

MERJENJE GLOBINSKE PORAZDELITVE KONCENTRACIJE VODIKA Z METODO ERDA

B. Zorko, M. Budnar, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana, Slovenija

Measurement of depth profiles of hydrogen by ERDA method

ABSTRACT

A nuclear spectroscopic method ERDA installed in the laboratory for atomic spectroscopy at the J. Stefan Institute will be introduced. The depth profiles of hydrogen in polyimide (kapton) and amorphous silicon (a-Si:H) measured by ERDA method are presented.

POVZETEK

V prispevku predstavljamo jedrsko spektroskopsko metodo ERDA, ki smo jo vpeljali v laboratoriju za atomske raziskave na Institutu Jožef Stefan v Ljubljani. Z metodo ERDA smo izmerili globinsko porazdelitev vodika v vzorcih polimida (kapton) in amorfne silicija (a-Si:H).

1 Uvod

Vodik lahko odločilno vpliva na fizikalne in kemijske lastnosti materialov. Med redkimi spektroskopskimi metodami za merjenje koncentracije vodika je zelo uspešna spektrometrija prožno odrinjenih jeder-ERDA /1/ (Elastic Recoil Detection Analysis). Metoda temelji na elastičnem trku med vpadnim delcem-projektilem in jedrom lahkega elementa v snovi. Odlikujejo jo primerna občutljivost, saj lahko izmerimo koncentracijo vodika pod 0.1 at.%. Dobra je njena globinska ločljivost, ki je nekaj 10 nm, ter se ponaša z dokaj natančnimi rezultati ($< \pm 15\%$).

V prispevku bomo predstavili metodo ERDA in rezultate meritev /2/ koncentracije vodika v vzorcih polimida (kapton) in amorfne siliciju (a-Si:H). Kot projektile smo uporabljali helijeve ione z energijo 1,45 MeV. Izračunali smo, da sta imela vzorca konstantno koncentracijo do globine 200 nm. Globinska ločljivost metode ERDA je bila 40 nm.

2 Opis metode ERDA

Metoda ERDA sodi med jedrske spektroskopske metode/3/. Opira se na elastični trk med vpadnim delcem in mirujočim jedrom v snovi, ki je lažji od projektila. Odrinjena jedra odletijo pod majhnim kotom glede na smer vpadlega delca, projektili pa se nato sipljejo v vse smeri. Kinetična energija odrinjenih jeder $E_2(x)$ je sorazmerna z začetno kinetično energijo projektilov $E_0(x)$:

$$E_2(x) = K_{ERDA} E_0(x). \quad (1)$$

Sorazmernostni koeficient K_{ERDA} imenujemo kinematski faktor za odrinjena jedra. Odvisen je od količnika mas med mirujočim jedrom in projektilom ter kota φ pod katerim ta delec odleti.

Nabit delci pri prodiranju skozi snov skoraj zvezno izgubljajo kinetično energijo zaradi sodelovanja z elektroni v snovi. Izgubo kinetične energije na enoto opravljene poti imenujemo zavorna sila (S). V spektru odrinjenih jeder imajo zato največjo kinetično energijo tista jedra, ki jih projektili izbijajo s površine tarče. Izbita jedra, ki priletijo iz večje globine, pa imajo manjšo kinetično energijo. V prvem približku je kinetična ener-

gija odrinjenih jeder sorazmerna z globino, iz katere so prileteli. Sorazmernostni koeficient je skupna zavorna sila S_{ERDA} , ki upošteva izgubo kinetične energije projektila od površine tarče do določene globine in izgubo kinetične energije odrinjenega jedra do površine tarče. Z merjenjem kinetične energije odrinjenih jeder dobimo tako informacijo, kje v tarči so se jedra lahkkih elementov nahajala:

