用 ${}^{1}H({}^{19}F, {}^{16}O^{*})\alpha$ 反应分析氢分布

钱思天 2001112187

2021年5月25日

摘要

氢存在与空气中。在常温下,氢就可以扩散到大多数金属中,使金属的各种性能发生变化。长期以来,用常规方法很难分析样品中的氢分布状况。加速器技术和重离子核反应技术的发展和应用,使无损分析样品中的不同深度处氢的分布状况成为可能。由于入射粒子只与靶样品中的氢发生共振核反应,靶样品中其它元素对氢含量分析没有影响,因此这种方法灵敏度高,也比较准确。本实验利用了 2*1.7MV 加速器,通过测量 ¹⁹F¹H(¹⁹F, ¹⁶O*) 的共振核反应放出的光子,测量了样品中混有的氢杂质的分布。

关键词:核反应、2*1.7MV加速器、氢分布

1 实验原理

氢存在与空气中。在常温下,氢就可以扩散到大多数金属中,使金属的各种性能发生变化;例如钢中含氢导致氢脆现象。其他材料中氢含量的多少也影响其性能。因此,了解材料中氢的存在和分布状况,在冶金、矿物、半导体、能源、材料等领域的研究中都很重要。

长期以来,用常规方法很难分析样品中的氢分布状况。加速器技术和重离子核反应技术的发展和应用,使无损分析样品中的不同深度处氢的分布状况成为可能。由于入射粒子只与靶样品中的氢发生共振核反应,靶样品中其它元素对氢含量分析没有影响,因此这种方法灵敏度高,也比较准确。

1. 共振核反应的选择

本实验采用 1 H(19 F, 16 O*) α 共振核反应来测量氢在样品中的分布。入射粒子 19 F 轰击靶核 1 H 发生核反应,生成处于激发态的 20 Ne 核;它退激后发射 α 粒子和处于激发态的 16 O* 核, 16 O* 核退激后回到基态,同时发射 γ 光子。该共振反应的末态粒子有 α 粒子和 γ 光子。由于 α 粒子阻止本领较大,测量必须在真空中进行;因此我们在实验中只测量 16 O* 核退激发射的 γ 光子产额,以确定样品中氢的含量。探测 γ 光子的探测器可以放在靶室之外。

反应截面随入射粒子能量变化的曲线称为核反应的激发曲线。对应不同的入射 F 离子能量,该核反应有两个主要的 共振峰,分别在 6.42MeV 和 16.44MeV。共振峰的形状可用 Breit-Wigner 公式描述:

$$\sigma(E) = \frac{\sigma_R}{1 + \frac{E - E_R^2}{\Gamma/2}} \tag{1}$$

式中 Γ 为共振峰宽度, E_R 为共振能量, σ_R 为共振截面。

实验采用 6.42 MeV 的共振 $\Gamma = 55 \text{KeV}, \sigma = 0.1 \text{b}$ 测量氢分布。6.42 MeV 的共振核反应产生的 $^{16} \text{O}$ 处于激发态,退激时发出能量分别为 6.13~6.92, 7.12 MeV 的 γ 光子,如图三所示。这三支 γ 光子的分支比比值为:

$$\gamma_1: \gamma_2: \gamma_3 = 2.8: 0.016: 0.075$$

$$\approx 97\%: 0.5\%: 2.5\%$$
(2)

因此我们可以忽略 γ_2 和 γ_3 的贡献,测量时主要记录能量 6.13MeV 的 γ_2 光子。

采用 $6.42 \mathrm{MeV}$ 的共振核反应,可以测量较深厚度处的氢分布,因为相邻共振峰相距较远,不会相互影响。另外, $^{16} \mathrm{O}$ 退激发出的 γ 射线能量较高,本底干扰很小,可以忽略入射离子与除氢以外其它核子发生核反应所放出的 γ 射线的影响。同时,也可以提高束流以缩短测量时间,而不影响测量精度。但 $6.42 \mathrm{MeV}$ 的共振峰有一定的宽度,因此深度分布的测量精度不是很高,约为 $200 \mathrm{\AA}$ 至 $300 \mathrm{\AA}$ 。

2. 氢分布分析原理

入射能量为 E_0 (高于共振能量)的氟离子打到待分析的样品上,进入样品后逐渐损失能量。设在深度为 x 处,F 离子的能量损失了 ΔE 后变为 E。

(a) 氟离子只在其能量为共振能量 E_R 时,才和样品中所含的氢发生核反应。入射能量 E_0 (> E_R) 的氟离子在进入样品一定深度(设为 x)后,能量降为 E_R ,这时它和该深度处的氢发生反应。即

$$E = E_0 - \Delta E \approx E_0 - \left| \frac{dE}{dx} \right| \times x = E_R \tag{3}$$

因此,发生氢反应的深度 x 为

$$x = \frac{E_0 - E_R}{|dE/dx|} \tag{4}$$

氟离子束流能量 E_0 和加速器高压的关系为 $HV \times (4+1) MeV$ 设 (dE/dx) 的单位为 (eV/Å),则

$$x(Å) = \frac{[HV \times (4+1) - 6.42] \times 10^{6} (eV)}{|dE/dx|(eV/Å)}$$
(5)

依次改变加速器束流能量 HV,不同人射能量的氟离子就和不同深度处的氢发生反应,记录反应后产生的氧激 发态退激 γ 光子产额,就可以得到样品中的氢分布情况。

(b) 含量分析:

