

06.2;12

Радиационно-стойкие бесподложечные пленки германия и кремния для экспериментов ядерной физики

© Л.А. Матвеева, А.В. Васин, Г.Н. Козерацкая, Ю.И. Тоцкий

Институт физики полупроводников НАН Украины, Киев

Поступило в Редакцию 23 декабря 1999 г.

Приведены результаты исследования структуры, состава и радиационной стойкости пленок-мишеней из германия и кремния в зависимости от условий их получения. Обнаружено, что мишени, полученные импульсным термическим осаждением в вакууме, значительно более долговечные в ядерно-физических экспериментах по сравнению с мишенями, полученными непрерывным осаждением.

Известно [1], что для изучения ядерных реакций под действием ускоренных частиц и ионов необходимы тонкие бесподложечные мишени. В настоящее время в исследовательских ядерных центрах существует проблема изготовления самоподдерживающихся, прочных тонких пленок-мишеней большой площади с однородной толщиной. Для прецизионных измерений дифференциальных сечений реакций с передачей нескольких нуклонов на мишенях с низким Z , при низких и средних энергиях заряженных частиц необходимо применение пленок с минимальным содержанием примесей [2]. Целью данной работы являлось получение бесподложечных тонких пленок германия и кремния большой площади, повышенной чистоты, прочности и радиационной стойкости для ядерно-физических экспериментов.

Пленки получались термическим испарением Ge и Si в вакууме на установке ВУП-5М. Испарение проводили путем резистивного нагрева танталовой (для германия) или вольфрамовой (для кремния) лодочек. Использовались подложки из покровного увиолевого стекла с предварительно напыленным подслоем хлористого натрия. Отделение пленок Ge и Si от подложки без нарушения их сплошности осуществлялось в дистиллированной воде, аналогично отделению углеродных перезарядных фольг [3], с последующим размещением их на медной

оправке диаметром 25–30 мм. Толщина пленок в процессе осаждения контролировалась кварцевым измерителем толщины КИТ-1. После осаждения их толщина измерялась гравиметрическим методом. Толщину бесподложечных пленок и ее однородность по площади определяли по величине энергетических потерь α -частиц стандартного источника ^{226}Ra при прохождении через мишень [4]. Совершенство кристаллической структуры пленок оценивалось по электронограммам, полученным с помощью электронографа ЭМР-100. Морфология мишеней исследовалась на растровом электронном микроскопе JSM-100СХ и просвечивающей электронной микроскопией. Элементный состав пленок-мишеней был исследован методом обратного резерфордского рассеяния протонов и α -частиц с энергией $E = 1.5\text{--}1.85\text{ eV}$ под углом $\Theta = 160^\circ$ [5]. Пленки NaCl, Ge и Si получали двумя методами нагрева испарителей: непрерывным (первая серия мишеней) и импульсным (вторая серия мишеней). Осаждение проводилось на неподогреваемые подложки для получения пленок аморфной структуры, что должно было способствовать повышению радиационной стойкости мишеней [3,6,7].

Из анализа спектров рассеяния протонов установлено, что основными примесями в мишенях первой серии являются кислород и углерод. Комбинация рассеяния протонов и более тяжелых α -частиц позволила увеличить разрешение по массам анализируемых элементов. Невыявляемые при рассеянии протонов примеси были видны на спектрах рассеяния α -частиц. В мишенях первой серии были зарегистрированы также примеси материала испарителя и атомы Na и Cl вследствие диффузии на границе раздела пленка–подложка.

Пленки, полученные непрерывным осаждением, имели поликристаллическую структуру, что снижало их радиационную стойкость вследствие радиационного набухания [7]. Такие пленки выдерживали всего лишь разовую установку под пучком заряженных частиц из-за механического повреждения (появлялись трещины, нарушалась сплошность).

Полученные непрерывным осаждением пленки скручивались в свободном состоянии вследствие возникновения в них термических механических напряжений из-за непрерывного радиационного нагрева подложки источником испарения. Этот факт затруднял установление свободной от подложки пленки на медную оправку.

