

17
1747



П. Л. Грузин, Е. Б. Клопиков, А. Н. Семенихин,
А. А. Суворов

024-85

ЖСС 33В5
МЭФИ

ПОЗИТРОННАЯ ДИАГНОСТИКА
ПРИ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ
ТВЕРДЫХ ТЕЛ

МОСКВА 1985

Г. И. СОЛОВЬЕВА
Министерство высшего и среднего специального
образования СССР
Московский ордена Трудового Красного Знамени
инженерно-физический институт

П. Л. Грузин, Е. Б. Клопиков, А. Н. Семенихин,
А. А. Суворов

ПОЗИТРОННАЯ ДИАГНОСТИКА ПРИ ПОВЕРХНОСТНЫХ
СЛОЕВ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Препринт 024-85

Утверждено
рабсоветом института

Москва 1985

Грузин П.Л., Клопиков Е.Б., Семенихин А.Н., Суворов А.А.
Позитронная диагностика приповерхностных слоев твердых тел. -
М.: Препринт МИФИ, 024-85, 1985, - 20 с.

Изложены две методики исследования приповерхностных слоев твердых тел с помощью аннигиляции позитронов. Первая методика основана на использовании сепарации пучка позитронов по энергии, вторая - на использовании обратноотраженных пучков позитронов.

С Московский инженерно-физический институт, 1985 г.

Павел Луквич Грузин
Евгений Борисович Клопиков
Александр Николаевич Семенихин
Андрей Артурович Суворов

ПОЗИТРОННАЯ ДИАГНОСТИКА ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ
СЛОЕВ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Рукопись поступила в издательский отдел 17.07.85.

Ответственный за выпуск Е.Б.Клопиков

Л.-97677 Подписано в печать 20/8-85 г. Формат 60x84 1/16 Объем 1,25 п.л.
Уч.-изд.л. 1,25 Тираж 200 экз. Цена 10 коп. Изд. М024-85 Заказ
3023

Типография МИФИ, Каширское шоссе, 31

ВВЕДЕНИЕ

Многие физические свойства твердых тел, важные для их практического применения, зависят от состояния поверхностных слоев. При механических, радиационных и других воздействиях структура поверхности существенно изменяется. Поэтому необходимо получать достоверную информацию об электронной структуре и дефектности поверхностных слоев твердого тела.

Одним из перспективных методов исследования поверхности является метод аннигиляции позитронов. Этот метод получил широкое распространение для изучения как электронной структуры, так и дефектов в твердых телах [1]. Метод основан на измерении аннигиляционных характеристик: времени жизни позитронов до аннигиляции, углового и энергетического распределения аннигиляционных фотонов. Перечисленные характеристики несут информацию об электронной структуре твердого тела в месте локализации позитронов перед аннигиляцией. Структурные дефекты являются эффективными центрами захвата позитронов, что дает возможность изучения вида и концентрации дефектов в образце.

К сожалению, большинство экспериментальных исследований выполнено с использованием позитронов от радиоактивных источников, что не дает возможности анализа структуры поверхностных слоев образца без его разрушения. В последнее время появились работы, например [2], в которых для исследования дефектов применяли пучки моноэнергетических позитронов. В данных работах использовали устройства для формирования пучков позитронов, включающие конвертор-замедлитель позитронов и электростатическую систему ускорения. Такие устройства позволяют исследовать толщины твердого тела не более 1 мкм. Во многих экспериментальных задачах требуется исследовать структуру твердых тел на больших глубинах. Установки, аналогичные описанной в [2], не рационально применять в таких случаях, во-первых, из-за малой эффективности конвертора-замедлителя и, следовательно, большой активности источника, во-вторых, из-за сложности электростатической системы ускорения.

Нами предложены две простые методики исследования структуры поверхности твердого тела в области глубин больших 1 мкм, которые описаны в первых двух частях работы.

І. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ С ПОМОЩЬЮ СЕПАРАЦИИ ПУЧКА ПОЗИТРОНОВ ПО ЭНЕРГИИ

Для конкретности в дальнейшем будем говорить об исследовании дефектов по глубине, что не умаляет общности нижеизложенного.

Предлагаемая методика основана на выделении позитронов с различной энергией из непрерывного спектра источника позитронов и облучении образца этими позитронами, что приводит к различным глубинам проникновения позитронов в образец до аннигиляции. Тогда, измеряя, например, форму энергетического распределения аннигиляционных фотонов, можно определять зависимость указанного параметра от глубины образца. В то же время форма энергетического распределения аннигиляционных фотонов зависит от вида и концентрации дефектов [3], что позволяет проводить их послойный анализ.

Функциональная схема установки для осуществления метода представлена на рис. І. В качестве сепаратора пучка позитронов по энергии использовали многосекторный магнитный β -спектрометр. Позитроны от радиоактивного источника ^{22}Na активностью 10 МБк, отклоняясь в магнитном поле, попадали на образец и аннигилировали в нем. Источник ^{22}Na и образец помещали в фокусах β -спектрометра. Свинцовый коллиматор толщиной 3 см выделял аннигиляционные фотоны, идущие только от образца. Причем через коллиматор проходили фотоны, рожденные в площади на образце, очерченной окружностью диаметром 2 см. Форму энергетического распределения аннигиляционных фотонов определяли с помощью полупроводникового детектора (ППД) типа IGC-10 по стандартной методике [3]. Разрешение ППД на аннигиляционной линии составляло 1,4 кэВ. Были использованы усилитель типа 2021 и анализатор LP 4700. Время набора спектра составляло 2 часа при общей статистике $\sim 5 \cdot 10^5$. Для защиты от прямого попадания в ППД фотонов от источника использовали свинец толщиной 10 см, расположенный между образцом и источником.