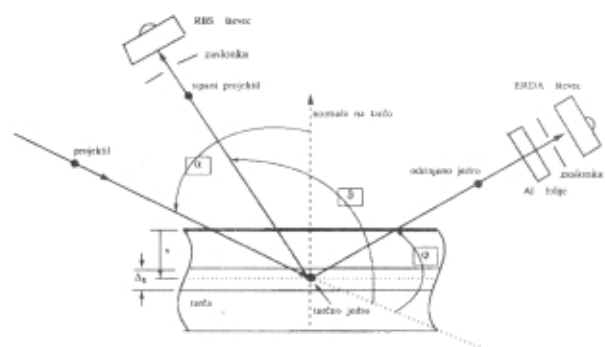
$$x = (1/S_{ERDA}) \cdot (K_{ERDA} E_0(x) - E_2(x)). \quad (2)$$

Če želimo določiti, kolikšen je delež posameznega elementa v tarči, moramo meriti tudi pridelek $P_k(x)$ sipanih delcev. Število delcev na interval kinetične energije imenujemo pridelek. Pridelek je pri določeni kinetični energiji sorazmeren s koncentracijo posameznega elementa $C_k(x)$ v snovi. Kot vemo, je kinetična energija delca sorazmerna z globino (enačba 2). Tako z metodo ERDA izmerimo porazdelitev koncentracije vseh elementov, lažjih od projektila, v odvisnosti od globine v vzorcu:

$$C_k(x) = P_k(x) S_{ERDA}(x) (\lambda \frac{d\sigma(E_0(x), \varphi)}{d\Omega} \Delta\Omega)^{-1}. \quad (3)$$

Z λ označimo konstanto, povezano z nekaterimi merskimi parametri, $d\sigma/d\Omega$ pa je diferencialni sipalni presek za odrinjena jedra, ki odloča o sipanju v prostorski kot $\Delta\Omega$. Če uporabimo kot projektile helijeve ione, lahko analiziramo vodik in njegova izotopa.

Poleg odrinjenih jeder sočasno zaznavamo tudi projekte, ki se sipljejo na težjih jedrih. Sipani projektili pri čelnem trku odletijo pod velikim kotom glede na vpadno smer. Ta pojav je osnova za spektroskopsko metodo s povratno sipanimi projektili - RBS (Rutherford Back-scattering Spectrometry) /4/. Z metodo RBS merimo globinske porazdelitve koncentracije elementov, ki so težji od projektila. Projektili se sipljejo tudi pod majhnim kotom glede na vpadno smer žarka. Če želimo meriti le pridelek odrinjenih jeder, jih moramo ločiti od sipanih projektilov. Najenostavneje to storimo tako, da postavimo aluminijevo folijo v curek odrinjenih



Slika 1. Odbojna eksperimentalna razporeditev metod ERDA in RBS. Z α označimo vpadni kot projektilov. Odrinjena jedra merimo pod kotom φ , sipane projektile pa zaznavamo pod kotom θ glede na smer vpadlih delcev.

in sipanih delcev pri izbranem kotu. Projektili so težji in imajo večjo zavorno silo od odrinjenih jeder. Primerno debela folija prepusti le odrinjena jedra. Na sliki 1 je shematsko prikazana t.i. odbojna eksperimentalna razporeditev metod ERDA in RBS.

3 Eksperiment

Merilno opremo, ki smo jo uporabili pri eksperimentu, sestavljajo a) Van de Graaffov pospeševalnik, ki nam je rabil kot izvir helijevih ionov, b) merilna celica, v kateri so dvoosni goniometer /5/ z nosilcem tarče in števca za zaznavanje delcev in c) detekcijski sistem, ki podpira delovanje števecv.

