



HAL
open science

Emploi de la réaction résonnante $1\text{H}(15\text{N}, \alpha\gamma)$ pour l'obtention de profils de concentration d'hydrogène dans les matériaux

J.-P. Thomas, C. Pijolat, M. Fallavier

► **To cite this version:**

J.-P. Thomas, C. Pijolat, M. Fallavier. Emploi de la réaction résonnante $1\text{H}(15\text{N}, \alpha\gamma)$ pour l'obtention de profils de concentration d'hydrogène dans les matériaux. *Revue de Physique Appliquée*, 1978, 13 (9), pp.433-439. 10.1051/rphysap:01978001309043300 . jpa-00244472

HAL Id: jpa-00244472

<https://hal.science/jpa-00244472>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts

82.80 — 61.70W — 79.20N

EMPLOI DE LA RÉACTION RÉSONNANTE ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ POUR L'OBTENTION DE PROFILS DE CONCENTRATION D'HYDROGÈNE DANS LES MATÉRIAUX (*)

J. P. THOMAS, C. PIJOLAT et M. FALLAVIER

Institut de Physique Nucléaire (et IN2P3), Université Lyon-1,
43, bd du 11-Novembre-1918, 69621 Villeurbanne, France

(Reçu le 7 mars 1978, révisé le 9 mai 1978, accepté le 10 mai 1978)

Résumé. — Nous présentons ici un ensemble de résultats expérimentaux concernant l'utilisation de la réaction résonnante ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ ($E_R = 6\,385\text{ keV}$) dans la détermination de profils de concentration d'hydrogène dans différents matériaux. Cette méthode peut être mise en œuvre sur un accélérateur d'au moins 2 500 kV. Parmi les problèmes inhérents à la méthode, l'influence de la qualité du vide, l'état de surface des cibles et la stabilité de l'hydrogène en profondeur sont discutés. Il apparaît cependant que l'ensemble des performances de la méthode (résolution en profondeur de 50 Å, épaisseur analysable de l'ordre du micron et sensibilité voisine de 50 ppm dans le silicium) la place potentiellement au premier rang des méthodes nucléaires actuelles. Divers exemples illustrent les problèmes posés et les performances indiquées.

Abstract. — Experimental results of hydrogen depth profiling in materials, using the resonant nuclear reaction ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ ($E_R = 6\,385\text{ keV}$) are presented here. Such an analysis can be performed with a 2 500 kV accelerator. Among the problems inherent to such an ion beam analysis, we discuss the influence of the vacuum quality, of the surface state of the targets and of the in-depth hydrogen stability. Nevertheless it turns out that the analytical performances of the method (depth resolution of 50 Å, analysing depth about one micron and sensitivity down to 50 ppm in silicon) make it potentially the most attractive of the nuclear methods. Various examples are given about the problems encountered and the performances reported.

1. **Introduction.** — C'est essentiellement au cours des deux dernières années que l'analyse de l'hydrogène par bombardement ionique a connu un développement spectaculaire. Parmi les techniques les plus significatives on peut citer le SIMS [1] et l'émission lumineuse induite par des ions de faible énergie ($< 100\text{ keV}$) [2], la diffusion élastique de protons [4], l'activation [3] et l'observation de noyaux de recul [5] sous bombardement d'ions lourds à énergie assez élevée ($> 20\text{ MeV}$) et enfin l'emploi de réactions nucléaires résonnantes [6] dans le cadre desquelles se situe notre étude. Avec l'observation des noyaux de recul, ces dernières permettent de façon non destructive, l'obtention de profils de concentration d'hydrogène au voisinage de la surface (de 50 Å à plusieurs microns) d'un très grand nombre de matériaux avec des sensibilités souvent très élevées.

Nous nous sommes essentiellement intéressés ici aux possibilités de la réaction ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$

($E_R = 6,385\text{ MeV}$) dont l'intérêt a été montré récemment [7]. Non seulement cette réaction apparaît des plus performantes au plan analytique mais aussi elle est susceptible d'être utilisée sur des accélérateurs électrostatiques conventionnels (de 2,5 à 4 MeV) si l'on sait produire des ions multichargés (2 ou 3 fois). Ce travail, réalisé auprès d'un accélérateur 4 MeV vertical, constitue une étude préliminaire des conditions opératoires et des problèmes spécifiques à cette analyse (qualité du vide, nature des échantillons, étalons). Diverses applications seront présentées ainsi qu'un bilan comparatif avec d'autres réactions, la comparaison la plus intéressante semblant être avec la réaction ${}^1\text{H}({}^1\text{B}, \alpha){}^8\text{Be}^*$ ($E_R = 1,793\text{ MeV}$) [8].

2. **Principe et caractéristiques.** — Les réactions nucléaires susceptibles de permettre l'analyse de l'hydrogène sont très nombreuses; on utilise généralement les réactions inverses des réactions induites par protons (ex. (p, γ) (p, α) $(p, \alpha\gamma)$). Les plus intéressantes sont les réactions résonnantes, la cinématique

(*) Travail réalisé avec le support du C.N.R.S. (A.T.P. 2726).

