

# 钛膜中氘氚浓度的弹性反冲法测量

丁伟<sup>1</sup>, 施立群<sup>2</sup>, 龙兴贵<sup>1</sup>

(1. 中国工程物理研究院 核物理与化学研究所, 四川 绵阳 621900; 2. 复旦大学 现代物理研究所, 上海 200433)

**摘要:** 研究采用弹性反冲探测(ERD)方法测量钛膜中氘、氚的浓度。实验所用 Ti 膜用磁控溅射法制备, 膜厚小于 100 nm, 以石英玻璃(SiO<sub>2</sub>)为底衬, Ti 膜加镀了 1 层 Ni 保护膜, 以防 Ti 膜氧化和增强 Ti 膜吸氢。以 6.0 MeV O 粒子作为入射粒子, 在 30°方向上探测反冲粒子, 在此实验条件下, O 粒子对 D、T 的碰撞截面为卢瑟福截面。对两个样品用 ERD 方法测量钛膜中的 D、T 含量, 获得了 D、T 的面密度。测量结果表明, 采用如上方法测量 Ti 膜中 D、T 浓度的误差小于 7%。

**关键词:** 钛膜; 氘氚浓度; 弹性反冲探测

中图分类号: TL5; TL8 文献标识码: A 文章编号: 1000-6931(2007)06-0734-04

## Measurement of Deuterium and Tritium Concentration in Titanium Film With Elastic Recoil Detection Method

DING Wei<sup>1</sup>, SHI Li-qun<sup>2</sup>, LONG Xing-gui<sup>1</sup>

(1. China Academy of Engineering Physics, P. O. Box 919-220, Mianyang 621900, China;

2. Institute of Modern Physics, Fudan University, Shanghai 200433, China)

**Abstract:** The elastic recoil detection (ERD) method was used to measure the concentration of D and T in Ti film. The Ti film with the thickness to be less than 100 nm was deposited on the smooth surface of quartz (SiO<sub>2</sub>) substrate by means of magnetism sputter method, and covered a nickel layer with the thickness less than 10 nm in order to protect it from oxidizing and enhance the hydrogen charging. Oxygen ion beam of 6.0 MeV was selected as incident ion, and the ERD spectra were detected at the angle of 30°, then the cross-sections for O to D and T are Rutherford cross section under this experiment condition. The D and T concentrations in two samples were measured and the areal density was obtained by means of ERD method. Measurement results show that the measuring errors of D and T concentrations are less than 7%.

**Key words:** titanium film; deuterium and tritium concentration; elastic recoil detection

随着全球污染与能源紧张加剧, 对聚变能的渴求愈加强烈, 相应的开发与研究工作不断

深入。作为聚变能基本材料的 D、T 的定量测量与分析, 是相关课题的一项重要基础研究, 其

中粒子束分析方法是应用最为广泛的一种成熟、可靠的方法。

在进行相关粒子束分析与研究中,无论是进行背散射(RBS)分析,还是弹性反冲(ERD)分析,或是核反应(NRA)分析,时常会遇到一些重要的截面数据需实验测定,这时就需制备足够薄的测量样品,以忽略阻止能带来的误差,并需准确测量其中D、T的浓度,以实现所需测量的计算。薄样品中D、T含量少,适宜于用已知截面的ERD分析法测量其含量,NRA法也可行,但实验中需要相应的中子防护措施,一般实验室不具备相应的条件。

### 1 实验方法

根据现有实验条件,选择6.0 MeV O<sup>3+</sup> 粒子束进行ERD分析是合适的,它具有相当好的分辨率,且对D、T的碰撞截面均为卢瑟福截面,可直接计算得到,故测量精度高。首先,按下式<sup>[1]</sup>判断是否为卢瑟福截面:

$$E_{nr}^{LAB}(\text{MeV}) = \frac{M_1 + M_2}{M_2} \cdot \frac{Z_2}{10}, Z_1 = 1$$

$$E_{nr}^{LAB}(\text{MeV}) = \frac{M_1 + M_2}{M_2} \cdot \frac{Z_1 Z_2}{8}, Z_1 > 1 \quad (1)$$

式中:  $M_1$ 、 $M_2$  分别为入射粒子与靶原子质量数;  $Z_1$ 、 $Z_2$  分别为入射粒子与靶原子核电荷数。

当入射粒子能量(实验室系)小于  $E_{nr}^{LAB}$  时,其碰撞截面对卢瑟福截面的偏离一般不超过4%,通常可忽略;当入射能量更高时,对卢瑟福截面的偏离将增大,需实验测量其截面。

