

文章编号: 1007- 4627(2000)04-0228-03

表面高分辨弹性反冲探测分析*

路秀琴, 符长波, 郭继宇, 赵 葵, 梁 刚, 李淑媛, 刘建成, 姜 华

(中国原子能科学研究院核物理所, 北京 102413)

摘 要: 在中国原子能科学研究院 HI-13 串列加速器上建立了用 Q3D 磁谱仪动量分析和 $\Delta E-E$ 粒子分辨对材料表面进行高分辨的弹性反冲探测分析技术. 用 100 MeV ^{127}I 对 C/LiF 多层样品的深度分布分析表明, 表面分辨达到 1.2 nm. 所建立的 ΔE (气体)- E (半导体) 望远镜探测器可同时分析从轻至中重的所有元素. 实测了新光电材料 GaN, $\text{La}_2\text{SrCuO}_4$ 超导膜和新超硬材料 $\text{C}_3\text{N}_4(\text{Si})$ 等样品.

关键词: 弹性反冲探测; 深度分辨; Q3D 谱仪

中图分类号: TL881 文献标识码: A

1 引言

随着核物理的发展, 核分析方法也在不断发展. 弹性反冲探测(ERD)分析就是在 70 年代末, 由 L' Ecuyer 等^[1]提出的, 在近 20 年间得到了广泛的应用和发展. 在此之前, 普遍采用卢瑟福背散射方法分析材料表面及内部的成分及杂质的深度分布. 即测量入射束在后角度的弹性散射能谱, 用运动学效应进行粒子分辨. 对于既含有轻元素又含有重元素的材料, 由于轻元素的峰被埋在重元素的本底中, 使得对轻元素的灵敏度降低, 甚至无法分析. 人们曾经用共振核反应法(NRA)克服这一困难. 但 NRA 对每一种元素需要采用不同的反应, 对多元素的分析要进行多次测量, 既麻烦又给材料带来辐射损伤的问题. ERD 方法采用重离子束轰击靶材料, 在前角区直接探测从靶上的反冲粒子谱, 于是, 可以根据需要来选择探测系统, 达到提高灵敏度和深度分辨的目的. 在 ERD 分析的初期, 人们只是用简单的半导体探测反冲离子, 在探测器前用吸收片阻止入射束进入半导体, 并通过选择吸收片的厚度来进行粒子分辨. 后来, 随着核物理研究中低能加速器和探测器的发展, 核物理实验中使用的各种粒子分辨技术都被应用到 ERD 分析中. 例如, Groleau 等^[2]使用了飞行时间技术, Doyle 等^[3]用了

四极质量谱仪, Stoquert 等^[4]使用了 $\Delta E-E$ 探测器望远镜及 Dollinger 等^[5]采用了 Q3D 磁谱仪等等. 分析的元素越来越广泛, 深度分辨越来越高. ERD 分析在国外已经得到了广泛的应用. 在国内还仅限于用半导体对个别样品的分析^[6]. 本文介绍了在 HI-13 串列国家实验室使用 Q3D 磁谱仪系统和 $\Delta E-E$ 粒子分辨技术, 对材料进行高分辨(纳米量级) ERD 分析的实验结果.

2 实验方法

用中国原子能院 HI-13 串列加速器提供的高品质的重离子束 ^{127}I , 经过相距 130 mm 的前后两个 1 mm \times 4 mm 光栏组成的准直器, 以与靶面呈一定角度(10° - 15°)入射到靶上. 用两套探测器系统在前角区测量从靶上出射的反冲粒子谱. Q3D 磁谱仪^[7]置于与束流方向呈 15° 处. 接在它后面的气体焦面探测器^[8]由一个 $\Delta E-E$ 电离室和两个正比计数器组成. 其 $\Delta E-E$ 电离室对反冲离子进行粒子鉴别. 放在谱仪焦面上的第一个正比计数器给出反冲离子的动量(能量)信号. 两个正比计数器信号给出入射角度的信息, 用它来对谱仪的多极磁场作最佳化, 消去一部分运动学展宽效应, 进一步提高分辨. 由于 Q3D 磁谱仪的高分辨特性, 用它对感兴趣的一种元素得到高分辨的深度分布. 在与束流方向呈 35° 处

* 收稿日期: 2000-02-26

* 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(19775067); 核工业科学基金资助项目(H7196A0113)

作者简介: 路秀琴(1947-), 女(汉族), 辽宁沈阳人, 研究员, 从事核物理研究.