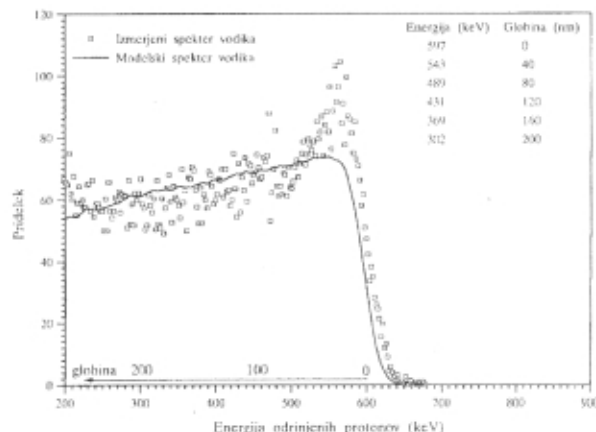
Curek helijevih ionov vodimo po pospeševalni cevi skozi magnetno polje, s katerim izbiramo njihovo kinetično energijo. Žarek pred vstopom v merilno celico omejimo z dvema zaslonkama. Z vrtenjem dvoosnega goniometra izberemo kot, pod katerim helijevi ioni vpadajo na tarčo. Za zaznavanje odrinjenih in sipanih projektivov uporabljamo polvodniška silicijeva števca s površinsko zaporno plastjo-SBD (Surface Barrier Detector). S prvim števcem (ERDA števec) zaznavamo odrinjene protone. Nahaja se pod kotom 20° glede na vpadno smer helijevih ionov. Pred števcem je 4 μm debela aluminijeva folija, s katero ločimo odrinjene protone od sipanih helijevih projektivov. Drugi števec (RBS števec) pa je postavljen pod kotom 150° in nam rabi za zaznavanje sipanih helijevih ionov na jedrih elementov, ki so težja od helijevih ionov. V merilni celici imamo vakuum 1 mPa. Detekcijski sistem, ki podpira delovanje števecv, je sestavljen iz predojačevalnika, napetostnega izvira za števec, ojačevalnika, ADC pretvornika in večkanalnega analizatorja. Spekter opazujemo na zaslonu računalnika, ga shranimo in nato analiziramo.

4 Rezultati

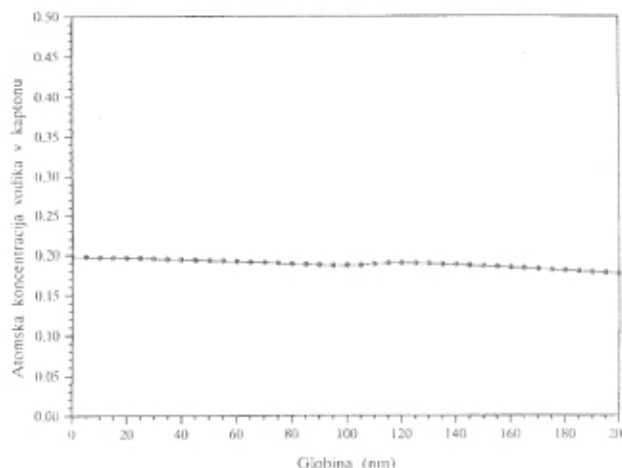
Z metodo ERDA smo izmerili globinsko porazdelitev koncentracije vodika v kaptonu, ki je polimerni poliimid in amorfem siliciju (a-Si:H). Kot projekte smo uporabljali helijeve ione z energijo 1,45 MeV. Odrinjene protone smo zaznavali pod kotom 20° glede na vpadno smer žarka, sipane projekte pa pri kotu 150°. Tarči sta bili zasukani za kot 80° od smeri žarka.