其次,还应考虑入射 O<sup>3+</sup> 粒子束的其他核反应道及其对测量能谱的影响。6 MeV O<sup>3+</sup> 轰击D、T靶发生的核反应有以下2种。

#### 1) $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$

反应能为1.0(激发态)和1.9 MeV,后者产生的质子会叠加在反冲的D峰能谱上,但其反应截面较小。可参考的数据为:0.75 MeV的D打O(对应参考系转换O打D的O能量为6.0 MeV)在135°方向上的反应截面约为0.6 mb/sr,转化为质心系中反应截面约为0.74 mb/sr。

#### 2) $^{16}\text{O}(d, \alpha)^{14}\text{N}$

反应能为3.1 MeV。计算表明,该反应产生的 $\alpha$ 粒子通过10  $\mu\text{m}$  Mylar膜后恰好落在反

冲的T峰能谱上,但其反应截面依然不大。0.75 MeV的D打O在145°方向上的截面约为2.8 mb/sr,转化为质心系中反应截面约为3.5 mb/sr。

若不考虑入射粒子初始能量与动量的影响,核反应截面在质心系中可近似看作各向同性。本实验条件下,实验室系中6.0 MeV O粒子在O-D碰撞的质心系中能量为0.67 MeV,核反应能分别为1.9和3.1 MeV,相对有3~5倍的优势,故作为1种估算,可忽略入射粒子初始能量与动量对核反应角分布的影响。分析可知,核反应截面远小于弹性反冲的截面,对于 $^{16}\text{O}(d, p)^{17}\text{O}$ ,其反应产额小于反冲D的0.1%; $^{16}\text{O}(d, \alpha)^{14}\text{N}$ 的反应产额小于反冲T的0.5%,对实验的影响可忽略不计。

粒子束分析在复旦大学现代物理研究所的加速器(NEC 9SDH-2 2×3 MV tandem accelerator)上进行,其工作原理示于图1。6.0 MeV O<sup>3+</sup> 粒子束轰击在靶上,在30°方向上有一探测器收集D、T的ERD能谱,为屏蔽散射的O粒子对D、T谱的影响,探测器前设有10  $\mu\text{m}$  Mylar膜。在束流165°方向上有一探测器同时收集O的RBS能谱,以归一束流剂量。为防止束流过大导致靶膜辐射损伤,将束流强度控制在小于20 nA,靶连续受辐照时间小于30 min。

反冲截面与靶物质的面密度关系<sup>[2]</sup>为:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{A(E) \cos \theta_1}{N\Omega Q} \quad (2)$$

式中: $A(E)$ 为探测器测量到的相应粒子背散射谱峰的面积,由图1中探测器2测量得到的ERD多道能谱给出; $\theta_1$ 为入射粒子与靶法线的

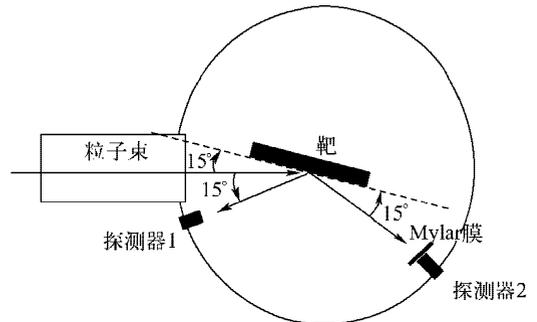


图1 ERD分析的实验装置示意图

Fig. 1 Experimental arrangement for ERD analysis

夹角,本实验为  $75^\circ$ ;  $N$  为 D 或 T 的面密度,  $\text{cm}^{-2}$ ;  $\Omega$  为探测器所张立体角;  $Q$  为入射粒子总数,由探测器 1 测量得到的 RBS 多道能谱经 SIMNRA 程序拟合计算得出。

6.0 MeV O 粒子与 D、T 的碰撞为卢瑟福截面,可由下式<sup>[3]</sup>计算得到:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left[ \frac{Z_1 Z_2 e^2 (M_1 + M_2)}{2M_2 E} \right]^2 \frac{1}{\cos^3 \theta} \quad (3)$$

式中:  $Z_1$ 、 $M_1$  分别为入射粒子(O)的核电荷数与质量数;  $Z_2$ 、 $M_2$  分别为反冲粒子(D、T)的核电荷数与质量数;  $E$  为入射粒子能量(实验室系);  $\theta$  为反冲角度,这里取为  $30^\circ$ 。

因此,求解实验测量到的能谱即可得到膜中 D、T 的面密度,即浓度。

## 2 靶的制备

实验选用 Ti 作为固定 D、T 的靶膜材料。为保持膜面的平整与光洁,底衬选用石英玻璃( $\text{SiO}_2$ )。根据 ERD 测量谱,D、T 完全被吸收在薄膜内,未出现向底衬扩散的迹象。