置一个小望远镜探测器^[9], 它由一个气体电离室 ΔE 和半导体探测器 E 组成. 由 ΔE 和 E 得到离子分辨. 用 50.3 MeV 的 C 束在 Au 膜上的弹性散射对该探测器的在束检验表明, 其 ΔE 电离室分辨好于 3.3%, 剩余能量半导体探测器分辨好于 1.5%. 因此, 用该探测器可以得到从轻至中重所有元素的能谱, 从而得到它们的深度分布. 它同时对 Q3D 谱仪系统的定量分析起监督器的作用. 此外, 以上提到的入射束与靶面的夹角以及两个探测系统的探测角度均可根据需要改变. 它们与深度分辨以及可分析的深度是直接相关的. 图 1 给出了用小 $\Delta E-E$ 望远镜探测器测量的典型 $\Delta E-E$ 二维谱.

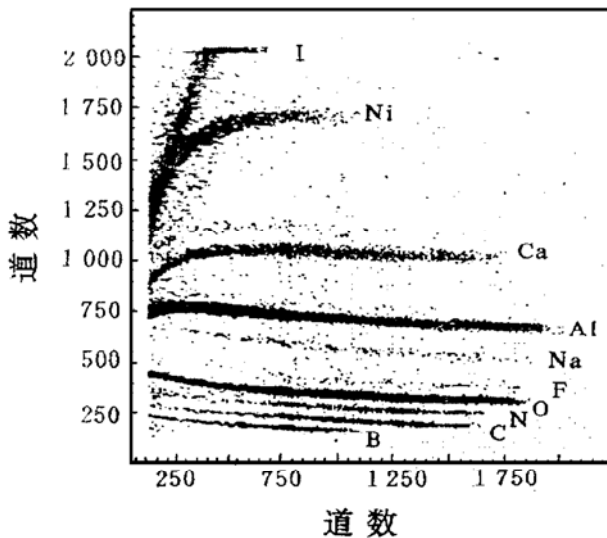


图 1 150 MeV ¹²⁷I+ Ni/Al 镀膜样品的 $\Delta E-E$ 谱 ($\theta = 35^\circ$)

3 谱分析

根据 $\Delta E-E$ 谱得到每种元素的全能谱. 对 Q3D 谱仪系统在 $\Delta E-E$ 二维谱上对置场元素作门, 投影到位置坐标, 得到置场元素的动量谱.

将能谱转换成元素含量的深度分布谱是由计算机程序来实现的. 利用入射核和反冲核在靶样品中的阻止本领和能损^[10], 将能量标度转换成深度标度. 用卢瑟福散射截面将能谱上对应于每个道能量的产额转换成反冲元素在相应深度的原子数密度. 由于弹核和反冲粒子的能量以及在样品中的能损和阻止本领是随着样品的深度变化的, 将样品沿纵深方向分成 n 个薄层, 使每层的阻止本领近似为常数. 计算对应于每个道能量 E_d 的第 i 层深度 $x^{(i)}$ 处的能量和阻止本领, 以及由入射核和出射核引起的总效应的“有效阻止本领” $dE_d/dx^{(i)}$, 再由下式得到在深度 $x^{(i)}$ 处元素的原子数密度:

$$N^{(i)}(x^{(i)}) = C_1 \frac{Y^i(E_d) \cdot dE_d/dx^{(i)}}{\Phi_p \cdot \Omega \cdot \sigma_R(E^{(i)}, \theta) \delta E_d}, \quad (1)$$