Kaptonski vzorec je rabil kot standardni vzorec, saj ima znano sestavo. Tarčo smo preiskovali do globine 200 nm. Iz izmerjenega spektra ERDA kaptona, ki je prikazan na sliki 2, smo izračunali, da je porazdelitev koncentracije vodika v kaptonu konstantna in je bila 20 at.% (slika 3). Iz spektra RBS smo izračunali še koncentracije ogljika (63 at.%), kisika (10 at.%) in dušika (7 at.%). Kinetična energija odrinjenih protonov s površine vzorca je 597 keV. Z umerjeno metodo ERDA smo izmerili še spekter vodika v amorfem siliciju (slika 4) in iz njega izračunali globinsko porazdelitev koncentracije vodika. S slike 5 je razvidno, da je bila tudi v tem vzorcu porazdelitev koncentracije vodika konstantna od globine 30 nm do 200 nm. Delež vodika je bil 12 at.%. V vrhnji plasti, ki je debela 30 nm, je delež vodika 38 at.%. Odstopnost pripisujemo onesnaženju tarče pred meritvijo. Z metodo RBS pa smo se prepričali, da v vzorcu od 30 do 200 nm ni bilo znatnih koncentracij drugih primesi in tako razliko med 100 in 12% pripišemo siliciju.

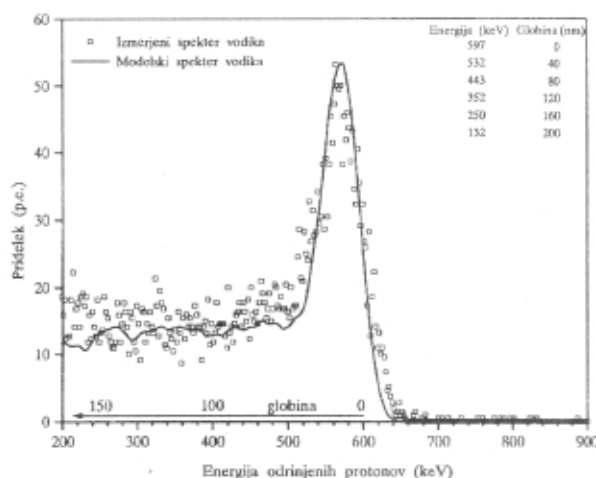
V tabeli je prikazana odvisnost kinetične energije odrinjenih protonov od globine v kaptonu.



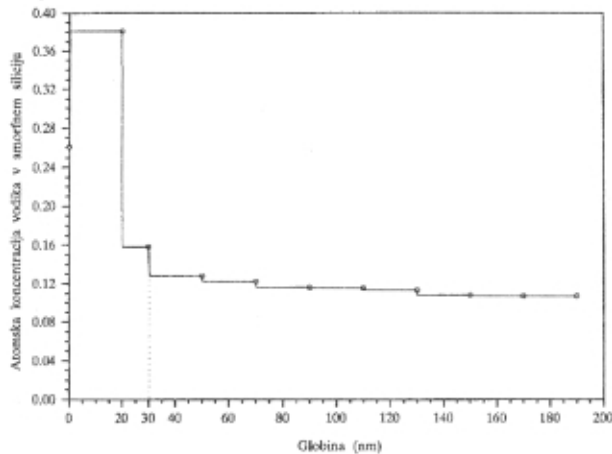
Slika 2: Spekter ERDA vodika v kaptonu.



Slika 3. Globinska porazdelitev atomske koncentracije vodika v kaptonu.



Slika 4. Spekter ERDA vodika v amorfem siliciju. V 30 nm debeli vrhnji plasti je 15 at.% vodika več kot v plasti amorfne silicija. To dejstvo je posledica onesnaženja tarče med meritvijo. Iz tabele je razvidno, kako se kinetična energija odrinjenih protonov spreminja z globino v amorfem siliciju.



Slika 5. Atomska koncentracija vodika v odvisnosti od globine v amorfni siliciji.