Ti 膜样品用磁控溅射镀膜方式制备,控制膜厚度  $< 100 \text{ nm}$ 。为防止 Ti 膜氧化,Ti 上又加镀一层保护 Ni 膜,并可增强 Ti 膜吸氢。

Ti 膜的 D、T 吸收在专门的氢化系统上进行。按照相应的实验流程吸完 D、T 后,经观察,膜与底衬结合依然牢固。

## 3 测量结果

从制备的数块 D 靶和 D-T 混合靶中各选 1 块进行测试。选中的 D 靶编号为 D5<sup>#</sup>, D-T

混合靶编号为 DT6<sup>#</sup>。首先,用 4.0 MeV  $^4\text{He}$  粒子束对这两块靶进行 RBS 分析,谱图示于图 2,并用 SIMMRA 程序通过对谱形的拟合,计算出膜中 Ti 和 Ni 的面密度。测量与计算结果表明,两样品的膜厚度一致,其中,Ni 的面密度为  $8.5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  (约 9.4 nm), Ti 的面密度为  $2.50 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  (约 43 nm)。

随后,用 6.0 MeV O 粒子束对这两块样品进行 ERD 分析,并分别求解靶中 D、T 的含量。同位素 H 的 ERD 能谱示于图 3。可见,两样品表面均含有 H,归因于靶制备过程中不可避免的表面沾污。能谱中 H、D、T 均清晰分开,能保证 D、T 的准确计算。同时探测到的 O 对靶膜(Ni 与 Ti)的背散射能谱示于图 4。

依据以上能谱计算 D、T 含量的方法如下。

由 ERD 谱可得到 D、T 的峰面积积分,即式(2)中的  $A(E)$ ; 根据 RBS 谱,可拟合得到入射到靶中的 O 粒子总数,即式(2)中的  $Q$  值; 截面则通过式(3)计算得到,式中的能量值需扣除 O 粒子在膜中的能量损失,其中,在 Ni 中的能损全部扣除,在 Ti 中的能损扣除一半,近似作为 O 在 Ti 膜中的平均能量,能损值通过 SRIM2003 程序计算获得。计算获得的 O-D 反冲截面  $\sigma_{(\text{O-D})} = 1\,319 \text{ mb/sr}$ , O-T 反冲截面  $\sigma_{(\text{O-T})} = 653.4 \text{ mb/sr}$ 。

通过以上的操作与计算,在 D5<sup>#</sup> 样品中,D 的面密度  $N_{\text{D,D5}} = 1.28 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ ; 在 DT6<sup>#</sup> 样品中,D 的面密度  $N_{\text{D,DT6}} = 2.07 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , T 的面密度  $N_{\text{T,DT6}} = 2.33 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ 。

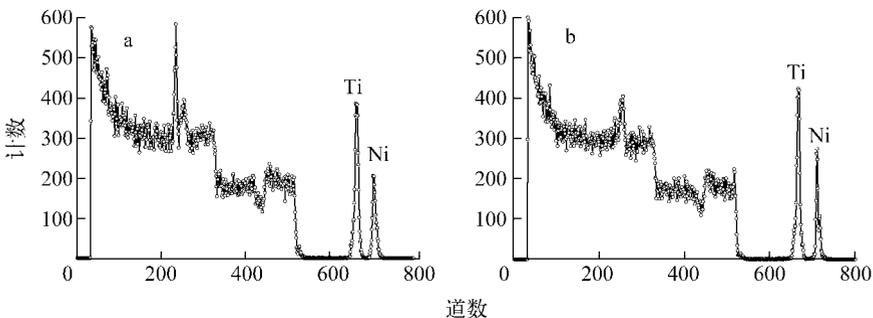


图 2 4.0 MeV  $^4\text{He}$  粒子束对两样品在  $165^\circ$  方向的 RBS 谱

Fig. 2 RBS spectra of 4.0 MeV  $^4\text{He}$  on two samples at  $165^\circ$  angle