Пленки второй серии, полученные импульсным термическим испарением на неподогреваемые подложки, обладали аморфной структурой, однородной по объему и площади, которая не изменялась после взаимо-

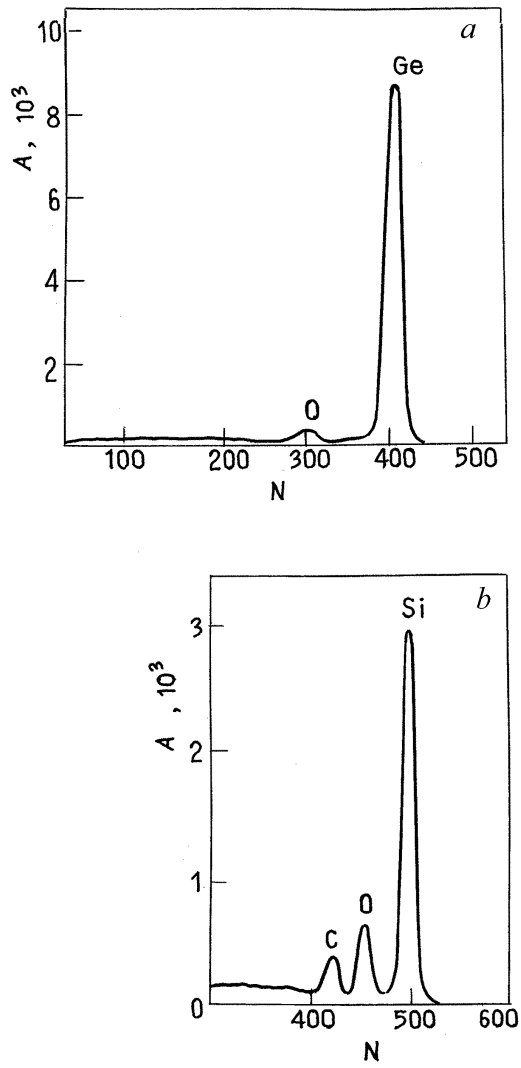


Рис. 1. Спектры обратного резерфордского рассеяния протонов на мишенях из германия (*a*) и кремния (*b*), полученных импульсным термическим испарением (A — число отсчетов, N — номер канала).

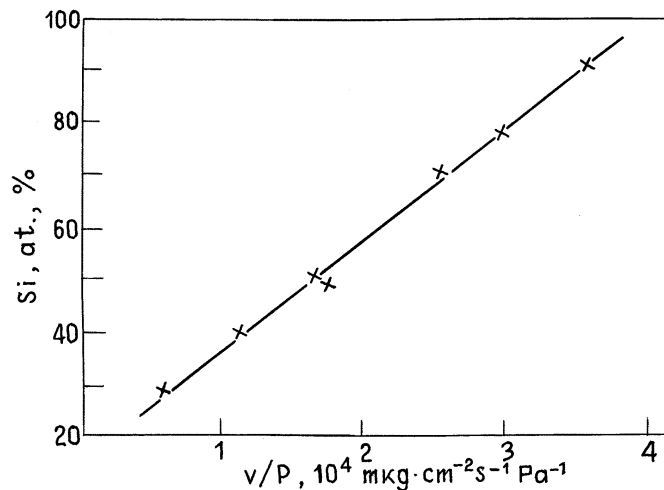


Рис. 2. Зависимость содержания кремния в мишени от соотношения V/P .

действия с заряженными частицами. Они имели повышенную прочность, не скручивались при отделении от подложек и могли многократно использоваться в ядерно-физических экспериментах. Для получения однородных по толщине пленок подложки эксцентрично вращались над тремя испарителями со скоростью 20 г/мин. Режимы осаждения пленок второй серии приведены в табл. 1. Мишени второй серии обладали однородной морфологией до и после облучения и содержали меньшее количество примесей. На рис. 1 приведены спектры обратного резерфордовского рассеяния протонов на мишенях из второй серии для германия (рис. 1, *a*) и кремния (рис. 1, *b*). В пленках второй серии отсутствовали примеси тяжелых элементов материала тигля, обнаруженные в мишенях первой серии. Примеси кислорода и углерода равномерно распределены в объеме пленки, о чем свидетельствует симметрия полос в спектре рассеяния протонов на рис. 1.

