонов в результате рождения электрон-позитронных пар в поле ядер и электронов, а также фотоядерных реакций. (В нашей задаче эта область энергий не носит принципиального характера.)

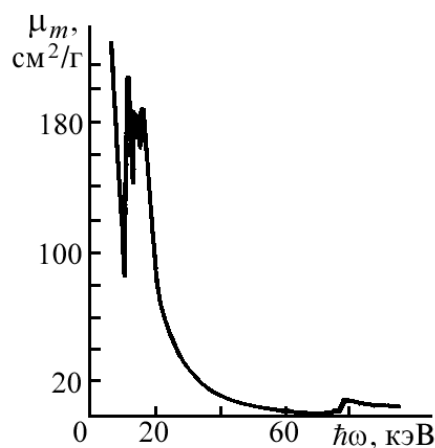


Рис. 6.5. Зависимость μ_m для платины от энергии проходящего излучения

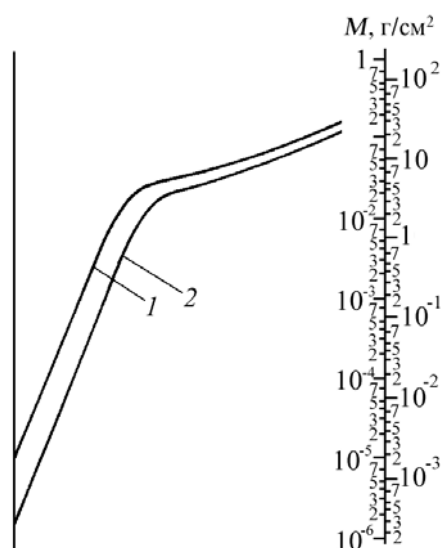


Рис. 6.6. Кривые пропускания рентгеновского излучения пленками бериллия (1) и майлара (2) различной толщины

Массовый коэффициент поглощения μ_m с увеличением энергии квантов вначале быстро уменьшается (рис. 6.5).

Излучение при этом поглощается только в М- и более высоких оболочках атомов платины. Затем наблюдаются три скачка (11,56; 13,27 и 13,88 кэВ), обусловленные поглощением в L3-, L2- и L1-подоболочках соответственно. Скачок при энергии 78,4 кэВ обусловлен поглощением на электронах К-оболочки.

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий К-, L- и М-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) ($C_{10}H_8O_4$, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

Для регистрации спектров ХРИ с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно применяют блок детектирования с Si(Li) или Ge(Li) детектором. Для Cu K α -линии (5,9 кэВ) разрешение его составляет 200...300 эВ. Это позволяет при анализе по K-линиям разрешать соседние элементы, т. е. $\Delta Z = 1$. Эффективность регистрации полупроводниковых детекторов для энергий квантов ниже 1,5 кэВ резко падает и приближается к нулю при $\hbar\omega \cong 1$ кэВ.

Для исследований легких элементов, K-излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

Приведем энергии K-, L- и M-линий ХРИ как функции Z (рис. 6.7). Энергетическое разрешение рентгеновских детекторов (1 – СРПП, 2 – Si(Li)) на линии излучения $E = 5,9$ кэВ представлено в правой части рисунка масштабными отрезками. Из хода зависимостей видно, что разрешающая способность метода относительно порядкового номера элемента по K-линии ХРИ при энергетическом разрешении в 300 эВ лучше, чем по L- и M-линиям.

Однако при проведении экспериментальных исследований помимо разрешения по Z необходимо учитывать и чувствительность метода по концентрации. Для элементов с порядковым номером в диапазоне $20 \leq Z_2 \leq 30$ более высокая чувствительность метода по концентрации обеспечивается при проведении анализа по L-линиям, чем по K-линиям. Поэтому при экспериментальных исследованиях в каждом конкретном

случае необходимо осуществлять выбор линий в соответствии с конкретными задачами.

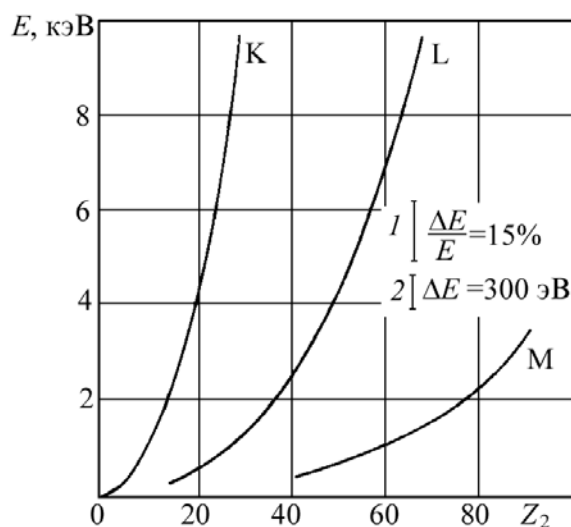


Рис. 6.7. Энергия квантов ХРИ К-, L- и M-серий элементов как функция порядкового номера

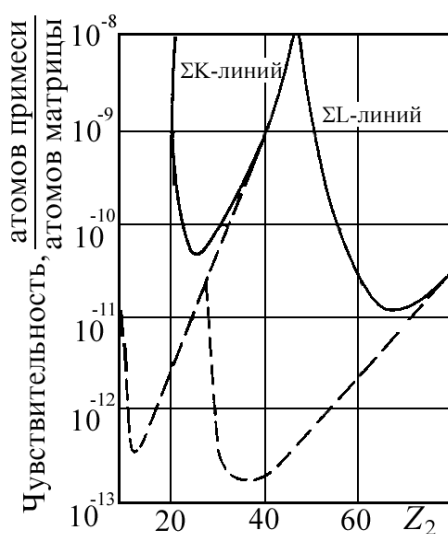


Рис. 6.8. Чувствительность метода ХРИ к следам элементов в осадке, полученном испарением 1 см^3 воды. Время анализа 10 мин, $j = 0,5 \text{ мкА}$ при анализе протонами с $E = 700 \text{ кэВ}$

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы (рис. 6.8). Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспериментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку май-

лара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ 10-7 – 10-8.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_n x_d)], \quad (6.20)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ – угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и μ_n – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и S_{1n} , связанные друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x [E_1 - S_1(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x [E_1 - \Delta E - S_{1n}(x_1 + Bx_0)]}. \quad (6.21)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов. Будем анализировать пленки, толщина которых меньше пробега зондирующих ионов в веществе пленки. Выход ХРИ от поверхностной пленки, состоящей из атомов 1-го сорта, можно записать в виде

$$Y_i = \frac{\Omega}{4\pi \cos \psi} \varepsilon N_i \int_{E_0}^{E_1} \sigma_x(E) \left(\frac{dE}{dx} \right)^{-1} \exp \left[-\frac{\mu x(E)}{\cos \varphi} \right] dE, \quad (6.22)$$

где φ – угол регистрации рентгеновского излучения;

$x(E) = \int_{E_0}^{E_x} dE(dE/dx)^{-1}$; dE/dx – потери энергии в зависимости от E ; E_0 – начальная энергия;

$$E_1 = E_0 - \int_0^{\Delta x} \frac{dE}{dx} dx \quad (6.23)$$

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

6.2.2. Упругое рассеяние

Входящие в (6.25) интегралы по энергии представляют собой интегралы выхода рентгеновского излучения от массивных полубесконечных образцов. Таким образом, выход рентгеновского излучения от тонкой пленки может быть выражен следующим образом:

$$Y(E_0, \Delta x) = Y(E_0, \infty) - Y(E_1, \infty) \exp\left(-\frac{\mu \Delta x}{\cos \varphi}\right), \quad (6.24)$$

где $Y(E_0, \Delta x)$ – выход ХРИ от пленки толщиной Δx при возбуждении ионным пучком с начальной энергией E_0 ; $Y(E_0, \infty)$ и $Y(E_1, \infty)$ – выходы от массивного образца при энергии E_0 E_1 соответственно. Энергия E_1 , соответствующая энергии частиц после прохождения пленки, определяется по формуле (6.24). Линейный коэффициент поглощения характеризует поглощение ХРИ от атомов самой пленки.

Если пленка нанесена на поверхность массивного образца, то выход рентгеновского излучения от атомов подложки также изменяется в зависимости от толщины пленки. Изменение выхода от атомов подложки связано с изменением энергии частиц после прохождения пленки, а также с поглощением выходящего излучения материалом пленки. Выход ХРИ от подложки в этом случае может быть определен по формуле

$$Y = Y(E_1) \exp\left(-\frac{\mu \Delta x}{\cos \varphi}\right), \quad (6.25)$$

где $Y(E_1)$ – выход излучения от подложки в отсутствие пленки на поверхности образца при энергии ионов E_1 , определяемой согласно (6.24); μ – коэффициент поглощения рентгеновских квантов от атомов подложки на материале пленки.

Из формул (6.26), (6.27) следует, что для интерпретации экспериментов по выходу ХРИ от слоистых структур необходимо определить выходы рентгеновского излучения от массивных полубесконечных образцов, т. е. таких, толщина которых превышает пробег ионов заданной энергии в изучаемом веществе.

Типичные спектры ХРИ, полученные от пленок никеля на кремнии, представлены на рис. 6.9. Чтобы исключить влияние неточностей в определении эффективности счетчика и сечений выхода ХРИ, рассматривалось относительное изменение выходов с изменением толщины пленки. На рис. 6.10 приведены экспериментально полученные и теоретически рассчитанные зависимости выхода ХРИ от толщины пленок для никеля.

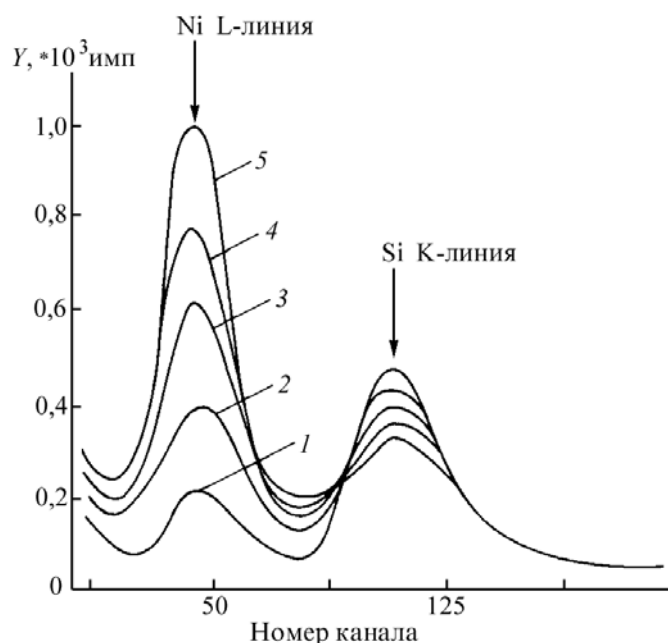


Рис. 6.9. Серия спектров ХРИ, возбуждаемых протонами с $E_0 = 500$ кэВ, для нанесенных на поверхность Si пленок Ni различной толщины (в нм): 1 – 20; 2 – 34; 3 – 49; 4 – 64; 5 – 80

Выход ХРИ от кремния также существенно зависит от толщины покрытия. Это явление может быть использовано для определения толщины пленок, состоящих из элементов, спектр ХРИ от которых по каким-либо причинам не может быть зарегистрирован. Однако сравнение экспериментально зарегистрированного уменьшения выхода с ростом толщины пленок никеля с расчетным показало, что экспериментально наблюдаемое уменьшение выхода несколько больше расчетного (рис. 6.11). Теоретический расчет уменьшения выхода осуществлялся по формуле (6.23) с учетом потерь энергии протонов и поглощения ХРИ

в пленке. Расхождение с экспериментом может быть связано с определенной неточностью описания сечения $\sigma x(E)$ при низких энергиях. В этом случае целесообразно обработку эксперимента проводить путем подгонки изменения выхода ХРИ с толщиной пленки в соответствии с формулой

$$\frac{Y_{Si}}{Y_{OSi}} = (1 - a\Delta x_{Ni}) \exp\left(-\frac{\mu_{Ni}\Delta x_{Ni}}{\cos \varphi}\right). \quad (6.26)$$

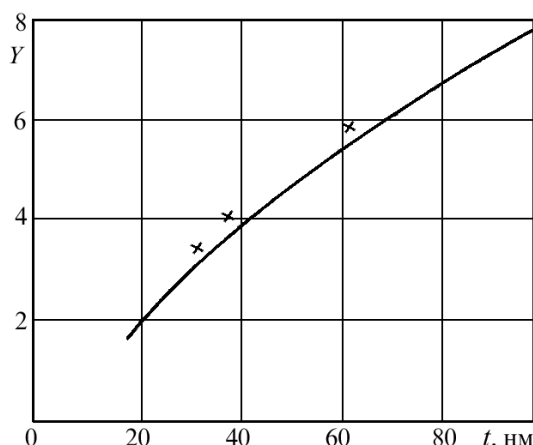


Рис. 6.10. Выход L-серии ХРИ для никеля, возбуждаемого протонами, в зависимости от толщины слоя никеля, нанесенного на кремний

Подгоночная константа a может быть определена по одному эталонному измерению на пленке известной толщины. В частности, для пленок никеля получено значение $a = 4,8 \text{ мкм}^{-1}$.

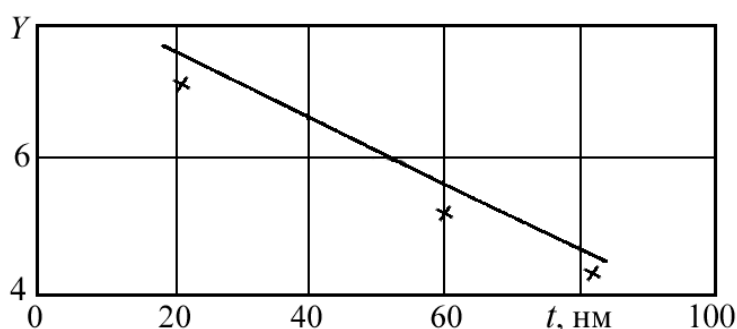


Рис. 6.11. Выход K-серии ХРИ от кремния, возбуждаемого протонами, при различной толщине пленки никеля на поверхности образца

Необходимо отметить, что точность определения толщины пленок по изменению выхода от матрицы сильно зависит от энергии зондирующих ионов. При низких энергиях резко падает сечение выхода ХРИ,

а при высоких энергиях уменьшается влияние толщины пленки на выход ХРИ. В частности, для определения толщины тонких ($10 \text{ нм} \leq \Delta x \leq 50 \text{ нм}$) никелевых пленок на кремнии экспериментально получено, что энергия протонов 300...400 кэВ является оптимальной.

6.2.3. Неупругое рассеяние

Рентгеноспектральный элементный анализ с возбуждением ионами более чувствителен к легким примесям, поэтому применение его удачно дополняет возможности метода ОР, а также позволяет получить информацию о глубинном распределении примесей. Известен ряд способов определения глубинных распределений примесных атомов. Наиболее надежный, но трудоемкий способ основан на послойном снятии материала мишени и регистрации ХРИ, возбуждаемого в атомах примеси пучком тяжелых ионов с энергией порядка 100 кэВ.

Тяжелые атомы имеют большие потери энергии на единицу длины, и поэтому эффективная глубина, с которой генерируется рентгеновское излучение, может быть (при соответствующей энергии ионов зондирующего пучка) меньше характерной глубины залегания ионно-имплантационных профилей. Этим методом исследовались профили распределения атомов сурьмы, внедренных в кремний. Для анализа использовались ионы криптона и молибдена с энергией около 100 кэВ, эффективно возбуждающие М-излучение сурьмы в приповерхностном слое толщиной около 10 нм. Измеряя выход М-излучения сурьмы и последовательно удаляя поверхностные слои с помощью ионного распыления (или контролируемого анодного окисления), был определен профиль распределения сурьмы по глубине кристаллов кремния.

Таким же методом измерено распределение атомов меди, имплантированных в кремний. Возбуждение характеристического L-излучения меди осуществлялось ионами Ne^+ с $E = 40 - 50$ кэВ. Одновременно регистрировалось K-излучение неона, которое в данном случае не разрешалось детектором от L-излучения меди. Было показано, что чувствительность анализа по меди составила $5 \cdot 10^{13}$ атомов/см² в слое толщиной около 10 нм.

Недостатком указанного метода определения профилей примеси является необходимость разрушения образца в процессе измерения.

В ряде работ отработывалась методика по выходу ХРИ при нескольких различных энергиях пучка анализирующих ионов или при изменении угла падения ионного пучка с заданной энергией на исследуемую поверхность образца. Выход ХРИ как функция энергии налетающих ионов определяется соотношением

$$Y(E) = f \int_0^{R_{\max}} N_i(x) \sigma_{x_i} [E(x)] \exp\left(-\frac{\mu x}{\cos \varphi}\right) dx, \quad (6.27)$$

где $N_i(x)$ – распределение концентрации атомов i -го элемента по глубине мишени x ; R_{\max} – максимальная глубина образования ХРИ; f – постоянная, зависящая от условий эксперимента. Энергия иона на глубине x в мишени определяется выражением, аналогичным (6.24):

$$E(x) = E_0 - \int_0^x \frac{dE}{dl} [E(l)] dl, \quad (6.28)$$

где $\frac{dE}{dl}(E)$ – тормозная способность мишени. Зависимость сечения генерации ХРИ от глубины $\sigma_x(x)$ определяется по известным зависимостям $\sigma_x(E)$ и $E(x)$. Значение максимальной глубины зондирования при возбуждении ХРИ ионами определяется начальной энергией ионов, энергией возбуждаемых квантов и поглощением излучения в материале образца. При увеличении энергии ионов, если поглощение излучения не слишком велико, зондируются более глубокие слои.

Зависимость интенсивности выхода ХРИ от угла падения ψ пучка ионов на мишень определяется выражением

$$Y_i(\psi) = \frac{f}{\cos \psi} \int_0^{R_{\max} \cos \psi} N_i(x) \sigma\left(\frac{x}{\cos \psi}\right) \exp\left(-\frac{\mu x}{\cos \psi}\right) dx. \quad (6.29)$$

Разрешение по глубине можно улучшить, если измерить выход ХРИ при скользящих углах падения ионов относительно поверхности мишени. При этом, однако, возрастает площадь излучающей поверхности и усиливается влияние ее шероховатости. Последний фактор может резко изменить точность измерений. Способ изменения угла обладает недостаточной чувствительностью для измерения небольших концентраций ($\leq 20\%$) примесных атомов. Поэтому даже и небольшая погрешность в измерениях выхода ХРИ приводит к большой ошибке в определении профиля концентрации $N_i(x)$. Для повышения точности определения профилей необходимо проводить сравнения экспериментальных кривых по угловой зависимости выхода ХРИ с результатами вычислений для известных профилей.

Методом изменения угла падения пучка ускоренных протонов анализировались слои атомов As, внедренных в кристаллы Si на глубину 110 нм. Для определения профиля атомов As предложен метод нормировки зависимости выхода ХРИ от ориентированной мишени относи-

тельно падающего пучка ионов. В результате сравнения вычисленных зависимостей выхода как функции угла и экспериментально полученной удалось установить не только глубину залегания атомов As, но и асимметричность профиля внедренных атомов.

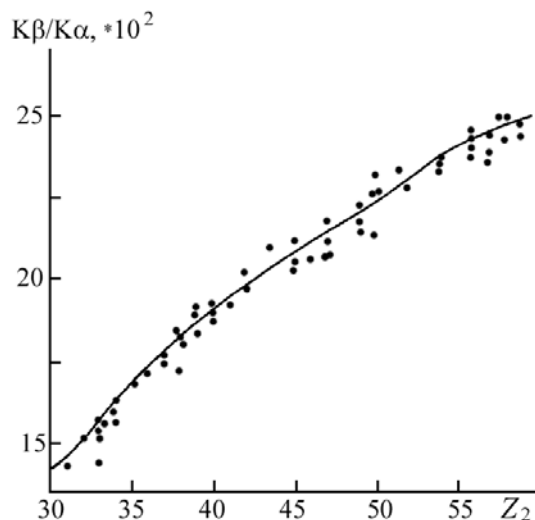


Рис. 6.12. Сравнение экспериментальных значений относительных интенсивностей $K\beta / K\alpha$ с теоретическими данными

Таблица 6.6

Значения коэффициентов b_n

Коэффициент	Значение коэффициента для	
	K-оболочки	L-оболочки
b_0	2,0471	3,6082
b_1	-0,65906 (-2)	0,37123
b_2	-0,47448	-0,36971
b_3	0,99190 (-1)	0,78593 (-4)
b_4	0,46063 (-1)	0,25063 (-2)
b_5	0,60853 (-2)	0,12613 (-2)

Глубину залегания примесных атомов в пределах зондируемого ускоренными частицами слоя можно определить также по различию в поглощении $K\alpha$ - и $K\beta$ -линий ХРИ примесных атомов. Кванты $K\beta$ -линий как более жесткие по отношению к квантам $K\alpha$ -линий поглощаются в материале мишени слабее, поэтому величина отношения $K\beta / K\alpha$ - или $L\beta / L\alpha$ -линий больше для тех атомов, которые располагаются более глубоко в мишени. Соотношение концентраций атомов на поверхности и в глубине образца определяется в результате измерения ве-

личины отношения интенсивностей K_{β}/K_{α} (L_{β} / L_{α}). Этот способ использовался при анализе (ионы ${}^4\text{He}$ с $E = \ll \text{МэВ}$) мишени из алюминия, содержащей 0,6 % атомов Fe, и мишени из алюминия, покрытой пленкой железа толщиной около 40 нм. Соотношение интенсивностей K_{β}/K_{α} для атомов Fe в этих мишенях различалось в 1,5 раза. Относительные интенсивности K_{β} / K_{α} - линий для элементов с $12 \leq Z \leq 94$ приведены в табл. 6.6, а также на рис. 6.12 для атомов с $30 \leq Z \leq 60$.

6.2.4. Рассеяние поляризованного излучения

Массовый коэффициент поглощения μ_m с увеличением энергии квантов вначале быстро уменьшается (рис. 6.5).

Излучение при этом поглощается только в M- и более высоких оболочках атомов платины. Затем наблюдаются три скачка (11,56; 13,27 и 13,88 кэВ), обусловленные поглощением в L3-, L2- и L1-подоболочках соответственно. Скачок при энергии 78,4 кэВ обусловлен поглощением на электронах K-оболочки.

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий K-, L- и M-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) ($\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_4$, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

Для регистрации спектров ХРИ с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно применяют блок детектирования с Si(Li) или Ge(Li) детектором. Для Cu K α -линии (5,9 кэВ) разрешение его составляет 200...300 эВ. Это позволяет при анализе по K-линиям разрешать соседние элементы, т. е. $\Delta Z = 1$. Эффективность регистрации полупроводниковых детекторов для энергий квантов ниже 1,5 кэВ резко падает и приближается к нулю при $\hbar\omega \cong 1$ кэВ.

Для исследований легких элементов, К-излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

Однако при проведении экспериментальных исследований помимо разрешения по Z необходимо учитывать и чувствительность метода по концентрации. Для элементов с порядковым номером в диапазоне $20 \leq Z_2 \leq 30$ более высокая чувствительность метода по концентрации обеспечивается при проведении анализа по L-линиям, чем по K-линиям. Поэтому при экспериментальных исследованиях в каждом конкретном случае необходимо осуществлять выбор линий в соответствии с конкретными задачами.

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы (рис. 6.8). Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспериментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку майлара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ $10^{-7} - 10^{-8}$.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_T x_d)], \quad (6.30)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ –

угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и μ_n – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и S_{1n} , связанные друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x[E_1 - S_1(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x[E_1 - \Delta E - S_{1n}(x_1 + Bx_0)]}. \quad (6.31)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов. Будем анализировать пленки, толщина которых меньше пробега зондирующих ионов в веществе пленки. Выход ХРИ от поверхностной пленки, состоящей из атомов 1-го сорта, можно записать в виде

$$Y_i = \frac{\Omega}{4\pi \cos \psi} \varepsilon N_i \int_{E_0}^{E_1} \sigma_x(E) \left(\frac{dE}{dx} \right)^{-1} \exp \left[- \frac{\mu x(E)}{\cos \varphi} \right] dE, \quad (6.32)$$

где φ – угол регистрации рентгеновского излучения;
 $x(E) = \int_{E_0}^{E_x} dE (dE/dx)^{-1}$; dE/dx – потери энергии в зависимости от E ; E_0 – начальная энергия;

$$E_1 = E_0 - \int_0^{\Delta x} \frac{dE}{dx} dx \quad (6.33)$$

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества

Входящие в (6.25) интегралы по энергии представляют собой интегралы выхода рентгеновского излучения от массивных полубесконечных образцов. Таким образом, выход рентгеновского излучения от тонкой пленки может быть выражен следующим образом:

$$Y(E_0, \Delta x) = Y(E_0, \infty) - Y(E_1, \infty) \exp \left(- \frac{\mu \Delta x}{\cos \varphi} \right), \quad (6.34)$$

где $Y(E_0, \Delta x)$ – выход ХРИ от пленки толщиной Δx при возбуждении ионным пучком с начальной энергией E_0 ; $Y(E_0, \infty)$ и $Y(E_1, \infty)$ – выходы от массивного образца при энергии E_0 E_1 соответственно. Энергия E_1 , соответствующая энергии частиц после прохождения пленки, определяется по формуле (6.24). Линейный коэффициент поглощения характеризует поглощение ХРИ от атомов самой пленки.