Магнитный β -спектрометр был сконструирован по типу "апельсин" [4]. Такая конструкция обладает высокой светосилой, что важно при использовании источника позитронов относительно малой активности. Вакуумную камеру спектрометра изготовляли из латуни. Внутри нее расположено шесть зазоров для пролета

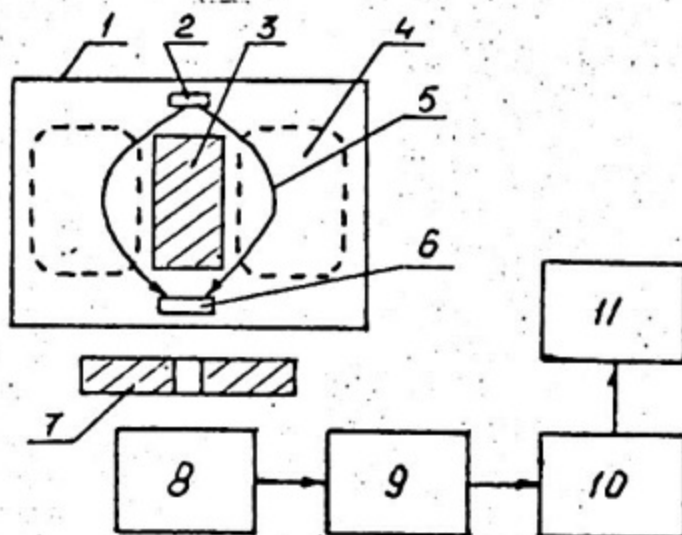


Рис. 1. Функциональная схема установки для послойного исследования дефектов:

I — магнитный β -спектрометр; 2 — источник позитронов; 3 — свинцовая защита; 4 — области формирования магнитного поля; 5 — траектории позитронов; 6 — образец; 7 — свинцовый коллиматор; 8 — полупроводниковый детектор; 9 — предусилитель; 10 — усилитель; II — анализатор

позитронов. С помощью форвакуумного насоса создавали вакуум в пролетной системе порядка 7 Па. Для калибровки системы сепарации пучка позитронов по энергии использовали источник электронов ^{137}Cs активностью 1,9 МБк, который помещали в один из фокусов магнитного β -спектрометра. Данный источник был использован из-за наличия как непрерывного спектра электронов, близкого по форме к спектру позитронов от ^{22}Na , так и конверсионной линии с энергией 624 кэВ. В другом фокусе для регистрации электронов располагали газоразрядный счетчик типа БЭЛ с толщиной входного окна из слюды 1,4 мг/см². Импульсы от электронов со счетчика поступали на предусилитель, а затем через дискриминатор на пересчетный прибор. Данная система регистрации позволяла, меняя ток через катушки магнитного β -спектрометра, определять энергетический спектр источника ^{137}Cs , представленный на рис.2. С помощью промежуточных диафрагм было выбрано энергетическое разрешение спектрометра, равное 13%, которое определяли по конверсионной линии ^{137}Cs (см.рис.2). Такое значение энергетического разрешения сохраняет относительно высокую светосилу β -спектрометра, а также эффективно для выделения различных энергетических групп позитронов.

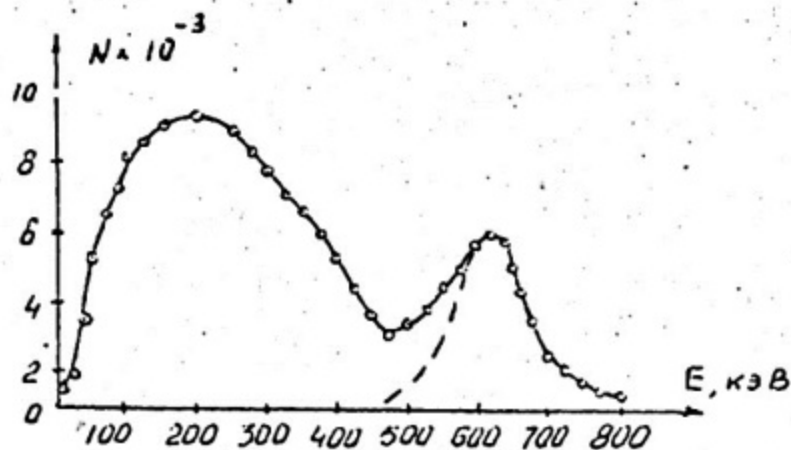


Рис. 2. Энергетический спектр электронов от распада ^{137}Cs

Для корректной интерпретации данных эксперимента по послы-
ному анализу дефектов необходимо знать коэффициенты прохождения
позитронов для различных энергетических групп в материалах с
различными атомными номерами. Расчетным путем получить доста-
точно точные значения коэффициентов прохождения не представляет-
ся возможным из-за отсутствия истинных данных об угловом и
энергетическом распределении позитронов, падающих на образец.
Экспериментальное измерение осложнено мощным аннигиляционным
фоном. Учитывая, что пробеги электронов и позитронов различают-
ся в интересующей нас энергетической области не более чем на
5% [5], измеряли коэффициенты прохождения для электронов. До-
полнительные различия в пробегах электронов и позитронов могут
быть вызваны различной формой энергетического распределения
изотопов ^{22}Na и ^{137}Cs , так как β -спектрометр облада-
ет низким разрешением (13%). Для оценки указанного различия
рассчитывали среднюю энергию падающих на образец позитронов и
электронов в зависимости от энергии на шкале β -спектромет-
ра, определяемой значением тока на катушках. Численные вычис-
ления проводили по следующей формуле:

$$\bar{E} = \int_0^{\infty} n_{\pm}(E) E P(E'-E) dE, \quad (\text{I})$$

где $n_{\pm}(E)$ - энергетический спектр изотопов ^{22}Na и ^{137}Cs
(знак "+" относится к позитронам, а знак "-" - к электронам);
 $P(E'-E)$ - функция разрешения β -спектрометра; E - ки-
нетическая энергия позитрона или электрона; E' - кинетичес-
кая энергия, соответствующая току на катушках β -спектрометра.