a——D5<sup>#</sup> 样品; b——DT6<sup>#</sup> 样品

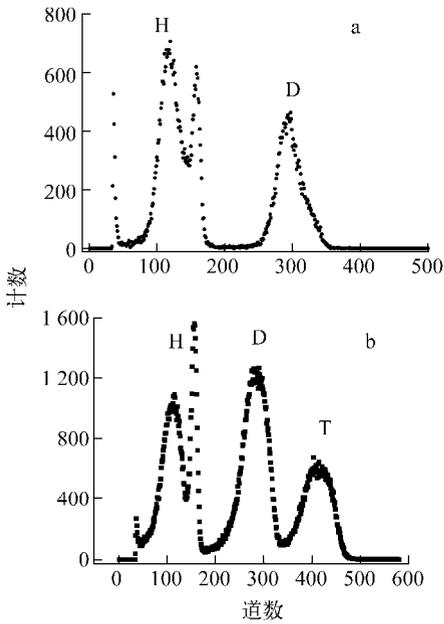


图3 6.0 MeV O 粒子对两靶的 ERD 谱

Fig.3 ERD spectra of 6.0 MeV O on two samples

a——D5# 样品; b——DT6# 样品

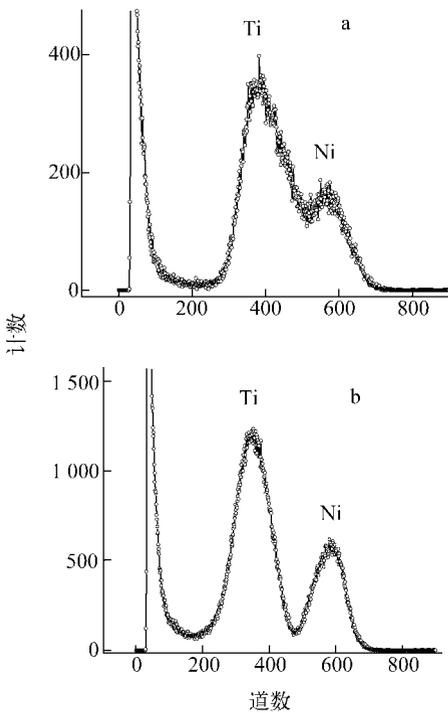


图4 6.0 MeV O 粒子对各样品的 RBS 谱

Fig.4 RBS spectra of 6.0 MeV O on two samples

a——D5# 样品; b——DT6# 样品

差、探测器计数的统计涨落均会给测量带来误差。通过对实验操作的控制,以上误差不超过1%。ERD和RBS测量均用金硅面垒探测器,与靶的距离为96.5 mm,被探测粒子通过一限制孔进入探测器内,ERD探测器的限制孔为2.0 mm×4.3 mm,其立体角 $\Omega$ 为0.924 msr,误差为4%;RBS探测器的限制孔为3.0 mm×4.2 mm,其立体角 $\Omega$ 为1.35 msr,误差为4%;另外,用RBS谱拟合计算Q值有约4%的误差,其来源除能量与角度的微移导致谱形的微小变形外,样品的表面状态对探测器的分辨率和谱形也会造成较大影响。对比图4a和b可知,两个谱的差异十分明显,这反映出两个样品表面平整度的差异和Ti、Ni相互扩散的差异。综合考虑以上各因素,总的实验误差约为7%。

随后在30°探测方向上,用D5#样品测量得到2.6 MeV  $^4\text{He}$  粒子对D的反应截面约为443 mb/sr,这与文献值<sup>[4]</sup>符合很好;5.0 MeV  $^4\text{He}$ 粒子对D的截面用D5#和DT6#样品测量得到结果分别为353和369 mb/sr,两者相差不超过5%,在误差范围内一致;此能量下对T的截面测量结果为1 015 mb/sr,与文献<sup>[5]</sup>中的结果符合良好。

复旦大学现代物理研究所加速器组的全体人员为本实验付出了辛勤劳动,在此表示感谢。

参考文献:

[1] MICHAEL B. A useful formula for departures from Rutherford backscattering [J]. Nucl Instrum Methods Phys Res, 1993, B82: 602-603.  
 [2] BROWNING J F, LANGLEY R A., DOYLE B L. et al. High accuracy, high energy He-ERD analysis of H, D and T [J]. Nucl Instrum Methods Phys Res, 2000, B161-163: 211-215.  
 [3] 赵国庆,任焱刚. 核分析技术[M]. 北京:原子能出版社,1989.  
 [4] KELLOCK A J, BAGLIN J E E. Absolute cross section for D ( $^4\text{He}$ , D)  $^4\text{He}$  forward scattering [J]. Nucl Instrum Methods Phys Res, 1993, B79: 493-497.  
 [5] SAWICKI J A. Measurement of the differential cross sections for recoil tritons in  $^4\text{He}$ - $^3\text{T}$  scattering at energies between 0.5 and 2.5 MeV [J]. Nucl Instrum Methods Phys Res, 1988, B30: 123-127.

4 讨论

实验中,入射粒子能量的歧离、角度的偏