

ЯДЕРНЫЕ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ УСТАНОВКИ, ВКЛЮЧАЯ ПРОЕКТИРОВАНИЕ, ЭКСПЛУАТАЦИЮ И ВЫВОД ИЗ ЭКСПЛУАТАЦИИ (05.14.03)

УДК 543.428

DOI: 10.24160/1993-6982-2020-5-89-97

Определение относительной концентрации дейтерия, имплантированного в бериллий, на основе спектроскопии пиков упругоотраженных электронов

В.П. Афанасьев, Ю.Н. Бодиско, А.С. Грязев, П.С. Капля, М. Коппен

Относительная концентрация дейтерия, имплантированного в бериллий, определяется на основе спектроскопии пиков упругоотраженных электронов. Для последовательного поиска энергетических спектров отраженных электронов используется метод парциальных интенсивностей, основанный на решении граничной задачи для уравнения переноса методом инвариантного погружения. Восстановление дифференциальных сечений неупругого рассеяния строится на фитинг-процедуре, базирующейся на многократном решении прямой задачи, с подгоночными параметрами. Высокая эффективность фитинг-процедуры основана на построении численной процедуры решения уравнений для парциальных интенсивностей, методике, которая сочетает точность и рекордно высокое быстродействие.

Получены дифференциальные сечения неупругого рассеяния как для приповерхностной области, так и для однородного массива, удаленного от поверхности. Вычисление дифференциальных сечений неупругого рассеяния выполнено как для чистого бериллия, так и для образцов бериллия, подвергшихся имплантации дейтерием. Найдены относительные концентрации дейтерия в бериллии, составляющие $0,12 \pm 0,03$ (55 атомов дейтерия на квадратный ангстрем) и $0,15 \pm 0,03$ (201 атом дейтерия на квадратный ангстрем). Полученные результаты указывают, что развитый метод позволил на порядок увеличить чувствительность определения относительных концентраций изотопов водорода в соединениях по сравнению с ранее существующими.

Ключевые слова: метод инвариантного погружения, изотопы водорода, электронная спектроскопия.

Для цитирования: Афанасьев В.П., Бодиско Ю.Н., Грязев А.С., Капля П.С., Коппен М. Определение относительной концентрации дейтерия, имплантированного в бериллий, на основе спектроскопии пиков упругоотраженных электронов // Вестник МЭИ. 2020. № 5. С. 89—97. DOI: 10.24160/1993-6982-2020-5-89-97.

Determining the Relative Concentration of Deuterium Implanted in Beryllium Based on the Elastic Peak Electron Spectroscopy

V.P. Afanas'ev, Yu.N. Bodisko, A.S. Gryazev, P.S. Kaplya, M. Koeppen

The relative concentration of deuterium implanted in beryllium is determined on the basis of the elastic peak electron spectroscopy. To consistently determine the energy spectra of reflected electrons, the method of partial intensities is used, which is based on solving the boundary problem for the transport equation by the invariant imbedding method. The differential inelastic scattering cross sections are reconstructed using a fitting procedure based on the multiple solution of the direct problem with fitting parameters. High efficiency of the fitting procedure is achieved through constructing a numerical procedure for solving the equations for partial intensities, a technique that combines accuracy and extremely high computation speed.

Differential cross sections of inelastic scattering are obtained both for the near-surface area and for a homogeneous area distant from the surface. The differential inelastic scattering cross sections have been calculated for both pure beryllium and beryllium samples subjected to deuterium implantation.

The relative concentrations of deuterium in beryllium have been determined, the values of which are equal to 0.12 ± 0.03 (for a dose of 55 deuterium atoms per square Angstrom) and 0.15 ± 0.03 (for a dose of 201 deuterium atoms per square Angstrom). The obtained results indicate that the developed method has made it possible to achieve an order of magnitude better sensitivity of determining the relative concentrations of hydrogen isotopes in compounds in comparison with the previously existing methods.

Key words: invariant embedding method, hydrogen isotopes, electron spectroscopy.

For citation: Afanas'ev V.P., Bodisko Yu.N., Gryazev A.S., Kaplya P.S., Koeppen M. Determining the Relative Concentration of Deuterium Implanted in Beryllium Based on the Elastic Peak Electron Spectroscopy. Bulletin of MPEI. 2020;5:89—97. (in Russian). DOI: 10.24160/1993-6982-2020-5-89-97.

Введение

Водород в конструкционных материалах значительно меняет свойства материалов. Наиболее катастрофично его присутствие в сталях. Контроль содержания этого газа в конструкционных материалах имеет определяющее значение в водородной энергетике. Особый интерес представляет решение задачи контроля изотопов водорода в установках термоядерного синтеза.

В прошлом веке считали, что электронная спектроскопия не способна определять водород и гелий в материалах. Действительно, Оже- или рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия не регистрируют одно- или двухэлектронные атомы, но спектроскопия отраженных электронов или пиков упругоотраженных электронов (СПУОЭ) способны дать ответ о послышних профилях водорода в материалах [1—4].

В начале XXI в. выполнены эксперименты по измерению энергетических спектров электронов, упругорассеянных в углеводородных пленках. В спектрах, представленных в [5—8], четко наблюдался пик электронов, рассеянных на протонах. Энергетический сдвиг пиков электронов, упругорассеянных на ядрах углерода, и протонах относительно энергии зондирующего пучка, определяется законами сохранения энергии и импульса [4—8]. Эксперименты [5—8] проходили при высоких энергиях электронного пучка (20...40 кэВ). Энергия, передаваемая от электронов ядрам водорода, составляла десятки эВ — величину, заметно превышающую энергию связи электронов в углеводородах. Спектры, обработанные на основе методики, представленной в [9], указывают на возможность измерения содержания в образцах изотопов водорода, что представляет значительный интерес для термоядерных исследований.