其中, $Y^i(E_d)$ 为对应于 E_d 能量道, 具有 δE_d 能宽由深度 $x^{(i)}$ 处反冲的粒子的产额. Φ_p 为入射粒子数, Ω 为探测器的立体角, $C_1 = \cos \theta$, θ 为入射束与靶面法线之间的夹角. $\sigma_R(E^{(i)}, \theta)$ 为卢瑟福微分散射截面, 由下式给出,

$$\sigma_R(E_1^{(i)}, \theta) = \left| \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_1^{(i)}} \right|^2 \left| \frac{M_1 + M_2}{M_2} \right|^2 \cos^{-3} \theta, \quad (2)$$

其中 Z_1, Z_2, M_1, M_2 分别为入射核和出射核的电荷数和质量数. $E_1^{(i)}$ 为入射核在第 i 层的能量, θ 为入射角度, e 为电子电量.

4 实验结果

用 100 MeV 的 ¹²⁷I 束分析在单晶硅衬底上每层厚度约为 $0.75 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 的 C/LiF 多层靶, 用 Q3D 谱仪系统测量碳的深度分布, 得到了很好分开的 3 个碳峰 (见图 2). 它们各对应表面层、中间层和最底层的碳的分布. 从中得到表面深度分辨约为 1.2 nm.

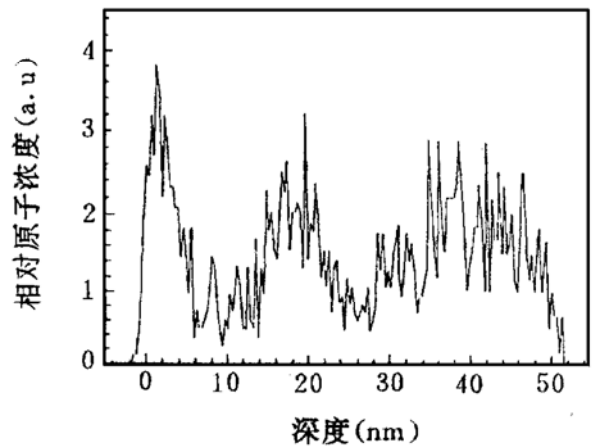


图 2 C/LiF 多层样品中 C 的深度分布

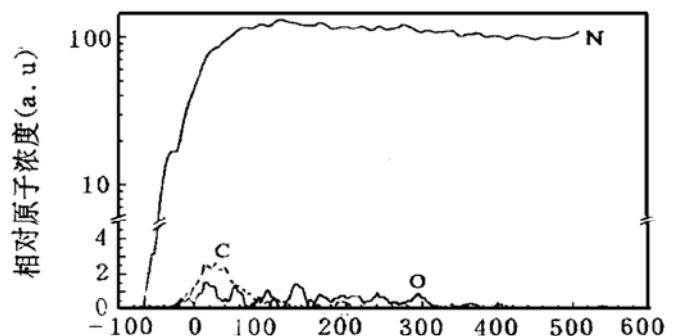


图 3 GaN 样品中 N 成分及 O, C 杂质的深度分布

用上述方法还分析了新型光电材料 GaN,

$\text{La}_2\text{SrCuO}_4$ 超导膜, 及新超硬材料 $\text{C}_3\text{N}_4(\text{Si})$ 等样品中的 C, N, O, Si, Cu, Ga 等元素的深度分布. 图3为 GaN 样品中 N 元素和 C, O 杂质的深度分布谱. 在 RBS 分析中, 由于 N 的峰被埋在 Ga 的背景谱上而无法分析. 这里不但得到 N 的深度分布, 而且比 N 低两个量级的 O, C 杂质也得到了分析.

