

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

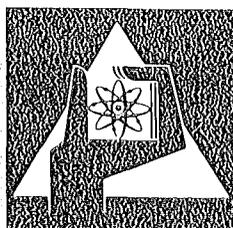
April 1976

KFK 2282

Institut für Material- und Festkörperforschung

**Die Defektstruktur in Vanadium und zwei binären  
V-Ti-Legierungen nach Helium-Implantation bei  
200- und 2000-keV und höheren Temperaturen**

D. Kaletta



**GESELLSCHAFT  
FÜR  
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

**KARLSRUHE**

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.  
KARLSRUHE

K E R N F O R S C H U N G S Z E N T R U M  
K A R L S R U H E

KFK-2282

INSTITUT FÜR MATERIAL- UND FESTKÖRPERFORSCHUNG

DIE DEFECTSTRUKTUR IN VANADIUM UND ZWEI BINÄREN V-TI-  
LEGIERUNGEN NACH HELIUM-IMPLANTATION BEI 200- UND  
2000-KEV UND HÖHEREN TEMPERATUREN\*)

DIETMAR KALETTA

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M.B.H., KARLSRUHE

\*) Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe  
genehmigte Dissertation



## Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden Reinstvanadium und V-3 Gew.-% Ti sowie V-20 Gew.-% Ti im Temperaturbereich 450 - 700°C mit 200-keV- und 2000-keV-Helium-Ionen bis zu Dosen von  $8 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$  bestrahlt. Das Bestrahlungsverhalten der Proben wird sowohl mit den Mitteln der Durchstrahl- als auch der Oberflächen-Elektronenmikroskopie als Funktion der Bestrahlungsdosis, der Bestrahlungstemperatur, des Bestrahlungsflusses, der Bestrahlungsenergie und der Ti-Zulegierung untersucht. Die ortsabhängigen Implantations- und strahlungsinduzierten Schadensprofile werden auf der Basis klassischer Zwei-Körper-Wechselwirkung berechnet und mit den beobachteten Profilen verglichen. Die Clusterung des implantierten Heliums und das Wachstum zu Blasen wird quantitativ in Termen eines defektinduzierten Wachstums und eines Koaleszenzwachstums erklärt. Das Modell erweist sich sowohl für Dosen, die unterhalb der kritischen Dosis von  $2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$  für Blistern (= Oberflächendeformation) liegen, gültig als auch für höhere Dosen.

## THE DEFECT-STRUCTURE IN V- AND V-TI-ALLOYS AFTER IMPLANTATION WITH 200-KEV AND 2000-KEV HELIUM-IONS AT ELEVATED TEMPERATURES

### Abstract

The helium induced surface damage as well as the helium induced bulk damage beneath the surface has been investigated by scanning and transmission electron microscopy techniques. Samples of pure vanadium, V-3 wt.% Ti and V-20 wt.% Ti were implanted with 200-keV and 2000-keV helium ions at temperatures between 450 and 700°C to fluences of  $8 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ . The implantation behavior of the samples was studied as a function of dose, irradiation temperature, ion flux, ion energy, and Ti content. The implantation and damage profiles vs. penetration depth were calculated on the base of classical 2-body encounters and the profiles were compared to the observed ones. The cluster behavior of helium implanted and its growth to bubbles is quantitatively explained in terms of a defect-induced growth and a growth process by coalescence. The model proposed holds for implantation doses below as well as above the threshold dose of  $2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$  for blistering (= surface deformation of samples implanted).

## INHALTSVERZEICHNIS

I.	EINLEITUNG	1
II.	MODELLTHEORETISCHE ANALYSE DES STOSSPROZESSES	4
II.1	Die klassische Theorie des Stoßprozesses	4
II.1.1	Die Stoßkinetik	4
II.1.2	Stoßwahrscheinlichkeiten	7
II.1.3	Grenzen der Anwendbarkeit klassischer Streutheorie	8
II.2	Die Reichweitenverteilung des Heliums im Vanadium und in den binären V-Ti-Legierungen	9
II.2.1	Die Berechnung des totalen Energieverlustes	9
II.2.2	Die Berechnung der totalen Helium-Weglänge und ihre Streuung	12
II.2.3	Die Berechnung der Reichweitenprojektion und ihrer Streuung	14
II.3	Die Schadensverteilung in Vanadium und in den binären V-Ti-Legierungen nach He <sup>+</sup> -Implantation	15
II.3.1	Das Kaskadenmodell	15
II.3.2	Die Schadensverteilung entlang der Helium-Stoßfolge	19
III.	EXPERIMENTELLES	20
III.1	Die Auswahl der experimentellen Parameter	20
III.2	Das Bestrahlungskonzept	23
III.2.1	Die Bestrahlungskonfiguration	23
III.2.1.1	Die Beschleuniger	23
III.2.1.2	Die Bestrahlungsbox	24
III.2.2	Die Bestrahlungsparameter	25
III.3	Die experimentellen Nachuntersuchungsmethoden	29
III.3.1	Die Probenpräparation und Analyse	29
III.3.1.1	Die chemische Analyse der V- und V-Ti-Proben	29
III.3.1.2	Die elektrochemische Präparation	31
III.3.2	Die Elektronenmikroskopie	32
IV.	DIE ERGEBNISSE AUS DER PROBENUNTERSUCHUNG NACH DER HELIUM-IMPLANTATION	34
IV.1	Die statistische Analyse der Defektstruktur	34
IV.1.1	Die Morphologie der Defektstruktur	34
IV.1.2	Die statistischen Parameter	34
IV.1.3	Die Meßdaten	35
IV.2	Die Analyse der Defektstruktur vom Probenvolumen mittels der Durchstrahl-Elektronenmikroskopie (TEM)	43
IV.2.1	Der Einfluß der Bestrahlungsdosis	43
IV.2.2	Der Einfluß der Temperatur	44
IV.2.3	Der Einfluß des Bestrahlungsflusses	48
IV.2.4	Der Einfluß der Bestrahlungsenergie	48
IV.2.5	Der Einfluß der Ti-Zulegierung	51

IV.3	Die Analyse der Defektstruktur der bestrahlten Oberfläche mittels der Rasterelektronenmikroskopie (REM)	52
IV.3.1	Der Einfluß der Bestrahlungsdosis	52
IV.3.2	Der Einfluß der Bestrahlungstemperatur	53
IV.3.3	Der Einfluß der Bestrahlungsenergie	55
IV.3.3.1	Der Einfluß auf die Blistermorphologie	55
IV.3.3.2	Der Einfluß auf die Blisterschichtdicke ("Deckeldicke")	55
IV.3.4	Der Einfluß der Ti-Zulegierung	56
IV.3.4.1	Die V-3Gew.-% Ti-Legierung	56
IV.3.4.2	Die V-20Gew.-% Ti-Legierung	57
V.	MODELLTHEORETISCHE ANALYSE DES DIFFUSIONSPROZESSES BEI BESTRAHLUNG UNTER BERÜCKSICHTIGUNG DER EXPERIMENTELLEN ERGEBNISSE, DISKUSSION	58
V.1	Die strahlungsinduzierte Leerstellenübersättigung	58
V.2	Das Blasenmodell	64
V.2.1	Die Keimbildung und die Rolle der Leerstellen	64
V.2.2	Das Blasenwachstum	72
V.2.2.1	Defektinduziertes Blasenwachstum	73
V.2.2.1.1	Die Leerstellenabsorption	74
V.2.2.1.2	Die Gasabsorption	76
V.2.2.2	Das Koagulationswachstum	81
V.2.2.2.1	Die Blasenwanderung	81
V.2.2.2.2	Die Koaleszenz	83
V.3	Weitere Vergleiche zwischen Experiment und Theorie	91
V.4	Das Blistermodell	92
VI.	ZUSAMMENFASSUNG	97
	LITERATURVERZEICHNIS	101
	VERZEICHNIS DER TABELLEN	106
	VERZEICHNIS DER ABBILDUNGEN	108
	ABBILDUNGEN	112

## I. EINLEITUNG

Das Interesse an Edelgasblasen in Festkörpern wird sowohl durch die gewaltige Entwicklung der Kerntechnik und dem damit realisierten bzw. möglicherweise realisierbarem Bau von Kernreaktoren auf der Basis von Spalt- und Fusionsneutronen als auch durch die grundsätzlichen Aussagen über Materialeigenschaften begründet, die aus geeigneten Untersuchungen des Blasenverhaltens folgen.

Die Bildung von Blasenkeimen im Festkörper ist das Resultat einer Übersättigung an Gasatomen. Diese Übersättigung kann das Ergebnis einer Kernspaltung über  $(n,\alpha)$ -Prozesse in Kernbrennelementen sein - in diesem Fall hat sie zu dem Problem des Porenschwellens geführt (CF66). Sie kann aber auch durch die direkte Implantation von Metallen mit Gasionen herbeigeführt werden (BM63).

Infolge der geringen Löslichkeit der Edelgase in der Matrix (WJ72) setzt die Keimbildung bereits bei niedrigen Edelgaskonzentrationen (At.ppm-Bereich) ein. Die Untersuchungen in dieser Arbeit betrachten das Helium-Gasverhalten, da das Verhalten des Heliums als Transmutationsprodukt von besonderem Interesse und von besonderer Bedeutung ist. Die wesentliche Eigenschaft des Heliums, die es von anderen in die Matrix eingebrachten Fremdatomen unterscheidet (ausgenommen Ne und Ar), ist seine Fähigkeit, schnell zu präzipitieren und in Form von Blasen in den gasförmigen Zustand überzugehen.

Das Wachstum der Blasen ist stets an das Vorhandensein einer hohen Leerstellenkonzentration gebunden, die entweder durch die Bestrahlung in dem Festkörper induziert oder durch hohe Temperaturen thermisch aufgebracht wird (HSLT73).

Das Blasenverhalten, die Keimbildung und das Wachstum, werden dabei spezifisch von dem dosis- und temperaturabhängigen Verhältnis  $c_g/c_v$  aus Gas- und Leerstellenkonzentration bestimmt (WBK74), dessen lokale Verteilung von dem Material und dem Materialzustand abhängt.

Betrachtet man zunächst nur den Bestrahlungseinfluß, so wird durch die Bestrahlungsquelle ein Ratenverhältnis  $K_g/K_v$  vorgegeben, das die erzeugte Anzahl an Gasatomen pro Gitteratom und Sekunde [gpa/s] zur erzeugten Anzahl an Frenkelpaaren (Leerstelle + Zwischengitteratom) pro Gitteratom

und Sekunde [dpa/s] angibt. Die folgende Tabelle I,1 enthält einige für verschiedene Bestrahlungsquellen charakteristische  $K_g$ - und  $K_V$ -Werte (EKS71, C172, FD73, KE74).

Tab. I,1  $K_g$  (g = He)- und  $K_V$ -Werte für verschiedene Bestrahlungsquellen

	Spaltneutronen	Fusionsneutronen	He <sup>+</sup> -Ion	He <sup>++</sup> -Ion
$K_g$ [gpa/s]	$10^{-13} - 10^{-12}$	$10^{-11}$	$0 - 10^{-3}$	$0 - 10^{-9}$
$K_V$ [dpa/s]	$10^{-7} - 10^{-6}$	$10^{-6}$	$0 - 10^{-3}$	$0 - 10^{-5}$

Während bisher das Interesse überwiegend den durch Spaltneutronen erzeugten Matrixschäden galt (PLN71), hat sich das Interesse für höhere  $K_g/K_V$ -Verhältnisse angesichts einer eingeleiteten Fusionsreaktorentwicklung (FD73) zugenommen.

Dennoch weist die offene Literatur bisher keine systematischen Untersuchungen zu dem Helium-Verhalten bei hohen  $K_g/K_V$ -Werten aus, wenngleich auch ein mit hohen Raten einhergehender Oberflächeneffekt, das Blistering, in den Grenzbereichen hoher ( $\geq 0,7 T_m$ ) und niedriger ( $\geq 0,15 T_m$ ) Temperaturen sich in der systematischen Untersuchung befindet (WKZ74).  $T_m$  ist die Schmelzpunkttemperatur in Kelvin.

Für das Fehlen systematischer Untersuchungen für hohe  $K_g/K_V$ -Werte kommt neben dem subjektiven Grund eines bisher geringeren Interesses ebenfalls ein objektiver Grund hinzu, der in den inhomogenen und sich nur teilweise überlappenden Verteilungsfunktionen  $K_g = K_g(x)$ ,  $K_V = K_V(x)$  begründet ist. Das Auftreten von differentiellen Erzeugungsraten, im Falle der Spaltneutronen sind beide Größen räumlich nahezu konstant, erschwert sowohl die theoretische wie experimentelle Untersuchung, da diese Verteilungen ungenügend bekannt und obendrein sehr schmal sind.

Im Falle hochenergetischer Implantationen (Bestrahlungen oberhalb 10 MeV) lassen sich diese Verteilungen mittels verschiedener experimenteller Techniken verbreitern (EB69, Wo70). Die dabei auftretenden Probleme werden z.B.

bei Harkness et al. (HYN72) diskutiert. Insgesamt bleiben diese Verfahren im Falle der Helium-Injektion jedoch auf die Implantation von He-Gehalten unter 100 At.ppm beschränkt, da die zur Verfügung stehenden Flüsse der  $\alpha$ -Beschleuniger relativ gering sind (maximal einige  $\mu\text{A}$ ), wie die Tab. I,1 ausweist.

Das folgende Kapitel, Kap. II, dient daher der Bestimmung dieser Verteilungen und untersucht den durch die Bestrahlung eingeleiteten Stoßprozeß im Rahmen einer klassischen Zwei-Körper-Wechselwirkung. Die Rechnungen basieren für den elastischen Stoßanteil vergleichend auf einem Thomas-Fermi-Potential und einer Superposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential. Der inelastische Stoßanteil wird sowohl mit Modellvorstellungen wie mit empirischen Daten (für den Bethe-Bloch-Bereich) behandelt. Das Ergebnis ist die explizite Angabe der energie- und ortsabhängigen Verteilungsfunktionen für die Helium- und die strahlungsinduzierte Leerstellenverteilung in Reinstvanadium.

Im dritten Kapitel wird die Auswahl der experimentellen Parameter begründet und das Bestrahlungskonzept eingeführt. In diesen Abschnitt fällt die detaillierte Beschreibung der für diese Arbeit konzipierten und gebauten Hochvakuum-Bestrahlungskammer einschließlich der Meßvorrichtungen, deren Genauigkeit die zweite Säule für die quantitative Interpretation der gemachten Untersuchungen war. Die dritte, gleichfalls beschriebene Säule war die Präparation der für die Durchstrahl- (TEM) und Rasterelektronenmikroskopie (REM) hergestellten Proben einschließlich ihrer elektronenmikroskopischen Beobachtung.

Das vierte Kapitel enthält alle experimentellen Daten aus der TEM- und REM-Beobachtung und interpretiert sie bereits phänomenologisch. Die Ordnung der Datenmengen erfolgt unter dem Gesichtspunkt der Dosis-, Temperatur-, Fluß-, Energie- und Materialabhängigkeit des Blasenverhaltens.

Im fünften und abschließenden Kapitel erfolgt die modelltheoretische, d.h. quantitative Interpretation der Meßdaten. Dieses Kapitel führt das zweite Kapitel in dem Sinne weiter, als daß die dort berechneten statischen Verteilungsfunktionen Bestandteile von Ratengleichungen werden, die zu neuen, diffusionsgesteuerten Verteilungsfunktionen für die Helium- und Leerstellenkonzentrationen führen. Aufbauend auf diesen neuen Verteilungsfunktionen

werden verschiedene Keimbildungs- und Wachstumsmodelle für die Heliumblasen sowohl vorgeschlagen wie untersucht und quantitativ mit dem Experiment verglichen. Dabei wird das Diffusionsverhalten des atomaren und gasförmigen Heliums analysiert und diskutiert. In dem letzten Abschnitt dieses Kapitels wird der durch die Heliumimplantation bei sehr hohen Dosen auftretende Oberflächeneffekt des Blisterns modelliert.

## II. MODELLTHEORETISCHE ANALYSE DES STOSSPROZESSES

### II.1 Die klassische Theorie des elastischen Stoßprozesses

In der klassischen Mechanik sind die Stöße zweier Teilchen vollständig durch ihre Geschwindigkeiten und den Stoßparameter bestimmt, d.h. durch den Abstand, in dem sie bei fehlender Wechselwirkung aneinander vorbeifliegen würden. Die klassische Berechnung der Streugrößen ist gültig, wenn die Trajektorie des Stoßprozesses definierbar ist. Der Begriff der Bahn und des Stoßparameters verlieren ihren Sinn, wenn die de-Broglie-Wellenlänge des einfallenden Teilchens die Größenordnung signifikanter Dimensionen erreicht.

#### II.1.1 Die Stoßkinetik

Es wird angenommen, daß die Stöße zwischen dem einfallenden und dem Targetteilchen durch isolierte Zwei-Körper-Ereignisse behandelt werden können. Das Problem besteht in der vollständigen Bestimmung der Bahnkurve des einfliegenden Teilchens während seiner Wechselwirkung mit dem Targetatom. Betrachtet man die Stoßparameter als reine Kraftzentren, dann kann der Bahnverlauf wie in Abb. 2.1 beschrieben werden. In Abwesenheit einer Wechselwirkungskraft  $F(\vec{r})$  zwischen den Partnern bestimmt der Stoßparameter  $p$  den Minimalabstand zwischen dem Targetatom und nicht abgelenktem einfallenden Teilchen. Infolge der Kraft  $F(\vec{r})$  wird jedoch das Primärteilchen um einen Winkel  $\theta_1$  im Labor-System abgelenkt und das Sekundärteilchen um einen Winkel  $\theta_2$  zur ursprünglichen Richtung des stoßenden Teilchens. Der Stoß zwischen zwei Teilchen heißt elastisch, wenn er ohne Änderung ihrer inneren Zustände verläuft. Infolgedessen braucht man bei der Anwendung des Energieerhaltungssatzes auf einen solchen Stoß die innere Energie der Teilchen nicht zu berücksichtigen. Die Formeln für den Stoß nehmen eine besonders einfache Form in dem Bezugssystem an, in dem der

Schwerpunkt beider Teilchen ruht (Schwerpunkt-System). Wegen des Impulserhaltungssatzes sind die Impulse beider Teilchen nach dem Stoß dem Betrag nach einander gleich, aber entgegengesetzt gerichtet, und infolge des Energieerhaltungssatzes bleiben ihre absoluten Größen erhalten. Daher besteht das Ergebnis des Stoßes im S-System in einer Drehung der Geschwindigkeitsvektoren beider Teilchen, wobei die Geschwindigkeiten entgegengesetzt gerichtet und dem Betrag nach erhalten bleiben. Diese Drehung wird durch den Ablenkwinkel  $\theta$  für das Primärteilchen im S-System beschrieben, der durch die Bewegungsgerade des Schwerpunktes, parallel zur Geschwindigkeitsrichtung des Primärteilchens vor dem Stoß, und durch die Schwerpunktsgerade eingeschlossen wird. Abb. 2.2 interpretiert dieses Ergebnis geometrisch. Für den wichtigen Fall, daß das Teilchen vor dem Stoß ruht, fällt die Länge  $OB = A_2 A_1 v_1 (A_1 + A_2)^{-1} = mv$  mit dem Radius  $OC$  zusammen, wobei  $m$  die reduzierte Masse  $A_1 A_2 / (A_1 + A_2)$  bedeutet,  $v_1$  die die Geschwindigkeit des Primärteilchens vor dem Stoß und  $v = |\vec{v}_1 - \vec{v}_2|$  die Relativgeschwindigkeit. Aus der Abb. 2.2 liest man dann für  $OB = OC$  die Beziehungen zwischen  $\theta$  und  $\theta_1, \theta_2$  ab:

$$\tan \theta_1 = \frac{A_2 \sin \theta}{A_1 + A_2 \cos \theta} \quad , \quad \theta_2 = \frac{\pi - \theta}{2} \quad . \quad (2.1)$$

Die Summe  $\theta_1 + \theta_2$  ist der Winkel zwischen den Teilchen nach dem Stoß und offenbar gilt

$$\theta_1 + \theta_2 \begin{cases} \leq \\ > \end{cases} \pi/2 \quad \text{für } A_1 \begin{cases} \geq \\ < \end{cases} A_2 \quad . \quad (2.2)$$

Der Energieverlust des Primärteilchens ist  $T$  und gleich der an das Teilchen 2 übertragenen Energie  $E_2$ . Das Teilchen 1 besitzt nach dem Stoß noch die Energie  $E_1 = E_0 - T$ .

Mit der Abkürzung

$$\gamma = 4A_1 A_2 / (A_1 + A_2)^2 \quad (2.3a)$$

lassen sich  $E_1$  und  $E_2$  in Termen der Primärenergie  $E_0$  ausdrücken:

$$\begin{aligned} T &= \gamma E_0 \sin^2 \theta/2 \\ E_0 - T &= E_0 (1 - \gamma \sin^2 \theta/2) \quad . \end{aligned} \quad (2.3b)$$

Die Gl. (2.1) stellt zusammen mit Gl. (2.3) den Zusammenhang zwischen dem Ablenkwinkel  $\theta_1$  im Labor-System und der Primärenergie her, wenn man die trigonometrischen Funktionen des halben Winkels ausnutzt:

$$\cos \theta_1 = \frac{1}{z} \left\{ (1+A) \left[ \frac{E_0 - T}{E_0} \right]^{1/2} + (1-A) \left[ \frac{E_0 - T}{E_0} \right]^{-1/2} \right\}, \quad A=A_2/A_1. \quad (2.4)$$

Für den Fall des Zentralstoßes zwischen den Partnern ist  $\theta = \theta_2 = \pi$ , und die Bewegung des Primärteilchens wird gestoppt ( $v_1 = 0$ ). Das gestoßene Teilchen läuft nach dem Stoß in der gleichen Richtung und mit der gleichen Geschwindigkeit wie das stoßende Teilchen vor dem Stoß weiter:

$$T(\theta = \pi) = T_{\max} = \gamma E_0. \quad (2.5)$$

Der Stoßprozeß wird, wie die Gl. (2.1-5) ausweisen, vollständig durch den Streuwinkel  $\theta$  bestimmt. Die Berechnung von  $\theta$  liegt in der Lösung der Bewegungsgleichungen unter Berücksichtigung des konkreten Wechselwirkungsgesetzes  $V(\vec{r})$  zwischen den Teilchen.

Zur vollständigen Lösung des Stoßproblems mit einer Zentralfeldwechselwirkung  $V(\vec{r}) = V(|\vec{r}|) = V(r)$  gelangt man am einfachsten, wenn man von den Erhaltungssätzen der Energie und des Drehimpulses ausgeht, ohne die Bewegungsgleichungen aufzuschreiben (LL63).

Die Lösung ist

$$\theta = \pi - 2p \int_{r_{\min}}^{\infty} dr \frac{1}{r^2 \sqrt{1-v(r) - p^2/r^2}}. \quad (2.6a)$$

Hier bedeutet  $r_{\min}$  den Minimalabstand (Abstand der dichtesten Annäherung) der Stoßpartner für gegebenen Stoßparameter  $p$ , bei dem die Quadratwurzel im Integranden von (2.6a) verschwindet:

$$v(r_{\min}) = V(r_{\min})/E_{\text{rel}} = 1 - p^2/r_{\min}^2, \quad (2.6b)$$

und  $E_{\text{rel}}$  die Relativenergie

$$E_{\text{rel}} = \frac{A}{1+A} E_0 . \quad (2.6c)$$

Eine elementare Integration der Gl. (2.6a) ist jedoch nur für wenige spezielle Potentialformen möglich. In der Regel ist man auf eine numerische oder approximative Lösung angewiesen. Zu den approximativen Lösungen gehört die Entwicklung von  $\theta(p)$  bei kleinen und großen Stoßparametern.

Eine ausführliche Darstellung der Approximation, insbesondere auch in höherer Ordnung, findet man z.B. bei G. Leibfried (Lei65).

### II.1.2 Stoßwahrscheinlichkeiten

In physikalischen Anwendungen hat man es im allgemeinen nicht mit der Ablenkung eines einzelnen Teilchens zu tun, sondern mit der Streuung eines Strahles gleichartiger Teilchen, die zwar mit gleicher Energie  $E_0$  auf das Streuzentrum zulaufen, aber infolge verschiedener Stoßparameter unter verschiedenen Winkeln  $\theta$  gestreut werden. Die für diesen Streuprozess wichtige Größe ist der differentielle Stoß- oder Wirkungsquerschnitt  $d\sigma$ , der die Zahl der in gegebenes Winkelintervall  $\theta$  und  $\theta + d\theta$  bzw. Energieintervall bzw. Energieintervall  $T$  und  $T+dT$  gestreuten Teilchen mit Stoßparametern zwischen  $p$  und  $p+dp$  definiert. Bei homogenem Strahlquerschnitt und eindeutiger Beziehung zwischen  $\theta$  und  $p$  ist der Streuquerschnitt durch

$$d\sigma = d(\pi p^2) = 2 \pi p dp = 2 \pi p(T) \left| \frac{dp(T)}{dT} \right| dT . \quad (2.7)$$

Wegen der physikalischen Forderung  $d\sigma > 0$  ist in (2.7) der Absolutwert der Ableitung zu nehmen.

Der totale Wirkungsquerschnitt  $\sigma_{\text{tot}}$ , die "Zielfläche", ist das Ergebnis der Integration über  $d\sigma$

$$\sigma_{\text{tot}}(E_0) = \pi P_{\text{max}}^2 = \int_0^{P_{\text{max}}} 2 \pi p dp = \int_0^{T_{\text{max}}} d\sigma(E_0, T) . \quad (2.8)$$

Der maximale Stoßparameter ist definitionsgemäß gleich dem Separationsabstand, bei dem das Potential  $V(r)$  verschwindet:

$$P_{\max} = r_{\max} \quad \text{mit } V(r = r_{\max}) = 0 .$$

Damit divergiert das Integral (2.8) für alle erst im Unendlichen verschwindenden Potentiale.

Eine weitere wichtige Integralgröße ist die im Mittel übertragene Energie  $\langle T \rangle$ , deren Wert aus der üblichen Mittelwertdefinition für Funktionen folgt,

$$\langle T(E_0) \rangle = \frac{\int T d\sigma(E_0, T)}{\int d\sigma(E_0, T)} = \sigma_{\text{tot}}^{-1}(E_0) \int_0^{T_{\max}} T d\sigma(E_0, T) . \quad (2.9)$$

### II.1.3 Grenzen der Anwendbarkeit klassischer Streutheorie

Die Anwendung der klassischen Mechanik in der Streutheorie setzt eine raumzeitliche Lokalisierung des Streuprozesses voraus, die ein punktweises Abfahren der Bahnkurve im Phasenraum erlaubt. Damit muß (a) die de-Broglie-Wellenlänge  $\lambda$  des einfallenden Teilchens klein gegen eine beliebige signifikante lineare Dimension des Streuers sein und (b) die Streuung innerhalb der durch die Unschärferelation vorgegebenen Grenzen definiert sein (MM49, Bo49).

Aus der Bedingung (a) folgt bei fehlender Abschirmung der Stoßladung, daß  $\lambda$  klein gegen den Stoßdurchmesser

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v_1} \ll b = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{E_{\text{rel}}}$$

ist und bei abgeschirmten Ladungszentren, daß  $\lambda$  klein gegen die Abschirmlänge  $a$  des Streuers ist:

$$\lambda \ll 2 \pi a .$$

Für hohe Relativenergien im Rutherford-Bereich läßt sich aus der Bedingung (a) unmittelbar die Forderung ableiten, daß die Geschwindigkeit des einfallenden Teilchens klein gegen die Elektronengeschwindigkeit  $v_e = e^2/h = 2 \cdot 10^8$  cm/s sein muß,

$$v_1 \leq k \cdot v_e , \quad k \approx Z_1^{2/3} , \quad (2.10)$$

d.h.  $v_1$  ist stets kleiner als  $1/10$  der Lichtgeschwindigkeit;  $v_g$  entspricht der Elektronenumlaufgeschwindigkeit auf der K-Schale im Wasserstoffatom.

Die zweite Bedingung führt zu einer unteren Grenze für den Streuwinkel, da die Impulsschärfe klein gegen die klassische Impulsänderung  $\Delta m\vec{v}_1 = 2mv_1 \sin \theta/2 \approx mv_1 \theta$  und die Ortsunschärfe klein gegen den Minimalabstand der beiden Stoßpartner sein muß (s. Abb. 2.1); ergo

$$\frac{r_{\min} \cdot \theta}{\lambda} \gg 1 \quad (2.11)$$

## II.2 Die Reichweitenverteilung des Heliums im Vanadium und in den binären V-Ti-Legierungen

### II.2.1 Die Berechnung des totalen Energieverlustes

In der statistischen Stoßmechanik wird beim Abbremsprozeß eines energetischen Teilchens im Festkörper der Energieverlust des stoßenden Teilchens pro Stoßweg  $L$  über den mittleren Energieverlust  $\langle T \rangle$  eines Teilchens pro mittlerer freier Weglänge  $\lambda$  (= Stoßlänge) definiert:

$$\left\langle \frac{dE}{dL} \right\rangle = \sum_{i,k} \frac{1}{\lambda_{i,k} \sigma_{i,k}} \int_0^{T_{\max,i}} T_i d\sigma_{i,k}(E_0, T_i) \quad (2.12a)$$

Die Summation läuft über alle Targetelemente  $k$  und über die als unabhängig angenommenen Streumechanismen  $i$  (Bo48). Die mittlere freie Weglänge ist das reziproke Produkt aus der Targetdichte  $n_k$  für das Substratelement  $k$  und dem Streuquerschnitt, bzw.

$$n_k = \frac{1}{\lambda_k \cdot \sigma_k} \quad (2.12 b)$$

In dem hier interessierenden Energiebereich, einige MeV für die Ion-Targetatom-Wechselwirkung und einige keV für die Targetatom-Targetatom-Wechselwirkung, lassen sich die Energieverlustmechanismen durch zwei unabhängige Ereignisse ( $i = 1,2$ ) beschreiben. Der eine wird durch elastische Stöße des Ions mit dem Kern des Substratelementes verursacht.

Dieser elastische Anteil am Energieverlust ( $n$ ) ist wesentlich für die Winkelstreuung der Stoßpartner verantwortlich. Der zweite Energieverlustmechanismus, die inelastische Wechselwirkung ( $e$ ) zwischen dem Ion und dem Elektron des Substrates, führt dagegen zu einer Energiedissipation, die keine merkliche Winkelstreuung bewirkt. Diese Kraft wird wie ein viskoser Dämpfungseffekt behandelt.

Die Berechnung des elastischen Energieverlustes ist möglich, wenn die Form der atomaren Wechselwirkung der Stoßpartner bekannt ist. Infolge der großen kinetischen Energie des Ions relativ zu Gitterenergien wird das atomare Potential durch den repulsiven Anteil bestimmt:

$$V(r) \geq 0; \quad dV(r)/dr \leq 0 \quad 0 < r \leq \infty \quad (2.13a)$$

Außerdem hat das Potential die Thomas-Fermi-Randbedingungen zu erfüllen (Th27, Fe28)

$$\begin{aligned} r \cdot V(r) &\rightarrow Z_1 Z_2 e^2 & r &\rightarrow 0 \\ r \cdot V(r) &\rightarrow 0 & \text{für } r &\rightarrow \infty \\ r \cdot dV(r)/dr &\rightarrow 0 & r &\rightarrow \infty \end{aligned} \quad (2.13b)$$

wenn  $Z_1$  und  $Z_2$  die Kernladungszahlen und  $e$  die elektrische Ladung sind.

Die Diskussion der Wechselwirkung wird auf die in dieser Arbeit benutzten zwei Potentiale beschränkt. Das von Thomas und Fermi eingeführte Thomas-Fermi-Potential (TF-Potential) der Form

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r} f_{TF}(r/a_{TF}) \quad (2.14)$$

ist bei Stoßprozeßberechnungen eingehend von Lindhard, Scharff und Schjøtt (LSS63) untersucht worden. Der wesentliche Nachteil des Potentials liegt in der Überschätzung der Potentialwerte bei interatomaren Abständen, die größer als der Bohrsche Wasserstoffradius  $a_H = 0,59 \text{ \AA}$  sind.

Diesen Abständen korrespondieren Relativenergien von einigen keV und weniger. Eine genauere Repräsentation der Wechselwirkungsenergien für  $r > a_H$  liefert das von Born und Mayer eingeführte (BM32) Born-Mayer-Potential (BM-Potential)

$$V_{BM} = A_{BM} \exp(-r/a_{BM})$$

mit exponentieller Abschirmfunktion. Die von uns benutzte Superposition aus einem Born-Mayer-Potential und einem Bohr-Potential (Ka72)

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r} \exp(-r/a_B) + \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2e a_{BM}} \exp(-r/a_{BM}) \quad (2.15)$$

geht für kleine Abstände, d.h. große Relativenergien in das TF-Potential und für kleine Relativenergien in das BM-Potential über. Die Abb. 2.3 zeigt den Verlauf beider Potentiale (2.14-15) als Funktion des interatomaren Abstandes. Die Potentialdaten enthält die Tab. 2.1. Aus der Abb. 2.4 für die diesen Potentialen entsprechenden spezifischen Energieverluste in der LSS-Notation  $\epsilon = \epsilon(E_0)$ ,  $\rho = \rho(L)$  wird gleichzeitig ersichtlich, daß die BM-Korrektur signifikant nur bei kleinen Relativenergien wirksam ist. Für das Stoßsystem  $\text{He}^+ : V$  mit Relativenergien oberhalb 50 keV dominiert die Rutherford-Wechselwirkung (Coulomb-Streuung).

Tabelle II,1 Potentialkonstanten für das Thomas-Fermi-Potential nach Gl. (2.14) und für die Superposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential nach Gl. (2.15)  
Längen in Å

System	$a_{TF}$	$a_B$	$a_{BM}$	c
He-V	0,1387	0,1506	0,3175	1,5
V-V	0,1038	0,1165	0,2456	1,5

Entscheidend ist jedoch, daß in dieser Energieregion der Abbremsprozeß fast ausschließlich durch das inelastische Stoßverhalten charakterisiert wird. Das von LSS benutzte inelastische Bremsgesetz nimmt einen mit der Geschwindigkeit des stoßenden Teilchens linear abfallenden spezifischen Bremsverlust an,

$$\left(\frac{dE}{dL}\right)_e = k_e \cdot E_0^{1/2} \quad (2.16a)$$

wobei die Proportionalitätskonstante  $k_e$  durch

$$k_e = Z_1^{1/6} \frac{2,9086 \cdot 10^{-14} \cdot n \cdot Z_1 Z_2 a_H}{(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{3/2} \cdot A_1^{1/2}} = \begin{cases} 8,4848 & \text{für He}^+ - V \\ 18,9919 & \text{für V}^+ - V \end{cases} \quad (2.16b)$$

gegeben ist und die Systemparameter enthält. Die Gültigkeit dieses Abbremsprozesses wird von LSS selbst auf Energien mit

$$E_0 \text{ (MeV)} \leq 0,024801 \cdot A_1 Z_2^{4/3} \quad (2.17)$$

beschränkt. Oberhalb dieser Grenzenergie, die für das  $\text{He}^+:\text{V}$ -System bei 250 keV liegt, geht die  $(dE/dT)_e - E_0$ -Kurve in ein Maximum über und fällt dann mit wachsender Projektilenergie. Dieser fallende Kurvenverlauf wurde bisher halbempirisch mit dem Bethe-Bloch-Formalismus beschrieben (WPB66) oder formal durch die LSS-Relation Gl. (2.16) mit empirischen energieabhängigen  $k_e$ -Werten (NS70). Eine neuere Arbeit von Ziegler und Chu auf der Basis der Lindhard-Winther-Theorie (ZC74) unter Benutzung elementarer Hartree-Fock-Slater-Wellenfunktionen führt im Vergleich mit den anderen Modellen zu höheren Werten des inelastischen Energieverlustes, wie die Abb. 2.5 zeigt.

## II.2.2 Die Berechnung der totalen Helium-Weglänge und ihre Streuung

Die totale Weglänge  $L$  des  $j$ -ten Atoms nach  $n$ -Stößen ist nach Abb. 2.6 durch die Summe der einzelnen Stoßwege gegeben

$$L_j = \sum_i l_{ij} \quad , \quad l_{ij} = |\vec{r}_{ij}| \quad , \quad (2.18)$$

die in guter Näherung bei hoher Relativenergie der Stoßpartner, d.h. vernachlässigbarer Beeinflussung durch Gitterkräfte (einige eV), als linear betrachtet werden können. Bei  $N$  einfallenden Teilchen beträgt die mittlere totale Weglänge

$$\bar{L} = \frac{1}{N} \sum_j L_j \longrightarrow \int L f(L, E_0) dL, \quad (2.19a)$$

wenn  $f(L, E)$  die normierte Verteilungsfunktion ist, die die Wahrscheinlichkeit des Teilchens mit Anfangsenergie  $E$  angibt, totale Weglängen zwischen  $L$  und  $L+dL$  zu erreichen; die Normierungsbedingung lautet

$$\int_0^{L_{\max}} f(L, E_0) dL = 1 \quad . \quad (2.19b)$$

Entsprechend gilt für die Mittelwerte höherer Momente die Momentengleichung

$$\langle L^m \rangle = \int L^m f(L, E_0) dL. \quad (2.20)$$

LSS geben eine Verteilungsfunktion an, die zur folgenden Momentgleichung für die totale Weglänge führt.

$${}^m \langle L_k^{m-1} \rangle = \sum_{i,k} n_k \int d\sigma_{i,k}(E_0, T_i) \cdot \left\{ \langle L_k^m(E_0) \rangle - \langle L_k^m(E_0 - \sum_i T_i) \rangle \right\}. \quad (2.21)$$

Damit gilt für die mittlere Weglänge ( $m=1$ ) in erster Ordnung (Taylor-Entwicklung des Integranden bis zur 1. Ordnung)

$$\langle L^1 \rangle = \int_0^{E_0} \left( \frac{dE}{dL} \right)^{-1} dL \quad (2.22)$$

Entsprechend gilt für die Weglängenstreuung ( $m=2$ ) in erster Ordnung

$$\langle \Delta L^2 \rangle = \int_0^{E_0} \frac{\sum_k n_k \int T_n^2 d\sigma_{n,k}}{\langle dE/dL \rangle^3} dE. \quad (2.23)$$

Eine Mitnahme höherer Ordnungen ist nur dann erforderlich, wie LSS am Beispiel des inversen Potenzpotentials zeigen konnten, wo exakte Lösungen für diese Integralgleichungen existieren, wenn die Fehler unter 5% liegen sollen.

Experimentell sind jedoch bisher Reichweitenexperimente mit einem Fehler unter 5% nicht bekannt, so daß wir nur die Momente in 1. Ordnung berechnen.

In der Tab. II,2 wird der Einfluß der beiden Potentialtypen nach Gl. (2.14 u. 15) auf die totale Weglänge und die Standardabweichung nach obigen Gleichungen gezeigt. Das verwendete inelastische Streugesetz ist durch Gl. (2.16) gegeben. Der Potentialeinfluß ist in beiden Momenten unter 10% und speziell für die hier interessierenden Energien 240 und 2000 keV nicht signifikant. Eine Änderung des inelastischen Streugesetzes ist bzgl. der Reichweiten und ihrer Verteilung wegen der Dominanz dieses Streutermes für  $\text{He}^+$ -Energien oberhalb 10 keV einschneidender, da er nahezu reziprok in die Berechnung der totalen Weglänge eingeht. Eine ausführlichere Diskussion des Potentialtyps und seine Bedeutung für Reichweitenberechnungen erfolgt bei D. Kaletta (KS72).

Tabl. II,2 Der Einfluß der Potentiale nach Gl. (2.14), Thomas-Fermi-Potential, und Gl. (2.15), Bohr- und Born-Mayer-Potential, auf die totale Weglänge L und die Standardabweichung  $\Delta L^2$ , wenn ein inelastisches Streugesetz nach Gl. (2.16) verwendet wird.

$E_0$ [keV]	L (He <sup>+</sup> -V) [ $\mu\text{m}$ ]		L (V <sup>+</sup> -V) [ $\mu\text{m}$ ]	
	B + BM	TF	B + BM	TF
10	0,158	0,148	0,009	0,009
100	0,754	0,682	0,057	0,054
240	1,110	1,138	0,127	0,123
2000	3,917	3,913	0,942	--

$E_0$ [keV]	$\Delta L^2$ (He <sup>+</sup> -V) [ $\mu\text{m}$ ]		$\Delta L^2$ (V <sup>+</sup> -V) [ $\mu\text{m}$ ]	
	10	0,0155	0,0140	0,0027
100	0,028	0,0245	0,0194	0,0179
240	0,029	0,0265	0,0400	0,0371
2000	0,029	0,0276	0,147	--

### II.2.3 Die Berechnung der Reichweitenprojektion und ihrer Streuung

Für die Experimente in dieser Arbeit sind jedoch nicht die totale Weglänge bzw. Reichweiten die entscheidende Größe, sondern die experimentell zugängliche Eindringtiefe  $R_p$ , die die Projektion vom Ruhepunkt des abgebremsten Projektils auf die Targetoberfläche darstellt. Analog zur Integralgleichung Gl. (2.21) ist die Eindringtiefe durch

$$1 = \sum_{i,k} n_k \int d\sigma_{i,k} \left[ R_{p,k}^1(E_0) - R_{p,k}^1(E_0 - T_n, \cos \theta_1) \right] \quad (2.24)$$

gegeben, wenn  $T_n$  den für die Ablenkung wesentlichen elastischen Energietransfer angibt und der Winkel  $\theta_1$  nach Gl. (2.4) den Stoß im Labor-System definiert. Die Lösung der Gleichung erfolgt wieder unter der Annahme kleiner  $T/E_0$ -Verhältnisse, so daß die Taylor-Entwicklung nach dem 1. Glied abgebrochen werden kann. Die Annahme kleiner  $T/E_0$ -Werte wird durch die Form des differentiellen Streuquerschnittes für die Potentiale (2, 14-15) gerechtfertigt, da dieses Streugesetz die Vorwärtsstreuung

mit kleinen Energieüberträgen bevorzugt. Das Lösungsintegral lautet

$$\langle R_p^{-1} \rangle = \int_0^{E_0} \frac{dE'}{\beta(E')} \exp \left[ \int_{E_0}^{E'} \frac{\alpha(E'')}{\beta(E'')} dE'' \right], \quad (2.25)$$

wobei die  $\alpha, \beta$ 's Funktionen der Energieverluste sind. Eine ausführliche Darstellung der Lösung und ihrer numerischen Handhabung findet man z.B. bei Johnson und Gibbons (JG69).

### II.3 Die Schadensverteilung in Vanadium und in den binären V-Ti-Legierungen nach $\text{He}^+$ -Implantation

#### II.3.1 Das Kaskadenmodell

Die Wechselwirkung zwischen Strahlung und Festkörper führt zu Modifikationen der Festkörpereigenschaften; dieses Phänomen wird gewöhnlich als Strahlungsschaden beschrieben. Die hier interessierende Bestrahlung mit Teilchen endlicher Ruhemasse beeinflusst den Festkörper entweder durch eine Verlagerung von Gitterbausteinen oder durch eine Anregung von Elektronen aus ihrem Grundzustand sowie durch eine Anregung von Gitterwellen. Die elastische Wechselwirkung beschreibt die Verlagerung von Gitteratomen und wird verschiedentlich auch als Wigner-Effekt bezeichnet, da E.P.Wigner 1943 diesen Effekt für neutronenbestrahlte Reaktormaterialien vorhersagte. Auf Schäden infolge inelastischer Wechselwirkung wird nicht näher eingegangen, da sie keinen Beitrag zum Wigner-Effekt liefern. Die einfachste Störung der dreidimensionalen Kristallgitter-Periodizität besteht in der Heraushebung eines Atoms aus seiner stabilen Position unter Zurücklassung eines unbesetzten Gitterplatzes oder einer Leerstelle.

Ein Maß für die durch den Beschuß erzeugte Schädigung ist die Zahl  $N$  der pro Zeiteinheit  $t$  erzeugten Defektpaare (= Leerstelle + Zwischengitteratom), die Defekterzeugungsrate  $K_V$

$$K_V = \frac{N}{t} \quad [\text{s}^{-1}], \quad (2.26)$$

die bei Normierung auf die Zahl der Gitteratome pro  $\text{cm}^3$  die Dimension  $[\text{dpa/s}] = [\text{displacement per atom and second}]$  besitzt. Die für die Erzeugung eines Defektpaares erforderliche Minimalenergie oder Verlage-

rungsenergie  $E_D$  ist im allgemeinen gitteranisotrop. Für Metalle liegt sie in der Größenordnung von 20-40 eV; für Vanadium wird der Wert  $E_D = 25$  eV benutzt (MC74).

Die direkte Berechnung der Defekterzeugungsrate aus empirischen Daten ist nicht möglich. Ihr Wert hängt von dem zugrunde gelegten Kaskadenmodell für die Defekterzeugung ab. Das einfachste, von Kinchin und Pease entwickelte Modell (KP-Modell) nimmt eine isotrope Energieübertragung  $T$  für die stoßenden Teilchen an und erhält die Zahl  $n_D$  der Frenkel-Paare oder verlagerten Atome in einer Kaskade, die vom PKA (primary knock-on atom) der Energie  $T_0$  ausgelöst wird, die Darstellung (KP55)

$$n_D = \begin{cases} 0 & T_n < E_D \\ 1 & E_D \leq T_n < 2E_D \\ \xi \cdot T_n / 2 \cdot E_D & 2E_D \leq T_n < E_I \\ \xi \cdot E_i / 2 \cdot E_D & E_I \leq T_n \end{cases} \quad \text{für} \quad (2.27)$$

wenn  $E_I$  eine obere Energie (Ionisationsenergie) ist, oberhalb der keine elastische Wechselwirkung mehr auftritt. Das Kinchin-Pease-Modell berücksichtigt keine Energiedissipation unterhalb  $E_I$  und damit ist  $T_n = T$ . Der Potentialformfaktor oder die Schadenseffizienz  $\xi$  ist im KP-Modell identisch 1. Der Kaskadenfaktor  $n_D$  ist eine statistische Größe. Bei scharfer, hier angenommener Verlagerungsschwelle ist die Maximalzahl  $n_D^{\max} = T_n/E_D$ , falls das PKA bei jedem Stoß gerade die Energie  $E_D$  überträgt ( $T_n \gg E_D$ ), die Minimalzahl ist  $n_D^{\min} = 1$ , falls das PKA bei jedem Stoß eine Energie kleiner als  $E_D$  überträgt.

In einer ersten Erweiterung dieses Modells wird die Forderung nach einer Grenzenergie  $E_I$  aufgehoben, und es werden auch die elastischen Anteile für Stoßenergien größer als  $E_I$  mitgenommen. Kennt man die einzelnen Energieverlustanteile im Stoßprozess, so läßt sich der elastische Energieanteil für die Stoßfolge im Abbremsprozeß des einfallenden Teilchens angeben (KE74a)

$$T_n = \int_{L(E_D)}^{L(T_0)} \left( - \frac{dE}{dL} \right)_n dL(T). \quad (2.28)$$

Diese elastische Energie überschätzt noch die wahre zur Verfügung stehende Schadensenergie  $T_D$ , da die im Primärstoß und in Folgestößen verlagerten Gitteratome beim Aufbau ihrer Kaskaden ebenfalls inelastische Stoßverluste erleiden. Die Bildung von Kaskaden ist nach (2.27) nur dann möglich, wenn das im  $i$ -ten Stoß verlagerte Teilchen eine Energie  $T_n^{(i)} \geq 2E_D$  erhält. Liegen Austauschstöße vor,  $E_D < T_n^{(i)} < 2E_D$ , so ist  $T_n^{(i)} = T_D$ .

Für die Schadensenergie  $T_D$  gilt damit

$$T_D = \sum_{i=1}^1 \sum_{j=1}^{m_i} T_n^{(i,j)} \quad \text{für } T_n^{(i)} \geq 2E_D \quad (2.29)$$

$$T_D = T_n \quad E_D < T_n^{(i)} < 2E_D$$

wenn  $T_n^{(i,j)}$  die bei  $j$ -ten Stoß in der  $i$ -ten Kaskade übertragene elastische Energie ist, wobei

$$E_D \leq T_n^{(i,j)} < T_n^{(i)}$$

gilt.

Im statistischen Modell ist für den Einzelstoß der Stoßparameter  $p$  und damit die übertragene Energie  $T_n^{(i)} = T_n^{(i)}(p, E)$  nicht bekannt, so daß man gemäß Gl. (2.9) die pro Stoß im Mittel übertragene Energie  $\langle T_n \rangle$  heranzieht und die Stoßfolge des einfallenden Teilchens in  $l$  Stöße mit  $l$  mittleren Energieüberträgen zerlegt (KE74b)

$$T_n = \sum_{i=1}^1 \langle T_n^{(i)} \rangle \quad (2.30)$$

$$T_D = \sum_i \sum_j \langle T_n^{(i,j)} \rangle$$

Im NRT-Modell nach Norgett, Robinson und Torgett (NRT72) wird die Schadensenergie  $T_D$  nach einem Kaskadenmodell von Lindhard, Nielsen, Scharff und Thomsen (LNST63) angegeben, das eine allgemeine Integralgleichung für  $T_n/T_D$  enthält. Die approximative Lösung dieser Gleichung führt auf eine Näherungsformel, für die Robinson ein Polynom  $g(\epsilon)$  angibt:

$$T_D = T_o - T_e = \frac{T_o}{1 + k^* \cdot g(\epsilon)}$$

$$g(\epsilon) = 3,4008 \epsilon^{1/6} + 0,40244 \epsilon^{3/4} + \epsilon \tag{2.31}$$

$$k^* = 0,1337 \cdot Z_1^{1/6} \cdot (Z_1/A_1)^{1/2}$$

$$\epsilon = [A_2 T_o (A_1 + A_2)^{-1}] \cdot (a/Z_1 Z_2 e^2)$$

$$a = \left[ \frac{9\pi^2}{128} \right]^{1/3} \cdot a_H \cdot (Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{-1/2}$$

Tab. II,3 Vergleich der Schadensenergien  $T_D$  als Funktion der Primärteilchenenergie  $E_o$  für verschiedene Kaskadenmodelle an den Systemen  $He^+ - V$  und  $V^+ - V$ .  
Energien in keV

System	$E_o$	$T_D^{1)}$	$T_D^{2)}$	$T_D^{3)}$	$T_D^{4)}$
$He^+ - V$	50	50	8,2	8,2	10,2
	100	51	10,0	10,0	12,4
	1000	51	13,4	13,4	16,1
$V^+ - V$	50	50	43,5	28,5	31,5
	100	51	85,5	57,0	57,0
	1000	51	501,5	280,0	265,6

1) (KP55)    2) (KE74)    3) diese Arbeit    4) (NRT72)

Der Ausdruck (2.31) basiert auf einer elastischen Wechselwirkung vom Thomas-Fermi-Typ (Gl. 2.14) und aus einem inelastischen Energieverlust nach Gl. (2.16).

Die Tab. II,3 enthält die Schadensenergien für die verschiedenen Modelle bei einer  $He^+ - V$ - und  $V^+ - V$ -Wechselwirkung. Die Berechnung der Werte mit der Referenz (diese Arbeit) beruht auf einer elastischen Wechselwirkung nach Gl. (2.15) und einem inelastischen Energieverlust nach Gl. (2.16). Der Potentialeinfluß auf die  $T_D$ -Werte ist infolge der Tatsache kleiner übertragener mittlerer Energien pro Stoß stärker als bei der Reichweitenberechnung; erwartungsgemäß überschätzt die TF-Wechselwirkung den wahren

Wert, wie das System  $\text{He}^+ - V$  zeigt.

Die Berechnung der erzeugten Frenkel-Paare  $n_D$  erfolgt nach Gl. (2.27), wenn ein realistischer Potentialformfaktor von  $\xi = 0,8$  gewählt wird (EKS71, Ro71) und  $T$  durch  $T_n$  bzw.  $T_D$  ersetzt wird. Für die Defekterzeugungsrates  $K_V$  gilt dann nach Normierung auf die Zahl der Gitteratome pro Schädigungsvolumen  $V = 1 \text{ [cm}^2] \cdot x \text{ [cm]}$

$$K_V = n_D \cdot \phi / (n_A \cdot x) \quad (2.32)$$

wenn  $\phi$  der Teilchenfluß pro  $\text{cm}^2$  und s,  $n_A$  die Targetdichte pro  $\text{cm}^3$  und  $x$  die Tiefe des Schädigungsvolumens ist, die in der Regel ein Mehrfaches von  $2 \cdot [(\overline{R_p^2}) - (R_p)^2]^{1/2} = 2\sigma$  ist. In dieser Arbeit wird stets ein Volumen gewählt, in dem 95% aller Teilchen liegen, d.h.  $x = 3,92\sigma$ .

### II.3.2 Die Schadensverteilung entlang der Helium-Stoßfolge

Infolge der nicht homogenen Schädigung der Proben durch die einfallenden Helium-Teilchen interessiert nicht nur der totale entstandene Schaden, sondern speziell seine Verteilung entlang der Eindringtiefe  $R_p$ . Die Abb. 2.7a zeigt qualitativ den Energieverlust eines "mittleren" Teilchens mit der Energie  $E_0$  entlang der Eindringtiefe. Für einen Teilchenfluß existiert realiter jedoch eine Reichweitenverteilung für die Ruhepunkte der gestoppten Teilchen. Diese Verteilung wird, wie die Abb. 2.7b zeigt, als gaußisch angenommen und besitzt explizit die Form

$$N = \phi t \cdot \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp \left[ - \frac{(R_p - \langle R_p \rangle)^2}{2 \sigma^2} \right]$$

$$N \quad \text{Konzentration der gestoppten Ionen pro cm}^3 \quad (2.33)$$

$\phi t$  einfallende Teilchenzahl pro  $\text{cm}^2$

$\langle R_p \rangle$  mittlere Eindringtiefe

$\sigma^2$  Varianz

Die Faltung dieser Verteilungsfunktion mit der Energieverlustfunktion als Funktion der Eindringtiefe

führt auf das Integral (KLD71)

$$S(R_p) = \int_0^{L_{\max}} f(R'_p) S(R-R_p) dR'_p, \quad (2.35)$$

das die in Abb. 2.7b gezeigte Verteilung der elastischen Energie infolge der Reichweitenverteilung zeigt. Die Codierung von Gl. (2.35) auf der Basis von LSS-Größen ist von Menning und Müller im Programm E-DEP-1 durchgeführt worden und berücksichtigt den inelastischen Energieverlust in der Kaskade auf der Basis des NRT-Modells.

Die Berechnung von  $S(R-R_p)$  kann wahlweise entweder proportional zu  $\langle T_n \rangle$  oder  $\langle T_D \rangle$  durchgeführt werden.

In der Abb. 2.8 werden die Reichweitenverteilungen  $R_p$  und Schadensverteilungen  $\langle S_D \rangle$  auf der Basis von LSS-Größen unter Korrektur des inelastischen Energieverlustes für die He-V-Wechselwirkung oberhalb  $E_0 = 100$  keV nach (WBP66), s.a. Abb. 2.5, für die verschiedenen benutzten Heliumteilchenenergien graphisch dargestellt. Die Helium-Verteilungen sind im Energiebereich 50-2000 keV nahezu gleich breit und fast eine Größenordnung breiter als die für die totale Weglänge. Der Schaden pro Ion verdoppelt sich erst bei 40-facher Energieerhöhung, was den dominanten inelastischen Energieanteil am Abbremsprozeß bei diesen Energien indiziert. Die Schadensverteilung ist grundsätzlich relativ zur Ionenverteilung der Oberfläche benachbarter.

### III. EXPERIMENTELLES

#### III.1 Die Auswahl der experimentellen Parameter

Die Auswahl der zu bestrahlenden Materialien erfolgte nach gitterstrukturellen und technologischen Gesichtspunkten. Die systematische Untersuchung der strahlungsinduzierten Phänomene konzentrierte sich von Beginn an auf kubisch-flächenzentrierte Materialien wie Ni oder Cu (BK72, No72) oder auf Ni- und Fe-Basislegierungen, während die systematische Untersuchung der Strahlungsschäden in kubisch-raumzentrierten Metallen und Werkstoffen (Bö69) infolge ihrer geringen Bedeutung für natriumge-

kühlte Schnelle Brutreaktoren (Spaltreaktoren) in den Hintergrund trat. Die Bedeutung der kubisch-raumzentrierten Materialien für Strukturmaterialien in Kernreaktoren wuchs erst wieder, als mit dem Fusionsreaktor-konzept die Forderung nach hochwärmfesten Strukturmaterialien verbunden wurde (FD73).

Die in dieser Arbeit untersuchten Materialien, Vanadium und zwei binäre V-Ti-Legierungen mit drei bzw. 20 Gew.-% Titan, sind von kubisch-raumzentrierter Struktur (Pe58) und sind als Strukturmaterial von möglicher Bedeutung in Konzeptstudien für Fusionsreaktoren (St33). Neutronenphysikalische Untersuchungen haben gezeigt, daß die neutroneninduzierte Aktivität und assoziierte Nachwärme von Vanadium anderen hochwärmfesten Materialien wie Niob überlegen ist. Zusätzlich erhöht sich mit Vanadium als Strukturmaterial für die Erste Wand im Fusionsreaktor das Tritium-Brutverhältnis um 2% gegenüber Nb, wenn das Tritium-Brutverhältnis das Verhältnis aus Tritium-Erzeugung und Verbrauch unter Einschluß der  ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$ - und  ${}^7\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$ -Reaktionen darstellt.

Infolge der Forderung nach physikalisch einfachen und überschaubaren Wechselwirkungsprozessen zwischen Bestrahlung und Festkörper sowie zwischen strahlungsinduzierten Defekten und Festkörper, die Wechselwirkungen von Implantat und Schaden mit mehrdimensionalen Gitterfehlern wie Versetzungen und Phasengrenzflächen ausschließt, wurden in dieser Arbeit die Bestrahlungsexperimente vorwiegend mit rekristallisiertem Reinstvanadium durchgeführt und für die Analyse des Blasenwachstums benutzt.

Die Wahl der Eckwerte für die Bestrahlungsparameter wurde durch die Zielsetzung der Arbeit, die Untersuchung der Helium-Blasenentwicklung, bestimmt. Das Auftreten von Blasen und ihr Wachstum während der Bestrahlung erfolgt oberhalb  $0,3 T_m$  ( $T_m$  = Schmelzpunkttemperatur in Kelvin); diese Temperatur ist durch die Leerstellenbeweglichkeit im Festkörper gegeben. Als obere Temperaturgrenze für das Experiment wurde die Temperatur  $0,5 T_m$  gewählt, bei der die Leerstellenübersättigung, d.h. der Quotient aus strahlungsinduzierter und thermischer Leerstellenkonzentration gegen 1 geht. Der Einfluß thermischer Leerstellenkonzentrationen auf das Wachstumsverhalten als Funktion der Temperatur wurde nicht untersucht. Die Helium-Implantationsenergie wurde so gewählt, daß Oberflächeneinflüsse chemischer und/oder physikalischer Natur wie Oxidfilme

oder Zerstäubungsprozesse vernachlässigbar wurden. Der benutzten Standardenergie von 240 keV entspricht eine mittlere Eindringtiefe des Heliums ins Vanadium von 0,75  $\mu\text{m}$ . Die implantierte He-Menge variierte um mehrere Größenordnungen von einigen At.ppm bis zu einigen At.% und ließ damit die Untersuchung der Blasenentwicklung unter "verdünnten" und "verdichteten" Konzentrationsbedingungen zu. Durch die Implantation hoher He-Gehalte konnte gleichzeitig der mögliche Einfluß interstitieller gasförmiger Fremdatome in Vanadium wie Sauerstoff und Stickstoff ( $\approx 100$  At.ppm) auf die Keimbildung von Blasen im Festkörper vernachlässigbar gemacht werden. Die Deponierung hoher He-Gehalte erlaubte ebenfalls die Untersuchung des Blistereffektes, da die Löslichkeit des Heliums im Festkörper gering ist.