étant trop défavorable à l'extraction de profils de répartition à partir de la déformation des spectres de particules chargées. En pratique, on devra de plus sélectionner parmi les réactions possibles celles utilisant des ions et des énergies accessibles, c'est-à-dire dont les réactions inverses ont lieu à basse énergie sur des éléments relativement légers et dont les résonances sont suffisamment étroites. C'est le cas par exemple pour $^{11}\text{B}(p, \alpha)$ à $E_p = 163 \text{ keV}$ ($\Gamma = 6 \text{ keV}$) et $^{15}\text{N}(p, \alpha\gamma)$ à $E_p = 429 \text{ keV}$ ($\Gamma < 1 \text{ keV}$). Le principe de l'analyse illustré à la figure 1 et décrit en détail par ailleurs [9] consiste à faire varier l'énergie incidente et à suivre le rendement de la réaction (γ ou particules chargées émises) en fonction de la profondeur à laquelle se produit la résonance.

Comme on peut le constater (Fig. 2a) on a pour la réaction $^1\text{H}(^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ une résonance de largeur expérimentale 14 keV , le fond hors résonance étant environ 200 fois plus faible qu'au sommet. Cette fonction d'excitation ayant été obtenue à partir de la couche de contamination d'un échantillon de silicium monocristallin poli, la forme de la résonance appelle plusieurs commentaires. Comme le souligne Lanford [11] les valeurs de Γ relevées dans la littérature, pour la réaction $^{15}\text{N}(p, \alpha\gamma)$ sont peu précises (0,9 à 0,5 keV dans le centre de masse ou 14,4 à 8 keV dans le système du laboratoire). En accord avec Lanford [11], la valeur expérimentale de $\Gamma = 14 \text{ keV}$ est surestimée par suite de l'épaisseur de la cible utilisée. La dissymétrie de la courbe expérimentale suggère que l'hydrogène analysé s'étend à l'intérieur de l'échantillon. Le meilleur ajustement que nous avons pu obtenir

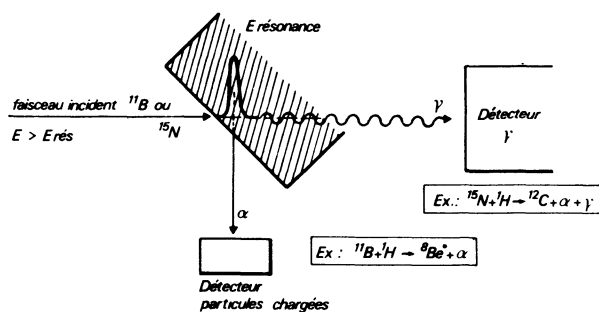


FIG. 1. — Schéma de principe de l'analyse de l'hydrogène par réaction nucléaire résonnante.

[Schematic description of hydrogen analysis using resonant nuclear reactions.]

résulte de la convolution d'une lorentzienne de 7 keV à mi-hauteur avec une distribution du type indiquée sur la figure 3. Cette distribution n'est qu'une indication physique et permet d'apprécier la largeur de la résonance (à partir du front de montée) et la pénétration de l'hydrogène au sein de la matrice. Ceci implique une résolution en profondeur de l'ordre de 50 \AA dans Si et 11 \AA dans Ta. Il faut cependant noter que le straggling dégrade rapidement cette résolution puisqu'on peut l'estimer à environ 300 \AA à la profondeur de 4000 \AA dans Si.

En ce qui concerne la détermination expérimentale de l'amplitude de la résonance par rapport au fond, une nette amélioration peut être espérée en diminuant les coups parasites (les réactions sur l'hydrogène