5 结束语

本文介绍了用核物理基础研究建立的 Q3D 磁

谱仪及其焦面探测器, 实现了对薄膜材料表面的高分辨弹性反冲探测分析. 表面深度分辨达到 1.2 nm. 此技术特别适用于多层材料及纳米深度分辨要求的材料的分析. 本工作所建立的小 $\Delta E-E$ 望远镜探测器可同时分析从轻至中重的所有元素, 并达到几十纳米的深度分辨.

感谢 作者感谢 HI-13 串列加速器全体运行和维修人员及制靶组成员的合作和帮助.

参 考 文 献:

- [1] L'Ecuyer J, Brassard C, Cardinal C *et al.* An Accurate and Sensitive Method for the Determination of the Depth Distribution of Light Elements in Heavy Materials [J]. *J Appl Phys*, 1976, 47: 381– 382.
- [2] Groleau R, Gujrathi S C, Martin J P. Time of Flight System for Profiling Recoiled Light Elements [J]. *Nucl Instr & Meth*, 1983, 218: 11– 15.
- [3] Doyle B L, Percy P S, Gray T J *et al.* Surface Spectroscopy Using High Energy Heavy Ions [J]. *IEEE Trans Nucl Sci*, 1983, NS-30: 1 252– 1 254.
- [4] Stoquert J P, Guillaume G, Hage-Ali M *et al.* Determination of Concentration Profiles by Elastic Recoil Detection with a $\Delta E-E$ Gas Telescope and High Energy Incident Heavy Ions [J]. *Nucl Instr Meth*, 1989, B44: 184– 194.
- [5] Dollinger G, Feastermann T, Maier-Komor P. High Resolution Depth Profiling of Light Elements [J], *Nucl Instr & Meth*, 1992, B64: 422– 427.
- [6] Yang Xihong, Wei Luncun, Li Renxing *et al.* Elastic Recoil Detection Analysis of Light Elements in Thin Films Using 35 MeV $^{35}\text{Cl}^{6+}$ Beam [J]. *Chin J Nucl Sci & Tech*, 1992, 3: 175 – 181.
- [7] Li Zhichang, Cheng Yehao, Yan Chen *et al.* Beijing Q3D Magnetic Spectrometer and Its Applications [J]. *Nucl Instr & Meth*. 1993, A336: 150– 161.
- [8] Guo Jiyu, Zhao Kui, Li Zhichang *et al.* A Heavy Ion Focal Plane Detector for Beijing Q3D Magnetic Spectrometer [J]. *Chin J Nucl Phys*, 1995, 17: 73– 80.
- [9] 符长波, 路秀琴, 赵 葵 等. 纵向型双电离室 $\Delta E-E$ 探测器系统及其在 ERD 分析中的应用 [J]. *原子能科学技术*, 2000, 2: 116~ 119.
- [10] Ziegler J F, Biersack J P, Liittmark U. The Stopping and Range of Ions in Solids [M]. New York : Pregamon, 1985, 1 – 316.

High Resolution Surface Analysis with Elastic Recoil Detection*

LU Xiu-qin, FU Chang-bo, GUO Ji-yu, ZHAO Kui, LIANG Gang,

LI Shu-yuan, LIU Jian-cheng, JIANG Hua,

(Department of Nuclear Physics, China Institute of Atomic Energy,

Beijing 102413, China)

Abstract: High resolution depth profiling technique with elastic recoil detection analysis has been developed at the HI-13 tandem accelerator of CIAE. A depth resolution of 1.2 nm was achieved at the surface of the samples with the Q3D magnetic spectrometer and the focal plane detector. From light to medium heavy elements were simultaneous analyzed with a small $\Delta E-E$ telescope. The method was applied to depth profile analysis of C/LiF multilayers, $\text{La}_2\text{SrCuO}_4$ superconductor and GaN foil samples.

Key words: elastic recoil detection; depth resolution; Q3D magnetic spectrometer

* Foundation item: NSFC (19775067); Science Foundation of Chinese Nuclear Industry (H7196A0113)