Einige der in dieser Arbeit benutzten Bestrahlungskennwerte wie das Temperaturintervall und die Defekterzeugung bei der Implantation hoher He-Mengen sind ebenfalls von technologischer Relevanz. Die Erzeugung des Heliums durch  $(n,\alpha)$ -Reaktionen und die Bombardierung der ersten Wand des Fusionsreaktors durch He-Ionen aus dem Plasma verursachen einen der wichtigsten Strahlenschäden, da das Helium (1) Volumeneffekte wie Schwellen und Hochtemperaturversprödung und (2) Oberflächeneffekte wie Wanderosion und erosionsinduzierte Plasmakontamination beeinflusst. Die totale erzeugte Helium-Menge in einer ersten Wand aus Vanadium beträgt etwa 9000 At.ppm bei einer Wandstandzeit von 10 Jahren (FD73).

Die Bestrahlung wurde ausschließlich mit Helium-Ionen vorgenommen, um die Blasenbildung wie ihr Wachstum "störungsfrei" analysieren zu können. Die simultane oder sequentielle Bestrahlung mit Helium und schweren Ionen (z.B.  $\text{V}^+$ ,  $\text{Ti}^+$ ), wie sie im Rahmen von Simulationsexperimenten zur Simulation neutroneninduzierter Strahlenschäden vorgenommen wird, führt zu einer Erschwernis der Analyse des Blasenwachstums, da infolge der durch den Schwerionenbeschuß induzierten hohen und inhomogenen Leerstellenübersättigung, deren Verteilung weder mit der He-Schadens- noch Helium-Verteilung koinzidiert, das Blasenwachstum stark beeinflusst wird und ein Übergang vom Blasen- zum Porenwachstum mit unterschiedlicher Wachstumscharakteristik (BP69) auftritt.

## III.2 Das Bestrahlungskonzept

### III.2.1 Die Bestrahlungskonfiguration

#### III.2.1.1 Die Beschleuniger

Die Bestrahlung der Proben mit einfach geladenen Helium-Teilchen erfolgte für Teilchenenergien unter 250 keV am UNILAC-Testinjektor der Gesellschaft für Schwerionenforschung, Darmstadt, und für Teilchenenergien um 2000 keV am Van-de-Graaff-Beschleuniger der Gesellschaft für Kernforschung Karlsruhe.

Der UNILAC-Testinjektor besteht aus einer Duoplastmatron-Ionenquelle mit einem Entladungsstrom von 20 A im Dauerbetrieb und einer Beschleunigungsstrecke für positiv geladene Teilchen, die eine maximale Teilchenenergie von  $300 \cdot Z$  [keV] erlaubt, wenn Z der Ladungszustand des zu beschleunigenden Teilchens ist (Kr74).

Die Separation des beschleunigten Teilchenstrahls nach Massenzahl und Ladungszustand der Teilchen erfolgte durch einen C-Magneten mit  $90^\circ$ -Ablenkung nach der Gleichung

$$B \cdot r = 144(A_1 U/Z)^{1/2} \quad (3.1)$$

B [G]	Magnetfeld
r [cm]	Krümmungsradius der Ionenbahn
U [V]	Beschleunigerspannung
$A_1$	Massenzahl des Ions .

Nach der Ablenkung stand für die Implantation je nach Fokussierung eine  $\text{He}^+$ -Strahldichte von 10-100  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  zur Verfügung, was einem Teilchenfluß von  $6,24 \cdot 10^{13}$  bis  $6,24 \cdot 10^{14}$   $\text{He}^+/\text{cm}^2\text{s}$  entspricht. Der Strahlfleck hatte dabei eine Fläche von 2-4  $\text{cm}^2$ .

Der Betriebsdruck des Beschleunigersystems lag zwischen  $4 \cdot 10^{-6}$  und  $2 \cdot 10^{-7}$  Torr.

Der Van-de-Graaff-Beschleuniger stellt eine Teilchenenergie von 1000 Z bis 3000 Z [keV] zur Verfügung. Der  $\text{He}^+$ -Teilchenstrom lag bei 10  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , und der Strahlfleck betrug 2-3  $\text{cm}^2$ . Die Bestrahlung erfolgte im  $0^\circ$ -Kanal und war damit nicht nach Ionen und Ladungszuständen sortiert. Aufgrund der Betriebskonditionen wurde die Strahlreinheit für  $\text{He}^+$  mit etwa

98% angegeben (Er74). Der Betriebsdruck des Beschleunigersystems war ebenfalls besser als  $4 \cdot 10^{-6}$  Torr.

### III.2.1.2 Die Bestrahlungsbox

Für die nieder- und mittelergetische Ionen-Implantation, wie sie diese Arbeit vorsah, wurde eine Bestrahlungsbox gebaut, die folgende Anforderungen zu erfüllen hatte:

- (1) Vakuumauslegung besser als einige  $10^{-6}$  Torr
- (2) Elektrisch isolierte Probenaufhängung zur kontinuierlichen Ionenstrahlregistrierung
- (3) Reproduzierbare Aufheizbarkeit des Probenhalters auf  $\approx 800^{\circ}\text{C}$  unter Hochvakuumbedingungen
- (4) Geringe Wärmekapazität des Probenhaltersystems, um thermische Störungen des Systems infolge der Strahlstromaufheizung (bis  $20 \text{ W/cm}^2$ ) ausregeln zu können
- (5) Multi-Targetbetrieb.

Die Abb. 3.1 zeigt die hierfür entwickelte Hochvakuumkammer. Der Ionenstrahl trifft über ein Blendensystem den Targethalter mit der Probe. Der Strahl kann kontinuierlich zwischen 0 und  $1,0 \times 1,5 \text{ cm}^2$  ausgeblendet werden. Aufgrund des Strahlprofils erwies sich ein Eich-Blendendurchmesser von 0,7 cm als optimal, was einer Strahlfläche von  $0,345 \text{ cm}^2$  entspricht. Das Strahlprofil kann (1) kontinuierlich mittels eines Beam-Scanners der Fa. Danfysik, Roskilde, ausgemessen und oszillographisch aufgezeichnet werden und (2) mittels einer, noch im Teststadium befindlichen, Maschensonde von  $1,5 \times 1,5 \text{ cm}^2$  punktförmig bzgl. einer (x,y)-Position abgefragt werden.

Die Proben werden auf dem drehbaren Target-Halter, der die Form eines regulären Prismas mit zwölfckiger Grundfläche besitzt, mittels Lochmasken auf die plangeschliffenen Prismaseitenflächen gepreßt. Der Durchmesser des Maskenloches wurde zu 0,5 cm gewählt, so daß eine bestrahlte Fläche von  $0,196 \text{ cm}^2$  zur Verfügung stand, aus der sich für die elektronenmikroskopische Nachuntersuchung 4 Scheibchen á 0,23 cm Durchmesser ausstanzen ließen. Der Target-Halter sitzt elektrisch isoliert auf einer wassergekühlten Hohlwelle, durch die die Meßleitungen geführt wer-

den. Damit konnte während der Bestrahlung der auf das Target fallende Teilchenstrom kontinuierlich registriert werden. Der Targethalter selbst enthält zwei konzentrisch geführte Heizkreisspiralen aus Mantelheizleitern der Fa. Philips mit 1,5 mm Außendurchmesser, die induktiv eingeschweißt wurden. Der innere Heizkreis dient als Grundlast und der äussere Heizkreis übernimmt die Targetaufheizung von der Grundtemperatur auf den Temperatursollwert.

Die Temperaturregelung und Kontrolle kann über jedes der 12 im Targethalter in Achsenrichtung eingebauten schnellen Thermoelemente mit 0,5 mm Durchmesser erfolgen. Der isolierte Thermoelementkopf sitzt im Zentrum der Prismaseitenfläche und durchstößt mit seinem Isolationsmantel die Oberfläche der Seitenfläche. Für die Kühlung des Rezipienten und der Hohlwellen sind mehrere Wasseranschlüsse angebracht. Der Wärmereflektor ist von einer zusätzlichen Kyrofläche (thermisch und elektrisch isoliert) umgeben, die bei hohen Targethaltertemperaturen zu einer Verbesserung des Vakuums führt. Das Vakuum wird in der Hochvakuumbox durch eine Turbomolekularpumpe TSU 200 der Fa. Balzers, Frankfurt, aufrechterhalten. Die Pumpe besitzt eine Saugleistung von 200 l/s und hält das Boxvakuum auf dem Betriebsdruck des angeflanschten Beschleunigersystems. Die Vakuummessung am Wärmereflektor ergibt, daß bei 800°C Targethaltertemperatur das Vakuum am Targethaltersystem um fast eine Größenordnung niedriger als das Betriebsvakuum ist.

Das Boxmaterial ist ausschließlich VA-Edelstahl. Als Isoliermaterial im Rezipienten dient die Keramik Lava-Grade A der Fa. 3M Company. Die Edelstahlhohlwellen sind von außen hartverchromt.

### III.2.2 Die Bestrahlungsparameter

In dieser Arbeit wird der Einfluß der Bestrahlungsparameter Energie, Dosis und Temperatur auf das Bestrahlungsverhalten der Proben systematisch untersucht.

Die Teilchenenergie  $E_0$  ist durch das benutzte Beschleunigersystem vorgegeben. Am Testinjektor wurde die Standardenergie  $E_0 = 200 \pm 1$  keV benutzt. In einer speziellen Versuchsserie wurde die Energieabhängigkeit im Bereich 50 bis 200 keV untersucht. Die Projektionsreichweite

des eingeschlossenen  $\text{He}^+$ -Ions in Vanadium beträgt bei 200 keV  $R_p(E_0 = 200 \text{ keV}) = 0,75 \text{ } \mu\text{m}$ . Am Tandembeschleuniger wurde die Energie  $2000 \pm 10 \text{ keV}$  fest eingestellt. Die korrespondierende Reichweite für  $\text{He}^+$  beträgt  $R_p(E_0 = 2 \text{ MeV}) = 4,29 \text{ } \mu\text{m}$  (s. Kap. II).

Die Dosis wird durch die Integration des kontinuierlich registrierten Ionenstroms  $I_I$  über die Bestrahlungszeit bestimmt. Die Integratorei-  
 chung für den Stromintegrator der Fa. Danfysik, Roskilde, erfolgte vor  
 jeder Meßreihe mit einem konstanten Eichstrom von  $10,0 \text{ } \mu\text{A}$  mit einer  
 Genauigkeit von  $\pm 1\%$ .

Bei einer Abweichung vom Eichstrom um den Faktor 10 vergrößerte sich  
 der Integrationsfehler infolge interner Bereichsumschaltungen auf  $\pm 10\%$ .  
 Das untersuchte Dosisintervall überstrich den Bereich von  $5 \cdot 10^{14}$  bis  
 $5 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ , der zugrundeliegende Teilchenfluß variierte dabei zwi-  
 schen  $6 \cdot 10^{13}$  und  $6 \cdot 10^{14} \text{ He}^+/\text{cm}^2\text{s}$ .

Der am Target gemessene Strom  $I_T$  ist ein effektiver Teilchenstrom, der  
 bereits die elektrostatischen Wechselwirkungsprozesse zwischen einfall-  
 endem Ion und Targetoberfläche enthält. Die einzelnen Anteile dieser  
 Wechselwirkung sind (1) durch die Ejektion von Elektronen, die Sekun-  
 därelektronenemission,  $I_S$ , (2) durch die Ejektion positiv oder nega-  
 tiv geladener Sekundär-Ionen infolge reiner Ionen-Reflexion,  $I_R$ , (3)  
 durch Ionen-Ejektion von auf der Oberfläche absorbierten Fremdatomen,  
 $I_F$ , und (4) durch die Zerstäubung der Targetatome,  $I_Z$ , bestimmt. Damit  
 schreibt sich der Targetstrom zu

$$I_T = I_I + I_S + I_R + I_F + I_Z \quad (3.2)$$

Soweit experimentelle Ergebnisse vorliegen, sind die Koeffizienten der  
 sekundären Ionen-Emission klein und von der Größenordnung  $10^{-2} \text{ Ion/Ion}$   
 (CC68).

Speziell für den Fall der Zerstäubung gilt für die Zerstäubungsrate  $\gamma_Z$   
 nach Sigmund (Si72):

$$\gamma_Z = \frac{I_Z}{I_I} = 0,042 \cdot 10^{16} \frac{\alpha \cdot \left[ \frac{dE}{dL} \right]_n}{n_A \cdot U_0} \quad (3.3)$$

wenn  $(dE/dL)_n$  der elastische Energieverlust [erg/cm],  $n_A$  die Targetatomdichte [ $\text{cm}^{-3}$ ],  $U_0$  [erg] die Sublimationsenergie und  $\alpha$  eine dimensionslose Größe ist, die vom Massenverhältnis  $A_2/A_1$  von Targetatom und einfallendem Ion abhängt.

Für großes  $A_2/A_1$  liegt  $\alpha$  um 1,5. Mit der Sublimationsenergie von 5 eV für ein Vanadiumtarget (Sch67) und einem elastischen Energieverlust von  $3 \cdot 10^{-5}$  und  $8 \cdot 10^{-6}$  [erg/cm] für 200-keV- $\text{He}^+$  bzw. 2000-keV- $\text{He}^+$  in Vanadium (s. Kap. II) folgen für die Sputterrate die Werte:

$$\gamma_Z (E_0 = 200 \text{ keV}) = 0,03 \quad [\text{Ion/Ion}]$$

$$\gamma_Z (E_0 = 2 \text{ MeV}) = 0,008 \quad [\text{Ion/Ion}] .$$

Infolge ihrer Kleinheit werden die sekundären Ionen-Emissionsströme in Gl. (3.2) vernachlässigt. Der signifikante Stromanteil neben dem primären Ionenstrom kommt von der Sekundärelektronenemission. Dieser Beitrag wird experimentell durch einen negativ (bzgl. des Targets) aufgeladenen Faradaykäfig kompensiert. Der Energieübertragungsfaktor

$$\gamma = 4A_1A_2/(A_1+A_2)^2 \quad (3.4)$$

beträgt für das Stoßsystem  $\text{He}^+$ -Elektron  $\gamma = 5,4 \cdot 10^{-4}$ , so daß die maximale Energie der Sekundärelektronen

$$E^{\text{max}} (E_0 = 200 \text{ keV}) = 110 \text{ eV}$$

$$E^{\text{max}} (E_0 = 2 \text{ MeV}) = 1100 \text{ eV}$$

beträgt. Der Faradaykäfig, im Abstand 1 cm von der Targetoberfläche, kann bis zu  $U_F = -1000 \text{ V}$  aufgeladen werden, so daß Elektronen bis zu 1000 eV Energie unterdrückt werden können. Die folgende Tabe. III,1 zeigt die Unterdrückung der Sekundärelektronenemission durch das elektrische Feld zwischen Faradaykäfig und Probe, wenn das V-Target mit 240-keV- $\text{He}^+$  beschossen wurde.

Tab. III,1 Die Abnahme der Sekundärelektronenemission am Target durch ein angelegtes elektrisches Feld  $U/d$  mit  $d = 1 \text{ cm}$  für die Geometrie der Bestrahlungsbox in Abb. 3.1.  $\text{He}^+$ -Ionenenergie 240 keV.

Spannung $U_F$ [Volt] am Faradaykäfig	0	-25	-50	-75	-100	-125	-150	-250
Ionenstrom am Target [ $\mu\text{A}$ ]	+57	+55	+50	+46	+46	+46	+45	+45

Eine Sättigung wird bereits oberhalb einer Käfigspannung von  $-100 \text{ V}$  erreicht. Die Stromkorrektur beträgt in dieser Geometrie 21%. Die Stromregistrierung erfolgte stets bei angelegter voller Käfigspannung, so daß der am Target abgegriffene Strom  $I_T$  gleich dem Primärteilchenstrom  $I_I$  ist (innerhalb der gemachten Vernachlässigungen).

Mit Ausnahme einer speziellen Versuchsreihe, für die eine Raumtemperaturbestrahlung erfolgte, wurden die Bestrahlungen im Temperaturintervall  $450$  bis  $700^\circ\text{C}$  durchgeführt, was in Einheiten der absoluten Schmelztemperatur  $T_m$  [K] für Vanadium dem Intervall  $0,34$  bis  $0,46 T_m$  entspricht.

Die Aufheizung der Proben erfolgte durch ein Zweikreis-Heizleitersystem. Die Heizleistung pro Heizkreis ist maximal für  $8 \text{ A} \times 110 \text{ V}^2$  ausgelegt. Aufgrund der geringen Targethalter-Dimensionen wird für eine Temperaturerhöhung von  $1000^\circ\text{C}$  eine Heizleistung von  $100 \text{ W}$  benötigt, wenn die Wärmeverluste vernachlässigbar wären. Für die bisher höchste gefahrene Temperatur von  $800^\circ\text{C}$  wurde eine Heizleistung von ca.  $140 \text{ W}$  verbraucht. Die Temperaturregelung mit der Regel- und Thyristoreinheit DSE/PA der Fa. IEA-Industrieelektronik, Bruchsal, erfolgte im interessierenden Temperaturbereich absolut mit  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ . Die Regelung geschah nach dem Phasenschnittverfahren, das eine schnelle Ansprechung der Regeleinheit gewährleistet. Unterstützt wird dieses kurze Ansprechverhalten durch die schnelle Regelstrecke, da die geringe Wärmekapazität des Targethalters im Vergleich zur aufprägbaren Heizleistung eine schnelle Temperaturanpassung des Systems bei Störungen erlaubt, d.h., wenn der Teilchenstrahl mit einer Leistungsdichte von  $2$  bis  $20 \text{ W/cm}^2$  auf die Proben fällt.

Der Temperaturgradient in axialer Prismenrichtung vom Probenmittelpunkt aus ist kleiner als  $-6^{\circ}\text{C}/\text{cm}$  bei  $700^{\circ}\text{C}$ , womit die Temperaturabweichung vom Probenmittelpunkt bis zum Rand des Strahlflecks unter  $1^{\circ}\text{C}$  liegt.

Die Wärmeübertragung von dem Targethalter zu den Proben wird durch den Preßdruck der Lochmaske auf die plangeschliffenen Kontaktflächen optimiert. Er ist so hoch, daß nach dem Anlassen der Proben auf einige hundert Grad diese ohne Lochmaske auf dem Probenhalter haften könnten (Anlegierung). Der radiale Temperaturgradient vom Targethalter zu freier Probenoberfläche war kleiner als  $-4^{\circ}\text{C}/\text{cm}$  bei  $700^{\circ}\text{C}$ , was bei einer Probendicke von 0,02 cm eine vernachlässigbare Temperaturabweichung bedeutet.

### III.3 Die experimentellen Nachuntersuchungen

#### III.3.1 Die Probenpräparation und Analyse

##### III.3.1.1 Die chemische Analyse der V- und V-Ti-Proben

Die Bestrahlung erfolgte für Proben aus Reinstvanadium und aus binären V-Ti-Legierungen mit drei bzw. 20 Gew.-% Ti. Die Fremdelement-Analyse für die einzelnen Materialien enthält die Tab. III,2.

Der Probendurchmesser ist einheitlich 1,0 cm und die Probendicke einheitlich 0,02 cm. Alle Proben wurden vor der Bestrahlung eine Stunde lang im UHV-Ofen der Fa. Balzers bei  $10^{-8}$  Torr und  $1030^{\circ}\text{C}$  gegläht. Die Durchstrahlelektronenmikroskopie (TEM) zeigte, daß alle Proben rekristallisiert waren. Die chemische Analyse auf Sauerstoff und Stickstoff ergab (Tab. III,3), daß die Proben vor der Bestrahlung 100-130 Gew.-ppm O und 100 Gew.-ppm N, dagegen nach der Bestrahlung bei Temperaturen um  $600^{\circ}\text{C}$  und einem Sauerstoffdruck von  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr 680-800 Gew.-ppm O und ca. 1000 Gew.-ppm N enthielten. Die absolute Gewichtszunahme der bestrahlten V-Proben pro  $\text{cm}^2$  Oberfläche betrug im Mittel  $77 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ . Geht man davon aus, daß die Oxidbildung über das Trioxid  $\text{V}_2\text{O}_3$  läuft (GA50, KH62), so beträgt die Schichtdicke der vor dem V liegenden Oxidschicht =  $0,49 \mu\text{m}$ . Sie liegt damit unterhalb der Reichweiten der eingeschlossenen He-Teilchen.

Gultbransen und Andrew haben im Temperaturbereich  $400-600^{\circ}\text{C}$  bei Sauer-

stoffdrücken von 0,1 bis 1 atm für die Vanadiumoxidation ein parabolisches Ratengesetz

$$(\Delta m)^2 = k_p \cdot t + C_p \quad (3.5)$$

gefunden, wenn t die Oxidationszeit bedeutet.

Tab. III,2 Fremdatome oberhalb 1 Gew.-ppm in Reinstvanadium 99,94 (Marz Grad). Es gelten die gleichen Mittelwerte für die Fremdatomkonzentrationen in V-3Gew.-% Ti und V-20 Gew.-% Ti mit Ausnahme der in der Tabelle für Reinstvanadium angegebenen Ti-Konzentration

C	H	O	N	Cr	Fe	Ga	Ni	Pd	Si	Ti	W
57	3	250	3	50	200	20	12	15	20	6	7

Tab. III,3 Chemische Analyse auf O und N von unbestrahltem, lösungsgeglühtem (1030°C für 1h bei 10<sup>-8</sup> Torr) und bestrahltem (600°C für 2,5h bei 2,5·10<sup>-5</sup> Torr) Vanadium und V-20-Ti-Probenmaterial.

		Gew.-ppm O	Gew.-ppm N
V	unbestr.	100-130	ca. 100
V	bestr.	680-800	ca. 1000
V-20Ti	unbestr.	730-800	---
V-20Ti	bestr.	830-1460	ca. 400-1000

Die Ratenkonstanten für P<sub>O<sub>2</sub></sub> = 760 Torr enthält die Tab. III,4.

Tab. III,4 Parabolische Ratenkonstanten für die V-Oxidation bei P<sub>O<sub>2</sub></sub> = 760 Torr nach (GA50)

T [°d]	k <sub>p</sub> [µg <sup>2</sup> /cm <sup>4</sup> /s <sup>2</sup> ]	C <sub>p</sub> [µg <sup>2</sup> /cm <sup>4</sup> ]
400	9,56 · 10 <sup>-2</sup>	9,6 · 10 <sup>1</sup>
500	3,28	5,6 · 10 <sup>3</sup>
600	25	5,4 · 10 <sup>4</sup>

Stellt man die Druckabhängigkeit der Ratenkonstanten durch die

$$\frac{k_{P_1}}{k_{P_2}} = \left[ \frac{P_1}{P_2} \right]^s \quad (3.6)$$

dar, so erhält man mit den Werten aus der Tab. III,3 und III,4 für die beiden Sauerstoffdrücke (760 und  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr) einen s-Wert von ca.  $\frac{1}{4}$ . Die Abweichung des Oxidationsprozesses vom Henryschen Gesetz (s =  $\frac{1}{2}$ ) liegt außerhalb der Meßfehler.

### III.3.1.2 Die elektrochemische Präparation

Für die Bestrahlung wurden die Proben einseitig vibrations- und elektropoliert.

Die bestrahlten Proben wurden zunächst einer kurzen Ultraschallbestrahlung bei 1 MHz ausgesetzt und danach rasterelektronenmikroskopisch (REM) untersucht.

Die Präparation der Proben für die TEM erfolgte in drei Schritten. Im ersten Schritt wurden die Proben vibrationspoliert, das benutzte Schleifmittel war Tonerde mit einer Korngröße unter  $500 \text{ \AA}$ . Der Abtrag x wurde aus der Durchmesseränderung eines Vickers-Diamantabdruckes in der Materialoberfläche nach der Formel

$$x = \frac{\tan 22^\circ}{2\sqrt{2}} d \approx d/7 \quad (3.7)$$

bestimmt; der Durchmesser d konnte bis auf  $\pm 0,1 \text{ \mu m}$  abgelesen werden, was einem Schichtabtrag ca.  $\pm 150 \text{ \AA}$  entsprach. Die Abtragsrate betrug für das Reinstvanadium  $0,2\text{-}0,3 \text{ \mu m/h}$  und für V-Ti  $0,1 \text{ \mu m/h}$ . Die Diamantabdrücke waren in Form eines Achsenkreuzes über die Probenoberfläche verteilt, so daß ebenfalls die Planparallelität des Abtrags kontrolliert werden konnte. Im Falle der 200 keV-Bestrahlung erfolgte der Vibrationsabtrag im Bereich  $0,3\text{-}0,5 \text{ \mu m}$ ; bei der 2000 keV-Bestrahlung wurde auf  $3,0 \text{ \mu m}$  abgetragen.

Die Endabdünnung der Proben auf den gewünschten Abstand (gemessen von der bestrahlten Oberfläche) erfolgte im zweiten Schritt elektrolytisch nach dem Jet-Verfahren. Dazu wurden aus den vibrationspolierten Proben vier Scheibchen von  $2,3 \text{ mm}$  Durchmesser ausgestanzt. Die TEM-Kontrolle

ergab, daß durch den Stanzprozeß die Versetzungsdichte nicht merkbar verändert wurde. Die vier Scheibchen wurden dann auf den Endabtrag von je 0,6; 0,8; 1,0 und 1,25  $\mu\text{m}$  elektroliert, wenn sie bei 200 keV bestrahlt waren, bzw. auf den Endabtrag von 3,5; 4,3 u. 5,0  $\mu\text{m}$ , wenn sie bei 2000 keV bestrahlt waren. Die Abtragsrate wurde zuvor für jede Versuchsreihe an Vergleichsproben bestimmt. In der Tab. III,5 sind die Parameter für die Elektrolierung angegeben. Diese Elektrolierung beseitigte ebenfalls die Kaltverformung auf der Oberfläche, wie sie durch die Vibrationspolierung aufgebracht wurde.

Tab. III,5 Typische Parameter für die Elektrolierung nach dem Jet-Verfahren für Vanadium und V-Ti-Legierungen

Material	Elektrolyt	Spannung/Strom	Abtragsrate bei 20°C
V reinst	20% HClO <sub>4</sub> +80% CH <sub>3</sub> COOH	15V/10 mA	1500 $\frac{\text{Å}}{\text{s}}$
V-Ti	20% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +80% CH <sub>3</sub> COOH	10V/30 mA	3000 $\frac{\text{Å}}{\text{s}}$

Im dritten Schritt wurde die elektrolierte Oberfläche der Probe mit Lacomit der Fa. Cannin, England, abgedeckt; im Jet-Verfahren wurde von der nichtabgedeckten Probenseite soviel abgedünnt (back thinning), bis eine für die TEM geeignete Schichtdicke (1200-1500  $\text{Å}$ ) zur Verfügung stand.

### III.3.2 Die Elektronenmikroskopie

Die bestrahlten Proben wurden sowohl bzgl. ihrer Oberflächenmorphologie als auch ihrer Volumenmorphologie untersucht.

Die Oberflächenstrukturanalyse erfolgt mit einem Rasterelektronenmikroskop vom Typ STEREOSCAN S4 der Fa. Cambridge bei der Fraunhofer-Gesellschaft, Karlsruhe. Die Primärelektronenenergie betrug generell 20 keV, und der Einfallswinkel der Primärelektronen wurde infolge der flachen Oberflächenprofile zu 60° gewählt. Die Standardvergrößerung betrug 1000:1. Bei Blister-Deckeldicken-Untersuchungen wurde bis zu 60000:1 vergrößert. Eine Nachvergrößerung der gemachten Mikrographien wurde nicht vorgenommen. Zur Material-Identifizierung beobachteter Oberflächenteilchen stand ein Röntgenfluoreszenzspektrometer zur Verfügung,

das den Nachweis aller Elemente oberhalb Na erlaubte. Der zu untersuchende Materialbereich konnte bis auf  $0,6 \times 0,6 \mu\text{m}^2$  ausgeblendet werden.

Die Durchstrahlelektronenmikroskopie erfolgte wahlweise mit dem Siemens-Elmiskop 1A oder dem JEOL 200A. Die Beschleunigerspannung betrug 100 bzw. 200 kV. Die angenommene mittlere durchstrahlte Probendicke war 1200 bzw. 1500 Å. Die Einheitsvergrößerung wurde mit 42000:1 gewählt, der eine Nachvergrößerung auf 120000:1 auf dem Abzug erfolgte. Aufgrund der vorhandenen Probenkippvorrichtung wurde die Analyse der Defektmorphologie ausschließlich am JEOL 200A durchgeführt. Die kleinsten zur Auswertung heranziehbaren Defektobjekte waren ca. 30 Å im Durchmesser.

Eine statistische Auswertung der Mikrographien geschah am Teilchenzählgerät TZG3 der Fa. Carl Zeiss, das die Aufstellung einer planaren Größenverteilung der gezählten Defekte erlaubte. Der systematische Fehler bei diesem Teilchenzählgerät liegt in der Formanalyse, da das Gerät exakt nur die Zählung kreisrunder Teilchen ermöglicht. Abweichende ebene Teilchenformen können zwar visuell durch einen Flächenausgleich kompensiert werden, die Volumenberechnung der Teilchen aus der Durchmesserbestimmung jedoch bleibt mit einem systematischen Fehler, dem Formfaktor, behaftet, wie dies folgende einfache Beispiele zeigen: Die Flächenkompensation durch eine kreisförmige Blendenfläche  $\pi r^2$  liefert bei einer Würfelprojektion (a Kantenlänge) auf die (100)-Ebene ein Volumen von  $\frac{4}{3} r^3 = 0,75a^3$ , so daß der Formfaktor  $V_{\text{gemessen}}/V_{\text{wahr}} = 0,75$  beträgt. Bei der Projektion des Würfels auf eine (110)-Ebene beträgt der Formfaktor 1,26 und bei einer (111)-Projektion 1,71. Für ein Oktaeder gelten entsprechende Formfaktoren: für die (100)-Projektion 1,59, für die (110)-Projektion 0,95 und für die (111)-Projektion 1,28. Der Formfaktor hängt damit von der relativen Lage des Teilchens zur Beobachtungsebene ab. Die mit dem Teilchenzählgerät ermittelten Größen werden daher aus Gründen der Impraktibilität nicht bzgl. des Formfaktors korrigiert. Der zufällige Fehler für dieses Auswertungsverfahren ist kleiner als  $\pm 30\%$ , er ist im wesentlichen durch die subjektive Zuordnung von Blende und Teilchengröße bestimmt.

#### IV. DIE ERGEBNISSE AUS DER PROBENUNTERSUCHUNG NACH DER HELIUM-IMPLANTATION

##### IV.1 Die statistische Analyse der Mikro-Defektstruktur

##### IV.1.1 Die Morphologie der Defektstruktur

Die in dieser Arbeit mit Hilfe elektronenoptischer Abbildungssysteme untersuchte Mikro-Defektstruktur besteht ausschließlich aus Volumen- und Oberflächendefekten, in denen das implantierte Helium selbst gebunden ist und die eine Mindestgröße von  $40 \text{ \AA}$  besitzen. Strahlungsinduzierte Gitterfehler, die allein eine Folge des durch die Helium-Stoßfolge im Gitter erzeugten Schadens sind, wie z.B. Leerstellen- und Zwischengitteratom-Versetzungsringe oder Versetzungslinien, werden nicht betrachtet. Aufgrund der gewählten experimentellen Parameter dominiert der an das Helium gebundene Defekt. Im Falle der TEM-Untersuchung wird er als Volumen-Blase, eine mit Helium-Gas gefüllte Kaverne in der Festkörper-Matrix, bezeichnet, die im Rahmen der untersuchten experimentellen Parameter facettiert auftritt. Die Abb. 4.1a+b zeigt diesen Defekttyp im Vergleich zum unbestrahlten Ausgangsmaterial. Die Blasenmorphologie ist rein kubisch in [100]-Richtung. Im Falle der REM-Untersuchung tritt der an das Helium gebundene Defekt in Form einer Oberflächenblase auf, die als Blister bezeichnet wird. Die Abb. 4.1c zeigt diesen Defekttyp im Vergleich zu einem unbestrahlten Probesteil. Neben diesen meistens kuppelförmigen Blistern wird im REM noch ein weiterer, ebenfalls an das Helium gebundener Oberflächendefekt beobachtet, die "entartete" Oberflächenblase, die in einer planen Heraushebung von Teilen der Materialoberfläche besteht und als Exfoliation bezeichnet wird. Die Abb. 4.1d zeigt diesen Defekttyp.

##### IV.1.2 Die statistischen Parameter

Die quantitative Analyse der elektronenmikroskopischen Mikrographien zur Defektstruktur aus der TEM- und REM-Untersuchung erfolgte am Teilchenzählgerät, mit dem eine Klassifizierung der beobachteten Oberflächenblasen (Blister) und Volumenblasen nach Anzahl  $n_i$  und Größe  $d_i$  in der  $i$ -ten Klasse möglich war;  $d_i$  ist der Durchmesser des Teilchens in der  $i$ -ten Klasse. Die Volumenbestimmung der Teilchen aus der Durchmesser-Messung erfolgte, wie im Kap. III.3.2 näher begründet, bei nicht-

sphärischer Teilchenform ohne Formfaktor-Korrektur. Die Diskussion der Meßergebnisse erfolgt primär an den Verhalten der drei Größen

$$a_1) \text{ mittlerer Blasendurchmesser } \langle d_B \rangle = \frac{1}{N_B} \sum_{i=1} n_i d_i \quad (4.1)$$

$$a_2) \text{ mittl. Blisterdurchmesser } \langle d_{Bl} \rangle = \frac{1}{N_{Bl}} \sum_{i=1} n_i d_i \cos \phi \quad (4.2)$$

$$N = \sum_{i=1} n_i$$

$\phi$  = Einfallswinkel d.

Sekundärelektronen im REM

$$b_1) \text{ Blasenkonzentration } C_B = \frac{N_B}{F_{exp} \cdot h_{exp}} \quad (4.3)$$

$$b_2) \text{ Blisterdichte } C_{Bl} = \frac{N_{Bl}}{F_{exp}} \quad (4.4)$$

$F_{exp}$ ,  $h_{exp}$  gemessen bzw. untersuchte Probenfläche u. Probendicke

$$c_1) \text{ Schwellvolumen } \frac{\Delta V}{V} = \frac{\frac{\pi}{6} \sum_i n_i d_i^3}{F_{exp} \cdot h_{exp}} \quad (4.5)$$

$$c_2) \text{ Blistergrad } \frac{\Delta F}{F} = \frac{\frac{\pi}{4} \sum_i n_i d_i^2}{F_{exp}} \quad (4.6)$$

Die pro TEM-Meßwert zugrunde gelegte Blasenanzahl betrug mindestens 200, aber nicht mehr als 2000. Bei der Bestimmung der Durchmesser-  
verteilung wurden nur Blasen klassifiziert, deren Durchmesser zweifels-  
frei bestimmt werden konnte, während bei der Bestimmung der Blasen-  
konzentration grundsätzlich alle als Blasen zu identifizierenden Teil-  
chen gezählt wurde. Der kleinste, zur Auswertung herangezogene Durch-  
messer war 40 Å; darunterliegende Durchmesserwerte sind Schätzwerte.

#### IV.1.3 Die Meßdaten

Die folgenden Tabellen, Tab. IV.1-6, enthalten die gemessenen und ermit-  
telten Größen nach Gl. (4.1-6) als Funktion der experimentellen Parameter.

Die Tab. IV.1 enthält die TEM-Daten in verschiedenen Probentiefen für den 240-keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlungszyklus an Reinstvanadium und die Tab. IV.2 für den 2000-keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlungszyklus und die Tab. IV.3 für den 240-keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlungszyklus an V-20Ti. Die REM-Daten für den 240-keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlungszyklus an Reinstvanadium enthält die Tab. IV.4, für den 2000-keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlungszyklus an Reinstvanadium die Tab. IV.5 und für den 240-keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlungszyklus an V-20Ti die Tab. IV.6.

Tab. IV.1 Ergebnisse der Auswertung von TEM-Mikrographien an ausgeheiltem Reinstvanadium für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 200-keV-He<sup>+</sup>-Beschluß

T = 465°C					
E <sub>0</sub> [keV]	φt [10 <sup>16</sup> cm <sup>-2</sup> ] t [s]	C <sub>B</sub> [10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	<d <sub>B</sub> > [Å]	ΔV/V [%]	x [μm]
230	8,1	-	-	-	1,0
	352	-	≈ 30	-	1,2
T = 516°C					
240	4,3	-	-	-	1,25
	95	-	≈ 30	-	1,45
	23,2	1,23	83	0,05	1,25
	438	-	≈ 30	-	1,25
T = 575°C					
240	0,6	-	≈ 30	-	1,0
	9	8,12	47	0,06	1,25
		-	≈ 30	-	1,45
240	5,7	4,45	59	0,06	0,6
	84	18,66	61	0,29	1,8
		9,27	128	1,29	1,05
		5,22	145	1,14	1,25
240	29,1	28,22	128	3,23	0,6
	420	1,10	195	0,68	0,8
		2,21	162	0,59	1,0
		0,43	146	0,08	1,25

T = 625°C					
E <sub>o</sub> [keV]	φt [10 <sup>16</sup> cm <sup>-2</sup> ] t [s]	C <sub>B</sub> [10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	<d <sub>B</sub> <sup>o</sup> [Å]	ΔV/V [%]	x [μm]
240	0,8	-	40	-	0,6
	20	27,3	124	2,73	0,8
		25,0	124	2,57	0,9
		17,9	124	1,83	1,05
		-	124	-	1,25
210	2,0	21,3	100	1,12	0,6
	30	10,5	121	0,97	0,8
		7,9	118	0,68	1,0
		1,2	112	0,09	1,2
210	8,0	4,0	200	1,67	0,6
	120	10,4	158	2,15	0,8
		3,2	203	1,40	1,0
		0,4	130	0,09	1,2
210	20,0	12,8	120	1,16	0,6
	300	18,4	203	8,05	0,8
		1,0	159	0,35	1,0
		0,2	179	0,06	1,2
240	23,8	0,4	288	0,81	1,0
	1830				
T = 700°C					
210	2,0	4,2	105	0,25	0,6
	30	4,2	222	4,01	0,8
		0,9	70	0,02	1,0
		0,6	77	0,01	1,2
210	8,0	0,4	237	0,28	0,6
	120	2,2	300	3,11	0,8
		0,4	218	0,22	1,0
		0,2	205	0,09	1,2

T = 700°C					
E <sub>0</sub> [keV]	$\phi t [10^{16} \text{ cm}^{-2}]$ t [s]	C <sub>B</sub> [10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	$\langle d_B \rangle [\text{Å}]$	$\Delta V/V$ [%]	x [μm]
240	8,7	0,98	410	5,16	0,8
	580				
210	20,0	6,2	250	5,07	0,6
	300	1,1	412	4,02	0,8
		0,1	272	0,11	1,0
		0,1	250	0,08	1,2

Tab. IV.2 Ergebnisse der Auswertung von TEM-Mikrographien an ausgeheiltem Reinstvanadium für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 2000 keV-He<sup>+</sup>-Beschuß

T [°C]	$\phi t [10^{16} \text{ cm}^{-2}]$ t [s]	C <sub>B</sub> [10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	$\langle d_B \rangle [\text{Å}]$	$\Delta V/V$ [%]	x [μm]	
575	2,3	0,96	140	0,16	3,5	
	150	1,61	175	0,46	4,3	
		8,6	2,32	173	0,64	3,5
	570		< 0,01	< 50	-	4,3
			< 0,01	< 50	-	5,0
	21,2	1,01	180	0,34	3,5	
	1440		2,37	151	0,56	4,3
4,00			252	3,62	5,0	
625	2,6	0,34	124	0,01	3,5	
	150	0,64	171	0,18	4,3	
		0,03	< 50	-	5,0	
	9,1	0,56	196	0,26	3,5	
	480	1,61	235	1,38	4,3	
0,28		760	7,97	5,0		

T [°C]	$\phi t [10^{16} \text{ cm}^{-2}]$ t [s]	$C_B [10^{15} \text{ cm}^{-3}]$	$\langle d_B \rangle [\text{Å}]$	$\Delta V/V [\%]$	x [ $\mu\text{m}$ ]	
700	2,9	1,98	127	0,22	3,5	
	300	0,10	0,32	177	0,12	5,0
			0,31	228	0,29	3,5
	1080	0,74	0,29	356	0,82	5,0
			0,54	332	1,79	3,5
	1800	0,13	0,13	859	6,02	5,0
			0,17	654	2,85	3,5
	2400	0,82	0,82	626	12,34	4,3
			0,26	621	3,80	5,0

Tab. IV.3 Ergebnisse der Auswertung von TEM-Mikrographien an V-20 Gew.-% Ti für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß

T [°C]	$\phi t [10^{16} \text{ cm}^{-2}]$ t [s]	$C_B [10^{15} \text{ cm}^{-3}]$	$\langle d_B \rangle [\text{Å}]$	$\Delta V/V [\%]$	x [ $\mu\text{m}$ ]
516	23,1	5,13	221	3,23	0,8
	479				
516	21,1	0,51	161	0,12	1,25
	421				
575	38,5	0,92	369	3,50	0,
		0,50	293	0,79	
	720	0,35	566	3,89	
		0,07	239	0,06	

Tab. IV.4 Ergebnisse der Auswertung von REM-Mikrographien an ausgeheiltem Reinstvanadium für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach niederenergetischem Helium-Beschuß

T [°C]	E <sub>0</sub> [keV]	$\phi t [10^{16} \text{ cm}^{-2}]$ t [s]	C <sub>Bl</sub> [10 <sup>5</sup> cm <sup>-2</sup> ]	<d <sub>Bl</sub> > [µm]	Δ F/F [%]
300	210	200 1748	1,6	14,9	29,6 + Exfoliation
575	210	80 1331	Exfoliation		
575	240	29 420	2,6	6,8	20,2
625	210	80 1211	0,49	23,7	24,7 + Exfoliation
625	240	24 1830	2,6	13,8	42,5
700	210	80 1159	4,5	6,4	15,2
23	6	60 1000	1800	0,4	20,8

Tab. IV.5 Ergebnisse der Auswertung von REM-Mikrographien an ausgeheiltem Reinstvanadium nach 2000 keV-He<sup>+</sup>-Beschuß für verschiedene Bestrahlungskonditionen

T [°C]	$\phi t [10^{16} \text{ cm}^{-2}]$ t [s]	C <sub>Bl</sub> [10 <sup>5</sup> cm <sup>-2</sup> ]	<d <sub>Bl</sub> > [µm]	ΔF/F [%]
625	24,3 1200	Verwerfung einzelner Körner		
700	10,4 1080	Verwerfung einzelner Körner		
700	20,2 1800	0,16	39,3	20,9
700	53,0 2400	0,07	31,2	6,7 + Exfoliation

Tab. IV.6

Ergebnisse der Auswertung von REM-Mikrographien an V-20 Gew.-% Ti für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß

T [°C]	$\phi t$ [ $10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ] t [s]	Zahl der Exfoliationen
525	80	4
	1200	
	50	3
	750	
	20	1
	300	
575	80	2
	1200	
	50	1
	750	
	20	1
	300	
625	80	5
	1200	
	50	2
	750	
	20	1
	300	
700	80	4
	1200	
	50	2
	750	
	20	2
	300	

## IV.2 Die Analyse der Defektstruktur vom Probenvolumen mittels der Durchstrahl-Elektronenmikroskopie

### IV.2.1 Der Einfluß der Bestrahlungsdosis

Im Kap. II wurde gezeigt, daß die Helium- und Schadensverteilung entlang der Probendicke nicht homogen ist. Bei der  $\text{He}^+$ -Energie von 240 keV beträgt die mittlere Eindringtiefe  $R_p \pm \sigma = 0,8 \pm 0,1 \mu\text{m}$ , und der Peak der Schadensverteilung liegt bei  $R_D \pm \sigma = 0,6 \pm 0,2 \mu\text{m}$ . Damit lassen sich im wesentlichen 5 Regionen im Abbremsbereich des Implantats unterscheiden: (I) ein oberflächennaher Bereich geringer He- und Leerstellenkonzentration, 0 bis  $0,6 \mu\text{m}$ , (II) ein Schadensbereich mit hoher Leerstellenkonzentration und wachsender He-Konzentration,  $0,6$  bis  $0,8 \mu\text{m}$ , (III) ein Implantatbereich mit hoher He-Konzentration und fallender Leerstellenkonzentration,  $0,8$  bis  $1,0 \mu\text{m}$ , (IV) ein Gradientenbereich, der durch eine stark abgefallene He- wie Leerstellenkonzentration charakterisiert ist und der eine Grenzschicht zwischen Implantations-schicht und ungeschädigter Matrix darstellt,  $1,0$  bis  $1,3 \mu\text{m}$  und (V) ein ungeschädigter Matrixbereich oberhalb  $1,3 \mu\text{m}$ . Man wird erwarten, daß die beobachtete Blasenverteilung, die von dem lokalen Helium-Leerstellen-Angebot abhängt, dieser berechneten nichthomogenen Helium- und Schadensverteilung qualitativ folgen wird. Abweichungen davon ermöglichen dann Rückschlüsse auf die Kinetik des Wanderungsprozesses der Heliumatome und der Helium-Blasen.

Die Abb. 4.2a (TEM-Aufnahme) bestätigt diese Aussage und zeigt die typische Abhängigkeit der Blasenkonzentration und des Blasendurchmessers von der Probendicke. Die Abb. 4.2b zeigt den graphischen Verlauf dieser Größen als Funktion der Probendicke für zwei Bestrahlungen mit unterschiedlicher Dosis.

Die Untersuchungen haben sich, wie die Tab. IV.1-2 ausweisen, auf die Probenbereiche II bis IV konzentriert.

Im Bereich II beobachten wir, Abb. 4.2, mit wachsender Dosis eine Zunahme der Blasenkonzentration, die von einem Anwachsen der mittleren Blasendurchmesser begleitet wird. Mit zunehmender Dosis hat sich offensichtlich die Zahl der Keime für die Blasenbildung erhöht. Der wachsende Blasendurchmesser kann durch ein Blasenwachstum infolge He-Einfang

und/oder ein Blasenwachstum infolge verstärkter Leerstellenabsorption, bedingt durch ein erhöhtes Leerstellenangebot infolge erhöhter dpa erklärt werden. Das folgende Kapitel (Kap. V) wird diese Frage eingehender diskutieren.

Der Bereich III zeigt bzgl. der Relation Blasenkonzentration vs. Dosis eine Inversion, d.h. mit wachsender Bestrahlungsdosis fällt die Blasenkonzentration unter gleichzeitigem starkem Anwachsen des Blasendurchmessers. Dieses Verhalten läßt sich durch Koaleszenz wachsender Blasen beschreiben. Der Startpunkt für die Koagulation hängt dabei von der mittleren freien Weglänge der Blasen ab, einer Größe, die vorherrschend durch die Dosis bestimmt wird, sowie von der Beweglichkeit der Blasen, die wiederum von der Temperatur und deren Wanderungsmechanismen abhängt.

Die Tatsache, daß im Bereich IV, also in Tiefen von 1,5-fachen der mittleren Eindringtiefe, Blasen großen Durchmessers gefunden werden, zeigt, daß für alle untersuchten Tiefen das Angebot an Helium zur Keimbildung ausreichend, wenn nicht im Überschuß ist. Die schnelle Ausbreitung des Heliums über den Festkörper läßt sich durch die geringe Wanderungsenergie für He in Vanadium,  $E_g^m = 0,13 \text{ eV}$  (WJ72), erklären, die auf Wanderungsgeschwindigkeiten von einigen  $\mu\text{m/s}$  führt. Der dominante Fallen-Mechanismus für Helium durch Leerstellen (Ko72) kann nur im Bereich II, dem Schadensbereich, effektiv sein. Für Bereiche in Richtung der ungeschädigten Matrix reicht die thermische Leerstellenkonzentration nicht aus, um den hohen Helium-Diffusionsfluß effektiv zu stoppen, so daß in einem anfänglichen Stadium der Bestrahlung die interstitielle Wanderung des Heliums entweder durch bereits gewachsene Blasen und/oder durch Korngrenzen bzw. Subkorngrenzen gestoppt wird. Das Blasenwachstum kann in diesem Bereich wahrscheinlich einem spannungsinduziertem Wachstum zugeschrieben werden.

#### IV.2.2 Der Einfluß der Bestrahlungstemperatur

Im folgenden werden die einzelnen Bereiche II-IV, wie sie im letzten Abschnitt für die Temperatur  $T = 575^\circ\text{C} = 0,39 \cdot T_m$  bestimmt wurden, als Funktion der Temperatur untersucht. Die Dosen  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$  entsprechen den Werten  $2 \cdot 10^{16}$ ,  $8 \cdot 10^{16}$  bzw.  $2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ .

### Bereich II

Die Abb. 4.3 zeigt, daß bis zu einer kritischen Temperatur  $T_{II} = 575^{\circ}\text{C} = 0,39 \cdot T_m$ , die dosisunabhängig ist, die Keimbildung etwa proportional mit der Dosis zunimmt. Oberhalb  $T_{II}$  zeigt der Temperaturverlauf der Blasenkonzentration ein dosisabhängiges Verhalten. Für die niedrigste Dosis von  $2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  nimmt die Keimbildung ( $N = \text{Nukleation}$ ) stark zu, bis sie bei  $T_{II}^{N_{\max}} = 625^{\circ}\text{C} = 0,41 \cdot T_m$  ein Maximum erreicht und danach ebenso steil abfällt. Das Wachstum der Blasen ist für diese Dosis im gesamten Temperaturbereich schwach und saturiert bei höheren Temperaturen. Die Blasenentwicklung erfolgt für diese Dosis unter ständiger Keimbildung bei fortwährendem Wachstum bestehender Blasen durch Leerstelleneinfang, solange ein Leerstellenangebot zur Verfügung steht. Dieses Verhalten kann in Termen gebräuchlicher Theorien erklärt werden, die auf der Temperaturabhängigkeit der Leerstellenübersättigung beruhen (Wi72, BP68). Für die nächsthöhere Dosis,  $8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ , fällt die Blasenkonzentration oberhalb  $T_{II}$  bei gleichzeitigem starkem Wachsen der Blasengröße. Für alle  $T > T_{II}$  ist die Blasenkonzentration bei  $D_2$  kleiner als bei  $D_1$ . Oberhalb  $T_{II}$  setzt damit eine Blasenkoaleszenz ein, die die Keimbildung einschränkt. Die höchste Dosis,  $2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , zeigt ein komplexes Verhalten, da hier die starke Keimentwicklung durch das Einsetzen verstärkter Koaleszenz oberhalb  $T_{II} < T_{II}^{N_{\max}}$  zwar eingeschränkt, aber nicht unterbunden wird, da bei höchsten untersuchten Temperaturen die Blasenkonzentration für die höchste Dosis noch den höchsten Wert besitzt. Im Falle reiner Koaleszenz sollte man dagegen eine reziproke Beziehung zwischen Blasenkonzentration und Dosis erhalten, d.h. mit steigender Dosis fällt die Konzentration.

### Bereich III

Dieser Bereich (s. Abb. 4.4) zeigt ausgeprägtes Koaleszenzverhalten. Bereits für die niedrige Dosis  $D_1$  erreicht die Blasenkonzentration bei  $625^{\circ}\text{C}$  nicht mehr den Maximalwert des Bereichs II, sondern ist um mehr als den Faktor 2 reduziert bei gleichzeitig vergrößertem mittleren Blasendurchmesser. Unterhalb  $T_{III} = 525^{\circ}\text{C}$  zeigen nur noch die Blasenkonzentration für  $D_1$  und  $D_2$  dosisproportionale Keimbildung, für  $D_3$  wird bereits für  $T < T_{III}$  koaleszentes Verhalten der Blasenkonzentration und des Durchmessers beobachtet. Oberhalb  $T_{III}$  fällt die Blasenkonzentration für alle Dosen mit wachsender Dosis unter gleichzeitigem Wachsen

der Blasengröße. Die Zunahme des mittleren Blasendurchmessers mit Temperatur und Dosis ist im Bereich III sehr ausgeprägt und etwa doppelt so stark wie im Bereich II. Die Koaleszenz schränkt hier die Keimbildung derart stark ein, daß das nachgelieferte Helium entweder in vorhandene Blasen geht und/oder infolge eines mangelnden Leerstellenangebotes zu weiterer Keimbildung und Wachstum nicht fähig ist. Die Abbildung zeigt für  $T > T_{III}$  einen reinen Koaleszenzverlauf, d.h. mit wachsender Dosis fällt die Blasenkonzentration unter gleichzeitigem Wachstum.

#### Bereich IV

Der Bereich IV, der sich etwa von 1 bis 1,3  $\mu\text{m}$  erstreckt, wird durch die beiden Abb. 4,5-6 bei jeweils 1,0 bis 1,05 und 1,2 bis 1,25  $\mu\text{m}$  repräsentiert. Für eine feste Dosis zeigt auch dieser Bereich über die gesamte Temperaturskala eine Buckelfunktion mit dem Maximum bei  $T = 575^{\circ}\text{C}$ . Die Blasenkonzentration nimmt oberhalb  $T = 525^{\circ}\text{C}$  mit wachsender Dosis ab und indiziert ein Koaleszenzwachstum. Von speziellem Interesse ist die Abb. 4.6, die für  $T = 516^{\circ}\text{C}$  einen dosisproportionalen Anstieg der Blasenkonzentration zeigt. Für  $T = 516^{\circ}\text{C}$  sind Blasen stets nur an der Stelle  $x \approx 1,25 \mu\text{m}$  gefunden worden, selbst für den Fall hoher Dosis (einige  $10^{17} \text{ cm}^{-2}$ ). Die Blasen traten dabei bevorzugt an Korngrenzen auf, wie die Abb. 4.7 zeigt. Das Fehlen von Blasen in anderen Tiefen für diese Temperaturen weist auf eine starke Abnahme der Leerstellenbeweglichkeit hin. Das dosisproportionale Wachstum der Blasen für  $T \leq 516^{\circ}\text{C}$  trotz eines fehlenden Leerstellenangebotes indiziert einen spannungsinduzierten Wachstumsprozeß, der durch die Kollektion von Helium in Keimblasen initiiert wurde, da diese wegen des fehlenden Leerstellenangebotes nicht relaxieren können. Das schwache Wachstum dieser Blasen mit der Temperatur (Abb. 4.5-6) selbst im Maximum der Leerstellenübersättigung zeigt, daß der oberhalb  $575^{\circ}\text{C}$  dominante Koaleszenzprozeß im Bereich II den wesentlichen Anteil wachsender Leerstellen und des Heliums bereits gebunden hat, so daß die Leerstellen und Helium-Konzentration im Bereich III und IV stark reduziert ist und für die höchste Temperatur,  $T = 700^{\circ}\text{C}$ , bereits eine Abnahme des Blasendurchmessers (für kleine Dosen) zu beobachten ist.

In den Abb. 4,8 und 4,9 werden in zweidimensionaler Darstellung die Blasenkonzentration und der Blasendurchmesser für die Parameter Dosis und

Temperatur als Funktion der Probentiefe zusammenfassend dargestellt. In dieser Darstellung wird insbesondere ersichtlich, daß nur für die höchste Temperatur der maximale mittlere Durchmesser bei  $0,8 \mu\text{m}$  lokalisiert ist, während sich für die mittlere Temperatur eine Ausschmierung über den Bereich  $0,8$  bis  $1,0 \mu\text{m}$  ergibt. Im Falle der beiden niedrigen Temperaturen  $516^{\circ}\text{C}$  (nicht eingezeichnet) und  $575^{\circ}\text{C}$  ist dagegen ein Anwachsen des Durchmessers zu größeren Tiefen hin zu beobachten. Dieser Befund wird durch die TEM-Mikrographien in Abb. 4.10 erhärtet. Für die  $300^{\circ}\text{C}$ -Bestrahlung wird im Bereich  $0,8 \mu\text{m}$  zwar eine hohe Blasenkonzentration (ca.  $10^{15} \text{cm}^{-3}$ ) beobachtet, der Durchmesser der Blasen ist jedoch gering ( $< 40 \text{Å}$ ). In diesem  $1,2 \mu\text{m}$ -Bereich derselben Probe liegt die inverse Situation vor: die Blasenkonzentration ist um eine Größenordnung oder mehr gesunken, und es hat eine Koagulation von Bläschen stattgefunden, deren nichtfacettierte Koagulationsprodukte einen Durchmesser um  $1000 \text{Å}$  besitzen. Gleichzeitig erkennt man, daß der Zusammenhang der Körner an der Korngrenze durch ein Blasenband weitgehend aufgehoben wurde.

#### Schwellvolumen

Die Abb. 4.11 zeigt in dreidimensionaler Darstellung das Verhalten des Schwellvolumens als Funktion der Dosis und Temperatur für den Bereich II und III. Im letzten Bereich ist das Schwellen bereits unter  $1\%$  abgeklungen, so daß auf die Darstellung verzichtet wurde. Im Bereich II zeigt die Schwellfunktion für die Dosen  $D_1$  und  $D_2$  das Schwellverhalten, wie man es auf der Basis einer temperaturabhängigen Leerstellenübersättigung erwartet. Das Maximum liegt bei  $625^{\circ}\text{C}$ . Unabhängig von der Tiefe ist das Schwellen eine wachsende Funktion der Dosis; eine Sättigung wird nicht beobachtet. Für hohe Dosen ( $> 8 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-2}$ ) und zunehmende Tiefe zeigt das temperaturabhängige Schwellprofil ein Plateau im Bereich  $625$  und  $700^{\circ}\text{C}$ , das in Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus Bereich III und IV einen Schwellmechanismus indiziert, der nicht mehr auf einem reinen Blasenwachstum durch Leerstelleneinfang beruht. Das Anheben der Schwellwerte bei  $700^{\circ}\text{C}$  bestätigt die Dominanz eines Koaleszenzwachstums bei höheren Temperaturen.