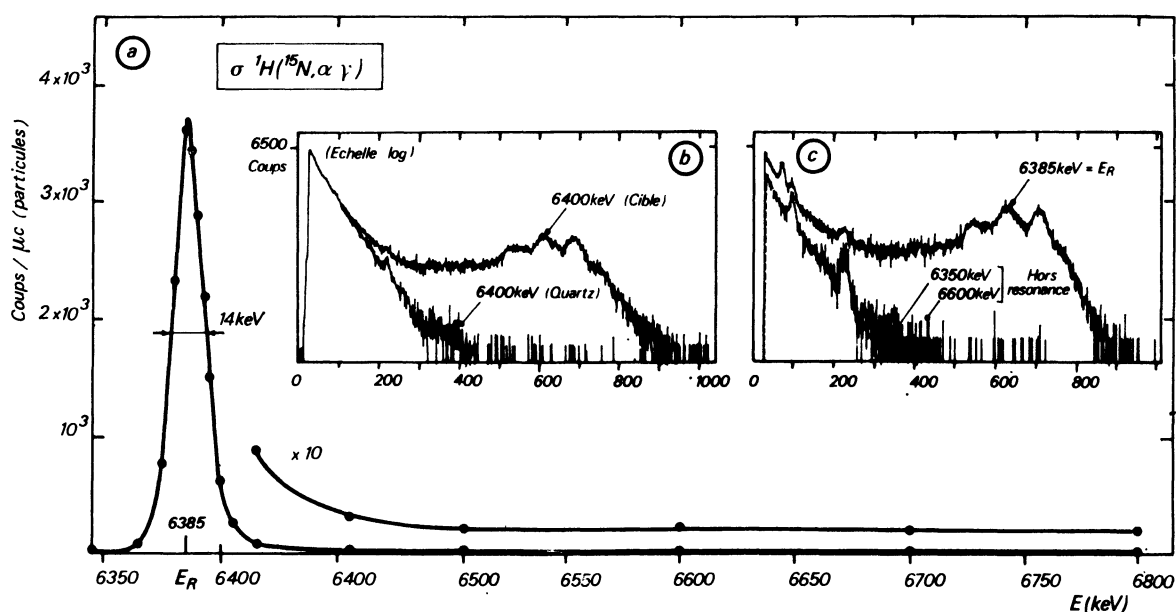


FIG. 2. — a) Fonction d'excitation de la réaction $^1\text{H}(^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ déterminée expérimentalement à partir de l'hydrogène adsorbé sur un échantillon de silicium monocristallin poli; b) Spectres γ de la réaction, obtenus à 6400 keV sur la cible et sur le quartz (voir Fig. 4); c) Spectres γ de la réaction, obtenus au maximum ($E = 6385 \text{ keV}$) et hors résonance.

[a] Experimental determination of the $^1\text{H}(^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ excitation function from an adsorbed hydrogenated layer on a polished monocrystal silicon sample; b) γ spectra of the reaction as obtained at 6400 keV from the target and the quartz (see Fig. 4); c) γ spectra of the reaction as obtained at the top ($E = 6385 \text{ keV}$) and off resonance.]

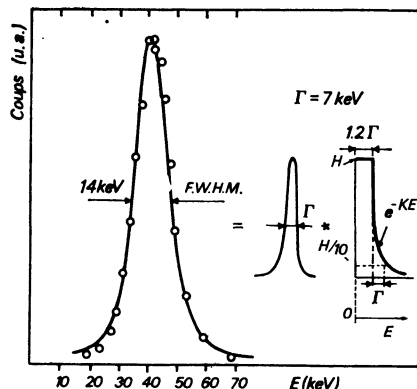


FIG. 3. — Reconstitution de la distribution expérimentale de l'hydrogène de surface (points cerclés) par convolution d'une lorentzienne de $\Gamma = 7 \text{ keV}$ et du profil théorique indiqué (courbe en traits pleins).

[Fitting of the hydrogen experimental distribution (open circles) convoluting a 7 keV F.W.H.M. lorentzian by the as shown theoretical profile (full line).]

contaminant la voie du faisceau, cosmiques, etc...). D'ores et déjà l'erreur introduite par la présence d'une couche de surface sur la mesure de l'hydrogène de profondeur (due à la présence d'un fond continu hors résonance) reste faible, ce qui n'est pas le cas pour d'autres réactions. Les spectres obtenus (Figs. 2b et 2c) dans les conditions expérimentales décrites plus loin montrent d'ailleurs la qualité de la détection avec une très faible contribution de l'interaction des particules avec l'hydrogène adsorbé à différents niveaux du système de transport de faisceau.

3. Conditions expérimentales. — Avec un accélérateur 4 MeV, il faut disposer d'ions au moins 2 fois chargés pour atteindre l'énergie de la résonance (8 MeV correspondant à $\sim 1 \mu\text{m}$ de profondeur

analysable dans Si, 8 000 Å dans Ta). En fait aussi bien pour notre accélérateur vertical, d'aimant d'analyse aux capacités limitées, que pour des accélérateurs d'énergie nominale plus basse (2,5 MeV), il apparaît nécessaire d'obtenir des ions $^{15}\text{N}^{++}$. La source destinée à cet effet est dérivée du prototype conçu par Heinicke *et al.* [10] dont les performances annoncées ($\sim 150 \text{ nA}$ pour $^{14}\text{N}^{++}$) apparaissent compatibles avec nos exigences. Il s'agit d'une source PENNING à cathode froide de 600 W de puissance, d'extraction axiale, qu'on associe à un dispositif de tri à champ croisé. Afin d'identifier sans ambiguïté les espèces accélérées, comme le montre la figure 4, on peut interposer à environ 45 cm de la cible, une cible d'or évaporée sur carbone et déterminer par rétrodiffusion élastique l'énergie des particules analysées par l'aimant de déviation. Parmi les nombreux faisceaux qu'on peut extraire, on n'a pu obtenir mieux que 5 nA de $^{15}\text{N}^{++}$ sur nos cibles, alors que plusieurs centaines de nA de $^{15}\text{N}^+$ sont faciles à produire en même temps qu'une proportion variable de $^{15}\text{N}^+$ à énergie quatre fois moins importante. Ce dernier faisceau résulte de l'accélération de molécules ($^{15}\text{N}_2$) $^+$ qui se dissocient à l'entrée de l'aimant : on peut réduire leur proportion à 1/300 en agissant sur les réglages de la source. Cette valeur limitée sur l'intensité des ions $^{15}\text{N}^{++}$ sera surmontée très prochainement grâce à une conception améliorée de la source car l'utilisation dans le cadre de ce travail d'ions $^{15}\text{N}^{++}$ conduit à travailler aux conditions limites de l'aimant d'analyse (déviation maximale pour $E = 7,5 \text{ MeV}$). Pour des intensités de faisceau de l'ordre de 50 nA, chaque comptage n'a pas nécessité en moyenne plus de 2,5 μC ce qui rend possible l'obtention d'un profil en 40 min. environ.