如前所述,实验时记录氧激发态发出的 6.13MeV 的 γ 光子,多道谱记数能量区间取为 3 – 7MeV。对应每一个高压(或氟离子入射能量)的测量点,记数时取确定的束流积分电荷;也就是每个测量点对应同样数量的入射氟离子。这样,在入射离子数一定、反应截面一定的条件下,记录到的 γ 光子越多,说明样品中的氢含量越多,即氢含量正比于在上述区间内记录到的 γ 光子数。假设标准样品中,氢沿深度均匀分布,且氢含量 C_{st} 已知,测量得到 γ 光子记数为 N_{st} 。测量未知样品得到 γ 光子记数为 N;则待测样品的氢含量为

$$C = C_{st} \times \frac{|dE/dx|_{E=E_R} \times N}{|dE/dx|_{st:E=E_R} \times N_{st}} \times \frac{\rho_{st}}{A_{st}} \times \frac{A}{\rho}$$
(6)

式中 $dE/dx_{E=E_R}$ 为粒子能量为 E 时在靶物质中的阻止本领, ρ 和 A 分别为物质的密度和原子序数,下标 st 表示标准样品。

2 实验介绍

2.1 实验操作

- 1. 把样品装在靶盘上,装进靶室,并抽真空,接好线。靶室上接好"束流"线(通束流积分仪)和"抑制"线,"抑制"加-270V。使 BGO 探测器对准靶室窗,并加高压至 580V-600V(调节钮读数约 4.0 格)。
- 2. 测本底,作能量刻度。

在实验室及周围环境中,普遍存在着放射性核素钾 40 和铊 206 的本底,它们发出的 γ 光子具有确定的能量,分别 为 1460.7 keV 和 2614.3 keV,可以被我们所用的 BGO 探测器探测到。从多道谱上我们可以确定这两个本底峰对应 的道数。设能量-道数是线性关系,则由这两个点可以定出一条直线,这样就可以进行能量-道数的互相转换。

3. 测量标准样品。

我们用 Maestro 软件作数据获取,用束流积分仪控制记数的开始和停止(设置: "Services"; -> "Job" -> "Control" -> "D:User" -> "GATEON.JOB" -> "OK")。根据上面本底测量定出的能量-道数关系,在多道上选取对应 3-7MeV 的道数区间,落在该区间的 γ 光子将被记数。我们所用的标准样品中,所含的氢均匀分布在约 2μ 的非晶硅层,该层是在单晶硅衬底上通过辉光放电沉积而成的。给定的标准样品中含氢的原子比为 13.9%。

测量时,每个点束流积分取 15-20 微库,高压从 1.30 开始取 5 个点,对应样品表面以内 5 个不同深度。5 个点的 平均记数作为标准样品的记数 N_{st} 。在每个测量点,分别记录高压值、 γ 光子在 3-7MeV 区间内积分记数、测量时间、束流积分(μ C)和流强(nA)。

4. 测量未知含量样品。

未知样品表面大多含氢,可测到一个表面峰。有的样品内部也有氢分布。测量时从高压 1.26 开始。

3 实验记录与数据处理

3.1 刻度

直接测量环境本底得到的两个峰的测量结果如表1。

表 1: 利用环境本底进行标定结果

Isobar	Position	${\rm Energy}[{\rm MeV}]$
40K	71.58	1.4607
208Tl	126.87	2.6143

利用测量结果,将 160-350 道作为目标 γ 光子的计数区段。

3.2 标样的测定

标样的测量结果记录如表2。后续会采用标样的平均计数作为标样的计数值。

表 2: 标样的测量结果					
HV[MV]	I[nA]	t[s]	N		
1.30	350	50.60	1467		
1.35	450	43.08	2177		
1.40	460	39.78	2267		
1.45	480	38.28	2394		
1.50	500	37.90	2378		

3.3 样品 10 的测量结果

样品 10 的测量结果记录如表3。因为样品 10 是不锈钢,所以在后面的分析中,采用的成分为: Fe 71%, Cr 19%, Ni

表 3: 样品 10 的测量结果 HV[MV]Ν I[nA]t[s]1.26 2.8575.4889 77.821.30 2.85956 1.34 $2.90 \quad 72.42$ 1138 2.95 - 69.701.38 1078 2.9072.001.42 750 1.46 $2.90 \quad 71.66$ 282 1.50 $2.90 \quad 71.24$ 116

10%, 密度为 7.39g/cm³。

3.4 氢含量分析

直接计算,可以得到氢含量的分布表4及图1。

表 4: 不同深度的氢含量计算表

HV[MV]	N	$\mathrm{Deepth}[\mathring{\mathbf{A}}]$	H Percent
1.26	89	-317.32	0.79%
1.30	956	226.98	8.43%
1.34	1138	806.89	10.03%
1.38	1078	1376.05	9.51%
1.42	750	1896.76	6.61%
1.46	282	2362.91	2.49%
1.50	116	2861.96	1.02%

4 致谢

感谢赵捷老师和徐川老师的帮助和指导。

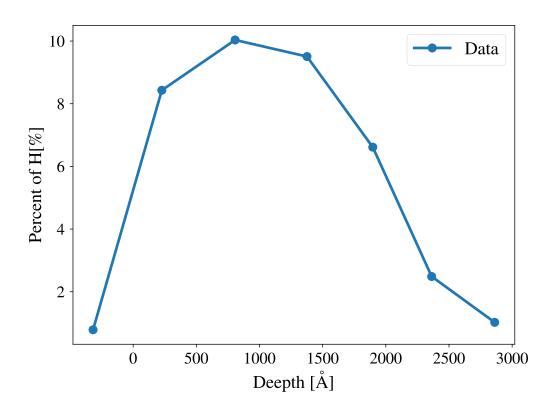


图 1: 不同深度的氢含量计算图