### IV.2.3 Der Einfluß des Bestrahlungsflusses

Der Einfluß der Strahlstromstärke auf die Defekterzeugung wurde für zwei Temperaturen mit jeweils zwei verschiedenen Flüssen untersucht. In allen Fällen zeigte sich, daß die Reduzierung des Ionenflusses bei konstanter Dosis zu einer Erhöhung des Blasendurchmessers bei gleichzeitiger Verringerung der Blasenkonzentration führte. Die Abb. 4.12a zeigt dieses Ergebnis für  $T = 625^{\circ}\text{C}$  und zwei Flüsse im Verhältnis ca. 1:5 und die Abb. 4.12b für  $T = 700^{\circ}\text{C}$  mit angenähert gleichem Flußverhältnis. Das Ergebnis bestätigt die im letzten Abschnitt gegebene Interpretation des Blasenverhaltens oberhalb  $575^{\circ}\text{C}$  im Bereich 0,8 bis  $1,0\ \mu\text{m}$  durch Koaleszenz. Die Flußreduzierung bei konstanter Dosis erhöht die Bestrahlungszeit und damit die für die Wanderung und die Amalgation zur Verfügung stehende Zeit. Die Folge davon ist ein Blasenwachstum. Die Tab. IV.7 enthält die Daten für den Einfluß der Strahlstromstärke auf das Blasenverhalten.

Tab. IV.7 Der Einfluß des  $\text{He}^+$ -Ionenflusses auf die Blasenentwicklung in ausgeheiltem Reinstvanadium,  $E_0 = 240\ \text{keV}$

$T [^{\circ}\text{C}]$	$\phi [\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}]$	$t [\text{s}]$	$C_B [10^{15}\ \text{cm}^{-3}]$	$\langle d_B \rangle [\text{Å}]$	$\Delta V/V [\%]$	$x [\mu\text{m}]$
625	$1,3 \cdot 10^{14}$	1830	0,40	288	0,81	1,0
	$6,3 \cdot 10^{14}$	318	1,02	159	0,35	1,0
700	$1,5 \cdot 10^{14}$	580	0,98	410	5,16	0,8
	$6,3 \cdot 10^{14}$	128	2,10	300	3,11	0,8

Wie die Tab. IV.7 ausweist, verschlechtert sich durch die Ionenflußreduzierung das Schwellverhalten erheblich, da die koagulierten Blasen unter einem Überschußdruck stehen und zur Relaxation Leerstellen einfangen, wodurch sie weiter wachsen. Der Koaleszenzprozeß kommt erst dann zum Stillstand, wenn die Blasenbeweglichkeit durch die Blasengröße beschränkt wird.

### IV.2.4 Der Einfluß der Bestrahlungsenergie

Die Bestrahlung von Reinstvanadium mit 2 MeV-Helium-Ionen besitzt nahezu die gleichen Kennwerte für die berechnete Helium- und Schadens-

verteilung wie die 240 keV-Bestrahlung. Die folgende Tabelle IV.8 faßt die im Kap. II berechneten Werte für das Peak-Intervall (Intervallbreite 1200 Å) beider Bestrahlungen zusammen.

Tab. IV.8 Berechnete Schadenscharakteristik für das Peak-Intervall (Intervallbreite 1200 Å) nach 240- und 2000 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei einer Dosis von  $1 \cdot 10^{16}$  cm<sup>2</sup>

E <sub>0</sub> [keV]	R <sub>p</sub> [µm]	σ [µm]	n <sub>g</sub> [ppm]	R <sub>D</sub> [µm]	σ [µm]	n <sub>D</sub>	dpa
240	0,75	0,11	$4,3 \cdot 10^3$	0,6	0,21	21,8	0,064
2000	4,28	0,14	$3,8 \cdot 10^3$	3,7	0,94	19,6	0,045

Die TEM-Auswertung erfolgte in den Tiefen 3,5, 4,3 und 5,0 µm. Die Ergebnisse sind in Tab. IV.3 festgehalten. Die Analyse der Daten läßt eine deutliche Separierung verschiedener Wachstumsprozesse wie im Falle der 240 keV-Bestrahlung nicht zu. Der Grund hierfür liegt wahrscheinlich in der sehr langen Bestrahlzeit, der diese Bestrahlungsserie unterlag (s. Tab. IV.3), so daß die Langzeit-Dominanz eines Wachstumsprozesses andere Prozesse überdeckte. Die Anzeichen sprechen dafür (s.u.), daß dieser Langzeit-Wachstumsprozeß wie im Falle der 240 keV-Bestrahlung durch Blasenkoaleszenz erklärt werden kann. Die allgemeinen Merkmale, die sich aus dieser Bestrahlung ergeben, lassen sich für die einzelnen statistischen Parameter wie folgt zusammenfassen:

#### Blasenkonzentration

Die Blasenkonzentration zeigt für nahezu alle Temperaturen und Dosen einen Peak bei 4,3 µm, der eine Zunahme der Konzentration im Schadensbereich (3,5 - 4,3 µm) und eine Abnahme im Nachbereich (4,3 - 5,0 µm) bedeutet. Der Peak ist in der Regel schwach ausgeprägt (bei der 240 keV-Bestrahlung geht er über mehr als eine Größenordnung), wie insgesamt der Absolutwert der Blasenkonzentration stärker bei  $1 \cdot 10^{15}$  cm<sup>-3</sup> liegt (bei der 240 keV-Bestrahlung bei  $1 \cdot 10^{16}$  cm<sup>-3</sup>). Ein differenziertes Temperaturverhalten kann den Meßdaten nicht entnommen werden, insbesondere ist kein spezifisches Peak-Verhalten beobachtbar, das auf eine kritische Temperatur hindeutet. Vielmehr scheint die Blasenkonzentration im untersuchten Temperaturbereich 575-700°C kontinuierlich abzunehmen, was

einen ständigen Koaleszenzprozeß indiziert, da die maximale Leerstellen-Übersättigung und damit die maximale Keimbildung bei  $T = 625^{\circ}\text{C}$  liegt. Wie im Falle der 240 keV-Bestrahlung zeigt sich auch hier, daß noch an Stellen 0,7 bis 0,9  $\mu\text{m}$  hinter der mittleren Eindringtiefe in Richtung der ungeschädigten Matrix merkliche Blasenkonzentrationen gemessen werden und daß damit an diesen Stellen wiederum hinreichend Helium zur Keimbildung zur Verfügung gestanden haben muß.

### Blasendurchmesser

Das Blasenwachstum ist oberhalb  $T = 625^{\circ}\text{C}$  und  $\phi t \approx 1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  sehr ausgeprägt und steil. Es werden große Blasendurchmesser erreicht, die stets mit einem Abfall der Blasenkonzentration verbunden sind. Die Blasendurchmesser erreichen für diese Temperaturen und Dosen Werte, die das zweifache der Durchmesser der 240 keV-Bestrahlung betragen können. Die Abb. 4.13a-b zeigen für zwei Temperaturen (625 und  $700^{\circ}\text{C}$ ) sowie für eine Dosis von ca.  $2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  die kubisch facettierten Riesenblasenwürfel. Inwieweit diese Blasen das Ergebnis eines instabilen Wachstums sind (BP69) oder das Ergebnis einer Koaleszenz, ist unklar; die Rechnungen (s. Kap. V) sprechen Blasen dieser Größe keine hohe Beweglichkeit mehr zu, so daß ein Koaleszenzwachstum fragwürdig erscheint. Ein ausgeprägtes Koaleszenzverhalten ist jedoch wiederum bei kleineren Blasendurchmessern zu beobachten. Die Durchmesserverteilungsfunktion weist hier verschiedentlich doppelbuckliges Verhalten auf, wobei das zweite Maximum (bei größerem Durchmesser) stets kleiner (geringere Konzentration) als das erste Maximum ist. Die Abb. 4.14 zeigt die TEM-Mikrographie einer solchen Verteilung und das zugehörige Durchmesser-Histogramm mit der zweibuckligen Verteilungsfunktion. Eine Anpassung dieses Histogrammes durch eine Gaußsche Glockenkurve ist nicht sinnvoll, wie die große Differenz zwischen gemessenen mittlerem Durchmesser und dem berechneten Mittelwert der Gaußverteilung zeigt.

### Schwellvolumen

Die Abb. 4.15 zeigt in dreidimensionaler Darstellung das Verhalten des Schwellvolumens als Funktion der Dosis und Temperatur in verschiedenen Probertiefen. Unabhängig von der Tiefe ist das Schwellen eine wachsende Funktion der Dosis, die mit zunehmender Dosis und Probertiefe vom linearen Anstieg in einen hyperlinearen Anstieg übergeht. Eine Sätti-

gung ist nicht zu beobachten und für die höchste untersuchte Dosis von  $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  (nicht eingezeichnet) wird ein Schwellwert von über 12% bei  $T = 700^{\circ}\text{C}$  gefunden.

Das Temperaturverhalten des Schwellens ist bereichs- und dosisabhängig. Für niedrige Dosen fällt das Schwellvolumen leicht mit der Temperatur in allen Bereichen, um dann mit wachsender Dosis (a) im Bereich  $x = 3,5 \mu\text{m}$  mit der Temperatur zu wachsen und (b) im Bereich  $x = 4,3$  bis  $5,0 \mu\text{m}$  ein Schwellverhalten zu zeigen, das ein Plateau zwischen  $625$  und  $700^{\circ}\text{C}$  besitzt. Dieses Verhalten entspricht im wesentlichen qualitativ wie quantitativ dem des der  $240 \text{ keV}$ -Bestrahlung und ist atypisch für das auf einer temperaturabhängigen Leerstellenübersättigung beruhende Schwellen.

Unterschiedlich zum Schwellverhalten der  $240 \text{ keV}$ -Bestrahlung findet hier keine Reduzierung des Schwellwertes bei Tiefen oberhalb  $0,5 \mu\text{m}$  der mittleren Eindringtiefe statt, sondern es zeigt sich, daß neben dem Temperaturplateau ebenfalls noch ein Tiefenplateau zu bestehen scheint, das weit über das Peak-Intervall hinausreicht (in Richtung der ungeschädigten Matrix).

#### IV.2.5 Der Einfluß der Ti-Zulegierung

Die sichere quantitative Auswertung der V-20Ti-Proben nach Helium-Beschuß ist mit Unsicherheiten verbunden gewesen, die durch das Vorhandensein großer, zahlreicher Präzipitate (wahrscheinlich  $\text{TiO}_2$ ) bedingt waren. Die Präzipitate verdeckten entweder teilweise die Blasen oder veränderten die Blasenform derart (irreguläre Vielflächner), daß auf eine quantitative Bestimmung weitgehend verzichtet werden mußte. Die in Tab. IV.4 enthaltenen Daten repräsentieren daher nur einen kleinen Teil dieses Bestrahlungszyklus, der eine sichere Auswertung im Rahmen der üblichen Meßfehler bei der TEM-Technik zugelassen hatte.

Die Zulegierung des Titans führt zu keiner merklichen Änderung des Schwellbetrages, verglichen mit dem für reines Vanadium unter angenehert gleichen Bestrahlungsbedingungen. Dieses steht im Gegensatz zu dem Schwellverhalten durch Poren (Bö73). Die Mikrostruktur der V-20Ti-Proben weist große Ausscheidungen aus, die mit dem hohen Sauerstoffgehalt dieser Proben korrespondieren (vgl. Tab. III.3). In Übereinstim-

mung mit der veränderten Mikrostruktur wird ebenfalls eine veränderte Blasenstruktur gefunden, die in drei Punkten von der Blasenstruktur von Reinstvanadium differiert. Erstens ist die Blasenmorphologie in V-20Ti geändert; die Blasen wachsen in einer bestimmten Richtung und besitzen verlängerte und plattenförmige Formen, wie Abb. 4.16a zeigt, während die Blasen in Reinstvanadium würfelförmiges Aussehen hatten. Zweitens ist der mittlere Blasendurchmesser überwiegend mehr als doppelt so groß wie der für Reinstvanadium, und die Blasendurchmesser-Verteilungskurve ist verbreitert, d.h., daß das  $\sigma/\mu$ -Verhältnis wächst ( $\sigma$  ist die Standard-Abweichung des Mittelwertes  $\mu$ ). Das Anwachsen des Durchmessers geht mit einer Abnahme der Blasenkonzentration einher, so daß  $\Delta V/V$  (V-20Ti)  $\approx \Delta V/V$  (V).

Drittens wachsen die Blasen bevorzugt entlang Korngrenzen und Präzipitaten; so existiert keine gleichmäßige Verteilung innerhalb des Kornes wie im Falle des Reinstvanadiums.

Die Abb. 4.16b bestätigt auch für die Legierung ein Koaleszenzwachstum und weist eine mit der Dosis und Temperatur abnehmende Blasenkonzentration bei gleichzeitigem Wachsen des Blasendurchmessers an.

Das bevorzugte Blasenwachstum entlang der Korngrenzen beeinflußt nicht nur die Volumeneffekte in V-20Ti, sondern beeinflußt ebenfalls damit zusammenhängende Oberflächeneffekte, wie der nächste Abschnitt dieses Kapitels ausweist.

#### IV.3 Die Analyse der Defektstruktur der mit Helium bestrahlten Oberfläche mittels der Rasterelektronenmikroskopie

##### IV.3.1 Der Einfluß der Bestrahlungsdosis

Das Auftreten eines Oberflächenschadens, d.h. einer im REM sichtbaren Deformation der bestrahlten Oberfläche, ist von einer kritischen Bestrahlungsdosis abhängig. Diese kritische Dosis, die Blisterdosis, finden wir im Reinstvanadium bei  $\approx 2 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup>. Unterhalb dieses Wertes, mit Sicherheit unterhalb der Dosis von  $1 \cdot 10^{17}$  He/cm<sup>2</sup>, wurde keine Oberflächenveränderung beobachtet. Oberhalb davon trat "spontan" die Oberflächen deformation auf. Für Reinstvanadium äußert sich dieser spezifische Oberflächenschaden, das Blistern, in dem Auftreten von kuppelförmigen Aufwölbungen, wie die Abb. 4.17 zeigt. Diese Oberflächenblasen

sind in der Regel sehr flach relativ zu ihrem Durchmesser, so daß eine Beobachtung der Blister im REM erst optimal bei einem Einfallswinkel von  $60^\circ$  der Sekundärelektronen auf die Probenfläche möglich war.

Die Erhöhung der Bestrahlungsdosis oberhalb der Blisterdosis führt zu einer Zunahme der Blisterdurchmesser bei gleichzeitiger Abnahme der Blisterdichte (s. Tab. IV.4). Dabei werden Blasendurchmesser beobachtet, die ein 30-faches der mittleren Eindringtiefe ausmachen. Mit der Dosis erhöht sich der Blistergrad, der bei der Blisterdosis einen absoluten Minimalwert von  $\approx 15\%$  zu besitzen scheint und der bei höheren Dosen, die zu einem Blistergrad von  $\approx 42\%$  führen, ein Aufplatzen der Blasen oder eine Exfoliation, eine Abblätterung größerer Oberflächenbereiche, bewirkt. Die partielle Exfoliation reduziert den Blistergrad, was jedoch nur ein scheinbarer Effekt ist, da die Exfoliation zuerst an den größeren Blistern eintritt und damit für die Blistergradbestimmung nach Gl. (4.6) nur die kleineren (flächenärmeren) Blister zurückbleiben.

#### IV.3.2 Der Einfluß der Bestrahlungstemperatur

Der Temperatureinfluß im untersuchten Temperaturbereich  $300-700^\circ\text{C}$  ist für die Blisterentwicklung nicht in dem gleichen Maße dominierend wie für die Volumenblasenentwicklung. Insbesondere scheint die kritische Dosis für die Blisterbildung nur eine schwache Funktion der Temperatur zu sein; sie nimmt generell mit steigender Temperatur ab, wobei nicht auszuschließen ist, daß sie bei  $T = 625$  einen Sattel oder ein flaches Minimum besitzt.

Einen ausgeprägteren Verlauf mit der Temperatur zeigt das Blisterwachstum (s. Abb. 4.18). Im Temperaturbereich maximalen Volumenschwellens ( $T = 625^\circ\text{C}$ ) ist ebenfalls ein maximaler Blistergrad zu beobachten. Die Blistergröße ist bei dieser Temperatur ebenfalls maximal, und der Durchmesser erreicht Werte zwischen dem 15- und 30-fachen der mittleren Eindringtiefe. Die bei tiefen Temperaturen beobachtete Exfoliation des Vanadiums verschwindet mit höherer Temperatur bis ausschließlich der Oberflächenschaden aus kuppelförmigen Blistern besteht. Zu niedrigeren Temperaturen hin nimmt der Blisterdurchmesser schwächer ab als zu höheren Temperaturen hin. Der kleinste gemessene mittlere Blisterdurchmes-

ser betrug etwa das 8-fache und der kleinste gemessene Einzelblisterdurchmesser das 5-fache der mittleren Eindringtiefe (für die 240 keV-Bestrahlung). Die starke Abnahme des Blisterdurchmessers zu höheren Temperaturen oberhalb 625<sup>0</sup>C, die im Falle der 240 keV-Beschleunigung zu einem Verschwinden der Oberflächenblasen führt, ist eine Folge der mit der Temperatur abnehmenden Streckgrenze des Vanadiums und der zwischen 850 und 950<sup>0</sup>C einsetzenden Superplastizität dieses Materials (Jh70). Anstelle der Oberflächenblasen tritt jedoch ein neuer Oberflächenschaden auf, der aus dem starken Wachstum der Volumenblasen resultiert und zu einem Schnitt dieser Blasen mit der Oberfläche führt. Die Abb. 4.19 zeigt eine derart perforierte Oberfläche, die einen Perforationsgrad zwischen 15 und 25% besitzen. Der mittlere Durchmesser dieser Löcher entspricht innerhalb des Meßfehlers für diese Auswertung der berechneten mittleren Eindringtiefe nach Kap. II.

Diese Auswertungen besitzen jedoch einen interessanten Aspekt. Es zeigt sich, daß die eine Gruppe der untersuchten REM-Mikrographien einen mittleren Lochdurchmesser von  $1,0 \pm 0,2 \mu\text{m}$  aufweist, die andere untersuchte Gruppe dagegen einen mittleren Lochdurchmesser von  $0,83 \pm 0,16 \mu\text{m}$ . Die erste Gruppe korreliert mit einem Experiment, in dem in einem ersten Schritt eine Oberflächenexfoliation bei 300<sup>0</sup>C eingeleitet und in einem zweiten Schritt die abgeplatzten Metallblätter durch Strahlheizung auf eine (geschätzte) Temperatur von mehr als 1000<sup>0</sup>C aufgeheizt wurden. Die zweite Gruppe korreliert mit einem Experiment, in dem die Abblätterung bei 550<sup>0</sup>C durchgeführt und danach wiederum auf etwa 1000<sup>0</sup>C aufgeheizt wurde. Die Ergebnisse dieses Doppelerperimentes lassen sich erklären, wenn man die Annahme macht (1), daß die Ablösung der Blister von der Matrix in den Proben-tiefen auftritt, wo sich die maximalen mittleren Volumenblasen befinden und (2), daß die mittleren Lochdurchmesser mit der Dicke der abgeplatzten Schicht korrelieren. Unter diesen Annahmen indiziert der Lochdurchmesservergleich einen ebenfalls bei den TEM-Auswertungen gemachten Befund, daß mit der Absenkung der Bestrahlungstemperatur unter 525<sup>0</sup>C das Blasenwachstum vorherrschend in Bereichen hinter der (berechneten) mittleren Eindringtiefe in Richtung der ungeschädigten Matrix stattfindet. Während für Temperaturen oberhalb 525<sup>0</sup>C das Blasenwachstum sich in den Bereich um die (berechnete) mittlere Eindringtiefe vorschiebt.

### IV.3.3 Der Einfluß der Bestrahlungsenergie

#### IV.3.3.1 Der Einfluß auf die Blistermorphologie

Der Beschuß der V-Oberflächen mit 2000 keV-He<sup>+</sup> führt zu einer Erhöhung der Blisterdosis um den Faktor  $\approx 2$ . Für Temperaturen unter 700°C wird kein Blistern bis zu Dosen von  $2,6 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> beobachtet. Stattdessen zeigt sich für eine Dosis von  $2,4 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> eine Verwerfung von einzelnen Körnern (s. Tab. IV.5), die den baldigen Beginn des Blisterns andeutet. Bei 700°C setzt das Blistern bei  $2,0 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> ein und die Verwerfung findet bereits bei einer Dosis von  $1,0 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> statt, wie die Abb. 4.20 zeigt. Der Blistergrad bei der Blisterdosis beträgt 20,9% und entspricht etwa dem der 240 keV-Bestrahlung. Mit steigender Dosis zeigt sich auch hier das Auftreten von Exfoliationen, wobei die Exfoliation immer dann einsetzt, wenn die Blistergröße fast die Korngröße erreicht hat (in unserem Fall zwischen 40 und 60  $\mu\text{m}$ ). Der Blisterdurchmesser ist wiederum ein Vielfaches (hier das 10-fache) der mittleren Eindringtiefe des Helium-Ions. Selbst die größten beobachteten Blister von mehr als 60  $\mu\text{m}$  zeigten keine Eigendeformationen (Einstülpung der Spitze, Aufplatzen der Spitze), was auf das immer noch günstige Durchmesser-Dicken-Verhältnis der Blister von  $\approx 15$  zurückzuführen ist.

#### IV.3.3.2 Der Einfluß auf die Blisterschichtdicke ("Deckeldicke")

Der Einfluß der Energievariation auf die Deckeldicke der Blister wurde im Bereich der Energie 50-240 keV untersucht. Die Bestrahlungstemperatur wurde so gewählt, daß sie mit  $T = 550^\circ\text{C}$  in einen Bereich fiel, wo die maximalen Volumenblasendurchmesser im Umgebungsbereich der mittleren Eindringtiefe liegen. Die folgende Tabelle IV.9 enthält die gemessenen Deckeldicken und gibt gleichzeitig die nach Kap. II berechneten mittleren Eindringtiefen und ihre Standardabweichungen an.

Tab. IV.9 Die Deckeldicke als Funktion der Energie und Temperatur für Reinstvanadium nach einer Bestrahlungsdosis von  $5 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup>. Vergleich mit dem nach Kap. II berechneten mittleren Eindringtiefen  $R_p \pm \sigma$

$E_0$ [keV]	50	100	150	205	210
$T$ [°C]	550	550	550	550	300
$x_{B1}$ [µm]		0,46±0,01	0,61±0,02	0,75±0,04	
$R_p \pm \sigma$ [µm]	0,24±0,08	0,43±0,10	0,56±0,10	0,70±0,11	0,73±0,11

Die Messungen wurden an Deckelschichten vorgenommen, die eine "glatte" Unterkante besaßen, wie die Abb. 4.21a zeigt. Unabhängig von derart glatten Unterkanten wurden ebenfalls Schichten beobachtet, deren Unterseite eine deformierte Randschicht (Abb. 4.21b) besitzen oder die sogar aus einer zweilagigen Schicht bestehen, von denen die obere relativ spannungsfrei und gleichbleibend dick ist ( $x_1 \approx R_p$ ) während die untere dagegen deformiert und von variierender Dicke ( $0 < x_2 < R_p$ ) ist, so daß die gesamte Deckeldicke der Relation

$$R_p < x_{B1} = x_1 + x_2 < 2R_p$$

folgt (s. Abb. 4.21c). Die bisherigen Untersuchungen haben jedoch nicht zweifelsfrei entscheiden können, ob diese Doppellagigkeit nur auf die Bruchstelle (Kante) selbst beschränkt ist. Es konnte jedoch beobachtet werden, daß die Häufigkeit für das Auftreten solcher deformierten Randschichten mit abnehmender Temperatur und Energie wuchs.

#### IV.3.4 Der Einfluß der Titan-Zulegierung

##### IV.3.4.1 Die V-3Gew.-% Ti-Legierung

Diese Legierung zeigt gegenüber dem Reinstvanadium eine stark erhöhte Blisterdosis. So wurden bei  $T = 525^\circ\text{C}$  und einer Dosis von  $5 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> nur sehr flache nadelförmige Blister beobachtet (Abb. 4.22a), an denen die Oberfläche bei Erhöhung der Dosis auf  $8 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> aufbricht (Abb. 4.22b). Die Blisterdosis fällt auf einen Wert von  $2 \cdot 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> bei  $700^\circ\text{C}$ . Die Temperaturentwicklung der Exfoliation zeigen für zwei Do-

sen,  $5$  und  $8 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ , die Bildersequenzen Abb. 4.23 und 4.24. Für die niedrige Dosis führt die Temperaturerhöhung von  $T = 525^\circ\text{C}$  auf  $T = 575^\circ\text{C}$  zu einem stellenweisen Aufplatzen, bis die Probe bei  $T = 625^\circ\text{C}$  im gesamten Strahlfleckbereich Exfolationen zeigt, die bei  $T = 700^\circ\text{C}$  in Mehrfachexfolationen übergehen; zugleich treten verstärkt kuppelförmige Blister auf. Die Bildersequenz für die höhere Dosis bestätigen diesen Temperaturverlauf, wobei  $T = 700^\circ\text{C}$  ein deutliches Nebeneinander von Exfolationen und Blistern vorliegt. Das temperaturverzögerte Auftreten von Blistern in der Legierung im Vergleich zum Reinstvanadium indiziert einen Zusammenhang zwischen Fließspannung und Blistern.

Die Streckgrenzenreduzierung der bei Raumtemperatur härteren Legierung auf die Werte des Reinstvanadiums tritt erst bei höheren Temperaturen auf, so daß die kuppelförmigen Oberflächendeformationen entsprechend bei höherer Temperatur erscheinen. Die Frage, welches der beiden Phänomene, Exfolation oder Blistern, bei einer gegebenen Temperatur auftritt, hängt damit von dem Verhältnis der Korngrenzen- zur Matrixfestigkeit ab.

#### IV.3.4.2 Die V-20Gew.-% Ti-Legierung

Für die V-20Ti-Legierung wird im untersuchten Temperaturbereich  $525$  bis  $700^\circ\text{C}$  keine temperaturabhängige Blisterdosis gefunden. Der Oberflächenschaden setzt stets bei  $2,0 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$  ein. Er zeigt in allen untersuchten Temperaturen und Dosen keine Oberflächenblasen, sondern er besteht stets aus einer Exfolation an Korngrenzen (s. Abb. 4.25). Die Korngröße ist mit ca.  $10 \mu\text{m}$  für diese Legierung erheblich kleiner als die für das untersuchte Reinstvanadium und die V-3Ti-Legierung. Wegen des Fehlens von Oberflächenblasen sollte die kritische Dosis für das Auftreten eines Oberflächenschadens hier besser mit Exfolationsdosis anstelle mit Blisterdosis umschrieben werden.

Für alle Temperaturen steigt die Zahl der aufgeplatzten Oberflächenschichten mit wachsender Dosis, wie die Tab. IV.6 ausweist. Die Zahl der Exfolationen ist im wesentlichen dosisspezifisch und weniger temperaturspezifisch. Bei  $T = 575^\circ\text{C}$  besteht allerdings ein deutliches Minimum in der Zahl der Exfolationen. Die Bestimmung eines Exfolationsgrades (aufgeplatzte Fläche/Gesamtfläche) analog zum Blistergrad ist

wegen der Flächenirregularität quantitativ nur grob bestimmbar. Es zeigt sich, daß für alle Temperaturen und Dosen der Exfoliationsgrad (für die erste abgeplatzte Oberflächenschicht) oberhalb 35-40% liegt.

In einer Übersichtsdarstellung zeigt Abb. 4.26 die Änderung der Blistermorphologie mit der Ti-Zulegierung, die von einer plastisch deformierbaren Oberfläche bei Reinstvanadium bis zum interkristallinen Sprödbruchverhalten der Oberfläche bei V-20Ti reicht.

V. MODELLTHEORETISCHE ANALYSE DES DIFFUSIONSPROZESSES BEI BESTRAHLUNG UNTER BERÜCKSICHTIGUNG DER EXPERIMENTELLEN ERGEBNISSE. DISKUSSION

V.1 Die strahlungsinduzierte Leerstellenübersättigung

Dieses Kapitel benutzt die klassische Keimbildungs- und Wachstumstheorie und teilt demgemäß die Untersuchungen in Keimbildungs- und Wachstumsprozesse ein. Das Auftreten von Blasen im Festkörper bedeutet die Existenz einer neuen Phase in der Matrix. Die Voraussetzung für jede Phasenumwandlung ist das Vorhandensein einer Übersättigung des Systems an der Phase, die wachsen soll, in unserem Fall also an Leerstellen.

Die Rechnungen in Kap. II zeigten, daß durch die Implantation von Helium neben dem Aufbau einer interstitiellen He-Konzentration im Festkörper ebenfalls elastische Energie während des Abbremsprozesses an das Gitter abgegeben wird, die zu einer Verlagerung von Gitterbausteinen führt. Die Tab. V.1 enthält die totale Zahl der Verlagerungen (= Zahl der erzeugten Leerstellen und V-Zwischengitteratome) nach Gl. (2.27 u. 30) für eine He<sup>+</sup>-Bestrahlung mit einer Dosis von 1·10<sup>16</sup> He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> auf Reinstvanadium.

Tab. V.1 Zahl der Verlagerungen pro He<sup>+</sup>-Ion nach He<sup>+</sup>-Beschluß als Funktion der Energie nach einer Dosis von 1·10<sup>16</sup> He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup> und korrespondierende He-Konzentration im Volumen 4 σ

E <sub>0</sub> [keV]	n <sub>D</sub>	dpa	c <sub>g</sub> [At.ppm]	σ [μm]
50	73	0,311	4888	0,077
240	105	0,309	3113	0,111
2000	139	0,321	2451	0,141

Durch die Bestrahlung wird somit eine sehr hohe Zahl an Leerstellen erzeugt, die um Größenordnungen oberhalb der thermischen Leerstellenkonzentration  $c_V^{th}$  liegen. Die wahre Leerstellenübersättigung wird jedoch durch Senkterme im Festkörper reduziert, von denen die folgenden berücksichtigt werden.

(1) Null-dimensionale Senke (Rekombination)

Die Rekombination führt zu einer paarweisen Vernichtung der Frenkelpaare. Dieser Anteil ist dem Produkt aus Leerstellenkonzentration  $c_V$  und Zwischengitteratomkonzentration  $c_i$  proportional. Die Ratenkonstante  $K_{iV}$  für die Rekombination ist von der Sprungfrequenz  $v_{iV}$  des Punktdefektes und der Reichweite  $r_{iV}$  einer solchen Sprungfrequenz abhängig. Duesing et al. nehmen im wesentlichen ein temperaturunabhängiges Rekombinationsvolumen  $\frac{4}{3} \pi r_{iV}^3$  von  $100 \Omega$  an (DHSS68), wenn  $\Omega$  das Atomvolumen bedeutet. Damit schreibt sich die Ratenkonstante zu

$$K_{iV} = 4 \pi r_{iV} (D_i + D_V) / \Omega \quad , \quad (5.1)$$

wenn  $D_i$  und  $D_V$  die statistischen Diffusionskoeffizienten für das Eigeninterstitielle und die Leerstelle sind. Nach Seeger und Mehrer (SM70) läßt sich der makroskopische Selbstdiffusionskoeffizient für Einzeleerstellen in kubisch-raumzentriertem Gitter wie folgt schreiben:

$$D_V = a^2 v_V^0 \exp(S_V^m/k) \exp(-E_V^m/kT) \exp(S_V^f/k) \exp(-E_V^f/kT) \quad (5.2)$$

- a Gitterkonstante =  $(\Omega/2)^{1/3}$
- $v_V^0$  Frequenzfaktor d. Leerstelle =  $\frac{1}{a} \left\{ \frac{2E_V^m}{m} \right\}^{1/2}$
- m Masse des Atoms
- $S_V^{m,f}$  Wanderungs- u. Bildungsantropie der Leerstelle
- $E_V^{m,f}$  Wanderungs- und Bildungsenergie der Leerstelle;

eine analoge Schreibweise gilt für  $D_i$ .

(2) Mehrdimensionale Senken

Die Senkterme für die Annihilation von Punktdefekten an den mehrdimensionalen Senken sind der jeweiligen Punktdefektkonzentration  $c_V, c_i$  und

der Senkenkonzentration  $c_s^{(k)} = a^2 \cdot \rho^{(k)}$  proportional, wenn  $\rho^{(k)}$  die Senkendichte für den k-ten Senkentyp bedeutet. Die Ratenkonstanten hängen ebenfalls vom Senkentyp ab und schreiben sich analog zu Gl. (5.1)

$$K_{sv}^{(k)} = 4\pi r_{sv}^{(k)} D_v / \Omega \quad (5.3a)$$

$$K_{si}^{(k)} = 4\pi r_{si}^{(k)} D_i / \Omega \quad (5.3b)$$

wenn  $r_{sv,i}^{(k)}$  der defekt- und senkenspezifische Annihilationsradius ist. Bullough konnte zeigen (BB72), daß der Zusammenhang zwischen  $r_{si}^{(d)}$  und  $r_{sv}^{(d)}$  im Falle von Versetzungen (d) durch die Relation

$$r_{si}^{(d)} \approx 1,02 r_{sv}^{(d)} \quad (5.3c)$$

gegeben ist, wenn der Biasfaktor von 2% die Senken-Präferenz für die Zwischengitteratome ist.

### (3) Die freie Oberfläche

Infolge der oberflächennahen Implantation im Falle der 240 keV-Bestrahlung wird der Leerstellenfluß zur Oberfläche durch den Term

$$D_{v,i} \frac{\partial^2 c_{v,i}}{\partial x^2} \quad (5.4)$$

berücksichtigt.

Die gekoppelten Diffusionsgleichungen für die Leerstellen- und Zwischengitteratomkonzentrationen schreiben sich damit

$$\begin{aligned} \frac{\partial c_v}{\partial t} &= K_v(x) + D_v \frac{\partial^2 c_v}{\partial x^2} - K_{iv} c_i c_v - c_v \sum_k K_{sv}^{(k)} c_s^{(k)} \\ \frac{\partial c_i}{\partial t} &= K_i(x) + D_i \frac{\partial^2 c_i}{\partial x^2} - K_{iv} c_i c_v - c_i \sum_k K_{si}^{(k)} c_s^{(k)} \end{aligned} \quad (5.5)$$

Sie stellen eine Verallgemeinerung des von Rothman, Lam, Sizman und Bisswanger benutzten Differentialgleichungssystems dar (RLSB73), indem sie verschiedene Senkentypen und eine inhomogene Defekterzeugungsrate zulassen. Die Randbedingungen für das obige System sind

$$c_V = c_i = 0 \quad \text{für } x = 0 \quad \text{und } x = L ; \quad c_V^{\text{th}} = 0 , \quad (5.6)$$

wenn L die Foliendicke, hier zu 5  $\mu\text{m}$  gewählt, bedeutet. Eine analytische Lösung dieses simultanen Differentialgleichungssystems (Gl. (5.5)) ist auch für den homogenen Mode (stationäres Gleichgewicht)

$$\frac{\partial c_{V,i}}{\partial t} = 0 \quad (5.7)$$

nicht möglich. Für eine konstante Defekterzeugungsrate, für  $k = 1$  und für den stationären Fall geben A.J.E. Foreman (Fo74) eine numerische und Lam, Rothman und Sizman (LRS74) eine analytische Lösung an.

Die numerische Lösung von Gl. (5.5) nach Kaletta und Schneider (KS75) zeigt, daß im Falle einer Vanadium-Probe mit einer mittleren Dichte von  $10^{10}$  Versetzungslinien/ $\text{cm}^2$  ( $k = 1$ ) der stationäre Gleichgewichtszustand bei  $T = 600^\circ\text{C}$  erst oberhalb der in den Experimenten erreichten Bestrahlungszeit  $t$  (s. Tab. IV.1) erreicht wird. Die Abb. 5.1 demonstriert dieses Ergebnis und zeigt die zeitliche Entwicklung der Leerstellen- und Interstitiellenkonzentration in verschiedenen Probentiefen. Die Defekterzeugungsrate  $K(x)$  ist so gewählt, daß sie dem Bestrahlungs-Experiment nach Abb. 4.2 entspricht. Die thermische Leerstellenkonzentration ist mit  $c_V^{\text{th}} = 2,05 \cdot 10^{-12}$  gering, so daß sich im Maximum der strahlungsinduzierten Leerstellenkonzentration  $c_V$  Leerstellenübersättigungen  $S = c_V/c_V^{\text{th}}$  bis  $2 \cdot 10^9$  ergeben. Die für die Rechnung benutzten Diffusionsdaten sowie einige Gitterdaten enthält die Tab. V.2.

Die Defektkonzentrationen folgen dem Verlauf der Schädigungsrate. Ein Einfluß der Diffusion ist bei dieser Temperatur nur in Richtung der Oberfläche zu beobachten. In diesem Bereich fällt die Leerstellenkonzentration flacher ab als die Schädigungsrate, so daß eine verstärkte Diffusion zur Oberfläche hin eingesetzt hat. Die Rechnung bestätigt damit den anhand des  $K_V = K_V(x)$ -Verlaufs erwarteten Leerstellenfluß mit einem Maximum zwischen 0,6 und 0,8  $\mu\text{m}$ .

Eine weitere interessante Konsequenz der räumlichen inhomogenen Schädigungsrate  $K_V(x)$  ist, daß sie indirekt zu einer Präferenz der Leerstellen führt.

Tab. V.2 Gitterdaten für Vanadium und Diffusionsdaten für die Leerstellen und Helium-Diffusion in Vanadium, in Klammern stehende Werte (...) sind in dieser Arbeit benutzte Schätzwerte

A) VANADIUM

Gitterkonstante a	3,025 Å	(Pe58)
Atomvolumen $\Omega$	13,809 Å <sup>3</sup>	(Pe58)
Schmelzpunkt $T_m$	2170 K	(Sch67)
Arrhenius-Faktor $D_0$	0,107 cm <sup>2</sup> /s	(AMA68)
Aktivierungsenergie $Q_V^{th}$	2,80 eV	(AMA68)
Wanderungsenergie $E_V^m$	0,54 eV	(JW72)
Bildungsenergie $E_V^f$	(2,26 eV)	
Wanderungsentropie $S_V^m$	(0,8 k)	
Bildungsentropie $S_V^f$	(3,2 k)	
Aktivierungsenergie $Q_i^{th}$	(1,7 eV)	
Aktivierungsentropie $S_i$	(0,4 k)	
Oberflächenenergie $\gamma$	1000 erg/cm <sup>2</sup>	(diese Arbeit)
Zahl d. Gitteratome $n_A$	7,234 · 10 <sup>22</sup> cm <sup>-3</sup>	(Sch67)

B) HELIUM

van-de-Waals-Konstante a	330 bar · cm <sup>6</sup>	(Fr69)
b	38,85 Å <sup>3</sup>	(Fr69)
2. Virialkoeffizient $b_2$	19,65 Å <sup>3</sup>	(TPM71) f.T= 0°C
	17,62 Å <sup>3</sup>	" f.T= 300°C
	16,52 Å <sup>3</sup>	" f.T= 500°C
	15,57 Å <sup>3</sup>	" f.T= 700°C

C) HELIUM IN VANADIUM

Arrhenius-Faktor $D_0$	(0,107 cm <sup>2</sup> /s)	
Interst. Wanderungsenergie $E_g^m$	0,13 eV	(WJ72)
Substit. Wanderungsenergie $E_g^m$	3,2 eV	(WJ72)
Bildungsenergie für He in (101)-Position $E_g^f$	4,61 eV	(WJ72)
Bildungsenergie für He in Leerstelle $E_g^f$	1,65 eV	(WJ72)
Aktivierungsenergie für Volumendiffusion $Q_{vol}$ d.Blase	1,13 eV	(diese Arbeit)

Infolge der höheren Mobilität der Zwischengitteratome gegenüber den Leerstellen diffundieren die ersteren rascher aus dem Definitionsbereich von  $K_V(x)$  heraus, so daß der Rekombinationsterm infolge der fehlenden Interstitiellen kleiner und die Leerstellenkonzentration damit erhöht wird. Dieser Effekt läßt sich verstärken, wenn zusätzliche Senken eingebaut werden (z.B. Erhöhung der Versetzungsdichte), die auf beide Punktdefekttypen als Senke wirken. Die Interstitiellen erreichen die Senke früher als die Leerstellen und erniedrigen den Rekombinationsterm infolge ihrer Annihilation an Senken. Die Tab. V.3 demonstriert dieses zunächst überraschende Ergebnis einer mit der Versetzungsdichte sublinear ( $c_V \sim \sqrt{\rho^{(d)}}$ ) wachsenden Leerstellenkonzentration für  $T=700^\circ\text{C}$ .

Tab. V.3 Der Einfluß der Versetzungsdichte  $\rho^{(d)}$  auf die strahleninduzierte Leerstellenkonzentration  $c_V$  bei inhomogener Schädigungsrate  $K(x)$  für  $T = 700^\circ\text{C}$ .  $c_V$  an der Stelle  $x = 0,8 \mu\text{m}$  mit  $K_V(0,8 \mu\text{m}) = 2,3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

t [s]	$c_V$		
	$\rho^{(d)} = 10^9 \text{ Linien/cm}^2$	$\rho^{(d)} = 10^{10} \text{ Linien/cm}^2$	$\rho^{(d)} = 10^{11} \text{ Linien/cm}^2$
1	$3,13 \cdot 10^{-5}$	$7,30 \cdot 10^{-5}$	$2,27 \cdot 10^{-4}$
31	$1,40 \cdot 10^{-4}$	$4,37 \cdot 10^{-4}$	$1,36 \cdot 10^{-3}$
81	$2,32 \cdot 10^{-4}$	$7,13 \cdot 10^{-4}$	
121	$2,82 \cdot 10^{-4}$	$8,67 \cdot 10^{-4}$	

Das Gleichungssystem Gl. (5.5) läßt jedoch keine Reproduktion der Leerstellenkonzentration zu, wie sie aus den experimentellen Blasenkonzentrationen und Durchmessern (s. Abb. 4,8-9) bestimmbar ist, wenn man von der allgemeinen Tendenz absieht, daß oberhalb  $1 \mu\text{m}$  Probentiefe eine fallende Blasen- wie Leerstellenkonzentration zu beobachten ist. Die Hinzunahme weiterer Senkenterme ( $k > 1$ ), insbesondere die Berücksichtigung der Blasen als Leerstellensenke, wie es H.Wiederich für die Poren getan hat (Wi72), führt zu keiner wesentlichen Änderung der Konzentrationsprofile. Die Erhöhung der Senkenkonzentration und/oder der Annihilationswahrscheinlichkeit an der Senke führt in erster Linie zu einer zeitlichen Reduzierung des transienten Verhaltens, d.h. der stationäre Gleichgewichtszustand wird früher erreicht. Der Grund für das teilweise Versagen des Differentialgleichungssystems Gl. (5.5), das eine Erklärung des

Kavernenwachstums auf der Basis einer Leerstellenübersättigung sucht, liegt im Falle des Blasenwachstums (gasgefüllter Kaverne) darin begründet, daß es

- (1) die Erzeugung und Verteilung des Heliums als Keimbildner und Senke nicht berücksichtigt,
- (2) von festen, d.h. unveränderlichen statistisch verteilten Senkenpositionen ausgeht, während im Falle der Helium-Blase eine hohe Mobilität der Senke angenommen werden muß und
- (3) von festen, d.h. zeitlich unveränderlichen Senkenkonzentrationen und Dimensionen ausgeht, während sowohl die Versetzungsdichte (MW74) als auch die Blasenkonzentration und Größe (s. Kap. IV) zeitlich veränderlich sind.

Es ist das Ziel der folgenden Abschnitte, diese Aussagen quantitativ in einer ersten Näherung zu erfassen und einige der darin involvierten Größen mit Hilfe der experimentellen Ergebnisse des letzten Kapitels numerisch zu bestimmen.

## V.2 Das Blasenmodell

### V.2.1 Die Keimbildung und die Rolle der Leerstellen

Die folgende Analyse geht davon aus, daß die beobachtete Kavernenstruktur eine Blasenstruktur ist. Diese Aussage ist gleichbedeutend mit der Forderung, daß an jeder Stelle  $x$ , an der Kavernen beobachtet werden, eine für die Kavernenbildung hinreichend große Zahl an Helium-Atomen zur Verfügung gestanden hat. Das von uns vorgeschlagene Keimbildungsmodell macht folgende Annahmen:

- (1) Die Gasatome werden mit einer zeitlich konstanten, aber räumlich inhomogenen Rate  $K_g(x)$  [ $s^{-1}$ ] erzeugt.
- (2) Die Gasatome sind in der Matrix vernachlässigbar löslich
- (3) Die Gasatome diffundieren über einen statistischen Wanderungsprozeß
- (4) Ein Cluster  $(g,v)$  aus einem Gasatom und einer Leerstelle  $(1,1)$  oder aus zwei Gasatomen  $(2,0)$  ist ein stabiler und statischer Keim.

Mit dieser Annahme läßt sich eine Ratengleichung für die atomare Helium-Verteilungsfunktion aufstellen, die eine quantitative Angabe der örtlichen Helium-Konzentration erlaubt:

$$\begin{aligned} \frac{\partial c_g}{\partial t} = & K_g(x) + D_g \frac{\partial^2 c_g}{\partial x^2} \\ & - K_{gV} c_g c_V - K_{2g} c_g^2 \\ & - K_{dg} c_s^{(d)} c_g - K_{g,KB} c_s^{(KG)} c_g - K_{gB} c_s^{(B)} c_g \end{aligned} \quad (5.8)$$

(d) Versetzung    (KG) Korngrenze    (B) Blase

Die Helium-Erzeugungsrate wird nach Kap. II als gaußisch angenommen und ist mit der Gl. (2.33) identisch, wenn man durch den Zeitfaktor  $t$  dividiert.

Die Ratenkonstanten in Gl. (5.8) werden analog zu denen in Gl. (5.5) dargestellt, wobei die Einfangradien als unbekannte Parameter eingehen. Durch den Leerstellen-Term ist Gl. (5.5) an das Gleichungssystem (5.5) gekoppelt. Trotz der verschiedenen nicht genau bekannten Parameter läßt das System Gl. (5.5 u.8) eine qualitative Analyse der Keimbildung zu. In dem Bereich II (s. Kap. IV) wird das Helium dominant durch Leerstellen gebunden, da die Leerstellenkonzentration um Größenordnungen die höchste partielle Senkenkonzentration für das Helium darstellt. Der mittlere Abstand freier Leerstellen beträgt in diesem Bereich weniger als  $100 \overset{\circ}{\text{Å}}$ , wenn man die Konzentrationswerte aus Abb. 5.1 zugrundelegt, dem ein etwa gleich großer mittlerer Abstand für die Helium-Teilchen gegenübersteht. Der mittlere Abstand der Versetzungslinien liegt dagegen um eine Größenordnung höher. Qualitativ gilt die gleiche Aussage für den Bereich III, während im Bereich IV bereits eine Konkurrenz der verschiedenen Fallenmechanismen, (1,1), (2,0) und (1,d) einsetzt, die am Ende des Bereiches IV und im Bereich V zugunsten der Prozesse (2,0) und (1,d) und (1,KG) ausgeht. Die Leerstellenkonzentration ist in diesem Bereichen um mehrere Größenordnungen gegenüber dem Maximalwert abgefallen.

Experimentell wird dieser Befund bestätigt, wie die Abb. 5.2a zeigt. Für niedrige Temperaturen und Dosen

a)  $T = 465^{\circ}\text{C}$  Dosis  $8,1 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$

b)  $T = 516^{\circ}\text{C}$  Dosis  $4,3 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$

werden Blasen nur an den Korngrenzen beobachtet, die einen Durchmesser  $\approx 30 \text{ \AA}$  besitzen. Für die Probe (a) werden diese Blasen nur im Intervall  $x = 1,21 \pm 0,06 \text{ \mu m}$  und für (b) im Intervall  $x = 1,45 \pm 0,06 \text{ \mu m}$  beobachtet. In den anderen, oberflächennahen Bereichen werden keine Blasen identifiziert, so daß bei diesen niedrigen Temperaturen und geringen Schädigungen (hoher Rekombinationsanteil im Gleichungssystem Gl. (5.5) ) die Korngrenzen den effektivsten Fallenmechanismus darstellen, der zu beobachtbaren Bläschen führt. Mit wachsender Temperatur werden jetzt auch Blasen im Korn beobachtet,

c)  $T = 575^{\circ}\text{C}$  Dosis  $0,6 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  ,

aber wiederum nur im Probenbereich IV, während die Bereiche II und III keine identifizierbaren Blasen zeigen.

Damit muß angenommen werden, daß die Keimbildungsrate von der Konfiguration abhängt, und/oder das Wachstum bis zum Auftreten von Blasen mit einem Durchmesser um  $40 \text{ \AA}$  eine fallenspezifische Inkubationszeit besitzt. Beide Rateneffekte, die Keimbildungs- wie Wachstumsrate, sind sowohl dosis- wie temperaturabhängig.

Die Bestimmung der Keimbildungsrate erfolgt für die Clusterkonfigurationen, wobei wir gemäß Gl. (5.8) zwischen reinen und gemischten Clustern unterschieden. Die reinen Cluster sind vom (0,v)- und (g,o)-Typ, wobei der Grenzfall der Pore (reiner Leerstellencluster) hier nicht relevant ist. Der gemischte Cluster ist vom (g,v)-Typ.

Die Ratengleichungen für den kritischen Keim des reinen Gas-Clusters (2,0) lassen sich unter Berücksichtigung von Wachstumstermen höherer Ordnung für den reinen Cluster (s. nächsten Abschnitt) und unter Ein-schluß des ersten Wachstumsterms für den gemischten Cluster aus einem (2,0)-Keim, (2,0)  $\nabla$  (2,1) wie folgt angeben:

$$\frac{\delta c_{2g}}{\delta t} = K_{2g} c_g^2 - K_{3g} c_{2g} c_g - K_{2g,v} c_{2g} c_v \quad (5.9)$$

$$\frac{\partial c_g}{\partial t} = K_g - 2 K_{2g} c_g^2 - K_{3g} c_{2g} c_g + 2 K_{2g,v} c_{2g} c_v - \sum_{j=4} K_{jg} c_{(j-1)g} c_g$$

Die Keimbildung ist abgeschlossen, wenn die Konzentration der zweiatomaren Cluster einen Maximalwert erreicht, da danach die Zahl der Sprünge für die Kollision zweier Gasatome größer ist als die Zahl der Sprünge für die Kollision zwischen einem Gasatom und einem bestehenden Cluster.

Für die Maximalkonzentration an diatomaren Clustern gilt dann

$$c_{2g} = \frac{K_g c_g^2}{K_{3g} c_g + K_{2g,v} c_v} \quad (5.10a)$$

mit

$$c_g = \sqrt{\frac{K_g}{K_{2g} [3 + \sum_{j=4} K_{jg}/K_{(j+1)g}]}} \quad (5.10b)$$

$$\text{für } K_{2g,v} c_v \ll K_{3g} c_g$$

Folgt man einem Argument Wiedersichs (Wi72), so läßt sich die Zeit  $t^N$  bis zum Abschluß der Keimbildung näherungsweise durch

$$t^N = \langle x^2 \rangle / 6 D \quad (5.11)$$

angeben, wobei hier jetzt

$$\langle x^2 \rangle \approx (\Omega/c_{2g})^{2/3} \quad \text{und} \quad D = D_g + D_v \quad (5.12)$$

gilt.

Die Diskussion der Gln. (5.10-12) zeigt, daß die Leerstellenkonzentration keinen merklichen Einfluß auf die Keimzahl und die Bildungsrate besitzt. Dagegen wächst die Keimkonzentration mit der Quadratwurzel und die Zeit  $t^N$  fällt mit der Kubikwurzel aus  $K_g$ , der Helium-Quellrate. Den dominierenden Einfluß auf diese Größen besitzt die Helium-Diffusionsge-

schwindigkeit, sie wachsen drastisch wie  $\exp [(E_g^{m'} - E_g^{m''})/kT]$  wenn  $E_g^{m'} > E_g^{m''}$  ist. Für die in Tab. V.2 gegebene interstitielle He-Wanderungsenergie von 0,13 eV ist die Keimbildung der diatomaren Cluster nach Größenordnungsmäßig  $10^{-9}$  s abgeschlossen; die Keimkonzentrationen bewegen sich bei  $10^{-9}$ . Für den kritischen Keim des gemischten Clusters (1,1) stellen wir eine ähnliche Ratengleichung auf und vernachlässigen wegen ihrer Beweglichkeit Wachstumsterme höherer Ordnung (s. nächsten Abschnitt):

$$\frac{\delta c_{g,v}}{\delta t} = K_{g,v} c_g c_v - K_{g,2v} c_{g,v} c_v - K_{2g,v} c_{g,v} c_g \quad (5.13)$$

$$\frac{\delta c_g}{\delta t} = K_g - 2K_{g,v} c_g c_v - K_{g,2v} c_{g,v} c_v - K_{2g,v} c_{g,v} c_g .$$

Analog zu den Gln. (5.10-12) findet man dann für den Maximalwert

$$c_{g,v} = \frac{K_g K_{g,v} c_v}{K_g K_{2g,v} + 3K_{g,v} K_{g,2v} c_v^2} \quad (5.14)$$

und für die Inkubationszeit

$$t_{g,v}^N = (\Omega/c_{g,v})^{2/3} / \{6(D_g + D_v)\} . \quad (5.15)$$

Für den gemischten Cluster liegt keine signifikante Abhängigkeit von dem Helium-Angebot für Keimzahl und Bildungszeit  $N_{g,v}^t$  vor. Die Keimkonzentration wächst linear mit dem Leerstellenangebot und die Bildungszeit verkürzt sich damit gemäß Gl. (5.15) wie  $c_v^{-2/3}$ . Der Vergleich dieser Größen für beide Keimfigurationen in Abhängigkeit des Leerstellenangebotes führt auf die Ausdrücke

$$\tau = \frac{t_{g,v}^N}{t_{2g}^N} = \left\{ \frac{a + b c_v^2}{f c_v + g c_v^2} \right\}^{2/3} \quad (5.16)$$

$$\xi = \frac{c_{g,v}}{c_{2g}} = \frac{f c_v + g c_v^2}{a + b c_v^2} \quad (5.17)$$

Die Koeffizienten a, b, f und g sind durch die Gln. (5.10-12) und (5.14-15) bestimmt.

Für  $\tau$  liefert die Kurvendiskussion einen Pol bei  $c_V = 0$  und ein flaches Minimum für  $c_V > 0$ , das für  $c_V \gg 1$  in einem Sättigungsast ausläuft mit  $\tau^{\text{asymt}} \rightarrow b/g$ . Der reziproke Kurvenverlauf gilt für  $\xi$ . In dem uns interessierenden Leerstellenkonzentrationsbereich  $c_V < 10^{-3}$  fällt  $\tau$  mit wachsender Leerstellenkonzentration und  $\xi$  wächst entsprechend. Der Einfluß von  $K_g$  auf  $\tau$  ist wiederum  $\approx \sqrt[3]{K_g}$  und auf  $\xi \approx 1/\sqrt{K_g}$ .

Den interessantesten Aspekt liefert jedoch die Diskussion des Einflusses von  $E_g^m$  auf  $\tau, \xi$ . Danach läuft für ein  $E_g^m$  von 0,13 eV die kritische Keimbildung für den gemischten Cluster um mehrere Größenordnungen schneller, bei  $10^{-12}$  ab, ( $\tau \ll 1$ ) wobei die (1,1)-Keimzahl entsprechend um mehrere Größenordnungen zunimmt und in Bereichen von  $10^{-4}$  kommt. Erhöht man jedoch die He-Wanderungsenergie, so konkurrieren beide Keimbildungsprozesse,  $\tau \approx 1$ , bis bei Wanderungsenergien von 3 eV eindeutig die diatomare Keimbildung überwiegt ( $\tau \gg 1$ ). Die folgende Tab. V.4 demonstriert dieses Ergebnis für einen leerstellen- und gasreichen Bereich ( $K_g = 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ,  $c_V = 10^{-4}$ ) und einen leerstellenarmen, aber noch gasreichen Bereich ( $K_g = 10^{-3}$ ,  $c_V = 10^{-8}$ ).

Tab. V.4 Der Einfluß der Helium-Wanderungsenergien  $E_g^m$  auf das Verhältnis der Keimkonzentrationen  $\xi$  und Bildungszeiten  $\tau$  für die Keimverhältnisse (1,1)/(2,0); T = 575°C

	$E_g^m = 0,13 \text{ eV}$	$E_g^m = 1,4 \text{ eV}$	$E_g^m = 3,2 \text{ eV}$
$K_g = 10^{-3} \text{s}^{-1}$	$\tau \quad 5,3 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-1}$	$1,6 \cdot 10^1$
$c_V = 10^{-4}$	$\xi \quad 8,2 \cdot 10^4$	$1,4 \cdot 10^1$	$1,5 \cdot 10^{-2}$
$K_g = 10^{-3} \text{s}^{-1}$	$\tau \quad 2,4 \cdot 10^{-1}$	$8,1 \cdot 10^1$	$7,7 \cdot 10^3$
$c_V = 10^{-8}$	$\xi \quad 8,2 \cdot 10^0$	$1,4 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$

Das Ergebnis der Tab. V.4 läßt folgende Interpretation zu: Unmittelbar mit dem Einbringen der He-Atome wird die Keimbildung für den gemischten Cluster abgeschlossen. Diese Keimbildung überwiegt die für den reinen diatomaren Cluster, und die Dominanz ist weitgehend vom aktuellen Leer-

stellen- und Gasangebot unabhängig. Mit der (1,1)-Keimbildung ändert sich jedoch die Diffusionsart des Heliums und aus einer schnellen interstitiellen wird eine schwerfällige substitutionelle, die eine Wanderungsenergie in der Größenordnung der thermischen Leerstellenwanderung besitzt (s. Tab. V.2). Diese langsamen He-Komplexe ermöglichen in leerstellenarmen Gebieten eine bevorzugte quasireine oder substitutionell gebundene Gas-Clusterung, die aus einer Leerstelle und mehreren Gasatomen besteht. In leerstellenreichen Gebieten findet man ein Nebeneinander von reinen und quasireinen Gas-Clustern.

Wie im nächsten Abschnitt näher diskutiert wird, muß die Keimbildung ebenfalls unter dem Gesichtspunkt betrachtet werden, daß unterschiedliche Keimkonfigurationen unterschiedlich innere Spannungen hervorrufen: Die Bildung eines gemischten kritischen Keimes führt zu einem Kompressionszentrum, auf das die Matrix eine Kompression ausübt, während die Bildung eines reinen (oder quasireinen) Clusters stets zu einem Dilatationszentrum führt, das eine Verspannung der Matrix verursacht.

Der Einfluß der Temperatur auf die Bildung einer bestimmten Keimkonfiguration ist klein, solange eine interstitielle He-Diffusion vorliegt. Er liegt im untersuchten Temperaturbereich unter 25%. Die Verhältnisse ändern sich wieder drastisch, wenn eine substitutionelle He-Wanderung erfolgt. In diesem Fall wird die Dominanz der reinen (oder quasireinen) Gas-Clusterung mit wachsender Temperatur stark eingeschränkt, wie die Tab. V.5 ausweist, und verschwindet wieder für  $T > 700^{\circ}\text{C}$ .

Tab. V.5 Der Einfluß der Temperatur auf die Inkubationszeit  $t^N$  und die Konzentration  $c$  an kritischen Keimen für die Cluster (1,1) und (2,0) bei  $K_g = 10^{-3}\text{s}^{-1}$  und  $c_v = 10^{-4}$  im Fall (a)  $E_g^m = 0,13\text{ eV}$  und (b)  $E_g^m = 3,2\text{ eV}$ .