Le dispositif expérimental d'analyse est décrit figure 4. Le détecteur est un cristal puits de $4'' \times 3''$, le porte-cible étant introduit dans le puits de dimen-

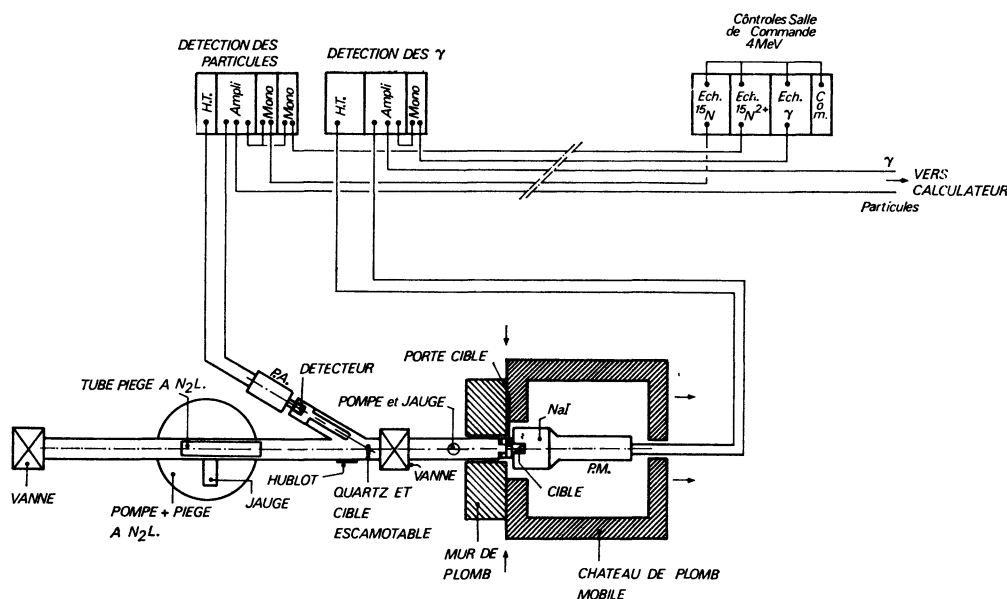


FIG. 4. — Dispositif expérimental.

[Experimental set-up].

sions 1" × 1". Divers monocanaux permettent de sélectionner aussi bien les pics rétrodiffusés sur la cible d'or escamotable que la raie γ de 4,43 MeV et ses pics d'échappement (du canal 450 au canal 1000 des spectres de la figure 3b et c) et d'obtenir les taux de comptage respectifs sur des échelles. Le vide dans la chambre de réactions est assuré par une pompe ionique de 25 l/s avec laquelle on a obtenu une valeur optimale de 8×10^{-7} torr.

Pour ces premières investigations, une seule cible pouvait donc être montée dans cette chambre, ses dimensions n'excédant pas $\varnothing = 16$ mm. Par ailleurs la focalisation n'était réalisée que sur le quartz escamotable et l'aire irradiée de la cible était de l'ordre de $0,7 \text{ cm}^2$.

4. Résultats. — **4.1 INFLUENCE DE LA QUALITÉ DU VIDE.** — Comme pour le silicium dans l'exemple de la figure 3, la surface des matériaux est toujours recouverte d'une couche hydrogénée plus ou moins bien définie. La qualité du vide dans lequel s'effectue l'analyse est alors d'importance car comme pour le carbone et l'oxygène [12] une contamination à l'impact du faisceau peut toujours être induite par les hydrocarbures ou la vapeur d'eau résiduelle. En fait cette recontamination est en compétition avec un phénomène inverse qu'on pourrait qualifier de *pseudo-sputtering* dû au faisceau d'ions. Cette compétition est clairement indiquée sur la figure 5 où en fonction de la dose reçue, on constate systématiquement une diminution initiale de l'hydrogène superficiel (prédominance du *sputtering*) suivie d'une remontée et d'un plateau atteint plus ou moins rapidement.