Так как позитронный распад ^{22}Na является разрешенным, а электронный ^{137}Cs безусловно запрещенный первого порядка, то [6]

$$n_{\pm}(\varepsilon) = K \alpha_{\pm} F^{\pm}(z, \varepsilon) \left(1 + \frac{\varepsilon}{mc^2}\right) \sqrt{\frac{\varepsilon}{mc^2} \left(2 + \frac{\varepsilon}{mc^2}\right)} \left[\frac{(\varepsilon_0^{\pm} - \varepsilon)}{mc^2}\right]^2, \quad (2)$$

где K - постоянная; $\alpha_{\pm}$ - формфактор; $F^{\pm}(z, \varepsilon)$ - функция Ферми, протабулированная в [6]; $mc^2 = 511$ кэВ; $\varepsilon_0^{\pm}$ - максимальная энергия β -частиц, значения которой брали из [7]. Для распада ^{137}Cs выбиралось приближенное значение формфактора [8]:

$$\alpha_{-} = \left\{ \frac{\varepsilon}{mc^2} \left(2 + \frac{\varepsilon}{mc^2}\right) + \left[\frac{(\varepsilon_0^{-} - \varepsilon)}{mc^2}\right]^2 \right\}. \quad (3)$$

Для позитронного распада ^{22}Na $\alpha_{+} = 1$.

Функцию разрешения β -спектрометра аппроксимировали Гауссовой кривой. Полуширина $\Delta\varepsilon$ энергетического разрешения дается следующей формулой [4]:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{\varepsilon} = \left(1 + \frac{mc^2}{mc^2 + \varepsilon}\right) \frac{\Delta H \rho}{H \rho}, \quad \frac{\Delta H \rho}{H \rho} = 0,13, \quad (4)$$

где H - напряженность магнитного поля; ρ - радиус траектории β -частиц.

Тогда

$$P(\varepsilon' - \varepsilon) = \exp \left[- \left(\frac{2 \sqrt{\ln 2} (\varepsilon' - \varepsilon) (mc^2 + \varepsilon)}{0,13 \varepsilon (2mc^2 + \varepsilon)} \right)^2 \right]. \quad (5)$$

При численном вычислении средней энергии по формуле (1) пределы интегрирования выбирали такими, чтобы $P(\varepsilon' - \varepsilon)$ убывала на 3 порядка по сравнению с максимальным значением. Значения функции $F^{\pm}(z, \varepsilon)$ определяли двойной линейной интерполяцией. Интегрирование проводили с помощью квадратурной формулы Гаусса с точностью 0,01%.

В результате расчетов были получены значения средних энергий энергетических групп электронов и позитронов, падающих на образец в диапазоне ε' от 50-450 кэВ. Оказалось, что различаются они лишь на несколько кэВ при одинаковом значении ε' . Больше всего отличия заметны на краях диапазона ε' .

Таким образом, различиями в средних энергиях, а следовательно, и в пробегах электронов и позитронов можно пренебречь.

Поэтому для калибровки системы сепарации пучка позитронов по энергии измеряли коэффициенты прохождения для электронов в алюминии, никеле и тантале для различных энергетических групп. Измерения проводили с помощью фольг различной толщины указанных материалов, которые помещали перед входным окном счетчика. Результаты эксперимента для электронов со средней энергией 449кэВ представлены на рис.3. С помощью метода наименьших квадратов были рассчитаны значения экстраполированных пробегов. Результаты расчета представлены на рис.4. По оси абсцисс отложена средняя энергия энергетических групп электронов. С точностью 5-7% экстраполированные пробеги могут быть рассчитаны по следующим формулам:

$$\begin{aligned} R &= \alpha(z) [0,1844 \cdot 10^{-3} H_p]^\beta(z), \\ \alpha(z) &= 4068,96 z^{-0,5709}, \\ \beta(z) &= 3,163 z^{-0,06132}, \end{aligned} \quad (6)$$

где z - атомный номер поглотителя; H_p в э/см, а R - в мг/см².

Коэффициенты прохождения с точностью 15-20% описываются следующей формулой:

$$F\left(\frac{x}{R}\right) = \exp\left[-\beta\left(\frac{x}{R}\right)^\alpha\right]; \quad (7)$$

$$\alpha = 1,20; \quad \beta = 1,75.$$

Оценим чувствительность описанной выше методики. Экспериментально наблюдаемый аннигиляционный параметр, например дисперсию аннигиляционного фотопика, можно представить в следующем виде:

$$D_3 = \int_0^\infty \frac{\alpha \beta}{R^\alpha} x^{\alpha-1} \exp\left[-\beta\left(\frac{x}{R}\right)^\alpha\right] D(x) dx, \quad (8)$$

где D_3 - экспериментально наблюдаемая дисперсия; $D(x)$ - дисперсия фотопика в зависимости от глубины x ;

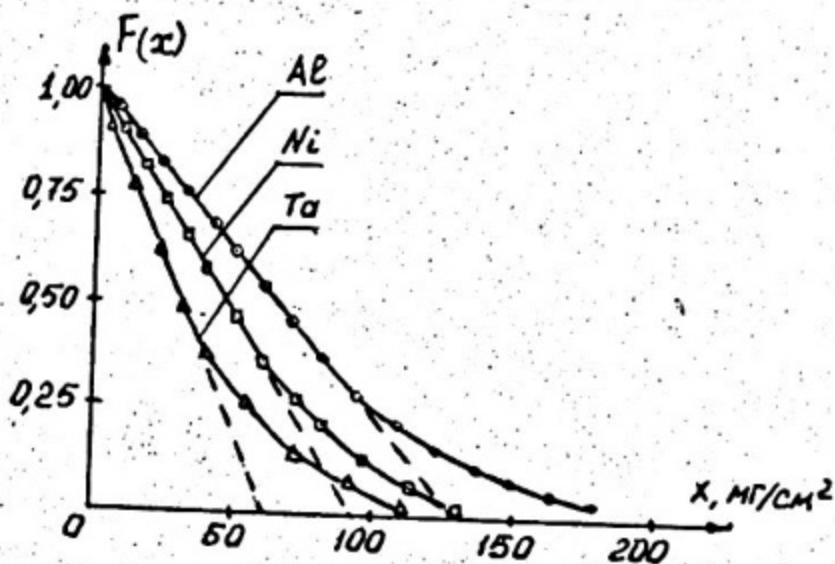


Рис. 3. Коэффициенты прохождения для энергетической группы электронов со средней энергией 449 кэВ