T °C	$t^N$ (2,0) [s]	$t^N$ (1,1)/ $t^N$ (2,0)	c (2,0)	c (1,1)/c (2,0)
465	(a) $6,9 \cdot 10^{-9}$	$5,8 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-10}$	$7,2 \cdot 10^4$
	(b) $1,2 \cdot 10^3$	$8,5 \cdot 10^1$	$3,0 \cdot 10^1$	$1,3 \cdot 10^{-3}$
700	(a) $5,0 \cdot 10^{-9}$	$4,9 \cdot 10^{-4}$	$7,8 \cdot 10^{-10}$	$9,2 \cdot 10^4$
	(b) $1,9 \cdot 10^0$	$3,5 \cdot 10^0$	$5,6 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-1}$

Dieses Ergebnis ist ein weiteres starkes Indiz dafür, daß die experimentell beobachtete Situation fehlender Blasen im Peak-Intervall (Abb. 5.2) oder kleinerer Blasen im Vergleich zu tieferliegenden Probenbereichen (s. Abb. 4.2a) durch keimspezifische Bildungs- und Wachstumsunterschiede erklärt werden muß: Dieses Phänomen wird experimentell nur im Temperaturbereich 465-575°C und niedriger Dosis (kleines  $c_v$ ) beobachtet, es verschwindet für höhere Temperaturen und/oder Dosen.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß ein existierender Leerstellen- und/oder Helium-Konzentrationsgradient einen sublinearen Einfluß auf die Keimbildungsgeschwindigkeit und auf die Zahl an kritischen Keimen besitzen. Demgegenüber führt die Konversion von interstitieller zu substitutioneller He-Diffusion zu stark veränderten Proportionen im Keimbildungsmechanismus und bevorzugt bei niedrigeren Dosen als auch Temperaturen die Bildung quasireiner Cluster. Dieser Keimtyp verschwindet (relativ zum gemischten Cluster) mit zunehmender Temperatur und/oder Dosis zugunsten des gemischten Clusters. Unabhängig von den durch den Keimtyp festgelegten inneren Spannungen wird man weiterhin Schwellspannungen erwarten, wenn das Wachstum der Keime und Cluster zu Gasblasen erfolgt, da die existierenden Leerstellen- und Helium-Konzentrationsgradienten  $K_v = K_v(x)$  bzw.  $K_g = K_g(x)$ , örtlich unterschiedliche Keimzahlen bewirken.

In der Tab. V.6 werden die Einfangradien zusammengestellt, die für die Rechnungen in den Gln. 5,9-15) benutzt wurden. Die Radien wurden mangels experimenteller Daten generell gleich dem halben Clusterdurchmesser gewählt (bei sphärischer Cluster-Geometrie) und berücksichtigen die Volumenänderung, die durch den He-Einbau in interstitieller oder substitutioneller Position bedingt ist.

Tab. V.6 Einfangradien  $r_{g,v}$  für verschiedene Cluster (g,v) in Ångström

$r_v$ a)	$r_g$ b)	$r_{g,v}$ b)	$r_{2g}$	$r_{3g}$	$r_{g,2v}$	$r_{2g,v}$
1,488	1,661	1,393	2,093	2,396	1,817	1,939

a) (Pe58)    b) (W175)

Eine Änderung der Einfangradien zeigt keine merkliche qualitative Änderung des Bildes. Die quantitativen Änderungen sind ebenfalls gering, da mögliche Radienänderungen innerhalb einer Größenordnung ( $\approx 1000 \text{ \AA}$ ) bleiben.

Die Rechnungen basieren weiterhin auf der Annahme eines thermischen Diffusionskoeffizienten für die Leerstellenwanderung. Geht man jedoch davon aus, daß die Leerstellendiffusion durch den strahlungsinduzierten Leerstellenüberschuß stark beschleunigt wird, so erhält man im Falle interstitieller He-Diffusion eine Reduzierung und im Falle substitutioneller He-Diffusion eine Erhöhung der (1,1)-Keimzahl.

Für das Verhältnis aus strahlungsinduzierten und thermischen Leerstellendiffusionskoeffizienten wird die folgende Beziehung gefunden

$$\frac{D_V^{\text{irr}}}{D_V^{\text{th}}} = \exp \left( \frac{E_V^f (1-\delta)}{kT} \right) \text{ mit } 0,3 \leq \delta \leq 0,9 . \quad (5.17)$$

#### V.2.2 Das Blasenwachstum

Das im letzten Abschnitt behandelte Keimbildungsmodell basierte auf der Bildung kritischer Keime, die bereits aus zwei Defekten (1,1) oder (2,0) bestanden. Wegen der hohen Bindungsenergie des (1,1)-Clusters von 4,0 eV (WJ72) und wegen der vernachlässigbaren Löslichkeit des Heliums in der Matrix, die interstitielle Bildungsenergie für He in V beträgt 4,2 eV (WJ72), ist eine Auflösung dieser Keime vernachlässigbar.

Das folgende Wachstumsmodell für diese Keime unterscheidet zwei Arten von Wachstumsprozessen:

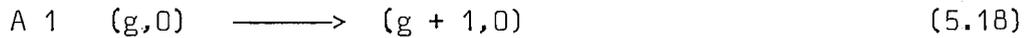
- (1) ein defektinduziertes Wachstum, das auf einem Defektfluß zu einem ruhenden Keim hin beruht und
- (2) ein Koagulationswachstum, die Koaleszenz, das auf der Mobilität sich bewegender Cluster beruht.

V.2.2.1 Defektinduziertes Blasenwachstum

Das defektinduzierte Blasenwachstum unterscheidet sich grundsätzlich für die verschiedenen Keimfigurationen. Die beiden folgenden Wachstumsmodelle charakterisieren diese Unterschiede.

A. Das Wachstumsmodell für den reinen Cluster (g,0)

Das Wachstum des reinen Clusters läßt sich durch die einfache Beziehung

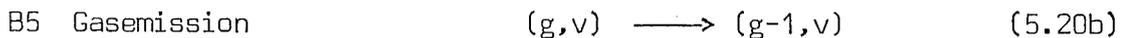
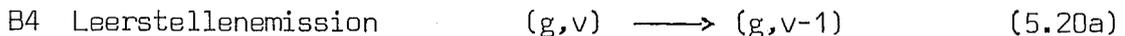
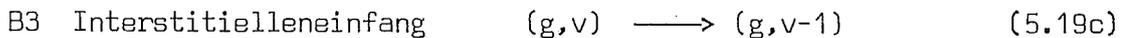
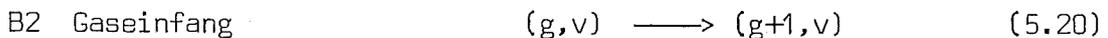
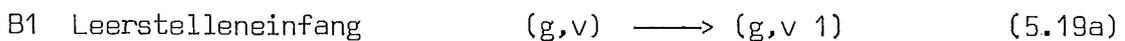


beschreiben, die das Wachstum durch Hinzufügen eines weiteren Gasatoms beschreibt.

Für den reinen Cluster ist charakteristisch, daß er (1) immobil ist (EB68) und daß er (2) nicht beliebig wachsen kann, sondern oberhalb einer kritischen Anzahl an Gasatomen infolge der abnehmenden Bindungsenergie für die interstitielle Clusterung (W175) eine Sättigung erreicht hat. Ein weiteres Wachstum ist dann nur über die Ausnahme von Leerstellen möglich, die den reinen Cluster in einen gemischten überführen.

B. Das Wachstumsmodell für den gemischten Cluster (g,v)

Für den gemischten Cluster sind verschiedene Wachstumsprozesse möglich, wie sie auch von Wiedersich, Burton und Katz diskutiert wurden (WBK74):



Das Verhältnis von Leerstelleneinfang und Emission ist

$$\frac{K_{g,v+1}}{K_{g,v-1}} = \left\{ \frac{v}{v-1} \right\}^{2/3} \cdot \exp (\Delta F / kT) \quad (5.21)$$

wobei die Änderung der freien Energie

$$\Delta F = kT \cdot \ln S + \Delta (\text{Oberflächenenergie}) + \Delta (\text{Kompressionsarbeit}) \quad (5.22)$$

gegeben ist. Im Falle hoher Leerstellenübersättigung,  $S \gg 1$ , und im Falle von Clustern, in denen ein Gasüberdruck besteht, ist die Änderung der freien Energie groß und die Leerstellenemission damit klein. Sie wird im folgenden vernachlässigt. Das gleiche Argument gilt für den Interstitielleinfang, der nur dann von Relevanz ist, wenn sich das Wachstum in der Nähe des thermischen Gleichgewichts abspielt.

Die thermisch aktivierte Gasemission wird in erster Linie, bei den reinen und quasireinen Clustern, von Bedeutung sein, wenn die Bindungsenergie zwischen diesem Cluster und weiterem Gasatom klein geworden ist. Die stoßinduzierte Gasemission ist nur dann von Bedeutung, wenn die stoßenden Atome Energien übertragen, die eine weitreichende He-Verlagerung bewirken. Da jedoch das stoßende Teilchen selbst ein Heliumatom mit einer im Mittel geringen übertragenen Stoßenergie, in der Größenordnung der Verlagerungsenergie, ist, werden die getroffenen He-Atome im Mittel den Einflußbereich des Clusters oder gar der Gasblase nicht verlassen können.

Damit reduzieren sich die Wachstumsreaktionen des gemischten Clusters unter unseren experimentellen Bedingungen auf dem Einfang von Leerstellen und/oder Gasatomen.

#### V.2.2.1.1 Die Leerstellenabsorption

Es wird wie bisher angenommen, daß die Morphologie des Clusters sphärisch ist und daß Keimbildungs- wie Wachstumseffekte nicht signifikant von der kristallographischen Struktur der Cluster abhängen. Diese Annahme ist sicherlich begründet, solange die Cluster sich nicht im thermischen Gleichgewicht befinden und einen Gasüberdruck besitzen. Eine Untersuchung des Wachstumsprozesses, der über verschiedene Grenzflächen abläuft, findet man bei Claudson (CHSB69). Er gilt speziell für das Porenwachstum. Beschreibt  $\vec{j}(\vec{r}) = j(r)$  den Atomfluß an der Clusteroberfläche, dann ist die zeitliche Änderung des Clusterradius durch

$$\frac{\partial r}{\partial t} = j\Omega \quad (5.23a)$$

gegeben. Der Atomfluß selbst ist durch die Wahrscheinlichkeit  $p$  für ein Matrixatom gegeben, pro Zeiteinheit in eine benachbarte Leerstelle zu springen,

$$j = p/a^2, \quad (5.23b)$$

wenn  $a$  die Sprungdistanz ist.

Der Leerstellenstrom  $j_V$ , der die Blasenoberfläche  $4\pi r_B^2$  erreicht, kann durch

$$\Omega \cdot j_V = \frac{4\pi r_B^2 D_V}{a^2} \left. \frac{\partial C(r)}{\partial r} \right|_{r=r_B} \quad (5.24a)$$

beschrieben werden [z.B. (SS74)], woraus bei sphärischer Geometrie der bekannte Ausdruck

$$\Omega \cdot j_V = \frac{4\pi r_B D_V}{a^2} \cdot c_V \quad (5.24b)$$

folgt. Im Falle einer strahlungsinduzierten Leerstellenübersättigung ist  $c_V$  die in Abb. 5.1 diskutierte Leerstellenübersättigung. Entwickelt man analog den Zwischengitteratomfluß und berücksichtigt man die Möglichkeit der Blasenschrumpfung oder das Blasenwachstum infolge eines nichtverschwindenden Gasdrucks, so erhält man den von B. L. Eyre angegebenen Ausdruck für Porenwachstum (Ey75)

$$\begin{aligned} \frac{Dr}{Dt} = \frac{1}{a^2} & \left[ 4\pi r_B D_V C_B c_V + 4\pi r_B D_i C_B C_i \right. \\ & \left. - 4\pi r_B D_V c_B c_V^{th} \exp\left(\frac{a^3(2\gamma - p_g r_B)}{kT}\right) \right] \end{aligned} \quad (5.25)$$

Auf eine für das Blasenwachstum wichtige Konsequenz infolge der in  $c_V$  involvierten Defekterzeugungsrate  $K_V$  haben Brailsford und Bullough hingewiesen. Danach verschiebt sich die maximale Leerstellenübersättigung bzw. das maximale Volumenschwellen bei leerstellenüberflußinduziertem Wachstum zu höheren Temperaturen, wenn die Defekterzeugungsrate  $K_V$  wächst. Diese Temperaturverschiebung läßt sich unter vereinfachenden Annahmen leicht aus dem Gleichungssystem Gln. (5.5) unter Berücksichtigung von Gl. (5.7) angeben (Ka72).

$$\frac{1}{T_2} = \frac{1}{T_1} + \frac{k}{2E_V^m} \ln \left( \frac{K_V^{(1)}}{K_V^{(2)}} \right) \quad (5.26)$$

### V.2.2.1.2 Die Gasabsorption

Das Wachstum der Cluster durch die Aufnahme von Gasatomen wird unter den Annahmen geführt werden (1); daß die Blase sich während der Gaskollektion ständig im thermischen Gleichgewicht befindet oder (2), daß durch die Gaskollektion ein bestehendes Gleichgewicht gestört oder bei einem Nichtgleichgewichtszustand die Abweichung vom Gleichgewicht verändert wird.

Es wird dabei nicht unterschieden, ob es sich um einen freien Gasstrom handelt oder ob die Gasaufnahme durch die Zusammenlagerung zweier Gasblasen erfolgt. Im letzteren Fall ändert sich wegen  $V_1 + V_2$  allerdings der Startradius des Wachstumsbeginnes ( $V =$  Blasenvolumen).

#### A. Gaskollektion im thermischen Gleichgewichtszustand

Es gilt das van-de-Waalsche Gasgesetz

$$\left(p - \frac{a^2}{n_g^2} V^2\right) \cdot (V - n_g b) = n_g k T \quad (5.27)$$

$a, b$  van-de-Waals-Konstanten

$n_g$  Zahl der Gas-Atome,

so daß für den Gleichgewichtszustand die Beziehung

$$\frac{2\gamma}{r_B} = \frac{n_g k T}{3\pi r_B^3 - n_g b} - \frac{a^2}{n_g^2} (4\pi r_B^3)^2 \approx \frac{n_g k T}{3\pi r_B^3 - n_g b} \quad (5.28)$$

gilt.  $\gamma$  Oberflächenenergie,  $r_B$  Blasenradius

Der Gleichgewichtszustand wird durch die Gaskollektion nicht "merklich" geändert, wenn das Verhältnis aus ankommenden Gasatomen und in der Blase gebundenen Gasatomen klein gegen 1 ist oder die Thermalisierung rasch erfolgt. Zur Abschätzung der Wachstumsrate  $Dr/Dt$  vereinfachen wir die obige Gleichung, indem wir zum idealen Gasgesetz übergehen, und erhalten

$$\frac{\partial r}{\partial t} = \frac{3}{16} \frac{kT}{\pi \gamma r_B} \frac{\partial n_g}{\partial t} \quad (5.29)$$

Mit den Werten  $kT \approx 10^{-13}$  erg,  $\gamma = 1000$  erg/cm<sup>2</sup>,  $r_B \approx 10^{-6}$  cm und einem Teilchenfluß von ca.  $10^{18}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>3</sup>s bei einer Blasenkonzentration von  $10^{15}$  cm<sup>-3</sup> folgt eine Wachstumsrate von

$$\frac{\partial r}{\partial t} \approx 4 \cdot 10^{-9} \text{ cm/s}, \quad (5.30)$$

die bei Bestrahlungszeiten von  $10^2$  s zu merklichen Radienänderungen führt.

#### B. Gaskollektion im Nichtgleichgewichtszustand

Die Betrachtung wird für einen unterkritischen Zustand geführt, für den ein Exzeßgasdruck vorliegt, oder für eine thermische Blase, die nach Gasaufnahme unterkritisch wird. Die Aufnahme von Gasatomen führt zu einer Erhöhung des Gasinnendruckes und damit zu einer erhöhten inneren Spannung  $\sigma' = p_g - 2\gamma/r = p$  sofern nicht eine entgegengesetzte Spannung  $\sigma'' = -\sigma'$  vorliegt, mit Hilfe der die Einführung einer sich nicht im Gleichgewicht befindlichen Blase in die Matrix keine zusätzlichen Verrückungen erzeugt (BP69). Wir behandeln zunächst den allgemeinen Fall  $\sigma'' \neq \sigma'$  und formulieren dafür das Wachstumsgesetz. Für die Herleitung des Einflusses des Spannungsgradienten auf die Aktivierungsenergie der Diffusion folgen wir der Methode von J.W. Harrison (Hr67). Die Atomwanderung in einem Spannungsgradienten  $D\sigma/Dx$  wird bergaufwärts verlangsamt und bergabwärts beschleunigt, so daß die Aktivierungsenergie im ersten Fall um den Betrag  $a^4 D\sigma/Dx$  erhöht, im zweiten Fall um den gleichen Betrag erniedrigt wird. Unter der Annahme, daß  $a^4 D\sigma/Dx \ll 1$  ist, gilt dann

$$\frac{\partial r}{\partial t} = \frac{1}{3} \frac{\Omega}{kT} (D_i + D_v) \frac{\partial \sigma}{\partial x} \quad (5.31)$$

Im Falle einer hydrostatischen Spannung in einer elastischen deformierten Matrix ist der Spannungsgradient an der Cluster-Oberfläche durch

$$\frac{\partial \sigma}{\partial x} = \frac{3}{r} \{p_g + \sigma - (2\gamma/r)\} \quad (5.32)$$

gegeben ist, wenn  $p_g$  der Gasdruck und  $\gamma$  die Oberflächenenergie der Cluster-Matrix-Grenzfläche ist. Substitution von Gl. (5.32) in Gl. (5.31) liefert für das spannungsinduzierte Clusterwachstum

$$\frac{\partial r}{\partial t} = \{p_g + \sigma - (2\gamma/r)\} \cdot (D_i + D_v) \frac{\Omega}{r kT} \quad (5.33)$$

Das Blasenwachstum stoppt, wenn die hydrostatische Spannung bzw. der Blasendurchmesser einen kritischen Wert erreicht haben, der aus der Gleichung  $\partial\sigma/\partial x = 0$  erfolgt.

Unter der vereinfachenden Annahme eines idealen Gasgesetzes gilt, daß die hydrostatische Spannung nicht größer als

$$\sigma_c = \frac{2}{3} \frac{2\gamma}{r_i} \sqrt{3} \quad (5.34)$$

sein darf, um einen neuen Gleichgewichtszustand  $i \rightarrow (i+1)$  zu erreichen. Anderenfalls wächst die Blase kontinuierlich.

Das Blasenwachstum infolge von inneren Spannungen erreicht eine Sättigungsrate, wenn die Spannungen an der Blasenoberfläche so groß werden, daß die Matrix fließt. Das Blasenwachstum hängt dann nur von der Streckgrenze  $\sigma_{0,2}$  des Materials ab.

$$\frac{\partial r}{\partial t} = \frac{2\sigma_{0,2}\Omega}{3 r KT} (D_i + D_v) \quad (5.35)$$

und nicht mehr vom Gasdruck, da eine Erhöhung der Spannung wegen der fließenden Matrix zu keiner Erhöhung des Spannungsgradienten mehr führt.

Die analytische Integration der Ratengleichungen ist prinzipiell möglich und für die Gl. (5.35) elementar:

$$r^2 = \{4 \sigma_{0,2}\Omega / (3 kT)\} (D_i + D_v) \cdot t + r_i^2 \quad (5.36)$$

wenn  $r_i$  der Startradius ist. Für die Gl. (5.33) läßt sich der Integrand durch einen Quotienten aus zwei Polynomen darstellen. Kennt man die Nullstellen des Nennerpolynoms (biquadratische Gleichung), so kann die Integration nach Partialbruchzerlegung vorgenommen werden.

Das Ergebnis der Integration von Gl. (5.33) läßt sich wie folgt zusammenfassen.

#### (1) Temperaturabhängigkeit

Bei Raumtemperatur wird das thermische Gleichgewicht einer Überdruckblase in Größenordnungen von  $10^{10}$  s erreicht, so daß spannungsinduziertes Wachstum praktisch unterbleibt.

Infolge der eingefrorenen Leerstellenbeweglichkeit ist auch das leerstelleninduzierte Wachstum gering, so daß in Übereinstimmung mit dem Experiment (Ev75) nur sehr kleine Blasen ( $10-20 \text{ \AA}$ ) mit sphärischer Geometrie infolge des Überdruckes auftreten können. Ab  $250-300^\circ\text{C}$  erfolgt die Relaxation der Gasblase im Sekundenbereich und bei  $575^\circ\text{C}$  bereits im Mikrosekundenbereich, so daß praktisch die Störung einer sich im Gleichgewicht befindlichen Blase durch Gasabsorption sofort wieder beseitigt ist.

Relaxierte Blasen sind facettiert, was ebenfalls dem experimentellen Befund (s. Abb. 4.2a) entspricht. Infolge der kurzen Relaxationszeit ist das Wachstum durch Gasabsorption im wesentlichen wieder durch Gl. (5.29) gegeben.

## (2) Spannungseinfluß

Solange  $\sigma < \sigma_{0,2}$  und  $\sigma \ll p_g$  bleibt, ist der Einfluß einer beliebigen inneren Spannung auf die Relaxationszeit der Blase gering, verglichen mit dem Temperatureinfluß. Bei Raumtemperatur ist kein Einfluß registrierbar, bei höheren Temperaturen verändert er die Relaxationszeit um eine Größenordnung.

## (3) Der Einfluß des Startradius

Hält man an dem van-de-Waalschen Gasgesetz fest, so zeigt sich, daß unabhängig von der Temperatur keine Blasen ( $d \approx 10 \text{ \AA}$ ) durch Gasabsorption allein nicht wachsen können, da bereits die Aufnahme eines Heliumatoms die Gasblase zum Explodieren brächte. Wegen der Nennersingularität in Gl. (5.28) muß nämlich stets

$$\frac{n_g}{n_g^{\text{th}}} \leq 1 + \frac{r_B kT}{2 \gamma b} \quad (5.37)$$

erfüllt sein. Damit wird das Wachstum von kleinen thermischen Blasen ( $g < 15$ ,  $v < 40$ ) dominant durch die Aufnahme von Leerstellen bestimmt, denen immer nur dann, wenn Gl. (5.37) erfüllt bleibt, Gasatome folgen können.

Dieser Befund ändert sich nicht, wenn man anstelle des van-de-Waals-Gesetz zu verallgemeinerten Zustandsgleichungen übergeht, da man die Anpassung in Gl. (5.37) durch eine Änderung von  $b$  erreichen kann. So führen die thermo-dynamischen Untersuchungen am Helium n. Tsederberg, Popov und Morozova (TPM71) auf einen temperaturabhängigen 2. Virialkoeffizienten, der für  $b$  anstelle des in dieser Arbeit benutzten Wertes von  $38,85 \text{ \AA}^3$  den Wert  $b_2 = 14,966 \text{ \AA}^3$  bei  $T = 500^\circ\text{C}$  liefert (s.auch Tab. V.2).

Die Aufnahme von Leerstellen läuft somit über den  $\sigma$ -Term in Gl. (5.33) ab, wenn das strahlungsinduzierte Leerstellenangebot gering ist. Qualitativ läßt sich abschätzen, daß der  $\sigma$ -Term im Probenbereich II verschwindet oder negative Werte besitzt, die zu einer Verzögerung des Blasenwachstums führen. Wie die Abb. 5.1 indiziert, liegt im Bereich II eine hohe Zwischengitteratomkonzentration vor, die nach Clusterung in interstitielle Versetzungsringe ein Dilatationszentrum bilden und einen den Blasen entgegengesetzten Druck ausüben. Dieser Effekt ist dosis- und temperaturabhängig, weil leerstellenkonzentrationsabhängig, und sollte mit wachsender Dosis wie Temperatur verschwinden. Für den Gradientenbereich IV und V erwartet man dagegen keine negativen  $\sigma$ -Beiträge.

Experimentell wird diese Analyse bestätigt. Die Abb. 4.2a zeigt, daß das spannungsinduzierte Wachstum (Durchmesser-Kurve) im Bereich IV mit wachsender Dosis zugunsten anderer Wachstumsprozesse an Bedeutung verloren hat. Den gleichen Effekt zeigt die Abb. 5.2b für eine wachsende Temperatur bei klein gehaltener Bestrahlungsdosis. Man erkennt in dieser Abbildung sehr schön, wie das leerstelleninduzierte Wachstum im Bereich II dem spannungsinduzierten Wachstum im Bereich IV bei  $T = 625^\circ\text{C}$  die Waage hält. Damit läßt sich abschließend sagen, daß der beobachtete Effekt maximalen Blasenwachstums (und Schwellens) im Nachpeak-Bereich eine Funktion der Leerstellenkonzentration ist. Diese beeinflusst sowohl den Keimbildungsmechanismus, (1,1) vs. (2,0)-Cluster, wie den Wachstumsmechanismus. Der Effekt verschwindet mit wachsender Temperatur und/oder Dosis, wenn ein hinreichend großes Leerstellenangebot das spannungsinduzierte Wachstum überrundet.

## V. 2.2.2 Das Koagulationswachstum

### V.2.2.2.1 Die Blasenwanderung

Barnes und Mazey (BM63, Ba64) haben zeigen können, daß sich eine Blase als Ganzes im Festkörper in einer analogen Weise wie eine Blase in einer Flüssigkeit bewegen kann. Dabei wandern die Matrixatome über die Oberfläche der Blase (Gr.67). Die Blasenbewegung kann ebenfalls durch eine Volumendiffusion stattfinden, wobei die Matrixatome durch die Matrix wandern (Gu67) oder durch eine Diffusion der Gasatome, wenn Verdampfungsprozesse einsetzen (BN65). Der letzte Wanderungsmechanismus ist unter unseren experimentellen Bedingungen jedoch nicht relevant, da er erst bei Blasenradien oberhalb einiger  $1000 \text{ \AA}$  merklich wird. Unter isothermen Bedingungen gilt für die ersten beiden Prozesse

$$D_B = \frac{3 \Omega}{2} \left(\frac{1}{r}\right)^{4/3} D_s \quad ; \quad D_s = D_o \exp(-Q_s/kT) \quad (5.38)$$

$$D_B = \frac{\Omega}{\pi} \left(\frac{1}{r}\right)^3 D_{vol} \quad ; \quad D_{vol} = D_o \exp(-Q_{vol}/kT) \quad (5.39)$$

wenn  $D_B$  der Blasendiffusionskoeffizient und  $D_s$  der Oberflächen- und  $D_{vol}$  der Volumendiffusionskoeffizient sind.

Bei fehlenden treibenden Kräften  $F(\vec{r})$  liegt eine der Brownschen Bewegung analog Wanderung vor und es gilt Gl. (5.11) mit  $D = D_B$ .

In der Gegenwart von Temperatur- und Spannungsgradienten werden die Blasen Kräften unterworfen, die sie gradientenaufwärts treiben. Andererseits besitzen mehrdimensionale Gitterfehler retardierende Kräfte, die die Blasenbewegung verhindern und die somit als mögliche Fallenzentren agieren. Die Blasenbewegung hängt damit sowohl von dem Konzentrationsverhältnis Blase/Hindernis wie von den relativen Beiträgen der treibenden und bremsenden Kräfte ab.

Unter dem Einfluß einer Kraft besitzt die Blase eine Geschwindigkeit  $v_B$  mit

$$\vec{v}_B = \frac{D_B}{kT} \vec{F} \quad (\text{Einstein-Nernst-Beziehung}) \quad (5.40)$$

Die Kraft  $F_T$  infolge eines Temperaturgradienten ist (BN65)

$$F_T = \frac{4\pi r^3 Q_S^T}{3 \Omega T} \frac{\partial T}{\partial x} \quad (5.41)$$

wobei  $Q_S^T$  die Transportwärme für Oberflächendiffusion ist und von Barnes und Nelson gleich  $3kT$  angenommen wird.

Für Blasenradien unter  $300 \text{ \AA}$  und Temperaturgradienten unter  $10^{\circ}\text{C/cm}$  ist  $F_T < 10^{-7} \text{ dyn}$ , so daß die Brownsche Bewegung dominiert. Sie ist nur dann vernachlässigbar, wenn

$$F_T > \left( \frac{6}{D_B t} \right)^{1/2} kT \quad (5.42)$$

gilt. Diese Beziehung folgt aus den Gln. (5.11 u. 40).

Die treibende Kraft in einem Spannungsgradienten  $\partial\sigma/\partial x$  stammt aus der Reduzierung der Dehnungsenergie, wenn die Blase in Bereiche höherer Spannungen wandert. Eyre und Bullough geben für diese Kräfte den Ausdruck (EB68)

$$F_\sigma = \frac{\pi r^3 \sigma (\partial\sigma/\partial x) (-3r\sigma + 8\gamma)}{4\mu (-3r\sigma + 4\gamma)} \quad (5.43)$$

an, wobei  $\sigma$  die hydrostatische Spannung in der Blasenoberflächennähe und  $\mu$  der Schermodul sind.

Die retardierenden Kräfte, die für die Blase an Versetzungen und Korngrenzen auftreten, sind für die Versetzung konstant und in der Größenordnung von  $10^{-4} \text{ dyn}$  und wachsen für die Korngrenze linear mit dem Blasenradius von  $10^{-4} \text{ dyn}$  aufwärts ab Blasenradien von  $10 \text{ \AA}$  an (BN65,EB68).

Gegensätzlich zum Porenwachstum (z.B. Ey75) spielen die Versetzungen und Korngrenzen unter unseren experimentellen Bedingungen keine entscheidende Rolle, da (i) ihr Konzentrationsverhältnis zum Heliumkonzentrationsverhältnis gering ist und (ii) diese mehrdimensionalen Senken zu keiner Annihilation des Heliums führen.

#### V.2.2.2.2 Die Koaleszenz

Es ist üblich, die Koaleszenz zweier Blasen als einen Zwei-Stufen-Prozess zu behandeln (NBM65). Im ersten Schritt bleibt das Volumen erhalten, und es findet ein Energiegewinn infolge der Reduzierung der Oberflächenenergie statt, die für den Fall zweier Idealblasen gleichen Radius  $r_i$  durch

$$\Delta E_s = 4\pi r_i \gamma (2 - 2^{1/3}) \quad (5.44)$$

gegeben ist. Der Druck bleibt konstant, aber er ist nicht mehr im Gleichgewicht mit der Oberflächenenergie der neuen Blase. Der Überschußdruck erzeugt ein Dehnungsfeld, das den zweiten Schritt einleitet: die Leerstellenanforderung durch die Blase, bis der Druck wieder im Gleichgewicht mit der Oberflächenenergie ist.

Das Koaleszenzverhalten selbst hat E.E. Gruber mit Hilfe einer bimolekularen Ratengleichung modellmäßig

$$\frac{\partial c_B^{(ij)}}{\partial t} = 4\pi r_B^{(ij)} D_B^{(ij)} c_B^{(i)} c_B^{(j)} \quad (5.45)$$

beschrieben (Gr67), die für ideale Gasblasen der Konzentration  $c_B^{(i)}$  mit dem Radius  $r_B^{(i)}$  bzw.  $c_B^{(j)}$  mit dem Radius  $r_B^{(j)}$  bei angenommener Oberflächendiffusion eine nicht-gaußsche Blasengrößenverteilung liefert. Die Gl. (5.45) gilt für eine Brownsche Bewegung. Nicht berücksichtigt werden der Einfluß der Keimbildung und der Einfluß der Thermalisierung koagulierter Blasen, die zu neuen Radien und damit veränderten Diffusivitäten führt.

Ein spannungsinduziertes Koaleszenzphänomen indizieren die Rechnungen von H. Ball (HW75), die eine attraktive Wechselwirkung zwischen den Blasen enthalten, wenn bestimmte kritische Drücke und Blasenabstände eingehalten werden (Ha75). Wegen fehlender experimenteller Größen läßt sich die Größenordnung dieser Wechselwirkung nur schwer abschätzen, so daß hierauf verzichtet wird. Die Rechnungen basieren insgesamt auf der Tatsache, daß die Blasen ein Dilatationszentrum darstellen

In qualitativer Übereinstimmung mit unseren Überlegungen präferieren sie sowohl Keime wie Blasen, die kompressiv auf das Gitter wirken.

Zur quantitativen Behandlung des Koaleszenzphänomens bei Brownscher Bewegung analysieren wir die in Kap. IV qualitativ diskutierten Daten und wählen dazu einige spezielle Datensätze aus, deren Interpretation u. E. zweifelsfrei im Rahmen eines Koaleszenzwachstums erfolgen kann.

Die Abb. 5.3 zeigt die absolute Zunahme am Gasatom in wachsenden Blasen, die sich stets im thermischen Gleichgewicht befinden, sowie den Anstieg an Leerstellen in diesen thermalisierten Blasen. Die Rechnungen erfolgen nach Gl. (5.28). In Tab. V.7 werden diese Werte für einige spezielle, experimentell beobachtete Blasengrößen aus dem Bereich III zusammengestellt und mit den Blasendurchmessern nach einem Koaleszenzmodell verglichen. Die Annahme für dieses Modell sind:

- (1) die Koaleszenzreaktion erfolgt nur bimolekular:  $i + j = ij$  ;
- (2) die Relaxation des durch die Koagulation entstehenden Blasenüberdruckes erfolgt in einer Zeit, die klein gegen die Blasenwanderungszeit ist, so daß  $V_{ij} > V_i + V_j$  ;
- (3) der Gasdruck in der Blase nach van-de-Waals befindet sich mit dem Oberflächendruck im thermischen Gleichgewicht, so daß die Blasendurchmesser thermische Gleichgewichtsgrößen sind;
- (4) die Bewegung der Blasen erfolgt statistisch.

Tab. V.7 Vergleich der experimentell gefundenen Blasendurchmesser mit den theoretisch nach einem Koaleszenzwachstumsmodell erwarteten Blasendurchmesser für zwei Temperaturen,  $x = 0,8 \mu\text{m}$ .

T = 575°C							
$c_B^{\text{exp}} [10^{15} \text{cm}^{-3}]$	$d_B^{\text{exp}} [\text{Å}]$	$d_B^{\text{theor}} [\text{Å}]$	$i \cdot n_g^{\text{theor}}$	$n_v^{\text{theor}}$	$\Delta n_v(i,j)$	$\phi t [10^{16} \text{cm}^{-2}]$	t[s]
5	53	53,0	1.1434	5640		2	30
		68,6	2.1434	12225	945(1,1)		
17	83	80,6	3.1434	19347	2509(2,1)	8	120
		91,1	4.1434	26963	2513(2,2)		
		104,5	6.1434	43415	4467(3,3)		
		122,6	9.1434	69765	7176(6,3)		
7,8	138	137,5	12.1434	98453	12023(6,6)	20	300
T = 700°C							
4,2	222	222,0	1.50520	414415		3	30
2,2	300	299,7	2.50520	1019561	190731	8	120
1,1	412	407,8	4.50520	2570188	531066	20	300

Der Koagulationsprozeß für die niedrigere Temperatur ist ein Mehrstufenprozeß, der wahrscheinlich in den Koaleszenzschritten {1+1→2; 2+1→3; 3+3→6 und 6+6→12} oder {1+1→2; 2+1→3; 3+3→6; 6+3→9; 9+3→12 und 6+6→12} abläuft.

Das starke Ansteigen der Blasenkonzentration bei  $d_B^{\text{exp}} = 83 \overset{\circ}{\text{Å}}$  indiziert eine starke Produktionsrate von Ausgangsblasen  $i = 1$  ( $53 \overset{\circ}{\text{Å}}$ ), so daß der Koagulationsprozeß nicht über die Koaleszenz äquivalenter Blasen abläuft, sondern favorisiert über die (2,1)-Konfiguration ablaufen wird.

Demgegenüber entwickelt sich das Koaleszenzwachstum bei höheren Temperaturen, d.h. größeren Blasendurchmessern über die Äquivalenzfolge {1+1→2 und 2+2→4}, die im folgenden wegen ihrer Übersichtlichkeit quantitativ behandelt wird und eine analytische Lösung zuläßt.

Die Ratengleichungen für dieses System lassen sich sofort angeben

$$\frac{\partial c_{ii}}{\partial t} = K_{ii} c_i^2 \quad i = 1, 2 \quad (5.46)$$

$$\frac{\partial c_i}{\partial t} = K_i - 2K_{ii} c_i^2, \quad K_{ii} = 4\pi a_{ii} D_{ii} / \Omega.$$

Der experimentelle Befund der  $700^\circ\text{C}$ -Bestrahlung spricht dafür, daß  $K_i$  verschwindet, da die Blasenkonzentrationen von Koagulationsschritt zu Koagulationsschritt um den theoretisch erwarteten Faktor 2 fallen.

Die fehlende Nachproduktion von großen Blasen ( $d = 222 \overset{\circ}{\text{Å}}$ ) trotz fortlaufender Bestrahlung läßt sich physikalisch nur durch eine nicht hinreichend große strahlungsinduzierte Leerstellenkonzentration erklären. Vergleicht man nämlich die riesigen Leerstellenmengen  $\Delta n_V(i, j)$ , die zur Thermalisierung der koagulierten Blasen erforderlich sind, mit den Absolutmengen, die für das Entstehen kleinerer Blasen ( $d < 100 \overset{\circ}{\text{Å}}$ ) erforderlich sind, so zeigt sich, daß der Relaxationsprozeß der großen Blasen auf Kosten des Wachstumsprozesses der kleineren Blasen geht.

Die Lösung von Gl. (5.46) lautet für den Fall  $K_i = 0$

$$t - t_0 = \frac{1}{2 K_{ii}} \left\{ \frac{1}{c_i} - \frac{1}{c_0} \right\} \quad (5.47)$$

$$c_{ii} = \frac{c_0 - c_i}{2} ,$$

wenn  $c_0$  die Konzentration zur Zeit  $t_0$  des Koagulationsbeginns ist. Definitionsgemäß ist die Zahl der koagulierten Blasen maximal, wenn die Zahl der Ausgangsblassen verschwunden ist ( $c_i \rightarrow 0$ ). Für diesen Fall besitzt die Gl. (5.47) jedoch eine Singularität (d.h.  $t \rightarrow \infty$  für  $c_i \rightarrow 0$ ), was eine Konsequenz des bimolekularen Ratenansatzes ist. Danach geht die Koagulationswahrscheinlichkeit für die beiden letzten Einzelblasen bei statistischer Diffusion gegen Null.

Aus den Verteilungskurven für die mittleren Durchmesser nach Tab. V.6 lassen sich die folgenden Werte für die Restkonzentration  $c_i$  der 700°C-Bestrahlungen entnehmen (Abb. 5.4).

Für  $t = 120$  s und  $t_0 = 30$  s gilt  
 $c_i = 3,3 \cdot 10^{14}$  und  $c_0 = 2,2 \cdot 10^{15}$  Blasen/cm<sup>3</sup>  
 für  $t = 300$  s und  $t_0 = 120$  s gilt  
 $c_i = 1,0 \cdot 10^{14}$  und  $c_0 = 2,2 \cdot 10^{15}$  Blasen cm<sup>3</sup>.

Aus Gl. (5.47) folgt für die Größe  $K_{ii}$

$$K_{ii} = \frac{c_0 - c_i}{2 c_0 c_i (t - t_0)} \quad (5.48)$$

Erfolgt die Diffusion der Blasen nach einen Oberflächendiffusionsmechanismus, so gilt für die Aktivierungsenergie der Oberflächendiffusion nach Gl. (5.38)

$$Q_s = kT \ln \frac{24 \Omega^{1/3} D_0}{r_i^3 K_{ii}} \quad (5.49)$$

Erfolgt die Blasendiffusion nach einem Volumendiffusionsmechanismus, so folgt für die Aktivierungsenergie nach Gl. (5.39)

$$Q_{\text{vol}} = kT \ln \frac{16 D_0}{r_i^2 K_{ii}} \quad (5.50)$$

Mit den oben gegebenen Werten bestimmen sich die Aktivierungsenergien zu

$$Q_s = 0,83 \pm 0,04 \text{ eV} \quad (5.51)$$

bzw.

$$Q_{\text{vol}} = 1,13 \pm 0,05 \text{ eV}, \quad (5.52)$$

wenn man, wie in Gl.n. (5.38 u. 39) angenommen, die Temperaturabhängigkeit des Oberflächen- bzw. Volumendiffusionskoeffizienten durch eine Arrhenius-Gleichung beschreiben kann.

Die Abb. 5.5 zeigt die Temperaturabhängigkeit des Diffusionsweges für verschiedene Diffusionsmechanismen nach  $(t-t_0) = 90 \text{ s}$ . Vergleicht man die in dieser Zeit zurückgelegten Diffusionswege für  $T = 700^\circ\text{C}$  mit dem gegenseitigen Abstand der Blasen zur Zeit  $t = t_0 = 30 \text{ s}$ , so sieht man, daß die während der Bestrahlung zurückgelegten Wege etwa das Zweifache des Ausgangsabstandes ausmachen können. Für die  $575^\circ\text{C}$ -Bestrahlung liefert die Rechnung (s. Abb. 5.6) für  $r = 30 \text{ \AA}$  einen Diffusionsweg von 11400 und 4200  $\text{\AA}$  für die Oberflächen- bzw. Volumendiffusion, während der experimentelle Blasenabstand (n. Tab. V.6) etwa 2000  $\text{\AA}$  bei  $t = t_0$  beträgt.

Nimmt man für die  $575^\circ\text{C}$ -Bestrahlung das gleiche Verhältnis aus Diffusionsweg und Blasenabstand an wie für die  $700^\circ\text{C}$ -Bestrahlung, so wird die Volumendiffusion favorisiert. Die Aktivierungsenergie für die Volumendiffusion läßt sich in Termen der Leerstellendiffusion mit den Werten aus Tab. V.2 wie folgt darstellen

$$Q_{\text{vol}} = E_v^m + \frac{1}{4} E_v^f \quad (5.53)$$

Damit läßt sich abschließend sagen, daß im untersuchten Temperaturbereich für den Bereich III ( $0,8 \text{ \mu m}$ ) ein Blasenwachstum mittels Koaleszenz gesichert zu sein scheint. Für den Diffusionsmechanismus der Blasenbewegung wird eine Volumendiffusion vorgeschlagen, für die eine Arrhenius-Gleichung gilt.

Vergleicht man diese Ergebnisse mit den wenigen verfügbaren Literaturdaten zur Heliumbeweglichkeit in Vanadium (HSLT73; SP74), so liegt Übereinstimmung darin, daß die Bildung von Helium-Blasen die langreichweitige Wanderung des Heliums einschränkt. Daraus folgt die Hypothese, daß (1) die Wanderung des atomaren Heliums über Distanzen größer als der Blasenabstand kein signifikanter Prozeß ist und (2) das implantierte Helium nahezu vollständig in den Blasen gesammelt ist.

Quantitativ wird diese Annahme in Abb. 5.7 untersucht. Die Abbildung vergleicht die Helium-Deposition ohne Migration (s. Kap. II) mit der Helium-Verteilung, wie sie aus der TEM-Blasenverteilung unter Benutzung von Gl. (5.28) bestimmt wurde. Die Helium-Gehalte, implantiert vs. kollektiert, stimmen überein, wenn die Oberflächenenergie zu  $\gamma = 1000 \text{ erg/cm}^2$  gewählt wird. Diese Aussage gilt jedoch nur für Dosisbestrahlungen mit  $\leq 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ . Bei höheren Bestrahlungsdosen beobachten wir eine erhebliche Differenz (ca. eine Größenordnung) zwischen dem implantierten Helium-Gehalt und dem, wie er aus den TEM-Daten für auswertbare Blasendurchmesser ( $d \geq 40 \text{ \AA}$ ) folgt. Eine Reemission des Heliums durch die Oberfläche ist in dem von uns untersuchten Temperaturbereich nicht signifikant, wie die Reemissionsmessungen von Bauer und Thomas zeigen (BT37). Auf diese Diskrepanz gehen wir näher in Kap. V.4 ein.

Der von Smidt und Pieper vorgeschlagene Wert von  $\gamma = 2000 \text{ erg/cm}^2$  (SP74) kann nicht bestätigt werden. Die Differenz liegt in der Definition der Helium-Konzentration, d.h. in der Umrechnung von  $\text{He/cm}^2 \longrightarrow \text{He/cm}^3$ . Während Smidt und Pieper für die He-Verteilung im Matrix-Volumen einen Wert von  $2\sigma$  (Reichweitenstreuung  $\pm \sigma$ ) für das Volumen ansetzen, ergaben unsere TEM-Analysen einen Wert von etwa 4-6  $\sigma$ , auf den sich das implantierte Helium verteilt. Damit reduziert sich die Helium-Konzentration um den Faktor 2-3 und dementsprechend die Oberflächenenergie, die linear in diese Rechnungen eingeht, wenn man wie das Gruber-Modell (Gr67) ein ideales Gasgesetz zugrundelegt. Bei einem realen Gasgesetz ist der  $\gamma$ -Wert nur für größere Blasen ( $d > 100 \text{ \AA}$ ) signifikant, bei kleineren Blasen ( $d < 50 \text{ \AA}$ ) spielt der  $\gamma$ -Wert eine untergeordnete Rolle (<15% Abweichung bei  $\gamma$ -Verdoppelung). Für die Blasenwanderung setzen Smidt und Pieper eine Oberflächendiffusion an; diese Annahme ist jedoch nicht zwingend, sondern ist a priori durch ihre Koaleszenzanalyse mit dem Gruber-Modell bedingt, das als Diffusionsmechanismus Oberflächendiffusion wählt.

Überraschend ist dagegen der sehr hohe Wert für die Aktivierungsenergie der Blasenwanderung, der mit 2,6 eV angegeben wird und etwa dem Wert für die thermische Leerstellendiffusion entspricht. Dieser Wert wurde aus Ausheilversuchen bei niedrigen Blasendichten von  $10^{13}$ - $10^{14}$   $\text{cm}^3$  bestimmt. Die große Differenz zu unserem Wert kann nicht erklärt werden; es mag sein, daß die Diskrepanz mit der Schwierigkeit infolge des erwähnten a-symptotischen Verhaltens in der  $c_B$ -T-Relation bei kleinen Blasenkonzentrationen zusammenhängt.

Wir haben in dieser Arbeit auf eine Analyse unserer Koaleszenzdaten mit dem Gruber-Modell verzichtet, da dieses Modell keine konsistente quantitative Interpretation unserer experimentellen Daten erlaubte. Die von Gruber angegebene isotherme Beziehung für die zeitliche Radienänderung

$$t = t_0 (r/r_0)^n \quad \text{mit } n = 5 \quad (5.54a)$$

des mittleren Radius der Blasenverteilung wird bei uns nicht beobachtet; die Exponenten variieren in unseren Experimenten bei Zugrundelegung einer solchen Relation Gl. (5.54a) zwischen 3 und 4,6. Mit dem Gruberschen Modellansatz auf eine Volumendiffusion der Blasen angewandt, erhält man eine analoge Relation wie Gl. (5.54a) mit  $n = 4$ .

Betrachtet man grundsätzlich einen anderen Wachstumsprozeß für die Blasen als die bisher behandelte Koaleszenz, so kommt man auf die Ostwald-Reifung, die eine Konsequenz der unterschiedlichen Helium-Löslichkeiten im Gleichgewicht mit großen und kleinen Blasen ist. Die Folge davon ist ein Wachstum größerer Blasen auf Kosten der kleinen. A.J. Markworth hat die Entwicklung der Blasengröße für diesen Prozeß analysiert und eine analoge isotherme Beziehung

$$t = t_0 (r/r_0)^n \quad \text{mit } n = 2 \quad (5.54b)$$

für die zeitliche Änderung des mittleren Blasenradius gefunden (Ma73).

Aufgrund der von uns gefundenen  $n$ -Exponenten für die Fälle, wo eine Neubildung von Keimen nicht signifikant ist, schließen wir einen Wachstumsprozeß nach der Ostwald-Reifung ebenfalls aus.

### V.3 Weitere Vergleiche zwischen Experiment und Theorie

Die Abb. 5.8 untersucht die Frage, inwieweit die verschiedenen Wachstumsprozesse eine unterschiedliche Dosisabhängigkeit und Temperaturabhängigkeit besitzen. Für das Schwellverhalten setzt man üblicherweise die Form

$$\frac{\Delta V}{V} = A (\phi t)^n \exp(-BT) \quad (5.55)$$

an (PLN71) und bestimmt A, B und n aus den Experimenten. Die Darstellung der experimentellen Werte erfolgt in doppeltlogarithmischer Auftragung und zeigt, daß der Schwellverlauf als Funktion mit der Dosis in den verschiedenen Probentiefen unterschiedlich verläuft und keine monotone Funktion der Dosis ist. Der Maximalwert von n beträgt  $\approx + 2,7$  und der Minimalwert  $\approx -2,5$ ; er tritt erst oberhalb von  $8 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  auf und ist für die Bereiche IV und V charakteristisch. Der absolute Schwellwert liegt hier bereits unter 1%, so daß das Abknicken der Schwellwertfunktion ohne Relevanz ist. Im eigentlichen Schadensbereich wird das Volumenschwellen bis  $575^\circ\text{C}$  durch die Erhöhung der Keimzahl mit  $n = n_{\text{max}}$  bestimmt, die mit 1% zum Volumenschwellen beiträgt. Für höhere Temperaturen zeigt sich in Abhängigkeit vom  $K_g/K_v$ -Verhältnis ein schwächeres Wachstum, das bis zum dosisunabhängigen Schwellen geht.

Neben dem Absolutwert des Schwellvolumens interessiert ebenfalls der Beginn des Schwellens, charakterisiert durch das Auftreten beobachtbarer Blasen mit Mindestdurchmessern von  $d = 40 \text{ \AA}$ . Dazu extrapolieren wir die Dosis-Durchmesser-Daten für jede Temperatur auf den  $40 \text{ \AA}$ -Wert und erhalten die folgende empirische Relation für die kritische Dosis des Schwellbeginns als Funktion der Temperatur (EK75):

$$\log(\phi t) = 27,84 - \frac{T[^\circ\text{C}]}{46,25} \quad [\log \text{ cm}^{-2}] \quad (5.56)$$

Die Abb. 5.9 zeigt den steilen Verlauf dieser Funktion mit der Temperatur. Die Extrapolation sollte im Bereich  $575\text{-}625^\circ\text{C}$  mit einer gewissen Vorsicht betrachtet werden, da in diesem Temperaturintervall die Konkurrenz der beiden Wachstumsprozesse einsetzt, so daß die log-log-Darstellung für die Dosis-Durchmesser-Relation nicht mehr linear ist und eine Streuung für den extrapolierten Ast existiert.

Innerhalb eines Faktors 2 sollten die Schwellwertdosen jedoch korrekt sein.

Die Gl. (5.56) wurde aus den Daten für den 0,8  $\mu\text{m}$ -Bereich gewonnen. Sie gilt damit nur für Bereiche, in denen defektinduziertes und/oder Koaleszenzwachstum zu erwarten ist. Die Extrapolation der Gleichung zu tieferen Temperaturen ergibt, daß im Bereich konventioneller Bestrahlungsdosen ( $< 10^{21} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ ) eine Blasenbildung für Blasen mit Durchmesser  $\geq 40 \text{ \AA}$  nicht mehr auftritt, was in Übereinstimmung mit Tieftemperatur-Bestrahlungen ist (EMEEC75). Physikalisch wird die Gültigkeit dieser Geraden zu tiefsten Temperaturen hin durch den Blistereffekt begrenzt, da die implantierte Helium-Konzentration in den Prozentbereich gelangt (Abb. 5.9). Die Extrapolation zu hohen Temperaturen wird durch eine rasch fallende Keimbildungswahrscheinlichkeit begrenzt, da diese dem He-Konzentrationsquadrat proportional ist [s. Gl. (5.9 u. 13)].

#### V.4 Das Blistermodell

Die Bildung von Oberflächenblasen und die damit verbundene Freisetzung von Helium beim Aufbrechen ist erstmals von M. Kaminsky (Km64) und W. Primak (Pr63) beschrieben worden. Die unmittelbare phänomenologische Korrelation zwischen der Helium-Freisetzung und dem Blisterbruch sieht man in der Abb. 5.10, die die Helium-Reemissions-Peaks nach Messungen von Bauer und Thomas (BT74) an Vanadium zeigt und die diese Peaks den von uns beobachteten Exfolationen an V-20Ti zuordnet.

Die TEM-Beobachtung von Helium-Blasen hat zu der Annahme geführt, daß das Auftreten von Oberflächenblasen ein volumeninduziertes Phänomen ist (DK74, Ev75, EC73). Die Blisterbildungsverhältnisse werden relativ gut für die Temperaturen  $T \leq 0,15 T_m$  und  $T \geq 0,7 T_m$  überschaut.

Im Niedertemperaturbereich mit fehlender Leerstellenbeweglichkeit geht man davon aus, daß die Helium-Blasen mit Durchmessern unter  $30 \text{ \AA}$  wegen des fehlenden Leerstellenangebotes nicht wachsen können. Die ständige Bildung neuer unbeweglicher Blasen mit der Dosis erhöht ihre Dichte, bis sie sich einander berühren können und damit athermisch koagulieren. Infolge der mangelnden Relaxationsmöglichkeit wird ein Überdruck gemäß Gl. 5.44) aufgebaut, der zur plastischen Deformation der Oberfläche

ausreicht. Das mit der athermischen Koaleszenz einhergehende Volumenschwellen infolge der gebildeten Riesenblase wird auf 68% geschätzt (Ev75) und korreliert mit der Existenz einer kritischen Dosis für das Blistern.

Im Gegensatz zur Koaleszenz bei konstantem Volumen findet im Hochtemperaturbereich durch das reichhaltige bewegliche thermische Leerstellenangebot die im letzten Abschnitt beschriebene Koaleszenz mit anschließender Relaxation der Blasen statt. Die Koaleszenz hört dann auf, wenn die Blasen einen Radius erreicht haben, der zu praktisch verschwindender Beweglichkeit führt. Die Blase wächst dann spannungsfrei ausschließlich durch die Absorption freier Leerstellen und Gasatome, bis sie die Oberfläche schneidet (TB74).

Im intermediären Temperaturbereich  $0,3 T_m \geq T \geq 0,5 T_m$ , wie er hier untersucht wird, beobachtet man das Wachstum von Blasen, die noch längst nicht der Radius einer mittleren Eindringtiefe erreicht haben, um die Oberfläche schneiden zu können, und die andererseits wegen der bestehenden Relaxationsmöglichkeit keinen Überschußdruck aufbauen können. Dennoch wird ein Blistereffekt beobachtet, der bei  $T = 625^{\circ}\text{C}$  maximal ist.

Die Erklärung hierfür basiert auf dem beobachteten Phänomen der thermischen Koaleszenzfähigkeit der Blasen mit ihrer anschließenden sofortigen ( $\mu\text{s}$ )-Relaxation. Die thermalisierte Koaleszenz erweist sich nämlich als permanenter Leerstellenfresser, da mit wachsendem Blasenradius der Leerstellenbedarf überproportional wächst (s. Abb. 5.3). Das ständig implantierte Helium, sofern es nicht in bestehende Blasen fließt, erhöht zwar die Zahl der Keime, aber diese Keime besitzen wegen des mangelnden Leerstellenangebotes ein verzögertes Wachstum und es bildet sich bei ihnen ein Überdruck aus, der offenbar ausreicht, um die Oberfläche plastisch zu deformieren. Ergänzend hierzu ist zu berücksichtigen, daß die Streckgrenze des Materials sowohl durch die Temperatur (s. Abb. 5.11) als auch durch das Volumenschwellen (im Korn wie an der Korngrenze) erheblich reduziert wurde, so daß der im Raumtemperaturbereich benötigte Volumenschwellwert von 68% für das Blistern nicht erforderlich ist.

In Übereinstimmung hiermit ist der experimentelle Befund, daß die in den beobachteten Blasen nach Gl. (5.28) gezählten He-Atome um mehr als eine Größenordnung geringer sind als die implantierten (Abb. 5.12). Die Rechnungen gehen zwar von Gleichgewichtsblasen aus, aber selbst die Annahme, daß in diesen Blasen ein Überdruck vorliegt, der in der Größe der Fließspannung der Matrix liegt, erhöht die Zahl der Helium-Atome pro Blase nur um einen Faktor  $< 2$ . Geringere, in Helium-Blasen angesammelte Helium-Konzentrationen als implantierte werden ebenfalls von Smidt und Pieper bei ihren Ausheilexperimenten im 316-Stahl beobachtet, solange die Ausheiltemperatur unter  $800^{\circ}\text{C}$  bleibt (SP75). Oberhalb dieser Temperatur wächst jedoch wieder die in den Blasen versammelte Heliummenge auf ihren Implantationswert. Die Messungen von Smidt und Pieper gelten jedoch nur für niederdosige Bestrahlungen ( $< 100$  At.-ppm He). Mit anderen Worten, zur Bildung beobachtbarer Blasen wird nur ein geringer Teil der implantierten He-Atome benötigt. Der weitaus größere Teil der implantierten He-Atome dient zur Erzeugung des Schadens, d.h. zur Erzeugung der für das Wachsen benötigten Leerstellen. Diese Aussage wird qualitativ ebenfalls durch die Abb. 5.9 bestätigt, wonach bei höheren Temperaturen (höheres thermisches Leerstellenangebot) bereits wenige At.-ppm ausreichen, um beobachtbare Blasen zu erzeugen.

Die für das Blasenwachstum nicht verbrauchten He-Atome liegen jedoch substitutionell abgebunden in der Matrix. Ihre Beweglichkeit ist stark eingeschränkt, wenn man zusätzlich berücksichtigt, daß durch die hohe Bestrahlung die Versetzungsdichte in der Matrix erhöht (Ey75), und damit speziell die Wanderung kleiner Cluster durch diese Versetzungen behindert wird (EB69).

Der Einfluß der Oberfläche ist vernachlässigbar, da selbst im Falle niederenergetischer Bestrahlung ( $< 10$  keV) mit geringer Eindringtiefe ( $< 1000 \text{ \AA}$ ) und hohen Dosen ( $10^{18} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ ) kernphysikalische Streumessungen über die  $3\text{He}(\text{d},\text{p})4\text{He}$ -Reaktion keine merklichen Verluste des implantierten Heliums nachweisbar waren (BBERS75).

Erents und McCracken haben für das Verhältnis von Blisterdurchmesser zu mittlerer Ioneneindringtiefe ein Verhältnis von 5:1 vorgeschlagen (EC73), das auch bei Raumtemperaturbestrahlungen mit niederenergetischen Helium-Ionen in Reinstvanadium von uns beobachtet wurde (Abb. 5.13). Die Hoch-

temperaturbestrahlungen zeigen jedoch unabhängig von der Ionen-Energie, daß dieses Verhältnis um ein mehrfaches überschritten werden kann (s. Tab. IV.4-5), wenn die Korngröße groß gegen die Eindringtiefe ist. Dieser experimentelle Befund widerspricht der bei Raumtemperatur gültigen Vorstellung einer "Riesenblase" infolge der gegenseitigen Berührung kleiner Blasen. Er indiziert vielmehr die Vorstellung von über das Korn homogen verteilten Spannungszentren, die eine plastische Oberflächenverformung in der Größenordnung der Korngröße erlauben.