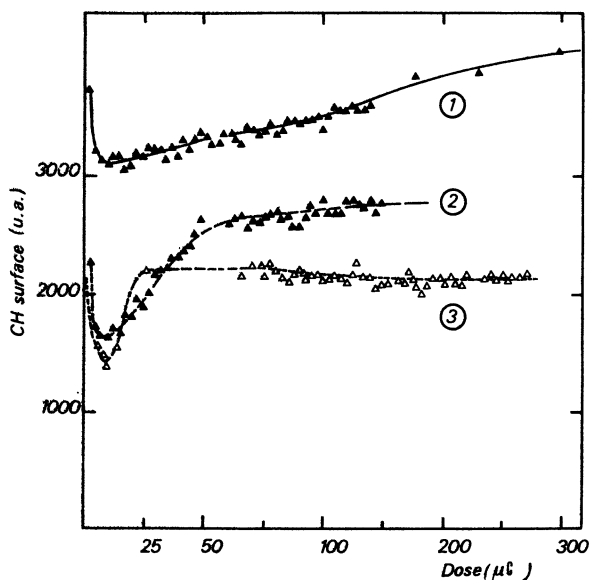


FIG. 5. — Evolution de l'hydrogène de surface en fonction de la dose d'ions $^{15}\text{N}^{++}$ pour différents échantillons à $P \sim 10^{-6}$ torr : 1) aluminium écroui ; 2) aluminium recuit ; 3) silicium poli.

[Surface hydrogen evolution according to the $^{15}\text{N}^{++}$ ion dose for different samples ($P \sim 10^{-6}$ torr) : 1) embrittled aluminium ; 2) annealed aluminium ; 3) polished silicon.]

On a obtenu d'un équilibre dynamique qui dépend de divers paramètres. L'état de surface des cibles est comme l'indiquent les courbes (3), (2) et (1) de la figure 5 celui d'échantillons de silicium soigneusement poli, d'aluminium recuit et d'aluminium écroui. Dans l'ordre les surfaces de ces trois types d'échantillon sont susceptibles de présenter des sites d'adsorption de plus en plus nombreux permettant d'expliquer qualitativement l'amplitude et la forme de la croissance d'hydrogène en fonction de la dose d'irradiation. Pour des vides conventionnels de l'ordre de 10^{-6} torr (nos conditions expérimentales), la recontamination est prédominante et constitue une cause d'erreur non négligeable sur la détermination de faibles teneurs en profondeur (influence de la section efficace hors résonance). On peut réduire de façon très importante cette contamination (jusqu'à 2 ordres de grandeur) en opérant en ultra-vide (10^{-8} à 10^{-9} torr). Dans ces conditions, Bugeat *et al.* [13] montrent que la contamination superficielle peut être réduite à 10^{14} - 10^{15} at/cm². Parmi les autres paramètres, l'intensité du faisceau n'a pas encore été étudiée. Dans tous les cas la détermination précise de l'hydrogène superficiel ou faiblement incorporé ($< 100 \text{ \AA}$) apparaît délicate au vu de ces phénomènes.

4.2 ANALYSE QUANTITATIVE. VALIDITÉ DES RÉSULTATS. — En tenant compte de l'influence possible du pic de surface, deux conditions restent encore à remplir pour une détermination quantitative des profils de concentration. Il s'agit d'une part de choisir une cible étalon appropriée et d'autre part de s'assurer que les concentrations d'hydrogène dans le volume ne varient pas en fonction de la quantité d'ions reçue par l'échantillon au cours de l'analyse. Les matériaux dont la composition chimique en hydrogène est bien déterminée sont souvent difficiles à utiliser. Les plastiques (kapton, mylar, nylon, etc...) ont une tenue très médiocre au faisceau et les hydroxydes ne peuvent souvent être obtenus qu'à partir de poudres pressées. Nous avons utilisé ici le mica muscovite ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) en dépit de deux inconvénients : il est isolant et certains groupements OH peuvent éventuellement être remplacés par F. A condition de se restreindre à de faibles intensités ($\sim 5 \text{ nA}$) la tenue mécanique est excellente et une polarisation du porte-cibles jouant le rôle de cage de Faraday évite les problèmes de mesures de courant. La comparaison avec des cibles de silicium implantées à des doses connues a permis de montrer qu'on peut au plus faire une erreur systématique de l'ordre de 15 %. D'autre part la sensibilité de l'analyse estimée à $\sim 50 \text{ ppm}$ à partir du fond hors résonance est une valeur par excès. En ce qui concerne la détermination des profils de concentration, nous avons systématiquement décrit la fonction d'excitation plusieurs fois. On a ainsi mis en évidence que pour certaines couches d'oxydes anodiques d'environ 1400 \AA d'épaisseur, le profil de concentration d'hydrogène évoluait en fonction de la dose jusqu'à atteindre

un niveau stable après des doses de l'ordre de $180 \mu\text{C}$. On voit sur la figure 6 que l'évolution est nettement différente pour les trois formations anodiques étudiées la plus sensible étant notée au voisinage de la surface pour l'électrolyte adipique, la plus limitée pour l'électrolyte borique. On a ainsi une bonne indication de la stabilité de l'hydrogène incorporé dans ces matériaux.

