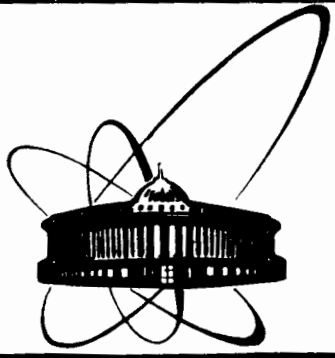


3/x-83



ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

5132/83

14-83-444

В.Ф.Реутов, С.П.Вагин, Е.Д.Воробьев,
В.А.Шеголев, Г.Н.Акапьев

ИЗМЕНЕНИЕ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ
В ЗОНЕ ЛЕГИРОВАНИЯ МОЛИБДЕНА
АТОМАМИ НЕОНА
В ПРОЦЕССЕ ПОСЛЕРАДИАЦИОННОГО ОТЖИГА

Направлено в "Журнал технической физики"

1983

Известно, что при ионном облучении материалов в силу особенностей взаимодействия бомбардирующих частиц с веществом профили радиационной повреждаемости и ионного легирования смещены относительно друг друга ^{1/}. Это обстоятельство вызывает изменение отношения количества образующихся радиационных дефектов к концентрации внедренных ионов вдоль пути движения бомбардирующих частиц. В этой связи есть основание полагать, что независимо от типа бомбардирующих частиц это может существенным образом повлиять как на характер выделения фазы из внедренных ионов, так и на морфологию дефектной структуры в зоне легирования ^{2/}. Изучение этих закономерностей позволит глубже понять процессы ионного легирования полупроводников и металлов, а также особенности использования тяжелых ионов для моделирования высокодозных эффектов при облучении материалов нейтронами.

В настоящей работе методом просвечивающей электронной микроскопии /ПЭМ/ проведено изучение эволюции в процессе послерадиационного отжига радиационных дефектов вдоль зоны легирования молибдена атомами неона.

методика эксперимента. В качестве объекта для исследований был взят молибден /99,96%/ в виде фольги толщиной 50 мкм, отожженной в вакууме $1,3 \times 10^{-3}$ Па при температуре 1100°C в течение двух часов.

Облучение фольги ионами неона (Ne^{+4}_{22}) с энергией 80 МэВ до флюенса 4×10^{20} м⁻² проводилось на циклотроне У-300 в вакууме при температуре не более 50°C.

При облучении использовалась специально разработанная методика, обеспечивающая возможность одновременного наблюдения в плоскости изображения ПЭМ всей энергетической зоны повреждаемости /включая и область легирования/, создаваемой бомбардирующими ионами.

Изучение изменений структуры в результате послерадиационных отжигов в интервале 400 ÷ 1300°C проводилось на готовых электронно-микроскопических объектах. При этом до 900°C исследовался один и тот же участок объекта, при температурах выше 900°C использовались различные диски /из-за ухудшения качества поверхности объекта при повторных отжигах/. Исследования образцов, после их уточнения с обеих сторон методом струйной электрополировки ^{3/}, проводились на электронном микроскопе JEM-100СХ.

Результаты. Непосредственно после облучения /рис.1/ в заданных участках образца молибдена наблюдается дефектная зона,