In Einklang mit dieser Vorstellung ist ebenfalls der Blisterbefund in V-20Ti mit kleinen Korngrößen, wo infolge der bevorzugten Blasenbildung an Korngrenzen die Korngrenzenfestigkeit erheblich reduziert wird und die über das Korn verteilten Spannungsgrenzen den gesamten Korndeckel abheben. Eine plastische Oberflächenverformung ist wegen der hohen Streckgrenze der V-20Ti-Legierung (gegensätzlich zur V-3Ti-Legierung!) nicht möglich. Eine genaue Prüfung des Korninneren der abgeplatzen V-20Ti-Schichten zeigt, daß bei höheren Temperaturen ( $T \geq 700^{\circ}\text{C}$ ) auch das V-20 Ti im Korn die Neigung zur Bildung kleiner Blister besitzt (wie in Abb. 4.26 indiziert), die homogen über das Korn verteilt sind. Damit kann der Unterschied von Exfoliation und Blister eindeutig auf das temperaturabhängige Verhältnis von Korngrenzen- zu Kornfestigkeit zurückgeführt werden. Die Abb. 5.11 vergleicht die Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze von Vanadium nach W. Rostoker (Ro58) und der V-Ti-Legierungen nach H. Böhm et al. (BDHL67).

Ein spezielles Interesse im Blistermodell besitzt die Deckeldicke der Oberflächenblasen, ein Begriff der von J. Roth et al. in die Literatur für die Dicke der Blisterhaut eingeführt wurde (BBELRS75)\*). Messungen von J. Roth et al. haben ergeben, daß sowohl bei sehr niedrigen Helium-Energien ( $< 15 \text{ keV}$ ) als auch schwach bei sehr niedrigen Helium-Energien mit fallender Temperatur bei fester Helium-Energie von 4 keV (RBS74) die

---

\*)Mit dem Begriff der Deckeldicke verbindet man die Vorstellung, daß die Oberfläche in den Tiefen aufbricht, wo das maximale Volumenschwellen und damit in der Regel (d.h. bei defektindiziertem Wachstum) die maximalen Blasendurchmesser liegen.

Deckeldicke wächst und um einen Faktor 3 größer sein kann als die berechnete Helium-Eindringtiefe  $R_p$ . Dieser Effekt verschwindet sowohl mit steigender Temperatur wie Ionen-Energie.

Für den Energiebereich oberhalb 100 keV haben Das und Kaminsky (DKF75) wie wir eine 1:1-Relation zwischen Deckeldicke und  $R_p$  experimentell verifiziert, obgleich die Absolutwerte bei Das und Kaminsky niedriger liegen als bei uns. Die  $R_p$ -Rechnungen von Das und Kaminsky benutzen den Brice-Formalismus, der eine Unsicherheit von 14% für die  $R_p$ -Werte zuläßt (Br72,75). Innerhalb dieser Fehlerbreite stimmen unsere Absolutwerte mit den Argonne-Werten überein, solange  $E > 100$  keV. Darunter werden die Abweichungen größer.

Die von uns gemachte Beobachtung der doppelagigen Deckeldicken mit stark verformter Unterschicht indizieren in Übereinstimmung mit den Keimratenrechnungen (Kap. V.2.1), daß bei niedrigen Temperaturen mit einhergehender geringer Leerstellenkonzentration die Keimbildung reiner und quasireiner Cluster in Bereichen hinter der mittleren Eindringtiefe überwiegt. Diese Keime besitzen einen starken Dilatationscharakter und sind möglicherweise die Ursache für die starken Verspannungen im Nachbereich, d.h. in der Unterschicht. Des weiteren wird man bei tieferen Temperaturen eine verstärkte Begrenzung der He-Diffusion erst in größeren Tiefen erwarten, wenn der Aufbau der He-Keime soweit fortgeschritten ist, daß sie in Ergänzung zum stark eingeschränkten Leerstellen-Fallenmechanismus als zusätzliche (möglicherweise dominante) Falle für das Helium agieren.

Den Einfluß der Energie auf die Deckeldicke läßt sich möglicherweise ebenfalls als ein indirekter Einfluß dadurch erklären, daß bei sehr kleinen Energien die Schadensrate, d.h. die zusätzliche erzeugte Leerstellenkonzentration pro Zeiteinheit viel zu klein ist, um ein effektives Trapping im Vor- oder Peak-Bereich zu ermöglichen. Die Rechnungen ergeben, daß sich der Schaden im Peak-Intervall bei 10 und 100 keV-Helium-Ionen in V wie 1:2,5 verhält. Den Einfluß einer solchen Schadensvariation auf das Blasenwachstum zeigte der Vergleich der 240 keV- mit der 2000 keV-Bestrahlung in Kap. IV, wo sich der Schaden mit 1:1,5 änderte.

## VI. ZUSAMMENFASSUNG

Die Rechnungen für die Schadens- und Heliumverteilung entlang der Eindringtiefe werden vergleichend für ein Thomas-Fermi-Potential und eine Superposition aus einem Bohr- und Born-Meyer-Potential geführt, die die elastische Wechselwirkung im Stoßprozeß festlegen.

Die Schadensverteilung wird im Fall der He-V-Wechselwirkung durch die Potentialwahl stark beeinflusst, und das Thomas-Fermi-Potential überschätzt den Schaden um 30%. Für das Stoßsystem V-V ist die Potentialwahl nicht mehr in dem Maße dominierend, da sich hier die Wechselwirkung im Mittel bei höheren Energien abspielt, für die die Potentialunterschiede in beiden Potentialtypen geringer werden.

Der Einfluß der Potentiale auf die beiden in erster Ordnung berechneten Momente, die Reichweite und ihre Streuung, ist bei den hier interessierenden Einschußenergien von 50 keV und höher nicht mehr signifikant, da der inelastische Stoßanteil überwiegt.

In die Momentrechnung, wie sie im weiteren Verlauf der Arbeit verwendet wird, geht für den elastischen Anteil das Bohr- und Born-Mayer-Potential ein und für den inelastischen Anteil ein geschwindigkeitsproportionaler Ast für Ionen-Energien unterhalb 100 keV und ein empirischer Ast für Energien oberhalb 100 keV.

Die resultierenden berechneten Verteilungen legen eine Segmentierung der Probtiefe nahe, wie sie experimentell dann auch bestätigt wird: Der oberflächennahe Bereich I reicht für die 240 keV (2000 keV)-Bestrahlung bis 0,6  $\mu\text{m}$  (3,5  $\mu\text{m}$ ) und besitzt eine verschwindende Schadens- und Helium-Konzentration. Der Bereich II von 0,6 bis 0,8  $\mu\text{m}$  (3,5 bis 4,3  $\mu\text{m}$ ) wird durch eine maximale Schädigung und eine stark ansteigende He-Konzentration gekennzeichnet. Im Bereich III von 0,8 bis 1,0  $\mu\text{m}$  ( $\approx$  4,3  $\mu\text{m}$ ) nimmt die Helium-Konzentration zum Bereichsende hin ab, während der Schaden bereits stark abgefallen ist. Der Bereich IV von 1,0 bis 1,3  $\mu\text{m}$  (4,3 - 5,0  $\mu\text{m}$ ) ist reiner Gradientenbereich, in dem die Schädigung wie das gestoppte Helium nur noch geringe Konzentrationswerte besitzen. Danach folgt dann der Bereich V mit im wesentlichen ungeschädigter und heliumfreier Gittermatrix.

Die quantitative Auswertung der TEM-Mikrographien und ihre modelltheoretische Analyse orientierte sich an den Bereichen II und IV und führte zu folgenden Ergebnissen.

- (1) In der früheren Phase der Bestrahlung liegt eine schnelle interstitielle Wanderung des Heliums vor, die eine Ausbreitung des Heliums weit über die mittlere Eindringtiefe hinaus bis in den Bereich V erlaubt. Die Konzentration der null-dimensionalen Fallenmechanismen ist noch zu gering, so daß die Korngrenzen die Wanderung des Heliums beenden.
- (2) Zu den null-dimensionalen Fallen für das Helium zählen sowohl Leerstellen wie Helium-Atome. Im Falle von Leerstellen führt der Fallenmechanismus auf einen gemischten Cluster vom Typ (1,1) und im Falle von Helium-Atomen auf einen reinen Cluster vom Typ (2,0), wobei wir für die Cluster die Notation (g = Gas, v = Leerstelle) eingeführt haben. Beide Cluster-Konfigurationen sind stabil und stellen bereits einen kritischen Keim dar.
- (3) Die Bildungsgeschwindigkeit dieser kritischen Keime ist sehr hoch und ihre Entstehungszeiten betragen  $10^{-12}$ s bzw.  $10^{-9}$ s. Damit konvergiert der interstitielle Wanderungsmechanismus für das He sofort in einen substitutionellen, wenn eine Leerstelle zur Verfügung steht.
- (4) Die Wachstumsmöglichkeit der kritischen Keime ist stark von der aktuellen Leerstellenkonzentration abhängig. In Gebieten hoher Leerstellenkonzentration (Bereich II) wird das Wachstum gemischter Cluster (g,v), in Gebieten niedriger Leerstellenkonzentration (Bereich IV) das Wachstum reiner (g,0) oder quasireiner (g,1) Cluster bevorzugt.
- (5) Das Wachstum reiner oder quasireiner Cluster bedeutet die Entstehung von Dilatationszentren, die ein spannungsinduziertes Wachstum einleiten; für gemischte Cluster wird diese Wachstumsform nicht beobachtet. Das bevorzugte Wachstum der quasireinen Cluster verschwindet mit wachsender Dosis wie Temperatur, da beide Prozesse die Leerstellenkonzentration erhöhen und damit die Bildungswahrscheinlichkeit

des quasireinen Clusters relativ zum gemischten Cluster herabsetzen. Das spannungsinduzierte Wachstum im Bereich IV wird bis zu Temperaturen von  $575^{\circ}\text{C}$  und Dosen kleiner  $8 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$  beobachtet.

- (6) Neben dem defektinduzierten Wachstum, d.h. der Absorption von beweglichen Leerstellen und/oder Gasatomen durch nahezu unbewegliche Cluster wird ein weiterer Wachstumsprozeß, die Koaleszenz, infolge sich bewegnender Blasen (leerstellenreiche Cluster) gefunden. Dieser Wachstumsprozeß setzt dominant oberhalb  $575^{\circ}\text{C}$  in Probentiefen ausserhalb der maximalen Schädigung ein.
- (7) Die Blasen treten überwiegend mit kubischer Morphologie auf, d.h. facettiert, und indizieren damit einen Gleichgewichtszustand. Die Beschreibung des Blasenzustandes durch ein van-de-Waals-Gesetz liefert im Gleichgewichtszustand eine Oberflächenenergie von  $1000 \text{ erg}/\text{cm}^2$ . Der Blasenwanderungsmechanismus erfolgt über eine Volumendiffusion mit einer Aktivierungsenergie von  $1,13 \text{ eV}$ . Bei hohen Temperaturen und damit großen Blasendurchmessern ( $d > 200 \text{ \AA}$ ) beschränkt der Koaleszenzprozeß der Blasen das Wachstum der kleinen Cluster ( $d < 20 \text{ \AA}$ ), da für die Relaxation der koagulierten Blasen gewaltige Leerstellenmengen erforderlich sind.

Die quantitative Auswertung der REM-Mikrographien bei Oberflächenschäden der Proben infolge hoher Implantationsdosen lieferte folgende Ergebnisse:

- (1) Der Oberflächenschaden tritt bei einer kritischen Dosis von  $2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$  auf.
- (2) Mit fallender Temperatur wird eine leichte, mit steigender Energie ( $240 \text{ keV} \rightarrow 2000 \text{ keV}$ ) eine etwas stärkere Erhöhung der kritischen Dosis beobachtet.
- (3) Bei plastisch deformierbaren Oberflächen tritt der Schaden als kupelförmige Aufwölbung der Oberfläche (Blister) auf, wobei der Blisterdurchmesser mit wachsender Dosis ein Vielfaches der mittleren Eindringtiefe erreichen kann, wenn es die Korngröße zuläßt. Erreicht der Blisterdurchmesser die Korngröße, so kommt es zur Exfoliation, dem Abplatzen ganzer Oberflächenteile. Das Auftreten von Blistern

oder Exfolationen hängt damit von dem Verhältnis aus Korngrenzen- und Matrixfestigkeit ab. Erhöht man die Matrixfestigkeit, z.B. durch Ti-Zulegierung, so tritt zunächst nur Exfolation und erst bei hohen Temperaturen begleitend Blisterbildung auf.

- (4) Die Deckeldichte des Blisters ist innerhalb des experimentellen Fehlers gleich der berechneten mittleren Eindringtiefe. Mit fallender Temperatur und Energie wird eine Zunahme doppelagiger Blisterdeckel beobachtet.
- (5) Für das Blistern im untersuchten Temperaturbereich können nicht die facettierten Blasen verantwortlich sein, da sie nur einen Bruchteil des implantierten Heliums enthalten. Es wird vielmehr angenommen, daß die infolge der Koaleszenz großer Blasen wachstumsbehinderten und nichtrelaxierten kleinen Cluster ( $d < 20 \overset{\circ}{\text{Å}}$ ) Dilatationszentren darstellen, die zur Oberflächendeformation führen.

LITERATURVERZEICHNIS

- AMA68 R.P. Agorwala, S.P. Murarka u. M.S. Anand,  
Acta Metallurgica 16,61(1968)
- Ba64 R.S. Barnes, J.Nucl.Mat. 11,135(1964)
- Bb72 A.D. Brailsford u. R. Bullough, J.Nucl.Mat. 44, 121(1972)
- BBELRS75 R.Behrisch, J.Böttiger, W.Eckstein, U.Littmark, J.Roth,  
B.M.U. Scherzer, Implantation profiles of low energy helium  
in niobium and the blistering mechanism,  
unveröffentlicht
- BBERS75 R.Behrisch, J.Böttiger, W.Eckstein, J.Roth u. B.M.U.Scherzer,  
Trapping of low energy helium ions in Nb,  
J. Nucl. Mat. 56, 365 (1975)
- BDHL67 H.Böhm, W.Dienst, H.Hauck und H.-J. Laue,  
ASTM Spec. Techn. Publ. 426, 95 (1967)
- BK72 J.L. Brimhall und H.E. Kissinger, Radiat. Eff. 15, 259(1972)
- BM32 M.Born und J.E. Mayer, Z.Phys. 75, 1(1932)
- BM63 R.S. Barnes und D.J. Mazey, Proc.Roy.Soc. A275, 47 (1963)
- BN65 R.S. Barnes und R.S. Nelson, AERE-Report 4952(1965)
- Bo48 N.Bohr, Mat.Fys. Medd.Dan.Vid.Selsk. 18,8 (1948)
- Bö69 H.Böhm, KFK-Report 985 (1969)
- Bö73 H. Böhm, Nucl. Metallurgy 18, 176(1973)
- BP69 R.Bullough u. R.C.Perrin, Growth, stability and interaction of  
voids and gas bubbles in solids, in Proc. Radiat. Damage in  
Reactor Materials, Wien 2-6 Juni 1969, Bd. II, S.233
- Br72 D.K. Brice, Phys. Rev. A6, 1791 (1972)
- Br75 D.K. Brice, Ion implantation range and energy deposition  
distribution, Vol. I, N.Y. 1975
- BT73 W. Bauer u. G.J. Thomas, Nucl. Metallurgy 18, 255(1973)
- BT74 W. Bauer u. G.J. Thomas, J.Nucl. Mat. 53, 127(1974)
- CC68 G.Cartner u. J.S. Colligon, Ion Bombardment of Solids,  
London 1968
- CF66 C. Cawthorne u. E.J. Fulton, Nature 216, 575(1966)

- CHSB69 T.T.Claudson, J.J. Holmes, J.L. Straalsund u. M.R. Brager, Fast reactor radiation-induced changes in cladding and structural materials in: s. BP69, S.165
- C172 K.D. Closs, KFK-Report 1450 (1972)
- DHSS68 G.Duesing, H. Hammerich, W. Sassin u. W. Schilling  
The influence of spontaneous recombinations and subthreshold events in the defect production at low temperature electron irradiations in: Proc. Intern. Conf. on Vacancies and Interstitials in Metals, 23-28 Sept. 1968
- DK74 S.K. Das u. M. Kaminsky, CTR related surface damage studies using small accelerators, Argonne Nat.Lab.(1974), unveröffentlicht
- DKF75 S.K. Das, M. Kaminsky u. G. Fenske, Correlation between blister skin thickness, He maximum in the damage energy distribution, and the projected ranges of He<sup>+</sup> ions in metals: A comparison for Al, V and Nb, in Proc. Internat. Conf. on Applic. of Ion Beams to Materials, Sept. 8-12, 1975, Warwick, Engl.
- EB68 B.L. Eyre u. R. Bollough, J.Nucl.Mat. 26, 249 (1968)
- EB69 K. Ehrlich u. H. Böhm, Irradiation effects in vanadium-base alloys, in s. BP69, S. 349
- EC73 S.K. Erents u. G.M.McCracken, Radiat. Eff. 18, 191 (1973)
- EK75 K. Ehrlich u. D. Kaletta, The influence of implanted helium on swelling behaviour and mechanical properties of vanadium and vanadium-alloys, in Proc. Internat. Conf. on Radiation Effects and Tritium Technology for Fusion Reactors, Okt. 1-3 1975, Gatlinburg, Tenn. USA
- EKS71 K. Ehrlich, D. Kaletta u. W. Schneider, KFK-Report 1438 (1971)
- EMEEC75 J.H. Evans, J. Mazey, D.L. Eyre, S.K. Erents u. G.M.McCracken, A TEM study of gas bubbles and surface blistering in Mo bombardment with He<sup>+</sup> in the low energy range 25-60 keV, in: s.DKF75
- Er74 A. Ernst, persönl. Mitteilung
- Ev75 J.H. Evans, Nature 256, 299 (1975)
- Ey75 B.L. Eyre, Irradiation damage structures generated in metals and alloys during irradiation at elevated temperatures, in: Proc. Internat. Conf. Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals, Okt. 6-10, 1975, Gatlinburg, Tenn. USA
- FD73 Memorandum über die technologischen Probleme des Fusionsreaktors, hrsg. von den Forschungszentren Deutschlands, Sept. 1973  
unveröffentlicht
- Fe28 E. Fermi, Z. Phys. 48, 73 (1928)
- Fo74 A.J.E. Foreman, Radiat. Eff. 21, 81 (1974)

- Fr69 H. Franke, Lexikon der Physik, Stuttgart 1969
- GA E.A. Gultbransen u. K.F. Andrew, J. Electrochem. Soc. 97, 396 (1950)
- Gr67 E.E. Gruber, J. Appl. Phys. 38, 243 (1967)
- Gu67 H.E. Gulden, J. Nucl. Mat. 23, 30 (1967)
- Ha76 B. Hall, private Mitteilung
- HLW75 B. Hall u. H. Wiedersich, Gas bubbles in stress and thermal gradients, in: siehe EK75
- Hr67 J.W. Harrison, J. Nucl. Mat. 23, 139 (1967)
- HSLT73 M. Heerschap, E. Schuber, B. Langevin u. A. Trapani, J. Nucl. Mat. 51, 361 (1973)
- HYN72 S.D. Harkness, F.L. Yaggee u. F.V. Nolfi, Simulation of in-reactor creep of type 304 ss, in Proc. Internat. Conf. in Irradiation Embrittlement and Creep, 9-10 Nov. 1972, London, S. 259
- JG69 W.S. Johnson u. J.F. Gibbons, Projected range statistics in semi-conductors, distr. by Stanford Univ. Bookstore (1969)
- Jh70 R.H. Johnson, Metallurgical Reviews 15, 115 (1970)
- JW72 R.A. Johnson u. W.D. Wilson, Defect calculations for fcc and bcc metals, in: Interatomic Potentials and Simulation of Lattice Defects, hrsg. von P.C. Gehlen et al., London 1972, S. 301
- Ka71 D. Kaletta, The atomic interaction potential of Ni, in BNES Proc. of Void Conf. 23-24 März 1971, Reading, Engl., S. 319, hrsg. von S.F. Pugh, M.H. Loretto u. D.I.R. Norris
- Ka72 D. Kaletta, (1972), unveröffentlicht
- KE74a D. Kaletta u. K. Ehrlich, J. Nucl. Mat. 51, 227 (1974)
- KE74b D. Kaletta u. K. Ehrlich, A model for calculating the damage rate, in Proc. 8th Symp. on Fusion Technology, 17-21 Juni, 1974, Noordwijkerhout, Niederlande, S. 883
- KLD71 G.L. Kulcinski, J.J. Laidler u. D.G. Doran, Radiat. Eff. 7, 195 (1971)
- KH62 O. Kubaschewski u. B.E. Hopkins, Oxidation of Metals and Alloys, London 1962
- Km64 M. Kaminsky, Adv. Mass Spectrometry 3, 69 (1964)
- Ko72 E.V. Kornelson, Radiat. Eff. 13, 227 (1972)
- KP55 G.H. Kinchin u. R.S. Pease, Rep. Progr. Phys. 18, 1 (1955)
- Kr74 H. Krupp, GSI-Bericht A1-74 (1974)

- KS72 D.Kaletta u. W.Schneider, KFK-Bericht 1652 (1972)
- KS75 D.Kaletta u. W.Schneider, Die Ratengleichung für die strahlungsinduzierte Diffusion im Fall oberflächennaher Helium-Implantation, wird veröffentlicht
- Lei65 G.Leibfried, Bestrahlungseffekte in Festkörpern, Stuttgart 1965
- LL63 L.D.Landau u. E.M.Lifschitz, Lehrbuch der theoretischen Physik, Bd. I u. III, Berlin 1963
- LNST63 J.Lindhard, V.Nielsen, M.Scharff u. P.V. Thomsen, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 33,10 (1963)
- LRS74 N.Q. Lam, S.J. Rothman u. R.Sizman, Radiat. Eff. 23,53(1974)
- LSS63 L.Landhard, M.Scharff u. H. Schiøtt, Mat.Fys. Medd. Dan. Vid.Selsk. 33,10 (1963)
- Ma73 A.J. Markworth, Met. Trans. 4, 2651 (1973)
- MC74 M.G. Miller u. R.L. Chaplin, Radiat. Eff. 22,10 (1974)
- MM49 N.F. Mott u. M.S.W. Massey, Theory of Atomic Collisions, London 1949
- MM74 I.Manning u. G.P. Müller, Comp. Phys. Comm. 7, 85(1974)
- MW74 M.J. Makin u. G.P. Walters, AERE-Report 7934 (1974)
- NBM65 R.S. Nelson, R.S. Barnes u. D.J. Mazey, Phil.Mag. 11,91 (1965)
- No72 D.I.R. Norris, Radiat. Eff. 14,1 (1972) u. 15, 1 (1972)
- NRT72 J.M. Norgett, M.T. Robinson u. T.M. Torrens, A proposed standard for calculating displacement dose rates in: IAEA-Meeting, Radiation Damage Clints, Okt./Nov. 1972, Seattle, Wash.USA
- NS70 L.C.Northcliffe u. R.F. Schilling, Nucl. Data Tables 7,233(1970)
- Pe58 W.B.Pearson, A Handbook of Lattice Spacing and Structures of Metals and Alloys, Pergamon Press, Bd. I 1958
- PLN71 S.F.Pugh, M.M.Loretto u. D.I.R.Norris, Hrsg. der Proc. of BNES Conf. on Voids formed by Irradiation of Reactor Materials, 24-25 März 1971, Reading, England
- Pr63 W. Primak, J.Appl. Phys. 34, 3630 (1963)
- RBS74 J.Roth, R.Behrisch u. B.M.U.Scherer, J.Nucl.Mat. 53, 147(1974)
- RLSB73 S.J.Rothman, N.Q.Lam, R.Sizman u. H.Bisswanger, Radiat. Eff. 20, 223 (1973)
- Ro71 M.T.Robinson, The dependence of radiation effects on the primary recoil energy, in Proc.Intern. Conf. on Radiation Induced Voids in Metals, Juni 1971, Albany, N.Y. USA

- RS58 W.Rostocker, The Metallurgy of Vanadium, New York 1958
- Sch67 G. Schulz, Metallphysik, Tab. VI, Berlin 1967
- Si72 P. Sigmund, Rev. Roum. Phys. 17, 1079 (1972)
- SM70 A.Seeger u. H.Mehrer, Selfdiffusion and equilibrium measurements, in: Vacancies and Interstitials in Metals, hrsg. A.Seeger, D.Schumacher, W.Schilling u. J.Diehl, Amsterdam 1970
- SP74 F.A.Schmidt, Jr. u. A.C.Pieper, J.Nucl.Mat. 51, 361(1974)
- SP75 F.A. Schmidt, Jr. u. A.G. Pieper, Observations of helium bubble formation in 316 ss implanted by alpha bombardment, veröffentlicht in: s. (EK75)
- SS74 W.Schilling u. K.Schröder, Impurity trapping and its effect on void growth, in: AERE-Report 7934, S.212 (1974)
- St73 D.Steiner, Nucl.performance of vanadium as a structural material in fusion reactor blankets, ORNL-TM-4353 (1973)
- TB74 G.J. Thomas u. W. Bauer, J.Nucl.Mat. 53, 134 (1974)
- Th77 L.H. Thomas, Proc. Camb. Phil. Soc. 23, 542 (1927)
- TPM71 N.V.Tsederberg, V.N.Popov u. N.A.Morozova, Thermodynamic and thermophysical properties of helium, (in russisch), engl. Übersetzung in: Translation TT70-50096 (1971), U.S. Department of Commerce, NTIS, Springfield, Pa. USA
- WB75 W.D.Wilson u. C.L. Bisson, Radiat. Eff. 25, 197 (1975)
- WIK74 H.Wiedersich, J.J.Burton u. J.L.Katz, J.Nucl.Mat. 51, 287(1974)
- Wi3P66 C.F.Williamson, J.P.Bonjot u. J.Piccard, CEA-Rapport 3042(1966)
- Wi72 H.Wiedersich, Radiat. Eff. 12, 111 (1972)
- WJ72 W.D.Wilson u. R.A.Johnson, Rare gases in metals, in: s. (JW72) S. 375
- WKZ74 H.Wiedersich, M.S.Kaminsky u. K.M.Zwilsky, Hrsg. der Proc. Intern. Conf. on Surface Effects in Controlled Fusion, 10-12 Jan. 1974, Argonne, Ill.; USA, in: J.Nucl.Mat. 53 (1974)
- Wl75 W.D. Wilson, Theory of hydrogen and helium in metals, in: s.(Ey75)
- Wo70 J.H. Worth, Techniques and apparatus for irradiating metallurgical specimens on the Harwell variable energy cyclotron, in: Uses of Cyclotrons, hrsg.: v. C.S.Amphlett, London 1970, S.282
- ZS74 J.F.Ziegler u. W.K.Chu, Atomic Data u. Nucl.Data Tables 13,463(1974)

VERZEICHNIS DER TABELLEN

Tab. I.1	Helium-Implantationsrate $K_g$ und Defekterzeugungsrate $K_v$ für verschiedene Bestrahlungsquellen	S. 2
Tab. II.1	Potentialkonstanten für das Thomas-Fermi-Potential nach Gl. (2.14) und für die Superposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential nach Gl. (2.15). Längen in Å	11
Tab. II.2	Der Einfluß der Potentiale nach Gln. (2.14 u. 2.15) auf die totale Weglänge $L$ und die Standardabweichung $\Delta L^2$ , wenn ein inelastisches Streugesetz nach Gl. (2.16) verwendet wird.	14
Tab. II.3	Vergleich der Schadensenergien $T_D$ als Funktion der Primärteilchenenergie $E_0$ für verschiedene Kaskadenmodelle an den Systemen He-V und V-V. Energien in keV.	18
Tab. III.1	Die Abnahme der Sekundär-Elektronenemission am Target durch ein angelegtes elektrisches Feld $U/d$ mit $d = 1$ cm für die Geometrie der Bestrahlungsbox in Abb. 3.1. He <sup>+</sup> -Energie 240 keV.	28
Tab. III.2	Fremdatome oberhalb 1 Gew.-ppm in Reinstvanadium 99,94 (Marz Grade). Es gelten die gleichen Mittelwerte für Fremdatomkonzentrationen in V-3Gew.-% Ti und V-20 Gew.-% Ti mit Ausnahme der in der Tabelle für Reinstvanadium angegebenen Ti-Konzentration	30
Tab. III.3	Chemische Analyse auf O und N von unbestrahltem, lösungsgeglühtem (1030°C für 1h bei 10 <sup>-8</sup> Torr) und bestrahltem (600°C für 2,5h bei 10 <sup>-5</sup> Torr) Vanadium und V-20Ti-Probenmaterial	30
Tab. III.4	Parabolische Ratenkonstanten für die V-Oxidation bei $p_{O_2} = 760$ Torr nach (GA50)	30
Tab. III.5	Typische Parameter für die Elektropolierung nach dem Jet-Verfahren für Vanadium und V-Ti-Legierungen	32
Tab. IV.1	Ergebnisse der Auswertung von TEM-Mikrographien an rekristallisiertem Reinstvanadium für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 200 keV-He <sup>+</sup> -Beschub	37
Tab. IV.2	Ergebnisse der Auswertung von TEM-Mikrographien an rekristallisiertem Reinstvanadium für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 2000 keV-He <sup>+</sup> -Beschub	39
Tab. IV.3	Ergebnisse der Auswertung von TEM-Mikrographien an V-20 Gew.-% Ti für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 240 keV-He <sup>+</sup> -Beschub	40
Tab. IV.4	Ergebnisse der Auswertung von REM-Mikrographien an rekristallisiertem Reinstvanadium für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach niederenergetischem Helium-Beschub	41

Tab. IV.5	Ergebnisse der Auswertung von REM-Mikrographien an rekristallisiertem Reinstvanadium nach 2000 keV-He <sup>+</sup> -Beschluß für verschiedene Bestrahlungskonditionen	41
Tab. IV.6	Ergebnisse der Auswertung von REM-Mikrographien an V-20 Gew.-% Ti für verschiedene Bestrahlungskonditionen nach 200 keV-He <sup>+</sup> -Beschluß	42
Tab. IV.7	Der Einfluß des He <sup>+</sup> -Ionenflusses auf die Blasenentwicklung in rekristallisiertem Reinstvanadium; E <sub>0</sub> = 240 keV	48
Tab. IV.8	Berechnete Schadenscharakteristik für das Peak-Intervall (Intervallbreite 1200 Å) nach 240- und 2000 keV-He <sup>+</sup> -Beschluß bei einer Dosis von 1 · 10 <sup>16</sup> cm <sup>-2</sup> .	49
Tab. IV.9	Die Deckeldicke als Funktion der Energie und Temperatur für Reinstvanadium nach einer Bestrahlungsdosis von 5 · 10 <sup>17</sup> He <sup>+</sup> /cm <sup>2</sup> . Vergleich mit den nach Kap. II berechneten mittleren Eindringtiefen R <sub>p</sub> ± σ.	56
Tab. V.1	Zahl der Verlagerungen pro He-Ion nach Helium-Beschuß als Funktion der Energie nach einer Dosis von 1 · 10 <sup>16</sup> cm <sup>-2</sup> und korrespondierende He-Konzentration im Volumen 4σ.	58
Tab. V.2	Gitterdaten für Vanadium und Diffusionsdaten für die Leerstellen- und Helium-Diffusion in Vanadium; in Klammern stehende Werte sind in dieser Arbeit benutzte Schätzwerte	62
Tab. V.3	Der Einfluß der Versetzungsdichte ρ(d) auf die strahlungsinduzierte Leerstellenkonzentration c <sub>v</sub> bei inhomogener Schädigungsrate K(x) für T = 700°C; an der Stelle x = 0,8 μm mit K(0,8 μm) = 2,3 · 10 <sup>-3</sup> s <sup>-1</sup> .	63
Tab. V.4	Der Einfluß der Helium-Wanderungsenergie E <sub>g</sub> <sup>m</sup> auf das Verhältnis der Keimkonzentrationen ξ und Bildungszeiten τ für die Keimverhältnisse (1,1)/(2,0); T=575°C	69
Tab. V.5	Der Einfluß der Temperatur auf die Inkubationszeit t <sup>N</sup> und die Konzentration c an kritischen Keimen für die Cluster (1,1) und (2,0) bei K <sub>g</sub> = 0,001 s <sup>-1</sup> und c <sub>v</sub> = 10 <sup>-4</sup> im Fall (a) E <sub>g</sub> <sup>m</sup> = 0,13 eV <sub>g</sub> und (b) E <sub>g</sub> <sup>m</sup> = 3,2 eV <sub>g</sub> .	70
Tab. V.6	Einfanggradien r <sub>g,v</sub> für verschiedene Cluster (g,v) in Angström	71
Tab. V.7	Vergleich der experimentell gefundenen Blasendurchmesser mit den theoretisch nach einem Koaleszenzwachstumsmodell erwarteten Blasendurchmesser für zwei Temperaturen.	85

VERZEICHNIS DER ABBILDUNGEN

- Abb. 2.1 Bahnverlauf zweier stoßender Teilchen im Labor-System, die mittels einer konservativen Zentralkraft wechselwirken. Die Position der Teilchen und des Schwerpunktes sind für den Minimalabstand der Teilchen gezeichnet. Die Winkel  $\theta_1$ ,  $\theta_2$  beziehen sich auf das L-System, der Winkel  $\theta$  auf das S-System;  $p$  bezeichnet den Stoßparameter und  $A = A_2/A_1$  das Massenverhältnis der Teilchen
- Abb. 2.2 Vektordiagramm des Zwei-Körper-Stoßes
- Abb. 2.3a Das Thomas-Fermi-Potential und die Potential-Superposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential als Funktion des Teilchenabstandes  $R$  für das System Helium-Vanadium
- Abb. 2.3b Das Thomas-Fermi-Potential und die Potential-Superposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential als Funktion des Teilchenabstandes  $R$  für das System Vanadium-Vanadium
- Abb. 2.4 Der elastische Energieverlust als Funktion der Ionen-Energie in der LSS-Notation (LSS63) für ein Thomas-Fermi-Potential und eine Potential-Superposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential
- Abb. 2.5 Vergleich verschiedener inelastischer Energieverluste als Funktion der Ionen-Energie für das System He-V.  
① (LSS63), ② (ZC74), ③ (WBP66)
- Abb. 2.6 Der Teilchenverlauf im Festkörper (schematisch)
- Abb. 2.7 Der Einfluß einer Reichweitenstreuung auf die elastische Energieverteilung für das System He<sup>+</sup>-V;  
a) Energieverteilung für ein "mittleres" einfallendes Teilchen; b) Gaußsche Reichweitenverteilung des gestoppten Heliums und c) Faltung von a) + b)
- Abb. 2.8 Die Schadens- und Helium-Verteilung in Vanadium entlang der Eindringtiefe für verschiedene Ionen, wie sie in dieser Arbeit berechnet wurde.
- Abb. 3.1a Übersichtdarstellung der Hochvakuum-Bestrahlungskammer (Werkstatt-Zeichnung)
- Abb. 3.1b Testlauf der Hochvakuum-Bestrahlungskammer und der ihr angeschlossenen Versorgungseinrichtungen
- Abb. 4.1a+b TEM-Aufnahmen von unbestrahltem und bestrahltem Reinstvanadium
- Abb. 4.1c+d REM-Aufnahmen von bestrahltem V und V-20Ti
- Abb. 4.2a TEM-Mikrographien einer mit 240 keV-He<sup>+</sup> bestrahlten V-Probe in verschiedenen Probentiefen

- Abb. 4.2b Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Probentiefe für zwei Dosen bei konstanter Temperatur für die 240 keV-He-Bestrahlung in V
- Abb. 4.3 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $x = 0,6 \mu\text{m}$
- Abb. 4.4 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $x = 0,8 \mu\text{m}$
- Abb. 4.5 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $x = 1,0 \mu\text{m}$
- Abb. 4.6 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $x = 1,2 \mu\text{m}$
- Abb. 4.7 TEM-Mikrographie von Blasen an der Korngrenze für Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung
- Abb. 4.8 Übersichtsdarstellung des Blasendurchmessers als Funktion der Probentiefe für verschiedene Dosen und Temperaturen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss
- Abb. 4.9 Übersichtsdarstellung der Blasenkonzentration als Funktion der Probentiefe für verschiedene Dosen und Temperaturen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung
- Abb. 4.10 TEM-Mikrographien einer 300°C-Bestrahlung für zwei Probentiefen in V nach Implantation von He<sup>+</sup>
- Abb. 4.11 Drei-dimensionale Darstellung des Schwellvolumens in V als Funktion der Temperatur und Dosis für zwei Probentiefen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss
- Abb. 4.12 TEM-Mikrographien von V-Proben nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss bei verschiedenen Helium-Flüssen
- Abb. 4.13 TEM-Mikrographien von V-Proben nach 2000 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung bei zwei Temperaturen und konstanter Dosis
- Abb. 4.14 TEM-Mikrographie einer mit 2000 keV-He<sup>+</sup> bestrahlten V-Probe, die Koaleszenz indiziert, mit Histogramm für die Blasendurchmesser- und Blasenkonzentrationsverteilung
- Abb. 4.15 Drei-dimensionale Darstellung des Schwellvolumens in Vanadium als Funktion der Temperatur und Dosis für drei Probentiefen nach Implantation mit 2000 keV-He<sup>+</sup>
- Abb. 4.16a TEM-Mikrographien von V-20Gew.-% Ti nach Implantation mit 240 keV-He<sup>+</sup>

- Abb. 4.16b Blasendurchmesser und Blasenkonzentration in V-20Ti als Funktion der Probentiefe nach Implantation mit 240 keV-He<sup>+</sup>
- Abb. 4.17 REM-Mikrographien von Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Dosen
- Abb. 4.18 REM-Mikrographien von Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Temperaturen
- Abb. 4.19 REM-Mikrographien einer Oberflächenperforation in Reinstvanadium nach 210 keV-Helium-Beschuß
- Abb. 4.20 REM-Mikrographien des Oberflächenschadens in Reinstvanadium nach 2000 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß
- Abb. 4.21 REM-Mikrographien von Blister-Deckeldicken in Reinstvanadium nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß
- Abb. 4.22 REM-Mikrographien von V-3Gew.-% Ti für zwei Dosen bei konstanter Temperatur nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß
- Abb. 4.23 REM-Mikrographien von V-3Gew.-% Ti nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Temperaturen und konstanter Dosis von  $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$
- Abb. 4.24 REM-Mikrographien von V-3Gew.-% Ti nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Temperaturen und konstanter Dosis von  $8 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$
- Abb. 4.25 REM-Mikrographien der Exfoliation von V-20Gew.-% Ti nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung für verschiedene Dosen bei konstanter Temperatur
- Abb. 4.26 REM-Mikrographien der Oberflächenmorphologie nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß als Funktion der Ti-Zulegierung
- Abb. 5.1 Die strahlungsinduzierte Leerstellen- und Zwischengitteratomkonzentration nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Implantation in Vanadium bei  $T = 600^{\circ}\text{C}$  als Funktion der Probentiefe
- Abb. 5.2a TEM-Mikrographien von Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Implantation im Bereich IV und V
- Abb. 5.2b Blasendurchmesser als Funktion der Probentiefe für zwei Temperaturen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Implantation
- Abb. 5.3 Zahl der Gasatome und Leerstellen als Funktion des Blasenradius bei verschiedenen Temperaturen für ein ideales und reales Gasgesetz
- Abb. 5.4 Blasendurchmesser-Verteilungsfunktion im Vanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Implantation bei  $T = 700^{\circ}\text{C}$  für zwei Dosen
- Abb. 5.5 Die Diffusionslänge in Vanadium als Funktion der Temperatur bei konstanter Zeit (90s) für verschiedene Diffusionsmechanismen: thermische Leerstellendiffusion, Oberflächen- und Volumendiffusion einer Blase mit dem Radius  $r = 111 \text{ \AA}$

- Abb. 5.6 Die Diffusionslänge in Vanadium bei konstanter Zeit und Temperatur als Funktion des Blasenradius für einen Oberflächen- und einen Volumendiffusionsmechanismus
- Abb. 5.7 Berechnete und aus der experimentellen Blasengröße und Konzentration bestimmte Helium-Verteilung in V
- Abb. 5.8 Das Schwellvolumen als Funktion der Dosis, Temperatur- und Probtiefe in doppeltlogarithmischer Darstellung für die 200 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung in Vanadium
- Abb. 5.9 Die kritische Dosis für das Auftreten von Blasen mit Durchmessern von 40 Å als Funktion der Temperatur
- Abb. 5.10 Die phänomenologische Zuordnung von Reemissions-Peaks für Helium aus Vanadium nach (BT74) mit der Zahl der Exfoliationen in He<sup>+</sup> bestrahltem V-20Ti
- Abb. 5.11 Die Streckgrenze  $\sigma_{0,2}$  von Vanadium, V-3Ti und V-20Ti als Funktion der Temperatur nach (Rs58 und BDHL67)
- Abb. 5.12 Berechnete und aus der experimentellen Blasengröße und Konzentration bestimmte Helium-Verteilung in Vanadium oberhalb der Blisterdosis
- Abb. 5.13 REM-Mikrographie einer 6 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung von Vanadium

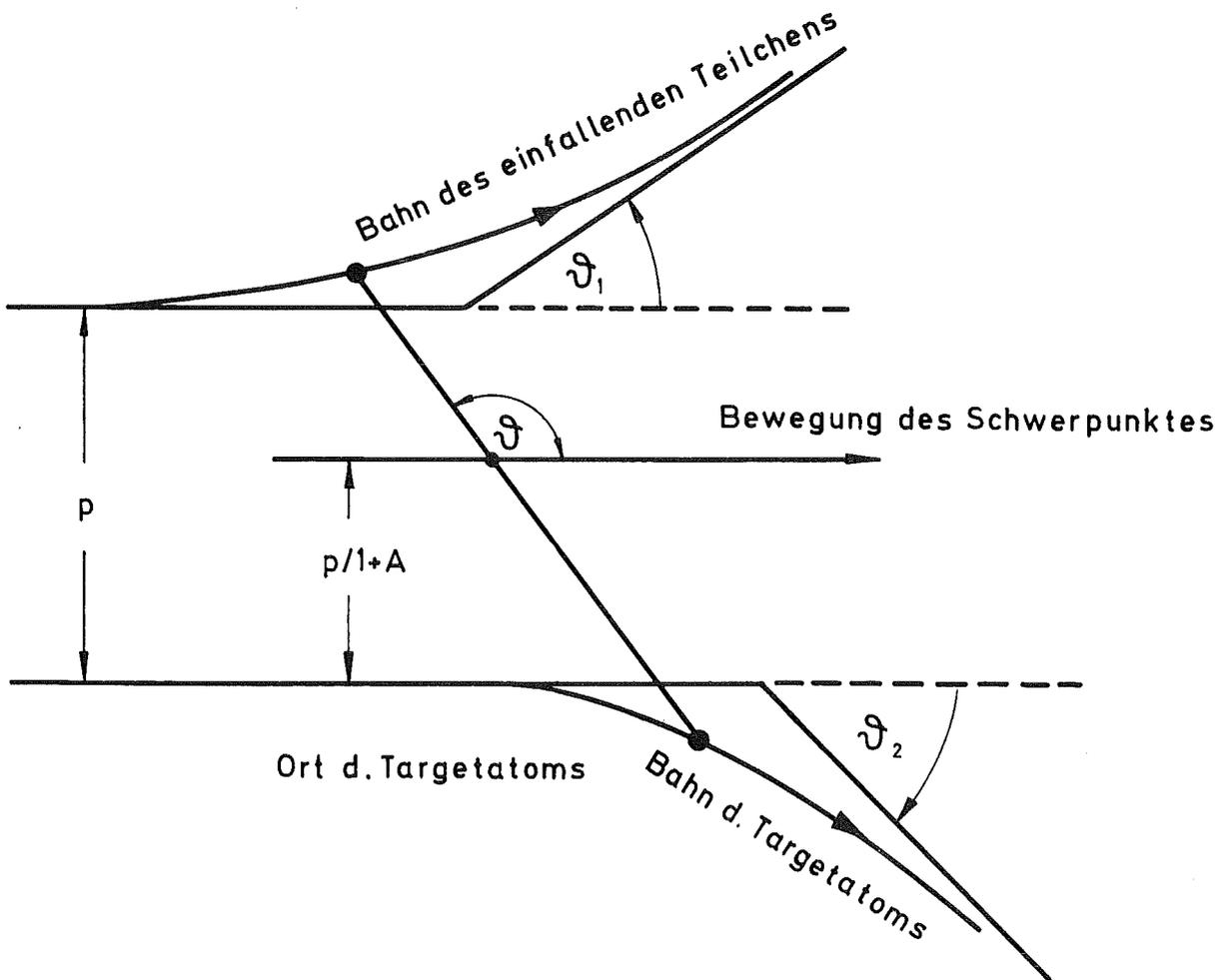
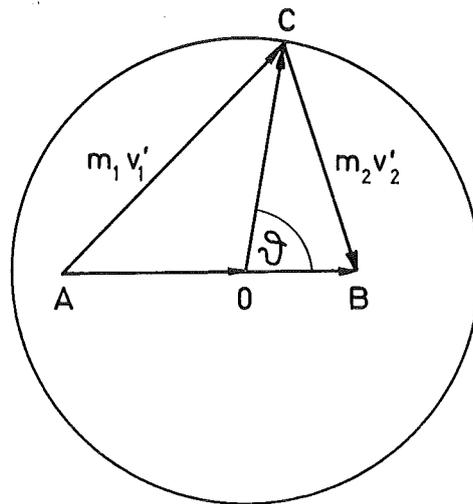


Abb. 2.1 Bahnverlauf zweier stoßender Teilchen im Labor-System, die mittels einer konservativen Zentralkraft wechselwirken. Die Position der Teilchen und des Schwerpunktes sind für den Minimalabstand der Teilchen gezeichnet. Die Winkel  $\theta_1$ ,  $\theta_2$  beziehen sich auf das L-System, der Winkel  $\theta$  auf das S-System;  $p$  bezeichnet den Stoßparameter und  $A = A_2/A_1$  das Massenverhältnis der Teilchen

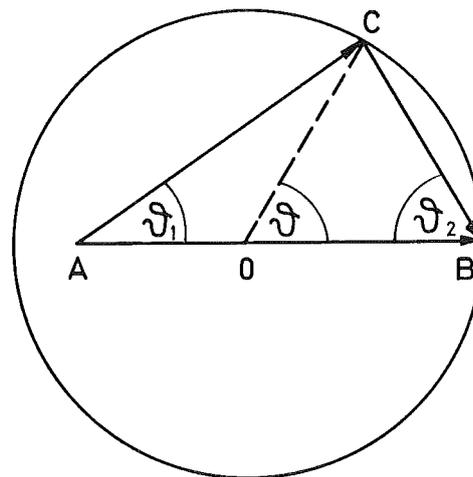
Vektordiagramm des Zwei-Körper - Stoßes



$$\vec{AO} = \frac{m_1}{m_1 + m_2} (m_1 \vec{v}_1 + m_2 \vec{v}_2)$$

$$\vec{OC} = m \vec{v} \quad , \quad m = m_1 m_2 / (m_1 + m_2)$$

$$\vec{OB} = \frac{m_2}{m_1 + m_2} (m_1 \vec{v}_1 + m_2 \vec{v}_2)$$



$$\vec{AB} = m_2 \vec{v}_1$$

$$\vec{AO} / \vec{OB} = m_1 / m_2 \quad ; \quad m_1 < m_2$$

Abb. 2.2 Vektordiagramm des Zwei-Körper-Stoßes

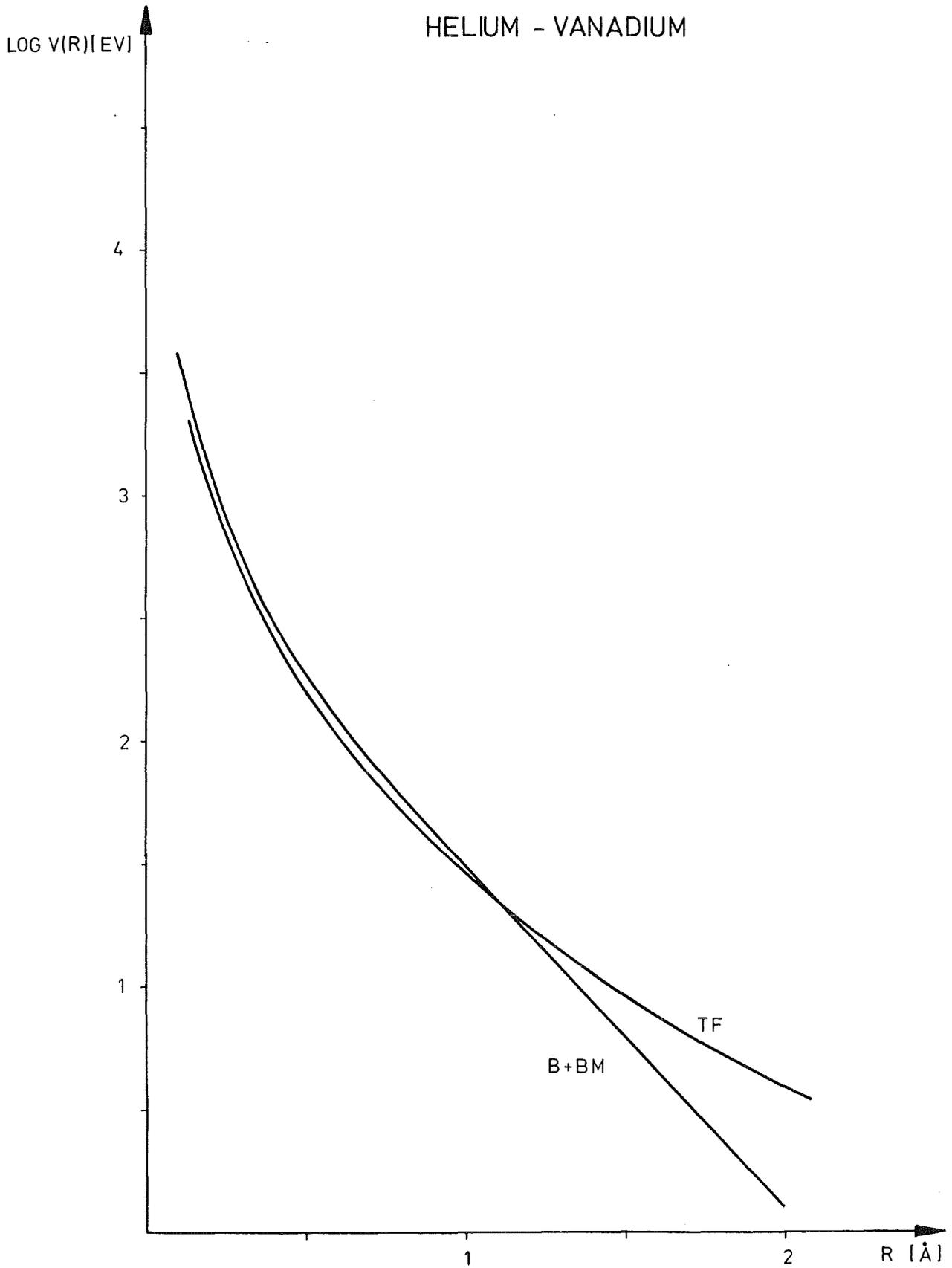


Abb. 2.3a Das Thomas-Fermi-Potential und die Potentialsuperposition aus einem Bohr- und Born-Meyer-Potential als Funktion des Teilchenabstandes R für das System Helium-Vanadium

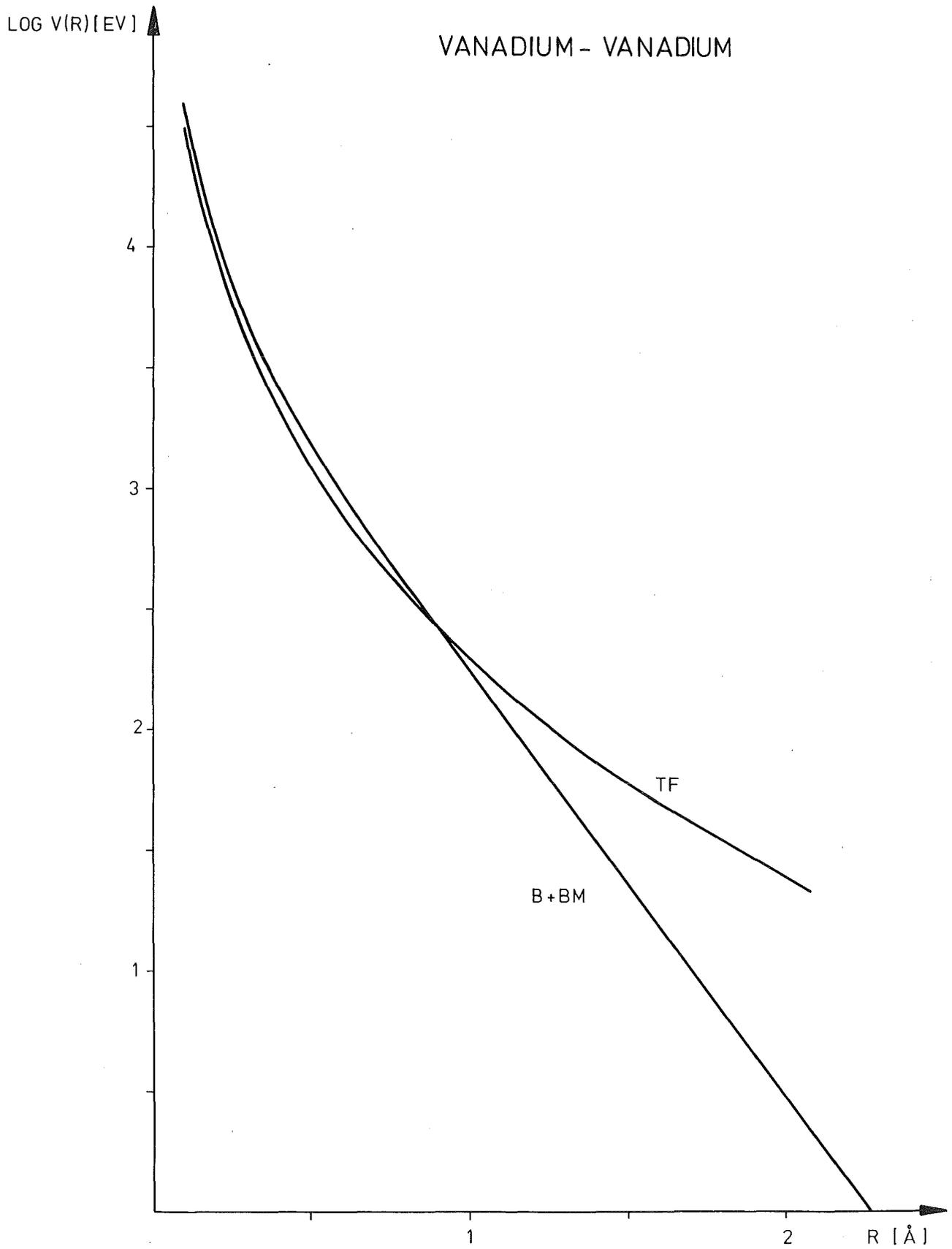


Abb. 2.3b Das Thomas-Fermi-Potential und die Potentialsuperposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential als Funktion des Teilchenabstandes R für das System Vanadium-Vanadium

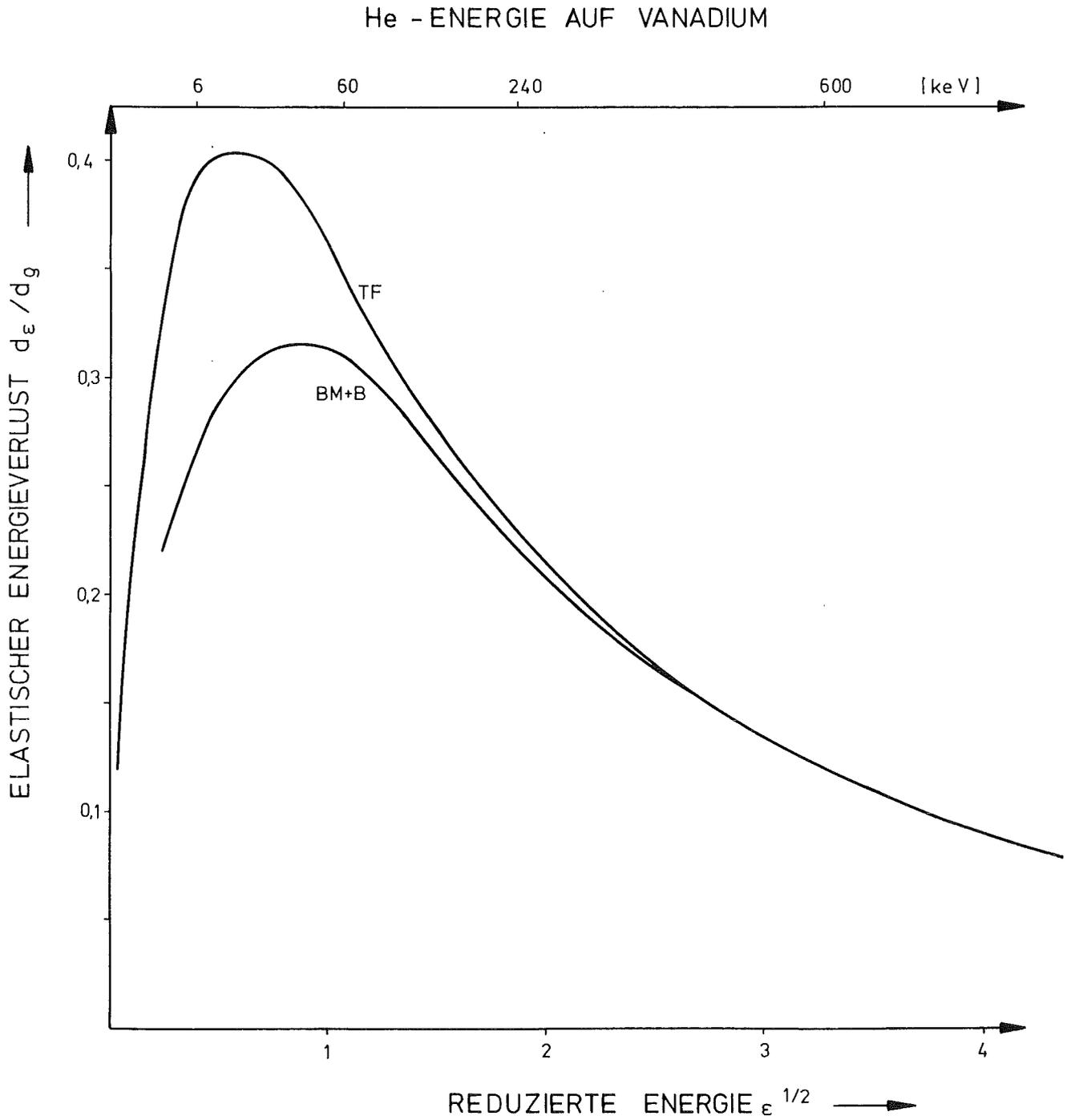


Abb. 2.4 Der elastische Energieverlust als Funktion der Ionen-Energie in der LSS-Notation (LSS63) für ein Thomas-Fermi-Potential und eine Potentialsuperposition aus einem Bohr- und Born-Mayer-Potential