Эксперименты [5—8] проводили на уникальном стенде. Возможность измерения изотопов водорода при использовании стандартной, и более того, устаревшей аппаратуры, продемонстрирована в [10—12], где использовался электронный спектрометр LN10 фирмы Leybold.

В работе [13] с помощью EPES (Elastic Peak Electron Spectroscopy) изучали углеродные структуры и полимерные многокомпонентные соединения. В [14] на базе СПУОЭ анализировали полиэтилен.

В публикациях [15, 16] описаны углеводородные покрытия, возникающие на деталях термоядерных установок, в которых в качестве материала, обращен-

ного к плазме, использовался углерод. Процедура вычитания фона неупругорассеянных электронов основана на методе парциальных интенсивностей [17]. Для исключения вклада в энергетический спектр процессов квазиупругого рассеяния электронов на протонах восстановление сечений неупругого рассеяния $\chi_{in}(\Delta)$ выполняли на основе спектров PES XPS.

Представленные эксперименты [5—15] по детектированию изотопов водорода проходили на соединениях, в которых относительная концентрация водорода в элементе объема была либо равна единице (C_6H_6 , CH), либо двукратно его превышала (H_2O , D_2O , CH_2). Для целого ряда технологических приложений актуально детектирование изотопов водорода, количество которого в матрице материала на порядок меньше значений, определяемых в представленных работах.

В [16] продемонстрировано построение последовательной теории вычитания фона, позволившее с максимальной точностью находить площадь под пиком упругоотраженных электронов.

В настоящей работе построена последовательная методика определения изотопов водорода в двухкомпонентных соединениях на основе REELS спектров (Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy), измеренных на чистых и имплантированных дейтерием образцах бериллия в геометрии скользящего рассеяния (угол рассеяния 60°) и при рассеянии на угол 120° .

Решена задача построения методики определения послышного профиля дейтерия на основе измерения пиков упругоотраженных электронов, сформированных потоками электронов с различной начальной энергией электронов пучка. В соответствии с простейшей оценкой глубины зондирования, сделанной в приближении, полностью игнорирующем процессы многократного упругого рассеяния в нисходящем и восходящем (после акта «сильного» упругого рассеяния) потоках (Straight Line Approximation — SLA), получаем, что информационная глубина имеет порядок длины неупругого рассеяния l_{in} . Однако $l_{in} \sim E^{0.7}$, и с ростом энергии найдем среднюю концентрацию дейтерия по слою, величина которого растет с ростом энергии зондирующего пучка электронов. Набор полученных данных позволит восстановить послышный профиль дейтерия.

Эксперимент

В качестве основного материала для экспериментов использован полированный квадратный образец

бериллия с длиной стороны 10 мм. Средняя шероховатость Ra образцов составляет менее 0,1 мкм. Образцы поставлены MaTecK и имеют объемную чистоту Be не менее 99,8%.

Все эксперименты проведены в многокамерной UHV-установке компании Prevac с базовым давлением $1 \cdot 10^{-8}$ Па. Система оснащена полусферическим анализатором HSA R4000 и монохроматическим источником рентгеновского излучения Al K α MX 650 для рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (XPS) производства Scienta-Omicron. Два источника электронов EM-802 от Staib служат источниками возбуждения для спектроскопии потерь энергии электронов (EELS). Угол между первым источником электронов и HSA равен 60° («нормальная» геометрия), а между вторым источником и HSA — 120° («скользящая» геометрия). Образец располагается на четырехосном манипуляторе, который может нагревать его до 1370 К и поворачивать по направлению к источникам электронов. Для очистки образцов и имплантации изотопа водорода (дейтерия) взят источник ионов IS 40E1.

Образец очищен обжигом при температуре 900 К, а затем распылением ионов Ar⁺ с кинетической энергией 5 кэВ. Процедура очистки повторяется до тех пор, пока на обзорных XPS-спектрах любое поверхностное загрязнение не будет отсутствовать. Если при высоком разрешении спектра на 1s-уровне не наблюдается оксид бериллия, то поверхность образца считается очищенной. После очистки ионы дейтерия имплантированы с ускоряющим напряжением в 3 кВ с плотностью потока $5,5 \cdot 10^{21}$ м⁻². После имплантации на XPS-спектре образования оксида бериллия на 1s-уровне не наблюдается, таким образом, образец не загрязняется. После очистки и имплантации сняты EELS-спектры на трех разных основных энергиях электронов E₀ — 1500, 3000 и 5000 эВ. Каждый спектр снят дважды, один раз при нормальной геометрии, второй — при «скользящей». После каждого снятия EELS-спектра образец изучен при помощи XPS для проверки появления оксида бериллия во время проведения эксперимента, BeO в ходе эксперимента обнаружен не был. Различия между измерениями чистого исходного и имплантированного образцов могут быть связаны только с имплантацией дейтерия.

Теория

Фон неупругоотраженных электронов опишем функцией отражения $R(\Delta, \mu_0, \mu, \varphi)$, которую определим в рамках двухслойной модели формирования энергетических спектров (рис. 1), учитывающей различие в законах неупругих потерь в приповерхностном слое и массиве, удаленном от поверхности (Δ — потеря энергии; μ_0, μ — косинусы угла влета и вылета; φ — азимутальный угол вылета).