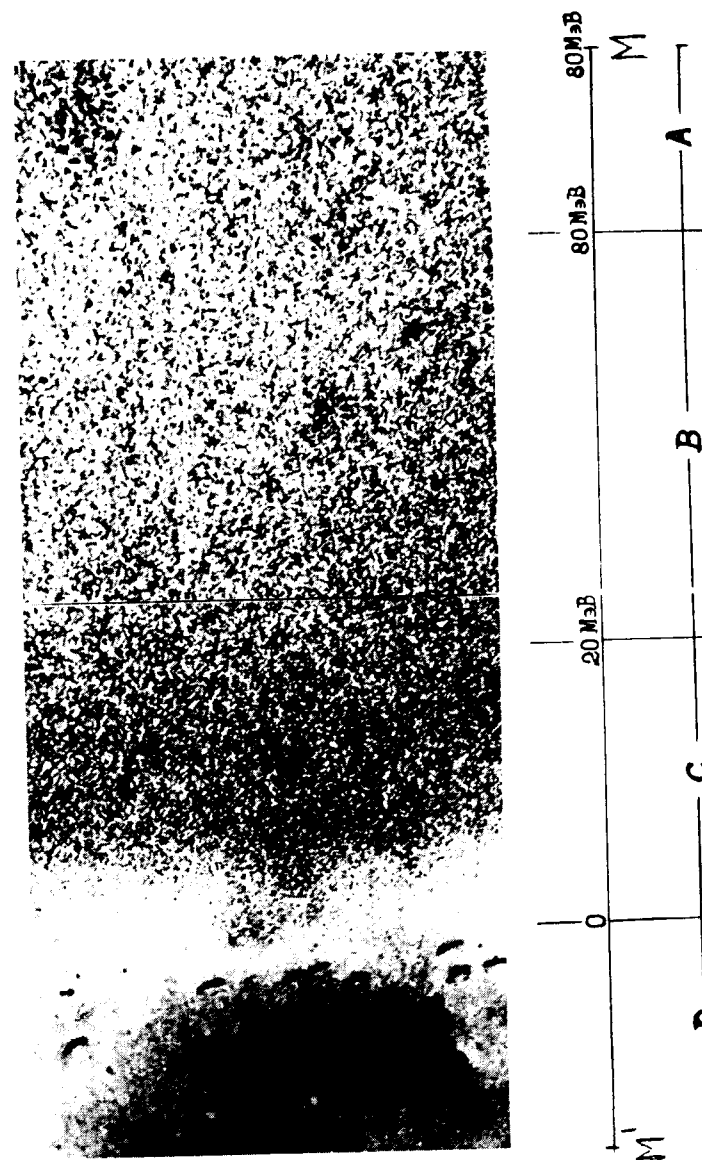


Рис.1. Зона повреждаемости в молибдене после облучения ионами неона с начальной энергией 80 МэВ.

повреждаемость которой /в направлении M^1M / изменяется в соответствии с изменением энергии бомбардирующих ионов от $E_1 = 80$ МэВ до 0. Наблюдаемую в ПЭМ зону на рис.1 условно можно разбить на четыре области: А, В, С и Д. Область А характеризует структуру повреждаемости от моноэнергетичных ионов неона с энергией 80 МэВ, область В - структуру повреждаемости от ионов с изменяющейся /уменьшающейся от области А к С/ энергией, область С - структуру повреждаемости в зоне легирования неона и область Д - структуру необлученной части образца.

Структура радиационных повреждений в молибдене в зонах А, В и С после облучения характеризуется скоплениями дефектов в виде мелких кластеров и дислокационных петель, концентрация которых, как видно из рис.1, увеличивается с уменьшением энергии бомбардирующих ионов.

Анализ природы дефектов в зонах А и В по методу Д-2-1/2⁴/ показал, что приблизительно половина всех наблюдаемых дефектов принадлежит к скоплениям вакансий, оставшаяся часть - к скоплениям междоузельных атомов. Следует заметить /рис.2а/, что большинство междоузельных скоплений хорошо разрешается в виде дислокационных петель и их средний размер заметно больше среднего размера вакансионных образований. Максимальный размер последних практически не зависит от энергии ионов и не превышает 50 Å, в то время как размер междоузельных петель имеет тенденцию к увеличению с уменьшением энергии ионов.

Дефектная структура в области С /рис.2б/ в основном состоит из междоузельных дислокационных петель с максимальным размером около 300 Å. Высокая концентрация скоплений дефектов в этой зоне не позволила провести их детальный количественный анализ. Однако отметим, что и в этой зоне наблюдаются вакансионные скопления размером около 25 Å, а практически все достаточно крупные междоузельные петли декорированы мелкими /около 10 Å/ образованиями, природу которых установить не удалось.

Хотя в настоящей работе основное внимание уделялось изменению структуры в зоне страгглинга /область С/ в результате послерадиационных отжига в интервале 400-1300°C, тем не менее укажем, что в областях А и В полный отжиг скоплений радиационных дефектов наблюдается до 1000°C.

Изменения в дефектной структуре в области С, выразившиеся в укрупнении междоузельных дислокационных петель, были отмечены уже при 400°C. При дальнейшем увеличении температуры начиная с 800°C наряду с увеличением среднего размера дислокационных петель отмечено появление большого количества /около 10^{23} м^{-3} / новых скоплений размером менее 20 Å, равномерно распределенных по телу зерна. Отметим, что в условиях светлопольного изображения они создают контраст, характерный для пор /рис.3а/, а в условиях темнопольного изображения в рефлексе $\bar{g} = (220)$ эти поры формируют дифракционный контраст, характерный для дефектов с полем напряжения /рис.3б/.

