

## Создание искусственных микродефектов и исследование эмиссии водорода из них

Во время анализа содержания водорода на экстракционных кривых часто наблюдаются мелкие пики. На рис. 1. представлен увеличенный фрагмент экстракционной кривой с такими пиками.

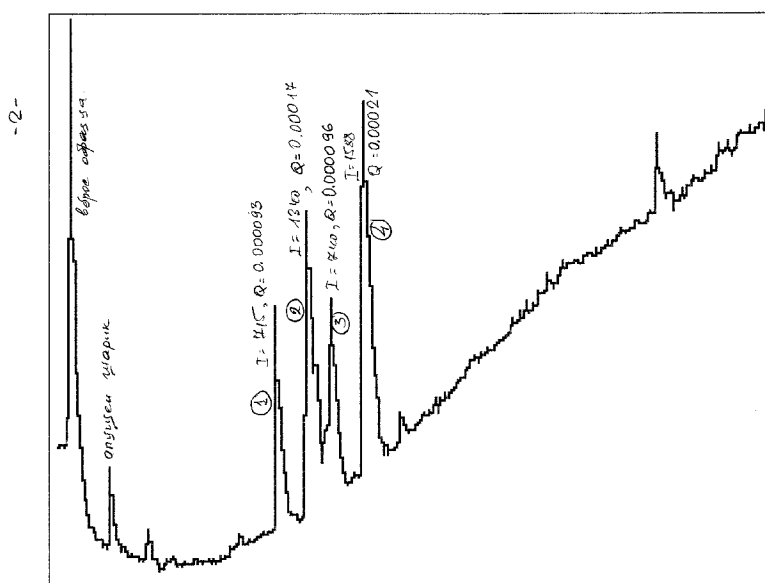


Рис. 1. Фрагмент экстракционной кривой для алюминиевого сплава А8 (чистый алюминий)

Эти пики могут иметь физическую природу. Объем водорода связанный с эмиссией из этих пиков примерно соответствует объему микротрещины. Для экспериментального обоснования природы наблюдаемых пиков были поставлены опыты с модельной средой. В качестве образцов были взяты монокристаллы кремния.

В части монокристаллов были созданы внутренние дефекты размером около 30 мкм, для того, чтобы сравнить результаты высокотемпературной вакуумной экстракции водорода из исходных монокристаллов и монокристаллов с дефектами.

Для создания дефектов был использован инфракрасный импульсный лазер с длиной волны 1024 нм, длительностью импульса 12 нс и энергией одного импульса 2 мДж.

Этот лазер используется для создания сколов внутри обычного оптического стекла.

Когерентное инфракрасное излучение импульса фокусируется в определенной точке объема стекла. При этом размер сфокусированного пятна составляет около 30 мкм. Удельная мощность излучения в месте расположения фокуса составляет около  $2 \cdot 10^{15}$  Вт/м<sup>2</sup>. При такой плотности вещество может прогреться до полутора тысяч градусов Кельвина, в зависимости от степени поглощения излучения.

В месте прогрева возникает хорошо видимый скол. Процесс образования скола сопровождается ультрафиолетовым и оптическим излучением. Вспышка оптического излучения видна на фотографии, приведенной на рис. 2.

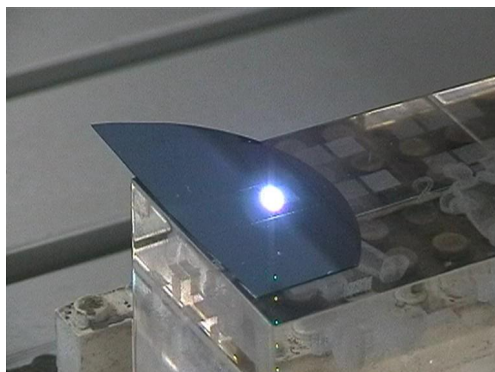


Рис. 2. Фотография процесса образования микротрещин в пластине монокристаллического кремния под действием импульсного инфракрасного лазерного излучения.

В эксперименте были использованы пластины монокристаллического кремния толщиной 0,3 мм. Для наглядности эксперимента они были помещены на параллелепипед из оптического стекла. Положение фокуса сначала было выбрано на 15 мм глубже поверхности пластины. Схема эксперимента приведена на рис. 3.

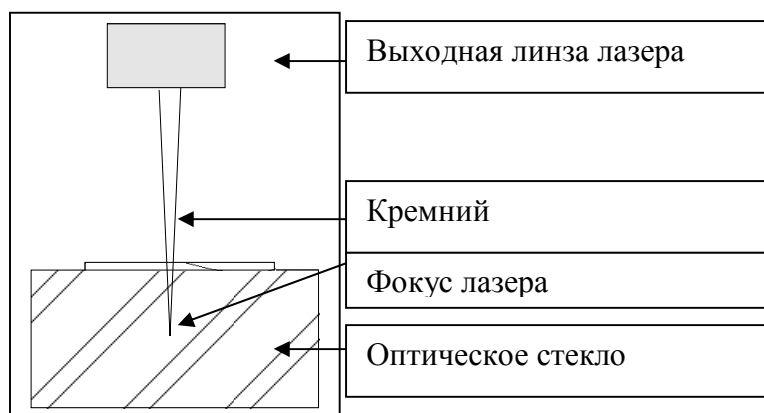


Рис. 3. Схема эксперимента по созданию микродефектов на поверхности монокристаллического кремния

Никаких сколов в стекле мы не наблюдали. При уменьшении глубины фокуса относительно поверхности кремния получить сколы в стекле и внутри кремниевой пластинки не удалось. После того, как глубина фокуса составила менее 1,5 мм происходило разрушение верхней стороны монокристалла кремния с образованием равноотстоящих лунок на его поверхности.