На основе модели, представленной на рис. 1, выпишем формулы, определяющие энергетический спектр электронов, рассеянных в анализируемой мишени и зарегистрированных энергоанализатором:

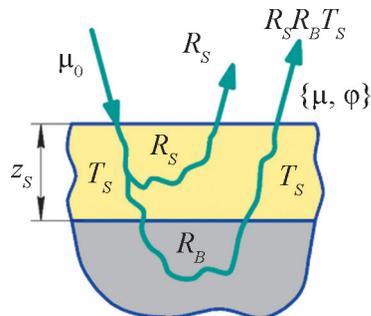


Рис. 1 Формирование потока электронов, отраженных от двухслойной мишени

$$R = R_s + T_s \otimes R_b \otimes T_s,$$

где \otimes — интегрирование по угловым и энергетическим переменным,

$$R_b \otimes T_s = \int_0^{\Delta} \int_0^{2\pi} \int_0^1 R_b(\Delta - \varepsilon, \mu_0, \mu', \varphi') T_s(\varepsilon, \mu', \mu, \varphi - \varphi') \frac{d\mu'}{\mu'} d\varphi' d\varepsilon.$$

Формирование угловых и энергетических характеристик плотности потока электронов, взаимодействовавших с однородными слоями, опишем на базе метода парциальных интенсивностей [17]:

$$S(z, \Delta, \mu_0, \mu, \varphi) = S_0(z, \mu_0, \mu, \varphi) \delta(\Delta) + \sum_{k=1}^{\infty} S_k(z, \mu_0, \mu, \varphi) x_{in}^k(\Delta); \quad (1)$$

$$S = R, T,$$

где $x_{in}^k(\Delta)$ — нормированное на единицу дифференциальное сечение неупругого рассеяния,

$$x_{in}(\Delta) = \frac{\omega_{in}(\Delta)}{\sigma_{in}}; \quad \int_0^{E_0} x_{in}(\Delta) d\Delta = 1,$$

где σ_{in} — полное сечение однократного неупругого рассеяния электронов.

$$x_{in}^1(\Delta) = x_{in}(\Delta); \quad x_{in}^{k+1}(\Delta) = \int_0^{\Delta} x_{in}^k(\Delta - \varepsilon) x_{in}(\varepsilon) d\varepsilon.$$

Рассчитаем сечения неупругого рассеяния в каждом слое $x_{inS}(\Delta), x_{inB}(\Delta)$ согласно формулам:

$$x_{in}(\Delta) = \sum_{i=1}^{N_{pl}} \lambda_{pl i} x_{pl i}(\Delta) + \sum_{j=1}^{N_{ion}} \lambda_{ion j} x_{ion j}(\Delta); \quad (2)$$

$$x_{pl i}(\Delta) = A_{pl i} \int_{k^-}^{k^+} \frac{\Delta^\beta}{\left(\left(\varepsilon_{pl i} + \frac{\hbar^2 k^2}{2m} \right)^2 - \Delta^2 \right) + \Delta^\alpha b_i^{4-\alpha}} \frac{1}{k} dk; \quad (3)$$

$$\int_0^{E_0} x_{pl i}(\Delta) d\Delta = 1; \quad K_{\pm} = \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}} (\sqrt{E_0} \pm \sqrt{E_0 - \Delta});$$

$$x_{\text{ion } j}(\Delta) = \frac{A_{\text{ion } j}}{\Delta^2} \eta(\Delta - J_{\text{ion } j});$$

$$\sum_{i=1}^{N_{\text{pl}}} \lambda_{\text{pl } i} + \sum_{j=1}^{N_{\text{ion}}} \lambda_{\text{ion } j} = 1. \quad (4)$$

где $A_{\text{pl } i}$, $A_{\text{ion } j}$, α , β , $\epsilon_{\text{pl } i}$, b , $\lambda_{\text{pl } i}$, $\lambda_{\text{ion } j}$ — подгоночные параметры, восстанавливаемые в процессе фитинга.

Уравнения для поиска коэффициентов $R_k(z, \mu_0, \mu, \varphi)$ и $T_k(z, \mu_0, \mu, \varphi)$, определяющих парциальные вклады электронов, k раз неупруго рассеявшихся при движении в мишени, в спектры отражения и пропускания приведены в [18—20], где подробно обсуждаются методы решения уравнений, записанных для однокомпонентных образцов.

Уравнение для парциальных коэффициентов, характеризующих функцию отражения для двухкомпонентного образца, получено на основе решения граничной задачи для уравнения переноса методом инвариантно-погружения:

$$\frac{\partial}{\partial \tau} R_k(\tau, \mu_0, \mu, \varphi) + \left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu_0} \right) R_k(\tau, \mu_0, \mu, \varphi) =$$

$$= x_{el}^-(\mu_0, \mu, \varphi) + x_{el}^+ \otimes R_k + R_k \otimes x_{el}^+ +$$

$$+ R_0 \otimes x_{el}^- \otimes R_k + R_k \otimes x_{el}^- \otimes R_0 +$$

$$+ \sum_{j=1}^{k-1} R_{k-j} \otimes x_{el} \otimes R_j + \xi \left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu_0} \right) R_{k-1}(\tau, \mu_0, \mu, \varphi). \quad (5)$$

В уравнении (5) введены обозначения:

$$x_{el} \otimes R_m = \int_0^{2\pi} \int_0^1 x_{el}(\mu_0, \mu', \varphi - \varphi') R_m(\tau, \mu', \mu'', \varphi') \frac{d\mu'}{\mu'} d\varphi';$$

$$x_{el} = \zeta_{Be} x_{elBe}(\mu_0, \mu', \varphi - \varphi') + \zeta_D x_{elD}(\mu_0, \mu', \varphi - \varphi'),$$

где

$$\zeta_{Be} = \frac{n_{Be} \sigma_{elBe}}{n_{Be} \sigma_{elBe} + n_D \sigma_{elD} + 1/l_{in}};$$

$$\zeta_D = \frac{n_D \sigma_{elD}}{n_{Be} \sigma_{elBe} + n_D \sigma_{elD} + 1/l_{in}}, \quad (6)$$

$\xi = 1/l_{in} n_{Be} \sigma_{elBe} + l_{in} n_D \sigma_{elD} + 1$; ω_{el} , σ_{el} — дифференциальное и интегральное сечения упругого рассеяния.