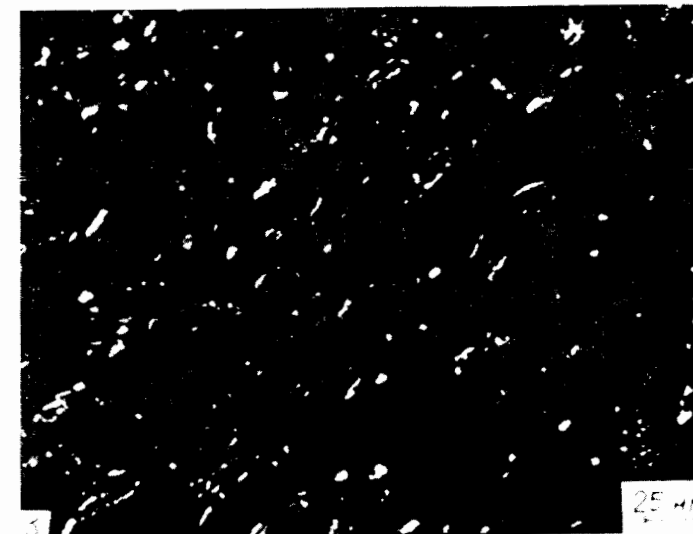
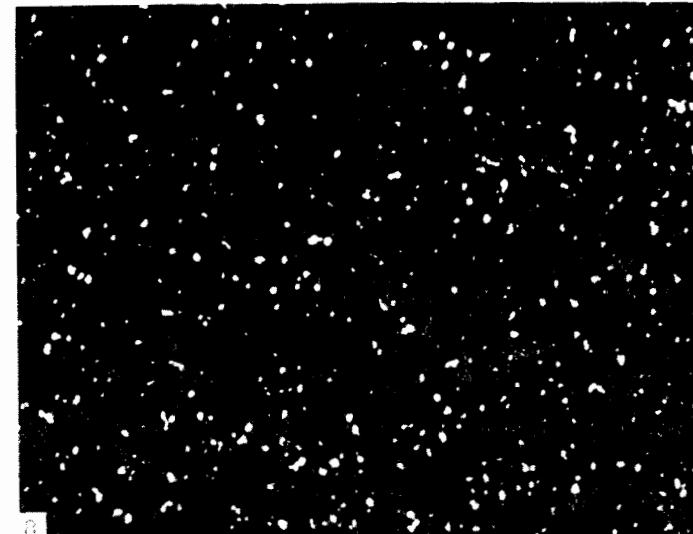


Рис.2. Структура радиационных нарушений молибдена в области В /а/ и области страгглинга С /б/.

Общий снимок структурных изменений вдоль профиля легирования молибдена ионами неона /область С/ после отжига при 1100°C приведен на рис.4. Можно видеть, что со стороны необлученного участка образца /область Д/ средний размер и количество дислокационных петель в зоне легирования соответственно больше

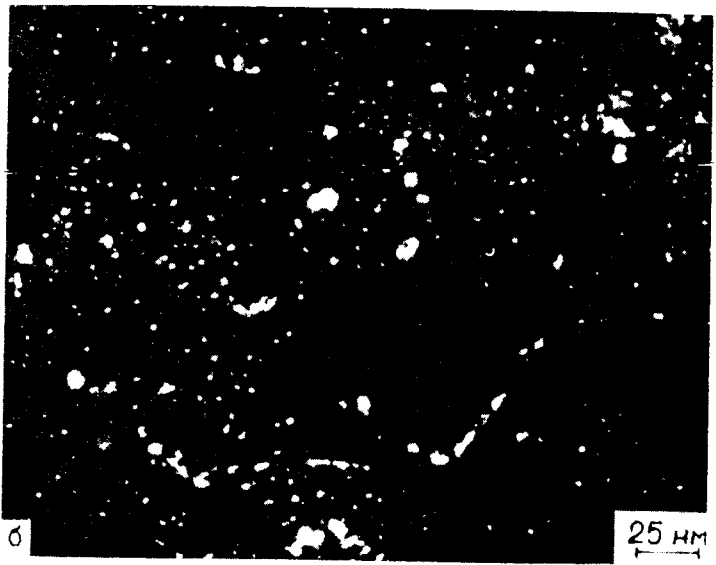


Рис.3. Дефектная структура в зоне страгглинга /области С/ после отжига при 800°C : /а/ - светлопольное изображение; /б/ - темнопольное изображение.