Если пленка нанесена на поверхность массивного образца, то выход рентгеновского излучения от атомов подложки также изменяется в зависимости от толщины пленки. Изменение выхода от атомов подложки связано с изменением энергии частиц после прохождения пленки, а также с поглощением выходящего излучения материалом пленки. Выход ХРИ от подложки в этом случае может быть определен по формуле

$$Y = Y(E_1) \exp\left(-\frac{\mu \Delta x}{\cos \varphi}\right), \quad (6.35)$$

где $Y(E_1)$ – выход излучения от подложки в отсутствие пленки на поверхности образца при энергии ионов E_1 , определяемой согласно (6.24); μ – коэффициент поглощения рентгеновских квантов от атомов подложки на материале пленки.

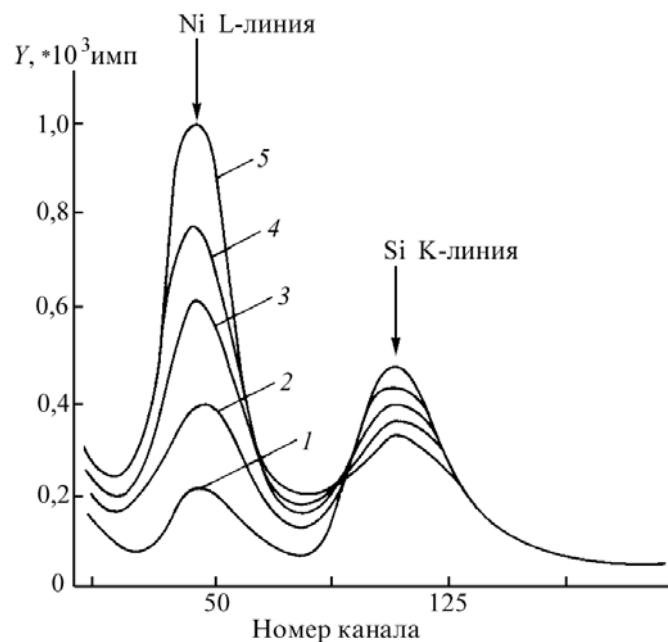


Рис. 6.13. Серия спектров ХРИ, возбуждаемых протонами с $E_0 = 500$ кэВ, для нанесенных на поверхность Si пленок Ni различной толщины (в нм): 1 – 20; 2 – 34; 3 – 49; 4 – 64; 5 – 80

Из формул следует, что для интерпретации экспериментов по выходу ХРИ от слоистых структур необходимо определить выходы рент-

геновского излучения от массивных полубесконечных образцов, т. е. таких, толщина которых превышает пробег ионов заданной энергии в изучаемом веществе.

Типичные спектры ХРИ, полученные от пленок никеля на кремнии, представлены на рис. 6.9. Чтобы исключить влияние неточностей в определении эффективности счетчика и сечений выхода ХРИ, рассматривалось относительное изменение выходов с изменением толщины пленки. На рис. 6.10 приведены экспериментально полученные и теоретически рассчитанные зависимости выхода ХРИ от толщины пленок для никеля.

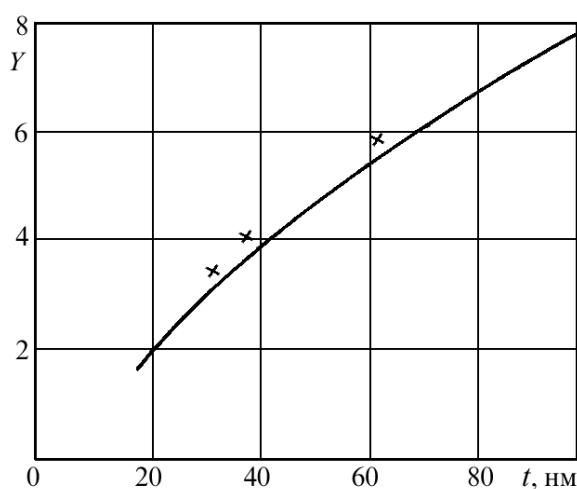


Рис. 6.14. Выход L-серии ХРИ для никеля, возбуждаемого протонами, в зависимости от толщины слоя никеля, нанесенного на кремний

Выход ХРИ от кремния также существенно зависит от толщины покрытия. Это явление может быть использовано для определения толщины пленок, состоящих из элементов, спектр ХРИ от которых по каким-либо причинам не может быть зарегистрирован. Однако сравнение экспериментально зарегистрированного уменьшения выхода с ростом толщины пленок никеля с расчетным показало, что экспериментально наблюдаемое уменьшение выхода несколько больше расчетного (рис. 6.11). Теоретический расчет уменьшения выхода осуществлялся по формуле (6.23) с учетом потерь энергии протонов и поглощения ХРИ в пленке. Расхождение с экспериментом может быть связано с определенной неточностью описания сечения $\sigma_x(E)$ при низких энергиях. В этом случае целесообразно обработку эксперимента проводить путем подгонки изменения выхода ХРИ с толщиной пленки в соответствии с формулой

$$\frac{Y_{Si}}{Y_{0Si}} = (1 - a\Delta x_{Ni}) \exp\left(-\frac{\mu_{Ni}\Delta x_{Ni}}{\cos \varphi}\right). \quad (6.36)$$

Подгоночная константа a может быть определена по одному эталонному измерению на пленке известной толщины. В частности, для пленок никеля получено значение $a = 4,8$ мкм⁻¹.

6.3. Способы рентгеноспектрального анализа

Первоначально ускорение заряженных частиц до энергий, достаточных для осуществления ядерных реакций, проводили под воздействием высокого напряжения в ускорительной трубке. Для получения ускоряющего напряжения выше 200 кВ впервые был использован многократный выпрямитель Кокрофта и Уолтона. Для протонов удавалось, при нескольких МВ получить ток до 10 мА. Из-за сравнительно низких величин энергии эти генераторы редко используют в качестве источника заряженных частиц. В то же время они чрезвычайно подходят в качестве источника нейтронов с энергией 14 МэВ. В нейтронном генераторе с такой энергией дейтронами, ускоренными до нескольких сотен килоэлектронвольт, облучают тритиевую мишень, точнее тритий, имплантированный в титан или цирконий. В результате реакции $t(d,n)\alpha$ ($Q = 17,6$ МэВ) образуются нейтроны с энергией 14,9, 14,1 и 13,3 МэВ под углом соответственно 0° , 90° и 180° к потоку дейтронов с энергией 150 кэВ. Высокое сечение реакции при малой энергии дейтрона (максимальное значение функции возбуждения (110 кэВ)) связано с незначительной величиной кулоновского барьера. Более перспективным и наиболее распространенным в элементном анализе на быстрых ионах явилось использование электростатического генератора Ван-де-Граафа, получившего распространение с 1929 г. Этот ускоритель заряженных частиц с движущейся лентой из диэлектрика на изолированном электроде позволяет получать постоянный потенциал V около 15 МВ и сообщать частицам с зарядом q ускорение до энергии qV .

6.3.1. Подготовка проб и образцов сравнения к анализу

Рентгеноспектральный элементный анализ с возбуждением ионами более чувствителен к легким примесям, поэтому применение его удачно дополняет возможности метода ОР, а также позволяет получить информацию о глубинном распределении примесей. Известен ряд способов определения глубинных распределений примесных атомов. Наиболее надежный, но трудоемкий способ основан на послойном снятии материала мишени и регистрации ХРИ, возбуждаемого в атомах примеси пучком тяжелых ионов с энергией порядка 100 кэВ.

Тяжелые атомы имеют большие потери энергии на единицу длины, и поэтому эффективная глубина, с которой генерируется рентгеновское излучение, может быть (при соответствующей энергии ионов зондиру-

ющего пучка) меньше характерной глубины залегания ионно-имплантационных профилей. Этим методом исследовались профили распределения атомов сурьмы, внедренных в кремний. Для анализа использовались ионы криптона и молибдена с энергией около 100 кэВ, эффективно возбуждающие М-излучение сурьмы в приповерхностном слое толщиной около 10 нм. Измеряя выход М-излучения сурьмы и последовательно удаляя поверхностные слои с помощью ионного распыления (или контролируемого анодного окисления), был определен профиль распределения сурьмы по глубине кристаллов кремния.

Таким же методом измерено распределение атомов меди, имплантированных в кремний. Возбуждение характеристического L-излучения меди осуществлялось ионами Ne^+ с $E = 40 - 50$ кэВ. Одновременно регистрировалось К-излучение неона, которое в данном случае не разрешалось детектором от L-излучения меди. Было показано, что чувствительность анализа по меди составила $5 \cdot 10^{13}$ атомов/см² в слое толщиной около 10 нм.

Недостатком указанного метода определения профилей примеси является необходимость разрушения образца в процессе измерения.

В ряде работ отработывалась методика по выходу ХРИ при нескольких различных энергиях пучка анализирующих ионов или при изменении угла падения ионного пучка с заданной энергией на исследуемую поверхность образца. Выход ХРИ как функция энергии налетающих ионов определяется соотношением

$$Y(E) = f \int_0^{R_{\max}} N_i(x) \sigma_{x_i} [E(x)] \exp\left(-\frac{\mu x}{\cos \varphi}\right) dx, \quad (6.37)$$

где $N_i(x)$ – распределение концентрации атомов i -го элемента по глубине мишени x ; R_{\max} – максимальная глубина образования ХРИ; f – постоянная, зависящая от условий эксперимента. Энергия иона на глубине x в мишени определяется выражением, аналогичным (6.24):

$$E(x) = E_0 - \int_0^x \frac{dE}{dl} [E(l)] dl, \quad (6.38)$$

где $\frac{dE}{dl}(E)$ – тормозная способность мишени. Зависимость сечения генерации ХРИ от глубины $\sigma_x(x)$ определяется по известным зависимостям $\sigma_x(E)$ и $E(x)$. Значение максимальной глубины зондирования при возбуждении ХРИ ионами определяется начальной энергией ионов, энергией возбуждаемых квантов и поглощением излучения в материале об-

разца. При увеличении энергии ионов, если поглощение излучения не слишком велико, зондируются более глубокие слои.

Зависимость интенсивности выхода ХРИ от угла падения ψ пучка ионов на мишень определяется выражением

$$Y_i(\psi) = \frac{f}{\cos \psi} \int_0^{R_{\max} \cos \psi} N_i(x) \sigma\left(\frac{x}{\cos \psi}\right) \exp\left(-\frac{\mu x}{\cos \psi}\right) dx. \quad (6.39)$$

Разрешение по глубине можно улучшить, если измерить выход ХРИ при скользких углах падения ионов относительно поверхности мишени. При этом, однако, возрастает площадь излучающей поверхности и усиливается влияние ее шероховатости. Последний фактор может резко изменить точность измерений. Способ изменения угла обладает недостаточной чувствительностью для измерения небольших концентраций ($\leq 20\%$) примесных атомов. Поэтому даже и небольшая погрешность в измерениях выхода ХРИ приводит к большой ошибке в определении профиля концентрации $N_i(x)$. Для повышения точности определения профилей необходимо проводить сравнения экспериментальных кривых по угловой зависимости выхода ХРИ с результатами вычислений для известных профилей.

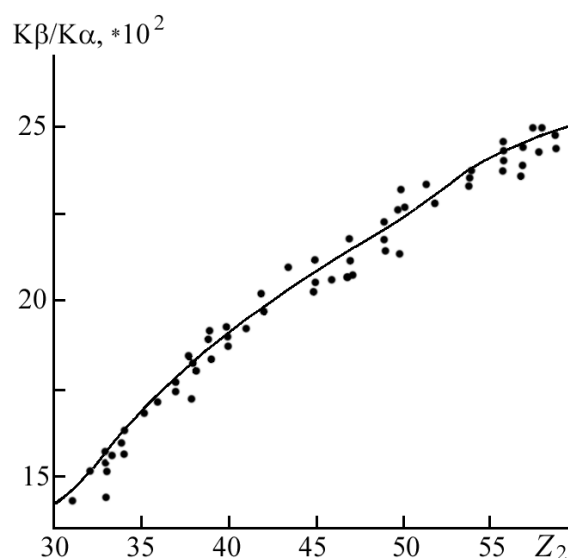


Рис. 6.15. Сравнение экспериментальных значений относительных интенсивностей $K\beta/K\alpha$ с теоретическими данными

Методом изменения угла падения пучка ускоренных протонов анализировались слои атомов As, внедренных в кристаллы Si на глубину 110 нм. Для определения профиля атомов As предложен метод нормировки зависимости выхода ХРИ от ориентированной мишени относи-

тельно падающего пучка ионов. В результате сравнения вычисленных зависимостей выхода как функции угла и экспериментально полученной удалось установить не только глубину залегания атомов As, но и асимметричность профиля внедренных атомов.

Глубину залегания примесных атомов в пределах зондируемого ускоренными частицами слоя можно определить также по различию в поглощении K_{α} - и K_{β} -линий ХРИ примесных атомов. Кванты K_{β} -линий как более жесткие по отношению к квантам K_{α} -линий поглощаются в материале мишени слабее, поэтому величина отношения K_{β} / K_{α} - или L_{β} / L_{α} -линий больше для тех атомов, которые располагаются более глубоко в мишени. Соотношение концентраций атомов на поверхности и в глубине образца определяется в результате измерения величины отношения интенсивностей K_{β}/K_{α} (L_{β} / L_{α}). Этот способ использовался при анализе (ионы ${}^4\text{He}$ с $E = \ll \text{МэВ}$) мишени из алюминия, содержащей 0,6 % атомов Fe, и мишени из алюминия, покрытой пленкой железа толщиной около 40 нм. Соотношение интенсивностей K_{β} / K_{α} для атомов Fe в этих мишенях различалось в 1,5 раза. Относительные интенсивности K_{β} / K_{α} -линий для элементов с $12 \leq Z \leq 94$ приведены в табл. 6.6, а также на рис. 6.12 для атомов с $30 \leq Z \leq 60$.

6.3.2. Рентгеноспектральные измерения и их погрешности

Для исследований легких элементов, K -излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

Однако при проведении экспериментальных исследований помимо разрешения по Z необходимо учитывать и чувствительность метода по концентрации. Для элементов с порядковым номером в диапазоне $20 \leq Z_2 \leq 30$ более высокая чувствительность метода по концентрации обеспечивается при проведении анализа по L -линиям, чем по K -линиям. Поэтому при экспериментальных исследованиях в каждом конкретном случае необходимо осуществлять выбор линий в соответствии с конкретными задачами.

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы. Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспери-

ментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку майлара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ 10-7 – 10-8.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_{\text{п}} x_d)], \quad (6.40)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ – угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и $\mu_{\text{п}}$ – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и $S_{1\text{п}}$, связанные друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x [E_1 - S_1(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x [E_1 - \Delta E - S_{1\text{п}}(x_1 + Bx_0)]}. \quad (6.41)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов. Будем анализировать пленки, толщина которых меньше пробега зондирующих ионов в веществе пленки. Выход ХРИ от поверхностной пленки, состоящей из атомов 1-го сорта, можно записать в виде

$$Y_i = \frac{\Omega}{4\pi \cos \varphi} \varepsilon N_i \int_{E_0}^{E_1} \sigma_x(E) \left(\frac{dE}{dx} \right)^{-1} \exp \left[- \frac{\mu x(E)}{\cos \varphi} \right] dE, \quad (6.42)$$

где φ – угол регистрации рентгеновского излучения;
 $x(E) = \int_{E_0}^{E_x} dE (dE/dx)^{-1}$; dE/dx – потери энергии в зависимости от E ; E_0 – начальная энергия;

$$E_1 = E_0 - \int_0^{\Delta x} \frac{dE}{dx} dx \quad (6.43)$$

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества

Входящие в (6.25) интегралы по энергии представляют собой интегралы выхода рентгеновского излучения от массивных полубесконечных образцов. Таким образом, выход рентгеновского излучения от тонкой пленки может быть выражен следующим образом:

$$Y(E_0, \Delta x) = Y(E_0, \infty) - Y(E_1, \infty) \exp \left(- \frac{\mu \Delta x}{\cos \varphi} \right), \quad (6.44)$$

где $Y(E_0, \Delta x)$ – выход ХРИ от пленки толщиной Δx при возбуждении ионным пучком с начальной энергией E_0 ; $Y(E_0, \infty)$ и $Y(E_1, \infty)$ – выходы от массивного образца при энергии E_0 E_1 соответственно. Энергия E_1 , соответствующая энергии частиц после прохождения пленки, определяется по формуле (6.24). Линейный коэффициент поглощения характеризует поглощение ХРИ от атомов самой пленки.

Если пленка нанесена на поверхность массивного образца, то выход рентгеновского излучения от атомов подложки также изменяется в зависимости от толщины пленки. Изменение выхода от атомов подложки связано с изменением энергии частиц после прохождения пленки, а также с поглощением выходящего излучения материалом пленки. Выход ХРИ от подложки в этом случае может быть определен по формуле

$$Y = Y(E_1) \exp \left(- \frac{\mu \Delta x}{\cos \varphi} \right), \quad (6.45)$$

где $Y(E_1)$ – выход излучения от подложки в отсутствие пленки на поверхности образца при энергии ионов E_1 , определяемой согласно μ – коэффициент поглощения рентгеновских квантов от атомов подложки на материале пленки.

В связи с этим было предложено учитывать изменение энергии связи электрона из-за присутствия заряженной частицы при близких ион-атомных столкновениях, а также влияние отклонения траектории иона в кулоновском поле ядра атомов мишени. Изменение энергии связи может быть учтено путем введения множителя $\varepsilon \geq 1$ таким образом, чтобы эффективная энергия связи была равна $\Theta_n^{\text{эфф}} = \varepsilon \Theta_n$. Окончательное выражение для сечения ионизации с учетом обеих поправок имеет вид

$$\sigma_n(E) = \sigma_n(E') \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \left(1 - \frac{2Z_1 U'}{E} \right)^{1/2} \right]^2, \quad (6.46)$$

где $E' = E - 2Z_1 U$; $U' = \varepsilon U$.

Расчеты сечения ионизации в ПБС и БППВ с учетом и без учета поправок показали, что учет поправок необходим не только для К-оболочек, но и для L-оболочек (рис. 6.1). Причем поправки для L-оболочек еще более важны, особенно для легких элементов. Достаточно точно описывается сечение ионизации L-оболочек легких элементов при учете поправок на кулоновское отклонение траекторий и изменение энергии связи. Для определения сечения ионизации электронов К-оболочек тяжелых атомов ($Z \geq 40$) существенными становятся релятивистские поправки (учет релятивистских волновых функций).

В ПБС так же, как и в БППВ, применяя водородоподобные волновые функции для атомных состояний, можно получить «универсальные» кривые для сечений ионизации отдельных под-оболочек. Принимая во внимание, что водородоподобные волновые функции являются приемлемым приближением для К-электронов, на рис. 6.2 приведена универсальная кривая для сечений ионизации, рассчитанная в ПБС для 1s-состояния. Отклонение экспериментальных точек от универсальной кривой может быть следствием того, что волновые функции отличаются от водородоподобных. Зная энергию связи электронов К-оболочки, с помощью универсальной кривой (см. рис. 6.2) легко определить значение сечения ионизации для заданной энергии налетающих частиц. При использовании водородоподобных волновых функций в ПБС устанавливается масштабный закон, который позволяет вычислить сечение ионизации электрона с энергией связи UB, если известно сечение ионизации электрона с энергией связи UA:

$$\sigma(UB, E^*) = (UA / UB)^2 \sigma(UA, E), \quad (6.47)$$

где $E^* = (UB / UA)E$.

Массовый коэффициент поглощения μ_m с увеличением энергии квантов вначале быстро уменьшается (рис. 6.5).

Излучение при этом поглощается только в М- и более высоких оболочках атомов платины. Затем наблюдаются три скачка (11,56; 13,27 и 13,88 кэВ), обусловленные поглощением в L3-, L2- и L1-подоболочках соответственно. Скачок при энергии 78,4 кэВ обусловлен поглощением на электронах К-оболочки.

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий К-, L- и М-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) (C₁₀H₈O₄, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

Для регистрации спектров ХРИ с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно применяют блок детектирования с Si(Li) или Ge(Li) детектором. Для Cu K α -линии (5,9 кэВ) разрешение его составляет 200...300 эВ. Это позволяет при анализе по К-линиям разрешать соседние элементы, т. е. $\Delta Z = 1$. Эффективность регистрации полупроводниковых детекторов для энергий квантов ниже 1,5 кэВ резко падает и приближается к нулю при $\hbar\omega \cong 1$ кэВ.

Для исследований легких элементов, К-излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

Однако при проведении экспериментальных исследований помимо разрешения по Z необходимо учитывать и чувствительность метода по концентрации. Для элементов с порядковым номером в диапазоне $20 \leq$

$Z_2 \leq 30$ более высокая чувствительность метода по концентрации обеспечивается при проведении анализа по L-линиям, чем по K-линиям. Поэтому при экспериментальных исследованиях в каждом конкретном случае необходимо осуществлять выбор линий в соответствии с конкретными задачами.

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы (рис. 6.8). Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспериментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку майлара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ $10^{-7} - 10^{-8}$.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_n x_d)], \quad (6.48)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ – угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и μ_n – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и S_{1n} , связанные друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x [E_1 - S_1(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x [E_1 - \Delta E - S_{1n}(x_1 + Bx_0)]}. \quad (6.49)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов. Будем анализировать пленки, толщина которых меньше пробега зондирующих ионов в веществе пленки.

Расчеты сечения ионизации в ПБС и БППВ с учетом и без учета поправок показали, что учет поправок необходим не только для К-оболочек, но и для L-оболочек (рис. 6.1). Причем поправки для L-оболочек еще более важны, особенно для легких элементов. Достаточно точно описывается сечение ионизации L-оболочек легких элементов при учете поправок на кулоновское отклонение траекторий и изменение энергии связи. Для определения сечения ионизации электронов К-оболочек тяжелых атомов ($Z \geq 40$) существенными становятся релятивистские поправки (учет релятивистских волновых функций).

В ПБС так же, как и в БППВ, применяя водородоподобные волновые функции для атомных состояний, можно получить «универсальные» кривые для сечений ионизации отдельных под-оболочек. Принимая во внимание, что водородоподобные волновые функции являются приемлемым приближением для К-электронов, на рис. 6.2 приведена универсальная кривая для сечений ионизации, рассчитанная в ПБС для 1s-состояния. Отклонение экспериментальных точек от универсальной кривой может быть следствием того, что волновые функции отличаются от водородоподобных. Зная энергию связи электронов К-оболочки, с помощью универсальной кривой (см. рис. 6.2) легко определить значение сечения ионизации для заданной энергии налетающих частиц. При использовании водородоподобных волновых функций в ПБС устанавливается масштабный закон, который позволяет вычислить сечение ионизации электрона с энергией связи UB , если известно сечение ионизации электрона с энергией связи UA :

$$\sigma(UB, E^*) = (UA / UB)^2 \sigma(UA, E), \quad (6.50)$$

где $E^* = (UB / UA)E$.

Массовый коэффициент поглощения μ_m с увеличением энергии квантов вначале быстро уменьшается (рис. 6.5).

Излучение при этом поглощается только в M- и более высоких оболочках атомов платины. Затем наблюдаются три скачка (11,56; 13,27 и 13,88 кэВ), обусловленные поглощением в L3-, L2- и L1-подоболочках соответственно. Скачок при энергии 78,4 кэВ обусловлен поглощением на электронах К-оболочки.

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий К-, L- и М-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) ($C_{10}H_8O_4$, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

6.3.3. Способ внешнего стандарта

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий К-, L- и М-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) ($C_{10}H_8O_4$, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

Для регистрации спектров ХРИ с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно применяют блок детектирования с Si(Li) или Ge(Li) детектором. Для Cu $K\alpha$ -линии (5,9 кэВ) разрешение его составляет 200...300 эВ. Это позволяет при анализе по К-линиям разрешать соседние элементы,

т. е. $\Delta Z = 1$. Эффективность регистрации полупроводниковых детекторов для энергий квантов ниже 1,5 кэВ резко падает и приближается к нулю при $\hbar\omega \cong 1$ кэВ.

Для исследований легких элементов, К-излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

Однако при проведении экспериментальных исследований помимо разрешения по Z необходимо учитывать и чувствительность метода по концентрации. Для элементов с порядковым номером в диапазоне $20 \leq Z_2 \leq 30$ более высокая чувствительность метода по концентрации обеспечивается при проведении анализа по L-линиям, чем по K-линиям. Поэтому при экспериментальных исследованиях в каждом конкретном случае необходимо осуществлять выбор линий в соответствии с конкретными задачами.

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы (рис. 6.8). Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспериментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку майлара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ 10-7 – 10-8.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_n x_d)], \quad (6.51)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ – угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и μ_n – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и S_{1n} , связанные друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x [E_1 - S_1(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x [E_1 - \Delta E - S_{1n}(x_1 + Bx_0)]}. \quad (6.52)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов.

6.3.4. Способ добавок

Массовый коэффициент поглощения μ_m с увеличением энергии квантов вначале быстро уменьшается (рис. 6.5).

Излучение при этом поглощается только в М- и более высоких оболочках атомов платины. Затем наблюдаются три скачка (11,56; 13,27 и 13,88 кэВ), обусловленные поглощением в L3-, L2- и L1-подоболочках соответственно. Скачок при энергии 78,4 кэВ обусловлен поглощением на электронах К-оболочки.

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий К-, L- и М-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) (С10Н8О4, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

Для регистрации спектров ХРИ с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно применяют блок детектирования с Si(Li) или Ge(Li) детектором. Для Cu K α -линии (5,9 кэВ) разрешение его составляет 200...300 эВ. Это позволяет при анализе по K-линиям разрешать соседние элементы, т. е. $\Delta Z = 1$. Эффективность регистрации полупроводниковых детекторов для энергий квантов ниже 1,5 кэВ резко падает и приближается к нулю при $\hbar\omega \cong 1$ кэВ.