Инфракрасное излучение не проходит сквозь кремниевую пластинку и его воздействие локализуется на ее внешней поверхности. Вероятно, прозрачность кремния уменьшают оксидные пленки на поверхности монокристалла.

Пластинки со сколами на поверхности и необлученные лазером пластинки были разрезаны с мощностью стеклореза на образцы размерами  $8 \times 15 \text{ мм}^2$ . После этого они были помещены в вакуум, для проведения экспериментов по диффузии водорода из них.

При проведении экспериментов использовался анализатор водорода АВ-1.

Определение содержания водорода проводилось по методу вакуум-нагрев с температурой экстракции  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ . Характерные экстракционные кривые для образца без дефектов и образца с дефектами приведены на рис. 4-5.

Хорошо видно, что после экстракции основного водорода начинается перенос газа, находящегося в поверхностных дефектах за счет диффузии этих дефектов и дает шум, состоящий из множества пиков – выбросов водорода из кремния. В случае регулярных лунок пики регуляризируются и становятся значительно больше по величине, следовательно, возрастает выбрасываемый за один раз объем водорода.

Наблюдаемый эффект можно интерпретировать как регуляризацию при диффузии вызванную равномерной решеткой сколов на поверхности образца.

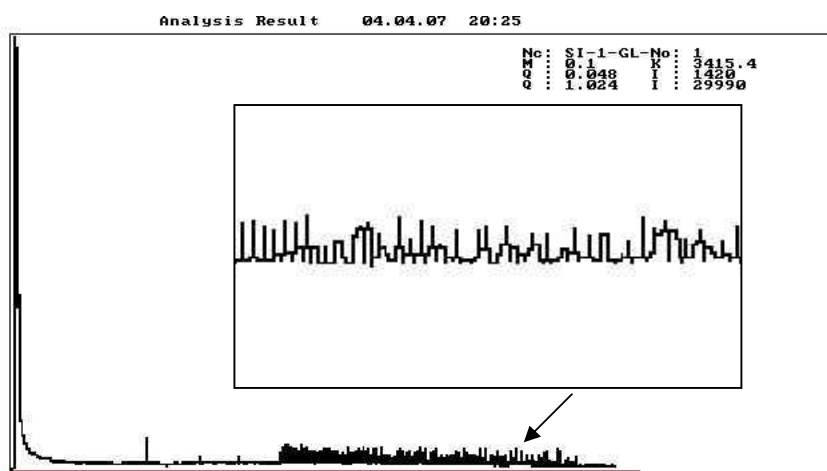


Рис. 4. Экстракционная кривая для не разрушенного кремния с увеличенным фрагментом

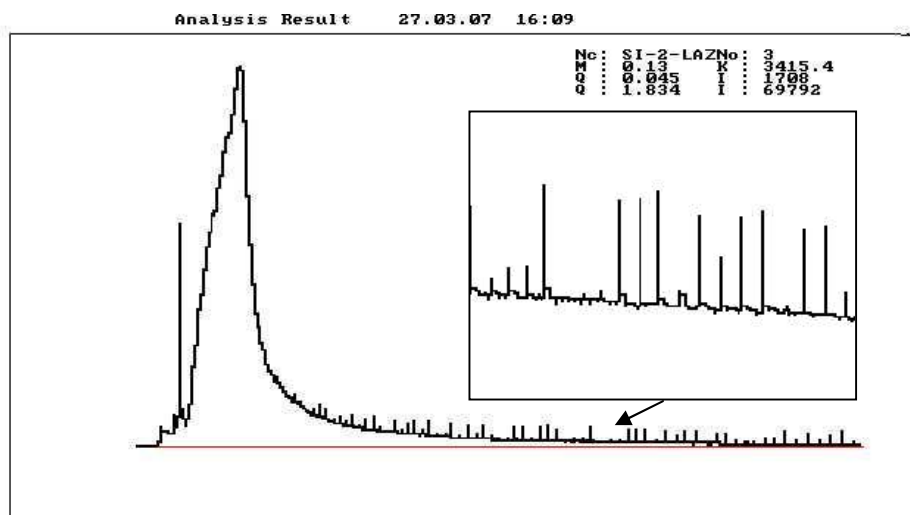


Рис. 5. Экстракционная кривая для кремния с микросколами на поверхности с увеличенным фрагментом

Полученные результаты свидетельствуют о том, что с помощью метрологического комплекса на базе анализатора водорода АВ-1 действительно можно наблюдать эмиссию водорода из поверхностных микродефектов.

Находит также экспериментальное подтверждение высказанное ранее предположение о связи водорода со свободными поверхностями внутри материала. Искусственные сколы образуют такие свободные поверхности, которые, как показал опыт, заполняются водородом и могут быть определены по малым пикам на экстракционной кривой при вакуум-нагреве образцов.