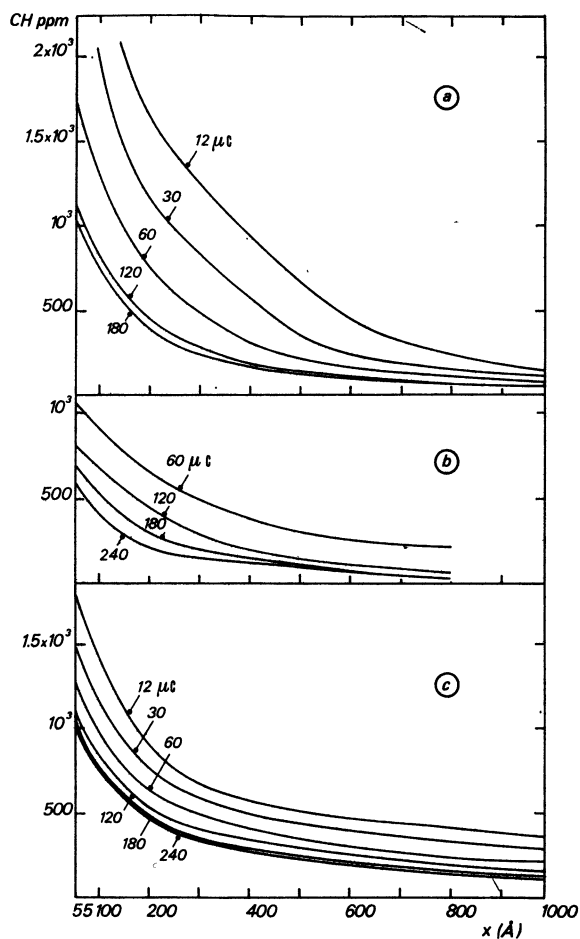


FIG. 6. — Mise en évidence de la mobilité de l'hydrogène présent dans des couches d'oxydation anodique d'aluminium : courbes isodoses déduites de l'évolution de la concentration de l'hydrogène interne pour des descriptions successives de la résonance : a) formation adipique ; b) formation phosphorique ; c) formation borique.

[Evidence of hydrogen mobility under ion bombardment inside anodic oxidation layers of aluminium : isodose curves as obtained from the variation of the hydrogen content inside the samples for repeated displacements of the resonance : a) adipic formation ; b) phosphoric formation ; c) boric formation.]

4.3 PREMIÈRES APPLICATIONS. — Comme pour les exemples qui précèdent elles ont essentiellement concerné deux matériaux : l'oxyde d'aluminium et le silicium. Nous n'avons, pour le premier cas, pas pu mettre en évidence des différences significatives de concentration d'hydrogène pour les couches naturelles d'oxyde d'aluminium écroui et recuit ($\sim 100 \text{ \AA}$) : l'évolution actuelle du pic de surface telle que nous

l'avons décrite en est la raison essentielle. Dans le cas de couches d'alumine formées anodiquement à basse tension (40 V), on a par contre pu nettement mettre en évidence une distribution d'hydrogène stable sous faisceau. Comme le montre la figure 7, à des teneurs de l'ordre de 200 à 300 ppm, on est à même de constater la très nette accumulation de l'hydrogène à l'interface metal-oxyde. L'ensemble des points expérimentaux correspond ici à 7 déplacements de la résonance dans l'échantillon, ce qui implique une grande stabilité de cet hydrogène incorporé. Nous avons d'autre part testé la méthode à travers le profil d'implantation de l'hydrogène dans du silicium polycristallin. Nous présentons ici (Fig. 8) deux de tels profils à partir

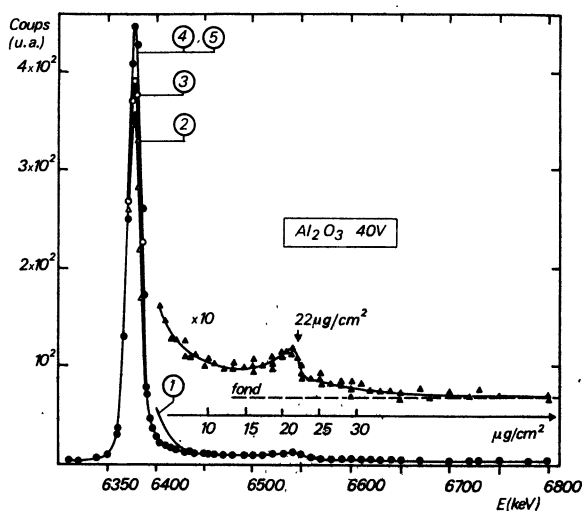


FIG. 7. — Profil de répartition d'hydrogène stable sous faisceau dans une couche d'oxydation anodique d'aluminium ($e \sim 22 \mu\text{g}/\text{cm}^2$).

[Hydrogen profiling (stable under ion bombardment) for an anodic oxidation layer of aluminium of $22 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ thickness.]