Для исследований легких элементов, K-излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

6.3.5. Способ внутреннего стандарта

Рентгеноспектральный элементный анализ с возбуждением ионами более чувствителен к легким примесям, поэтому применение его удачно дополняет возможности метода ОР, а также позволяет получить информацию о глубинном распределении примесей. Известен ряд способов определения глубинных распределений примесных атомов. Наиболее надежный, но трудоемкий способ основан на послойном снятии материала мишени и регистрации ХРИ, возбуждаемого в атомах примеси пучком тяжелых ионов с энергией порядка 100 кэВ.

Тяжелые атомы имеют большие потери энергии на единицу длины, и поэтому эффективная глубина, с которой генерируется рентгеновское излучение, может быть (при соответствующей энергии ионов зондирующего пучка) меньше характерной глубины залегания ионно-имплантационных профилей. Этим методом исследовались профили распределения атомов сурьмы, внедренных в кремний. Для анализа использовались ионы криптона и молибдена с энергией около 100 кэВ, эффективно возбуждающие M-излучение сурьмы в приповерхностном слое толщиной около 10 нм. Измеряя выход M-излучения сурьмы и последовательно удаляя поверхностные слои с помощью ионного распы-

ления (или контролируемого анодного окисления), был определен профиль распределения сурьмы по глубине кристаллов кремния.

Таким же методом измерено распределение атомов меди, имплантированных в кремнии. Возбуждение характеристического L-излучения меди осуществлялось ионами Ne^+ с $E = 40 - 50$ кэВ. Одновременно регистрировалось K-излучение неона, которое в данном случае не разрешалось детектором от L-излучения меди. Было показано, что чувствительность анализа по меди составила $5 \cdot 10^{13}$ атомов/см² в слое толщиной около 10 нм.

Недостатком указанного метода определения профилей примеси является необходимость разрушения образца в процессе измерения.

В ряде работ отработывалась методика по выходу ХРИ при нескольких различных энергиях пучка анализирующих ионов или при изменении угла падения ионного пучка с заданной энергией на исследуемую поверхность образца. Выход ХРИ как функция энергии налетающих ионов определяется соотношением.

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы. Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспериментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку майлара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ $10^{-7} - 10^{-8}$.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_T x_d)], \quad (6.53)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ –

угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и μ_n – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и $S_{1п}$, связанные друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x[E_1 - S_1(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x[E_1 - \Delta E - S_{1п}(x_1 + Bx_0)]} \quad (6.54)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов.

В связи с этим было предложено учитывать изменение энергии связи электрона из-за присутствия заряженной частицы при близких ион-атомных столкновениях, а также влияние отклонения траектории иона в кулоновском поле ядра атомов мишени. Изменение энергии связи может быть учтено путем введения множителя $\varepsilon \geq 1$ таким образом, чтобы эффективная энергия связи была равна $\Theta_n^{\text{эфф}} = \varepsilon \Theta_n$. Окончательное выражение для сечения ионизации с учетом обеих поправок имеет вид

$$\sigma_n(E) = \sigma_n(E') \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \left(1 - \frac{2Z_1 U'}{E} \right)^{1/2} \right]^2, \quad (6.55)$$

где $E' = E - 2Z_1 U$; $U' = \varepsilon U$.

Расчеты сечения ионизации в ПВС и БППВ с учетом и без учета поправок показали, что учет поправок необходим не только для К-оболочек, но и для L-оболочек (рис. 6.1). Причем поправки для L-оболочек еще более важны, особенно для легких элементов. Достаточно точно описывается сечение ионизации L-оболочек легких элементов при учете поправок на кулоновское отклонение траекторий и изменение энергии связи. Для определения сечения ионизации электронов К-оболочек тяжелых атомов ($Z \geq 40$) существенными становятся релятивистские поправки (учет релятивистских волновых функций).

В ПВС так же, как и в БППВ, применяя водородоподобные волновые функции для атомных состояний, можно получить «универсальные» кривые для сечений ионизации отдельных под-оболочек. Принимая во внимание, что водородоподобные волновые функции являются

приемлемым приближением для К-электронов, на рис. 6.2 приведена универсальная кривая для сечений ионизации, рассчитанная в ПБС для 1s-состояния. Отклонение экспериментальных точек от универсальной кривой может быть следствием того, что волновые функции отличаются от водородоподобных. Зная энергию связи электронов К-оболочки, с помощью универсальной кривой (см. рис. 6.2) легко определить значение сечения ионизации для заданной энергии налетающих частиц. При использовании водородоподобных волновых функций в ПБС устанавливается масштабный закон, который позволяет вычислить сечение ионизации электрона с энергией связи UB , если известно сечение ионизации электрона с энергией связи UA :

$$\sigma(UB, E^*) = (UA / UB)^2 \sigma(UA, E), \quad (6.56)$$

где $E^* = (UB / UA)E$.

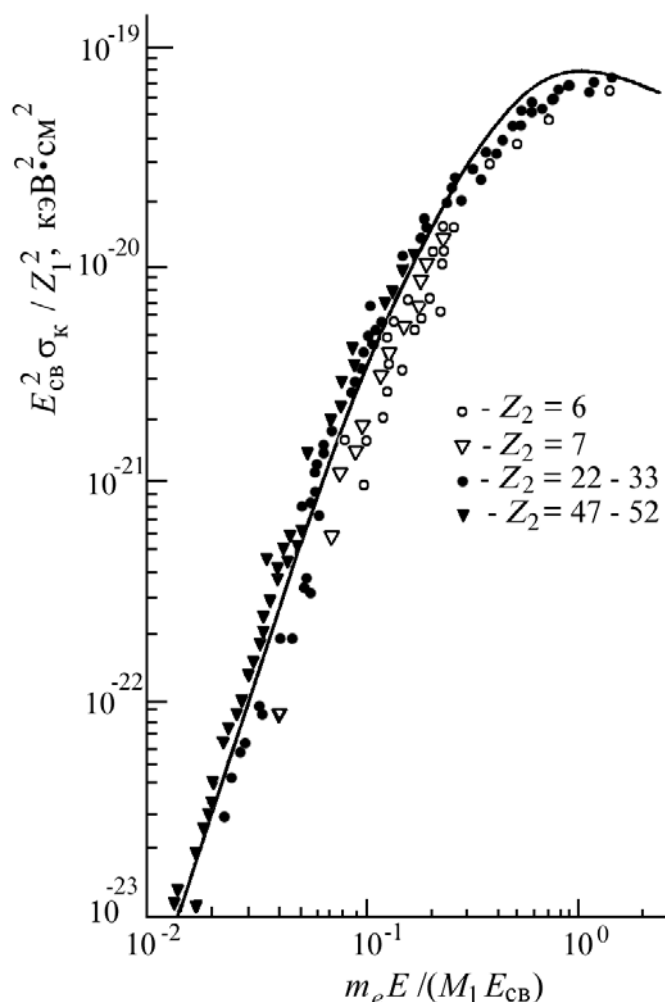


Рис. 6.16. Универсальная кривая, полученная в ПБС для 1s-состояния:

$\circ, \bullet, \Delta, \blacktriangle$ – экспериментальные данные

Используя зависимость сечения ионизации от энергии связи электрона U в соответствии с выражением (6.8), были обобщены результаты измерений сечения ионизации К- и L-оболочек в виде полиномиальных подгоночных формул. Измерение сечений σ проводилось на тонких образцах при возбуждении протонным пучком. Получена следующая формула:

$$\ln(\sigma U^2) = \sum_{n=0}^5 b_n x^n, \quad (6.57)$$

где U – энергия связи электрона, эВ; $x = \ln(E / \lambda U)$, $\lambda = 1836$ – отношение массы протона к массе электрона. Сечение σ измеряется в 10 – 14 см². Для расчета сечений ионизации К- и L-оболочек по формуле (6.9) используются коэффициенты b_n (табл. 6.1).

Формула (6.9) воспроизводит экспериментальные значения сечений ионизации К-оболочек со среднеквадратичной точностью 1 % в области энергий, для которой $0,034 < E / \lambda U < 0,92$. Погрешность на краях интервала не превышает 5 %.

Для L-оболочек точность формулы 2 % для интервала $E/\lambda U$ от 0,084 до 2,33 и погрешность на краях интервала не более 8 %.

Формула (6.9) покрывает диапазон энергий, представляющий интерес для рентгеновского анализа с протонным возбуждением. Так, для расчета сечений ионизации К-оболочки кремния и L-оболочки германия она справедлива в области энергий от 100 кэВ до 3 МэВ и от 200 кэВ до 6 МэВ соответственно.

Были также систематизированы экспериментальные данные для сечений ионизации электронов К-оболочек быстрыми протонами. Рассматривались результаты как для тонких, так и для толстых мишеней (когда необходимо учитывать потери энергии частиц и поглощение излучения). Сечения ионизации рассчитывали с помощью полиномиальных представлений вида

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^6 a_i x_i, \quad (6.58)$$

где $y = \ln(\sigma)$; a_i – подгоночные параметры (табл. 6.2); $x = \ln(E)$; сечение σ приводится в барнах. Коэффициенты представлений a_i в табл. 6.2 приведены только для $12 \leq Z \leq 50$, поскольку элементы с $Z < 12$ не могут эффективно детектироваться рассматриваемым методом из-за поглощения генерируемых квантов в камере образцов и окне детектора; для $Z > 50$ вместо К-излучения следует измерять L-излучение из-за более высокого его выхода.

В рамках полиномиальных представлений построены также зависимости сечения от Z_2 :

$$\ln(\sigma) = b_0 + \sum_{i=1}^6 b_i (\ln Z_2)^i, \quad (6.59)$$

где b_i – подгоночные коэффициенты (табл. 6.3).

Выражения (6.9) – (6.11) удобны для проведения анализа материалов по выходу ХРИ, возбуждаемого легкими ионами.

6.3.6. Способ стандарта фона

Большой экспериментальный материал по коэффициентам поглощения ХРИ представлен в ряде обзорных работ. Удобными для применения являются таблицы Митчела и Циглера, в которых даны коэффициенты поглощения для характеристических линий К-, L- и М-серий, исключая область мягкого и ультрамягкого рентгена ($E < 1$ кэВ).

Для определения поглощения на окнах детектора приведем зависимости линейного коэффициента поглощения μ на лавсане (майларе) ($C_{10}H_8O_4$, $\rho = 1,33$ г/см³) и бериллии ($\rho = 1,82$ г/см³) в области мягкого рентгеновского излучения $E \leq 1,5$ кэВ (рис. 6.6). Такое излучение сильно поглощается даже тонкими слоями вещества, полная толщина окна детектора во многом определяет чувствительность анализа легких элементов.

Основным фактором, определяющим разрешающую способность метода относительно порядкового номера элемента, является энергетическое разрешение системы детектирования рентгеновского излучения. Рассмотрим два типа детекторов, наиболее часто используемых в экспериментах по элементному анализу.

Для регистрации спектров ХРИ с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно применяют блок детектирования с Si(Li) или Ge(Li) детектором. Для Cu $K\alpha$ -линии (5,9 кэВ) разрешение его составляет 200...300 эВ. Это позволяет при анализе по К-линиям разрешать соседние элементы, т. е. $\Delta Z = 1$. Эффективность регистрации полупроводниковых детекторов для энергий квантов ниже 1,5 кэВ резко падает и приближается к нулю при $\hbar\omega \cong 1$ кэВ.

Для исследований легких элементов, К-излучение которых имеет энергию квантов ниже 1,5 кэВ, используют газовые проточно-пропорциональные счетчики, характеризующиеся в этой области энергий достаточно высокой эффективностью регистрации. Энергетическое разрешение их на линии 5,9 кэВ составляет примерно 15 %. Разрешающая способность в области малых энергий квантов ухудшается. Это

приводит к тому, что фиксировать без наложения можно только линии для элементов, различающихся по Z на две-три единицы.

Однако при проведении экспериментальных исследований помимо разрешения по Z необходимо учитывать и чувствительность метода по концентрации. Для элементов с порядковым номером в диапазоне $20 \leq Z_2 \leq 30$ более высокая чувствительность метода по концентрации обеспечивается при проведении анализа по L-линиям, чем по K-линиям. Поэтому при экспериментальных исследованиях в каждом конкретном случае необходимо осуществлять выбор линий в соответствии с конкретными задачами.

При анализе материалов с помощью пучков легких ионов с энергией сотни килоэлектронвольт чувствительность метода к примесям достигает $10^{-8} \dots 10^{-9}$ атомов примеси на атом матрицы (рис. 6.8). Сплошной кривой на рисунке изображены результаты расчетов, учитывающие экспериментальные условия данной установки для окон детектора, выполненных из алюминия толщиной 40 мкм, нанесенного на пленку майлара толщиной 25 мкм. Штриховая кривая определяет пределы чувствительности при замене указанного входного окна детектора на окно из бериллия толщиной 25 мкм. В этом случае чувствительность метода возрастает до $10^{-11} \dots 10^{-12}$. Иногда наблюдается еще более высокая абсолютная чувствительность (до $\cong 10^{-14}$).

При решении задач элементного анализа с использованием низкоэнергетических протонов ($E \cong 175$ кэВ) удается достигнуть чувствительности метода ХРИ 10-7 – 10-8.

Рентгеноспектральный анализ (РСА) с ионным возбуждением является неразрушающим методом анализа элементного состава вещества.

Выход ХРИ, индуцированного ионами, оказывается полезным при изучении слоистых мишеней. Метод основан на построении «калибровочной кривой» – отношения выходов при двух различных энергиях бомбардирующих частиц. Выход ХРИ от атомов примесного слоя, расположенного в интервале глубин от x_1 до x_2 , приближенно равен

$$Y(E_1) = \eta N \sigma_x [E_1(x + x_d)] \exp[-\alpha(\mu x_1 + \mu_p x_d)], \quad (6.60)$$

где $\eta = \Omega \varepsilon / 4\pi \cos \psi$; Ω – пространственный угол захвата детектора; ε – эффективность детектирования ХРИ для регистрируемой линии; ψ – угол падения пучка частиц относительно нормали к поверхности мишени; N – концентрация атомов, от которых регистрируется излучение; α – геометрический фактор; $x_d = (x_2 - x_1)/2$; μ и μ_p – коэффициенты поглощения ХРИ в матрице и примесном слое. Введя усредненные на участках $x < x_1$ и $x_1 \leq x \leq x_2$ сечения торможения S_1 и $S_{1п}$, связанные

друг с другом через коэффициент B , для отношения выходов $Y(E_1)$ и $Y(E_1 - \Delta E)$, полученных при двух различных энергиях, имеем

$$\frac{Y(E_1)}{Y(E_1 - \Delta E)} = \frac{\sigma_x [E_1 - S_I(x_1 + Bx_0)]}{\sigma_x [E_1 - \Delta E - S_{In}(x_1 + Bx_0)]}. \quad (6.61)$$

Из этого уравнения можно легко определить величину $x_0 = x_1 + Bx_d$.

Рассмотрим теперь методику определения толщины слоя различного состава на поверхности массивного твердого тела. Рентгеновский метод в отличие от метода ОР позволяет исследовать пленки как тяжелых, так и более легких, чем матрица, элементов.

6.3.7. Способ фундаментальных параметров

При проведении количественного рентгеноспектрального анализа для калибровки экспериментальной установки и измерения сечения выхода ХРИ необходимо прецизионно измерять ток пучка ионов. Ионный ток определяет такие параметры, как длительность анализа, загрузка электронного тракта, разогрев образца. Эти факторы ограничивают значение ионного тока в пределах 1...500 нА. Измерение таких токов связано с определенными техническими трудностями.

Наиболее распространенным устройством, необходимым для измерения тока ионных пучков, является цилиндр Фарадея, который поглощает заряд падающего пучка и с которым связан измеритель электрического тока или заряда. Для уменьшения потерь заряда из цилиндра за счет многократного рассеяния частиц внутренние стенки цилиндра изготавливают из материала с низким атомным номером, например графита или алюминия, а перед входным окном устанавливают экран для электростатического подавления вторичных электронов.

На электростатический экран подается напряжение порядка 300 В, которого достаточно для подавления вторичных электронов от протонного пучка с энергией до 10 МэВ.

Давление в камере облучения влияет на точность измерений ионного тока за счет переноса заряда частицами остаточных газов. Однако влияние этого эффекта будет на уровне 0,01 %, если давление в камере ниже чем 10^{-3} Па.

Возникающие на цилиндре Фарадея электрические сигналы постоянны или слабо изменяются во времени. Для измерения малых токов, собираемых цилиндром Фарадея, применяются электрометрические усилители или интеграторы тока.

Остановимся теперь на требованиях к вакуумной системе. Давление остаточных газов в ионно-оптической системе должно быть таким,

чтобы длина свободного пробега ускоренных частиц превышала расстояние от источника ионов до исследуемого образца. Поскольку длина ускорительной системы обычно не превышает 5...10 м, то достаточным является давление $(1 - 5) \cdot 10^{-4}$ Па.

В исследовательской камере вакуумные условия влияют также на состояние тонкого приповерхностного слоя исследуемого образца, в котором сорбируются остаточные газы и пары масел вакуумных насосов. При плотностях тока, меньших $100 \dots 200$ мкА/см² для протонов с $E \cong 1$ МэВ при $p = 5 \cdot 10^{-4}$ Па, происходит заметный рост полимерных пленок под пучком вследствие захвата молекул остаточных газов пучков и переносом их на поверхность образца. Действительно, в работе на меди, облучаемой протонами с $E = 400$ кэВ при плотности ионного тока 30 мкА/см² в условиях вакуума $5 \cdot 10^{-4}$ Па, наблюдалось появление пленки со скоростью $0,05$ нм/с. Для вакуума в диапазоне $1 \cdot 10^{-4}$ Па рост поверхностной полимерной пленки $P_{\text{п}}$ при бомбардировке протонами может быть оценен по формуле

$$P_{\text{п}} = P_{\text{п0}} + 0,7 \cdot 10^{16} [1 - \exp(-0,35i_0)], \quad (6.62)$$

где $P_{\text{п0}}$ – начальное значение поверхностной плотности пленки, атом/см²; i_0 – плотность ионного тока, мА/см².

Для уменьшения скорости образования пленок на поверхности образцов применяют прогрев пробы до $100 \dots 500$ °С, вымораживание остаточных паров масел жидким азотом, а также используют адсорбенты. При изучении оксидных пленок толщиной $0,004 \dots 50$ мкг/см² на поверхности алюминия с использованием рентгеновских спектров, возбуждаемых протонами с энергией 100 кэВ, применяли вакуумную систему, включающую электроразрядный, криогенный и сублимационный насосы, позволяющие достигать разряжения $2,5 \cdot 10^{-8}$ Па. Такой высокий вакуум значительно подавляет появление адсорбированных слоев кислорода, азота и углерода на поверхности образца.

Для измерения спектров ХРИ используют проточно-пропорциональные счетчики, которые имеют не очень высокое энергетическое разрешение (к примеру, СРПП-10 дает разрешение 15% на линии $5,9$ кэВ), но обеспечивают высокую эффективность счета в мягкой области рентгеновского излучения ($200 \dots 2000$ эВ). Рентгеновское излучение с энергией квантов более $1,5$ кэВ обычно регистрируется спектрометрическим трактом, включающим полупроводниковый Si(Li) или Ge(Li) детектор, обеспечивающий энергетическое разрешение $200 \dots 300$ эВ на линии $5,9$ кэВ.

Для эффективного применения рентгеноспектрального анализа с ионным возбуждением необходима специальная камера, в которой со-

здаются условия для максимальной производительности и эффективности измерений. Кроме того, конструкция камеры образцов должна предусматривать измерение тока ионного пучка и исключать возникновение паразитных излучений, связанных с рассеянием ионного пучка и вторичных электронов.

В качестве примера рассмотрим камеру, разработанную для рентгеноспектрального анализа с протонным возбуждением (рис. 7.8). Она имеет многопозиционный держатель образцов 5, рассчитанный на одновременную загрузку семи мишеней. Пучок ионов, попадая в камеру, проходит через коллимационный блок 1, который состоит из графитового цилиндра с четырьмя парами отверстий диаметром от 2 до 5 мм. Держатель образцов в области облучения окружен двумя концентрическими цилиндрическими графитовыми экранами 3, 4 с целью подавления рассеяния протонов и вторичных электронов. Для экранирования вторичных электронов на внешний цилиндр подается отрицательное постоянное напряжение -600 В. Для обеспечения измерения тока многопозиционный держатель мишеней изолирован от корпуса камеры и присоединен к интегратору тока. При исследовании тонких мишеней, когда пучок частиц проходит через них, ток пучка измеряется цилиндром Фарадея 7, установленным за держателем образцов. Цилиндр Фарадея и держатель соединены между собой электрически. Для исключения ошибок в измерении тока, связанных с рассеянием протонов, держатель соединен также с внутренним экранирующим цилиндром.

ГЛАВА 7. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА

Введение

Исходя из описания рассмотренных выше ядерно-физических методов анализа вещества, включая и методы на основе эффекта каналирования, сформулируем основные требования к экспериментальной установке: анализирующий пучок должен состоять из ионов одного сорта, имеющих одинаковую и известную энергию; необходимо, чтобы все ионы направлялись под одним и тем же углом относительно нормали к поверхности образца; должен быть обеспечен контроль полного числа ионов, падающих на образец в процессе измерения энергетического спектра; энергетический спектр продуктов взаимодействия пучка ионов с атомными ядрами должен измеряться с хорошим энергетическим разрешением; необходимо знать углы падения анализирующего пучка ионов на исследуемую мишень и углы вылета продуктов взаимодействия, а также телесный угол, стягиваемый детектором.

Одно из главных преимуществ рассматриваемых методов – возможность их реализации на одной и той же экспериментальной базе, включающей следующие основные элементы: источник быстрых ионов известного сорта и энергии; тракт формирования пучка ионов с малой угловой расходимостью с устройствами наблюдения за пучком; экспериментальную камеру; вакуумную систему; систему регистрации продуктов взаимодействия анализирующего пучка с атомными ядрами исследуемой мишени и контроля полного числа ионов анализирующего пучка, попадающего на образец (монитор пучка); б) измерительно-вычислительный комплекс (аппаратуру для сбора, обработки, хранения, документирования информации и аппаратуру для автоматизации эксперимента).

В качестве источников быстрых ионов используется ускоритель Ван де Граафа (электростатический генератор) и циклотрон. Энергия ускоренных ионов варьирует от 0,5 до нескольких десятков мегаэлектронвольт. Отбор ионов одного сорта и одной энергии осуществляется магнитным анализатором. Калибровку энергии производят с помощью известных ядерных реакций.

Рассмотрим несколько подробнее основные элементы экспериментального оборудования для ядерного микроанализа.

7.1. Источники быстрых ионов

Первоначально ускорение заряженных частиц до энергий, достаточных для осуществления ядерных реакций, проводили под воздей-

ствием высокого напряжения в ускорительной трубке. Для получения ускоряющего напряжения выше 200 кВ впервые был использован многократный выпрямитель Кокрофта и Уолтона. Для протонов удавалось, при нескольких МВ получить ток до 10 мА. Из-за сравнительно низких величин энергии эти генераторы редко используют в качестве источника заряженных частиц. В то же время они чрезвычайно подходят в качестве источника нейтронов с энергией 14 МэВ. В нейтронном генераторе с такой энергией дейтронами, ускоренными до нескольких сотен килоэлектронвольт, облучают тритиевую мишень, точнее тритий, имплантированный в титан или цирконий. В результате реакции $t(d,n)\alpha$ ($Q = 17,6$ МэВ) образуются нейтроны с энергией 14,9, 14,1 и 13,3 МэВ под углом соответственно 0° , 90° и 180° к потоку дейтронов с энергией 150 кэВ. Высокое сечение реакции при малой энергии дейтрона (максимальное значение функции возбуждения (110 кэВ)) связано с незначительной величиной кулоновского барьера. Более перспективным и наиболее распространенным в элементном анализе на быстрых ионах явилось использование электростатического генератора Ван-де-Граафа, получившего распространение с 1929 г. Этот ускоритель заряженных частиц с движущейся лентой из диэлектрика на изолированном электроде позволяет получать постоянный потенциал V около 15 МВ и сообщать частицам с зарядом q ускорение до энергии qV .

Диапазон напряжения в электростатических генераторах ограничивается возможностями обеспечения достаточной электрической изоляции, и поэтому для получения более высоких потенциалов применяют многоступенчатые ускорители. Таким ускорителем, практически единственным пригодным для РезОР и ЗЧАА, стал циклотрон – циклический резонансный ускоритель, разработанный Лоуренсом в 1929 г. В то время как в классических циклотронах рост энергии ограничивается релятивистским возрастанием массы ускоряемой частицы, это ограничение снимается в изохронных (имеющих азимутальную вариацию магнитного поля) циклотронах.

7.1.1. Электростатический генератор Ван-де-Граафа

В генераторе Ван-де-Граафа высокий потенциал создается и постоянно передается на проводящий терминал (кондуктор) от движущейся системы. Установка состоит из следующих частей.

1. Высоковольтный кондуктор.
2. Оболочка, в которую заключен кондуктор и несущая колонна. Оболочка находится под давлением и заполнена газом-изолятором (например, смесью 80 % N_2 и 20 % CO_2 , чистым SF_6 или $N_2 + CO_2$ с небольшими добавками SF_6). Рабочее давление газа около 1 кПа.

3. Колонна, поддерживающая кондуктор и содержащая область постоянного градиента потенциала, внутри которой расположены система зарядки и ускорительная трубка. Колонна состоит из большого числа эквипотенциальных пластин, разделенных изолирующими прокладками и снабженных высоковольтными сопротивлениями.