Уравнение (5) с введенными обозначениями (6) приходит к виду, приведенному в [18—20], при $n_D = 0$ и переходе к однокомпонентному образцу. В анализируемой модели дейтерида бериллия считаем, что процессы неупругого рассеяния не связаны с актами упругого рассеяния и зависят только от того, где происходит рассеяние: в приповерхностном слое или балке. Для определения парциальных коэффициентов (см. (1)) необходимы дифференциальные сечения упругого рассеяния на бериллии и водороде, приведенных в соответствии с [21], и альбедо для однократного рассеяния λ , для которых необходимы величины l_{in} или IMFP, определяемые в соответствии с данными NIST [22].

Установка парциальных коэффициентов $T_k(z, \mu_0, \mu, \varphi)$ выполнена в соответствии с методикой [23].

Эффективным, обладающим наибольшей точностью и высоким быстродействием, является метод, основанный на численном решении уравнений для коэффициентов R_k , T_k [19, 20].

Влияние на спектр отраженных электронов аппаратной функции энергоанализатора σ_A , энергетического разброса в зондирующем пучке электронов σ_B и теплового движения атомов мишени σ_D , приводящего к доплеровскому уширению спектра, учтем на основе формулы:

$$R_{fit}(\Delta, \mu_0, \mu, \varphi) = \int_0^{\Delta} R(\Delta - \epsilon, \mu_0, \mu, \varphi) G_R(\epsilon) d\epsilon,$$

где $G_R(\epsilon)$ — функция Гаусса с шириной $\sigma = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_D^2}$.

Найдем спектр неупругоотраженных электронов в области потерь энергии

$$\Delta E = \frac{2m_e}{M} E_0 (1 - \cos \vartheta) \quad (7)$$

вблизи величины, определяющей потери энергии электрона с начальной энергией E_0 при упругом отражении от ядра массой M с рассеянием на угол ϑ .

REELS-спектры Ве, имплантированного дейтерием, измеряли для углов рассеяния $\vartheta = 60$ и 120° . Из формулы (7) следует, что потеря энергии при $\vartheta = 120^\circ$ вдвое превышает потерю для угла рассеяния 60° , поэтому пик электронов, упругоотраженных от ядер дейтерия, при $\vartheta = 60^\circ$ перемещается под крыло пика электронов, упругоотраженных от Ве. Восстановление сечений неупругого рассеяния в дейтериде бериллия на основе спектра REELS, измеренного для $\vartheta = 60^\circ$, не влияет на пик электронов, упругоотраженных от ядер дейтерия, позволяет выполнить коррекцию сечений бериллия, учитывающую присутствие дейтерия в матрице бериллия (рис. 2, 3).

Суть метода определения относительной концентрации D в Ве заключается в корректном вычитании фона, образованного электронами, испытавшими многократные неупругие рассеяния. Значения площадей под пиками Ве и D приведены в таблице с учетом различных доз облучения дейтерием.

Для определения относительной плотности дейтерия в единичном объеме исследуемых образцов воспользуемся уравнением (5) для функции, характеризующей упругоотраженные электроны:

$$\left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu_0} \right) R_0(\mu_0, \mu, \varphi) =$$

$$= \frac{[n_{Be} \omega_{elBe}(\mu_0, \mu', \varphi) + n_D \omega_{elD}(\mu_0, \mu', \varphi)]}{(n_{Be} \sigma_{elBe} + n_D \sigma_{elD} + 1/l_{in})} +$$

$$+ x_{el}^+ \times R_0 + R_0 \times x_{el}^+ + R_0 \times x_{el}^- \times R_0. \quad (8)$$

Уравнение (8) записано для электронов, которые отразились от образца, не испытав неупругих соударений, для электронов, формирующих упругие пики

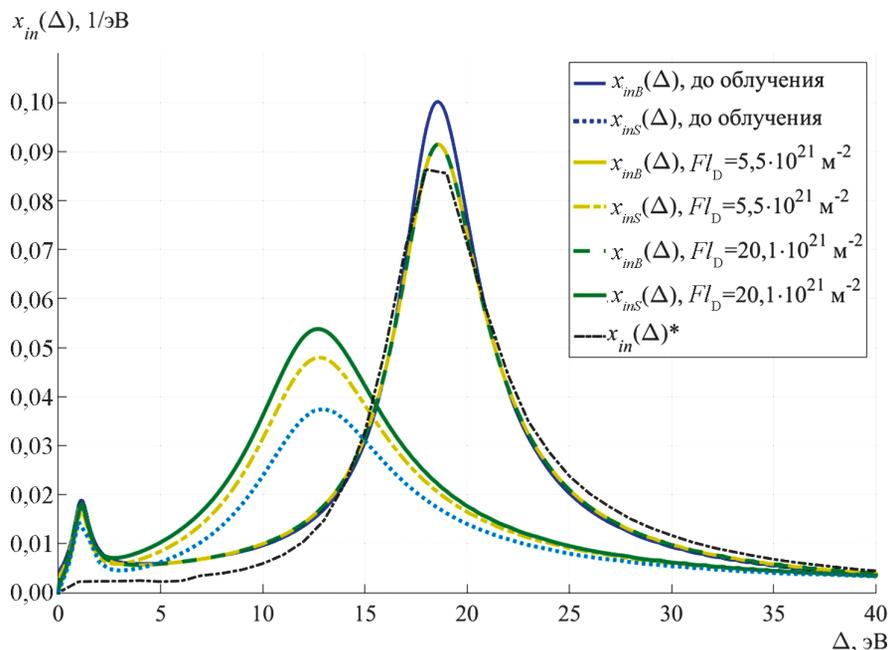


Рис. 2 Дифференциальные сечения неупругого рассеяния электронов для бериллиевого образца до облучения дейтерием и образца, подвергнутого облучению дозами $Fl_D = 5,5 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$, $Fl_D = 20,1 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$; * — сечение для чистого бериллия при энергии зондирующего пучка 5 кэВ [24]