и меньше, чем со стороны участка образца, подвергнутого облучению ионами неона высоких энергий /область В/. Кроме того, в области середины зоны легирования размер дислокационных петель

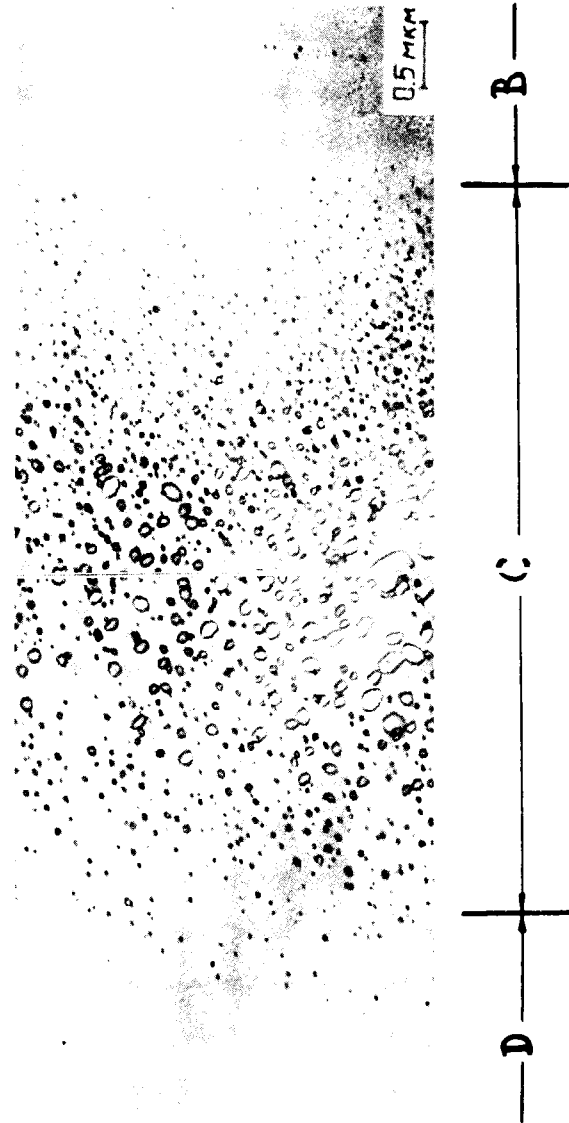


Рис.4. Зона страгглинга в молибдене, облученном ионами неона, после отжига при 1100°C .

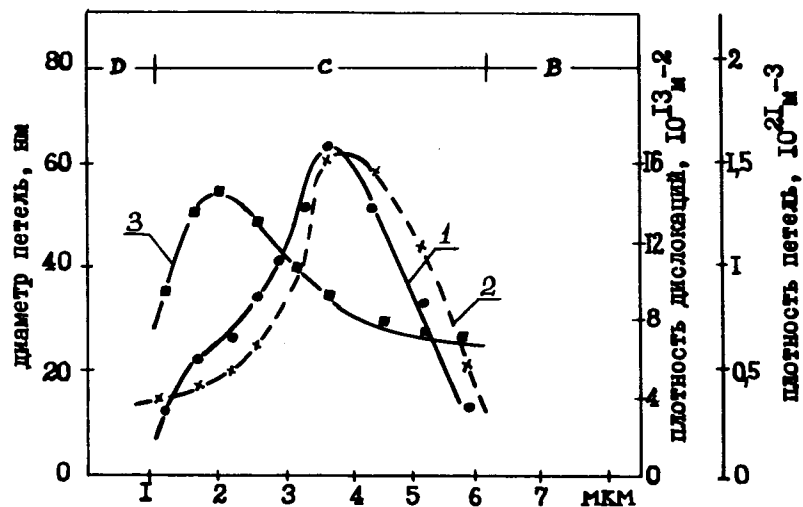


Рис.5. Изменение плотности дислокационных петель /1/, дислокационной плотности /2/ и среднего размера дислокационных петель /3/ в зоне страгглинга после отжига при 1100°C.