4. Система зарядки. Наиболее распространенная система зарядки осуществляется при помощи бесконечной ленты, впервые примененной Ван-де-Граафом. Эта лента обычно состоит из прорезиненной хлопчатобумажной ткани, заряжаемой непосредственно или индукцией. Новый вид системы зарядки носит название пеллетрон, он представляет собой цепь из стальных пластин с нейлоновыми (тефлоновыми) прокладками. Ее преимущества заключаются в простоте восстановления механической части, долговечности и стабильности работы.

5. Ускорительная трубка состоит из металлических (медных) электродов с керамическими или стеклянными изоляторами. Каждый электрод связан с соответствующей эквипотенциальной пластиной. Электроду придается форма, предохраняющая изоляторы.

6. Источник ионов, чаще всего радиочастотный, обычно располагается внутри высоковольтного кондуктора.

7. Система стабилизации напряжения. Напряжение кондуктора может легко меняться с изменением зарядного тока. Включение системы стабилизации происходит по сигналу управляющего вольтметра или следящего магнитного устройства, расположенного сзади щели, перпендикулярно направлению потока.

Типовые характеристики одноконечного генератора: напряжение кондуктора 2...10 МВ, сила тока 0,1...0,5 мА; возможно получение напряжений до 15 МВ.

Главным достоинством электростатических генераторов является возможность получения ионов с точно контролируемой энергией при ее постоянстве около 0,1 % и разбросе энергии частиц, примерно, на ту же величину.

В тандемном (спаренном) ускорителе колонны расположены в корпусе и симметрично делятся высоковольтным кондуктором. Пучок отрицательных ионов малой энергии (~100 кэВ) поступает с внешнего источника и ускоряется в направлении кондуктора, затем проходит через тонкую фольгу или трубку, заполненную газом при пониженном давлении, теряя при этом электроны; образующиеся положительные ионы ускоряются, вновь приобретая заданный потенциал. Таким образом, например, протоны получают энергию, в два раза превосходящую потенциал кондуктора. Для тяжелых ионов это увеличение кратно $(Z + 1)$, где Z – положительный заряд на второй стадии ускорения, выражаемый числом элементарных положительных зарядов.

Возможны как горизонтальные, так и вертикальные тандемные конструкции. Коммерчески выгодны двуступенчатые тандемы с током протонов 10...50 мкА и энергией выше 25 МэВ. Конструируются тандемы с напряжением кондуктора до 20 МВ.

Подробное описание электростатических генераторов приведено в специальной литературе.

7.1.2. Циклотрон

В циклотроне заряженные частицы претерпевают ускорение от единиц до сотен мегаэлектронвольт. Под действием магнитного поля частицы движутся по круговым орбитам, периодически проходя через поле с одинаковым потенциалом, например 10 кВ. Циклотрон состоит из двух полых металлических ускоряющих электродов, между которыми при помощи высокочастотного генератора создается электрическое поле высокой частоты. Электроды, носящие название дуантов, расположены в постоянном по времени магнитном поле (рис. 7.1). При расположении источника ионов в центре между дуантами положительно заряженная частица притягивается отрицательным электродом и под действием магнитного поля описывает внутри дуанта траекторию, равную половине окружности. При достижении частицей зазора между дуантами она приобретает вторичное ускорение в результате изменения знака потенциала. Радиус полуокружности все время увеличивается благодаря возрастающей скорости. Проходя через зазор, частицы ускоряются; при этом радиус траектории каждый раз возрастает с увеличением скорости; частицы движутся по раскручивающейся спирали между источником ионов и полюсами магнита, в конце пути они вырываются в виде потока под действием электростатического поля отклоняющего электрода.

В основе работы циклотрона лежит независимость времени прохождения орбиты от ее радиуса и от скорости частицы.

Частицы, которые проходят зазор между дуантами, приобретают скорость, соответствующую разности потенциалов и в дальнейшем за то же время прохождения дуанта будут получать новое ускорение при условии, что отношение заряда к массе частиц не будет меняться, а частота и магнитное поле также останутся неизменными.

Если сила Лоренца равна центробежной силе, то угловая скорость частицы выражается уравнением

$$\omega = qB / m \quad (7.1)$$

где q – заряд, B – магнитная индукция, m – масса частицы.

Изменение напряжения на дуантах происходит с частотой ν , определяемой уравнением

$$\omega = 2\pi\nu \quad (7.2)$$

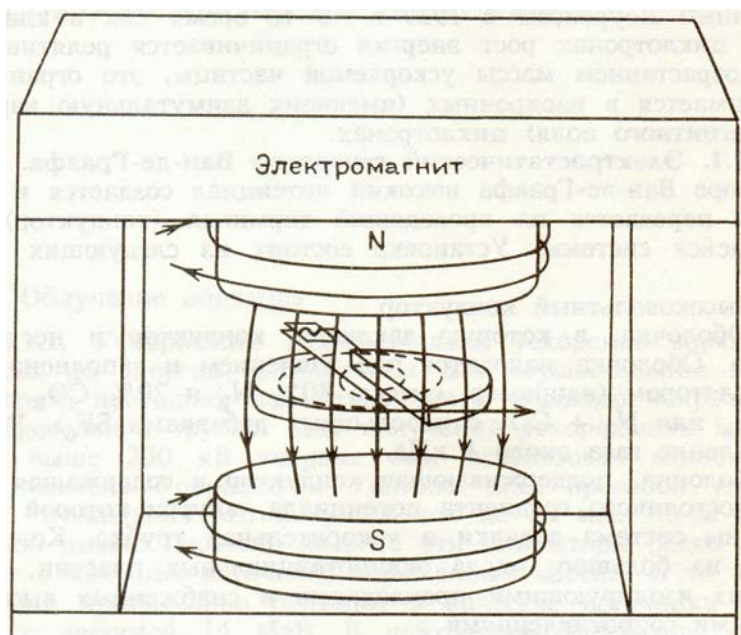


Рис. 7.1. Схема циклотрона

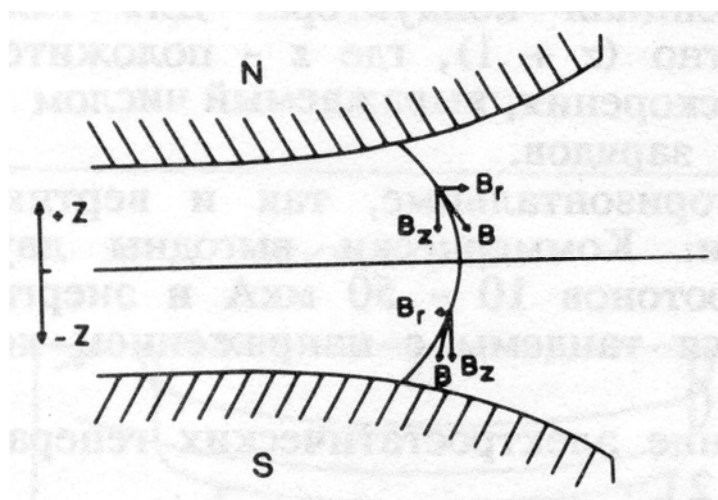


Рис. 7.2. Вертикальная фокусировка в циклотроне

В полностью однородном магнитном поле орбиты частиц неустойчивы в вертикальной плоскости и частицы с небольшой скоростью в направлении вдоль оси вскоре могут покинуть пространство между дуантами и быть утраченными. Для возвращения частицы, отклонившейся от своей траектории в средней плоскости дуантов, к этой плоскости магнитное поле должно убывать с радиусом. Магнитное поле за пределами средней плоскости имеет радиальную составляющую B_r (рис. 7.2), направленную таким образом, что вертикальная сила стремится вернуть частицу в среднюю плоскость. Поскольку B_r приближи-

тельно пропорциональна Z -удалению от средней плоскости, относительно этой плоскости возникают затухающие гармонические колебания. Подобным образом сконструированы классические ускорители. С уменьшением магнитного поля при уменьшении радиуса угловая скорость ω , как видно из уравнения (7.1), не остается постоянной. При незначительном убывании магнитного поля ускорение может сохраняться при большом числе оборотов.

Согласно специальной теории относительности масса m частицы связана с массой покоя m_0 уравнением

$$m = m_0 \left[1 - \frac{v^2}{c^2} \right]^{-1/2} \quad (7.3)$$

Где v – скорость частицы, c – скорость света.

Очевидно, что масса возрастает за счет ускорения. По уравнению (7.1) угловая скорость для быстрых частиц меньше, чем для медленных частиц. Если ускоряющее напряжение совпадает по фазе с медленными частицами, то оно не совпадает по фазе с энергетически более богатыми частицами. Эти частицы постоянно выходят из фазы и замедляются, проходя через зазор между дуантами. Таким образом в классических вариантах ускорителей (постоянная частота, магнитное поле с постоянным снижением напряженности) можно обеспечить ускорение частиц лишь до не очень высокой энергии или, например, протонов до кинетической энергии около 12 МэВ при питающем напряжении 100 кВ на дуантах.

Хотя классические циклотроны в свое время были весьма ценными приборами, сейчас мало этих установок осталось в употреблении. Подобная аппаратура проста в обращении и может давать потоки высокой интенсивности, до нескольких сотен микроампер.

Предложены два метода преодоления релятивистского барьера.

1. В циклотронах с частотной модуляцией магнитное поле ослабевает с удалением от центра для сохранения аксиальной устойчивости. При групповом ускорении частиц частота вращения частицы уменьшается таким образом, что остается в одной фазе с частотой ускоряющего потенциала. При достижении группой частиц полного ускорения частота снижается до исходного значения и начинается ускорение новой группы частиц. Следовательно, поток состоит из импульсов, сходных по скорости повторения с модулируемой частотой, обычно 100 имп./с, в то время как в классических циклотронах возникают импульсы, сходные с частотой осциллятора (около 10^7 имп./с). Средняя интенсивность потока в основном на 1–2 порядка ниже, чем в классическом циклотроне, но большие установки позволяют ускорять протоны до 1 ГэВ.

2. В циклотронах с азимутальной вариацией магнитного поля его напряженность увеличивается с удалением от центра для компенсации релятивистского увеличения массы частиц. Обычно этого достигают установкой дополнительных витков на полюсах электромагнита. Аксиальная устойчивость достигается установкой дисков, изменяющих конфигурацию поля магнита таким образом, что частицы движутся то выше, то ниже среднего положения: области высокого значения поля чередуются с областями низкого значения. Фокусирующее действие может быть выражено сильнее, если секторы будут выполнены в виде спирали. Ускоритель этого типа часто называют изохронным циклотроном, так как время прохождения орбиты постоянно и не зависит от скорости частицы. Часто используют и другой термин – циклотрон с секторной фокусировкой.

В последние годы не появлялось других типов циклотронов. Изохронные циклотроны дают пучки с интенсивностью и временами пролета, сходными с этими величинами в классических циклотронах, но в последних моделях достигаются значительно более высокие энергии, вплоть до 600 МэВ. Даже при относительно умеренных энергиях (10...20 МэВ для протонов) установки этого типа имеют преимущество, позволяя использовать значительно более низкое напряжение на дуантах, притом достигаемое в более компактном ускорителе. При использовании генератора колебаний переменной частоты частицы могут ускоряться до любой конечной энергии, от очень низкой до максимального значения.

Таблица 7.1

Характеристика циклотрона модели 520 CGR-МэВ

Электромагнит		
Диаметр полюсов, м		1
Число секторов		4
Магнитное поле при внешнем радиусе, Тл		1,48
Внешний радиус, м		0,525
Энергия частиц, МэВ	p	2,5...24
	d	3...14,5
	${}^3\text{He}$	6...32
	${}^4\text{He}$	19...29
Максимальная интенсивность внешнего пучка, мкА		
	p	100
	d	100
	${}^3\text{He}$	60
	${}^4\text{He}$	60

Необходимо установить наряду с частотой генератора среднее значение магнитного поля (изменяя силу тока в главной катушке) и радиальную составляющую магнитного поля (изменяя силу тока в катушках на концах полюсов) для каждой частицы и каждого значения энергии, чтобы привести их в соответствие с уравнением (7.1). Большинство изохронных циклотронов можно использовать для разных частиц с различной энергией.

Типичным представителем компактного изохронного циклотрона служит модель 520 CGR-МэВ (Франция), характеристика которой приведена в табл. 7.1.

Более подробное описание циклотронов можно найти в специальной литературе.

7.2. Экспериментальная установка для методов обратного рассеяния и ядер отдачи

В качестве установки для ядерного анализа твердого тела методами обратного рассеяния, ядер отдачи и ХРИ с возможностью использовать эффект каналирования рассмотрим установку «ТОКАМА-1» (ТОмское КАналирование и Мгновенный Анализ). Установка разработана Крючковым Ю.Ю. и Тимошниковым Ю.А. в НИИ Ядерной физики при Томском политехническом университете для проведения экспериментов на циклотроне У-120М (рис. 7.3) и является типичной для целей ядерного анализа.

Пучок ионов от ускорителя, пройдя тракт формирования пучка, попадает на образец, закрепленный на многопозиционном держателе гониометра, размещенного в центре камеры рассеяния. Продукты взаимодействия частиц пучка с атомными ядрами образца регистрируются различными детекторами, выбор которых зависит от условий эксперимента. Формирование пучка частиц требуемых размеров и угловой расходимости производится с помощью двух блоков коллиматоров, входного ограничивающего коллиматора и выходного антирассеивающего коллиматора. Входной коллиматор представляет собой диафрагму диаметром 10 мм, защищенную со стороны пучка танталовой накладкой, охлаждаемую водой. Блок коллиматоров состоит из углеродных вставок с внутренним диаметром 20 мм (для уменьшения доли ионов, рассеянных на входном коллиматоре и на первом блоке коллиматоров), дистанционно управляемых прерывателей пучка (служат для измерения тока частиц при проводке пучка в камеру рассеяния и для контроля за его величиной во время эксперимента) и собственно коллимирующей системы, состоящей из двух алюминиевых диафрагм (определяющей и антирассеивающей) с круглыми отверстиями, закрепленных соосно в держателе, охлаждаемом водой. Конструкция держателя позволяет размещать диски с внутренним диаметром от 0,5 до 10 мм и вращать их в

горизонтальной плоскости пучка. Определяющий коллиматор изолирован, что обеспечивает измерение тока частиц, попадающих на него. Во входном патрубке камеры рассеивания установлен выходной коллиматор (для уменьшения доли частиц, попадающих в камеру рассеивания, из рассеянных на стенках ионопровода и на краях коллиматоров).

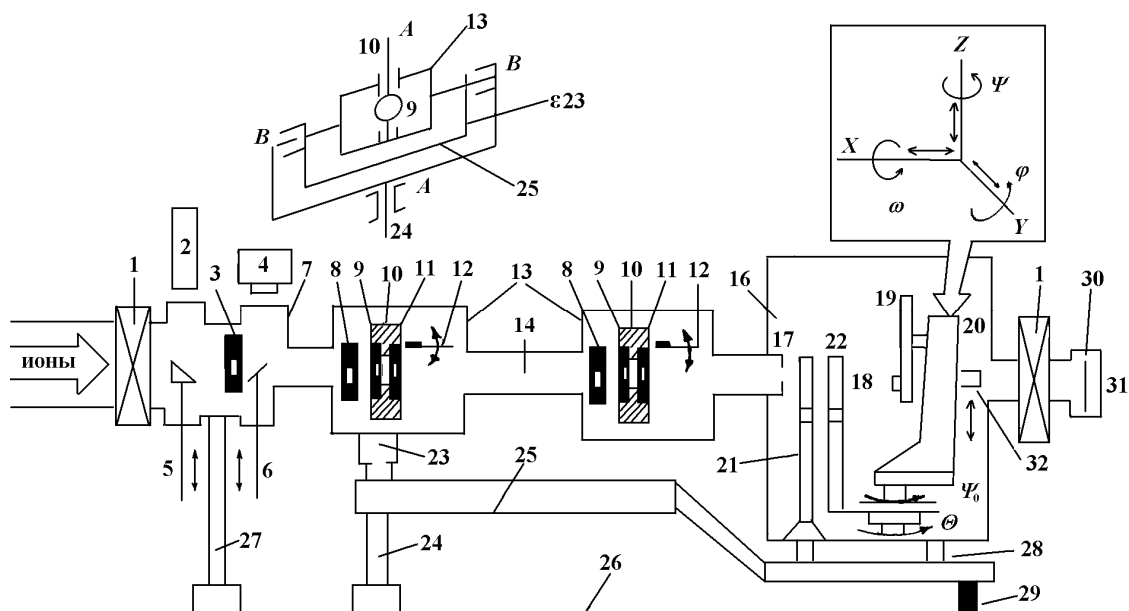


Рис. 7.3. Схема экспериментальной установки «ТОКАМА-1»:

- 1 – вакуумный затвор; 2 – лазер; 3, 8 – ограничивающий коллиматор;
- 4 – телевизионная камера; 5 – подвижная оптическая призма; 6 – кварцевый экран;
- 7 – блок наблюдения и контроля пучка; 9 – изолированный входной коллиматор;
- 10 – держатель коллиматоров; 11, 17 – антирассеивающий коллиматор;
- 12 – изолированный прерыватель пучка; 13 – блок коллиматоров; 14 – ионопровод;
- 15 – задающий коллиматор; 16 – камера рассеяния; 18 – образец;
- 19 – многопозиционный держатель образцов; 20 – гониометр;
- 21 – система мониторинга; 22 – система регистрации; 23, 24 – кронштейн;
- 25 – подвижная рама; 26 – плита экспериментального стола;
- 27 – кронштейн крепления блока 7; 28 – регулировочные болты;
- 29 – направляющая для перемещения рамы 25; 30 – блок регистрации пучка на фотопленку или люминесцентный экран; 31, 32 – цилиндры Фарадея

Все узлы и детали блоков коллиматоров размещены в прямоугольном ионопроводе с внутренним сечением $34 \times 78 \text{ мм}^2$, который соединен с блоком наблюдения и контроля пучка и камерой при помощи сильфонных переходов. Базовое расстояние между определяющими диафрагмами 9 и 15...1560 мм, что позволяет при их внутреннем диаметре 1 мм получить расходимость частиц в пучке $< 0.01^\circ$ (расходимость была определена микрофотометрированием отпечатка пучка на образцах NaCl, помещенных на многопозиционном диске и на место фотопленки). Ток

пучка на мишени при этих условиях $0,1 \dots 0,01$ мкА, что величина определяется условиями работы ускорителя и диаметрами диафрагм.

Положение камеры рассеяния регулируется в вертикальном (с помощью регулировочных болтов) и в горизонтальном (на рис. 7.3 не показано) направлениях относительно определяющего коллиматора. Блоки коллиматоров, ионопровод и камера рассеяния с блоком регистрации на фотопленку прошедших тонкий кристалл частиц установлены на раме, которая может поворачиваться при помощи дистанционно управляемых устройств вокруг двух взаимно перпендикулярных осей *A-A* и *B-B*, пересекающихся в центре коллиматора. Рама вращается на кронштейне, укрепленном, в свою очередь, на кронштейне, который жестко крепится к плите экспериментального стола. Такое расположение узлов установки позволяет быстро и точно совмещать в процессе измерений ось пучка с осью, проходящей через все коллиматоры. Юстировку узлов установки осуществляли с помощью лазера, закрепленного на регулируемом столике. Луч лазера через окно в ионопроводе направляется на поворотную оптическую линзу, и элементы установки выстраиваются по оси отраженного от грани призмы луча. При этом диаметр отверстий коллиматоров 9, 15, 11 и 17 был равен 0,5 мм. Затем осуществляли проводку пучка в камеру рассеяния, используя прерыватели, цилиндр Фарадея 32, установленный в камере рассеяния, и люминесцентный экран с координатной сеткой, устанавливаемый на место фотопленки. Пучок проводили точно в центр экрана. На этом юстировку узлов завершали и ионопровод, блоки коллиматоров и камеру рассеяния жестко фиксировались в этом положении на раме. В дальнейшем, во время проведения измерений после вывода пучка на определяющую диафрагму 9 производили, по мере надобности, подстройку по максимальному току пучка на цилиндре Фарадея 32 с помощью поворотной рамы 25.

7.2.1. Камера рассеяния и гониометр

Камера рассеяния имеет форму цилиндра с внутренним диаметром 600 мм и высотой 500 мм. На боковой поверхности корпуса в плоскости пучка имеются патрубки под углом 0, 10, 60, 90, 150, 180, 225, 270, 300, 330° к направлению падения пучка, часть из которых закрыта фланцами из органического стекла, а в остальных размещены: антирассеивающий коллиматор 17, вакуумные электрические вводы, блок регистрации на фотопленку прошедших тонкий кристалл частиц 30, вакуумный агрегат ВА-05-4, узел охлаждения детекторов дистиллированной водой. Через один из фланцев экспериментальная установка (ЭУ) соединена с вакуумной системой ускорителя. Вакуум в камере и ионопроводе $5 \cdot 10^{-6}$ Торр. Крышка камеры изготовлена из органического стекла и крепится четырьмя прижимами, обеспечивающими ее быстрый съем и установку.

В центре нижнего фланца неподвижно закреплен вал, на котором соосно расположены два кронштейна: один служит для перемещения системы регистрации на угол $\Theta = 0 \div 180^\circ$ с шагом $0,01^\circ$ относительно вертикальной оси, проходящей через центр камеры и образец; другой служит для размещения гониометра и для быстрого и точного вращения монокристаллического образца относительно вертикальной оси камеры на угол $\Psi_0 = 270^\circ$ с шагом $0,0033^\circ$ (например, при переходе из одной кристаллографической оси в другую на одном и том же образце).

Гониометр – трехосный и позволяет осуществлять вращение кристаллического образца вокруг оси Z на угол $\Psi = \pm 360^\circ$; поворот вокруг оси пучка (ось X) на угол $\omega = \pm 360^\circ$ наклон мишени к пучку и от него (ось Y) на угол $\varphi = \pm 90^\circ$, а также осуществлять параллельный перенос перпендикулярно оси пучка в горизонтальном направлении (по оси Y) в пределах ± 10 мм, а также вдоль оси пучка и по вертикали (в этих двух последних случаях перемещение можно осуществить только при нарушении вакуума). С помощью поворота на угол ω и перемещения по оси Y можно исследовать любую точку мишени в радиусе 20 мм. Поворот на углы ω и Ψ обеспечивает возможность установки плоскости мишени перпендикулярно оси пучка (нулевая точка отсчета), а затем, в зависимости от выбранной методики и условий эксперимента, устанавливая угол наклона относительно оси пучка и направления на детектор (например, при использовании метода ядер отдачи или «скользящей» геометрии рассеяния в методе РОР или в методе ядер отдачи), а также возможность осуществления собственно режима каналирования или блокировки в случае монокристаллических образцов. Для установки поверхности кристалла перпендикулярно оси пучка используется лазер, луч которого, проведенный через диафрагмы всего тракта формирования пучка, направляется на мишень. Отразившись от мишени, он попадает на коллиматор 17. Вращая мишень под углами Ψ и φ , добиваются такого положения, когда отраженный луч попадает в отверстие коллиматора 17. Это и будет соответствовать перпендикулярности плоскости мишени к оси пучка.

На гониометре закреплен сменный диск, на котором можно размещать до 60 образцов размером 5×10 мм² (при этом для каждой мишени сохраняется возможность ее вращения вокруг оси пучка – угол $\omega = \pm 100^\circ$) и все оси вращения проходят через поверхность образца с погрешностью не более 0,1 мм. Перемещение и смена мишеней, повороты на углы Ψ_0 , Ψ , ω , и φ , а также изменение углового положения детектора системы регистрации осуществляются дистанционно через систему червячных пар и зубчатых редукторов с помощью реверсивных шаговых двигателей, управляемых ЭВМ.

Таблица 7.2

Параметры гониометра при одном шаге двигателя

Экспериментальная установка	Углы поворота, град				Смещение по оси Y , мм
	Ψ	φ	ω	Ψ_0	
ТОКАМА-1	0,001	0,0007	0,02	0,033	0,0061 плавно
ТОКАМА-2	0,083	0,042	0,033	-	0,0037 плавно

В табл. 7.2 приведены параметры гониометров, показывающие, на сколько градусов поворачивается мишень под углами Ψ_0 , Ψ , ω и φ и на сколько миллиметров она смещается по оси Y при одном шаге соответствующего шагового двигателя.

7.2.2. Система регистрации и система мониторинга пучка

Система регистрации состоит из полупроводникового детектора, перед которым устанавливается диск с набором поглотителей, коллиматоров и спектрометрическим α -источником ^{226}Ra . Все эти устройства размещаются на детекторном столе, который охлаждается водой. В систему регистрации входят также калибровочные мишени, которые располагаются на многопозиционном диске. Они служат для калибровки спектрометрического тракта и контроля за энергией пучка. Импульсы от детектора через предусилитель и усилитель посылаются на ЭВМ для их последующей обработки и хранения. Перед детектором устанавливается коллиматор.

Мониторинг пучка включает относительную и абсолютную системы измерения тока. Относительная система включает мишень-прерыватель, состоящую из кремниевой пластинки с напыленным тонким слоем золота, и кремниевого поверхностно-барьерного детектора, сигналы с которого через предусилитель, усилитель и дискриминатор подаются на счетчик импульсов с предустановкой (такая система работает на вычитание поступающих импульсов из числа установленных предварительно и при разности, равной нулю, происходит автоматический останов набора спектра). Мишень-прерыватель представляет собой тонкую пленку тяжелого элемента (например, золота), напыленную на подложку из более легкого элемента (например, кремния). Вследствие разности масс ядер подложки и пленки в ЭС упруго рассеянных ионов на такой мишени наблюдается изолированный пик соответствующий ионам, рассеянным на ядрах атомов пленки. Такая форма ЭС удобна тем, что легко позволяет выделить пик частиц, рассеянных на ядрах атомов золота, и тем самым свести к минимуму погрешность в относительных измерениях тока пучка. Перед детектором устанавливают дистанционно-управляемый спектрометрический альфа-источник ^{226}Ra ,

предназначенный для калибровки спектрометрического тракта и для контроля за его параметрами во время эксперимента.