5 Sklep

Pri metodi ERDA, ki smo jo vpeljali v laboratoriju za atomske raziskave, se je pokazalo, da je lahko uspešno orodje za merjenje koncentracije vodika v snovi. Iz izmerjenih spektrov odrinjenih protonov smo ocenili, da je bila atomska koncentracija vodika v kaptonu 20 at.%, v amorfni siliciji pa 12 at.%. V obeh primerih je bila porazdelitev koncentracije vodika konstantna do globine 200 nm. Pri eksperimentu se je pokazalo, da na novo vpeljana metoda ERDA in že vpeljana metoda /6/ RBS tvorita zelo močno orodje za natančno določanje sestave materialov, saj lahko sočasno izmerimo globinske profile večine kemijskih elementov v opazovanih vzorcih. Za zanesljivejše rezultate bodo potrebne dodatne izboljšave merilnega sistema in analitskega postopka.

6 Literatura

- /1/ J. L. Ecuyer, J. Appl. Phys., 47 (1976), 881
- /2/ B. Zorko, Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, 1995
- /3/ M. Budnar, et. al., Vakuumist 14/3, 1994
- /4/ W. K. Chu, et. al., Backscattering spectrometry, Academic Press, New York, 1978
- /5/ Z. Šmit, Magistrsko delo, Univerza v Ljubljani, 1984
- /6/ P. Pelicon, Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, 1991

Mednarodna konferenca o raziskovalnih možnostih, ki jih nudijo sinhrotroni tretje generacije, Lipica, Slovenija, 25.-29. maj 1996

Od 25. do 29. maja 1996 bo v Lipici mednarodna konferenca o raziskovalnih možnostih, ki jih nudijo sinhrotroni tretje generacije (International Conference on New Opportunities for Research at Third Generation Light Sources). Na konferenci bodo sodelovali uveljavljeni strokovnjaki s področja uporabe sinhrotronske svetlobe v znanosti in industriji, ki bodo predstavili najnovejše rezultate iz karakterizacije materialov in površin, uporabe sinhrotronske svetlobe v mikroelektroniki, mikromehaniki, kemiji, biologiji in medicini. Vabljeni smo tudi raziskovalci iz Slovenije, saj je udeležba na konferenci najprimernejši način spoznavanja uporabnosti sinhrotronske svetlobe.

Prvo obvestilo je izšlo v začetku decembra in ga dobite pri:

Lipica Conference
c/o Institut Jožef Stefan
Jamova 39
P.O.B. 100
61111 Ljubljana
tel (061) 177 3453
faks (061) 219 385
E-mail @Lipica ijs.si

Štipendija Welchovega sklada za leto 1996

Komite Welchovega sklada pri mednarodni zvezi za vakuumsko znanost, tehniko in uporabe (IUVSTA) je kot vsako leto objavil razpis za šolnino za mladega raziskovalca, ki se želi izpopolnjevati na področju vakuumskih znanosti in tehnologij. Namenjena je kot nagrada enemu od mladih, ki so končali študij na univerzi, pri čemer imajo prednost kandidati z že opravljenim doktoratom znanosti. Štipendija v višini 12.500 ameriških dolarjev je enoletna in prične teči 1. septembra 1996. Izplačuje se v treh obrokih: prvi obrok 6000 \$ na začetku, drugi 6000 \$ po šestih mesecih in zadnji 500 \$ po predaji končnega poročila. Kandidat si lahko sam izbere laboratorij, kjer bo delal, zaželeno pa je, da je zaradi mednarodnega značaja štipendije v tujini.

Od kandidatov se zahteva, da govorijo jezik dežele, v kateri se nameravajo izpopolnjevati, ali angleško.

Obrazec za prijavo dobite pri:

Dr. W.D. Westwood
Advanced Technology Laboratory
BNR
Box 3511, Station C
Ottawa, Canada K1Y4H7

Prijavo z ustreznimi prilogami je treba poslati na ta naslov najkasneje do 15. aprila 1996. Kandidat bo o izbiri obveščen konec julija ali v začetku avgusta. Doslej še ni bilo prijav iz Slovenije in funkcionarji IUVSTA so predstavnike našega društva že večkrat vzpodbujali, da naj se okorajžijo tudi Slovenci.

A.P.