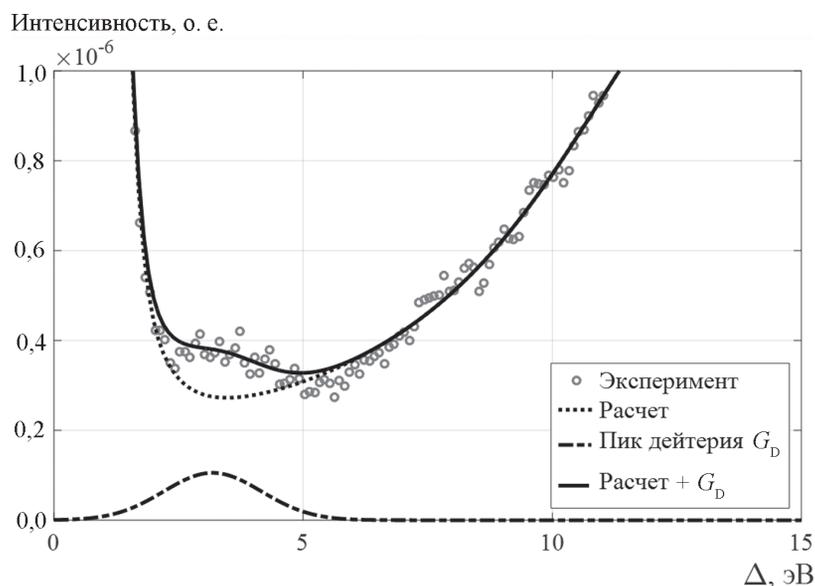


Рис. 3. Графики эксперимента, расчета, не включающего квазиупругие потери энергии электронов, отраженных от дейтерия, и пика электронов, упругоотраженных от дейтерия для образца, облученного дозой $Fl_D = 5,5 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$

бериллия и дейтерия, площади которых представлены в таблице.

В уравнении (8) оставим только первое слагаемое в правой части и получим решение в приближении одно-

Результат определения площади пика упруго отраженных электронов для каждой дозы облучения

Доза облучения, м^{-2}	S_{Be}	S_D
$5,5 \cdot 10^{21}$	$3,6 \cdot 10^{-5}$	$2,6 \cdot 10^{-7}$
$20,1 \cdot 10^{21}$	$3,4 \cdot 10^{-5}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$

кратного рассеяния (SLA), соотношение площадей пиков определится отношением:

$$\frac{S_{Be}}{S_D} = \frac{n_{Be} \omega_{elBe} (\mu_0, \mu, \varphi)}{n_D \omega_{elD} (\mu_0, \mu, \varphi)}. \quad (9)$$

Установим влияние процессов многократного упругого рассеяния на соотношение интенсивностей пиков, формируемых электронами, упругоотраженными от дейтерия и бериллия. В рассматриваемой ситуации заметное влияние на соотношение пиков оказывает эффект поворота тела яркости: наиболее эффективно

рассеивается поток, который изначально более изотропен [23]. В нашей ситуации многократное упругое рассеяние воздействует на поток электронов, отраженных от дейтронов, поэтому для величины концентрации дейтерия из (3) получим заниженные значения. Для выполнения конкретных расчетов воспользуемся малоугловым приближением [25]. Уравнение (8), в соответствии с результатами [25], перепишем в виде:

$$\left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu_0}\right) R_{0m}(p, \mu, \mu_0) = x_{el}^-(\mu, -\mu_0) + \left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{\mu_0}\right) \int_0^1 x_{el}^+(\mu', \mu) R_{0m}(p, \mu', \mu_0) d\mu'. \quad (10)$$

Индекс m указывает на азимутальную зависимость функций отражения R_m и сечения упругого рассеяния x_{elm} :

$$R(\mu, \mu_0, \varphi - \varphi_0) = \sum_m R_m(p, \mu, \mu_0) \exp[im(\varphi - \varphi_0)].$$

Решение уравнения (10) методом итераций, использование методики аналитического продолжения интегралов в область $0 > \mu' \geq -1$, развитые в [25], приводят к выражению

$$R_{0m}(\mu, \mu_0) = \lambda_{Be} \frac{\mu\mu_0}{\mu + \mu_0} \left[\frac{x_{elBem}(\mu, \mu_0) + \sum_{k=2}^{\infty} \frac{1}{k} \int_{-1}^1 x_{el}^{k-1}(\mu, \mu') x_{elBem}(\mu', \mu_0) d\mu' \right] + \lambda_{D} \frac{\mu\mu_0}{\mu + \mu_0} \left[\frac{x_{elDm}(\mu, \mu_0) + \sum_{k=2}^{\infty} \frac{1}{k} \int_{-1}^1 x_{el}^{k-1}(\mu, \mu') x_{elDm}(\mu', \mu_0) d\mu' \right]. \quad (11)$$

Верхнее слагаемое в правой части (11) определяет площадь под пиком бериллия, нижнее — под пиком дейтерия. Величины, входящие в (11), зависят от концентраций и дейтерия и бериллия в единице объема исследуемого вещества, следовательно, вычислительная процедура должна строиться на процессе самосогласования. В первом приближении найдем соотношение концентрацией дейтерия и бериллия на основе (9), затем уточним полученное выражение, используя формулу (11).