Серьезным источником погрешности мониторинга может быть изменение концентрации ядер тяжелого элемента мишени в результате распыления ионами пучка. Для устранения такого рода погрешности необходимо специально следить за изменением количества рассеивающих ядер в пленке. Сделать это можно различными способами. Один из них заключается в периодическом сравнении мониторной мишени с реперной, концентрация рассеивающих ядер в которой принимается постоянной (рис. 7.4). Реперная мишень по структуре похожа на мониторную, только масса ядра тяжелого элемента в ней выбирается меньше, чем в мониторной мишени, чтобы пик упруго рассеянных частиц от нее не перекрывался со спектром частиц рассеянных от ядер мониторной мишени. При сравнении мишеней накопление ЭС от них происходит одновременно с использованием одного и того же детектора и спектрометрического тракта. Если концентрация ядер пленки в мониторной мишени не изменяется при воздействии пучка, то отношение площадей пиков от реперной и мониторной мишеней остается неизменным в различные моменты времени. На рис. 7.4. показаны спектры от мониторной и реперной мишеней. Мониторная мишень представляет собой пленку золота на подложке из кремния, а реперная мишень – пленку никрома на такой же подложке. Толщина пленки в реперной мишени подобрана так, чтобы число отсчетов в пиках было примерно одинаковым. Для этого она должна быть намного тоньше пленки на мониторной мишени, поскольку на реперную мишень падает значительно большее число ионов пучка. Кроме того, состав пленки в реперной мишени должен быть, по возможности, устойчивым к распылению под пучком анализирующих ионов.

Таким образом, в процессе анализа через определенные промежутки времени осуществляется контроль мониторной мишени сравнением ее с реперной мишенью. Совокупность измерений такого рода дает зависимость концентрации ядер пленки в мониторной мишени от числа падающих ионов пучка. Очевидно, «рабочему периоду» мониторной мишени соответствует плато на этой зависимости. Погрешность системы относительного мониторинга не больше 3%.

Абсолютный монитор состоит из цилиндра Фарадея, подключенного к интегратору, обеспечивающему измерения тока в пучке. Абсолютная система мониторинга в основном использовалась для проводки пучка и контроля за ним в процессе эксперимента (сигнал от интегратора тока через разветвитель подается на токовый прибор, установленный в пультовой ускорителя). Все устройства относительного монитора и цилиндр Фарадея закреплены на неподвижном столе. На этом столе в

непосредственной близости от антирассеивающего коллиматора 17 размещен кремниевый поверхностно-барьерный детектор, угол регистрации которого $\Theta = 177^\circ$, что позволяет проводить анализ на углерод, азот и кислород, используя РезОР и РезОР/К.

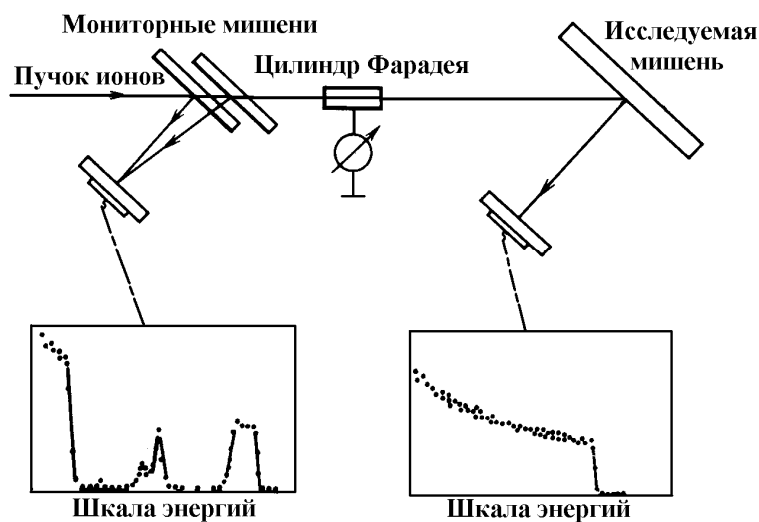


Рис. 7.4. Система мониторинга пучка ионов

Принципиальная схема установки «ТОКАМА-2», смонтированной в экспериментальном зале электростатического генератора Ван-де-Граафа ЭСГ-2.5, такая же, как «ТОКАМА-1». Различие между этими ЭУ состоит в конструктивном исполнении ряда узлов. Так, например, на установке «ТОКАМА-2» блок коллиматоров выполнен в виде независимо перемещаемых с помощью микровинтов четырех пластин, что позволяет без нарушения вакуума менять размер пучка. Это необходимо делать в ряде случаев при проведении большого количества элементно-анализов с целью сокращения времени за счет увеличения тока частиц, прошедших в камеру. Сама камера несколько меньших размеров, что удалось сделать, благодаря иному конструкторскому решению гониометра. В то же время принципиально гониометр выполнен по той же схеме, что и для установки «ТОКАМА-1», и на нем крепится многопозиционный диск. Гониометр трехосный и имеет дистанционно управляемый параллельный перенос по оси X и Y на расстояние ± 10 мм. ЭУ «ТОКАМА-2» снабжена системой регистрации и мониторинга, подобной установке «ТОКАМА-1». Многопозиционные диски и посадочные места под них в обеих ЭУ унифицированы.

Для проведения экспериментов по отжигу кристаллов экспериментальная установка снабжена нагревательным элементом, который устанавливается в гониометр вместо многопозиционного диска. Температура нагрева до 1500К и она измеряется термопарой, которая

конструктивно сделана так, что выполняет роль прижима образца к нагревателю. Это позволило проводить измерения по изохронному ступенчатому термическому отжигу монокристаллов, имплантированных ионами. Отжиг проводится *in-situ* в вакууме при измерении энергетических спектров в режиме каналирования и хаотического падения пучка анализирующих частиц на мишень.

Измерительно-вычислительный комплекс (ИВК) предназначен для сбора, предварительной обработки и хранения экспериментальной информации, управления многоканальным электроприводом (МЭП), оперативного контроля за работой оборудования и параметрами пучка ионов, переключения режимов измерений, синхронизации перемещений пространственного положения ЭУ и отдельных ее компонент.

7.2.3. Методика ориентирования кристаллических образцов

При использовании ядерно-физических методов для исследования монокристаллических образцов необходимо так располагать мишень на держателе, чтобы избежать влияния эффекта каналирования на измеряемый энергетический спектр. Это важно при исследовании элементного состава имплантированных образцов и монокристаллических пленок, при анализе стехиометрического состава сложных материалов. В то же время эффект каналирования можно использовать для уменьшения фона под полезным сигналом. Например, при исследовании элементного или стехиометрического состава тонких пленок, состоящих из атомов с массой, меньшей массы атомов матрицы, для анализа образцов, имплантированных ионами с атомной массой меньшей атомной массы атомов мишени. Не говоря уже о том, что только с помощью эффекта каналирования можно изучать дефекты и местоположение примесных атомов. Для воспроизведения геометрии рассеяния от образца к образцу необходимо ориентировать образец относительно направления падающего пучка и направления на детектор. Все это свидетельствует о важности ориентирования образцов.

С методической точки зрения задача ориентации монокристаллического образца (задача нахождения кристаллографической оси или плоскости и измерение энергетического спектра в минимуме ориентационной зависимости) и задача измерения хаотического (рэндомного) энергетического спектра для него равнозначны. Ниже описана методика нахождения кристаллографической оси по схеме «КВАДРАТ», основные компоненты которой в графическом виде представлены на рис. 7.5: а) – схема рассеяния с углами наклона мишени, на которую будем опираться при описании методики; б) – схемы пересечения семейства плоскостей в окрестности трех главных кристаллографических осей кубиче-

ских кристаллов (высоко индексные плоскости не показаны, чтобы не усложнять рисунок); в табл. 7.3 по убывающей показана интенсивность снижения выхода при плоскостном и осевом каналировании в кристаллах, имеющих разную структуру.

Таблица 7.3

*Интенсивность снижения выхода плоскостей и осей
в разных кристаллографических структурах*

Тип структуры	Индексы $\langle h k l \rangle$					
	Плоскость			Ось		
Алмаз	110	111	100	110	111	100
ГЦК	111	100	110	110	100	111
ОЦК	110	100	111	111	100	110

Процедура ориентации состоит в совмещении выбранной кристаллографической оси с направлением падения анализирующего пучка ионов. При этом используется угловая зависимость выхода обратно рассеянных частиц при сканировании (пошаговом изменении угла наклона кристалла относительно направления пучка) в окрестности кристаллографической оси. Вся процедура ориентирования разделяется на три этапа. На первом этапе поверхность исследуемого кристалла выставляют перпендикулярно оси пучка. Это можно осуществить с помощью лазера, генерирующего пучок света в видимой области спектра. Существует две схемы: луч лазера направляют со стороны ускорителя (см. рис. 7.3); луч лазера направляют навстречу ускоренным ионам (см. рис. 7.3, в этом случае лазер находится за люминесцентным экраном). Во второй схеме кристалл предварительно разворачивают исследуемой поверхностью к лазеру, а затем поворачивают к пучку. От этой дополнительной операции свободна первая схема. По первой схеме отраженный луч лазера направляют в коллиматор (см. рис. 7.3, 17). Чем больше расстояние от поверхности кристалла до коллиматора, тем с большей точностью совмещается отраженный луч с падающим. Если в ионопроводе со стороны отраженного луча предусмотреть окно наблюдения за первым блоком коллиматоров (счет идет со стороны ускорителя), то можно направить отраженный луч в первый коллиматор (см. рис. 7.3, 11) и тем самым повысить точность совмещения.

Таким образом находится нормаль кристалла (см. рис. 7.5, точка H). Заметим, что процедура нахождения нормали очень важна и для аморфных мишеней при воспроизведении геометрии эксперимента от образца к образцу. Фиксируя положение нормали (поверхности ис-

следуемого образца по отношению к оси пучка), поворотом на угол Ψ и/или φ можно точно воспроизвести положение образца относительно детектора и оси пучка. В этой точке измеряют энергетический спектр, выбирают область, по которой будет производиться суммирование числа отсчетов, и подготавливают к работе устройство для визуализации результатов интегрирования. В качестве такого устройства можно использовать пересчетный прибор, цифropечатающее устройство или дисплей.

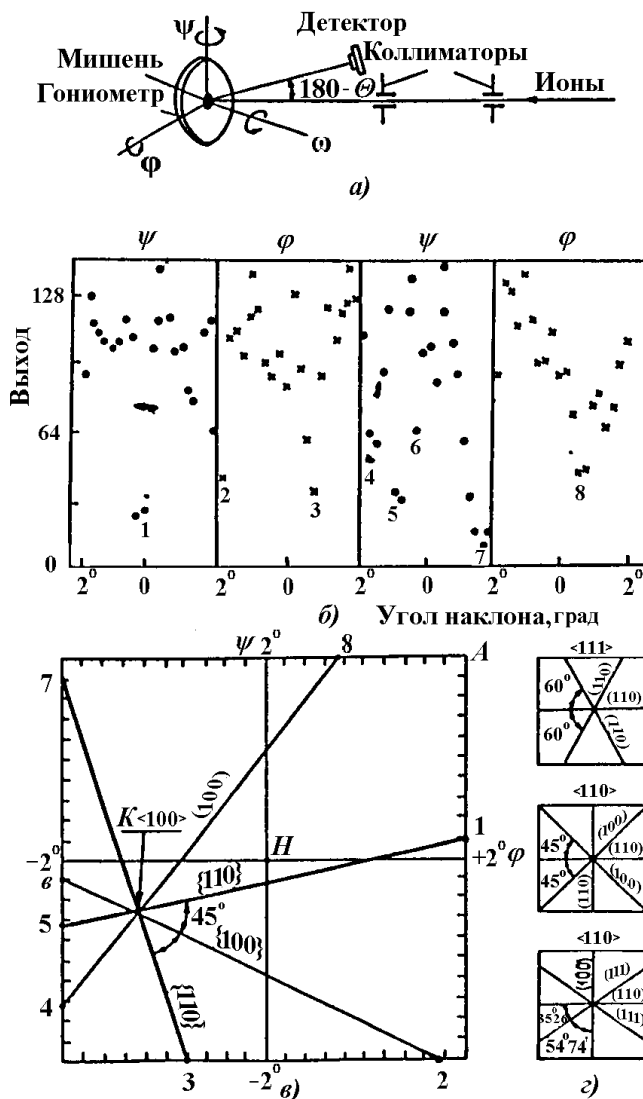


Рис. 7.5. а). Схема рассеяния для метода POP/K; б). Угловая зависимость выхода обратно рассеянных ионов ^4He при сканировании вокруг кристаллической оси $\langle 100 \rangle$ GaAs; в). Стереографическая проекция GaAs на плоскость, перпендикулярную оси $\langle 100 \rangle$; г). Схема пересечения семейства плоскостей в окрестности трех главных кристаллографических осей кубических кристаллов

На втором этапе кристалл наклоняется на угол φ , а затем на угол Ψ , тем самым определяют начальную точку сканирования (см. рис. 7.5, в точка A). Непременное условие при выполнении этой операции: углы наклона Ψ и φ должны быть больше угла разориентации кристаллографической оси относительно нормали кристалла. Только в этом случае искомая кристаллографическая ось будет находиться внутри описанного вокруг нее квадрата (либо другой какой-либо замкнутой фигуры). Выполнение этого условия накладывает определенные требования на подготовку образцов: необходимо, чтобы разориентация кристаллографической оси относительно нормали была меньше 3° . Тогда процедура ориентирования занимает мало времени.

Далее проводят сканирование с некоторым шагом $\Delta\varphi$ (с измерением в каждой точке выхода рассеяния). При таком сканировании в окрестности кристаллографической оси пучок обязательно пересечет одну из главных кристаллографических плоскостей и на каком-то шаге попадет в режим плоскостного каналирования, что, в свою очередь, приведет к уменьшению выхода рассеянных частиц (см. рис. 7.5, б, точка L). Значения измерений, соответствующих плоскостному каналированию, наносят на соразмерные в угловых координатах точки замкнутой линии, в нашем случае – квадрата (см. рис. 7.5, в). Далее, оставляя неизменным угол φ , производят сканирование с некоторым шагом $\Delta\Psi$ и отмечают минимумы в выходе обратно рассеянных частиц (см. рис. 7.5, б, в, точки 2 и 3). Процедуру повторяют для наклона вокруг оси Ψ и φ , но при этом направление сканирования изменяет свой знак и, в конечном итоге, возвращаются в начальную точку (точка A). Отмечают точки, соответствующие плоскостному каналированию, и соединяют прямыми линиями точки, имеющие близкие значения минимального выхода и лежащие на противоположных сторонах квадрата – это есть проекции главных кристаллографических плоскостей. На рис. 7.5, в более жирными линиями обозначены более приоритетные плоскости.

Для этих плоскостей значения χ_{\min} наименьшие (см. табл. 7.3). Пересечение этих линий и есть координаты искомой кристаллографической оси (точка K). Из рис. 7.5, в видно, на какие углы Ψ и φ надо повернуть кристалл, чтобы из точки A перейти в точку K , а также можно определить угол разориентации оси относительно нормали (угол между точками K и H). Из сравнения рис. 7.5, в и 7.5, г устанавливаем, что искомое кристаллографическое направление есть $\langle 100 \rangle$.

На рис. 7.5, б показана угловая зависимость выхода рассеянных частиц при сканировании по замкнутой траектории (квадрат). Такую «картинку» можно наблюдать на экране дисплея. Можно также наблюдать на экране дисплея и «картинку», представленную на рис. 7.5, в. Уста-

новка снабжена программой для обеспечения автоматического поиска кристаллографической оси.

На третьем этапе осуществляют сканирование с мелким шагом в окрестности кристаллографической оси (в окрестности точки K) в двух взаимно перпендикулярных направлениях (вокруг осей Ψ и φ). Для выполнения этой операции необходимо при переходе из точки A в точку K немного не довернуть кристалл по какой-либо из осей, например, φ . Проводят сканирование в одном и другом направлении по этой оси и находят точку, в которой выход будет минимальным. Фиксируют это положение. Затем проводят аналогичное сканирование по оси Ψ и также находят минимум. Если последующее сканирование по оси Ψ не приводит к изменению минимального выхода, то, возвратившись в положение, где наблюдается наименьший минимальный выход, считают, что точное совмещение кристаллографической оси с осью пучка имеет место и ориентирование на этом заканчивается. В противном случае процедуру повторяют.

После точного совмещения кристаллографической оси с осью пучка измеряют энергетический спектр рассеянных частиц. Необходимо отметить, что при осуществлении процедуры ориентирования могут произойти изменения состояния образца под воздействием анализирующего пучка ионов. Обычно, чтобы избежать влияния пучка, осуществляют параллельный перенос образца поперек пучка на расстояние не меньше двух диаметров пучка. В этой области и проводят измерение энергетического спектра. Из сравнения двух спектров (до и после параллельного переноса) можно оценить влияние анализирующего пучка ионов на состояние кристалла, что позволит выбрать оптимальное время для набора энергетического спектра. Если нарушения заметны, то можно проводить пошаговое сканирование образца, перемещая его в плоскости перпендикулярной к оси пучка (например, по оси OY (см. рис. 7.3)), с набором спектра в каждой точке и суммированием парциальных спектров. Для этих целей в обеих установках предусмотрено дистанционно управляемое перемещение образца без нарушения вакуума.

На образце лучше всего иметь как минимум две области: исходную и, например, имплантированную. Тогда, после измерения энергетического спектра на контрольной области, путем параллельного переноса подводят под пучок имплантированную область и измеряют энергетический спектр. На этой области кристалл разориентируют на угол $5 \cdot \Psi_{1/2}$ (как по оси Ψ , так и по оси φ), повторяют процедуру «КВАДРАТ», загроубливают шаг сканирования (чтобы свести к минимуму влияние плоскостного каналирования уменьшением числа спектров, соответствующих такому движению), измеряют энергетические спектры после каждого шага и суммируют их. При измерении хаотического ЭС мони-

тор пучка берется равным или кратным монитору при измерении каналированных спектров.

Обычно, при исследовании имплантированных образцов хаотические спектры измеряются на обеих областях – исходной и имплантированной. Насколько это важно, видно из рис. 7.6, на котором представлены энергетические спектры ионов ^4He с энергией 1,8 МэВ, рассеянных $\langle 100 \rangle$ GaAs, имплантированного ионами серы с энергией 100 кэВ дозой примерно $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Хаотические спектры для исходного и имплантированного арсенида галлия в приповерхностной области на глубине залегания атомов серы различаются. Это эффект «выедания», который можно использовать для построения профиля внедренной примеси, когда она по массе легче атомов матрицы. Использование процедуры «КВАДРАТ» обеспечивает единый подход к измерению хаотических ЭС, обеспечивает повторяемость от образца к образцу и ограждает от случайного попадания в режим каналирования при использовании методики наклона кристалла на угол $5 \cdot \Psi_{1/2}$ (либо по оси Ψ , либо по оси φ) и измерения в этой точке рэндомного спектра.

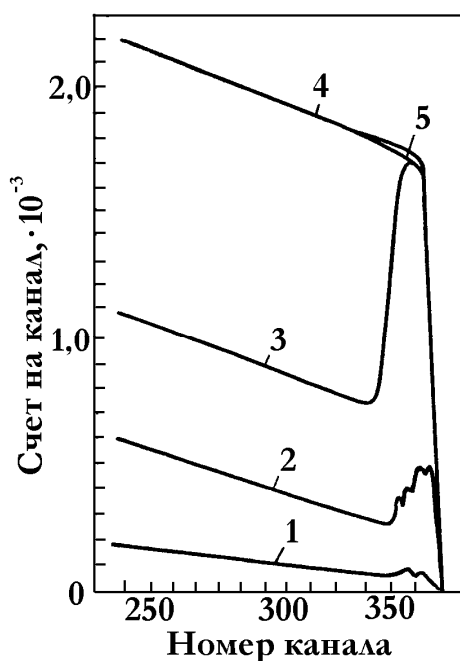


Рис. 7.6. Энергетические спектры ионов ^4He ($E_0 = 1,8 \text{ МэВ}$), рассеянных $\langle 100 \rangle$ GaAs, имплантированного ионами серы с энергией $E = 100 \text{ кэВ}$ дозой примерно $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (3 – осевой, 5 – хаотический); 10^{13} см^{-2} (2 – осевой) и исходного (1 – осевой, 4 – хаотический)

Из описанной методики нахождения кристаллографической оси и измерения энергетических спектров в режиме каналированного и хаотиче-

ского падения частиц на образец следует, во-первых, чем меньше разориентация кристаллографической оси относительно нормали, тем меньше времени будет затрачено в эксперименте на поиск кристаллографической оси, т. е. можно будет строить квадрат с меньшей стороной. Во-вторых, при подготовке образцов для анализа методом РОР/К необходимо размещать на одном образце как можно больше различных областей, что сократит время анализа (в результате уменьшения числа операций поиска оси) и улучшит качество получаемых результатов (так как все результаты будут получены на одном образце, а метод РОР/К – сравнительный метод, в котором знание исходной ситуации существенно влияет на дальнейшую информацию, извлекаемую из совокупности энергетических спектров).

Для уменьшения времени, необходимого для поиска кристаллографической оси, Крючковым с сотр. было разработано два способа ориентирования монокристаллов. В первом из них кристалл разориентируют на угол, больший угла разориентации между нормалью и кристаллографической осью, а затем выполняют сканирование, вращая кристалл одновременно вокруг двух осей Ψ и φ с мелким шагом $\Delta\Psi$ и $\Delta\varphi$. В этом случае будет описана замкнутая фигура в виде многоугольника (окружности), вписанного в квадрат. При использовании этого способа, как и при использовании процедуры «КВАДРАТ» или процедуры азимутального вращения, чтобы более точно обрисовать плоскость, и, следовательно, более точно определить координаты кристаллографической оси, эти процедуры выполняют с разным углом первоначальной разориентации. Таким образом, каждую плоскость пучок пересекает четыре раза, т. е. для каждой плоскости находят четыре точки. Для проведения прямой линии необходимо и достаточно наличие трех точек, через которые проводится единственная прямая.

Второй способ ориентирования осуществляют следующим образом: разориентируют кристалл на некоторый угол, а затем, вращая его вокруг двух осей с переменным шагом $\Delta\Psi$ и $\Delta\varphi$, описывают фигуру в виде «улитки Архимеда». Рассчитаны параметры для реализации такого сканирования. Этот способ позволяет полностью автоматизировать поиск кристаллографической оси.

7.3. Экспериментальное обеспечение рентгеноспектрального анализа с ионным возбуждением

7.3.1. Экспериментальная техника

Экспериментальную технику для проведения рентгеноспектрального анализа материалов с ионным возбуждением в общем виде можно представить комплексом узлов и элементов, имеющих определенное функциональное назначение (рис. 7.7).

Для возбуждения ХРИ ионными пучками обычно применяют ускорители прямого действия, в которых энергия ионам сообщается при их однократном прохождении областей с большой разностью потенциалов. Источником высокого напряжения может служить высоковольтный трансформатор, каскадный генератор Кокрофта–Уолтона или электростатический ускоритель Ван-де-Граафа. Последние используют наиболее часто. Основным их достоинством является высокая стабильность ускоряющего напряжения (0,01...0,1 %). В зависимости от типа системы стабилизации ускорители Ван-де-Граафа эксплуатируют обычно в диапазоне энергий частиц 0,5...2 МэВ.

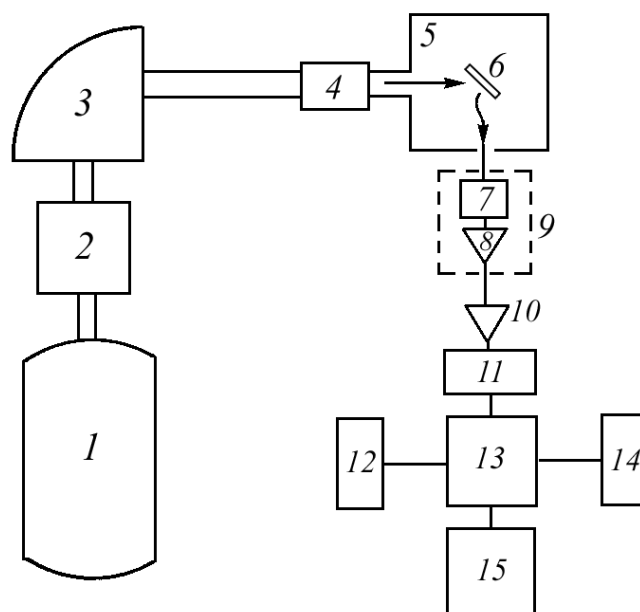


Рис. 7.7. Структурная схема установки для рентгеноспектрального анализа:

- 1 – ускоритель с источником ионов;
- 2 – система коррекции пучка ускоренных ионов;
- 3 – магнитный анализатор; 4 – система коллимации пучка ионов;
- 5 – исследовательская камера; 6 – мишень; 7 – детектор рентгеновского излучения; 8 – предусилитель; 9 – криостат полупроводникового детектора;
- 10 – основной усилитель; 11 – режсектор наложений; 12 – ЦПУ;
- 13 – многоканальный анализатор импульсов; 14 – дисплей; 15 – ЭВМ

При проведении количественного рентгеноспектрального анализа для калибровки экспериментальной установки и измерения сечения выхода ХРИ необходимо прецизионно измерять ток пучка ионов. Ионный ток определяет такие параметры, как длительность анализа, загрузка электронного тракта, разогрев образца. Эти факторы ограничивают значение ионного тока в пределах 1...500 нА. Измерение таких токов связано с определенными техническими трудностями.