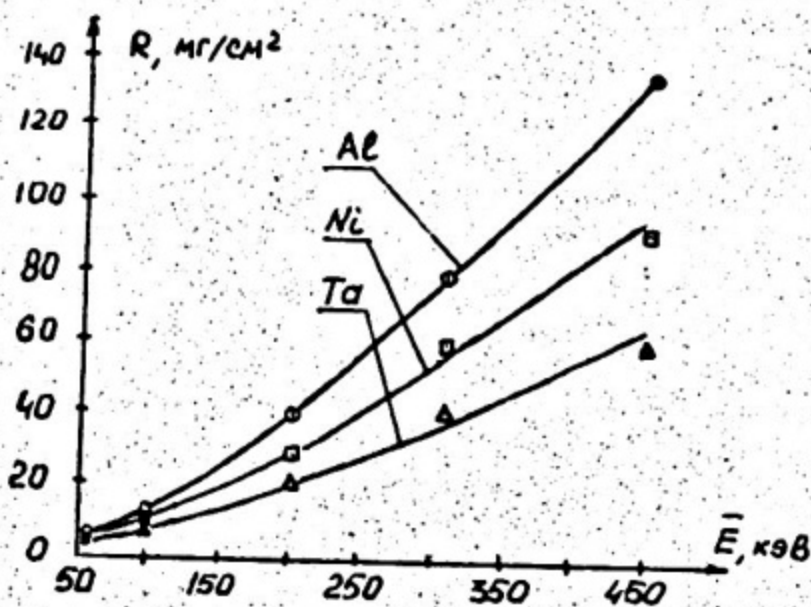


Рис. 4. Зависимости экстраполированного пробега от средней энергии электронов.

$\frac{\alpha \beta}{R^2} x^{\alpha-1} \exp[-\beta(\frac{x}{R})^\alpha] dx$ - доля позитронов, проаннигилировавших на глубине x в слое толщиной dx . Зададимся следующей формой $D(x)$:

$$D(x) = \begin{cases} D_1, & 0 \leq x \leq d, \\ D_2, & d \leq x \leq d+\Delta d, \quad D_1 > D_2, \\ D_1, & d+\Delta d \leq x \leq \infty, \end{cases} \quad (9)$$

где D_1 - значение дисперсии для бездефектного материала;

D_2 - для исследуемого материала с дефектами.

Тогда

$$D_3 = D_1 + (D_1 - D_2) \left[\exp[-\beta(\frac{d+\Delta d}{R})^\alpha] - \exp[-\beta(\frac{d}{R})^\alpha] \right]. \quad (10)$$

Для $d = 0$

$$D_3 = D_2 + (D_1 - D_2) \exp[-\beta(\frac{\Delta d}{R})^\alpha]. \quad (11)$$

В этом случае условие обнаружения дефектного слоя толщиной Δd записывается следующим образом:

$$\frac{D_1 - D_3(R_{\min})}{D_3(R_{\min})} = \gamma, \quad (12)$$

где γ - ошибка экспериментального определения дисперсии аннигиляционного фотопика; $R_{\min}$ - минимально возможный экстраполированный пробег, определяемый минимальной средней энергией используемых позитронов.

Тогда

$$\Delta d = \left\{ -\frac{1}{\beta} R_{\min}^\alpha \ln \left[\frac{(1+\gamma)D_2 - D_1}{(1+\gamma)(D_2 - D_1)} \right] \right\}. \quad (13)$$

Найдем минимум функции $D_3(R)$ из следующего условия:

$$\frac{d D_3(R)}{d R} = 0, \quad (14)$$

$$\left\{ (d+\Delta d)^{\alpha} \exp\left[-\beta\left(\frac{d+\Delta d}{R}\right)^{\alpha}\right] - d^{\alpha} \exp\left[-\beta\left(\frac{d}{R}\right)^{\alpha}\right] \right\} = 0. \quad (15)$$

Разлагая левую функцию в фигурных скобках в ряд Тейлора по степеням Δd и сохраняя лишь первую степень из-за малости Δd , получим:

$$2d^{\alpha-1}\Delta d \exp\left[-\beta\left(\frac{d}{R}\right)^{\alpha}\right] \left(1 - \left(\frac{d}{R}\right)^{\alpha}\beta\right) = 0. \quad (16)$$

Откуда значение координаты, в которой функция $D_3(R)$ достигает максимума, дается соотношением

$$R_0 = d \beta^{1/\alpha}. \quad (17)$$

Рассмотрим область $R_{\min} \leq R_0 \leq R_{\max}$, где $R_{\max}$ — максимально возможный экстраполированный пробег. Получим приближенное значение для $D_3(R)$. Для этого, как и для формулы (15), проведем разложение в ряд Тейлора:

$$D_3 = D_1 - (D_1 - D_2) \alpha \beta \left(\frac{d}{R}\right)^{\alpha} \exp\left[-\beta\left(\frac{d}{R}\right)^{\alpha}\right] \Delta d. \quad (18)$$

Условие обнаружения дефектного слоя запишется в следующем виде:

$$\frac{D_3(R') - D_3(R_0)}{D_3(R_0)} = \gamma, \quad (19)$$

где $R' = R_{\min}$, если $D_3(R_{\min}) > D_3(R_{\max})$ и $R' = R_{\max}$ в других случаях.