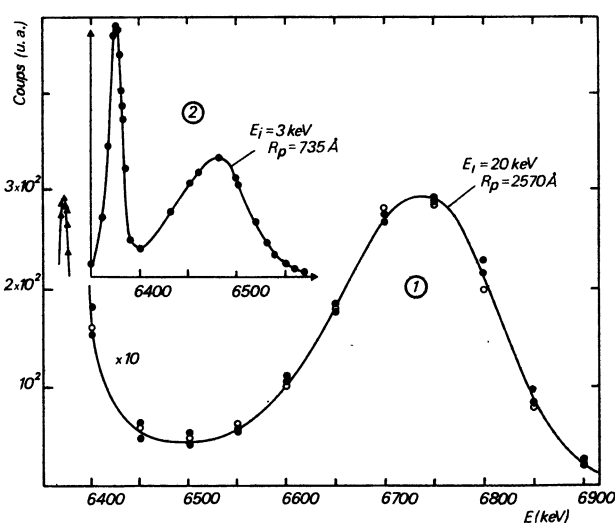


FIG. 8. — Profils d'implantation ($3 \times 10^{16} \text{ at}/\text{cm}^2$) d'hydrogène dans du silicium polycristallin ; 1) à 20 keV ; 2) à 3 keV. (Les différents points de (1) correspondent à plusieurs descriptions de la résonance.)

[Hydrogen profile of a polycrystalline silicon sample implanted at $3 \times 10^{16} \text{ at}/\text{cm}^2$: 1) for 20 keV ; 2) for 3 keV.]

d'échantillons implantés à 3 et 20 keV élaborés et analysés par Ligeon et Guivarc'h [14]. Les résultats concernant la dose ($\sim 3 \times 10^{16}$ at/cm²) et les parcours (rapportés sur la figure) sont en excellent accord avec ceux des précédents auteurs. On notera cependant la nette mise en évidence de la dissymétrie de ces profils, difficilement détectable en utilisant la réaction ${}^1\text{H}({}^{11}\text{B}, \alpha)$ (limitation sur la résolution).

5. **Discussion et conclusions.** — Quatre réactions nucléaires résonnantes sont actuellement employées pour l'obtention de profils de concentration d'hydrogène dans les matériaux. Indépendamment de la qualité de la détection (efficacité, sélectivité), on peut d'abord à partir du tableau I faire les remarques suivantes. Toutes ces réactions sont potentiellement applicables à partir d'un accélérateur 2,5 MeV (dans la mesure où pour les réactions avec ${}^{15}\text{N}$ et ${}^{19}\text{F}$ on sait produire des faisceaux d'ions N^{+++} ou F^{+++} d'intensité suffisante). Actuellement il est nécessaire d'avoir recours à des accélérateurs d'énergie au moins égale à 4 MeV pour produire les réactions ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$ et ${}^1\text{H}({}^{19}\text{F}, \alpha\gamma)$. Plusieurs avantages apparaissent marquants en faveur des ions ${}^{15}\text{N}$ dont essentiellement la résolution en profondeur, la profondeur analysable et le fond hors résonance. On pourrait y adjoindre la section efficace mais la sensibilité n'en dépend pas exclusivement. Le fond hors-résonance est surtout défavorable à la réaction ${}^1\text{H}({}^{11}\text{B}, \alpha)$ puisque la limitation sérieuse sur l'épaisseur d'analyse tient à l'augmentation importante du fond avec l'énergie. Pour la résolution en profondeur, la réaction ${}^1\text{H}({}^7\text{Li}, \alpha)$ a la performance la plus médiocre, mais est largement en tête pour la profondeur analysable. La performance

des ions ${}^{15}\text{N}$ reste cependant à cet égard largement suffisante. A notre sens l'élément le plus défavorable aux méthodes utilisant la détection gamma est la nécessité pratique de placer un détecteur volumineux aussi près que possible de la cible (efficacité). La détection de particules chargées ne pose pas ce problème puisqu'on peut disposer d'un angle solide suffisant (0,74 sr) [14] avec une efficacité 1 et ce dans un volume limité. Il est alors beaucoup plus aisé d'adapter dans une chambre de réactions en ultra-vide différents dispositifs tels que systèmes de chauffage ou de refroidissement des échantillons et surtout goniomètre afin de localiser l'hydrogène [17].

Nous envisageons cependant dans une prochaine étape quelques améliorations indispensables. Au niveau du vide tout d'abord, où il apparaît absolument nécessaire de travailler à $\sim 10^{-8}$ torr en vide propre (pompage ionique + sublimation de titane). De même il est souhaitable de changer de point d'impact dans les mesures d'hydrogène de surface. Ceci sera rendu possible en utilisant un positionneur permettant translations et rotations (augmentation de l'angle d'incidence et amélioration de la résolution en profondeur). Bien entendu, il faudra adapter un détecteur NaI de grandes dimensions à ces expériences et entourant le plus possible la chambre de réactions.