Наиболее распространенным устройством, необходимым для измерения тока ионных пучков, является цилиндр Фарадея, который поглощает заряд падающего пучка и с которым связан измеритель электрического тока или заряда. Для уменьшения потерь заряда из цилиндра за счет многократного рассеяния частиц внутренние стенки цилиндра изготавливают из материала с низким атомным номером, например графита или алюминия, а перед входным окном устанавливают экран для электростатического подавления вторичных электронов.

На электростатический экран подается напряжение порядка 300 В, которого достаточно для подавления вторичных электронов от протонного пучка с энергией до 10 МэВ.

Давление в камере облучения влияет на точность измерений ионного тока за счет переноса заряда частицами остаточных газов. Однако влияние этого эффекта будет на уровне 0,01 %, если давление в камере ниже чем 10^{-3} Па.

Возникающие на цилиндре Фарадея электрические сигналы постоянны или слабо изменяются во времени. Для измерения малых токов, собираемых цилиндром Фарадея, применяются электрометрические усилители или интеграторы тока.

Остановимся теперь на требованиях к вакуумной системе. Давление остаточных газов в ионно-оптической системе должно быть таким, чтобы длина свободного пробега ускоренных частиц превышала расстояние от источника ионов до исследуемого образца. Поскольку длина ускорительной системы обычно не превышает 5...10 м, то достаточным является давление $(1 - 5) \cdot 10^{-4}$ Па.

В исследовательской камере вакуумные условия влияют также на состояние тонкого приповерхностного слоя исследуемого образца, в котором сорбируются остаточные газы и пары масел вакуумных насосов. При плотностях тока, меньших $100...200$ мкА/см² для протонов с $E \cong 1$ МэВ при $p = 5 \cdot 10^{-4}$ Па, происходит заметный рост полимерных пленок под пучком вследствие захвата молекул остаточных газов пучков и переносом их на поверхность образца. Действительно, в работе на меди, облучаемой протонами с $E = 400$ кэВ при плотности ионного тока 30 мкА/см² в условиях вакуума $5 \cdot 10^{-4}$ Па, наблюдалось появление пленки со скоростью $0,05$ нм/с. Для вакуума в диапазоне $1 \cdot 10^{-4}$ Па рост поверхностной полимерной пленки P_n при бомбардировке протонами может быть оценен по формуле

$$P_n = P_{n0} + 0,7 \cdot 10^{16} [1 - \exp(-0,35i_0)], \quad (7.4)$$

где P_{n0} – начальное значение поверхностной плотности пленки, атом/см²; i_0 – плотность ионного тока, мА/см².

Для уменьшения скорости образования пленок на поверхности образцов применяют прогрев пробы до 100...500 °С, вымораживание остаточных паров масел жидким азотом, а также используют адсорбенты. При изучении оксидных пленок толщиной 0,004...50 мкг/см² на поверхности алюминия с использованием рентгеновских спектров, возбуждаемых протонами с энергией 100 кэВ, применяли вакуумную систему, включающую электроразрядный, криогенный и сублимационный насосы, позволяющие достигать разряжения $2,5 \cdot 10^{-8}$ Па. Такой высокий вакуум значительно подавляет появление адсорбированных слоев кислорода, азота и углерода на поверхности образца.

Для измерения спектров ХРИ используют проточно-пропорциональные счетчики, которые имеют не очень высокое энергетическое разрешение (к примеру, СРПП-10 дает разрешение 15 % на линии 5,9 кэВ), но обеспечивают высокую эффективность счета в мягкой области рентгеновского излучения (200...2000 эВ). Рентгеновское излучение с энергией квантов более 1,5 кэВ обычно регистрируется спектрометрическим трактом, включающим полупроводниковый Si(Li) или Ge(Li) детектор, обеспечивающий энергетическое разрешение 200...300 эВ на линии 5,9 кэВ.

Для эффективного применения рентгеноспектрального анализа с ионным возбуждением необходима специальная камера, в которой создаются условия для максимальной производительности и эффективности измерений. Кроме того, конструкция камеры образцов должна предусматривать измерение тока ионного пучка и исключать возникновение паразитных излучений, связанных с рассеянием ионного пучка и вторичных электронов.

В качестве примера рассмотрим камеру, разработанную для рентгеноспектрального анализа с протонным возбуждением (рис. 7.8). Она имеет многопозиционный держатель образцов 5, рассчитанный на одновременную загрузку семи мишеней. Пучок ионов, попадая в камеру, проходит через коллимационный блок 1, который состоит из графитового цилиндра с четырьмя парами отверстий диаметром от 2 до 5 мм. Держатель образцов в области облучения окружен двумя концентрическими цилиндрическими графитовыми экранами 3, 4 с целью подавления рассеяния протонов и вторичных электронов. Для экранирования вторичных электронов на внешний цилиндр подается отрицательное постоянное напряжение –600 В. Для обеспечения измерения тока многопозиционный держатель мишеней изолирован от корпуса камеры и присоединен к интегратору тока. При исследовании тонких мишеней, когда пучок частиц проходит через них, ток пучка измеряется цилиндром Фарадея 7, установленным за держателем образцов. Цилиндр Фарадея и

держатель соединены между собой электрически. Для исключения ошибок в измерении тока, связанных с рассеянием протонов, держатель соединен также с внутренним экранирующим цилиндром.

Рамка многопозиционной мишени наклонена относительно пучка под углом 45° . Под углом 90° по отношению к пучку протонов на расстоянии 50 мм от центра мишени камера имеет отверстие, перекрываемое фольгой металлизированного майлара толщиной 10 мкм. Непосредственно за отверстием устанавливается кремний-литиевый детектор ХРИ. Для уменьшения фона излучения вся внутренняя поверхность камеры, на которую могут попасть рассеянные протоны, электроны вторичной электронной эмиссии или рентгеновские кванты тормозного излучения, покрыта графитом повышенной чистоты. Для получения равномерного распределения пучка протонов на мишени перед подачей в измерительную камеру пучок расфокусируется. В различных вариантах камер используются различные системы подачи образцов в зону облучения: кассетные, карусельные, поступательно перемещающиеся.

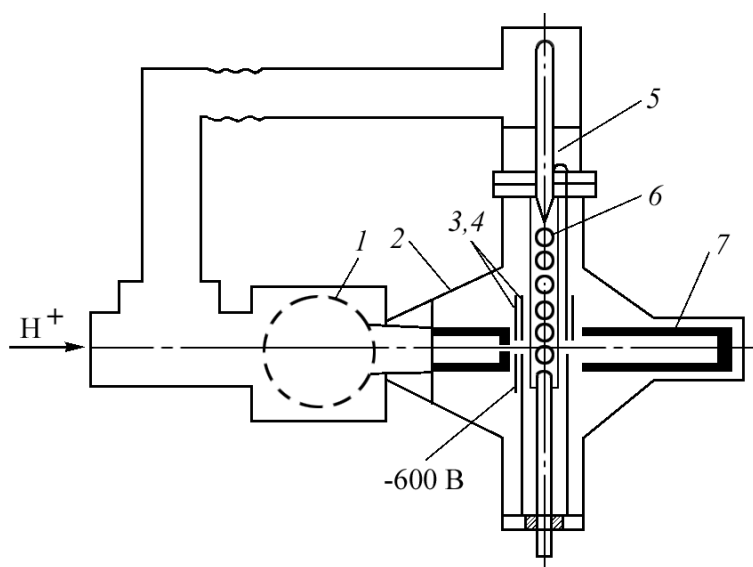


Рис. 7.8. Схема камеры для измерений ХРИ при протонном возбуждении:
 1 – коллиматор; 2 – корпус камеры; 3, 4 – цилиндрические экраны;
 5 – направляющий тefлоновый цилиндр; 6 – держатель образцов;
 7 – цилиндр Фарадея

В ряде работ предлагается выводить пучок протонов в воздушную атмосферу или атмосферу гелия. Таким образом значительно упрощается смена образцов, исключаются процессы испарения или сублимации вещества в условиях вакуума. Вывод пучка в атмосферу осуществляется через металлические пленки (Ni, Au, Nb, W) толщиной 10...100 мкм. При этом уменьшается энергия протонного пучка в среднем на 500 кэВ;

поэтому такие системы доступны только на ускорителях, имеющих достаточный диапазон энергии пучка частиц.

Для выполнения исследований кристаллов по выходу ХРИ, возбуждаемого каналированными ионами, используются двух- или трехосевые гониометры, результаты часто обрабатываются с помощью локальной мини-ЭВМ.

7.3.2. Калибровка рентгеноспектральной установки с ионным возбуждением

Общий выход ХРИ $Y(E)$, возбуждаемого в исследуемом образце ускоренными ионами с энергией E_u , определяется следующей формулой:

$$Y(E) = \frac{4\pi a^2}{A} \frac{f}{\varepsilon} \frac{I(E)}{N_u}, \quad (7.5)$$

где a – расстояние от мишени до детектора; A – площадь чувствительной поверхности детектора; f – корректирующий фактор, отвечающий за всевозможные поглощения излучения в пространстве между мишенью и детектором; ε – эффективность детектора; $I(E)$ – зарегистрированное число квантов ХРИ, скорректированное на мертвое время системы; N_u – число ионов, упавших на мишень.

С другой стороны, общий выход $Y(E)$ можно описать также выражением

$$Y(E_u) = n \int_{E_u}^0 \sigma_x(E) \frac{dE}{S(E)} \exp[-\mu x(E)], \quad (7.6)$$

где $S(E)$ – тормозная способность мишени; $x(E)$ – расстояние от поверхности мишени, на котором энергия иона равна E ; n – концентрация атомов мишени, атом/см².

Из уравнений (7.5) и (7.6) можно получить следующее выражение для концентрации атомов исследуемого сорта:

$$n = \frac{4\pi a^2}{A} \frac{f}{\varepsilon \sigma_x(E_u)} \frac{1}{N_u} \left[\frac{dI(E)}{dE} S(E) + \mu I(E) \right]_{E=E_u}. \quad (7.7)$$

В случае тонких мишеней, когда изменением $\sigma_x(E)$ с толщиной и поглощением ХРИ в самом образце можно пренебречь, формула (7.7) значительно упрощается:

$$n = \frac{4\pi a^2}{A} \frac{f}{\varepsilon \sigma_x(E_u)} \frac{1}{N_u} I(E_u). \quad (7.8)$$

Используя выражение (7.7) и (7.8), можно проводить количественный элементный анализ как толстых, так и тонких образцов. Входящие в эти формулы величины f , ε , $\sigma_x(E_u)$ зависят от атомного номера исследуемого элемента. Кроме того, абсолютное их определение затруднено и получить значения ε и $\sigma_x(E_u)$ с точностью выше 15...20 % практически невозможно.

В этом случае необходимо проводить предварительную калибровку конкретной рентгеноспектральной установки, определяя фактор

$$K(Z_2) = \frac{4\pi a^2}{A} \frac{f}{\varepsilon \sigma_x(E_u)} \quad (7.9)$$

как функцию атомного номера элемента путем использования набора мишеней с известной концентрацией n . Наиболее просто осуществить калибровку на тонких образцах. Для этого надо иметь набор тонких образцов с известной толщиной t_{Z_2} (в г/см²). За время облучения через образец проходит N_u ионов. Тогда количество квантов ХРИ, зарегистрированное детектором при такой геометрии эксперимента, когда мишень расположена под углом 45° к оси пучка ионов, а детектор – под углом 90° к этой же оси, равно

$$I(E_u) = \frac{1}{K(Z_2)} N_u \frac{N_A t_{Z_2}}{A_0}, \quad (7.10)$$

где N_A – число Авогадро; A_0 – атомная масса вещества образца. Калибровочная кривая получается путем графического представления величины

$$\frac{N_0 t_{Z_2} N_u}{A_0 I(E_u)} = \frac{4\pi a^2 f}{A \varepsilon \sigma_x(E_u)}$$

как функции атомного номера мишени.

В случае тонкой мишени, имея калибровочную кривую $K(Z_2)$, легко рассчитать количество атомов i -й примеси на единицу площади:

$$n_i = K(Z_i) I_i(E_u) \frac{1}{N_u}. \quad (7.11)$$

Калибровка может быть проведена и на толстых мишенях. Выполним ряд измерений выхода ХРИ при энергии ионов $E_1 < E_u$, E_u и $E_2 > E_u$.

Тогда, дифференцируя выход I от толстой мишени по энергии, получим $\left. \frac{dI}{dE} \right|_{E=E_u}$. Для нахождения калибровочного фактора $K(Z_2)$ необходимо использовать уравнение (7.7):

$$K(Z_2) = nN_u \left[\left. \frac{dI(E)}{dE} S(E) + \mu I(E) \right]_{E_u}^{-1}. \quad (7.12)$$

Для массивной мишени калибровочная кривая позволяет непосредственно пересчитать измеренные интенсивности в концентрации по формуле (7.7). Если же измерения выполнены только при одной энергии частиц, то необходимо дополнительно рассчитать интеграл вида $\int_0^{R_{\max}} \sigma_x [E(x)] \exp(-\mu x / \cos \varphi) dx$, описывающий выход от толстой мишени, и, дифференцируя его, получить dI / dE (R_{\max} – максимальный пробег возбуждающих ионов в мишени).

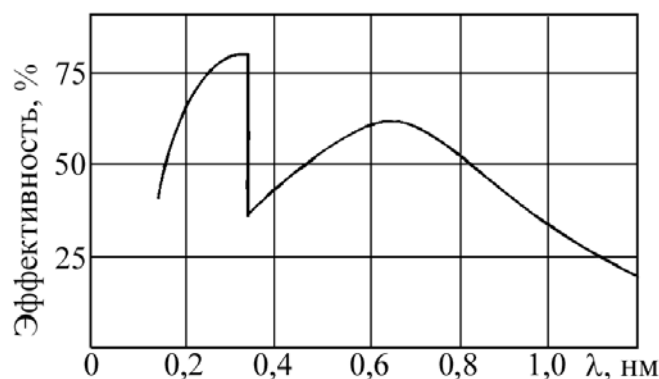


Рис. 7.9. Эффективность счетчика СРПП-10

Калибровку целесообразно проводить не для всех элементов, а только для нескольких характерных. Промежуточные точки по Z_2 могут быть рассчитаны, используя теоретические представления для сечений ионизации σ_K , σ_L и т. д. При этом, однако, необходимо также учитывать неравномерную чувствительность детектора к различным энергиям квантов. Для полупроводниковых детекторов эффективность приблизительно постоянна в области энергий 1,5...10 кэВ. Газовые пропорциональные счетчики имеют значительную неравномерность эффективности для излучения с различной длиной волны. В качестве иллюстрации приведем зависимость эффективности газового проточно-пропорционального счетчика СРПП-10 с окном из алюминированного

лавсана толщиной 20 мкм от длины волны рентгеновского излучения (рис. 7.9). Уменьшение эффективности счетчика в области больших длин волн определяется толщиной выходного окна. Поэтому при регистрации ХРИ легких элементов удобно применять более тонкие окна из алюминированного майлара (2...5 мкм).

7.4. Аппаратура для рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного анализа

Представляющие интерес для ЗЧАА частицы – протоны и дейтроны с энергией 2...20 МэВ, ионы телурия-3 и гелия-4 с энергией 10...40 МэВ могут быть получены с помощью спаренного электростатического генератора или циклотрона.

При низких значениях энергии (менее 5 МэВ для протонов, дейтронов и тритонов; менее 10 МэВ для ионов гелия-3 и гелия-4) предпочтительнее достаточно надежные и простые в работе одноконечные электростатические генераторы. Для получения частиц с указанными энергиями можно использовать и некоторые типы портативных изохронных циклотронов, но эти установки более сложны.

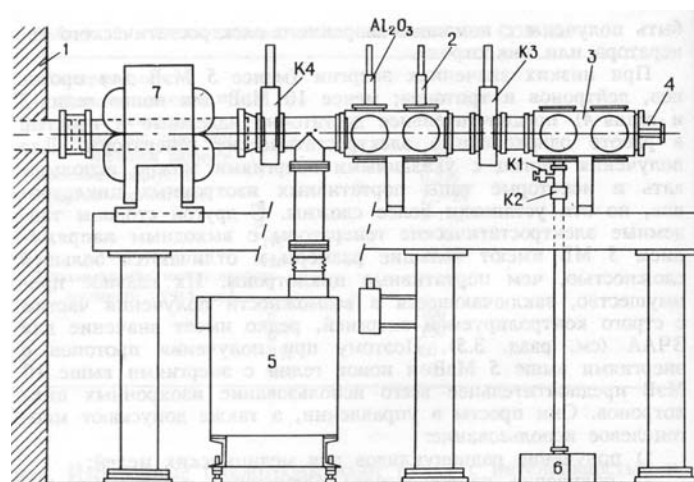


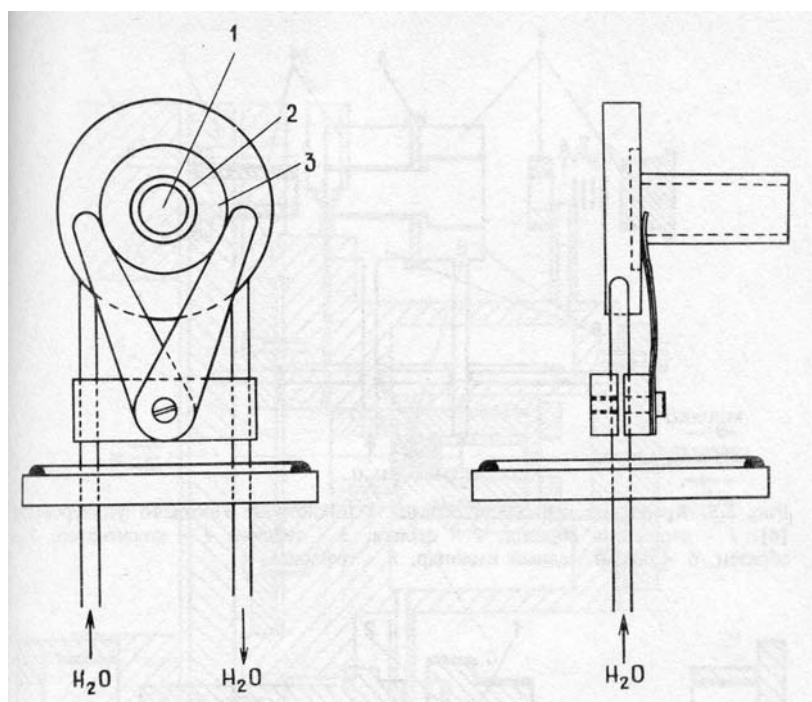
Рис. 7.10. Схема СРПП-10

С другой стороны тандемные электростатические генераторы с выходным напряжением 5 МВ имеют большие размеры и отличаются большей сложностью, чем портативные циклотроны. Их главное преимущество, заключающееся в возможности получения частиц с строго контролируемой энергией, редко имеет значение для ЗЧАА (см. разд. 7.5). Поэтому при получении протонов с энергиями выше 5 МэВ и ионов гелия с энергиями выше 10 МэВ предпочтительнее всего использование изохронных циклотронов. Они просты в управлении, а также допускают многоцелевое использование.

В последние годы число портативных изохронных циклотронов значительно увеличилось.

Расположение и облучение образцов

Выведенный поток заряженных частиц в вакууме (обычно 10^{-4} Па) подается через систему металлических труб на мишень. При этом система управления пучком может быть и очень простой, и очень сложной. В самых простых системах только одна мишень помещается непосредственно перед ускорителем, в других случаях на пути пучка могут быть расположены до 10 мишеней, укрепленных в отдельных бетонированных боксах. Система подачи частиц предусматривает один или несколько направляющих магнитов, изменяющих путь пучка в одном или нескольких направлениях, квадрупольный магнит для фокусировки пучка и цилиндр Фарадея – система изолированных электродов, позволяющая регулировать пучок и измерять его интенсивность перед мишенью. Удобным способом установления положения лучка и его оценки служит введение непосредственно перед мишенью корундовой пластины; получаемое изображение пучка частиц регистрируется телевизионным экраном.



*Рис. 7.11. Держатель образца в циклотроне Гентского университета:
1 – образцы, 2 – алюминий, 3 – медь*

Конструкция как самой установки, так и системы крепления мишени могут значительно различаться; в качестве типового примера рассмотрен циклотрон Гентского университета (Бельгия).

На рис. 7.10 изображена часть линии для активационного анализа, в которой заканчивается путь пучка частиц, попадающих на мишень. Поток частиц, направляемый на мишень, проходит через несколько коллиматоров длиной 8 см и с внутренним диаметром 0,8, 1,2 и 1,7 см соответственно. Эти коллиматоры расположены коаксиально трубкам системы подачи частиц.

Образец помещают в электрически изолированный держатель мишени, охлаждаемый деминерализованной водой и закрепляют в конце установки. Электрическая изоляция и вакуум обеспечиваются охранным кольцом. На рис. 7.11 изображена простая конструкция держателя образцов, пригодная для помещения и облучения круглых образцов диаметром 13...20 мм и толщиной несколько миллиметров. Держатель помещают в алюминиевую трубку для уменьшения ошибок при изменении активности пучка из-за утечки вторичных электронов. Поскольку охлаждение образца не очень эффективно, конструкция применима только при малых интенсивностях пучка (< 1 мкА).

На рис. 7.12 представлена более сложная конструкция держателя, также приспособленная для работы с образцами дискообразной формы. Система охлаждения в этом случае более эффективна и возможно облучение при более высоких значениях интенсивности пучка. Охлаждаемый водой коллиматор помещают над держателем мишени.

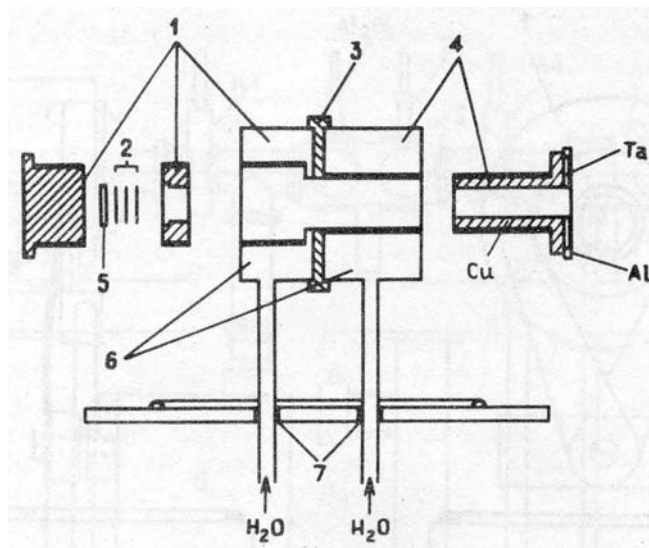


Рис. 7.12. Крепление держателя образца в циклотроне Гентского университета [6].

1 – держатель образца, 2 – фольга, 3 – тефлон, 4 – коллиматор, 5 – образец, 6 – полый медный цилиндр, 7 – тефлон

Помимо плотных образцов метод ЗЧАА допускает и анализ порошкообразных образцов. На рис. 7.13 показан алюминиевый держатель для

облучения порошкообразных образцов горных пород. Тонкая алюминиевая фольга и достаточной толщины металлическая фольга, служащие для мониторинга интенсивности пучка и установленные в месте *C*, удерживаются при помощи трубки *B*, прикрепленной к *C* кольцом *A*. Образец с помощью шпателя помещают в *C* с другой стороны, вставляют в *C* стержень *D*, удерживаемый с помощью *E*. При облучении держатель образца помещают в держателе мишени, изображенном на рис. 7.11. После облучения *A* и *B* отделяют от *C* и вынимают алюминиевую фольгу (монитор). Продолжая довинчивать *E* на *C*, извлекают образец.

После введения держателя образца в экспериментальную установку (рис. 7.10) закрывают клапан *K1* (воздух), открывают клапан *K2* и включают форвакуумный насос для откачки камеры облучения. После достижения давления ниже 5 Па закрывают клапан *K2* и открывают клапан *K3*. Когда давление между *K3* и *K4* станет менее 10^2 Па, открывают *K4* и начинают облучение, подняв цилиндр Фарадея.

При облучении образцов с низкой теплопроводностью, например горных пород или объектов окружающей среды, могут возникать ошибки из-за возгонки анализируемых элементов или компонентов матрицы. Установлено, что при облучении в среде гелия возникающие температуры значительно ниже, чем при облучении в вакууме.