Отсюда

$$\Delta d = \frac{d \gamma D_1}{\alpha (D_1 - D_2) \left\{ (1 + \gamma) \exp(-1) - \beta \left(\frac{d}{R'}\right)^{\alpha} \exp\left[-\beta\left(\frac{d}{R'}\right)^{\alpha}\right] \right\}}. \quad (20)$$

По формулам (13) и (20) рассчитывали минимальные толщины дефектных слоев, которые можно зарегистрировать экспериментально. Расчеты проводили для титана. $R_{\min}$ и $R_{\max}$ определяются

следующими средними энергиями энергетических групп: 50 и 450 кэВ. Из рис. 4 видно, что $R_{\min} = 5 \text{ мг/см}^2$ и $R_{\max} = 110 \text{ мг/см}^2$. Дополнительно были определены дисперсии фотопика для отожженного при 840°C в течение 1 часа титана и титана после отжига, подвергнутого облучению электронами с энергией 10 МэВ до флюенса $\sim 5 \cdot 10^{17} \text{ I/см}^2$, что соответствует концентрации вакансий $\sim 2 \cdot 10^{-5}$ в атомных долях [9]. Для расчетов брали следующие численные значения: $D_1 = 26,42$, $D_2 = 24,01$ — в относительных единицах и $\gamma = 5 \cdot 10^{-3}$. Результаты расчетов представлены на рис. 5, из которого видно, что зависимость $\Delta d(d)$ почти линейна, кроме участка в районе $d = 10 \text{ мг/см}^2$, где наблюдается небольшое возрастание Δd .

Для экспериментальной проверки предложенной методики проводили эксперименты на двух калибровочных образцах. Первый образец состоял из полиэтиленовой подложки и фольги меди толщиной $24,5 \text{ мг/см}^2$, помещенной на подложку. Второй образец компоновался из подложки отожженной меди и деформированной фольги меди толщиной 19 мг/см^2 , помещенной на подложку. В указанных образцах было неравномерное распределение дисперсии аннигиляционного фотопика по глубине за счет компоновки разных материалов в первом образце и за счет наличия большого количества дефектов в деформированной фольге меди во втором образце. Экспериментально определяли дисперсию аннигиляционного фотопика с учетом комптоновского фона при облучении образцов позитронами различной энергии.

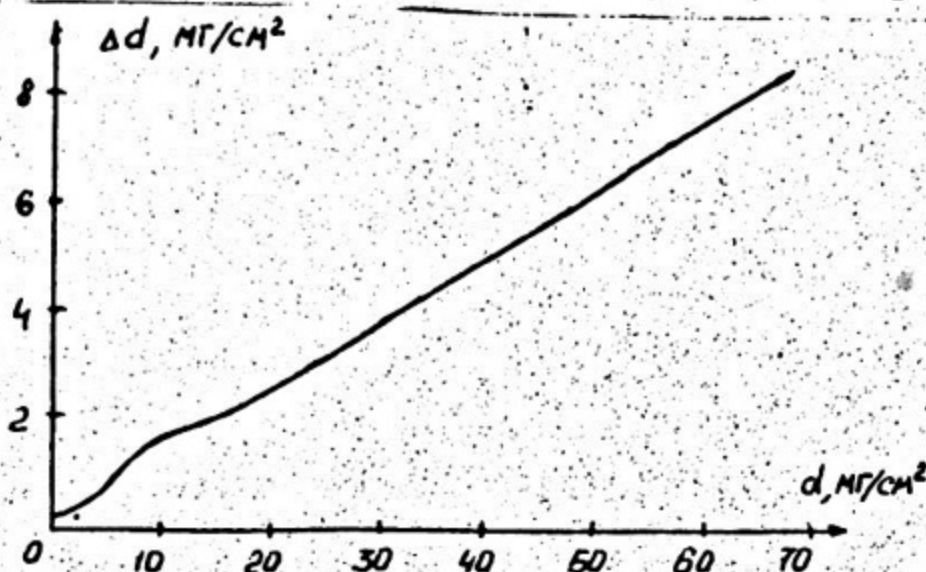


Рис. 5. Зависимость толщины минимально обнаруживаемого дефектного слоя от глубины его залегания

Для определения истинных распределений дисперсий аннигиляционных фотопиков были измерены значения данного параметра отдельно для подложек и для фольг меди. Результаты экспериментов представлены на рис. 6 и 7 для первого и второго образца соответственно. Видно, что измеренные зависимости (кривые 2 на рис. 6 и 7) имеют ту же тенденцию, что и истинные (кривые 1), но являются более плавными. Это и понятно, так как производилось измерение дисперсии фотопика интегрального по кривой прохождения позитронов. Следует отметить, что с помощью методов решения некорректных задач [10] из измеренной зависимости можно восстановить истинную. Также для проверки методики проводили измерения на образцах с равномерным распределением дисперсии аннигиляционного фотопика по глубине. Для этого были использованы полиэтилен и отожженная медь. Результаты эксперимента представлены на рис. 6 и 7 (кривые 3) соответственно. В пределах ошибки полученные значения дисперсии аннигиляционного фотопика для различных энергетических групп совпали как в случае измерений на полиэтилене, так и на отожженной меди.