заметно увеличивается. Идентификация природы дислокационных петель позволила установить, что все они междуузельного типа и лежат в плоскостях (111)

Графики изменения среднего размера и количества дислокационных петель, а также определяемая ими дислокационная плотность, приведены на рис.5. Прежде всего отметим асимметрию по отношению к условному центру зоны легирования в характере изменения вышеназванных структурных параметров. Так, например, максимум среднего размера петель смещен к области Д, а их плотность - к области В.

Наряду с междуузельными петлями в данной зоне легирования наблюдаются неоновые поры /рис.6/. Расчет количества вакансий в порах и междуузельных атомов в петлях вдоль всей зоны легирования показал, что в пределах ошибок измерения они равны /рис.7/.

В результате отжига при 1300°C дефектная структура /дислокационные петли и неоновые поры/ претерпевает дальнейшую эволюцию роста /рис.8/. Поскольку дислокационные петли выросли вблизи центра области С до размеров, превышающих толщину электронномикроскопического образца, и представляют собой отдельные дислокационные сегменты, то провести расчет количества междуузельных атомов в них не представляется возможным. В этой связи на рис.9 приведены закономерности изменения вдоль зоны легирования только плотности дислокаций и концентрации неоновых пор. Можно видеть сохранение асимметрии их распределения относительно

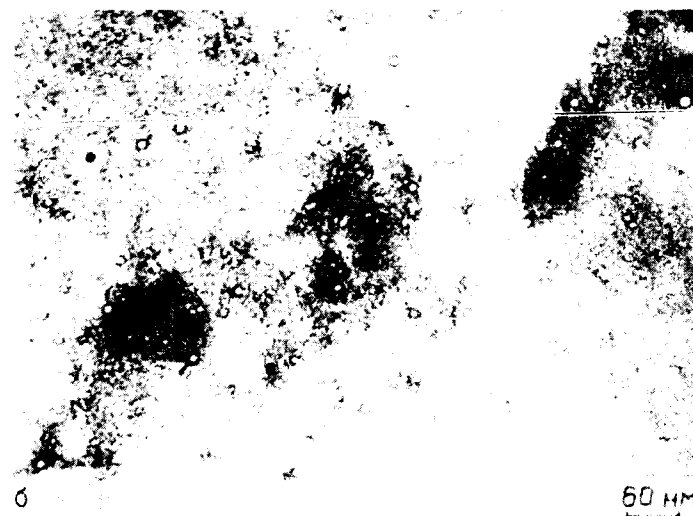
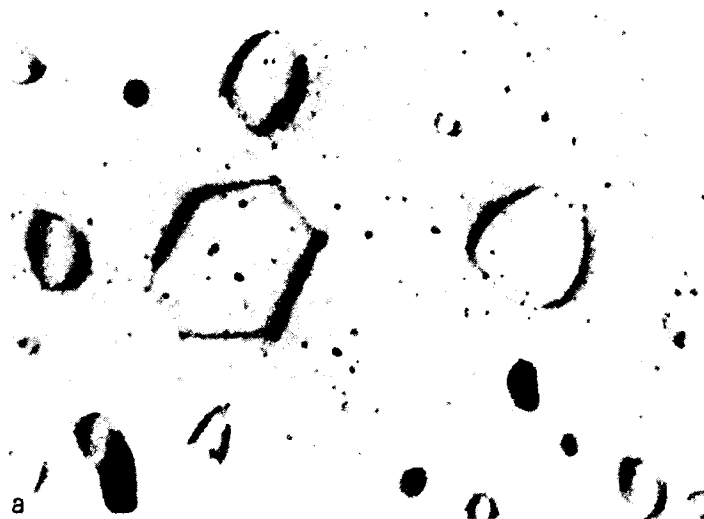


Рис.6. Дефектная структура в зоне страгглинга после отжига при 1100°C: а/ "перефокусированное" изображение; б/ "недофокусированное" изображение.

условного центра области С, т.е. максимумы их концентраций сдвинуты в направлении к области В.