D'ores et déjà il apparaît que cette méthode d'analyse est très bien adaptée à l'étude de l'hydrogène dans de nombreux matériaux où cet élément joue un rôle fondamental (métaux, silicium amorphe, verres, oxydes, etc...). L'étude de la stabilité de cet hydrogène sous faisceau aussi bien à la surface qu'en profondeur n'est pas le phénomène le moins intéressant dans le cadre de cette étude.

TABLEAU I

Caractéristiques essentielles des réactions nucléaires résonnantes utilisables jusqu'à $E_i \simeq 7,5$ MeV pour doser l'hydrogène

[Main features of resonant nuclear reactions in the energy range < 7.5 MeV for hydrogen analysis]

Réactions nucléaires	${}^1\text{H}({}^{11}\text{B}, \alpha)$ [8]	${}^1\text{H}({}^7\text{Li}, \gamma)$ [15]	${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma)$	${}^1\text{H}({}^{19}\text{F}, \alpha\gamma)$ [16]
E résonance (keV)	1 793	3 070	6 385	6 418
Largeur à mi-hauteur (keV)	~ 66	~ 70	~ 7	~ 45
Section efficace à E_R (mb)	~ 100	~ 6	~ 200	~ 60
Domaine d'énergie (MeV)	1,6 \rightarrow 2,4	2,7 \rightarrow 6	6,4 \rightarrow 7,5 (7,5 \rightarrow 13,3) (*)	6,4 \rightarrow 7,5 (7,5 \rightarrow 16,4) (*)
Nature	α	γ	γ	γ
Energie (MeV)	≤ 3	14 à 17	4,43	6,13 à 7,12
Profondeur analysable (μm)	$\sim 0,6$	~ 7	~ 1	$\sim 0,6$
Résolution en profondeur (Å) dans Si (surface)	~ 400	$\sim 1\,700$	($\sim 4,5$) (*) ~ 50	($\sim 5,5$) (*) ~ 170

(*) Si extension possible jusqu'à la résonance suivante.

Remerciements. — Nous tenons à remercier ici toutes les personnes qui ont contribué à ces premiers résultats et en premier lieu le personnel technique des accélérateurs de l'Institut de Physique Nucléaire de

Lyon. Nous sommes très reconnaissants à MM. Bugeat et Ligeon du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble des discussions que nous avons constamment avec eux et de leurs fructueux conseils.

Bibliographie

- [1] MAGEE, C. W., WU, C. P., *Nucl. Instrum. Methods* **149** (1978) 529.
- [2] TSONG, I. S. T., LIEBERT, R. B., *Nucl. Instrum. Methods* **149** (1978) 523.
- [3] MCGINLEY, J. R., ZIKOWSKY, L., SCHWEIKERT, E. A., *J. Radioanal. Chem.* **37** (1977) 275.
- [4] COHEN, B. L., FINK, C. L., DEGNAM, J. H., *J. Appl. Phys.* **43** (1972) 19.
- [5] TERREAUULT, B., MARTEL, J. G., ST-JACQUES, R. G., L'ECUYER, J., *J. Vac. Sci. Technol.* **14** (1977) 492.
- [6] BOTTIGER, J., PICRAUX, S. T., RUD, N., dans *Ion Beam Surface Layer Analysis* (eds. O. Meyer, G. Linker, F. Käppeler) (Plenum Press, New York) **2**, 1976, 811.
- [7] LANFORD, W. A., TRAUTVETTER, H. P., ZIEGLER, J. F., KELLER, J., *Appl. Phys. Lett.* **28** (1976) 566.
- [8] LIGEON, E., GUIVARC'H, A., *Rad. Effects* **22** (1974) 101.
- [9] CACHARD, A., THOMAS, J. P., LIGEON, E., dans *Material Characterization using Ion Beams*, eds. J. P. Thomas et A. Cachard (Plenum Press) 1978, p. 367.
- [10] HEINICKE, E., HELLEBOID, J. M., WEBER, A., *Nucl. Instrum. Methods* **124** (1975) 301.
- [11] LANFORD, W. A., *Nucl. Instrum. Methods* **149** (1978) 1.
- [12] WEBER, G., QUAGLIA, L., *J. Radioanal. Chem.* **12** (1972) 323.
- [13] BUGEAT, J. P., LIGEON, E. (à paraître).
- [14] LIGEON, E., GUIVARC'H, A., *Rad. Effects* **27** (1976) 129.
- [15] ADLER, P. N., KAMYKOWSKI, E. A., PADAWER, G. M., *Hydrogen in Metals* (eds. I. M. Bernstein, A. W. Thompson) (American Society for Metals) 1974, p. 623.
- [16] BARNES, C. A., OVERLEY, J. C., ZWITKOWSKI, Z. E., TOMBRELO, T. A., *Appl. Phys. Lett.* **31** (1977) 239.
- [17] LIGEON, E., BUGEAT, J. P., CHAMI, A. C., *Nucl. Instrum. Methods* **149** (1978) 99.