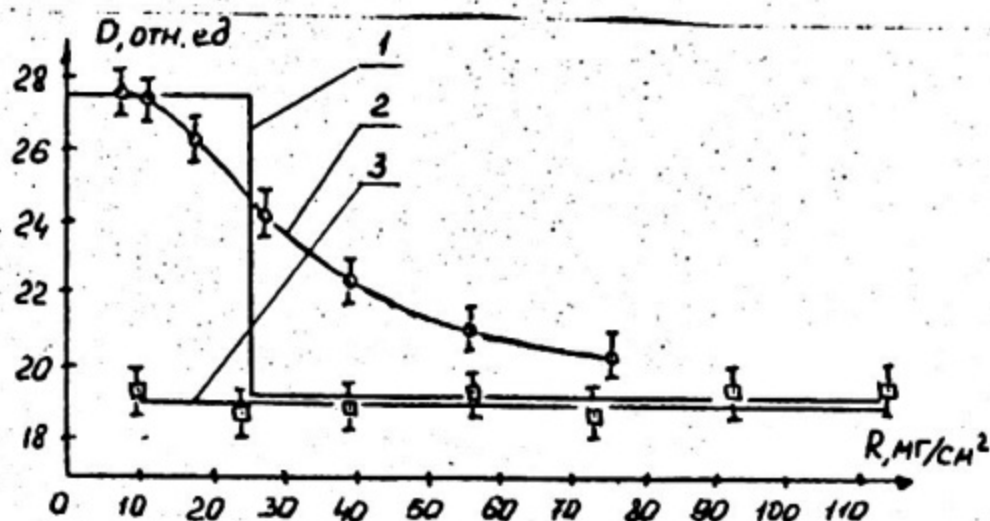


Рис. 6. Зависимость дисперсии аннигиляционного фотопика от экстраполированного пробега для образца, состоящего из полиэтиленовой подложки и фольги меди толщиной $24,5 \text{ мг/см}^2$. Кривые: 1 – истинное распределение; 2, 3 – измеренные зависимости для неравномерного и равномерного распределений соответственно.

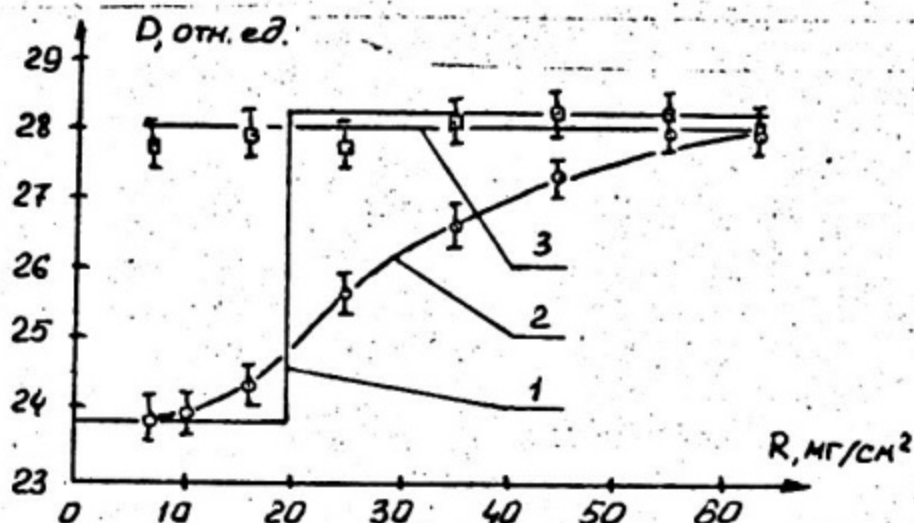


Рис.7. Зависимость дисперсии аннигиляционного фотопика от экстраполированного пробега для образца, состоящего из подложки отожженной меди и деформированной фольги меди толщиной 19 мг/см^2 . Кривые: 1 - истинное распределение; 2, 3 - измеренные зависимости для неравномерного и равномерного распределений дефектов соответственно.

Таким образом, экспериментальная проверка предложенной методики показала ее эффективность. Причем в данном методе используется система сепарации, основанная на отклонении позитронов в магнитном поле, что значительно проще, чем электростатическая система. А за счет большой светосилы данной конструкции используемый источник позитронов ^{22}Na меньше в 100 раз, чем в [2]. Диапазон исследуемых толщин предложенным методом определяется формой непрерывного спектра источника позитронов. В данном случае из-за малой скорости счета аннигиляционных фотонов возможно проводить измерения с использованием позитронов со средней энергией от 50 до 450 кэВ. Тогда, как видно из рис. 4, диапазон исследуемых толщин, например, для никеля равен от 5 до 100 мкм.

2. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ С ПОМОЩЬЮ ОБРАТНООТРАЖЕННЫХ ПУЧКОВ ПОЗИТРОНОВ

Для исследования различных глубин в данной методике используется смещение энергетического распределения в область низких энергий обратноотраженных β -частиц [11]. Причем смещение тем выше, чем меньше атомный номер отражателя. Использовать обратно-

отраженные пучки сложно из-за малой и интенсивности. Нами разработана оригинальная методика, использующая отражатели с различными Z в стандартной геометрии позитронного эксперимента.

Рассмотрим следующую конфигурацию: источник позитронов располагается между исследуемым образцом и отражателем с атомным номером Z . Пусть в такой конфигурации измеряется аннигиляционный параметр, например параметр Q аннигиляционного фотопика. Параметр Q определяется как отношение площади под центральной частью фотопика к полной площади. Тогда экспериментально наблюдаемый параметр Q_3 можно представить в следующем виде:

$$Q_3 = K_1 Q_{np} + K_2 Q_{отр}^Z + (1-K) Q_Z, \quad (21)$$

где Q_{np} - параметр, обусловленный аннигиляцией позитронов прямого пучка от источника; Q_Z - параметр, обусловленный аннигиляцией в отражателе; $Q_{отр}^Z$ - параметр, обусловленный аннигиляцией в образце обратноотраженных позитронов; K - доля позитронов, аннигилирующих в отражателе; K_1 - доля позитронов прямого пучка, аннигилирующих в образце и K_2 - доля позитронов отраженного пучка, аннигилирующих в образце.

Доля позитронов, аннигилирующих в отражателе, дается следующей формулой [12]:

$$K = (1-p_0)(1+p_2)/2(1-p_0p_2), \quad (22)$$

где p_0, p_2 - коэффициенты обратного отражения позитронов от образца и отражателя с атомным номером Z , соответственно. Долю позитронов прямого пучка, аннигилирующих в образце, представим в следующем виде:

$$\begin{aligned} K_1 &= 0,5(1-p_0), \\ K_2 &= K - K_1. \end{aligned} \quad (23)$$

Отсюда

$$Q_{отр}^Z = \frac{1}{K_2} [Q_3 - K_1 Q_{np} - (1-K) Q_Z]. \quad (24)$$

По формуле (24) можно определять $Q_{отр}^Z$ для различных отражателей, а следовательно, определять Q для различной глубины

ны проникновения позитронов в исследуемый образец. Значение Q_z легко получить экспериментально, если источник позитронов расположить между двумя одинаковыми отражателями. Q_{np} можно определить следующим образом. Используется отражатель с минимально возможным Z так, чтобы его коэффициентом обратного отражения можно было пренебречь. Тогда из формулы (21) получаем следующее выражение:

$$Q_{np} = \frac{1}{K_1} [Q_3 - (1 - K) Q_2]. \quad (25)$$

Таким образом, измеряя аннигиляционные параметры для "сэндвича" образец-отражатель и отражатель-отражатель можно по формулам (24), (25) определять параметры, соответствующие различным глубинам образца, а по ним уже судить о структуре приповерхностных слоев твердого тела.