# HELIUM AUF VANADIUM

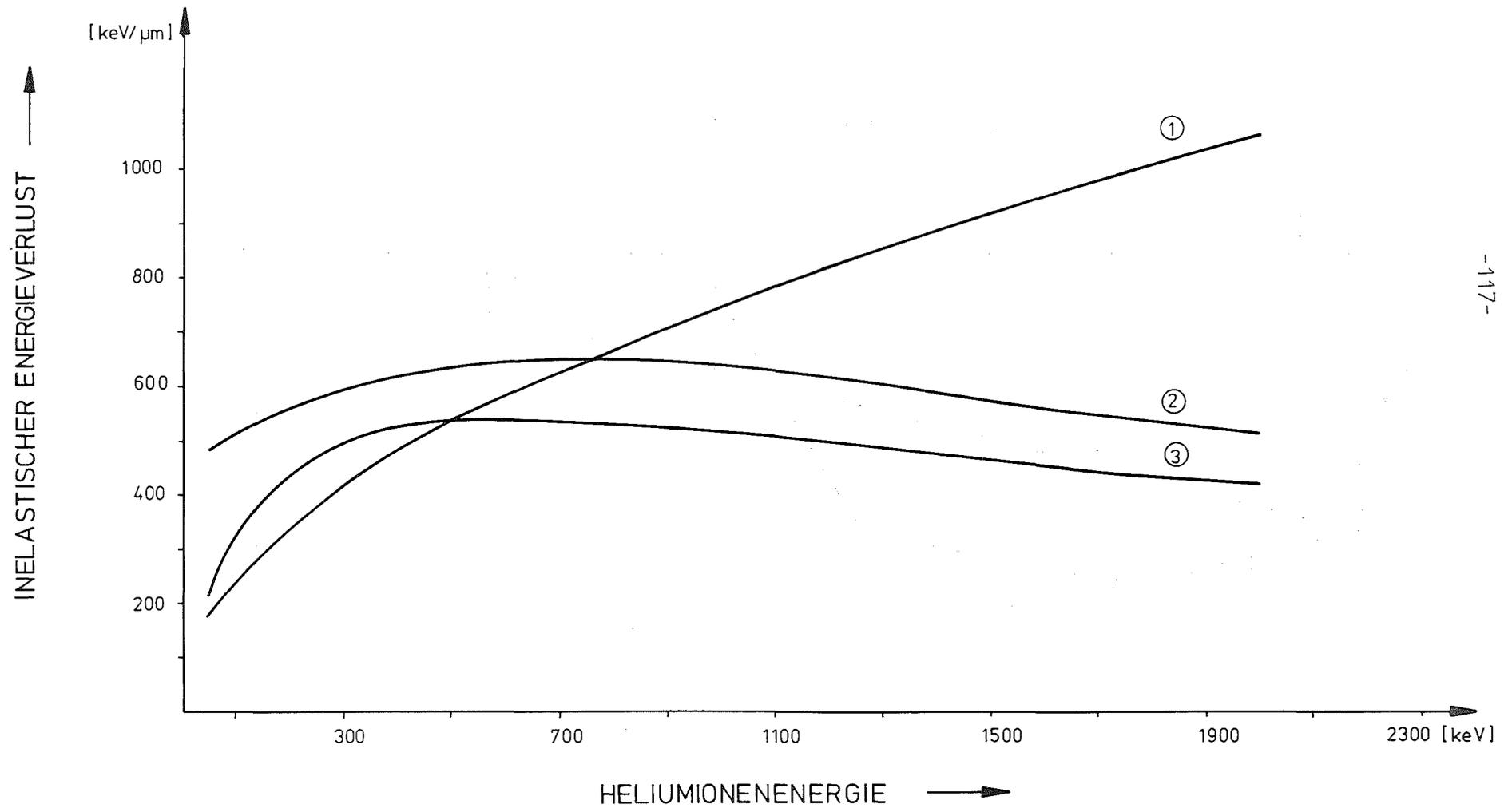


Abb. 2.5 Vergleich verschiedener inelastischer Energieverluste als Funktion der Ionen-Energie für das System Helium-Vanadium.  
1 (LSS63), 2 (ZC74), 3 (WBP66)

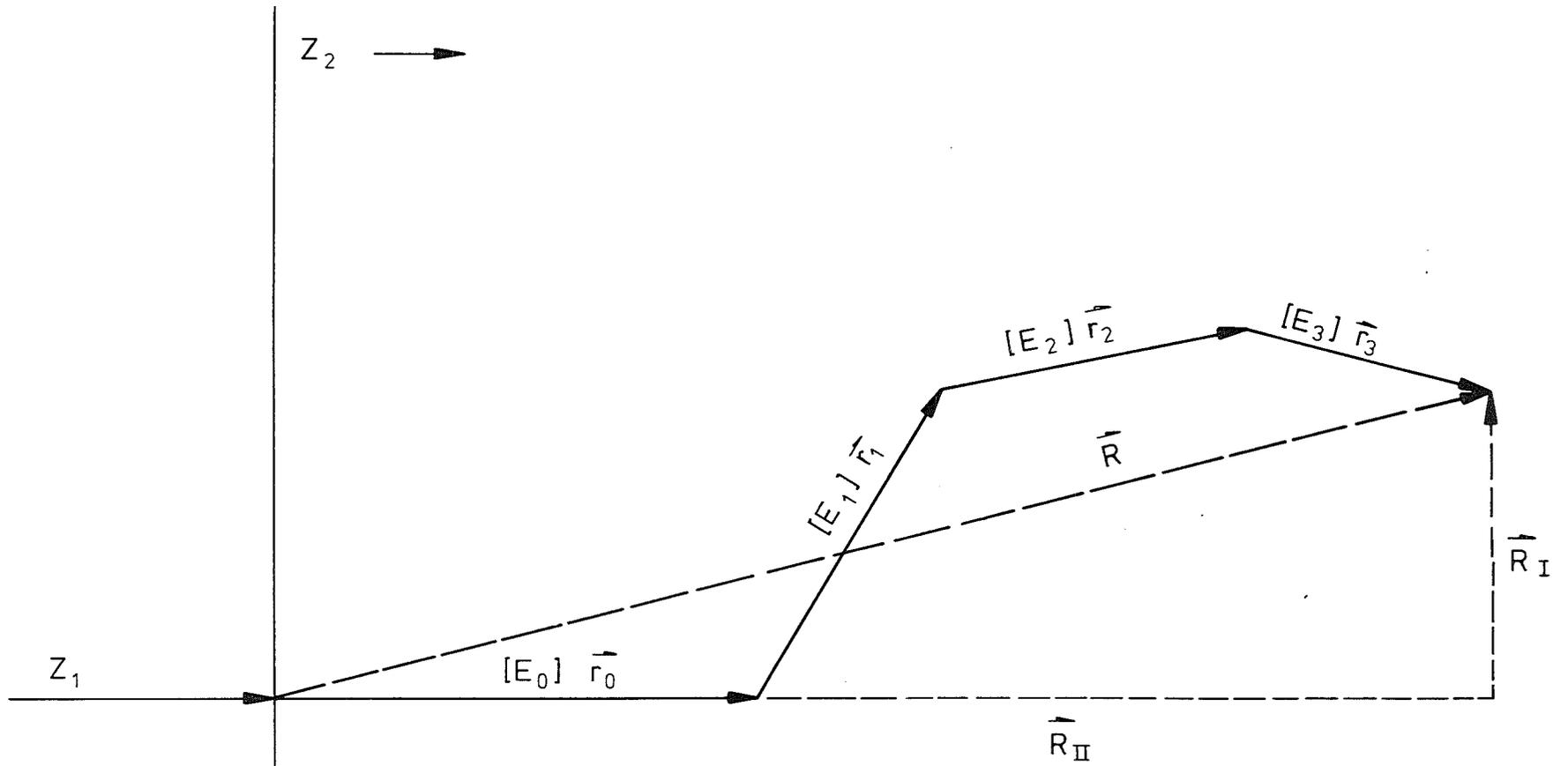


Abb. 2.6 Der Teilchenverlauf im Festkörper (schematisch)

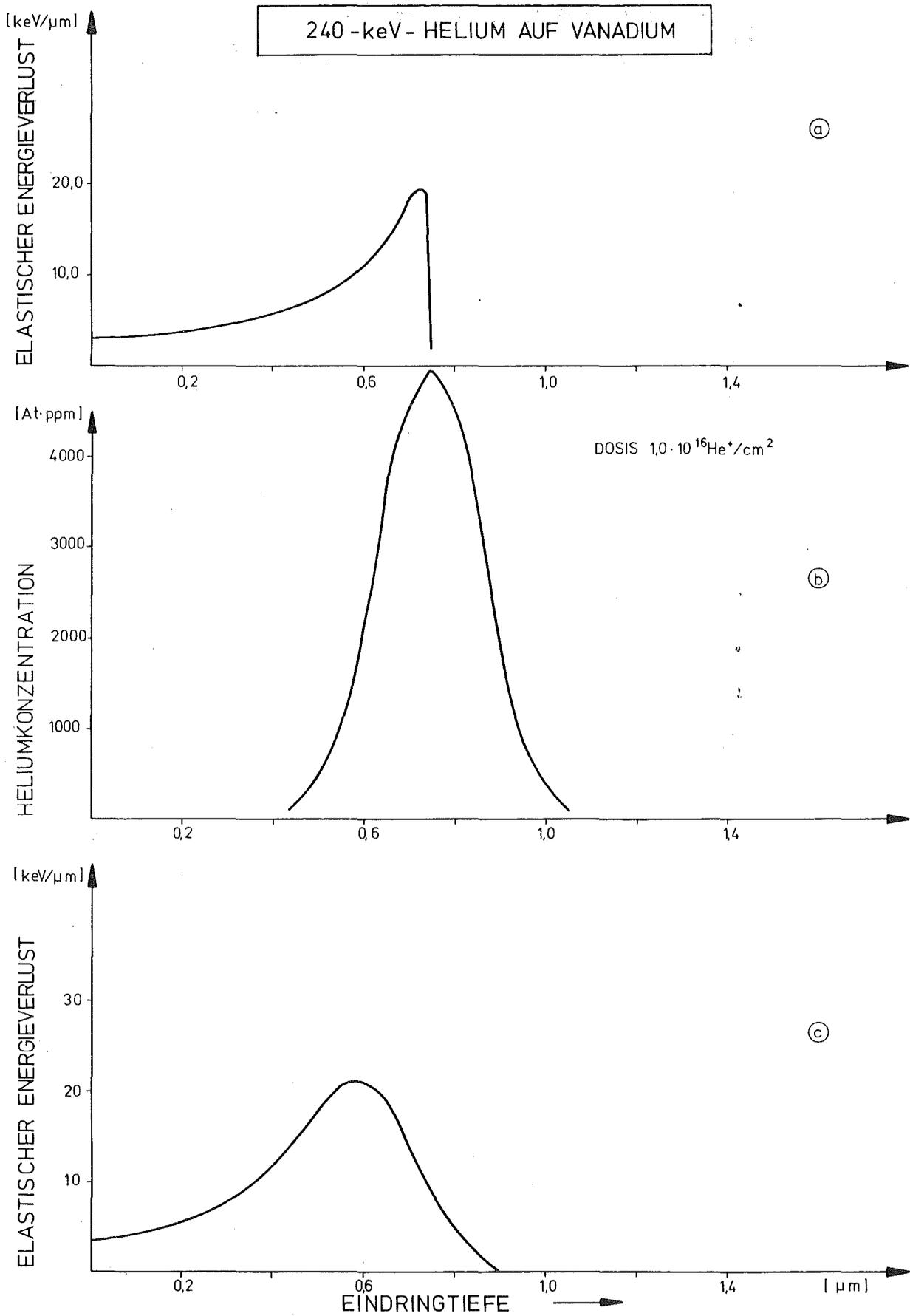
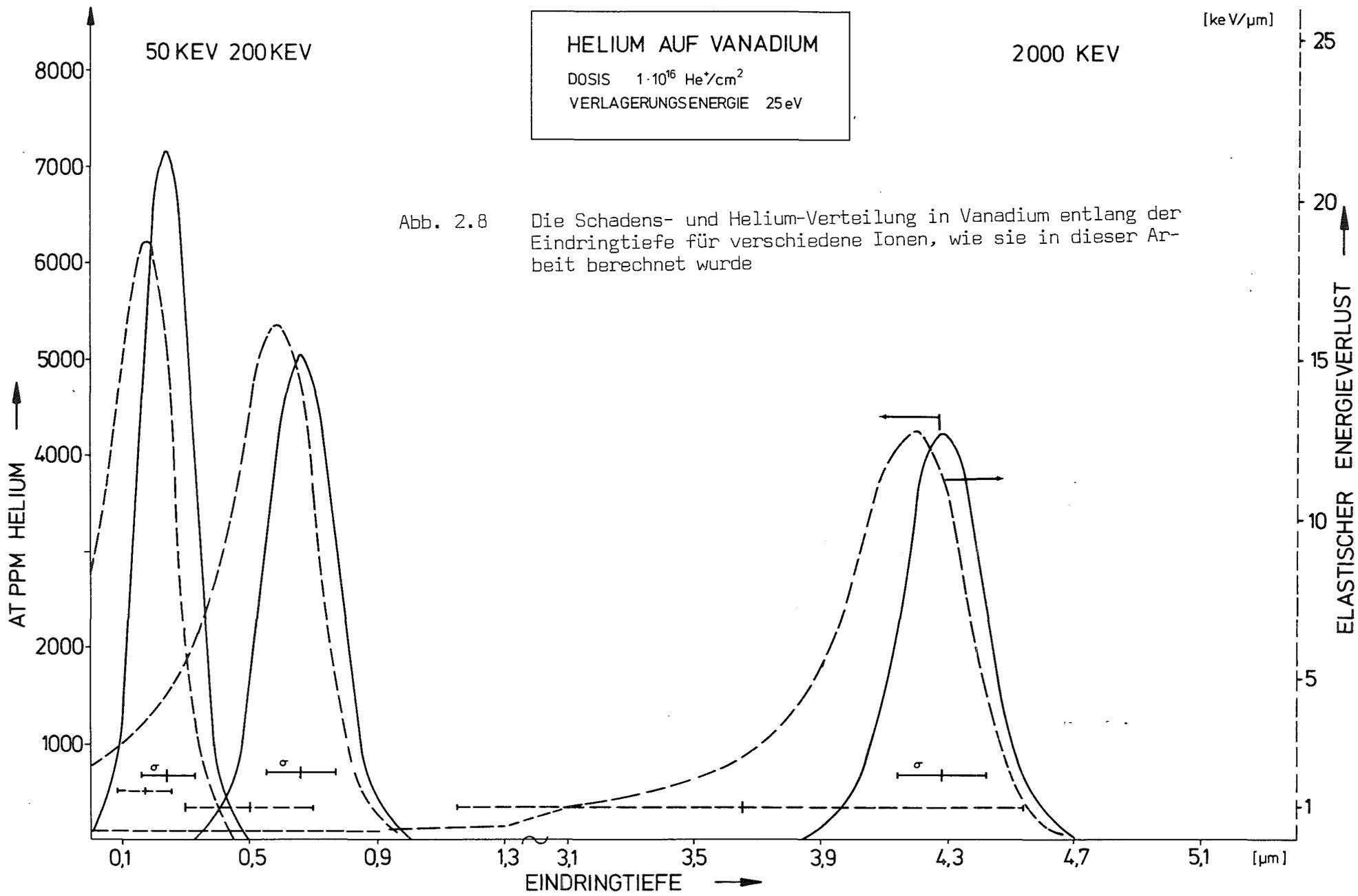


Abb. 2.7 Der Einfluß einer Reichweitenstreuung auf die elastische Energieverteilung für das System  $\text{He}^+\text{-V}$ ; a) Energieverteilung für ein "mittleres" einfallendes Teilchen, b) Gaußsche Reichweitenverteilung des gestoppten Helium und c) Faltung von a) + b)



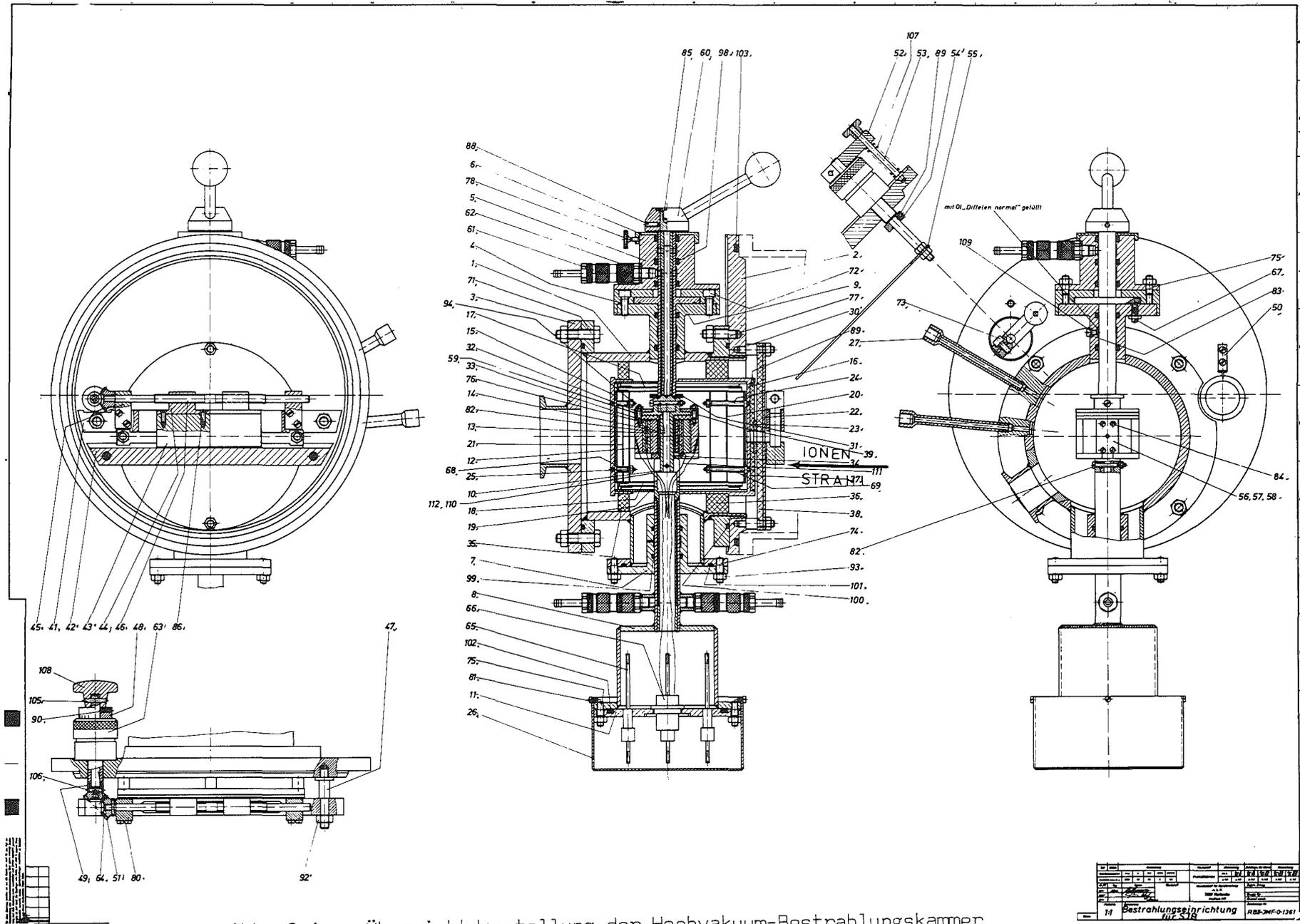


Abb. 3.1a Übersichtdarstellung der Hochvakuum-Bestrahlungskammer (Werkstatt-Zeichnung)

11	Bestrahlungseinrichtung für S18	RBB-MF-0-1261
11	Bestrahlungseinrichtung für S18	RBB-MF-0-1261

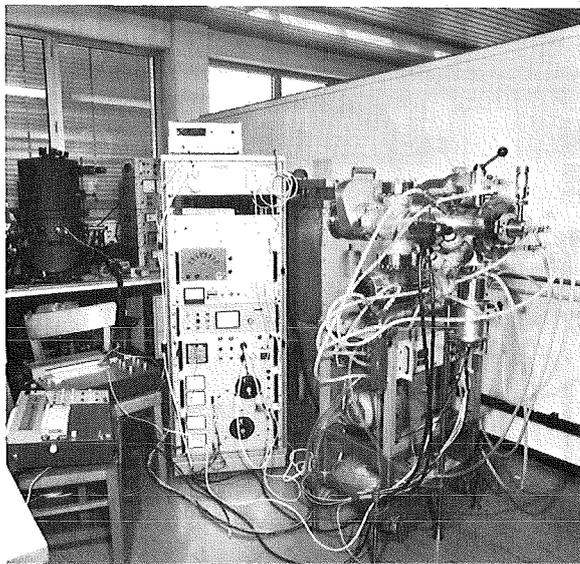
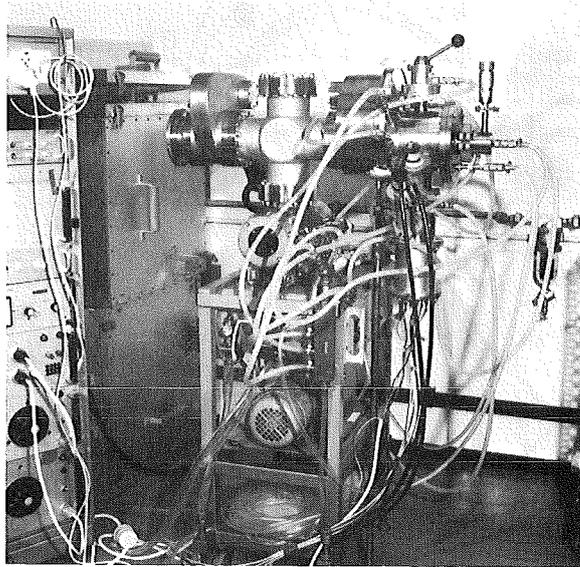
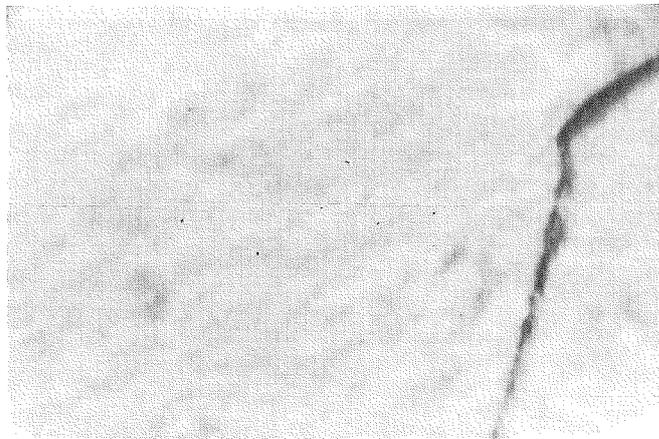


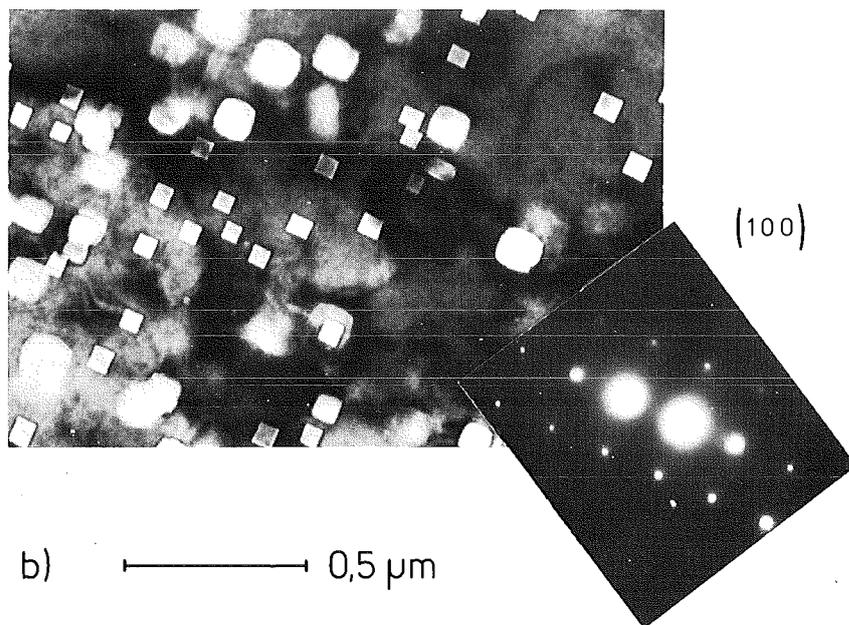
Abb. 3.1b Testlauf der Hochvakuum-Bestrahlungskammer und der ihr angeschlossenen Versorgungseinrichtungen

TEM-AUFNAHMEN VON REINSTVANADIUM

- a) UNBESTRAHLT, AUSGEHEILT BEI 1000°C, 1h  
b) 2000-keV-HELIUM BEI T=700°C, DOSIS  $2 \cdot 10^{17} \text{cm}^{-2}$



a)  $\longrightarrow$  0,5  $\mu\text{m}$



b)  $\longrightarrow$  0,5  $\mu\text{m}$

Abb. 4.1a+b TEM-Aufnahmen von unbestrahltem und bestrahltem Reinstvanadium

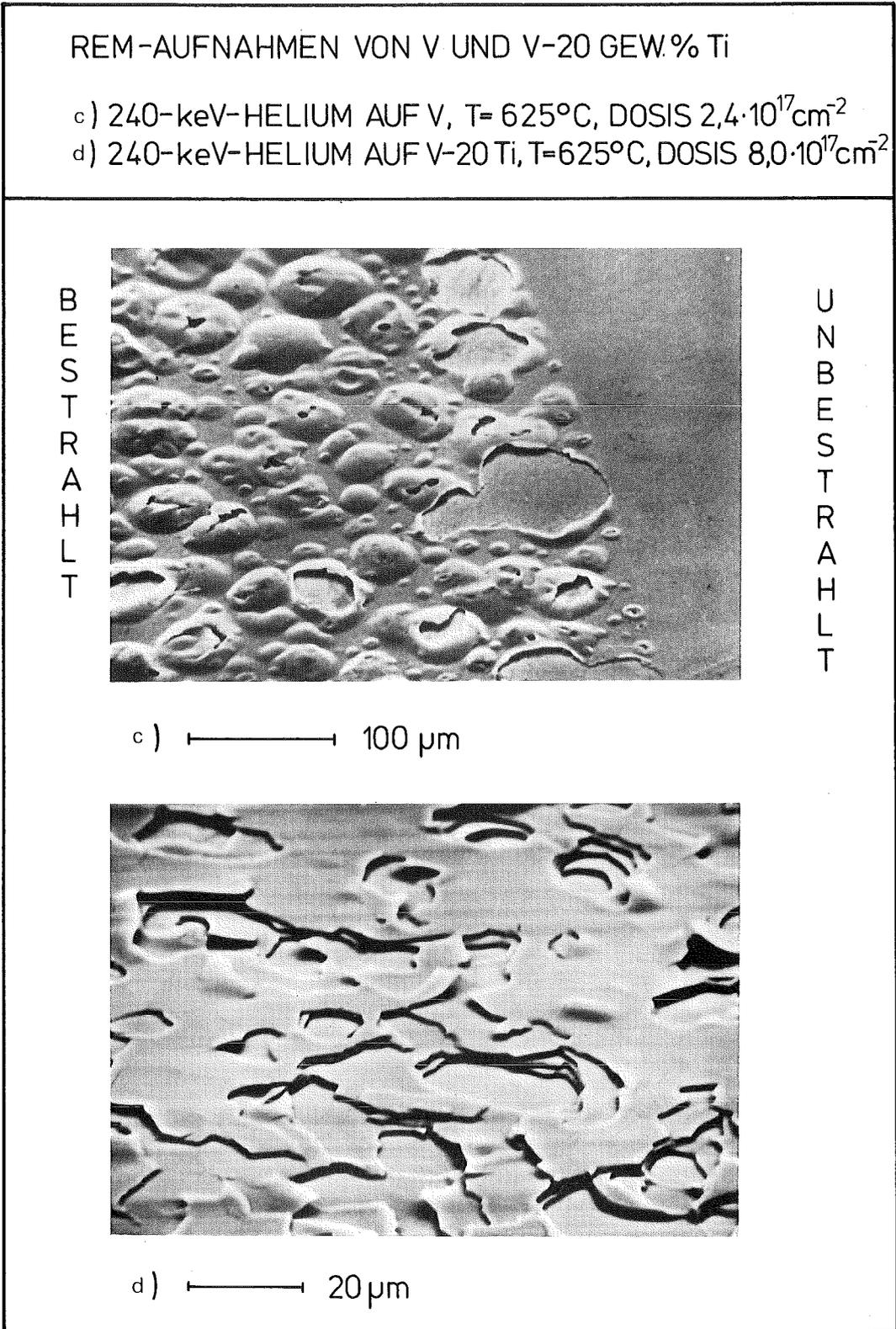
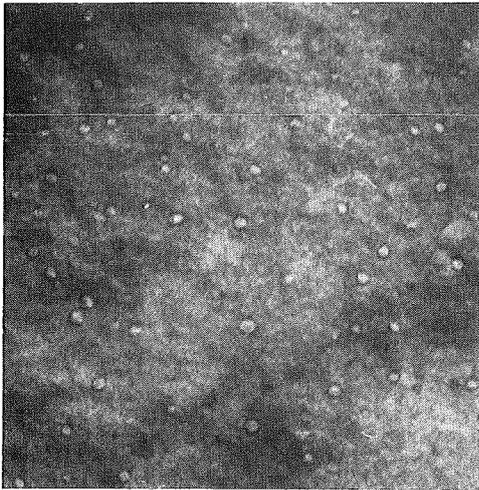


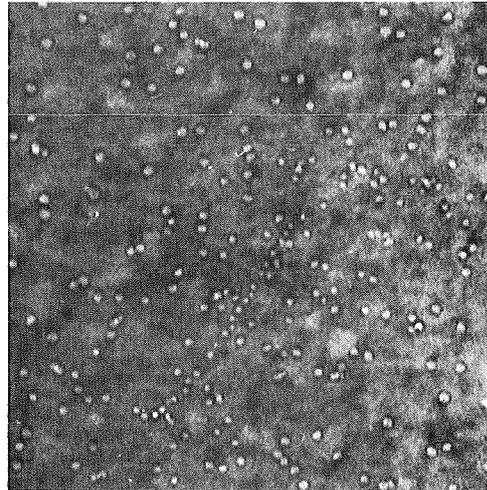
Abb. 4.1c+d REM-Aufnahmen von bestrahltem V und V-20Ti

240-keV-HELIUM AUF VANADIUM

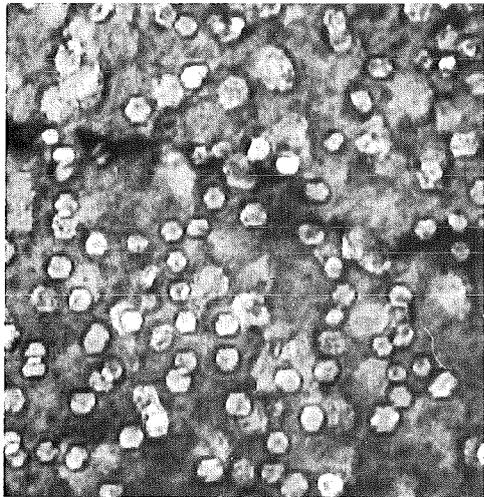
TEMPERATUR	575° C
DOSIS	$5,7 \times 10^{16}/\text{cm}^2$
PROBENTIEFE	a) 0,6 $\mu\text{m}$ b) 0,8 $\mu\text{m}$
	c) 1,05 $\mu\text{m}$ d) 1,25 $\mu\text{m}$



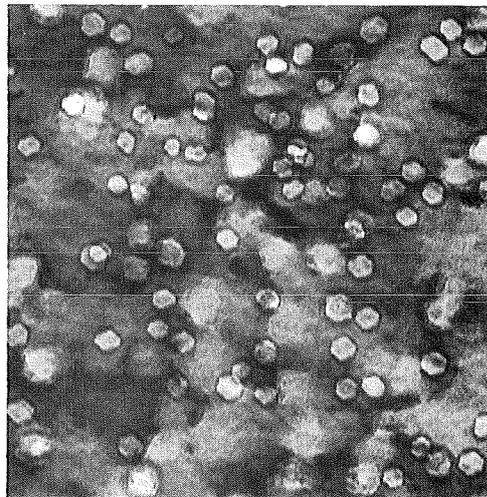
a)  $\longleftrightarrow$  0,1  $\mu\text{m}$



b)



c)



d)

Abb. 4.2a TEM-Mikrographien einer mit 240 keV-He<sup>+</sup> bestrahlten V-Probe in verschiedenen Probentiefen

240-keV-HELIUM AUF VANADIUM  
TEMPERATUR 575 °C  
DOSIS ●  $5,7 \cdot 10^{16} / \text{cm}^2$   
■  $29,1 \cdot 10^{16} / \text{cm}^2$

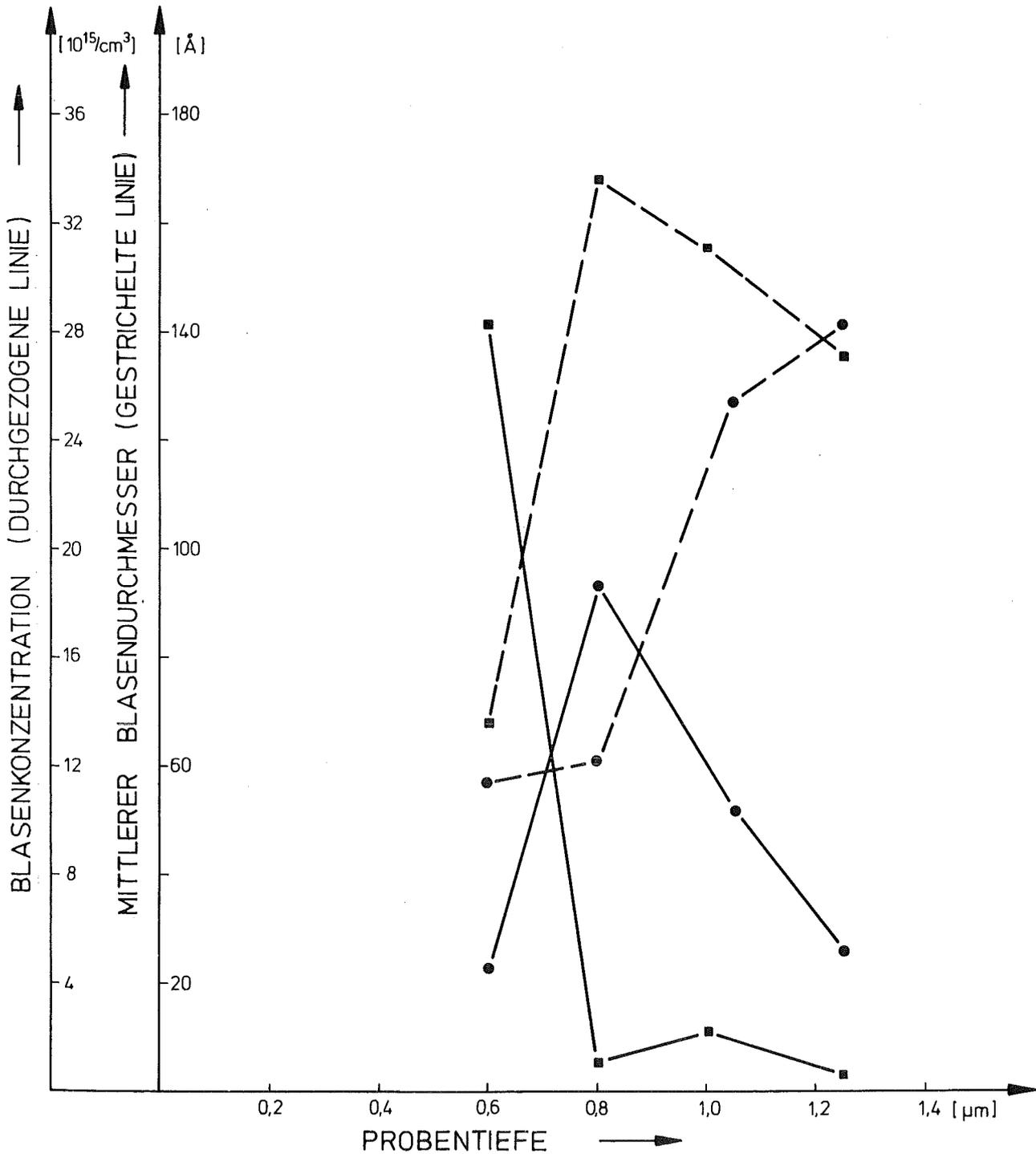


Abb. 4.2b Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Probentiefe für zwei Dosen bei konstanter Temperatur für die 240 keV-He-Bestrahlung in V

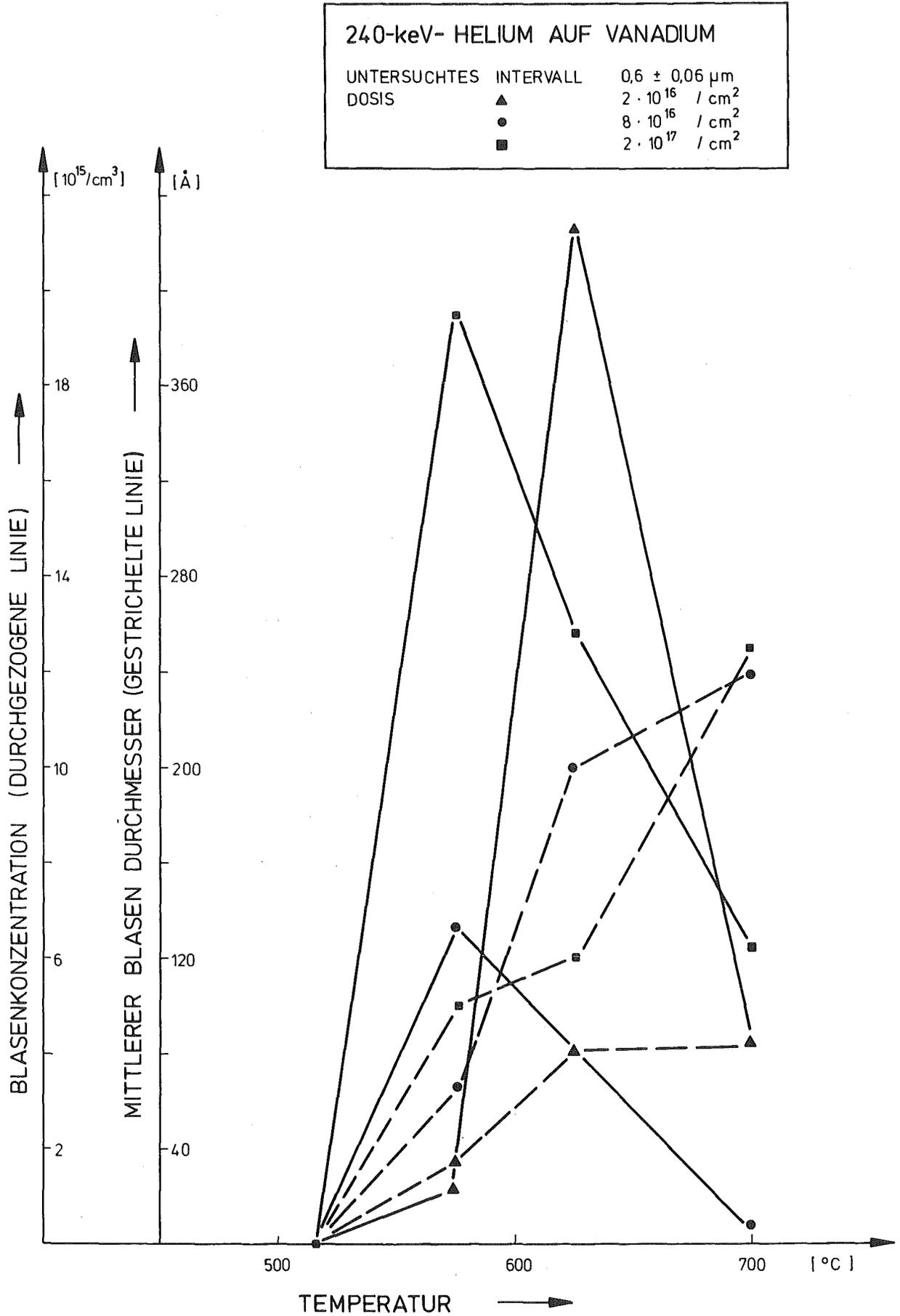


Abb. 4.3 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probtiefe  $x = 0,6 \mu\text{m}$

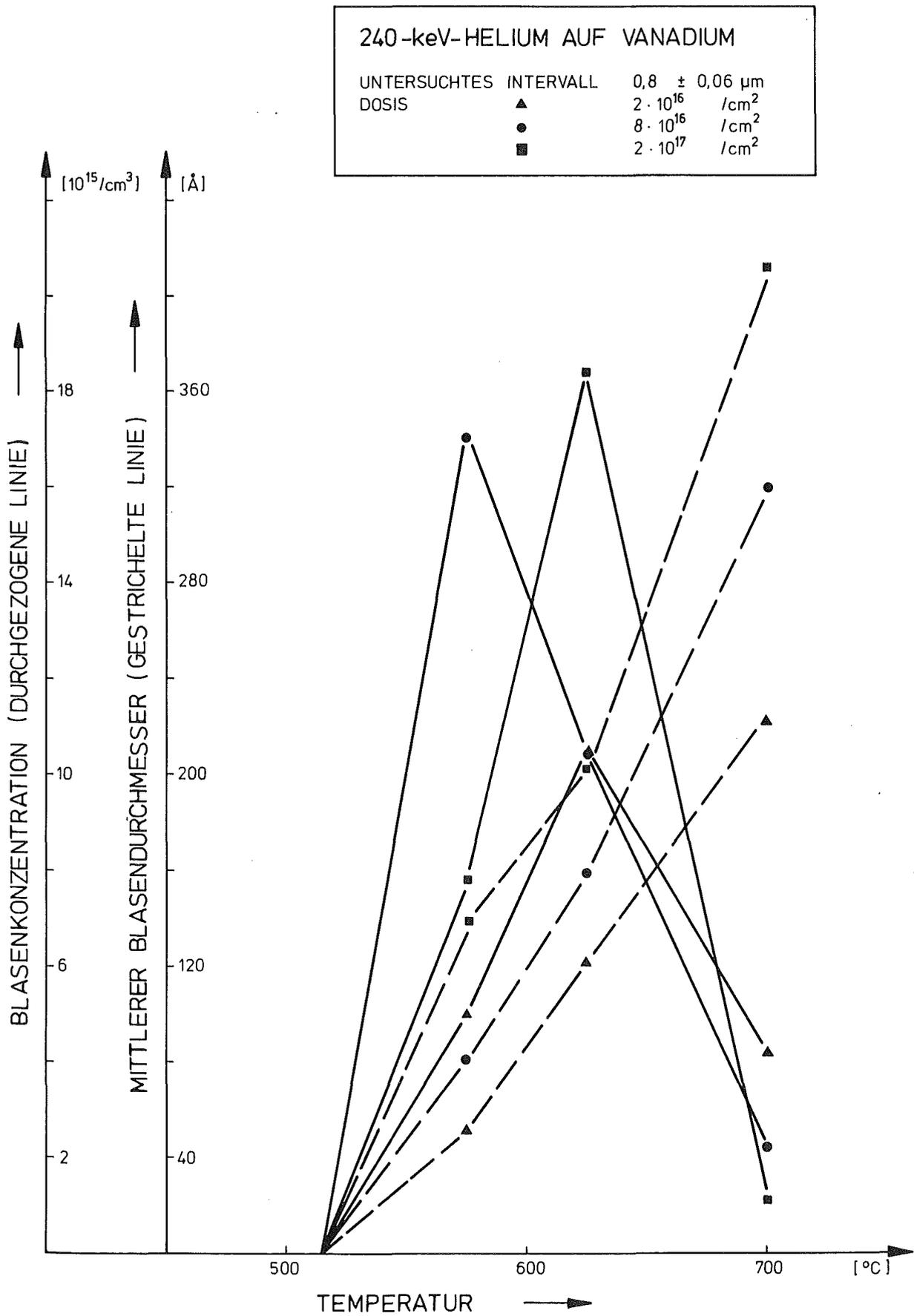


Abb. 4.4 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $X = 0,8 \mu\text{m}$

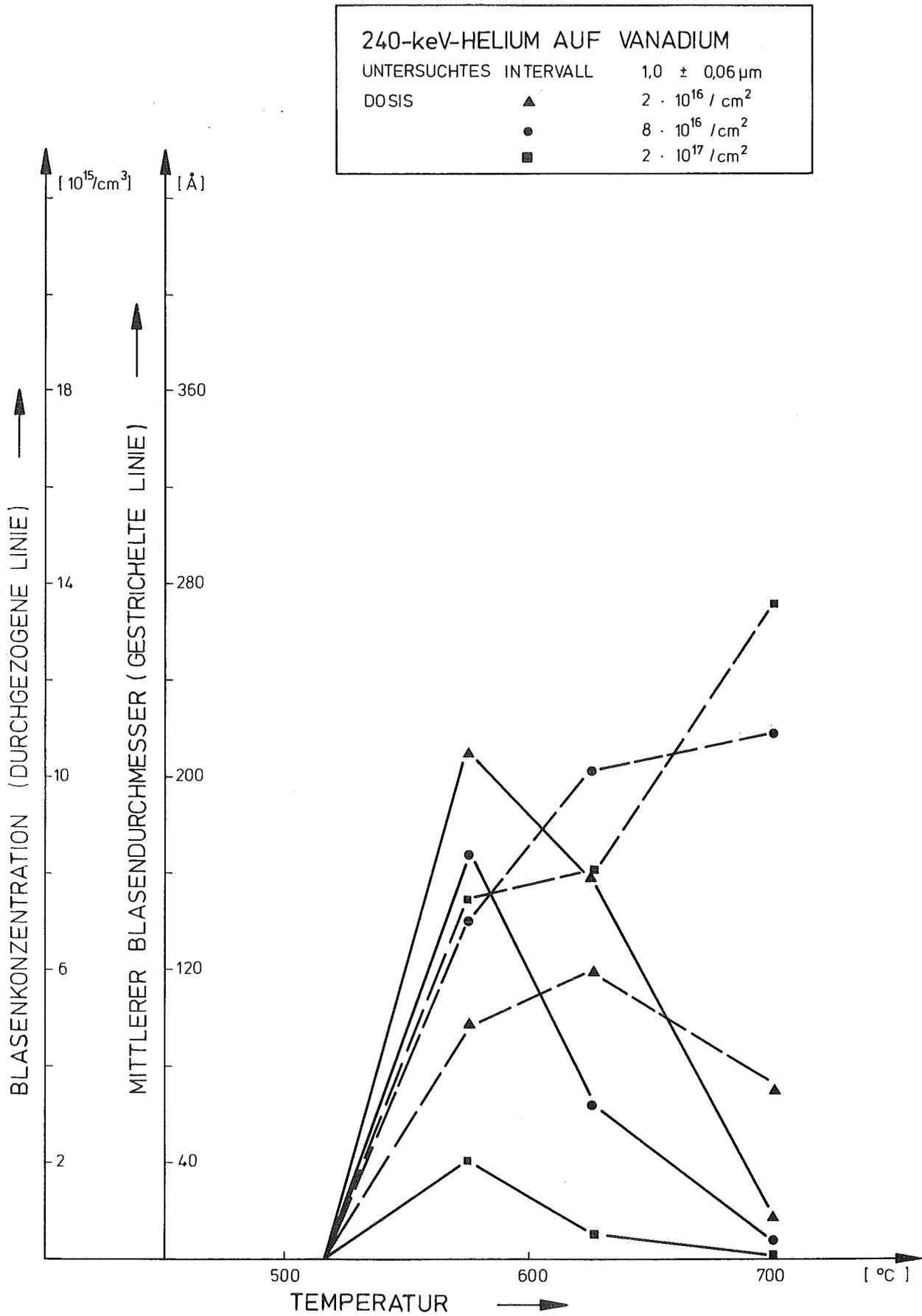


Abb. 4.5 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $X = 1,0 \mu\text{m}$

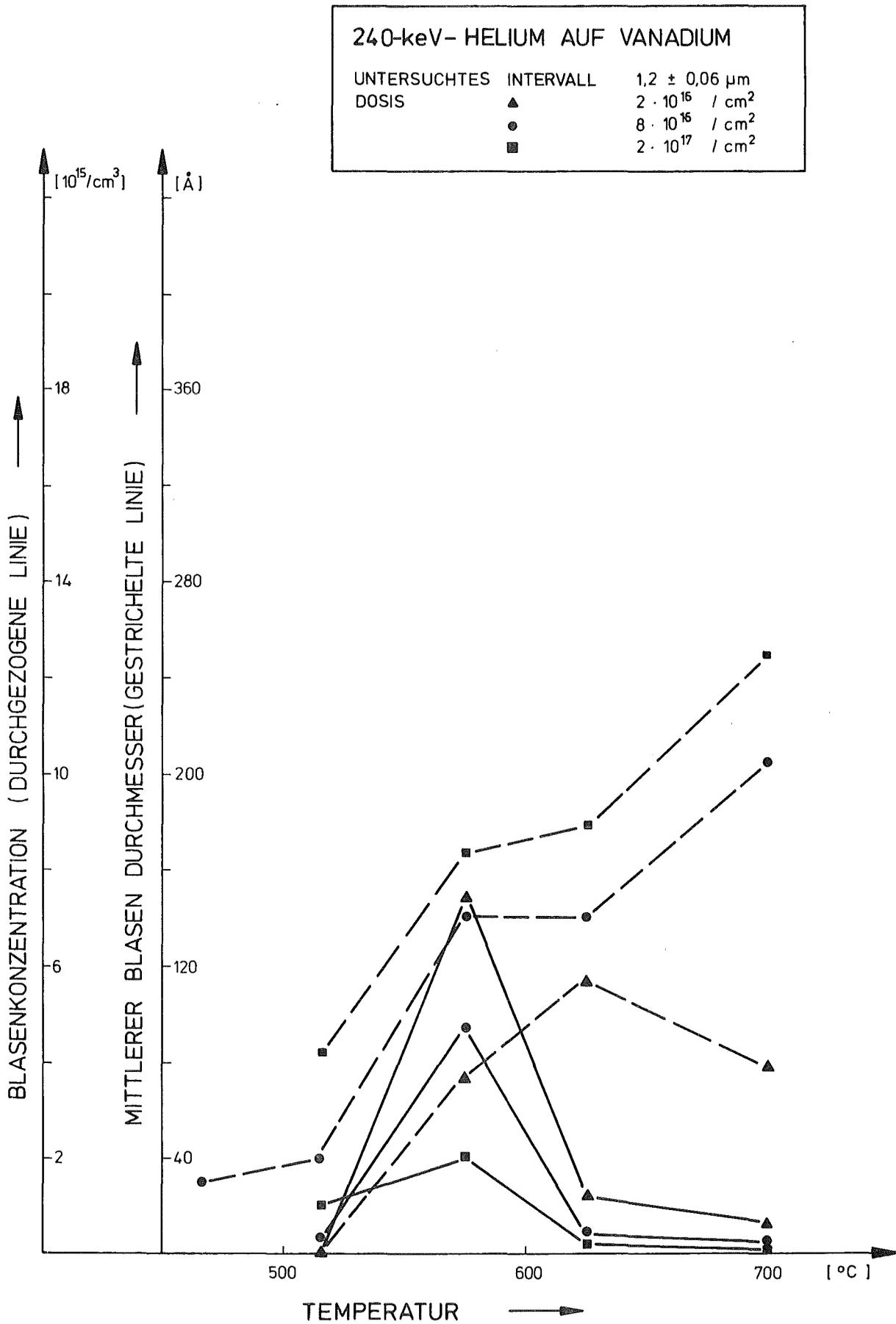


Abb. 4.6 Blasendurchmesser und Blasenkonzentration als Funktion der Temperatur für verschiedene Dosen in der Probentiefe  $x = 1,2 \mu\text{m}$

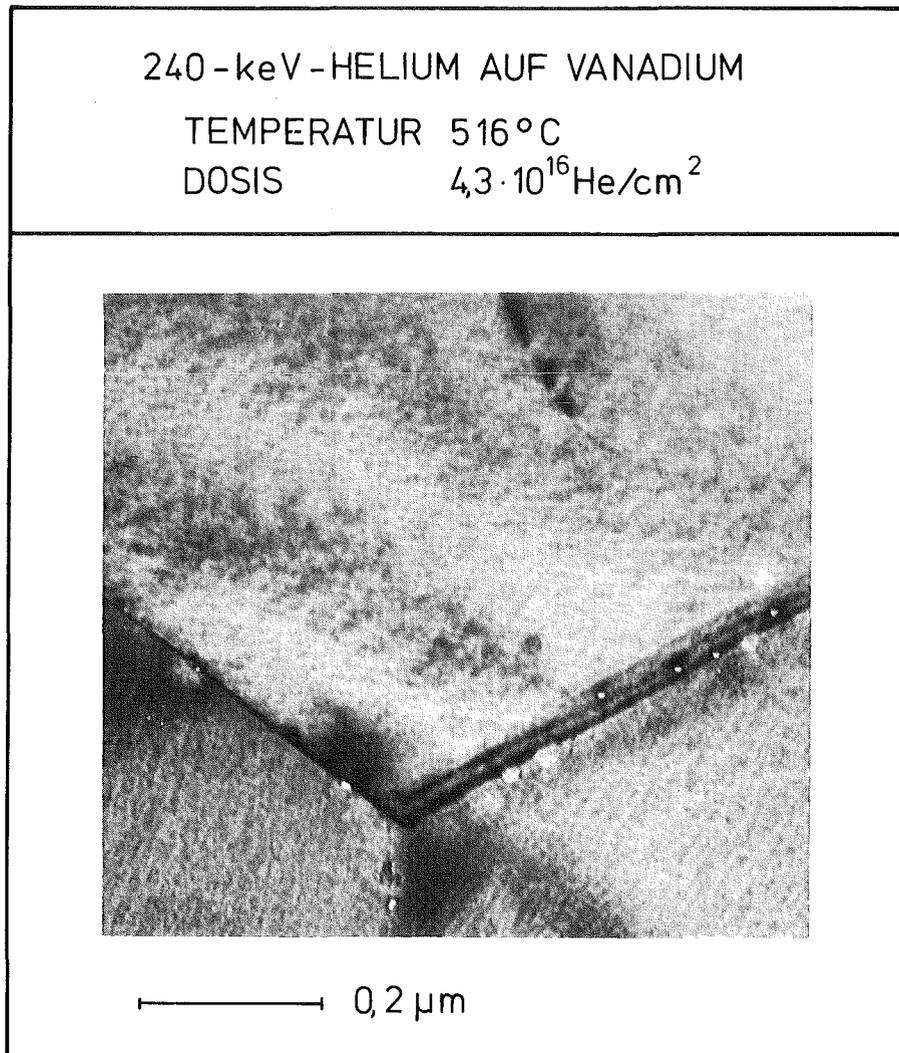


Abb. 4.7 TEM-Mikrographie von Blasen an der Korngrenze für Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung

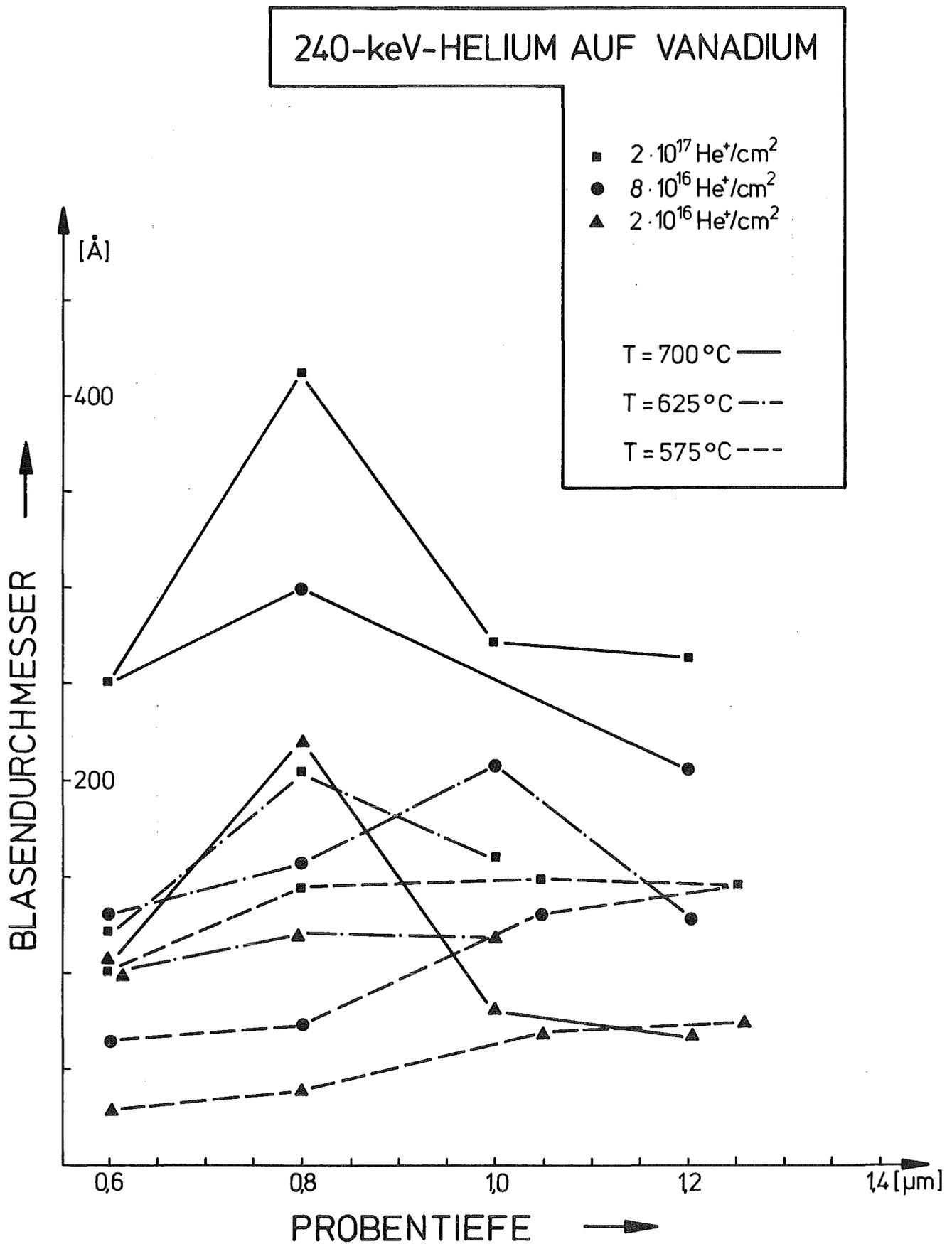


Abb. 4.8 Übersichtdarstellung des Blasendurchmesser als Funktion der Probentiefe für verschiedene Dosen und Temperaturen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss

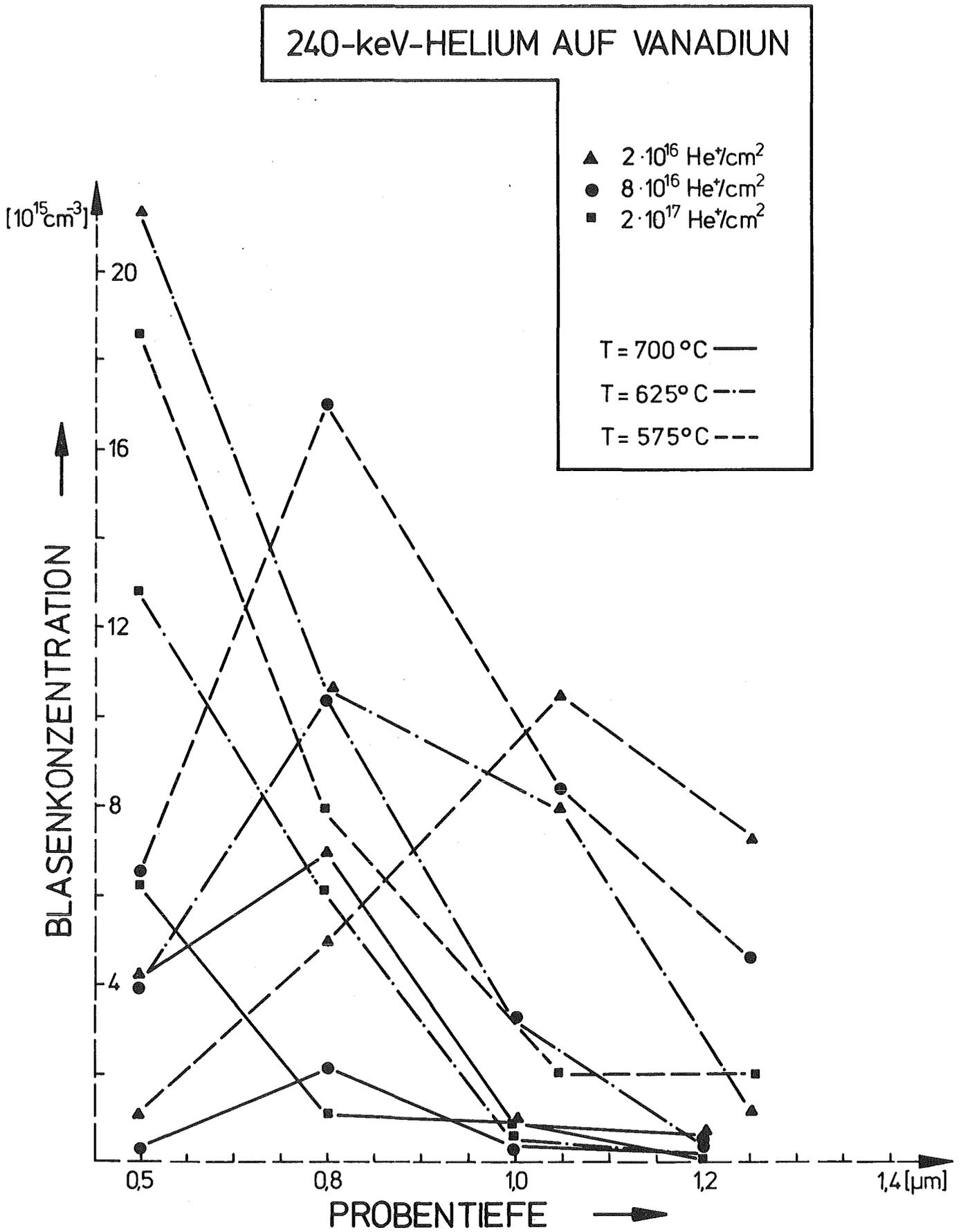
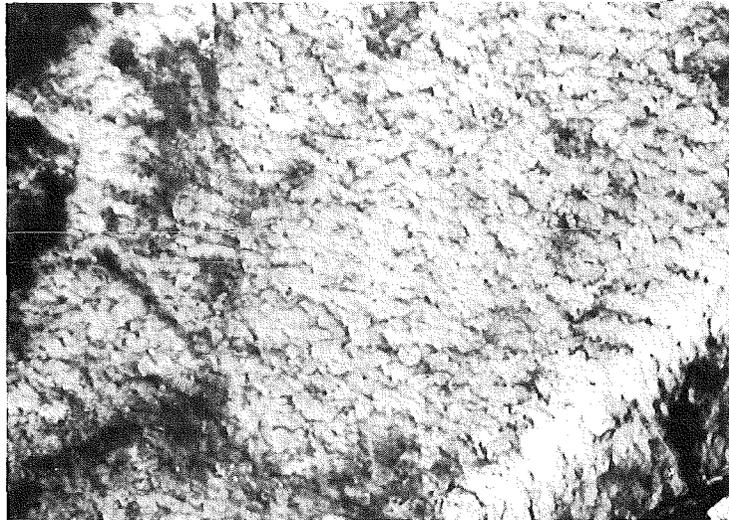


Abb. 4.9 Übersichtdarstellung der Blasenkonzentration als Funktion der Probentiefe für verschiedene Dosen und Temperaturen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung

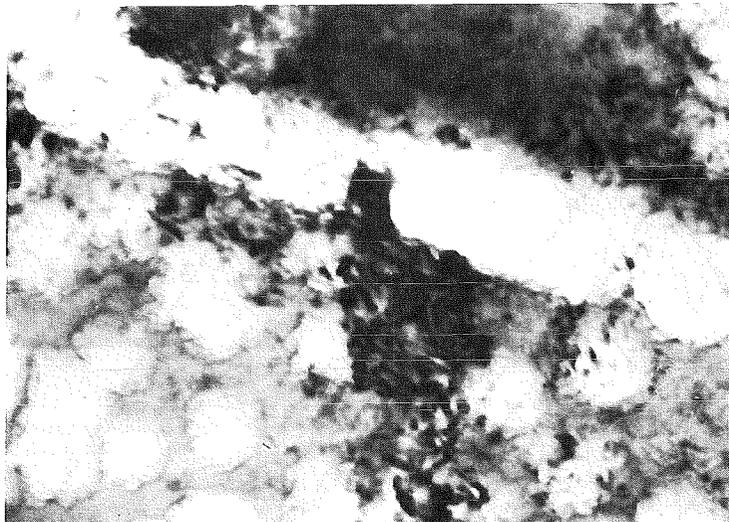
240-keV- HELIUM AUF VANADIUM

TEMPERATUR  $\approx 280^{\circ}\text{C}$

DOSIS  $4 \cdot 10^{17} \text{ He/cm}^2$



a)  $x = 0,8 \mu\text{m}$   $\longleftrightarrow$   $0,2 \mu\text{m}$



b)  $x = 1,2 \mu\text{m}$

Abb. 4.10 TEM-Mikrographien einer  $300^{\circ}\text{C}$ -Bestrahlung für zwei Proben-tiefen in V nach Implantation von  $\text{He}^+$

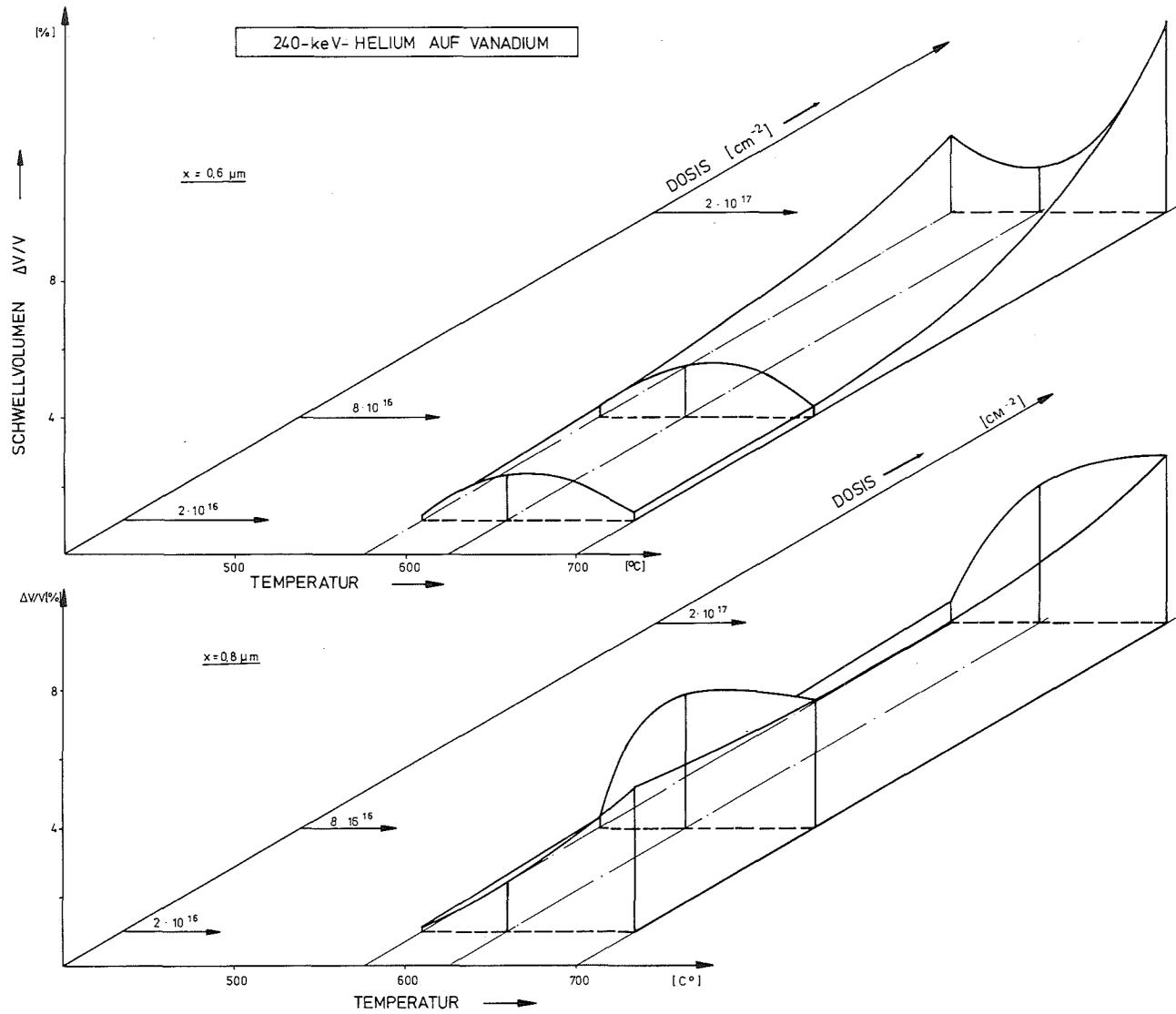


Abb. 4.11 Drei-dimensionale Darstellung des Schwellvolumens in V als Funktion der Temperatur und Dosis für zwei Probertiefen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss

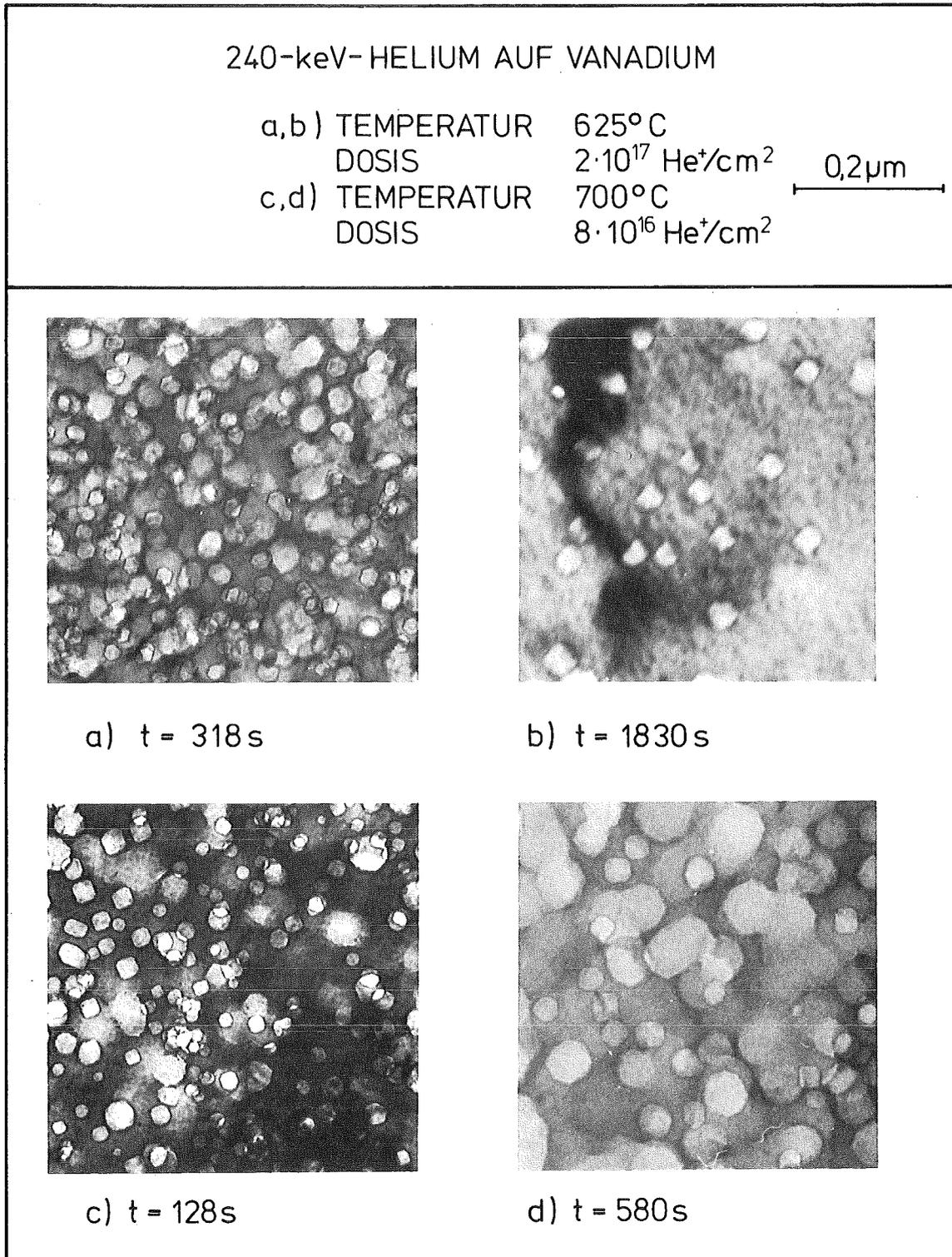


Abb. 4.12 TEM-Mikrographien von V-Proben nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Helium-Flüssen

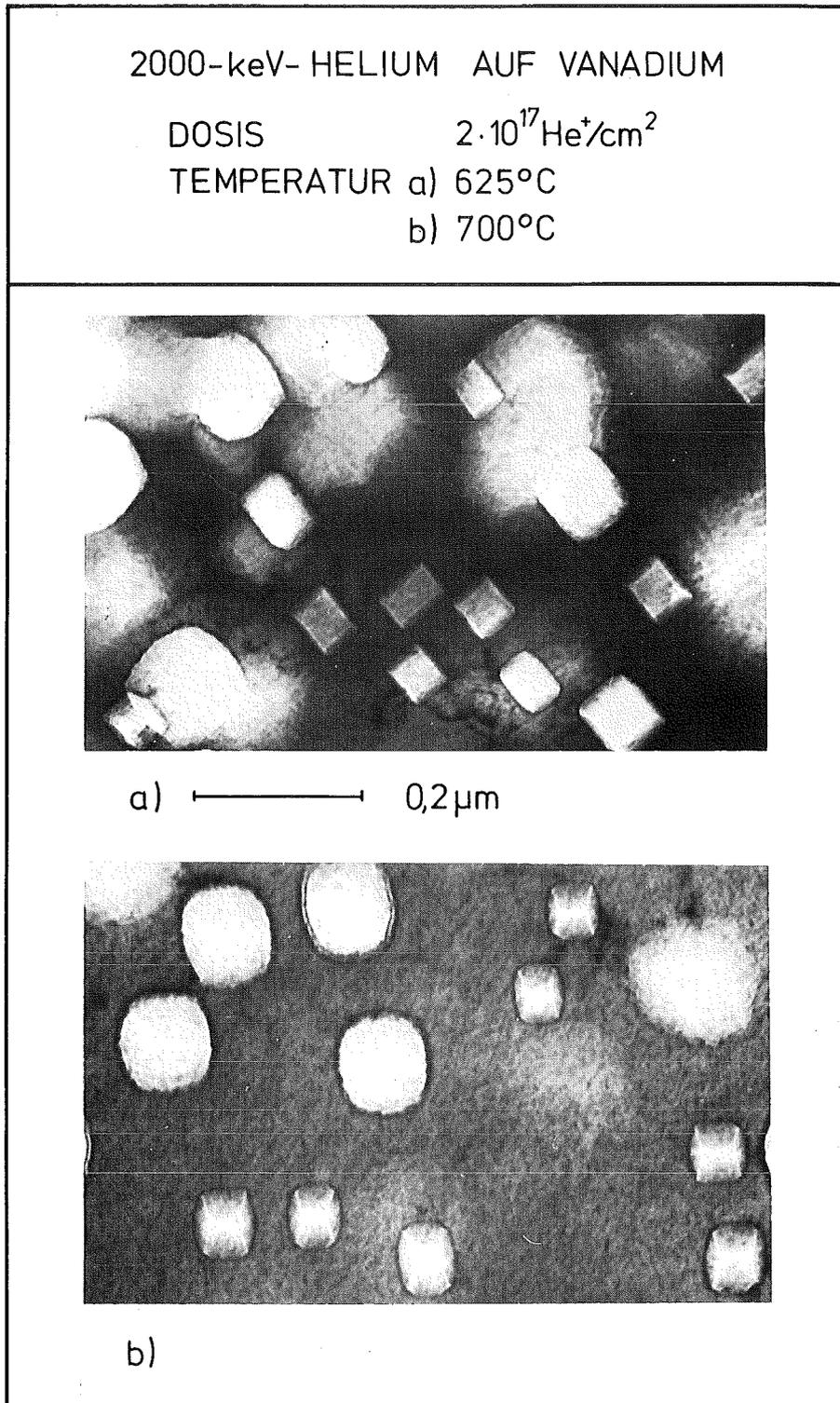


Abb. 4.13 TEM-Mikrographien von V-Proben nach 2000 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung bei zwei Temperaturen und konstanter Dosis

2000-keV-HELIUM AUF VANADIUM

TEMPERATUR 575 °C

DOSIS  $2,110^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup>

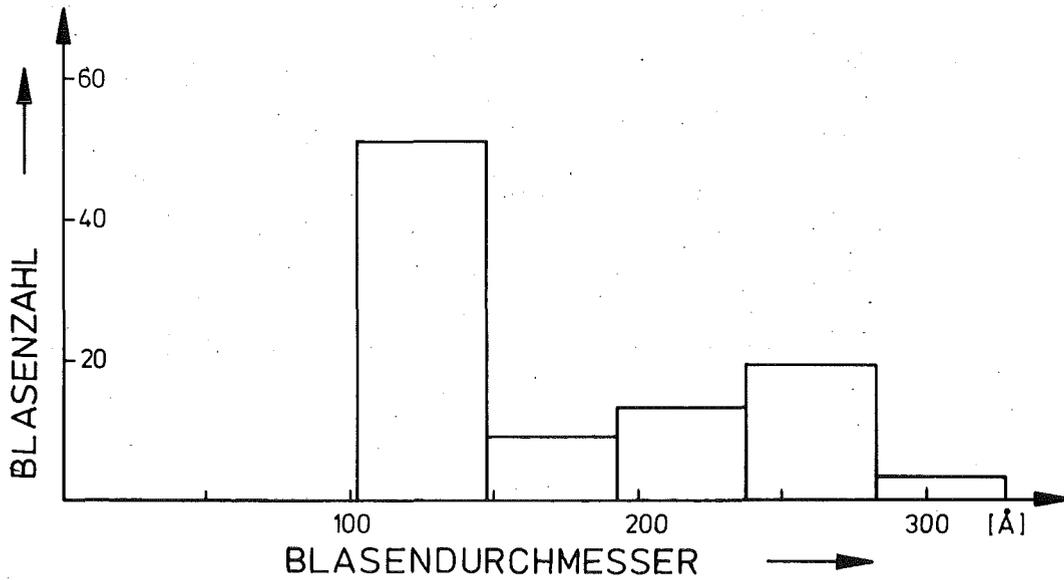
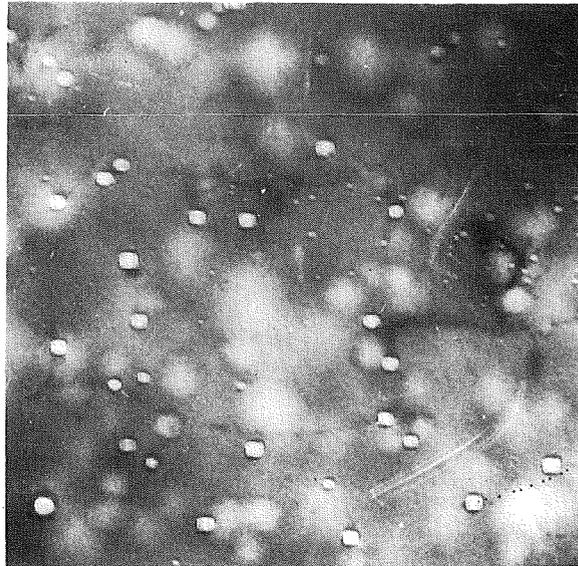


Abb. 4.14 TEM-Mikrographie einer mit 2000 keV-He<sup>+</sup> bestrahlten V-Probe, die Koaleszenz indiziert, mit Histogramm für die Blasendurchmesser- und Blasenzahlverteilung

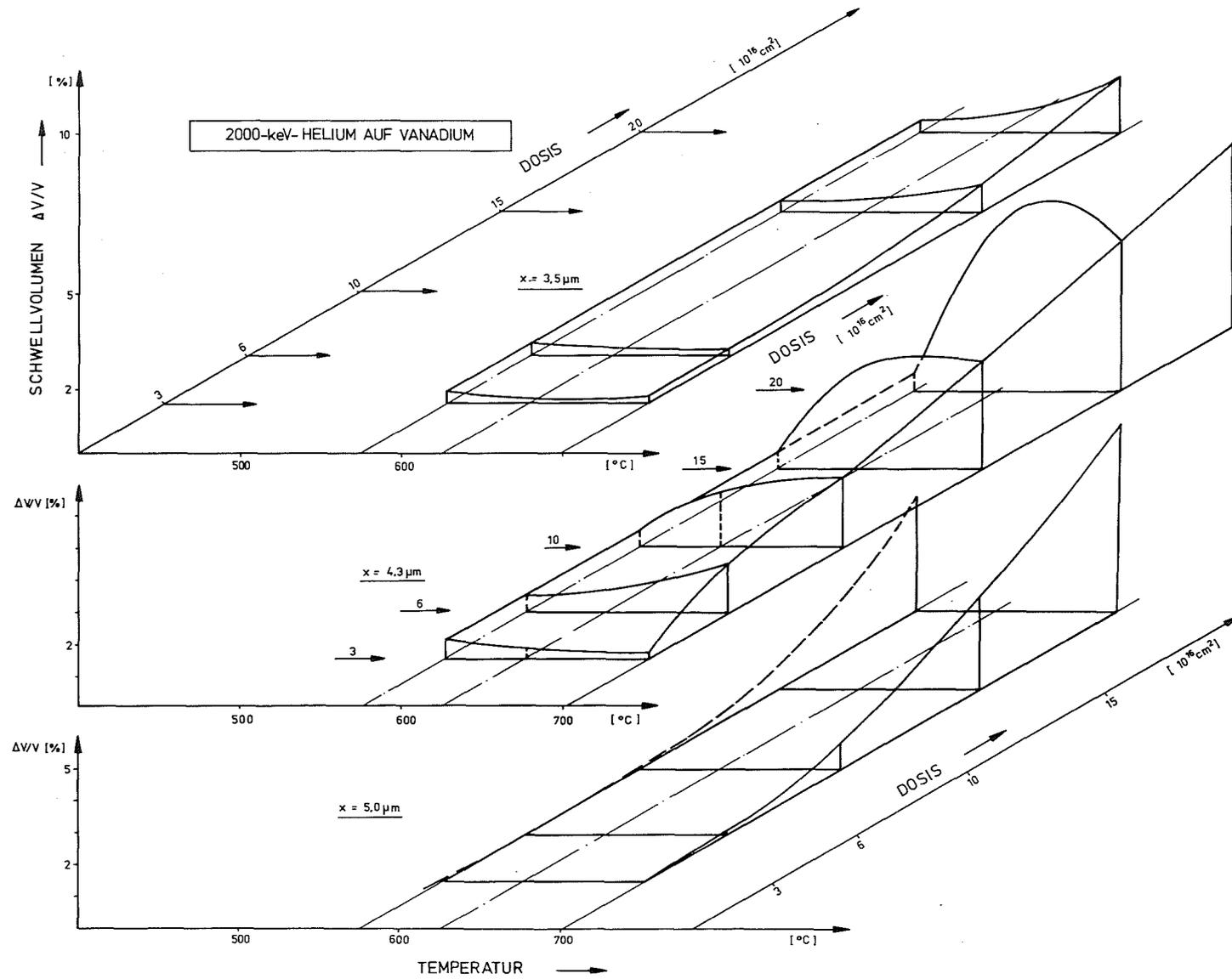


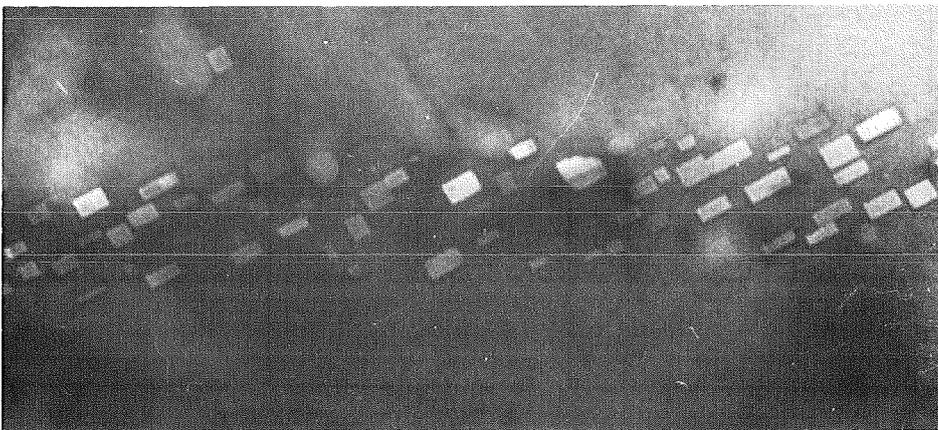
Abb. 4.15 Drei-dimensionale Darstellung des Schwellvolumens in Vanadium als Funktion der Temperatur und Dosis für drei Probentiefen nach Implantation mit 2000 keV-He<sup>+</sup>

240-keV-HELIUM AUF V-20% Ti

TEMPERATUR 575° C  
DOSIS  $38,5 \times 10^{16}/\text{cm}^2$   
PROBENTIEFE a) 1,2  $\mu\text{m}$   
b) 0,8  $\mu\text{m}$



a)  $\longrightarrow$  0,2  $\mu\text{m}$



b)  $\longrightarrow$  0,2  $\mu\text{m}$

Abb. 4.16a TEM-Mikrographien von V-20Gew.-% Ti nach Implantation mit 240 keV-He<sup>+</sup>

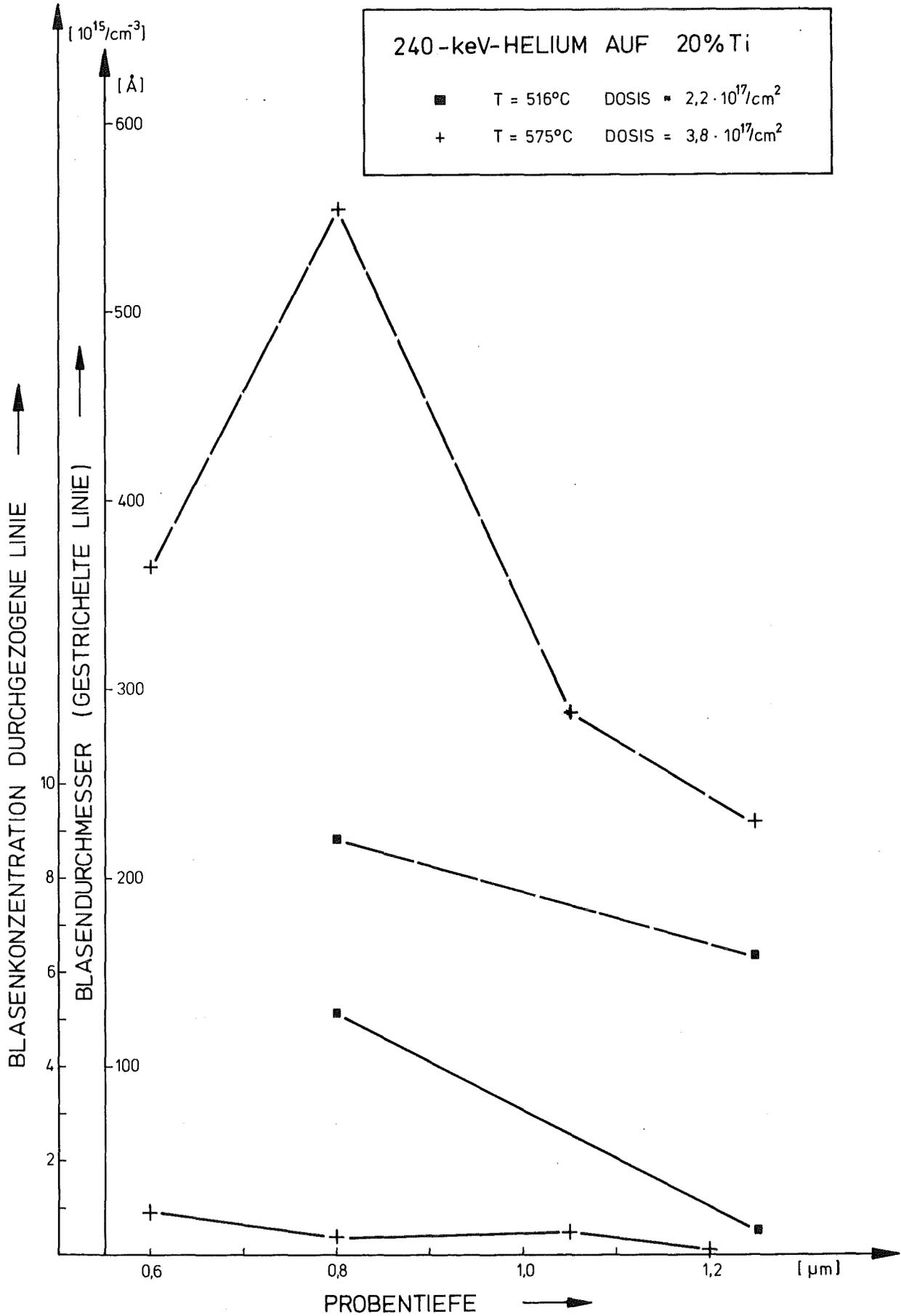
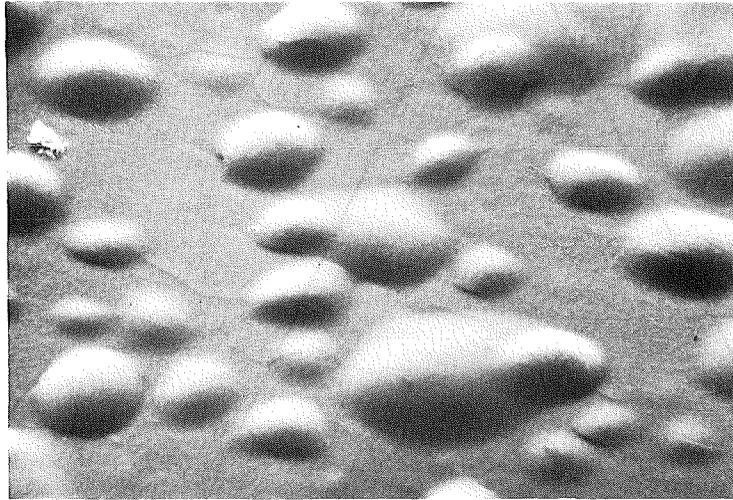


Abb. 4.16b Blasendurchmesser und Blasenkonzentration in V-20Ti als Funktion der Probentiefe nach Implantation mit 240 keV-He<sup>+</sup>

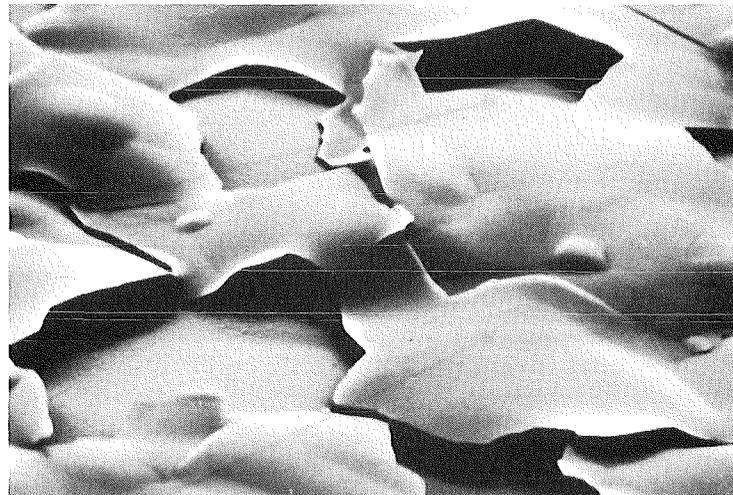
240-keV-HELIUM AUF VANADIUM

TEMPERATUR 575 °C

DOSIS a)  $2,9 \cdot 10^{17} \text{He}^+/\text{cm}^2$   
b)  $8,0 \cdot 10^{17} \text{He}^+/\text{cm}^2$



a)  $\longrightarrow$  20  $\mu\text{m}$



b)  $\longrightarrow$  20  $\mu\text{m}$

Abb. 4.17 REM-Mikrographien von Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Beschuß bei verschiedenen Dosen

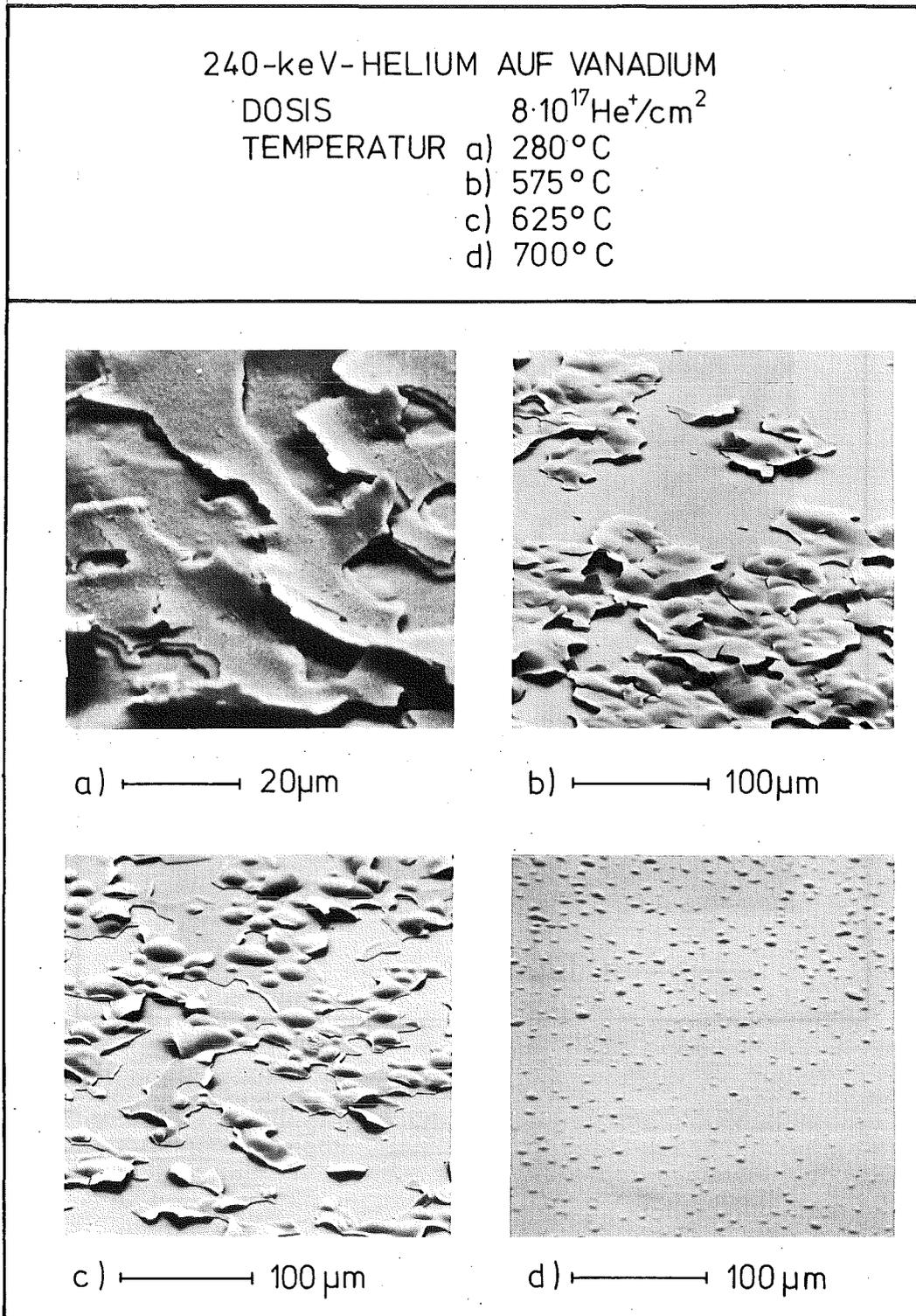


Abb. 4.18 REM-Mikrographien von Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss bei verschiedenen Temperaturen

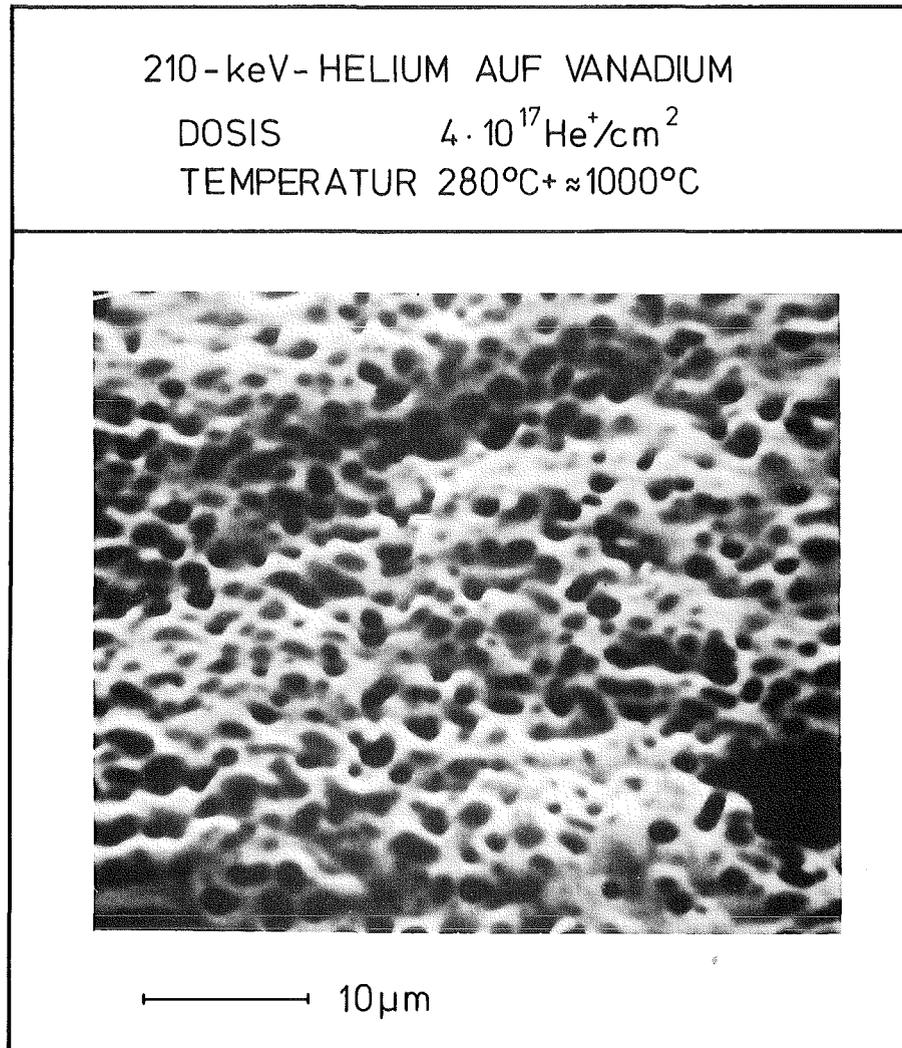
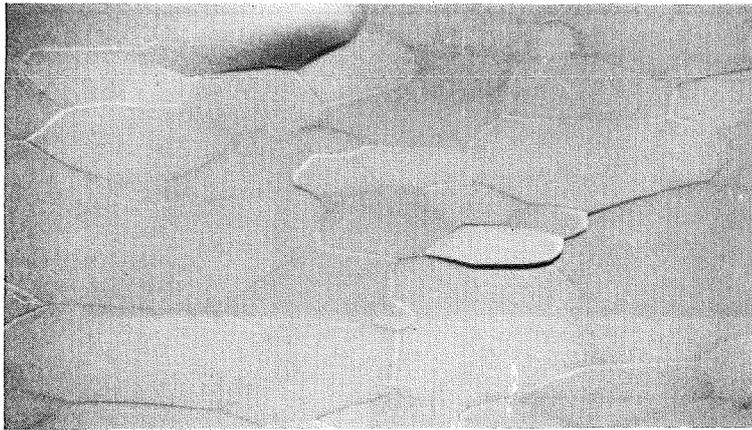


Abb. 4.19 REM-Mikrographien einer Oberflächenperforation in Reinstvanadium nach 210 keV-Helium-Beschuß

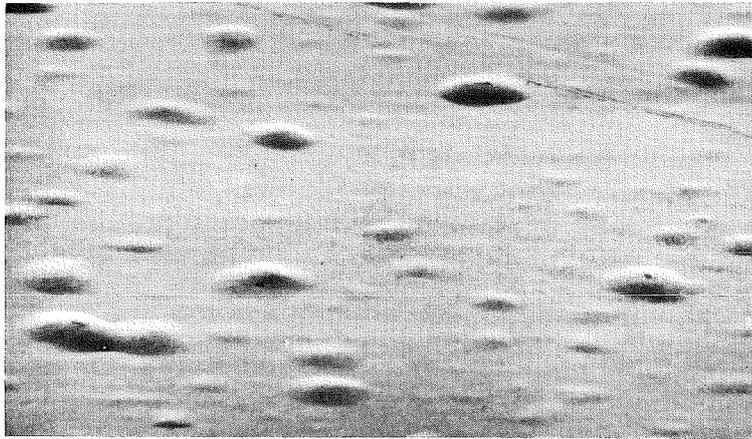
2000-keV-HELIUM AUF VANADIUM

TEMPERATUR 700°C

DOSIS a)  $1 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$   
b)  $2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$



a)  $\longleftrightarrow$  20  $\mu\text{m}$



b)  $\longleftrightarrow$  90  $\mu\text{m}$

Abb. 4.20 REM-Mikrographien des Oberflächenschadens in Reinstvanadium nach 2000 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss

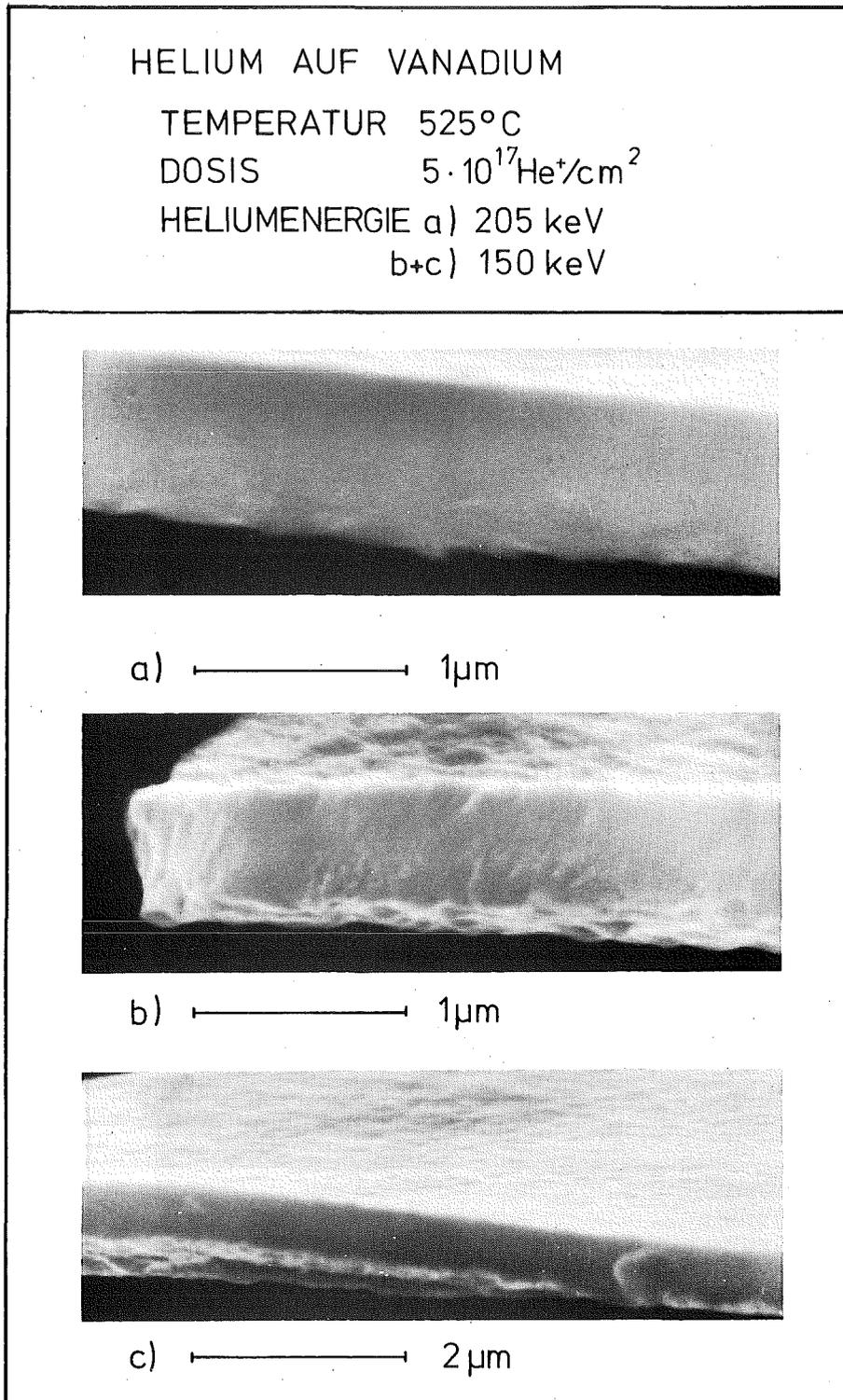
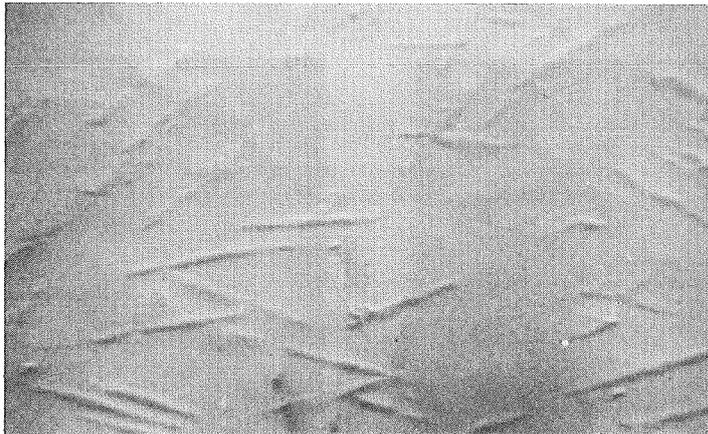


Abb. 4.21 REM-Mikrographien von Blister-Deckeldicken in Reinstvanadium nach 200 keV- $\text{He}^+$ -Beschluß

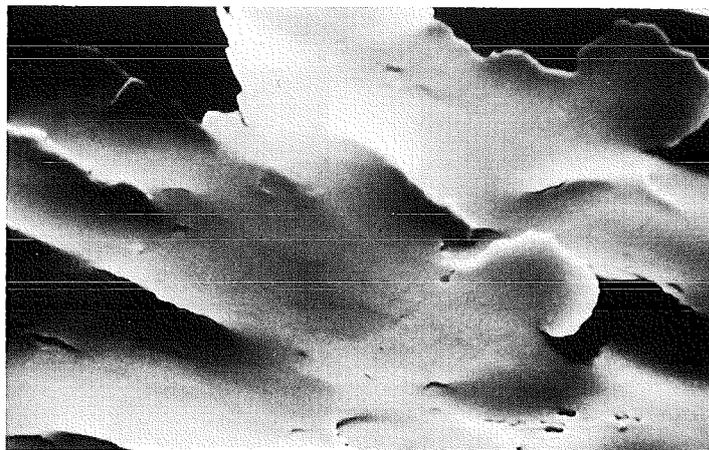
210-keV-HELIUM AUF V-3GEW%Ti

TEMPERATUR 525°C

DOSIS a)  $5 \cdot 10^{17} \text{He}^+/\text{cm}^2$   
b)  $8 \cdot 10^{17} \text{He}^+/\text{cm}^2$



a)  $\longleftarrow$   $\longrightarrow$  10  $\mu\text{m}$

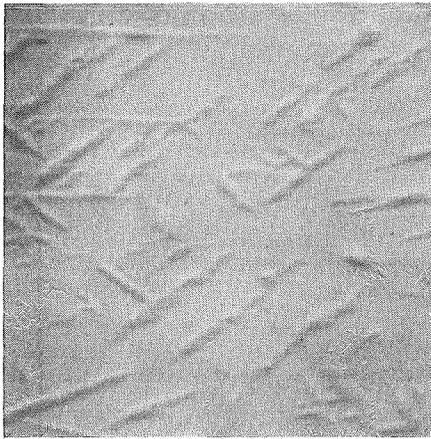


b)  $\longleftarrow$   $\longrightarrow$  20  $\mu\text{m}$

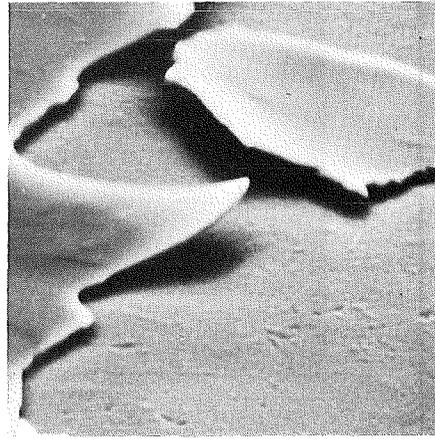
Abb. 4.22 REM-Mikrographien von V-3 Gew.-% Ti für zwei Dosen bei konstanter Temperatur nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Beschuss

210-keV-HELIUM AUF V-3GEW.%Ti

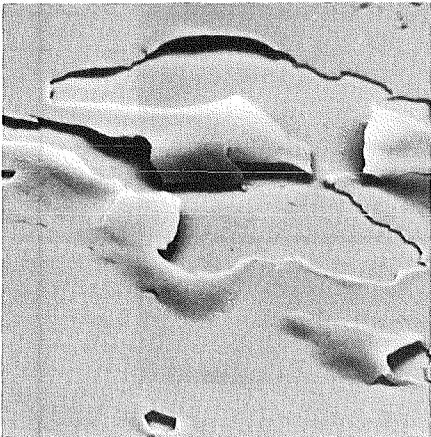
DOSIS	$5 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$
TEMPERATUR	a) 525° C
	b) 575° C
	c) 625° C
	d) 700° C



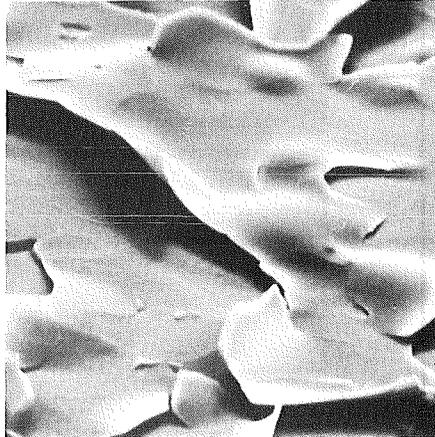
a)  $\longleftrightarrow$  10  $\mu\text{m}$



b)  $\longleftrightarrow$  10  $\mu\text{m}$



c)  $\longleftrightarrow$  40  $\mu\text{m}$



d)  $\longleftrightarrow$  20  $\mu\text{m}$

Abb. 4.23 REM-Mikrographien von V-3 Gew.-% Ti nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Temperaturen und konstanter Dosis von  $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

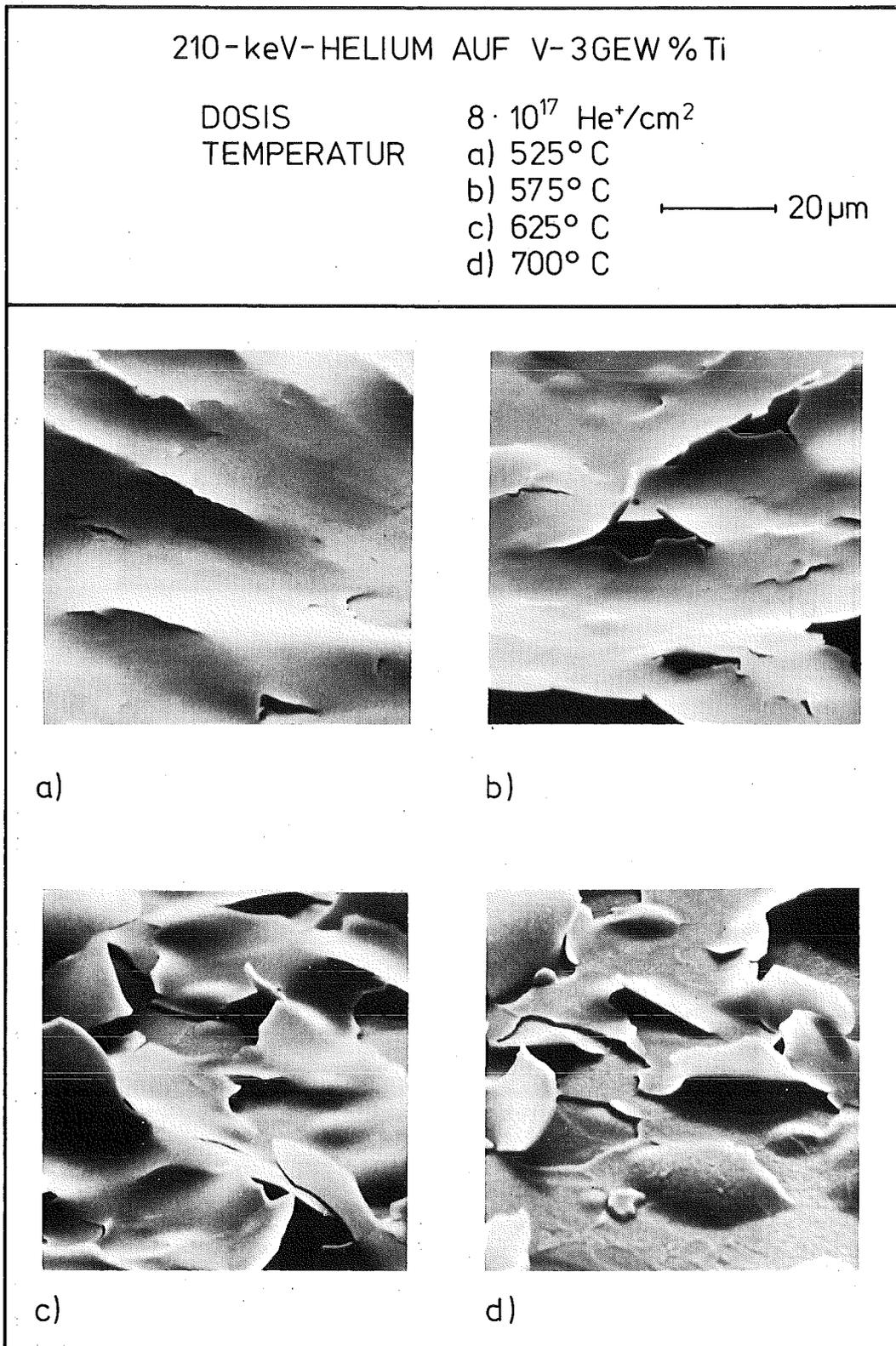


Abb. 4.24 REM-Mikrographien von V-3 Gew.-% Ti nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Beschluß bei verschiedenen Temperaturen und konstanter Dosis von  $8 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