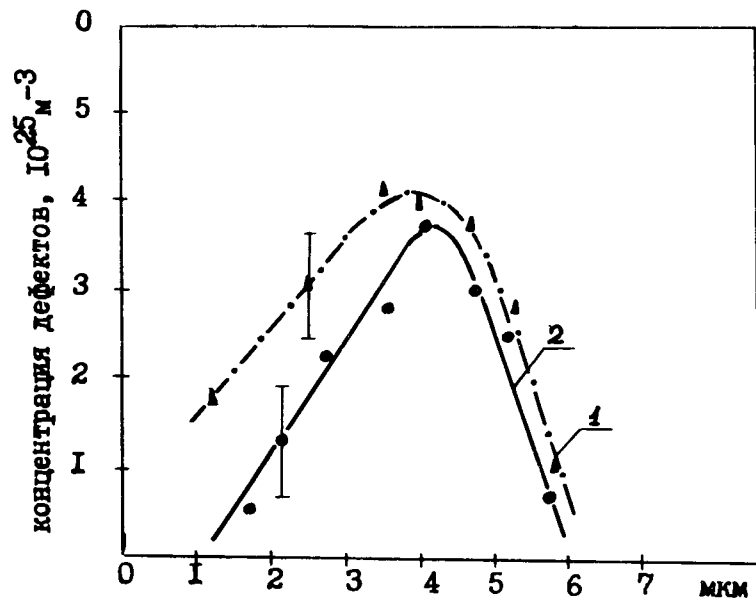


Рис.7. Распределения концентраций вакансий, заключенных в порах, и междоузельных атомов в дислокационных петлях в зоне страгглинга после отжига при 1100°C.

Таким образом, вышеизложенные результаты позволяют выделить следующие три обстоятельства. Во-первых, высокотемпературная стабильность радиационных дефектов в области С определяется только наличием в материале газообразной примеси неона, активно взаимодействующего с вакансиями, которые представляют ему объем для развития неоновой пористости. В то же время из междоузельных атомов формируется дислокационная структура в виде петель /при этом число междоузлий в последних равно числу вакансий в порах/ во всех участках образца вдоль зоны легирования. Во-вторых, границы наблюдаемой в ПЭМ области повреждений в зоне легирования после высокотемпературных отжигов / > 1000°C/ определены: со стороны области Д - концом энергетического профиля повреждения, поскольку неоновые поры наблюдаются только одновременно с междоузельными петлями, т.е. в участках образца, где образуются радиационные дефекты, а со стороны области В - началом профиля легирования, поскольку в облученных участках образца, где отсутствуют неоновые атомы, все радиационные дефекты полностью отжигаются до 1000°C. В-третьих, наблюдаемая асимметричность в распределении скоплений междоузельных атомов в виде дислокационных петель по их концентрации и размерам в зоне легирования, вероятней всего, обусловлена относительным сдвигом в ней профилей повреждаемости и ионного легирования. На рис.10 схематично показана такая ситуация.