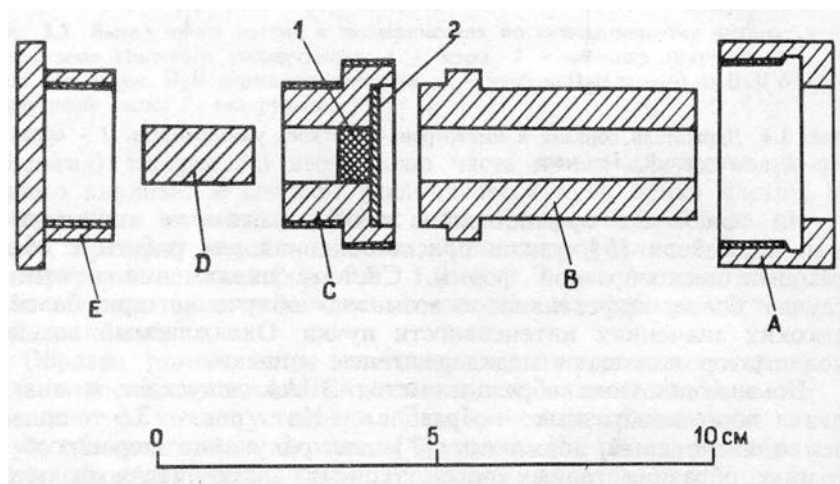


Рис. 7.13. Держатель для облучения порошкообразных образцов.
1 – никелевая и алюминиевая фольга, 2 – образец. Позиции А – Е см. в тексте

В некоторых анализах используют короткоживущие радионуклиды ($t_{1/2} < 5$ мин). Измерения нужно проводить, естественно, как можно быстрее после окончания облучения. Кроме того, непосредственно после облучения уровень радиации на облученном участке может быть высоким, особенно при облучении дейтронами. В алюминиевых частях установки и коллиматоре образуется алюминий-28

(β^- , γ -излучатель, $t_{1/2} = 2,24$ мин) по реакции $^{27}\text{Al}(d, p)^{28}\text{Al}$. Поэтому следует избегать контакта с облученной областью и извлечения образца сразу после облучения.

Желательно использовать пневматическую систему, прикрепляя дисковидные образцы к контейнеру пневмопочты. Управление перемещением осуществляют за пределами бетонной защиты, из помещения, расположенного рядом с комнатой для измерений.

Транспортировку образцов и операции с вакуумом проводят при помощи микропроцессоров. Схема установки изображена на рис. 7.14. Вначале все пневматические затворы с электрическим управлением (K) перекрыты, вакуум-насос и турбина отключены. Под контролем микропроцессора проводят операции в такой последовательности:

- 1) включают турбину и открывают клапаны $K5$ и $K'5$;
- 2) контейнер пневмопочты проходит оптические датчики 2 и 1;
- 3) перекрывают клапаны $K5$ и $K'5$, выключают турбину;
- 4) включают вакуумный насос и открывают клапан $K2$;
- 5) по достижении давления ниже 5 Па выключают вакуумный насос, перекрывая $K2$, открывают $K3$, выводят цилиндр Фарадея.

Образец готов к облучению, когда вакуум достигнет 10^{-2} Па. При облучении контейнер пневмопочты соединен двумя медными кольцами с охлаждающей рубашкой, заполненной деминерализованной водой.

По истечении заданного времени облучение заканчивают, опуская цилиндр Фарадея. Немедленно проводят следующие операции:

- 1) закрывают клапан $K3$, включают турбину и открывают клапаны $K6$ и $K'6$;
- 2) контейнер пневмопочты проходит оптические датчики 1 и 2;
- 3) закрывают клапаны $K6$ и $K'6$ и выключают турбину.

Через 10 с после конца облучения образец готов к дальнейшей обработке.

Определение интенсивности пучка

Для определения концентрации элементов в образце должны быть известны интенсивность пучка при облучении образца и стандартного образца сравнения или, по крайней мере, их отношение. При этом принимают, что интенсивность пучка в основном за все время облучения остается постоянной.

Интенсивность пучка можно определять непосредственно, измеряя силу тока, возникающую в образце и стандартном образце сравнения. Сила тока I (мкА) и интенсивность i пучка (частица/с) связаны уравнением

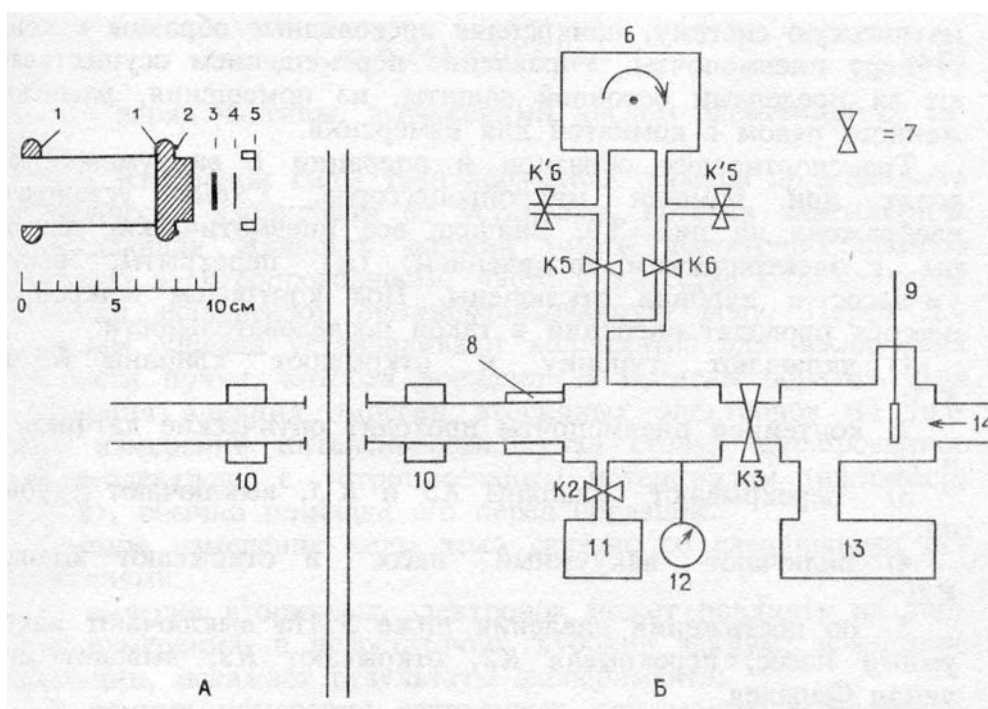
$$i = 6,241 \times 10^{12} I / Z \quad (7.13)$$

где Z – заряд частицы, выраженный числом элементарных зарядов.

При измерении силы тока держатель образца должен быть электрически изолирован от установки, которая заземляется. Охлаждающая жидкость должна иметь достаточно низкую удельную электропроводность; часто в качестве охлаждающей жидкости используют деминерализованную воду. Перед держателем образца устанавливают коллиimator для исключения той части пучка, которая попадает за пределы образца. Для устранения влияния эмиссии вторичных электронов на точность измерений интенсивности пучка ставят изолированное кольцо-электрод с отрицательным потенциалом (например, -300 В), обычно помещая его перед образцом.

Прямое измерение силы тока связано со следующими осложнениями:

- 1) эмиссия вторичных электронов может повлиять на точность измерений, а недостаточно глубокий вакуум, вследствие ионизации, искажает результаты эксперимента;
- 2) точные измерения затруднены при малых интенсивностях.



*Рис. 7.14. Система пневмоподачи (циклотрон Гентского университета):
 1 – зажимные кольца, 2 – O-образное кольцо, 3 – образец, 4 – регулирующая фольга,
 5 – кольцо с резьбой, 6 – турбина, 7 – клапан, 8 – система охлаждения,
 9 – цилиндр Фарадея, 10 – оптическая система, 11 – насос, 12 – манометр,
 13 – турбомолекулярный насос, 14 – пучок частиц,
 А – пневмодоставка образца, Б – блок облучения*

Интенсивность пучка можно определить и косвенным путем, используя фольгу в качестве монитора интенсивности. Для этого при об-

лучении ставят металлическую фольгу меньшей толщины, чем пробег частиц перед анализируемым образцом и стандартным образцом сравнения. Активность монитор-фольги в конце облучения A_M выражается уравнением

$$A_M = n_M i (1 - e^{-\lambda_M t_b}) \int_0^D \sigma(x) dx \quad (7.14)$$

где A_M – число определяемых нуклидов на 1 г; i – интенсивность пучка; λ_M – постоянная распада; t_b – время облучения; $D = \rho l$, где ρ – плотность монитор-фольги; l – толщина фольги. Отсюда получаем для стандартного образца сравнения (S) и анализируемого образца (X), помещенных за монитор-фольгой одинаковой толщины и состава:

$$\frac{i_X}{i_S} = \frac{a_{M,X}}{(1 - e^{-\lambda_M t_{b,X}})} \frac{(1 - e^{-\lambda_M t_{b,S}})}{a_{M,S}}, \quad (7.15)$$

где $a_{M,X}$, $a_{M,S}$ – скорости счета монитор-фольги в конце облучения анализируемого образца и стандартного образца сравнения соответственно; $t_{b,X}$ и $t_{b,S}$ – время облучения анализируемого образца и стандартного образца сравнения соответственно.

При выборе монитор-фольги необходимо учитывать следующие факторы:

- 1) толщина фольги должна быть мала по сравнению с пробегом частиц;
- 2) фольга должна быть однородной по толщине;
- 3) материал фольги должен обладать высокой теплопроводностью, поэтому обычно используют металлы;
- 4) измерения активности легко выполнимы только для ограниченного числа гамма – излучателей с простым гамма – спектром.

Металлическая фольга имеет следующие недостатки:

- 1) требуется дополнительные определения активности;
- 2) потеря энергии в фольге вносит дополнительную неопределенность в определение исходной энергии;
- 3) радионуклиды, образующиеся в монитор-фольге за счет отдачи, попадают в образец.

Последним недостатком, в общем, можно пренебречь в случае стандартного образца сравнения, так как наведенная активность значительно превышает внесенную отдачей. У образцов с малым содержанием определяемого элемента, особенно когда измеряют чистые β^+ - излучатели, могут возникнуть искажения формы спектров из-за эффекта

отдачи. Химическое травление поверхности образца после облучения обычно позволяет устранить этот источник ошибок. Для уменьшения влияния атомов отдачи при анализе образцов металлов целесообразно использовать монитор-фольгу того же состава, что и анализируемый образец. Часто между монитор-фольгой и образцом устанавливают дополнительную фольгу. Эта дополнительная фольга должна иметь тот же состав, что и образец (металл), или состоять из материала, который активируется в незначительной степени. В табл. 7.4 приведены характеристики фольги, используемой для регулировки интенсивности пучка частиц при облучении.

Таблица 7.4

Характеристика монитор-фольги

Частица	Фольга	$T_{пл}, ^\circ\text{C}$	Теплопроводность при 25 $^\circ\text{C}$, Вт \cdot см $^{-1}$ \cdot $^\circ\text{C}^{-1}$	Ядерная реакция	E_T , МэВ	$T_{1/2}$	Гамма-линия, кэВ
p	Cu	1083	3,98	$^{63}\text{Cu}(p,n)^{63}\text{Zn}$	4,2	38,5 мин	679
				$^{65}\text{Cu}(p,n)^{65}\text{Zn}$	2,1	243,7 сут	1115
	Ti	1675	0,2	$^{48}\text{Ti}(p,n)^{48}\text{V}$	4,9	16 сут	984, 1312
	Zr	1852		$^{92}\text{Zr}(p,n)^{92m}\text{Nb}$	2,8	10,1 сут	935
d	Ni	1453	0,90	$^{60}\text{Ni}(d,n)^{61}\text{Cu}$	$Q > 0$	3,37 ч	283, 656
	Ti	1675	0,27	$^{47}\text{Ti}(d,n)^{48}\text{V}$	$Q > 0$	16 сут	984, 1312
	Mo	2610	1,4	$^{92}\text{Mo}(d,n)^{93m}\text{Tc}$	$Q > 0$	43 мин	390
^3He	Cu	1083	3,98	$^{65}\text{Cu}(^3\text{He},2n)^{66}\text{Ga}$	5,0	9,5 ч	1039
α	Cu	1083	3,98	$^{63}\text{Cu}(\alpha,n)^{66}\text{Ga}$	8,0	9,5 ч	1039
	Ni	1453	0,90	$^{60}\text{Ni}(\alpha,2n)^{62}\text{Zn}$	18,2	9,3 ч	548, 597

Измерения. Большое количество радионуклидов, образующихся при облучении заряженными частицами, относится к позитронным излучателям. Позитроны имеют непрерывный энергетический спектр с максимальной энергией, характеризующей радионуклид. Бета-излучение можно измерять непосредственно, например, с помощью пластиковых сцинтилляторов или счетчиков Гейгера-Мюллера. Если образец не бесконечно тонок, то надо считаться с ослаблением излучения. Кроме того, определение максимальной энергии не очень избирательно.

Поэтому, когда наряду с β^+ -частицами возникает и гамма-излучение, то последнее следует предпочесть при измерениях. Измерение гамма-излучения с помощью NaI(Tl)-детектора почти не используется в активационном анализе, за исключением обнаружения чистых излучателей позитронов. Предпочтение следует отдавать германиевым полупроводниковым детекторам благодаря их высокой разрешающей способности (примерно на порядок выше, чем у NaI(Tl)-детекторов). Современные детекторы, изготовленные из германия высокой чистоты, имеют разрешающую способность (полную ширину пика на половине ординаты максимума) для линии ^{60}Co 1332 кэВ менее 2,0 кэВ и эффективность обнаружения при помощи 7,5x7,5 см NaI(Tl)-детектора для 662 кэВ линии ^{137}Cs выше 25 %.

В тех случаях, когда радионуклиды испускают позитроны, а гамма-излучение отсутствует (например, в случае ^{15}O , ^{11}C , ^{13}N и ^{18}F), обычно предпочитают измерять аннигиляционное γ -излучение. При взаимодействии позитрона с электроном образуются два гамма-кванта (фотона) с энергией 511 кэВ, направленных под углом 180° друг к другу (аннигиляционное излучение). При измерении аннигиляционных фотонов считают, что аннигиляция проходит нацело; это имеет место, когда образец окружен достаточным количеством материала для полного поглощения позитронов, что обеспечивает появление двух гамма-квантов с энергией 511 кэВ. Если такая информация недостаточна, то используют NaI(Tl)-детекторы. Последние имеют большие размеры (например, диаметр и высота по 7,5 см), высокую эффективность и более экономичны, чем германиевые детекторы. Высокое энергетическое разрешение последних в данном случае не имеет существенного значения. Для повышения избирательности по аннигиляционному излучению два NaI(Tl)-детектора устанавливают на противоположных сторонах образца и проводят измерения по методу совпадений.

На рис. 7.15 изображена типичная экспериментальная установка, используемая в Институте ядерных наук Гентского университета. Она состоит из двух цилиндрических NaI(Tl)-детекторов, диаметром 7,5 см и высотой 7,5 см, расположенных на противоположных сторонах образца и окруженных свинцовым экраном толщиной 6 см. Фотоэлектронный умножитель каждого детектора через предусилитель связан с линейным усилителем. Сигналы с выхода усилителя (A, B) поступают в временной одноканальный анализатор. Когда высота входящих импульсов больше нижнего порога, но не достигает верхнего порогового значения, анализатор последовательно регистрирует выходные импульсы (C, D). Пороговые значения соответствуют энергиям 400 и 600 кэВ. Выходные импульсы (C, D) запаздывают относительно мо-

мента, когда уменьшающийся входной сигнал (A , B) достигает 50 % его максимальной амплитуды (диапазон дискриминации). Выходной импульс в канале D (справа на рис. 3.10) запаздывает на 100 нс по сравнению с левым каналом C . Импульсы C и D поступают по каналам «старт-стоп» в преобразователь время-амплитуда одноканального анализатора. Этот блок линейный сигнал E с амплитудой, пропорциональной интервалу времени между старт- и стоп-импульсами; сигнал E поступает в одноканальный анализатор. Одноканальный анализатор дает последовательные сигналы F при поступлении каждого импульса в заданных пределах. При использовании чистых позитронных излучателей частотное распределение высоты импульсов преобразователя время-амплитуда имеет максимум около 100 нс. Например, 96 % импульсов в преобразователе время-амплитуда соответствовали чистому позитронному источнику. Последовательные выходные сигналы одноканального анализатора регистрировались пересчетным устройством с двумя контрольными датчиками времени, обеспечивающими цикличность измерений: один датчик измеряет и контролирует продолжительность (время измерения плюс время ожидания между двумя последующими отсчетами), другой – время измерения. Показания пересчетного устройства регистрировались принтером.

ПРИЛОЖЕНИЯ (СПРАВОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ)

Приложение П.8

*Значения коэффициентов аппроксимации сечения
торможения α -частиц при низких энергиях (твердое тело)*

Элемент	C1	C2	C3	C4	C5
1H	0,9661	0,4126	6,92	8,831	2,582
2He	2,027	0,2931	26,34	6,66	0,3409
3Li	1,42	0,49	12,25	32	9,161
4Be	2,206	0,51	15,32	0,25	8,995
5B	3,691	0,4128	18,48	50,72	9
6C	4,232	0,3877	22,99	35	7,993
7N	2,51	0,4752	38,26	13,02	1,892
8O	1,766	0,5261	37,11	15,24	2,804
9F	1,533	0,531	40,44	18,41	2,718
${}^{10}Ne$	1,183	0,55	39,83	17,49	4,001
${}^{11}Na$	9,894	0,3081	23,65	0,384	92,93
${}^{12}Mg$	4,3	0,47	43,3	3,3	12,74
${}^{13}Al$	2,5	0,625	45,7	0,1	4,359
${}^{14}Si$	2,1	0,65	49,34	1,788	4,133
${}^{15}P$	1,729	0,6562	53,41	2,405	3,845
${}^{16}S$	1,402	0,679,1	58,98	3,528	3,211
${}^{17}Cl$	1,117	0,7044	69,69	3,705	2,156
${}^{18}Ar$	0,9172	0,724	79,44	3,648	1,646
${}^{19}K$	8,554	0,3817	83,61	11,84	1,875
${}^{20}Ca$	6,297	0,4622	65,39	10,14	5,036
${}^{21}Sc$	5,307	0,4918	61,74	12,4	6,665
${}^{22}Ti$	4,71	0,5087	65,28	8,806	5,948
${}^{23}V$	6,151	0,4524	83	18,31	2,71
${}^{24}Cr$	6,57	0,4322	84,76	15,53	2,779
${}^{25}Mn$	5,738	0,4492	84,61	14,18	3,101
${}^{26}Fe$	5,013	0,4707	85,58	16,55	3,211
${}^{27}Co$	4,32	0,4947	76,14	10,85	5,441
${}^{28}Ni$	4,652	0,4571	80,73	22	4,952
${}^{29}Cu$	3,114	0,5236	76,67	7,62	6,385
${}^{30}Zn$	3,114	0,5236	76,67	7,62	7,502
${}^{31}Ga$	3,114	0,5236	76,67	7,62	8,514
${}^{35}Br$	2,44	0,6346	105	0,83	2,851
${}^{32}Ge$	5,746	0,4662	79,24	1,185	7,993

Элемент	C1	C2	C3	C4	C5
³³ As	2,792	0,6346	106,1	0,2986	2,311
³⁴ Se	4,667	0,5095	124,3	2,102,	1,667
³⁶ Kr	1,491	0,7118	120,6	1,101	1,877
³⁷ Rb	11,72	0,3826	102,8	9,231	4,371
³⁸ Sr	7,126	0,4804	119,3	5,784	2,454
³⁹ Y	11,61	0,3955	146,7	7,031	1,423
⁴⁰ Zr	10,99	0,41	163,9	7,1	1,052
⁴¹ Nb	9,241	0,4275	163,1	7,954	1,102
⁴² Mo	9,276	0,418	157,1	8,038	1,29
⁴³ Tc	3,999	0,6152	97,6	1,297	5,792
⁴⁴ Ru	4,306	0,5658	97,99	5,514	5,754
⁴⁵ Rh	3,615	0,6197	86,26	0,333	8,689
⁴⁶ Pd	5,8	0,49	147,2	6,903	1,289
⁴⁷ Ag	5,6	0,49	130	10	2,844
⁴⁸ Cd	3,55	0,6068	124,7	1,112	3,119
⁴⁹ In	3,6	0,62	105,8	0,1692	6,026
⁵⁰ Sn	5,4	0,53	103,1	3,931	7,767
⁵¹ Sb	3,97	0,6459	131,8	0,2233	2,723
⁵² Te	3,65	0,64	126,8	0,6834	3,411
⁵³ I	3,118	0,6519	164,9	1,208	1,51
⁵⁴ Xe	2,031	0,7181	153,1	1,362	1,958
⁵⁵ Cs	14,4	0,3923	152,5	8,354	2,597
⁵⁶ Ba	10,99	0,4599	138,4	4,811	3,726
⁵⁷ La	16,6	0,3773	224,1	6,28	0,9121
⁵⁸ Ce	10,54	0,4533	159,3	4,832	2,529
⁵⁹ Pr	10,33	0,4502	162	5,132	2,444
⁶⁰ Nd	10,15	0,4471	165,6	5,778	2,328
⁶¹ Pm	9,976	0,4439	168	5,721	2,258
⁶² Sm	9,804	0,4408	176,2	5,675	1,997
⁶³ Eu	14,22	0,363	228,4	7,024	1,016
⁶⁴ Gd	9,952	0,4318	233,5	5,065	0,9244
⁶⁵ Tb	9,272	0,4345	210	4,911	1,258
⁶⁶ Dy	10,13	0,4146	225,7	5,525	1,055
⁶⁷ Ho	8,949	0,4304	213,3	5,071	1,221
⁶⁸ Er	11,94	0,3783	247,2	6,655	0,849
⁶⁹ Tm	8,472	0,4405	195,5	4,051	1,604
⁷⁰ Yb	8,301	40,4399	203,7	3,667	1,459
⁷¹ Lu	6,567	0,4858	193	2,65	1,66
⁷² Hf	5,951	0,5016	196,1	2,662	1,589

Элемент	C1	C2	C3	C4	C5
${}_{73}\text{Ta}$	7,495	0,4523	251,4	3,433	0,8619
${}_{74}\text{W}$	6,335	0,4825	255,1	2,834	0,8228
${}_{75}\text{Re}$	4,314	0,5558	214,8	2,354	1,263
${}_{76}\text{Os}$	4,02	0,5681	219,9	2,402	1,191
${}_{77}\text{Ir}$	3,836	0,5765	210,2	2,742	1,305
${}_{78}\text{Pt}$	4,68	0,5247	244,7	2,749	0,8962
${}_{79}\text{Au}$	3,223	0,5883	232,7	2,954	1,05
${}_{80}\text{Hg}$	2,892	0,6204	208,6	2,415	1,416
${}_{81}\text{Tl}$	4,728	0,5522	217	3,091	1,386
${}_{82}\text{Pb}$	6,18	0,52	170	4	3,224
${}_{83}\text{Bi}$	9	0,47	198	3,8	2,032
${}_{84}\text{Po}$	2,324	0,6997	216	1,599	1,399
${}_{85}\text{At}$	2,44	0,6346	105	0,83	2,851
${}_{86}\text{Rn}$	1,961	0,7286	223	1,621	1,296
${}_{87}\text{Fr}$	1,75	0,7427	350,1	0,9789	0,5507
${}_{88}\text{Ra}$	10,31	0,4613	261,2	4,738	0,9899
${}_{89}\text{Ac}$	7,962	0,519	235,7	4,347	1,313
${}_{90}\text{Th}$	2,44	0,6346	105	0,83	2,851
${}_{91}\text{Pa}$	6,227	0,5645	231,9	3,961	1,379
${}_{92}\text{U}$	5,246	0,5947	228,6	4,027	1,432
${}_{93}\text{Np}$	5,408	0,5811	235,7	3,961	1,358
${}_{94}\text{Pu}$	5,218	0,5828	245	3,838	1,25

ФОРМУЛЫ АППРОКСИМАЦИИ СЕЧЕНИЯ ТОРМОЖЕНИЯ α -ЧАСТИЦ**Сечение ядерного торможения**

Приведенная энергия

$$\epsilon = \frac{32,53M_2E_0}{Z_1Z_2(M_1 + M_2)(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{1/2}},$$

где E_0 – энергия, кэВ; M – масса, а.е.м.

$$\epsilon_n = 1,593\epsilon^{1/2}, \epsilon \leq 0,01;$$

$$\epsilon_n = 1,7\epsilon^{1/2} \frac{\exp(1+\epsilon)}{1+6,8\epsilon+3,4\epsilon^{3/2}}, 0,01 \leq \epsilon \leq 10$$

$$\epsilon_n = \ln(0,47\epsilon)/2, \epsilon > 10.$$

Сечение электронного торможения при низких энергияхПри энергии α -частиц 1 кэВ — 10 МэВ

$$1/\epsilon = 1/\epsilon_n + 1/\epsilon_e$$

$$\epsilon_n = C_1 E^{A_2}$$

$$\epsilon_e = \frac{A_3}{E/1000} \ln\left(1 + \frac{A_4}{E/1000} + \frac{A_5}{E/1000}\right),$$

где E – энергия, кэВ; ε – сечение торможения, $\text{эВ}\cdot\text{см}^{-2}/10^{15}$.

Сечение электронного торможения при высоких энергиях

При энергии α -частиц $> 10\text{МэВ}$

$$\varepsilon = \exp(A_6 + A_7B + A_8B^2 + A_9B^3),$$

где $B = \ln(1/E)$; E – энергия, МэВ; $\varepsilon - \varepsilon$ – сечение торможения, $\text{эВ}\cdot\text{см}^{-2}/10^{15}$.