Процедура самосогласования необходима и для учета влияния на полученный результат различий в законах потерь энергии в приповерхностном слое и однородном массиве, удаленном от поверхности, поскольку в этих областях различаются значения длин свободных пробегов по неупругому каналу l_{ins} и l_{imb} , соответственно будут различаться и коэффициенты λ_{BeS} , λ_{BeB} , λ_{DS} , λ_{DB} . Вычисление площадей пиков, сформированных электронами упругоотраженных от дейтерия и бериллия, сделано на основе формулы (11):

$$R_0 = R_{0S}(\tau_S) + R_{0B} \exp[-\tau_S(\mu_0^{-1} + \mu^{-1})].$$

Поскольку толщина приповерхностного слоя много меньше транспортного пробега, то допустимо величину R_S найти в SLA-приближении:

$$R_{0Sm}(\mu, \mu_0) = \frac{\mu\mu_0}{\mu + \mu_0} \left[\lambda_{BeS} x_{elBem}(\mu, \mu_0) + \lambda_{DS} x_{elDm}(\mu, \mu_0) \right] \times \left\{ 1 - \exp[-\tau_S(\mu_0^{-1} + \mu^{-1})] \right\}.$$

Процедура самосогласования проводится и при вычислении коэффициентов R_k (1), (2), характеризующих сечения неупругого рассеяния.

Закключение

Предложенная в методика позволила найти относительную концентрацию дейтерия в бериллии в количестве порядка 10%. Ранее в [5—15] удавалась регистрация изотопов водорода в различных соединениях, если их относительная концентрация была на уровне 100% или более. Для достижения соответствующей точности измерений необходимо построение высокоточного расчета энергетического спектра отраженных электронов и адекватной экспериментальной процедуры. Постановленных результатов удалось добиться:

— проведя серию измерений на чистых образцах Ве и образцах бериллия, имплантированных дейтерием в нормальной (рассеяние на 120°) и скользящей геометриях (рассеяние на 60°) рассеяния;

— построив методику расчета спектров отраженных электронов на базе метода парциальных интенсивностей [17] и решения граничной задачи для уравнения переноса методом инвариантного погружения [18—20].

В настоящей работе не затрагивался вопрос влияния многократных упругих рассеяний на форму пика упруго-отраженных электронов. Определение величин энергетического сдвига пика и его уширения на основе МК моделирования и в рамках малоуглового приближения сделаны в [26], где показано, что значения указанных величин настолько малы, что их невозможно зафиксировать, используя существующее экспериментальное оборудование.

Обработка данных велась в режиме самосогласования: первоначальные данные по концентрации дейтерия взяты из расчета, в который закладывались сечения для бериллия. После поиска концентрации дейтерия в SLA-приближении на основе (4), выполнен расчет на базе формул, учитывающих упругое рассеяние на атомах дейтерия. Скорректированные значения относительной концентрации дейтерия в единичном объеме мишени составляют:

- $n_D/n_{Be} = 0,12 \pm 0,12$ (для дозы облучения $5,5 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$);
- $n_D/n_{Be} = 0,15 \pm 0,03$ (для дозы облучения $20,1 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$).

Отметим, что основной вклад в результат расчета вносит случайная погрешность определения площадей под упругими пиками Ве, величину которой ил-

люстрирует рис. 3. Приведенная неопределенность относительных концентраций обусловлена разбросами экспериментальных данных, величины которых в анализируемой области спектра составляют ± 10 и $\pm 15\%$ для доз облучения $5,5 \cdot 10^{21}$ и $20,1 \cdot 10^{21}$ м⁻². Обращаем внимание на то, что достигнутые значения относи-

тельных концентраций дейтерия определяют средние значения для приповерхностной области глубиной порядка 9 нм. Рассчитанные значения относительных концентраций n_D/n_{Be} согласуются с данными [27], что подтверждает правильность используемых методов расчета.

Литература

1. **Афанасьев В.П., Федорович С.Д., Лубенченко А.В.** Измерение послойных профилей азота, имплантированного в ниобий на основе спектроскопии отраженных электронов // Письма ЖТФ. 1995. Т. 21. № 10. С. 85—88.
2. **Boersch H., Wolter R., Schoenebeck H.** Elastische Energieverluste Kristallgestreuter Elektronen // Zeitschrift für Phys. 1967. V. 199. Pp. 124—134.
3. **Gergely G.** Elastic Peak Electron Spectroscopy for Auger Electron Spectroscopy and Electron Energy Loss Spectroscopy // Surf. Interface Anal. 1981. V. 3. Pp. 201—204.
4. **Gergely G.** Elastic Backscattering of Electrons: Determination of Physical Parameters of Electron Transport Processes by Elastic Peak Electron Spectroscopy // Prog. Surf. Sci. 2002. V. 71. Pp. 31—88.
5. **Vos M.** Detection of Hydrogen by Electron Rutherford Backscattering // Ultramicroscopy. 2002. V. 92. Pp. 143—149.
6. **Vos M. e. a.** Electron and Neutron Scattering From Polymer Films at High Momentum Transfer // Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B 2005. V. 227. Pp. 233—250.
7. **Vos M.** Experimental Observation of the Strong Influence of Crystal Orientation on Electron Rutherford Backscattering Spectra // Phys. Rev. A. 2002. V. 65. P. 12703.
8. **Went M.R., Vos M.** High-resolution Study of Quasi-elastic Electron Scattering from a Two-layer System // Surface Sci. 2006. V. 600. Pp. 2070—2078.
9. **Афанасьев В.П., Афанасьев М.В., Лисов А.А., Лубенченко А.В.** Измерение состава изотопного водорода в углеродных материалах на основе спектроскопии пиков упругорассеянных электронов // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 11. С. 106—112.
10. **Riko V. e. a.** Determination of the Hydrogen Content in Diamond-like Carbon and Polymeric Thin Films by Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy // Diamond and Related Materials. 2007. V. 16 (1). Pp. 107—111.
11. **Yubero F. e. a.** Quantification of the H Content in Diamondlike Carbon and Polymeric Thin Films by Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy // Appl. Phys. Lett. 2005. V. 87 (8). P. 084101.
12. **Yubero F, Tokeshi K.** Identification of Hydrogen and Deuterium at the Surface of Water Ice by Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy // Appl. Phys Lett. 2009. V. 95 (8). P. 084101.
13. **Sulyok A. e. a.** Recoil Effect in Carbon Structures and Polymers // Vacuum. 2001. V. 63. Pp. 371—376.
14. **Orosz G.T. e. a.** Hydrogen and Surface Excitation in Electron Spectra of Polyethylene // Surface Sci. 2004. V. 566—568. Pp. 544—548.