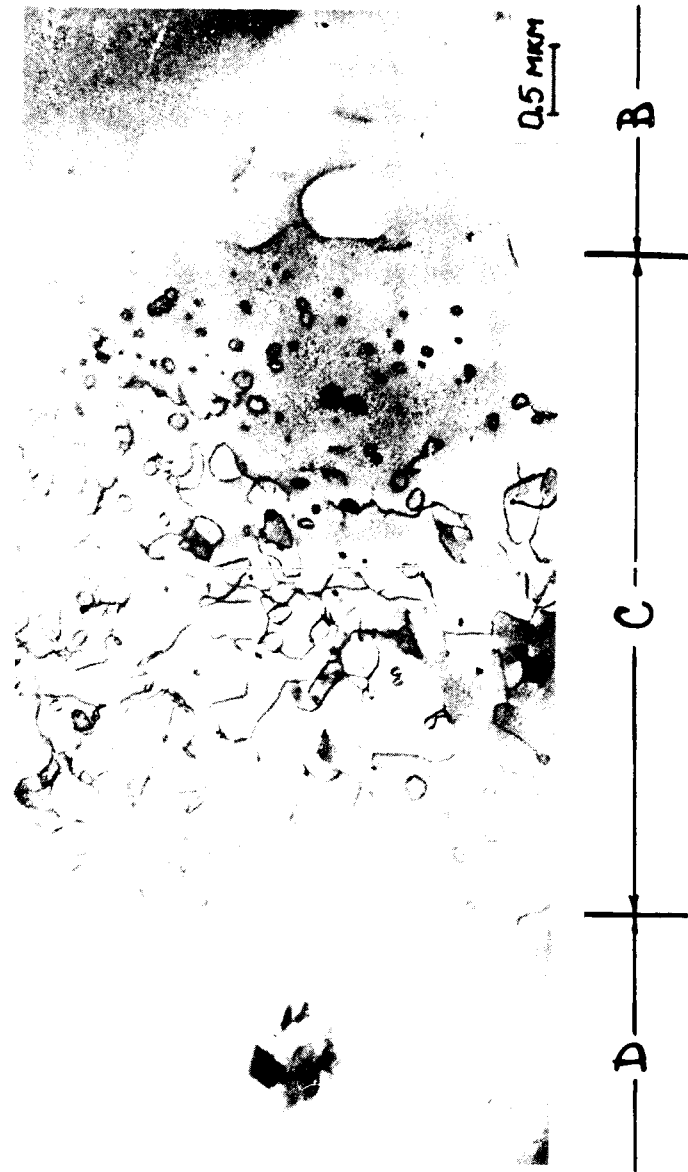


Рис.8. Зона страгглинга в молибдене, облученном ионами неона, после отжига при 1300°C.

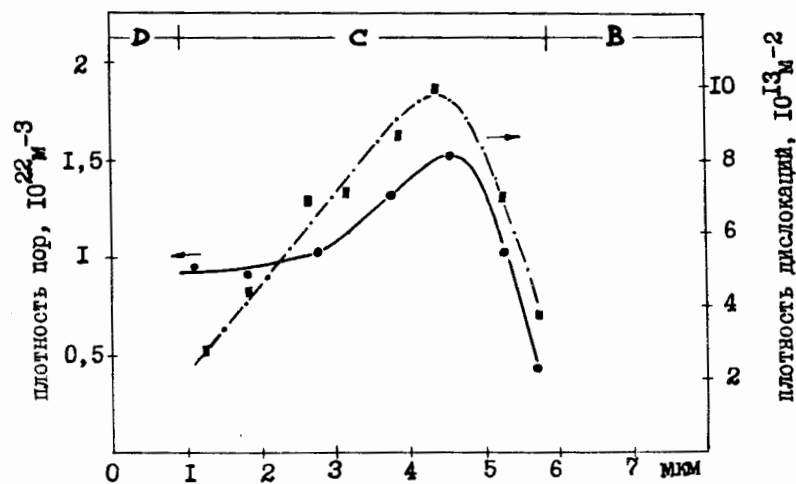


Рис.9. Распределение плотности дислокаций и концентрации неоновых пор в зоне страгглинга после отжига при 1300°C.

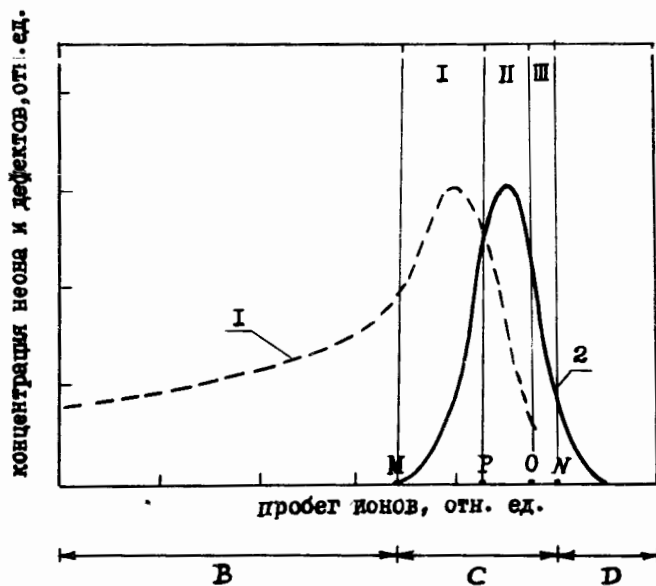


Рис.10. Схематическое изображение профиля повреждаемости и профиля легирования в молибдене, облученном ионами неона.