Приложение П.9

Значения коэффициентов аппроксимации
сечения торможения гелия при низких энергиях (газ)

Элемент	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5
^1H	0,39	0,63	4,17	85,55	19,55
^2He	0,58	0,59	6,3	130	44,07
^3Li	15,23	0,1076	10,14	123,2	31,24
^7N	2	0,548	29,82	18,11	4,37
^8O	2,717	0,4858	32,88	25,88	4,336
^9F	2,616	0,4748	41,2	28,07	2,458
^{10}Ne	2,303	0,4861	37,01	37,96	5,092
^{11}Na	13,03	0,2685	35,65	44,18	9,175
^{16}S	3,116	0,5988	53,71	5,632	4,536
^{17}Cl	3,365	0,571	63,67	6,182	2,969
^{18}Ar	2,291	0,6284	73,88	4,478	2,066
^{19}K	16,6	0,3095	99,1	10,98	1,092
^{35}Br	1,65	0,7	148,1	1,47	0,9686
^{36}Kz	1,413	0,7377	147,9	1,466	1,016
^{53}I	4,13	0,6177	152	2,516	1,938
^{54}Xe	3,949	0,6209	200,5 335,1	1,878	0,9126
^{55}Cs	25,84	0,3139	335,1	2,946	0,3347
^{80}Hg	8,15	0,4745	269,2	2,392	0,7467

Приложение П.10

Значения коэффициентов аппроксимации
сечения торможения гелия при высоких энергиях

Элемент	C_6	C_7	C_8	C_9
^1H	2,371	0,5462	-0,07932	-0,006853
^2He	2,809	0,4847	-0,08756	-0,007281
^3Li	3,095	0,4434	-0,09259	-0,007459
^4Be	3,28	0,4188	-0,09564	-0,007604
^5B	3,426	0,4	-0,09796	-0,007715
^6C	3,588	0,3921	-0,09935	-0,007804
^7N	3,759	0,4094	-0,09646	-0,007661

Элемент	C_6	C_7	C_8	C_9
${}_8O$	3,782	0,3734	-0,1011	-0,007874
${}_9F$	3,816	0,3504	-0,1046	-0,008074
${}_{10}Ne$	3,863	0,3342	-0,1072	-0,008231
${}_{11}Na$	3,898	0,3191	-0,1086	-0,008271
${}_{12}Mg$	3,961	0,314	-0,1091	-0,008297
${}_{13}Al$	4,024	0,3113	-0,1093	-0,008306
${}_{14}Si$	4,077	0,3074	-0,1089	-0,008219
${}_{15}P$	4,124	0,3023	-0,1094	-0,00824
${}_{16}S$	4,164	0,2964	-0,1101	-0,008267
${}_{17}Cl$	4,21	0,2936	-0,1103	-0,00827
${}_{18}Ar$	4,261	0,2994	-0,1085	-0,008145
${}_{19}K$	4,3	0,2903	-0,1103	-0,008259
${}_{20}Ca$	4,344	0,2897	-0,1102	-0,008245
${}_{21}Sc$	4,327	0,2707	-0,1127	-0,00837
${}_{22}Ti$	4,34	0,2618	-0,1138	-0,00842
${}_{23}V$	4,361	0,2559	-0,1145	-0,008447
${}_{24}Cr$	4,349	0,24	-0,1166	-0,00855
${}_{25}Mn$	4,362	0,2327	-0,1174	-0,008588
${}_{26}Fe$	4,375	0,2253	-0,1185	-0,008648
${}_{27}Co$	4,362	0,2069	-0,1214	-0,008815
${}_{28}Ni$	4,346	0,1857	-0,1249	-0,009021
${}_{29}Cu$	4,355	0,18	-0,1255	-0,009045
${}_{30}Zn$	4,389	0,1806	-0,1253	-0,009028
${}_{31}Ga$	4,407	0,1759	-0,1258	-0,009054
${}_{32}Ge$	4,419	0,1694	-0,1267	-0,009094
${}_{33}As$	4,412	0,1545	-0,1289	-0,009202
${}_{34}Se$	4,419	0,1448	-0,1303	-0,009269
${}_{35}Br$	4,436	0,1443	-0,1299	-0,009229
${}_{36}Kr$	4,478	0,1608	-0,1262	-0,008983
${}_{37}Rb$	4,489	0,1517	-0,1278	-0,009078
${}_{38}Sr$	4,514	0,1551	-0,1268	-0,009005
${}_{39}Y$	4,533	0,1568	-0,1261	-0,008945
${}_{40}Zr$	4,548	0,1572	-0,1256	-0,008901
${}_{41}Nb$	4,553	0,1544	-0,1255	-0,008883
${}_{42}Mo$	4,548	0,1485	-0,1259	-0,00888
${}_{43}Tc$	4,489	0,1128	-0,1309	-0,009107
${}_{44}Ru$	4,402	0,06656	-0,1375	-0,009421
${}_{45}Rh$	4,292	0,01012	-0,1459	-0,009835
${}_{46}Pd$	4,187	0,04539	-0,1542	-0,01025

Элемент	C_6	C_7	C_8	C_9
⁴⁷ Ag,	4,577	0,13	-0,1285	-0,009067
⁴⁸ Cd	4,583	0,1253	-0,1291	-0,009084
⁴⁹ In	4,58	0,1174	-0,1301	-0,009129
⁵⁰ Sn	4,581	0,111	-0,1309	-0,009161
⁵¹ Sb	4,582	0,1046	-0,1317	-0,009193
⁵² Te	4,6	0,1052	-0,1315	-0,009178
⁵³ I	4,614	0,1043	-0,1315	-0,009175
⁵⁴ Xe	4,619	0,09769	-0,1325	-0,009231
⁵⁵ Cs	4,671	0,1136	-0,1298	-0,009078
⁵⁶ Ba	4,706	0,1206	-0,1287	-0,009009
⁵⁷ La	4,732	0,1244	-0,128	-0,008968
⁵⁸ Ce	4,722	0,1156	-0,1292	-0,00903
⁵⁹ Pr	4,71	0,106	-0,1305	-0,0091
⁶⁰ Nd	4,698	0,09647	-0,1319	-0,009169
⁶¹ Pm	4,681	0,08536	-0,1335	-0,009252
⁶² Sm	4,676	0,07819	-0,1345	-0,009302
⁶³ Eu	4,663	0,06867	-0,1358	-0,009373
⁶⁴ Gd	4,676	0,06861	-0,1357	-0,009363
⁶⁵ Tb	4,649	0,0536	-0,1379	-0,00948
⁶⁶ Dy	4,634	0,04335	-0,1394	-0,009558
⁶⁷ Ho	4,603	0,02679	-0,1418	-0,00969
⁶⁸ Er	4,584	0,01494	-0,1436	-0,009783
⁶⁹ Tm	4,576	0,007043	-0,1447	-0,009841
⁷⁰ Yb	4,571	0,0007046	-0,1456	-0,009886
⁷¹ Lu	4,566	-0,005626	-0,1464	-0,00993
⁷² Hf	4,561	-0,01197	-0,1473	-0,009975
⁷³ Ta	4,572	-0,012	-0,1472	-0,009965
⁷⁴ W	4,569	-0,01755	-0,148	-0,01
⁷⁵ Re	4,573	-0,01992	-0,1482	-0,01001
⁷⁶ Os	4,57	-0,02547	-0,149	-0,01005
⁷⁷ Ir	4,528	-0,04613	-0,1521	-0,01022
⁷⁸ Pt	4,494	-0,0637	-0,1548	-0,01037
⁷⁹ Au	4,564	-0,027	-0,1471	-0,009852
⁸⁰ Hg	4,546	-0,04963	-0,1523	-0,01022
⁸¹ Tl	4,594	-0,03339	-0,1496	-0,01006
⁸² Pb	4,608	-0,02886	-0,1485	-0,00999
⁸³ Bi	4,624	-0,02639	-0,1481	-0,009971
⁸⁴ Po	4,636	-0,02422	-0,1477	-0,009939
⁸⁵ At	4,6481	-0,02172	-0,1471	-0,009903

Элемент	C_6	C_7	C_8	C_9
$_{86}Rn$	4,662	-0,1192	-0,1725	-0,01196
$_{87}Fr$	4,69	-0,009867	-0,1449	-0,009771
$_{88}Ra$	4,715	-0,002113	-0,1435	-0,009689
$_{89}Ac$	4,729	0,001392	-0,1428	-0,009644
$_{90}Th$	4,729	-0,0005983	-0,143	-0,009647
$_{91}Pa$	4,738	0,001075	-0,1425	-0,009618
$_{92}U$	4,751	0,004244	-0,1419	-0,009576

Приложение П.12

Энергетический страгглинг ионов

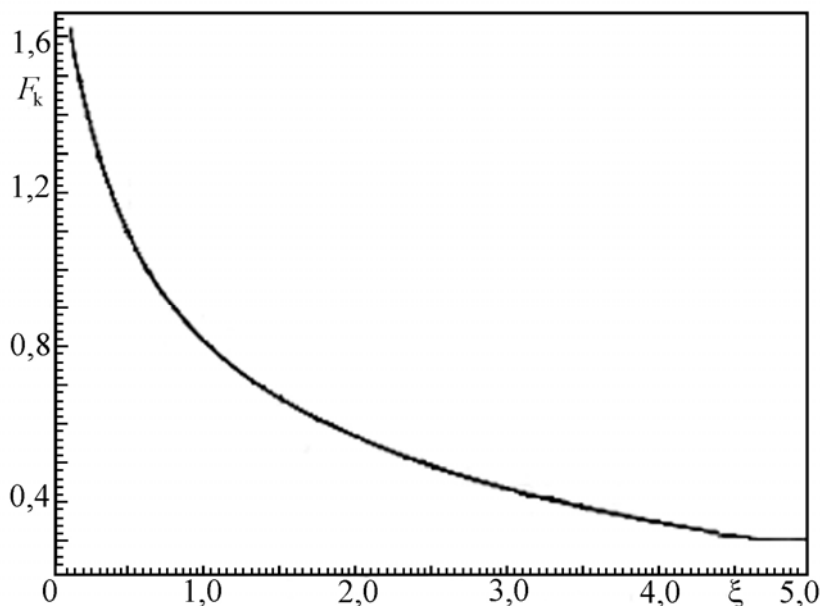
Атом матрицы	$_1H$	$_2He$	$_3Li$	$_5B$	$_6C$	$_7N$	$_8O$	$_{10}Ne$	$_{16}S$
$_2He$	20,8	41,6	62,4	104,1	124,9	145,7	166,6	208,2	333,0
$_3Li$	19,3	38,5	57,9	96,4	115,6	134,9	154,2	192,7	308,3
$_4Be$	19,6	39,2	58,9	98,1	117,7	137,3	157,0	196,3	314,0
$_5B$	19,8	39,7	59,6	99,2	119,1	138,9	158,8	198,5	317,6
$_9F$	20,2	40,5	60,8	101,3	121,6	141,8	162,1	202,6	324,2
$_{11}Na$	20,3,	40,7	61,1	101,8	122,1	142,5	162,9	203,6	325,7
$_{13}Al$	20,4	40,8	61,3	102,1	122,5	143,0	163,5	204,3	326,8
$_{15}P$	20,5	40,9	61,5	102,4	122,9	143,3	163,9	204,8	327,6
$_{17}Cl$	20,5	41,0	61,6	102,6	123,1	143,6	164,2	205,2	328,3
$_{18}Ar$	19,7	39,5	59,3	98,7	118,5	138,2	158,0	197,5	316,0
$_{19}K$	20,5	41,1	61,7	102,7	123,3	143,8	164,4	205,5	328,7
$_{21}Sc$	20,1	40,2	69,4	100,6	120,7	140,7	160,9	201,1	321,8,
$_{22}Ti$	19,9	39,8	59,8	99,6	119,6	139,5	159,5	199,3	318,9
$_{23}V$	19,8	39,5	59,4	98,9	118,6	138,4	158,2	197,7	316,3
$_{24}Cr$	20,0	40,0	60,0	100,0	120,0	140,0	160,0	200,0	320,0
$_{25}Mn$	19,8	39,7	59,6	99,2	119,1	138,9	158,8	198,5	317,6
$_{26}Fe$	20,0	40,1	60,2	100,3	120,3	140,4	160,5	200,6	320,9
$_{27}Co$	19,9	39,8	59,8	99,6	119,5	139,4	159,4	199,1	318,6
$_{28}Ni$	20,4	40,9	61,4	102,3	122,7	143,2	163,7	204,5	327,3
$_{29}Cu$	19,8	39,6	59,5,	99,1	118,9	138,7	158,6	198,2	317,1
$_{30}Zn$	20,2	40,3	60,5	100,8	120,9	141,1	161,3	201,6	322,5
$_{31}Ga$	19,7	39,4	59,2	98,6	118,4	138,1	157,9	197,3	315,7
$_{32}Ge$	19,3	38,7	58,1	96,8	116,1	135,5	154,9	193,6	309,7
$_{33}As$	19,5	39,0	58,6	97,6	117,2	136,7	156,3	195,3	312,4
$_{34}Se$	19,2	38,3	57,6	96,0	115,1	134,3	153,6	191,9	307,1

Атом матрицы	₁ H	₂ He	₃ Li	₅ B	₆ C	₇ N	₈ O	₁₀ Ne	₁₆ S
<i>₃₅Br</i>	19,6	39,2	58,8	98,0	117,6	137,1	156,8	196,0	313,5
<i>₃₆K₂</i>	19,3	38,5	57,9	96,4	115,6	134,9	154,2	192,7	308,4
<i>₃₇Rb</i>	19,4	38,8	58,3	97,1	116,5	135,9	155,4	194,2	310,8
<i>₃₈Sr</i>	19,3	38,7	58,1	96,7	116,1	135,4	154,8	193,5	309,5
<i>₃₉Y</i>	19,5	38,9	58,5	97,4	116,9	136,4	156,0	194,9	311,8
<i>₄₀Zr</i>	19,6	39,2	58,9	98,1	117,7	137,4	157,1	196,3	314,0
<i>₄₁Nb</i>	19,5	39,1	58,7	97,7	117,3	136,8	156,4	195,5	312,7
<i>₄₂Mo</i>	19,5	38,9	58,5	97,4	116,8	136,3	155,8	194,7	311,6
<i>₄₃Tc</i>	19,4	38,8	58,3	97,0	116,4	135,8	155,3	194,0	310,4
<i>₄₄Ru</i>	19,3	38,6	58,0	96,7	116,0	135,3	154,7	193,4	309,4
<i>₄₅Rh</i>	19,4	38,9	58,4	97,3	116,7	136,2	155,7	194,6	311,3
<i>₄₆Pd</i>	19,4	38,8	58,2	97,0	116,3	135,7	155,2	193,9	310,3
<i>₄₇Ag</i>	19,5	39,0	58,6	97,6	117,1	136,5	156,1	195,1	312,2
<i>₄₈Cd</i>	19,3	38,5	57,9	96,4	115,6	134,9	154,2	192,7	308,4
<i>₄₉In</i>	19,2	38,4	57,7	96,1	115,3	134,5	153,8	192,2	307,5
<i>₅₀Sn</i>	19,0	38,0	57,1	95,0	114,0	133,0	152,1	190,0	304,1
<i>₅₁Sb</i>	19,1	38,2	57,4	95,6	114,7	133,8	153,0	191,1	305,8
<i>₅₂Te</i>	18,7	37,5	56,3	93,8	112,6	131,3	150,2	187,7	300,3
<i>₅₆Ba</i>	18,7	37,5	56,3	93,8	112,5	131,2	150,1	187,6	300,1
<i>₅₇La</i>	18,8	37,7	56,6	94,3	113,1	131,9	150,9	188,5	301,6
<i>₅₈Ce</i>	18,9	37,9	56,9	94,7	113,7	132,6	151,6	189,5	303,2
<i>₅₉Pr</i>	19,0	38,0	57,2	95,2	114,2	133,3	152,4	190,4	304,7
<i>₆₀Nd</i>	19,0	38,0	57,1	95,0	114,0	133,0	152,1	190,0	304,1
<i>₆₂Sm</i>	18,9	37,8	56,8	94,6	113,6	132,5	151,5	189,3	302,8
<i>₆₈Er</i>	18,8	37,5	56,4	93,9	112,7	131,5	150,3	187,9	300,6
<i>₆₉Tm</i>	18,8	37,6	56,5	94,1	112,9	131,6	150,5	188,1	301,0
<i>₇₁Lu</i>	18,7	37,5	56,3	93,8	112,5	131,2	150,1	187,5	300,0
<i>₇₃Ta</i>	18,7	37,4	56,1	93,5	112,2	130,8	149,6	187,0	299,1
<i>₇₄W</i>	18,7	37,3	56,1	93,4	112,0	130,7	149,4	186,7	298,7
<i>₇₆Os</i>	18,6	37,2	55,9	93,1	111,7	130,3	149,0	186,2	297,9
<i>₇₇Ir</i>	18,6	37,2	55,8	93,0	111,6	130,1	148,8	186,0	297,5
<i>₇₈Pt</i>	18,6	37,2	55,9	93,1	111,7	130,3	149,0	186,2	297,9
<i>₇₉Au</i>	18,6	37,2	56,0	93,2	111,8	130,5	149,2	186,4	298,3
<i>₈₂Pb</i>	18,5	37,0	55,6	92,7	111,1	129,7	Д48,3	185,3	296,5
<i>₈₃Bi</i>	18,5	37,1	55,7	92,8	111,3	129,8	148,5	185,5	296,8
<i>₉₀Th</i>	18,3	36,6	55,1	91,7	110,0	128,3	146,7	183,4	293,4
<i>₉₂U</i>	18,3	36,6	55,0	91,5	109,8	128,1	146,5	183,1	292,9

Функция Дебая

x	$\frac{1}{x} \int_0^{\pi} \frac{tdt}{e^t - 1}$	x	$\frac{1}{x} \int_0^{\pi} \frac{tdt}{e^t - 1}$
0,0	1,000000	3,0	0,480135
0,1	0,975278	3,2	0,459555
0,2	0,951111	3,4	0,439962
0,3	0,927498	3,6	0,421580
0,4	0,904437	3,8	0,404332
0,5	0,881927	4,0	0,388148
0,6	0,859964	4,2	0,372958
0,7	0,838545	4,4	0,358696
0,8	0,817665	4,6	0,345301
0,9	0,797320	4,8	0,332713
1,0	0,777505	5,0	0,320876
1,1	0,758213	5,5	0,294240
1,2	0,739438	6,0	0,271260
1,3	0,721173	6,5	0,251334
1,4	0,703412	7,0	0,233918
1,6	0,669366	7,5	0,218698
1,8	0,637235	8,0	0,205239
2,0	0,606947	8,5	0,193294
2,2	0,578427	9,0	0,182633
2,4	0,551596	9,5	0,173068
2,6	0,526375	10,0	0,164443
2,8	0,502682		

График функции F_k при различных ξ



Значение энергий K-линий* и флуоресцентного выхода ω

Элемент	$E_{K\alpha_1}$, кэВ	$E_{K\alpha_2}$, кэВ	ω_K	Элемент	$E_{K\alpha_1}$, кэВ	$E_{K\alpha_2}$, кэВ	ω_K
$_{13}Al$	1,487	1,553	0,0357	$_{31}Ga$	9,251	10,263	0,510
$_{14}Si$	1,740	1,832	0,0470	$_{32}Ge$	9,885	10,981	0,540
$_{15}P$	2,015	2,136	0,0604	$_{33}As$	10,543	11,725	0,567
$_{16}S$	2,308	2,464	0,0761	$_{34}Se$	11,221	12,495	0,596
$_{17}Cl$	2,622	2,815	0,0942	$_{35}Br$	11,923	13,290	0,622
$_{18}Ar$	2,957	3,192	0,115	$_{36}Kr$	12,648	14,112	0,646
$_{19}K$	3,313	3,589	0,138	$_{37}Rb$	13,394	14,960	0,669
$_{20}Ca$	3,691	4,012	0,163	$_{38}Sr$	14,164	15,834	0,691
$_{21}Sc$	4,090	4,460	0,190	$_{39}Y$	14,957	16,736	0,711
$_{22}Ti$	4,510	4,931	0,219	$_{40}Zr$	15,774	17,666	0,730
$_{23}V$	4,952	5,427	0,250	$_{41}Nb$	16,614	18,621	0,748
$_{24}Cr$	5,414	5,946	0,282	$_{42}Mo$	17,478	19,607	0,764
$_{25}Mn$	5,898	6,490	0,314	$_{43}Tc$	18,410	20,585	0,779
$_{26}Fe$	7,057	6,403	0,347	$_{44}Ru$	19,278	21,655	0,793
$_{27}Co$	6,930	7,649	0,381	$_{45}Rh$	20,214	22,721	0,807
$_{28}Ni$	7,477	8,264	0,414	$_{46}Pd$	21,175	23,814	0,819
$_{29}Cu$	8,047	8,904	0,445	$_{47}Ag$	22,162	24,942	0,830
$_{30}Zn$	8,638	9,571	0,479				

* Относительная интенсивность линий K_{α_1} составляет 100, K_{α_2} – 50, K_{β_1} – 30, K_{β_2} – 10, K_{β_3} – 15

Значение энергий L -излучения* и флуоресцентного выхода ω_L

Эле- мент	$E_{K_{\alpha_1}}$ кэВ	$E_{K_{\beta_1}}$ кэВ	$E_{K_{\gamma_1}}$ кэВ	ω_L	Эле- мент	$E_{K_{\alpha_1}}$ кэВ	$E_{K_{\beta_1}}$ кэВ	$E_{K_{\gamma_1}}$ кэВ	ω_L
$_{40}Zr$	2,042	2,124	2,3023	0,055	$_{62}Sm$	5,636	6,2066	7,180	0,185
$_{41}Nb$	2,1266	2,257	2,462	0,06	$_{63}Eu$	5,846	6,456	7,478	0,19
$_{42}Mo$	2,293	2,395	2,623	0,065	$_{64}Gd$	6,059	6,724	7,788	0,195
$_{43}Tc$	2,424	2,538	2,792	0,075	$_{65}Tb$	6,275	6,979	8,104	0,205
$_{44}Ru$	2,558	2,683	2,964	0,08	$_{66}Dy$	6,495	7,249	8,428	0,21
$_{45}Rh$	2,696	2,834	3,144	0,085	$_{67}Ho$	6,720	7,528	8,748	0,215
$_{46}Pd$	2,838	2,990	3,328	0,09	$_{68}Er$	6,948	7,810	9,089	0,22
$_{47}Ag$	2,984	3,151	3,519	0,095	$_{69}Tm$	7,181	8,103	9,424	0,225
$_{48}Cd$	3,133	3,316	3,716	0,105	$_{70}Yb$	7,414	8,401	9,779	0,235
$_{49}In$	3,287	3,487	3,920	0,11	$_{71}Lu$	7,654	8,708	10,142	0,25
$_{50}Sn$	3,444	3,662	4,130	0,115	$_{72}Hf$	7,898	9,021	10,514	0,27
$_{51}Sb$	3,605	3,843	4,347	0,12	$_{73}Ta$	8,145	9,341	10,892	0,285
$_{52}Te$	3,769	4,029	4,570	0,125	$_{74}W$	8,396	9,670	11,283	0,30
$_{53}I$	3,937	4,220	4,800	0,13	$_{75}Re$	8,650	10,008	11,684	0,315
$_{54}Xe$	4,111	4,422	5,036	0,14	$_{76}Os$	8,910	10,354	12,094	0,33
$_{55}Cs$	4,286	4,620	5,280	0,145	$_{77}Ir.$	9,173	10,706	12,509	0,34
$_{56}Ba$	4,467	4,828	5,531	0,15	$_{78}Pt$	9,441	11,069	12,939	0,355
$_{57}La$	4,651	5,043	5,789	0,155	$_{79}Au$	9,711	11,439	13,379	0,365
$_{58}Ce$	4,840	5,262	6,052	0,165	$_{80}Hg$	9,987	11,823	13,828	0,375
$_{59}Pr$	5,034	5,489	6,322	0,17	$_{81}Tl$	10,266	12,210	14,288	0,38
$_{60}Nd$	5,230	5,722	6,602	0,175	$_{82}Pb$	10,549	12,611	14,762	0,39
$_{61}Pm$	5,431	5,956	6,891	0,18	$_{83}Bi$	10,836	13,021	15,244	0,40

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ion beam handbook for materials analysis / Eds. by J.W. Mayer, E. Rimini. – New York: Acad. Press, 1977. – 488 p.
2. Фелдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М.: Мир, 1989. – 344 с.
3. Chu W.K., Mayer J.W., Nicolet M.A. Backscattering spectrometry. – New York: Acad. Press, 1978. – 387 p.
4. Крючков Ю.Ю., Чернов И.П. Основы ядерного анализа твердого тела. – М.: Энергоатомиздат, 1999. – 350 с.
5. Ключников А.А., Пучеров Н.Н., Чеснокова Т.Д., Щербин В.Н. Методы анализа на пучках заряженных частиц. – Киев: Наукова думка, 1987. – 152 с.
6. Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А., Ташлыков И.С. Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. – Минск: Изд-во «Университетское», 1987. – 256 с.
7. Шипатов Э.Т. Обратное рассеяние быстрых ионов. Теория, эксперимент, практика. – Ростов-на-Дону: Изд-во Ростовского университета, 1988. – 160 с.
8. Ziegler J.F. The stopping power and ranges in all elements. – New York: Pergamon Press, 1977. – 376 p.
9. Ziegler J.F., Chu W.K. The stopping of ^4He ions in elements matter // Thin solids films, – 1977. – V. 19. – P. 281–287.
10. Ziegler J.F., Chu W.K. Stopping cross-section and backscattering factors for ^4He ions in matter $Z=1-92$, $E(\text{He})=400-4000$ keV // Atomic Data and Nucl. Data Tables. – 1974. – V. 13. – № 5. – P. 453–489.
11. Бахтиаров А.В. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ в геологии и геохимии. – Л.: Недра, 1985. – 144 с.
12. Ревенко А.Г. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ природных материалов. – Новосибирск: Наука, 1994. – 264 с.
13. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. – М.: Химия, 1982. – 208 с.
14. Борходоев В.Я. Рентгеноспектральный анализ горных пород способом фундаментальных параметров. – Магадан: СВКНИИ ДВО РАН, 1999. – 279 с.
15. Афонин В.П., Гуничева Т.Н. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ горных пород и минералов. – Новосибирск: Наука, 1977. – 56 с.
16. Лосев Н.Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. – М.: Наука, 1969. – 336 с.