Для описанного послойного анализа необходимо знать значения коэффициентов обратного отражения. В работе [12] была предложена методика определения коэффициентов обратного отражения для различных Z в реальной геометрии позитронного эксперимента. Нами также проводились измерения указанного параметра по предложенной методике [12] для двух источников позитронов: ^{22}Na и ^{44}Tl , отличающиеся энергетическим спектром позитронов. Для позитронов от источника ^{44}Tl были получены значения коэффициентов обратного отражения, совпадающие в пределах ошибки с формулой, приведенной в [12]:

$$P_z = 0,342 \log Z - 0,146. \quad (26)$$

Для позитронов от источника ^{22}Na экспериментальные значения коэффициентов обратного отражения ниже, чем по формуле (26). Это, вероятно, объясняется тем, что при сравнительно низких энергиях позитронов (^{22}Na) на получаемые значения коэффициентов обратного отражения сильно влияют толщина упаковки источника и чистота поверхности образцов. Поэтому предлагаемую методику предпочтительней использовать для источников с большой максимальной энергией β -спектра, например ^{44}Tl .

По формуле переноса ошибок [13] рассчитывали ошибки определения Q_{np} для различных Z образца. Для единичной дисперсии определения аннигиляционного параметра были получены следующие значения среднеквадратичного отклонения Q_{np} : 3,08;

3,70 ; 4,28 ; 5,09 для атомных номеров образца 13, 28, 47, 82 соответственно. Также были рассчитаны случайные ошибки определения $Q_{отр}^Z$, причем ошибка в определении $Q_{пр}$ не учитывалась, так как при расчетах $Q_{отр}^Z$ для различных Z отражателя $Q_{пр}$ всегда одно и то же, и поэтому ошибку за счет $Q_{пр}$ можно считать систематической. Результаты расчета представлены на рис. 8, где указано среднеквадратичное отклонение при единичной дисперсии определения аннигиляционного параметра в зависимости от Z отражателя для четырех значений Z образца.

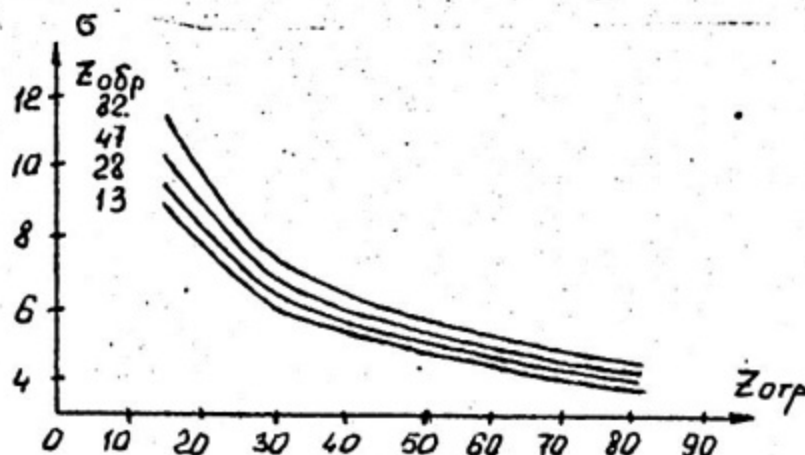


Рис. 8. Зависимость среднеквадратичного отклонения σ определения $Q_{отр}^Z$ от атомного номера отражателя при единичной дисперсии определения аннигиляционного параметра для четырех значений Z образцов

Экспериментальную проверку предложенной методики измерения параметра Q проводили на калибровочном образце, состоящем из подложки отожженной меди, на которую накладывалась фольга из деформированного железа толщиной 54 мг/см^2 . Таким образом, в образце создавалось неравномерное распределение аннигиляционного параметра по глубине. Для определения истинного распределения параметра отдельно было измерено его значение в фольгах из железа и в отожженной меди. Измерения проводили на детекторе, описанном в пункте I с использованием позитронов от ^{44}Ti . Ошибка определения параметра Q составляла 0,2%. Для определения $Q_{пр}$ был использован отражатель из Be с $Z = 4$, а для определения $Q_{отр}^Z$ отражатели из Si, Cu и Pb.

Из полученных экспериментальных данных можно оценить слой половинного ослабления для Q_{np} и $Q_{отр}^2$. Для этого зададимся простейшей формой коэффициента прохождения позитронов $F(x/R) = 1 - x/R$, где R - экстраполированный пробег. Тогда экспериментально наблюдаемый параметр представится в следующем виде:

$$Q' = \int_0^R \frac{1}{R} Q(x) dx, \quad (27)$$

где Q' - либо Q_{np} , либо $Q_{отр}^2$; $Q(x)$ - значение аннигиляционного параметра в зависимости от глубины x .
Для нашего образца:

$$Q(x) = \begin{cases} Q_1, & 0 \leq x \leq d, \\ Q_2, & d \leq x \leq \infty, \end{cases} \quad (28)$$

где Q_1, Q_2 - значения параметров в деформированных фольгах из железа и отожженной меди соответственно; $d = 54 \text{ мг/см}^2$.