References

1. **Afanas'ev V.P. Fedorovich S.D., Lubenchenko A.V.** Izmerenie Posloynnykh Profiley Azota, Implantirovannogo v Niobiy na Osnove Spektroskopii Otrazhennykh Elektronov. Pis'ma ZHTF. 1995;21;10:85—88. (in Russian).
2. **Boersch H., Wolter R., Schoenebeck H.** Elastische Energieverluste Kristallgestreuter Elektronen. Zeitschrift für Phys. 1967;199:124—134.
3. **Gergely G.** Elastic Peak Electron Spectroscopy for Auger Electron Spectroscopy and Electron Energy Loss Spectroscopy. Surf. Interface Anal. 1981;3:201—204.
4. **Gergely G.** Elastic Backscattering of Electrons: Determination of Physical Parameters of Electron Transport Processes by Elastic Peak Electron Spectroscopy. Prog. Surf. Sci. 2002;71:31—88.
5. **Vos M.** Detection of Hydrogen by Electron Rutherford Backscattering. Ultramicroscopy. 2002;92:143—149.
6. **Vos M. e. a.** Electron and Neutron Scattering From Polymer Films at High Momentum Transfer. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B 2005;227:233—250.
7. **Vos M.** Experimental Observation of the Strong Influence of Crystal Orientation on Electron Rutherford Backscattering Spectra. Phys. Rev. A. 2002;65:12703.
8. **Went M.R., Vos M.** High-resolution Study of Quasi-elastic Electron Scattering from a Two-layer System. Surface Sci. 2006;600:2070—2078.
9. **Afanas'ev V.P., Afanas'ev M.V., Lisov A.A., Lubenchenko A.V.** Izmerenie Sostava Izotopnogo Vodododa v Uglerodnykh Materialakh na Osnove Spektroskopii Pikov Uprugorasseyannykh Elektronov. ZHTF. 2009;79;11:106—112. (in Russian).
10. **Riko V. e. a.** Determination of the Hydrogen Content in Diamond-like Carbon and Polymeric Thin Films by Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy. Diamond and Related Materials. 2007;16 (1):107—111.
11. **Yubero F. e. a.** Quantification of the H Content in Diamondlike Carbon and Polymeric Thin Films by Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy. Appl. Phys. Lett. 2005;87 (8):084101.
12. **Yubero F, Tokeshi K.** Identification of Hydrogen and Deuterium at the Surface of Water Ice by Reflection Electron Energy Loss Spectroscopy. Appl. Phys Lett. 2009;95 (8):084101.
13. **Sulyok A. e. a.** Recoil Effect in Carbon Structures and Polymers. Vacuum. 2001; 63:371—376.
14. **Orosz G.T. e. a.** Hydrogen and Surface Excitation in Electron Spectra of Polyethylene. Surface Sci. 2004; 566—568:544—548.