Для пленок второй серии была установлена связь между скоростью осаждения V , степенью вакуума P и элементным составом мишени. Для кремневых мишеней такая взаимосвязь видна из рис. 2, где приведена зависимость концентрации основного элемента в мишени от VP . Видно,

Таблица 1. Режимы осаждения пленок второй серии

Пленка	Скорость осаждения, $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	Длительность импульса, s	Интервал между импульсами, s	Толщина пленки, $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$
Ge	14–30	8–10	2–5	150–1000
Si	2–4	5–6	20–25	70–550

Таблица 2. Состав мишеней второй серии при различных условиях осаждения

Скорость осаждения, $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	Степень вакуума, 10^{-4} Pa	Мишень	Содержание основного элемента, at.%	Содержание примеси, at.%
20	2.7	Ge	73	^{16}O , 27
2		Si	70	^{16}O , 13.6; ^{12}C , 16.4
30	1.1	Ge	98–99	^{16}O , 1–2
4		Si	95–96	^{16}O , 1–2; ^{12}C , 2–3

что с увеличением V , при постоянном P или при улучшении вакуума при постоянной скорости осаждения, повышается чистота пленки-мишени. Состав пленок-мишеней второй серии при различных методах получения приведен в табл. 2.

Мишени из первой и второй серии использовались в ядерно-физических экспериментах. При исследовании состава мишеней методом обратного кулоновского рассеяния, после определения состава и однородности на пучках ускоренных ионов водорода и гелия с энергией 1.5–1.85 MeV мишени второй серии можно было неоднократно использовать в последующих экспериментах. Так же мишени выдерживали многократную откачку и транспортировку, в то время как мишени первой серии выдерживали всего лишь однократное использование.

В эксперименте по изучению реакций смещения на магнитном спектрометре МСП-144 мишени ^{72}Ge толщиной $250 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ выдержали 27 h непрерывного облучения ионами $^{12}\text{C}^{++}$ с энергией 60 MeV дозой 10^{14}cm^2 при токе 700 nA без радиационного повреждения. Данные

мишени использовались также в нескольких циклах многочасовых измерений на пучках $^{14}\text{N}^{+++}$ с $E = 60\text{ MeV}$ при токе 300–400 мА ($4 \cdot 10^{15}\text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$) и $^{12}\text{C}^{++}$ с $E = 60\text{ MeV}$ при токе 150–500 мА общей дозой 10^{19} cm^{-2} . При этом не было обнаружено признаков деградации мишеней или их разрушения.

Таким образом, метод импульсного термического осаждения в вакууме был использован для получения свободных от подложки кремниевых и германиевых пленок-мишеней диаметром 30 мм с минимальным содержанием примесей и однородным распределением элементного состава по толщине и площади. Такие мишени, благодаря аморфной структуре, высокой степени чистоты и гомогенности, обладали необходимой радиационной стойкостью, что позволило значительно повысить эффективность ядерно-физических экспериментов.

Список литературы

- [1] *Rengo R.* // Nucl. Instrum. and Methods. 1991. V. B. 56/57. P. 933–937.
- [2] *Ключарев А.П., Коваленко Л.И., Лишенко Л.Г.* и др. Тонкие фольги из изотопов металла. М.: Энергоиздат, 1981. 94 с.
- [3] *Васин А.В., Высоцкий В.Г., Матвеева Л.А.* // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24. В. 15. С. 79–84.
- [4] *Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А., Ташлыклов И.С.* Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. Минск: Изд. ун-та, 1987. 85 с.
- [5] *Машкаров Ю.Г., Сарана В.Н., Козерацкая Г.Н.* // Труды 3 всесоюз. совещания по микроанализу на пучках ускоренных частиц, Харьков, 1992. С. 275.
- [6] *Козерацкая Н.Г., Оношко Н.Ф., Степаненко В.А.* Мишени из бора, кремния и углерода для ядерных исследований. Препринт КИЯИ-87-50. Киев, 1987. 13 с.
- [7] *Киселев Г.В., Страхов Э.В., Шаров В.К.* К оценке радиационной стойкости стартовых мишеней для получения радионуклеидов. Препринт ИТЭФ № 168. М., 1988. 28 с.