В соответствии с приведенным выше определением границ наблюдаемой в ПЭМ /рис.4 и 8/ области С она располагается на отрезке NM /рис.10/. Тогда в интервале отрезка NM можно выделить три характерных участка: I участок /MP/ характеризуется возрастанием повреждаемости (N_g) и концентрации неона (C_{Ne}), при этом $N_g \gg C_{Ne}$; II участок /PO/ характеризуется уменьшением повреждаемости (N_g) и дальнейшим возрастанием концентрации неона (C_{Ne}), при этом $N_g < C_{Ne}$; III участок (ON) характеризуется спадом N_g и C_{Ne} , при этом $N_g \ll C_{Ne}$. Из условия, что основной причиной сохранения радиационных дефектов в виде дислокационных петель и пор после высокотемпературных отжигов являются атомы неона, которые в результате взаимодействия с вакансиями и образования комплексов Ne_nV_m уменьшают степень взаимной рекомбинации пар Френкеля, следует, что отношение N_g/C_{Ne} играет определяющую роль в формировании дислокационных петель и, в частности, в появлении асимметрии в их распределении по концентрации и размерам в области С. Кроме того, поскольку время облучения участков образца в области С одинаковое, то определяющим моментом может быть и отношение скоростей создания радиационных дефектов и накопления газовых атомов. В этом плане проанализируем влияние условий облучения на формирование дефектной структуры в участках I-III области С в процессе послерадиационных отжигов.

В участке I высокая скорость создания радиационных дефектов способствует образованию большого количества зародышей междоузельных дислокационных петель, что и определяет их высокую концентрацию, в то же время относительно малая скорость накопления неона способствует сохранению соответственно невысокой концентрации вакансий, избежавших рекомбинации с междоузельными атомами. Последнее и определяет относительно невысокую концентрацию междоузельных атомов в петлях /см. рис.7/, а следовательно, и их размер. В этой связи должна наблюдаться высокая концентрация петель малого размера, что и подтверждается экспериментально.

В участке II более низкая, чем в участке I, средняя скорость создания дефектов хотя и определяет малую концентрацию зародышей дислокационных петель, однако высокая скорость накопления газовых атомов неона способствует сохранению большого числа вакансий, а следовательно, и не рекомбинировавших с ними междоузельных атомов, способствующих интенсивному росту дислокационных петель в процессе послерадиационных отжигов. Все это и обуславливает экспериментально наблюдаемый факт наличия в этом участке невысокой концентрации петель большого размера.

В участке III генерируется невысокий уровень радиационных дефектов, определяющий соответственно малую концентрацию петель, при этом низкая скорость накопления атомов неона и соответствующая ей малая доля связанных с ними вакансий определяют число междоузельных атомов, формирующих дислокационные петли. Поэтому в этом участке области С наблюдается невысокая концентрация петель и меньший, чем в участке II, их размер.

Таким образом, наблюдаемый характер эволюции дислокационной структуры в зоне страгглинга в процессе послерадиационных отжигов полностью определяется наличием в ней атомов неона, а ее морфология зависит от соотношения скоростей повреждаемости и накопления газовых атомов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Kaletta D. KFK 2889, Karlsruhe, Dezember 1979.
2. Choyke W.J. et al. Nucl. Instr. and Meth., 1981, 182/183, p.489.
3. Реутов В.Ф., Фархутдинов К.Г. Заводская лаб., 1978, 5, с.522.
4. Bell W.L. J.Appl.Phys., 1976, 47, p.1677.

Рукопись поступила в издательский отдел
27 июня 1983 года.

Реутов В.Ф. и др.

14-83-444

Изменение дефектной структуры
в зоне легирования молибдена атомами неона
в процессе послерадиационного отжига

Методом просвечивающей электронной микроскопии проведено изучение эволюции радиационных дефектов вдоль зоны легирования молибдена атомами неона в процессе послерадиационного отжига. Показано, что высокотемпературная стабильность радиационных дефектов определяется наличием в материале газообразной примеси неона, а наблюдаемый в процессе послерадиационного отжига характер изменения дислокационной структуры и ее морфология зависят от соотношения скоростей повреждаемости и накопления газовых атомов.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Reutov V.F. et al.

14-83-444

Evolution of Radiation Damage Structure
in Mg Alloying Zone Induced
by Ne Ions During Post-Irradiation Annealing

The evolution of radiation damage structure induced by Ne ions has been studied by the transmission electron microscopy during post-irradiation annealing. It is shown that the high temperature stability of the radiation damages is associated with the neon gas bubble formation. The change in dislocation structure during the after-irradiation annealing is connected with the ratio of the defect formation and the gas atom capturing rates.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С.Виноградовой