15. **Kostanovskiy I.A., Afanas'ev V.P., Naujoks D., Mayer M.** Hydrocarbon Isotope Detection by Elastic Peak Electron Spectroscopy // *J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. 2015. V. 202. Pp. 22—25.
16. **Afanasev V.P. e. a.** Determination of Atomic Hydrogen in Hydrocarbons by Means of the Reflected Electron Energy Loss Spectroscopy and the X-Ray Photoelectron Spectroscopy // *J. Phys.: Conf. Series*. 2016. V. 748. P. 012005.
17. **Werner W.S.M.** Simulation and Quantitative Interpretation of Electron Spectra for Surface Analysis // *Surf. Interface Anal.* 2005. V. 37. Pp. 846—852.
18. **Afanas'ev V.P., Naujoks D.** Ruckstreuung Schneller Elektronen // *Z. Phys. B. Cond. Mat.* 1991. V. 84. Pp. 397—402.
19. **Афанасьев В.П., Капля П.С.** Теория формирования энергетических спектров отраженных заряженных частиц // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2015. № 7. С. 66—71.
20. **Afanas'ev V.P. e. a.** Photoelectron Spectra of Finite-thickness Layers // *J. Vacuum Sci.&Tech. B*. 2015. V. 33. P. 03D101.
21. **Salvat F., Jablonski A., Powel C.J.** Dirac Partial-wave Calculation of Elastic Scattering of Electrons and Positrons by Atoms, Positive Ions and Molecules // *Phys. Commun.* 2005. V. 165. Pp. 157—190.
22. **Powell C.J., Jablonski A.** NIST Electron Inelastic-mean-free-path Database. Vers. 1.2. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, 2010.
23. **Afanas'ev V.P., Kaplya P.S.** Transmission Function: Effect of «Brightness-body Rotation» // *J. Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techn.* 2017. V. 11. No. 6. Pp. 1296—1305.
24. **Werner W., Glantschnig K., Ambrosch-Draxl C.** Optical Constants and Inelastic Electron-scattering Data for 17 Elemental Metals // *J. Phys. Chem. Ref. Data*. 2009. V. 38. Pp. 1013—1092.
25. **Афанасьев В.П., Капля П.С., Лисицына Е.Д.** Малоугловое приближение и модель Освальда–Каспера–Гауклера в задачах отражения электронов от твердых тел // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2016. № 3. С. 66—71.
26. **Afanas'ev V.P. e.a.** Influence of Multiple Elastic Scattering on the Shape of the Elastically Scattered Electron Peak // *J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. 2010. V. 177. Pp. 35—41.
27. **Алимов В.Х.** Использование ионных пучков для изучения накопления изотопов водорода в плазмоконтрактирующих материалах установок термоядерного синтеза // *Взаимодействие водорода с конструкционными материалами. Методы исследования: Сборник трудов II Междунар. школы молодых ученых и специалистов*. Саров: Российский Федеральный ядерный центр — Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, 2006. С. 105—108.
15. **Kostanovskiy I.A., Afanas'ev V.P., Naujoks D., Mayer M.** Hydrocarbon Isotope Detection by Elastic Peak Electron Spectroscopy. *J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. 2015;202:22—25.
16. **Afanasev V.P. e. a.** Determination of Atomic Hydrogen in Hydrocarbons by Means of the Reflected Electron Energy Loss Spectroscopy and the X-Ray Photoelectron Spectroscopy. *J. Phys.: Conf. Series*. 2016; 748:012005.
17. **Werner W.S.M.** Simulation and Quantitative Interpretation of Electron Spectra for Surface Analysis. *Surf. Interface Anal.* 2005;37:846—852.
18. **Afanas'ev V.P., Naujoks D.** Ruckstreuung Schneller Elektronen. *Z. Phys. B. Cond. Mat.* 1991;84: 397—402.
19. **Afanas'ev V.P. Kaplya P.S.** Teoriya Formirovaniya Energeticheskikh Spektrov Otrazhennykh Zaryazhennykh Chastits. *Poverkhnost'. Rentgenovskie, Sinkhrotronnye i Neytronnye Issledovaniya*. 2015;7:66—71. (in Russian).
20. **Afanas'ev V.P. e. a.** Photoelectron Spectra of Finite-thickness Layers. *J. Vacuum Sci.&Tech. B*. 2015; 33:03D101.
21. **Salvat F., Jablonski A., Powel C.J.** Dirac Partial-wave Calculation of Elastic Scattering of Electrons and Positrons by Atoms, Positive Ions and Molecules. *Phys. Commun.* 2005;165:157—190.
22. **Powell C.J., Jablonski A.** NIST Electron Inelastic-mean-free-path Database. Vers. 1.2. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, 2010.
23. **Afanas'ev V.P., Kaplya P.S.** Transmission Function: Effect of «Brightness-body Rotation». *J. Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techn.* 2017;11;6:1296—1305.
24. **Werner W., Glantschnig K., Ambrosch-Draxl C.** Optical Constants and Inelastic Electron-scattering Data for 17 Elemental Metals. *J. Phys. Chem. Ref. Data*. 2009; 38:1013—1092.
25. **Afanas'ev V.P., Kaplya P.S., Lisitsyna E.D.** Malouglovoe Priblizhenie i Model' Osval'da–Kaspera–Gauklera v Zadachakh Otrazheniya Elektronov ot Tverdykh Tel. *Poverkhnost'. Rentgenovskie, Sinkhrotronnye i Neytronnye Issledovaniya*. 2016;3:66—71. (in Russian).
26. **Afanas'ev V.P. e.a.** Influence of Multiple Elastic Scattering on the Shape of the Elastically Scattered Electron Peak. *J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. 2010;177:35—41.
27. **Alimov V.Kh.** Ispol'zovanie Ionnykh Puchkov dlya Izucheniya Nakopleniya Izotopov Vodoroda v Plazmokontaktiruyushchikh Materialakh Ustanovok Termoyadernogo Sinteza. *Vzaimodeystvie Vodoroda s Konstruktsionnymi Materialami. Metody Issledovaniya: Sbornik Trudov II Mezhdunar. Shkoly Molodykh Uchenykh i Spetsialistov*. Sarov: Rossiyskiy Federal'nyy Yadernyy Tsentr — Vserossiyskiy Nauchno-issledovatel'skiy Institut Eksperimental'noy Fiziki, 2006:105—108. (in Russian).

Сведения об авторах:

Афанасьев Виктор Петрович — доктор физико-математических наук, профессор кафедры общей физики и ядерного синтеза НИУ «МЭИ», e-mail: v.af@mail.ru

Бодиско Юлия Николаевна — аспирант кафедры общей физики и ядерного синтеза НИУ «МЭИ», e-mail: BodiskoYN@yandex.ru

Грязев Александр Сергеевич — кандидат физико-математических наук, инженер НИЛ ЭМ и РФЭ кафедры общей физики и ядерного синтеза НИУ МЭИ, e-mail: GryazevAS@gmail.com

Капля Павел Сергеевич — кандидат физико-математических наук, Яндекс, e-mail: pavel@kaplya.com

Коппен Мартин — доктор физико-математических наук, профессор, научный сотрудник Исследовательского центра Юлиха, Германия, Берлин

Information about authors:

Afnas'ev Viktor P. — Dr.Sci. (Phys.-Math.), Professor of General Physics and Nuclear Fusion Dept., NRU MPEI, e-mail: v.af@mail.ru

Bodisko Yuliya N. — Ph.D-student of General Physics and Nuclear Fusion Dept., NRU MPEI, e-mail: BodiskoYN@yandex.ru

Gryazev Aleksandr S. — Ph.D. (Phys.-Math.), Engineer NEIL EM and RFE of General Physics and Nuclear Fusion Dept., NRU MPEI, e-mail: GryazevAS@gmail.com

Kaplya Pavel S. — Ph.D. (Phys.-Math.), Yandex, e-mail: pavel@kaplya.com

Koepfen M. — Dr.Sci. (Phys.-Math.), Professor, Research Associate at the Julich Research Center, Berlin, Germany

Работа выполнена при поддержке: Минобрнауки России (проект № FSWF-2020-0023)

The work is executed at support: Ministry of Education and Science of Russia (Projects No. FSWF-2020-0023)

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов

Conflict of interests: the authors declare no conflict of interest

Статья поступила в редакцию: 23.07.2019

The article received to the editor: 23.07.2019