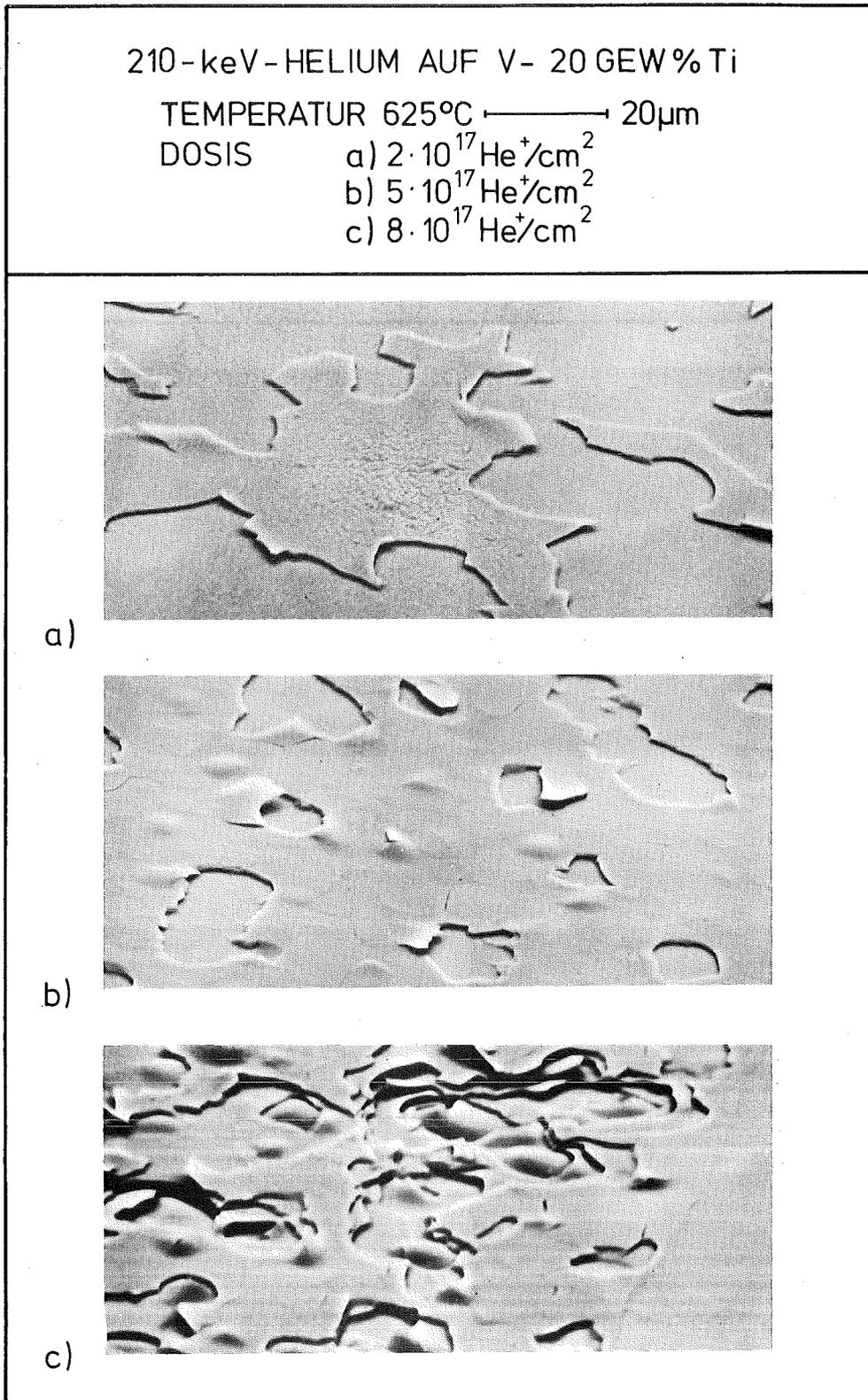


Abb. 4.25 REM-Mikrographien der Exfoliation von V-20Gew.-Ti nach 210 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung für verschiedene Dosen bei konstanter Temperatur

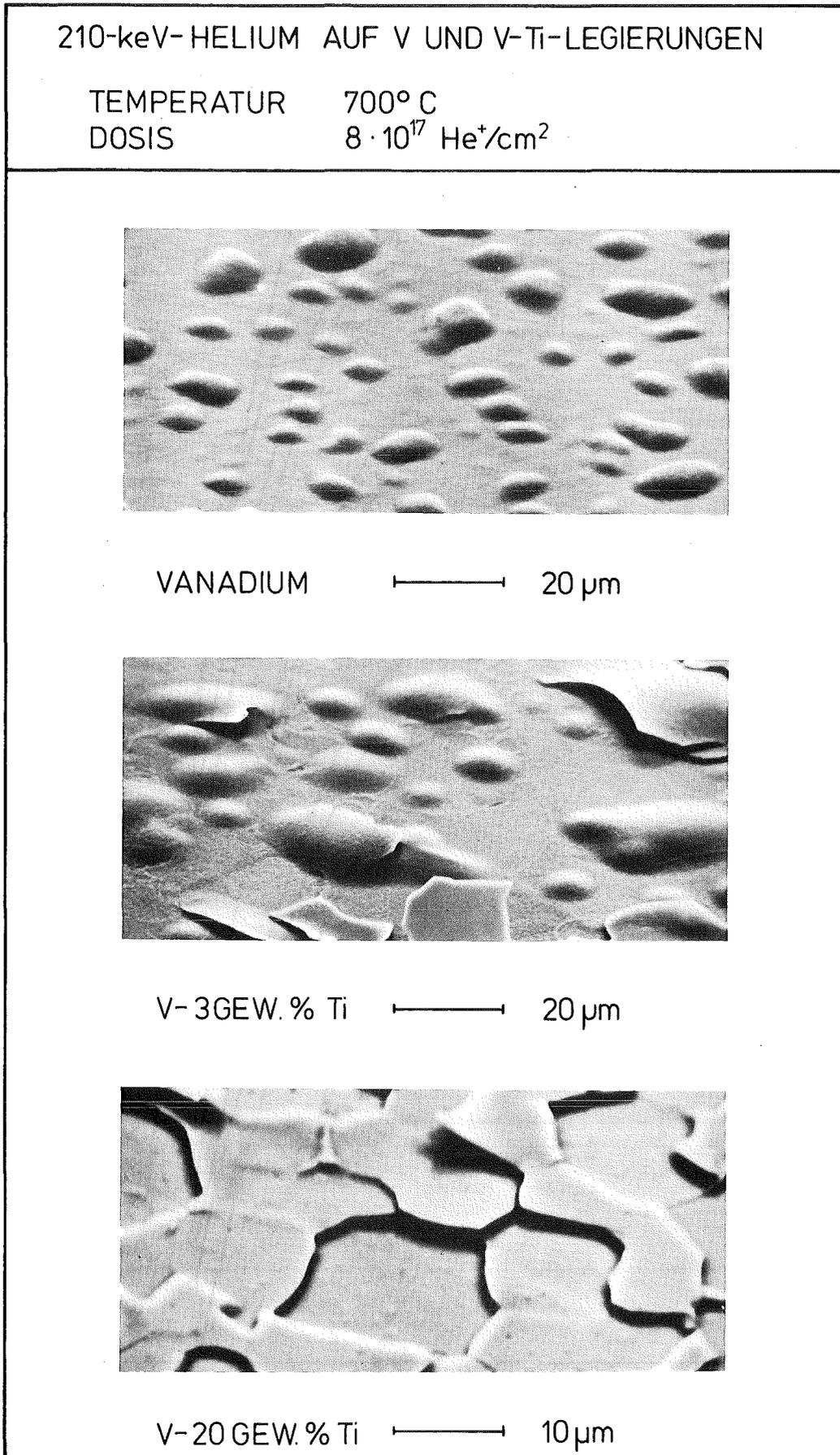


Abb. 4.26 REM-Mikrographien der Oberflächenmorphologie nach 200 keV- $\text{He}^+$ -Beschluß als Funktion der Ti-Zulegierung

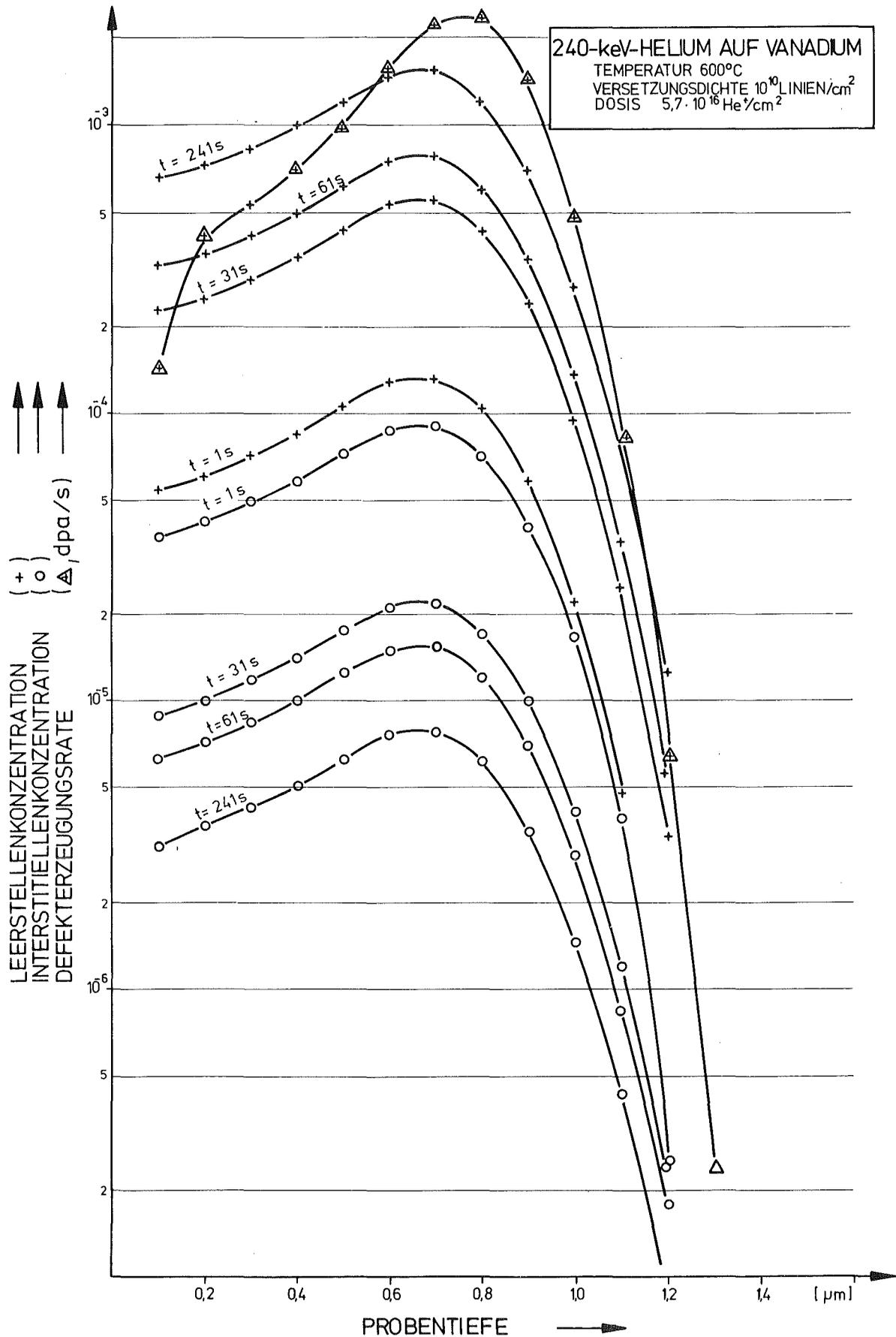


Abb. 5.1 Die strahlungsinduzierte Leerstellen- und Zwischengitteratomkonzentration nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Implantation in Vanadium bei T = 600°C als Funktion der Probentiefe

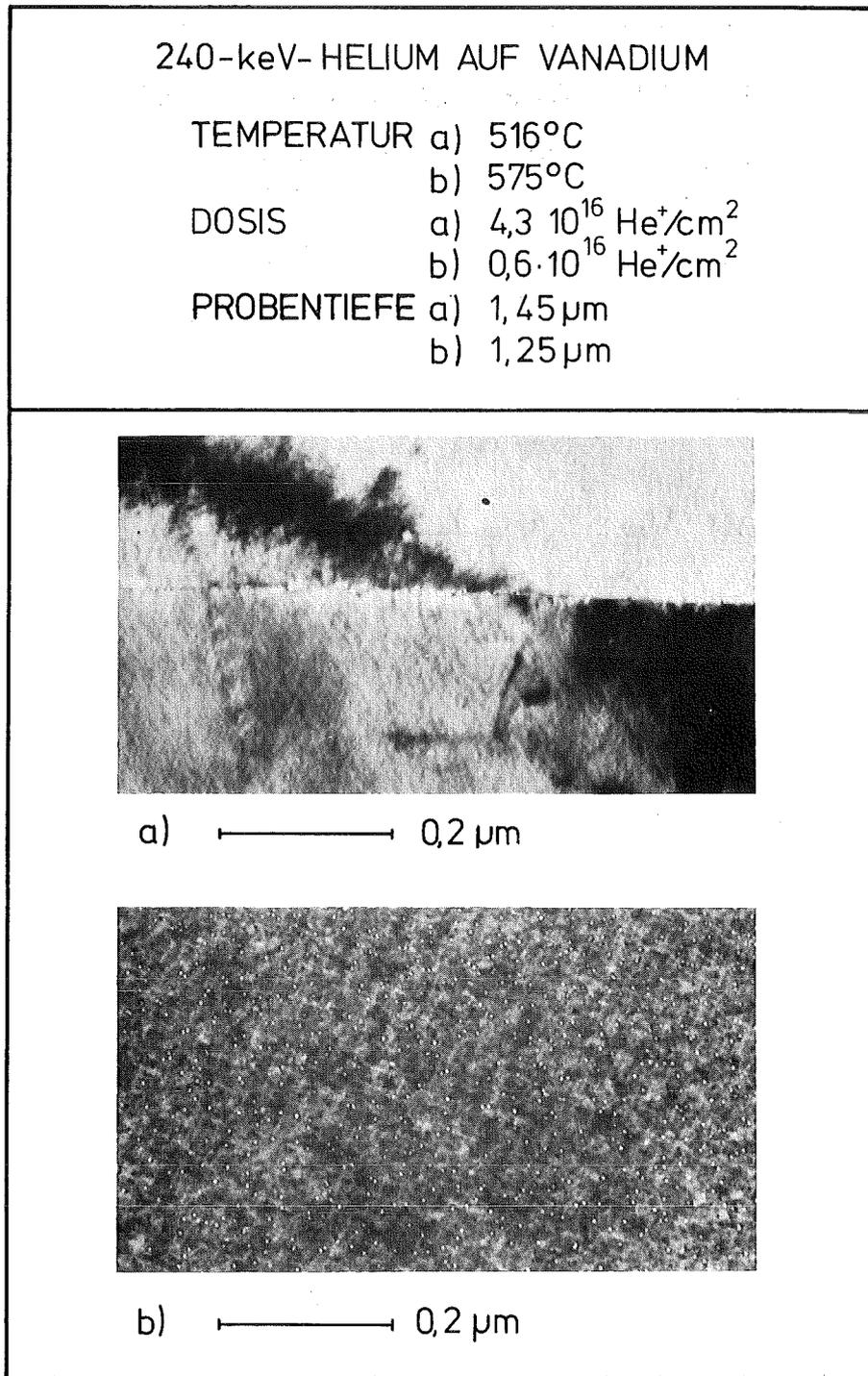


Abb. 5.2a TEM-Mikrographien von Reinstvanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Implantation im Bereich IV und V

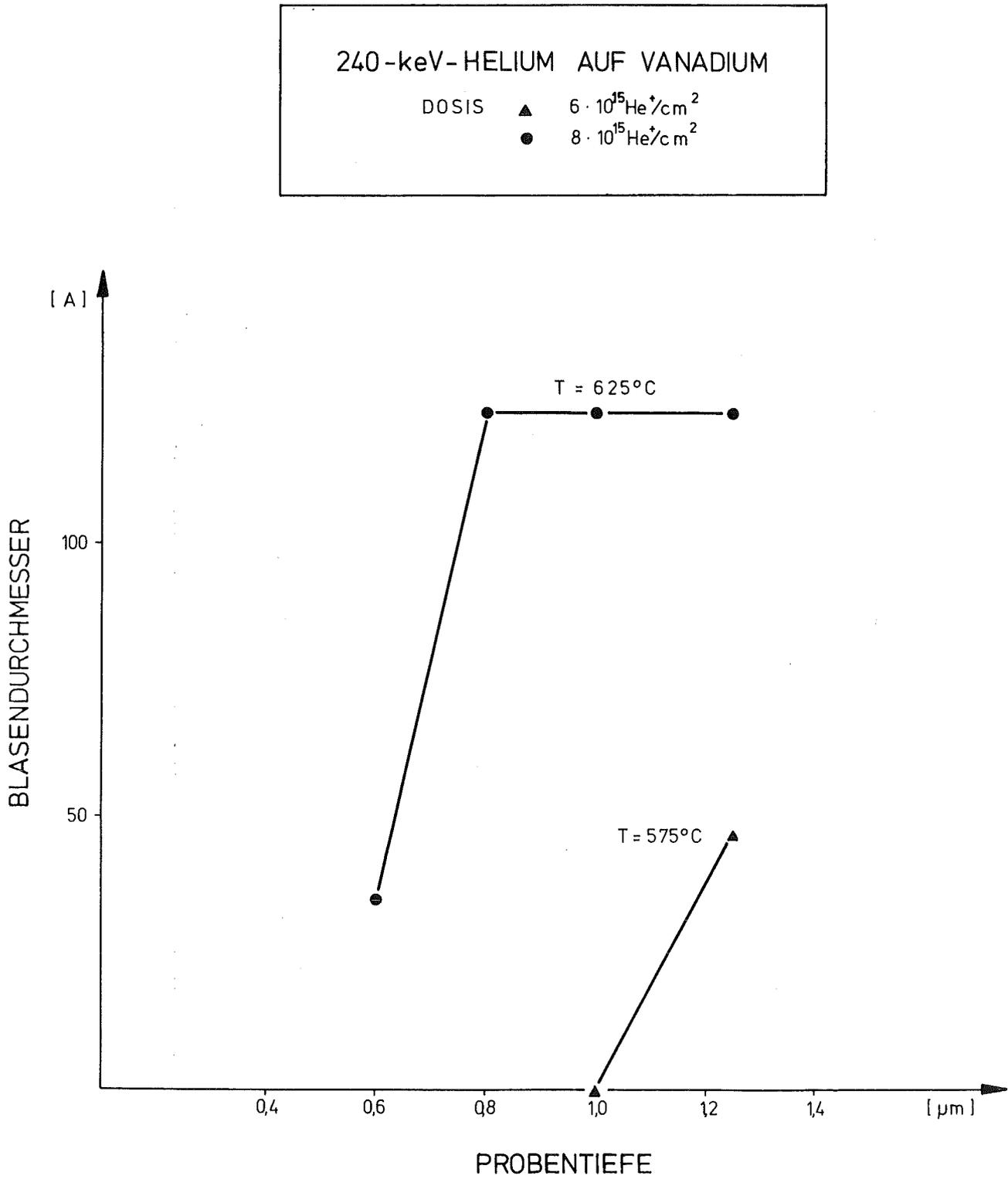


Abb. 5.2b    Blasendurchmesser als Funktion der Probentiefe für zwei Temperaturen nach 200 keV-He<sup>+</sup>-Implantation

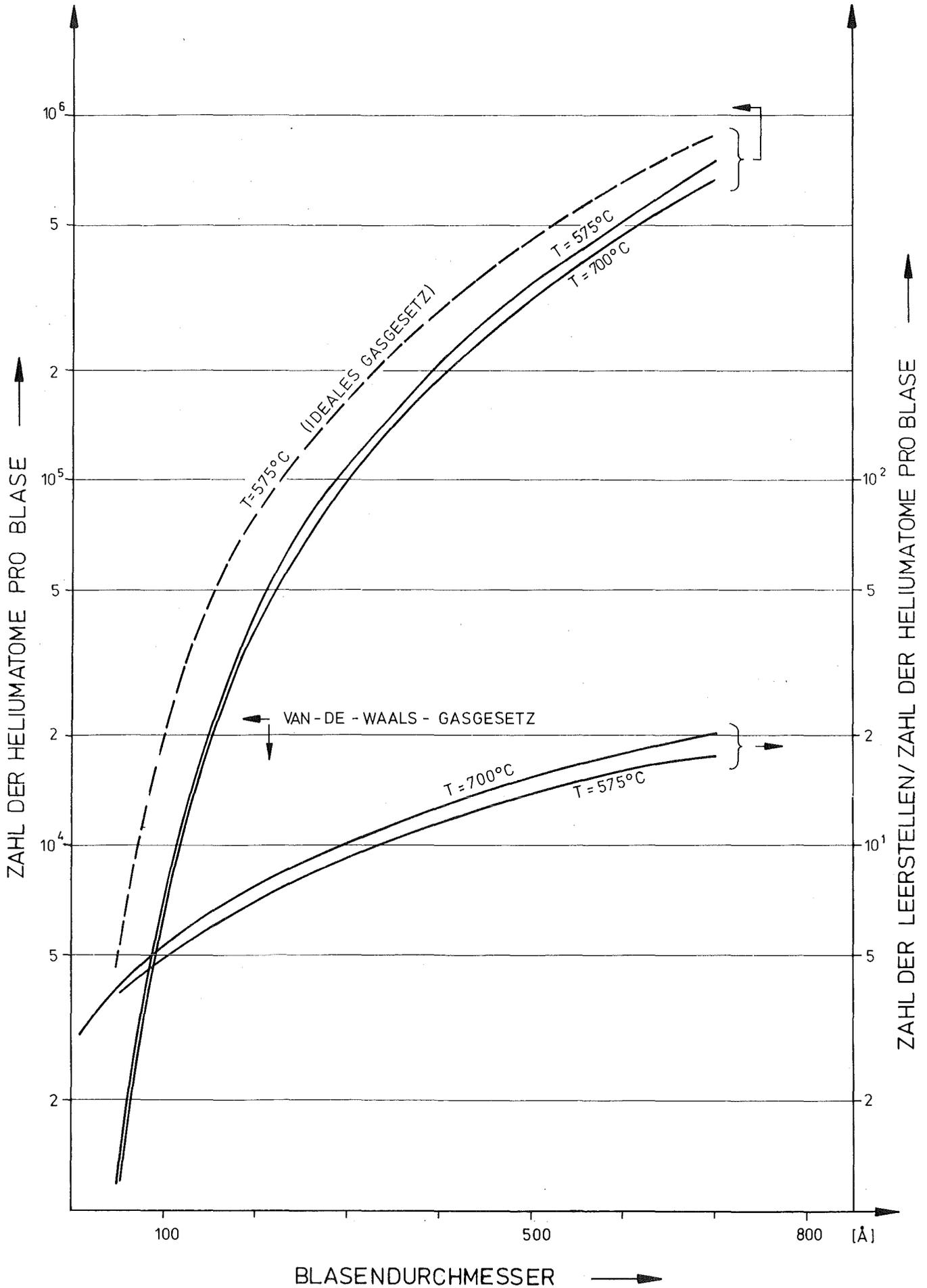


Abb. 5.3 Zahl der Gasatome und Leerstellen als Funktion des Blasenradius bei verschiedenen Temperaturen für ein ideales und reales Gasgesetz

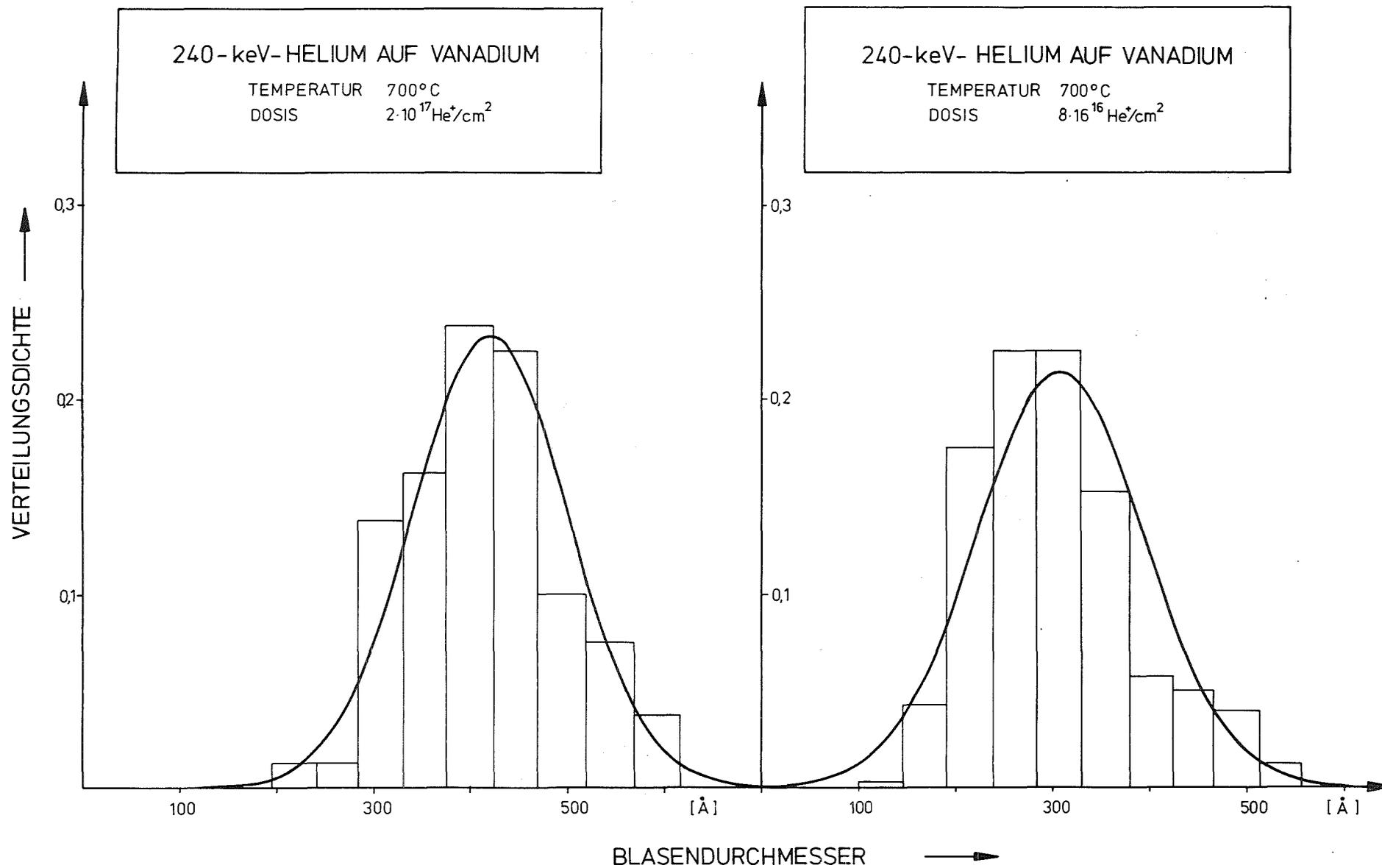


Abb. 5.4 Blasendurchmesser-Verteilungsfunktion im Vanadium nach 240 keV-He<sup>+</sup>-Implantation bei T = 700°C für zwei Dosen

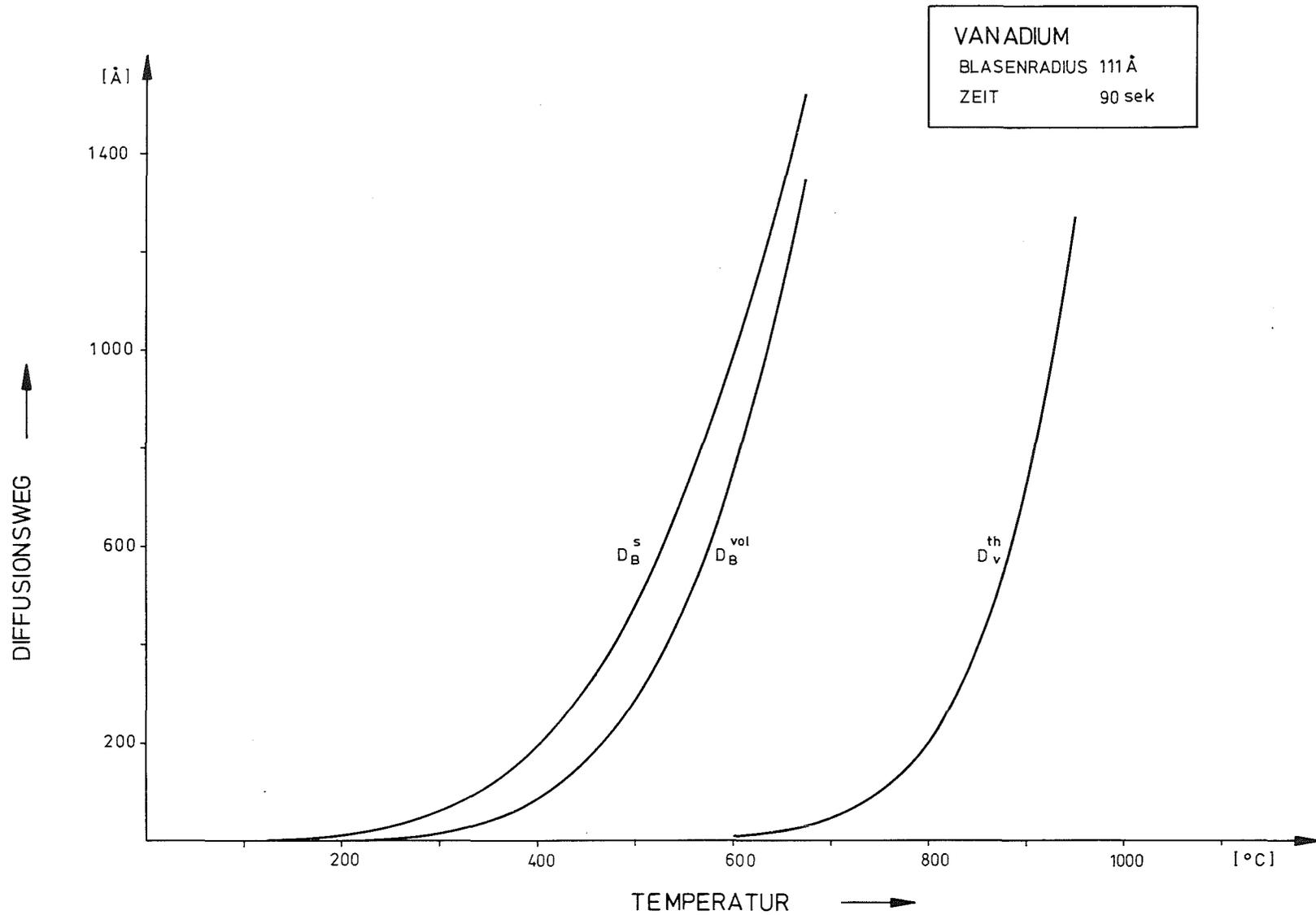


Abb. 5.5 Die Diffusionslänge in Vanadium als Funktion der Temperatur bei konstanter Zeit (90s) für verschiedene Diffusionsmechanismen: thermische Leerstellendiffusion, Oberflächen- und Volumendiffusion einer Blase mit dem Radius  $r = 111 \text{ \AA}$

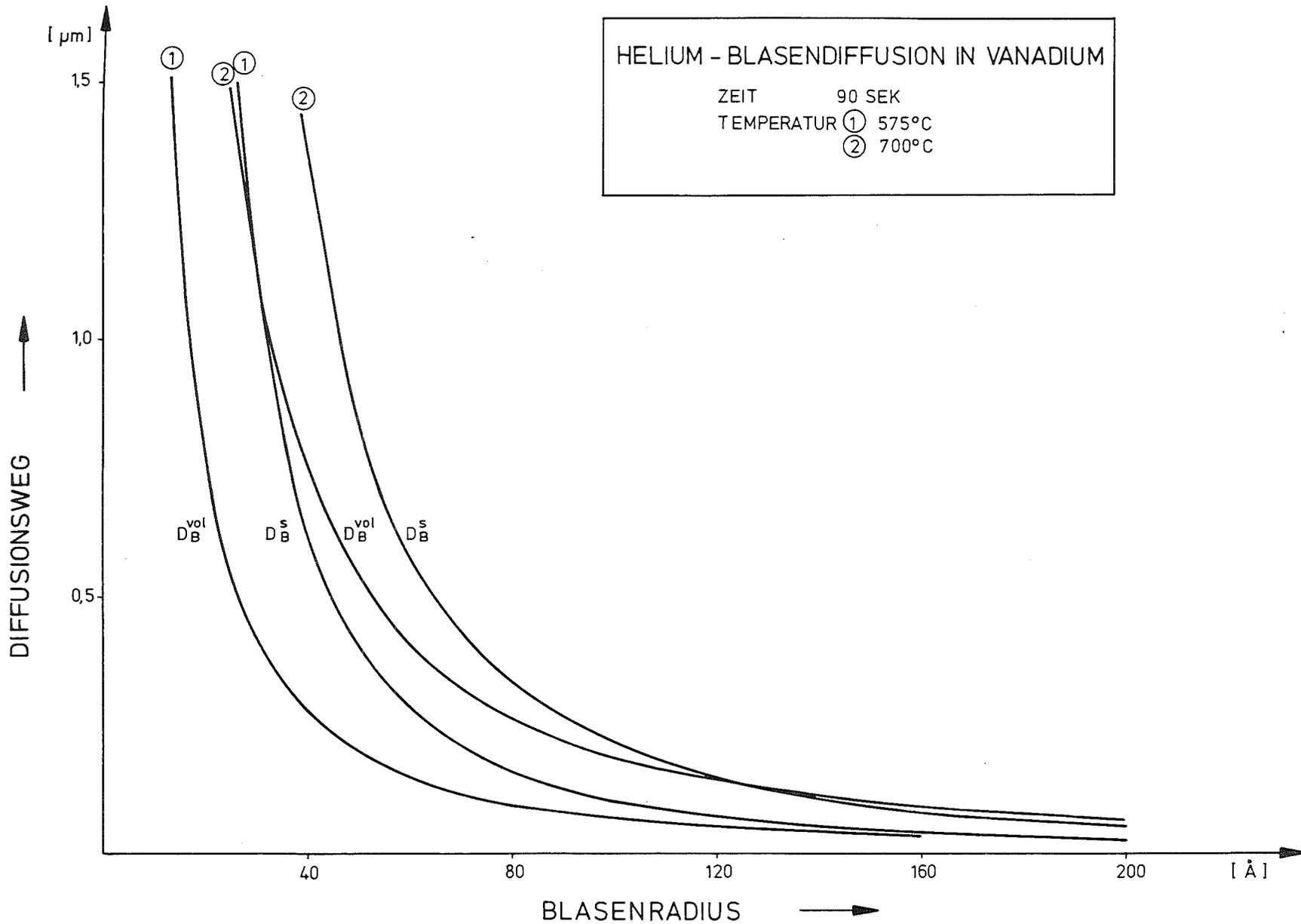


Abb. 5.6 Die Diffusionslänge in Vanadium bei konstanter Zeit und Temperatur als Funktion des Blasenradius für einen Oberflächen- und einen Volumendiffusionsmechanismus

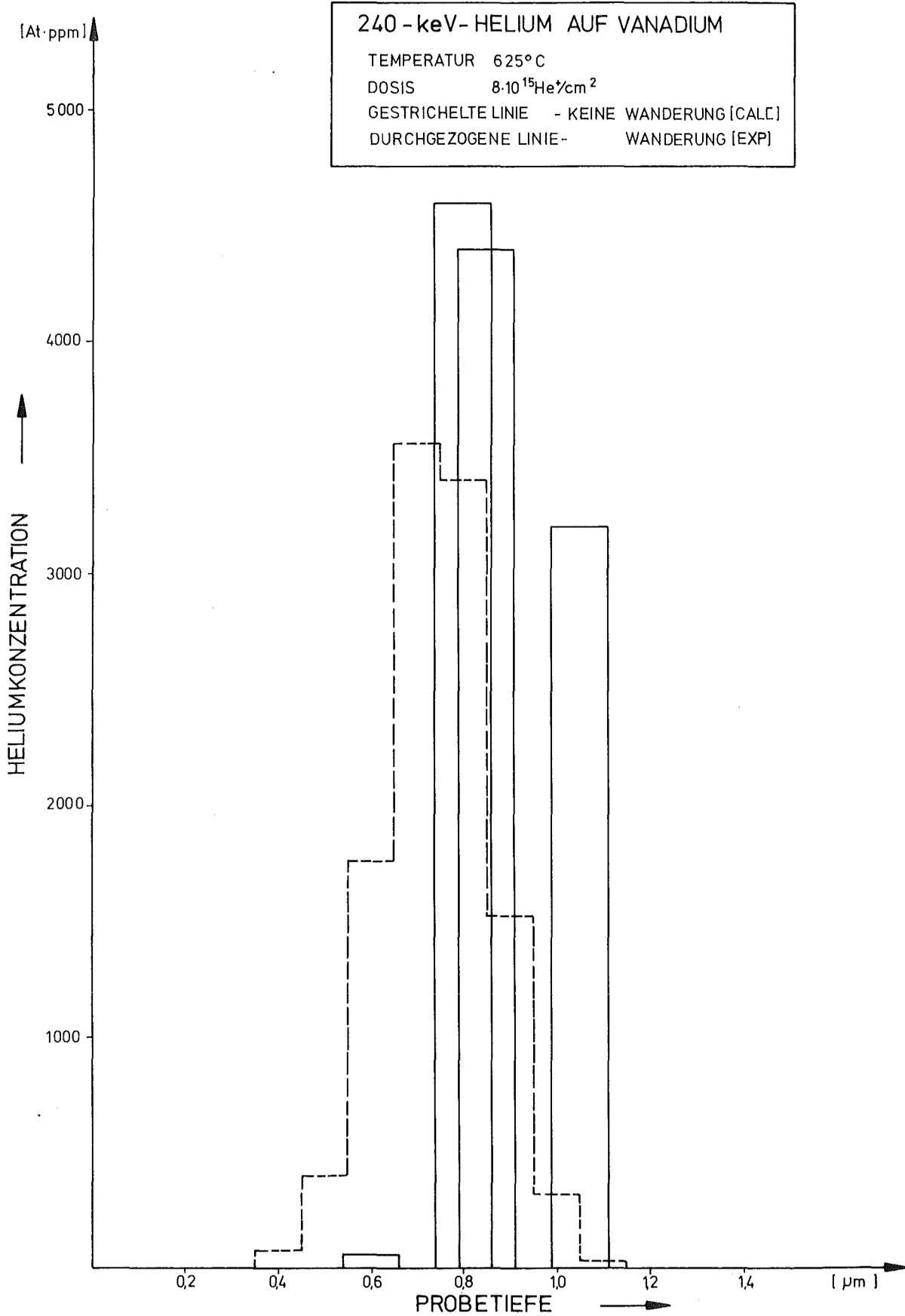


Abb. 5.7 Berechnete und aus der experimentellen Blasengröße und Konzentration bestimmte Helium-Verteilung in V

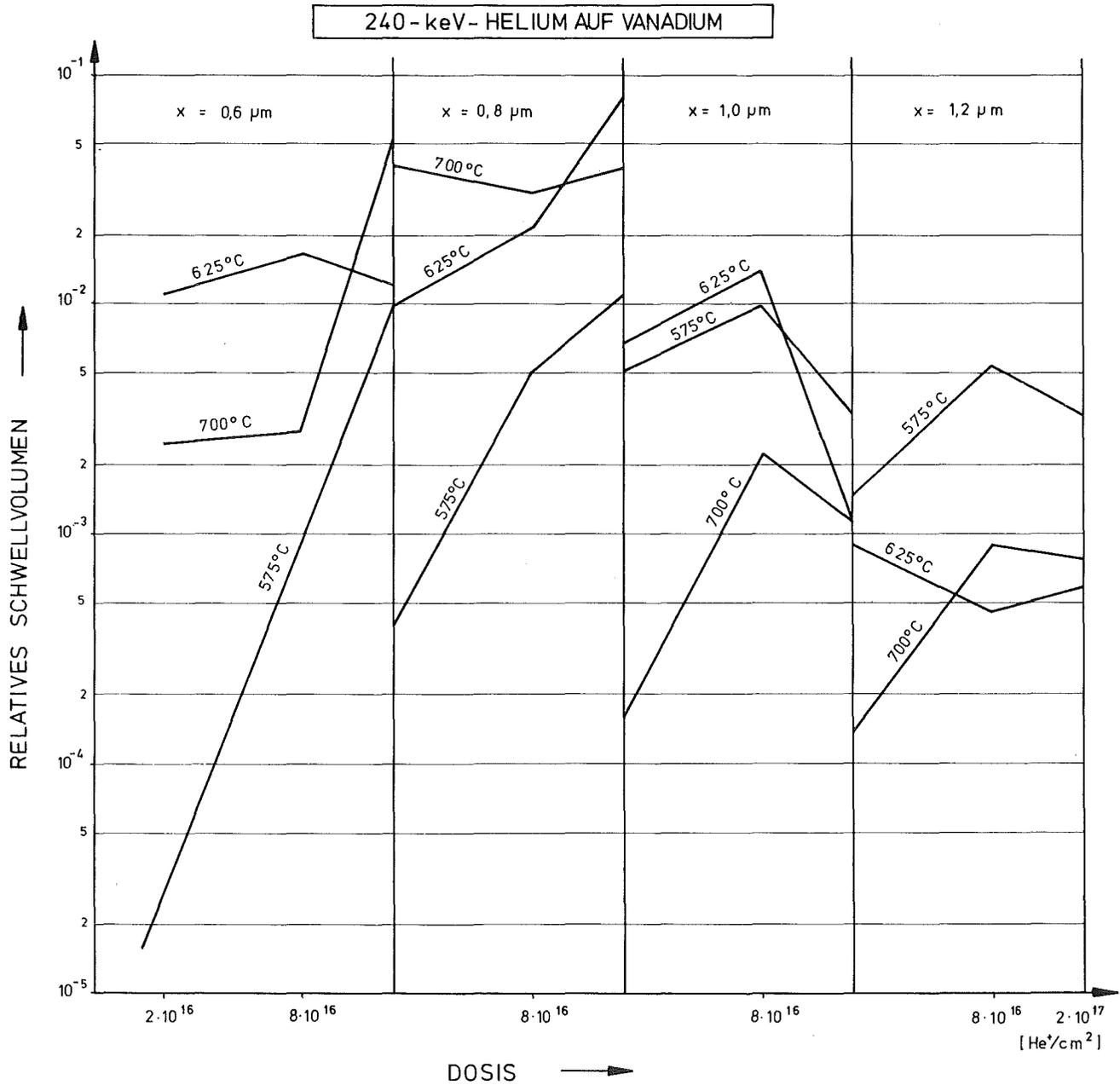


Abb. 5.8 Das Schwellvolumen als Funktion der Dosis, Temperatur und Probertiefe in doppellogarithmischer Darstellung für die 200 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung in Vanadium

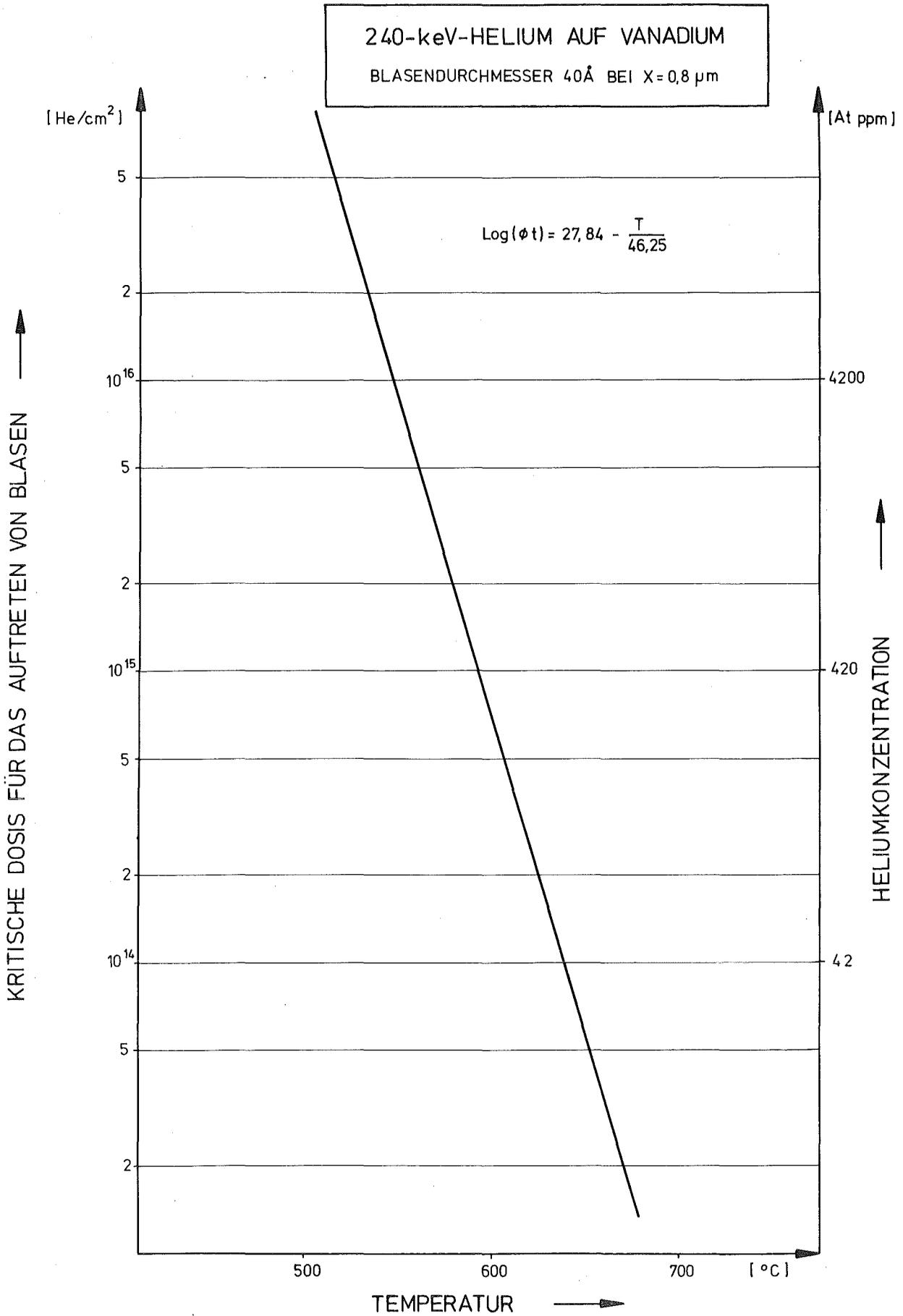
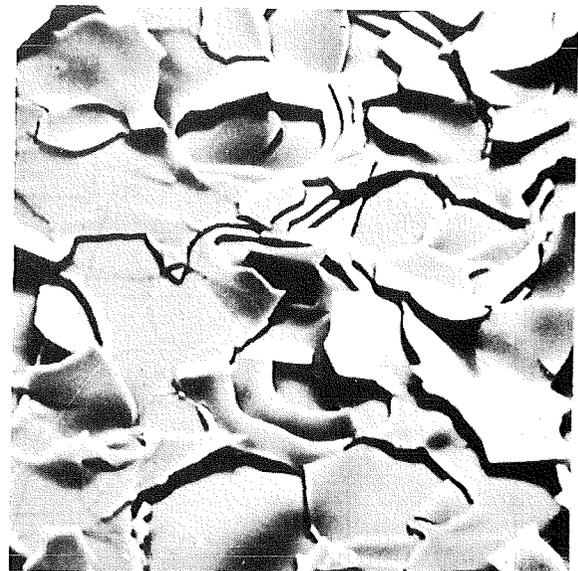
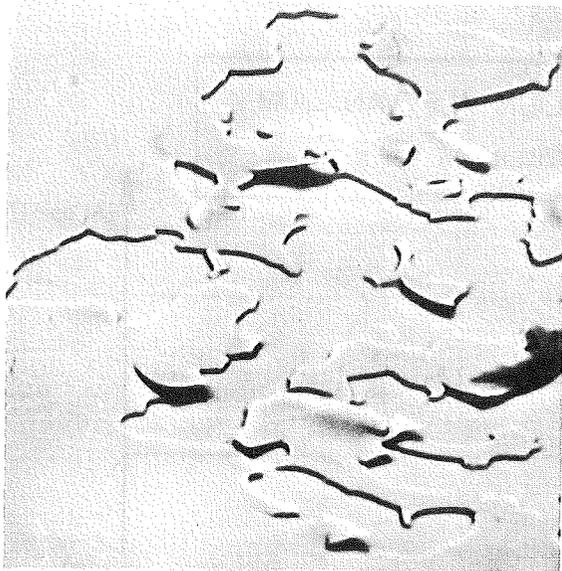


Abb. 5.9 Die kritische Dosis für das Auftreten von Blasen mit Durchmessern von 40 Å als Funktion der Temperatur

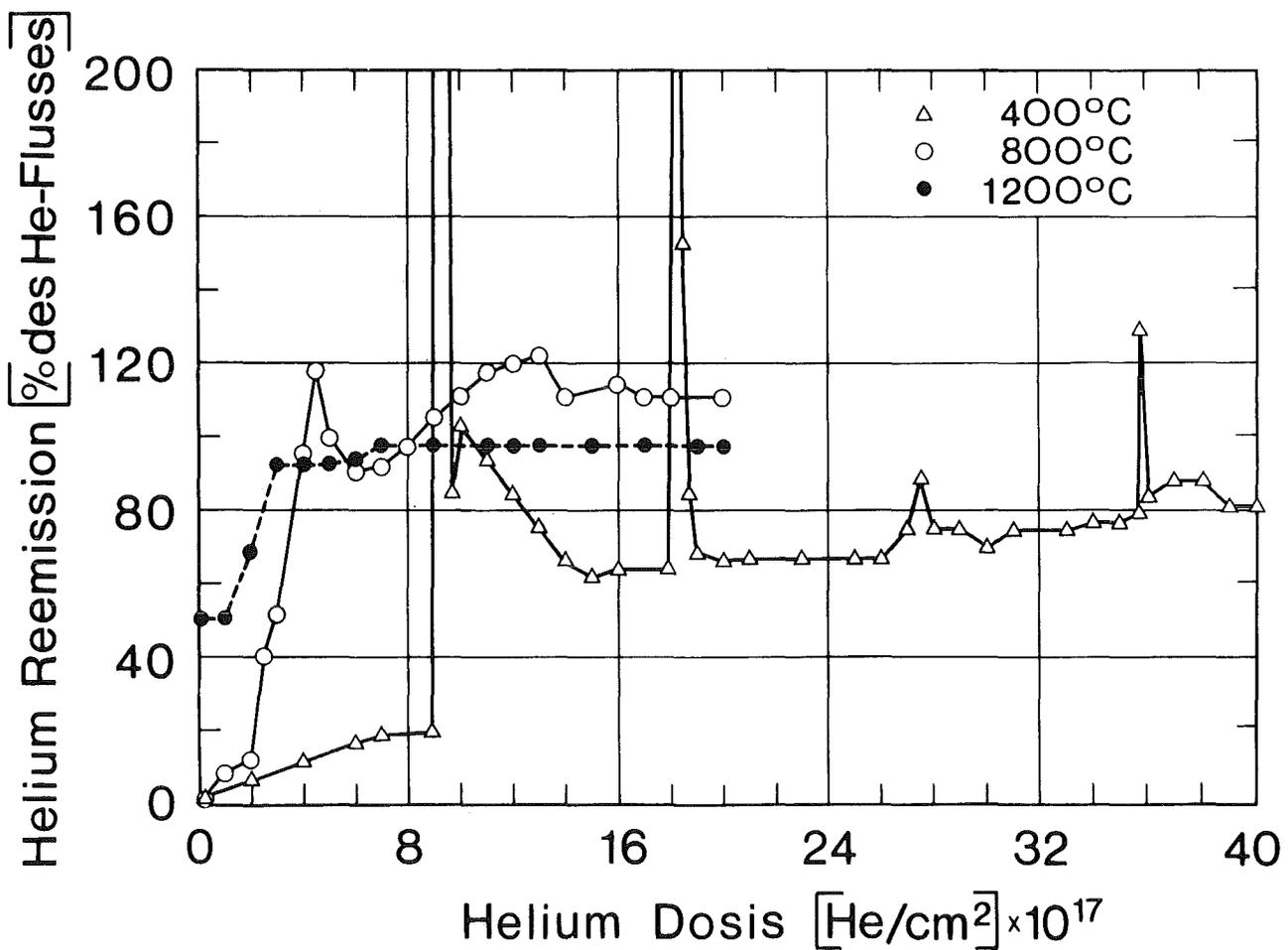


20  $\mu$ m

a)  $2 \times 10^{17} \text{ He/cm}^2$

b)  $5 \times 10^{17} \text{ He/cm}^2$

Blisterbildung in V-20Ti T=700 C, 200KeV He



### Helium Reemission in Vanadium (nach Bauer u. Thomas)

Abb. 5.10 Die phänomenologische Zuordnung von Reemissions-Peaks für Helium aus Vanadium nach (BT74) mit der Zahl der Exfoliationen in  $\text{He}^+$  bestrahltem V-20Ti



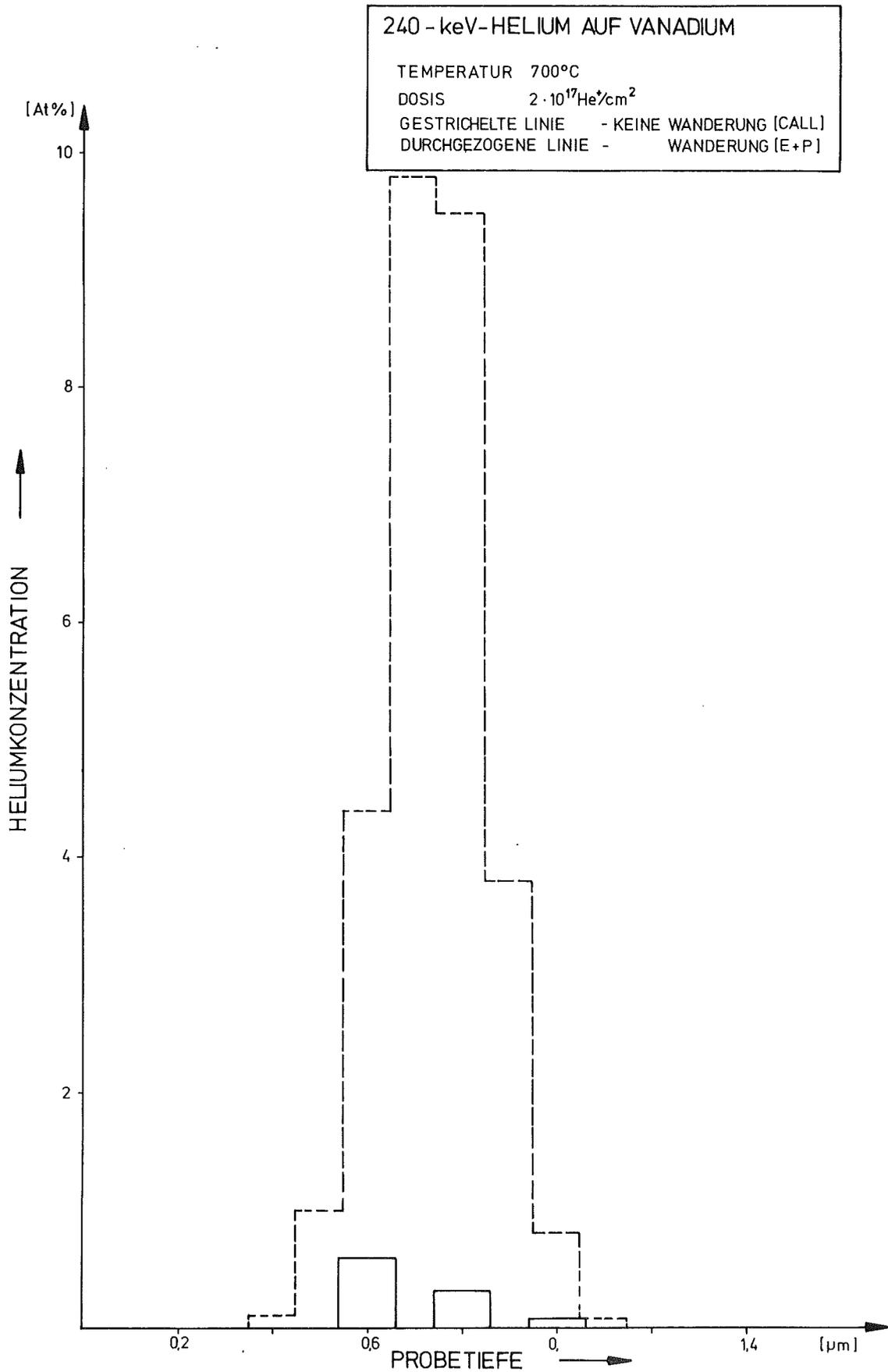


Abb. 5.12 Berechnete und aus der experimentellen Blasengröße und Konzentration bestimmte Helium-Verteilung in Vanadium oberhalb der Blisterdosis

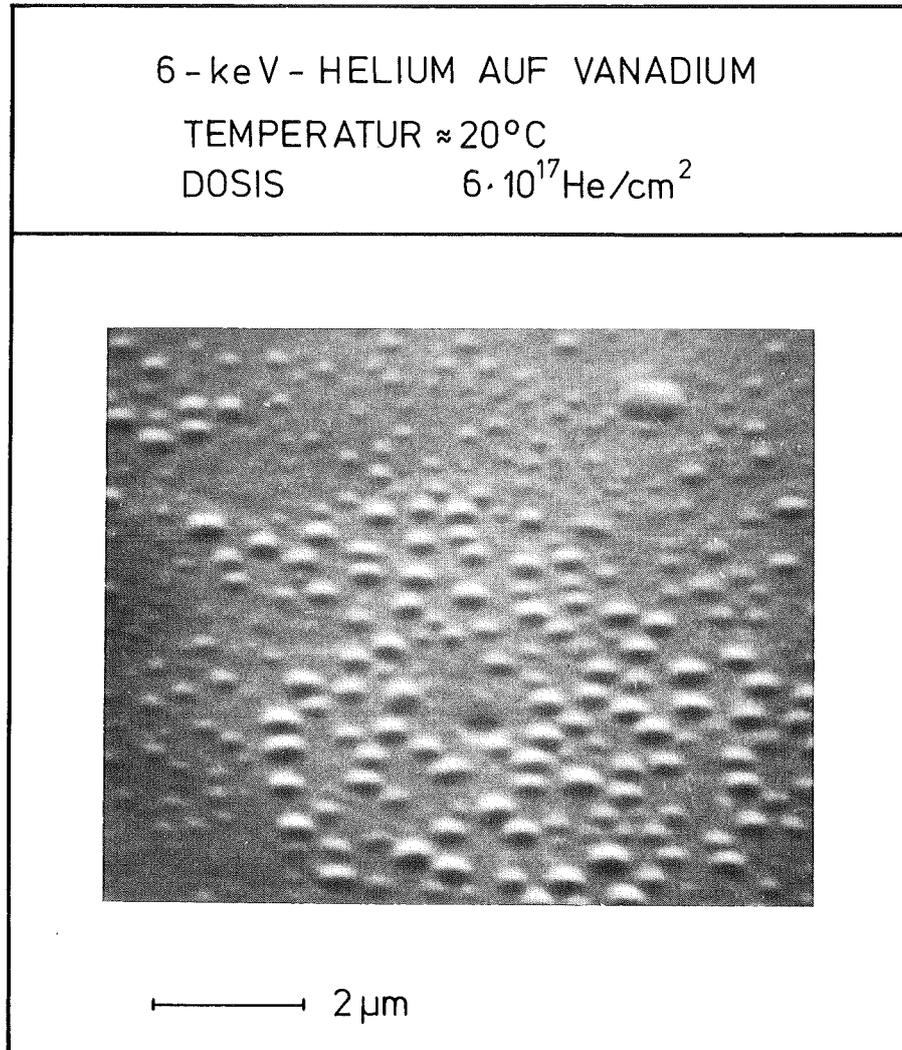


Abb. 5.13 REM-Mikrographie einer 6 keV-He<sup>+</sup>-Bestrahlung von Vanadium