Отсюда

$$Q' = Q_1 \frac{d}{R} + \frac{1}{R} Q_2 (R-d). \quad (29)$$

Тогда слой половинного ослабления

$$R/2 = \frac{Q_2 - Q_1}{2(Q_2 - Q')} \quad (30)$$

На рис.9 представлены результаты определения параметров Q_{np} и $Q_{отр}^2$ для калибровочного образца в зависимости от слоя половинного ослабления, рассчитанного по формуле (30). Точки на графике расположены в следующем порядке: $Q_{отр}^{14}$, $Q_{отр}^{22}$, $Q_{отр}^{32}$, Q_{np} .

Оценим чувствительность описанной методики. Для этого воспользуемся формулой (29) и вместо d будем писать Δd . Условие обнаружения дефектного слоя толщиной Δd запишется в следующем виде:

$$\frac{Q'(R_{min}) - Q_2}{Q_1} = \delta, \quad (31)$$

где Q_1 - значения параметра для дефектного материала;
 Q_2 - для бездефектного (отожженного); δ - максимальное

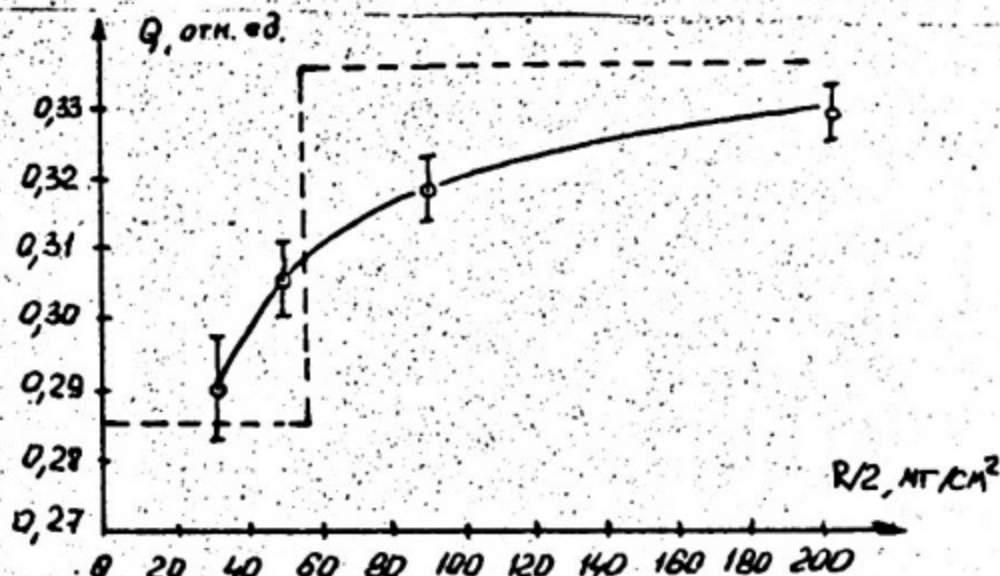


Рис. 9. Значения параметров Q_{np} и $Q_{отр}^2$ в зависимости от толщины слоя половинного ослабления пучка позитронов. Штрихпунктирная линия - истинное распределение аннигиляционного параметра по глубине

среднеквадратичное отклонение рассчитываемых параметров для единичной дисперсии определения аннигиляционного параметра;

γ - ошибка определения параметра; R_{min} - минимальный экстраполированный пробег, в данном случае определяемый отражателем с $Z = 13$. Из формулы (31) получим следующие значения для Δd :

$$\Delta d = \frac{R_{min} Q_2 \delta \gamma}{Q_2 - Q_1} \quad (32)$$

Данная формула справедлива и для других аннигиляционных параметров, например дисперсии аннигиляционного фотопика. Поэтому, как и в пункте I настоящей работы, был проведен расчет для титана с концентрацией вакансий в дефектном слое $\sim 2 \cdot 10^{-5}$ в атомных долях. Значение γ было взято 0,1%, $\delta = 10$, а $R_{min} = 64$ мг/см² (см. рис. 9). Для указанных значений $\Delta d = 6,4$ мг/см².

Таким образом, предложенная методика была проверена экспериментально, были также рассчитаны ошибки и чувствительность методики.

Л и т е р а т у р а

- I. West R. N. Positron studies of condensed mater. — *Adv. Phys.*, 1973, v. 22, p. 263-383.
2. Triftshäuser W., Kögel G. Defects and defects structures in metals investigated by monoenergetic positrons. — Positron annihilation. Proc. 6 Int. Conf., Arlington (Texas), April 3-7, 1982, p. 142-152.
3. Mantl S., Triftshäuser W. Defects annealing studies on metals by positron annihilation and electrical resistivity measurements. — *Phys. Rev.*, 1978, B17, №4, p. 1645-1650.
4. Зигбан К. Альфа-, бета- и гамма-спектроскопия. — М.: Атомиздат, вып. I, 1969. — 567 с.
5. Воробьев С. А. Прохождение бета-частиц через кристаллы. — М.: Атомиздат, 1975. — 141 с.
6. Дзелепов Б. С., Зырянова Л. Н., Суслов Ю. П. Бета-процессы. Функции для анализа бета-процессов и электронного захвата. — Л.: Наука, 1972. — 373 с.
7. Немец О. Ф., Гофман Д. В. Справочник по ядерной физике. — Киев.: Наукова думка, 1975. — 415 с.
8. Зигбан К. Альфа-, бета- и гамма-спектроскопия. — М.: Атомиздат, вып. 4, 1969. — 271 с.
9. Томпсон М. Дефекты и радиационные повреждения в металлах. — М.: Мир, 1971.
10. Тихонов Л. Н., Арсекин В. Я. Методы решения некорректных задач. — М.: Наука, 1979.
- II. Румянцев С. В., Парнасов В. С. Применение бета-толщиномеров покрытий в промышленности. — М.: Атомиздат, 1980.
12. Mackenzie I. K., Shulte C. W., Jackman T., and Campbell J. L. Positron transmission and scattering measurements using superposition of annihilation line shapes: Backscatter coefficients. — *Phys. Rev.*, 1973, A7, №1, p. 135-145.
13. Худсон Д. Статистика для физиков. — М.: Мир, 1967.