

KfK 4083

Mai 1986

**Simulationsbestrahlungen mit
200 keV Ni-Ionen zur
Untersuchung des
Schwellverhaltens von
Eisen und Nickel sowie der
technischen Legierungen
1.4914 und 1.4970**

K. Exel

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe
Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

KfK 4083

SIMULATIONSBESTRAHLUNGEN MIT 200 keV Ni-IONEN ZUR
UNTERSUCHUNG DES SCHWELLVERHALTENS VON EISEN UND NICKEL
SOWIE DER TECHNISCHEN LEGIERUNGEN 1.4914 UND 1.4970 ⁺

Karl Exel

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., Karlsruhe

⁺Vom Fachbereich Maschinenbau der Technischen
Hochschule Darmstadt genehmigte Dissertation

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Abstract

Exel, Karl

SIMULATIONSBESTRAHLUNGEN MIT 200 keV Ni-IONEN ZUR
UNTERSUCHUNG DES SCHWELLVERHALTENS VON EISEN UND NICKEL
SOWIE DER TECHNISCHEN LEGIERUNGEN 1.4914 UND 1.4970

Das bestrahlungsinduzierte Schwellen von Eisen, Nickel sowie der Stähle 1.4914 und 1.4970 wurde untersucht. Auswahlkriterium für die Werkstoffe war die gleiche Gitterstruktur von Eisen und 1.4914 sowie von Nickel und 1.4970. Aus dem Schwellverhalten von Eisen und Nickel wurde der relative Biasfaktor der Versetzungen in den Werkstoffen berechnet. Er zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem theoretischen Wert. Das niedrigere Schwellen von Eisen gegenüber Nickel kann durch den kleineren Biasfaktor erklärt werden. Das maximale Schwellen der beiden Stähle ist gleich. Es entspricht nicht dem aus der Literatur bekannten Schwellverhalten bei Neutronen und MeV- Ionen Bestrahlung. Ursache hierfür ist eine Veränderung in der Zusammensetzung der Stähle durch Segregation und Ionenimplantation. Die Versetzungs- und Loopstruktur in Eisen und dem martensitischen Stahl 1.4914 ist ähnlich, wobei die Loopstruktur vorherrscht. In Nickel und dem austenitischen Stahl 1.4970 hingegen überwiegen linienförmige Versetzungen.

HEAVY ION IRRADIATION WITH 200 keV Ni-IONS TO STUDY THE
SWELLING OF IRON AND NICKEL AND THE TECHNICAL ALLOYS
1.4914 AND 1.4970

Radiation induced swelling of iron, nickel and of the alloys 1.4914 and 1.4970 was studied. Selection criterion for the materials was the equal lattice structure of iron and 1.4914 as well as of nickel and 1.4970. The relative biasfactors of edge dislocations in iron and nickel were determined from swelling measurements. The experimentally determined biasfaktor in iron is lower than in nickel, in good agreement with calculated biasfactors. The technical alloys 1.4970 and 1.4914 show the same maximum swelling. The opposite is known from swelling, induced by neutron- or MeV- ion irradiation. This may be explained by the modification in the chemical composition of the alloys, caused by ion implantation and by segregation. Dislocation- and loop structure are similar in iron and the martensitic steel 1.4914 with a predominant loop structure, whereas in nickel and the austenitic steel 1.4970 line dislocations are dominant.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Einleitung	1
1. Schwelltheorie	4
1.1 Defekterzeugung	4
1.2 Berechnung der Schädigungsrate	7
1.3 Ratengleichungen	10
1.4 Porenbildung und Wachstum	14
1.5 Einfluß gelöster Gasatome	16
2. Schwellverhalten bestimmende Parameter	19
2.1 Temperatur und Schädigungsrate	19
2.2 Leerstellendiffusion	23
2.3 Versetzungen und Biasfaktor	27
2.4 Rekombination	30
2.5 Korngröße	32
2.6 Ionenimplantation	35
3. Legierungsspezifische Effekte	38
3.1 Trapping	38
3.2 Segregation	49
4. Spezielle Probleme bei Bestrahlungsexperimenten mit niederenergetischen Ionen	55
4.1 Schädigungstiefe und Oberfläche	58
4.2 Schädigungstiefe und Segregation	62
4.3 Einfluß der Ionenimplantation	63
4.4 Einfluß des Sputterns bei Ionenbestrahlung	65
4.4.1 Begrenzung der Schädigungsdosis durch Sputtering	67
4.4.2 Experimentelle Bestimmung der Sputterraten	70

5. Problemstellung	73
5.1 Schwellverhalten ferritischer und austenitischer Stähle	73
5.2 Modelle für das Schwellverhalten ferritischer Stähle	75
5.3 Auswahl der Werkstoffe für die Experimente	82
6. Durchführung der Bestrahlungsexperimente	84
6.1 Bestrahlungseinrichtung	84
6.2 Probenherstellung und Präparation	87
6.3 Bestrahlungsparameter	90
6.4 Heliumimplantation	92
6.5 Elektronenmikroskopie und Auswertung	94
7. Ergebnisse	97
7.1 Schwellverhalten von Nickel	98
7.2 Schwellverhalten von Eisen	109
7.3 Schwellverhalten des austenitischen Stahls DIN 1.4970	115
7.4 Schwellverhalten des ferritisch-martensitischen Stahls DIN 1.4914	119
8. Auswertung und Diskussion	123
8.1 Schwellen	125
8.2 Biasfaktor	128
8.3 Versetzungs- und Loopstruktur	132
Zusammenfassung	135
Literaturverzeichnis	139

Einleitung

Einer der grundlegenden Effekte bei der Bestrahlung metallischer Werkstoffe mit Neutronen, Ionen und Elektronen ist die auf der elastischen Wechselwirkung beruhende Bildung von Frenkeldefekten. Eine hohe Konzentration der bestrahlungsinduzierten Defekte führt unter bestimmten Bedingungen, die von den Bestrahlungsparametern (Teilchenart, Energie, Dosis, Temperatur) und den Werkstoffeigenschaften (im metallkundlichen Sinn; Zusammensetzung, Vorbehandlung) abhängen, zur Bildung von sogenannten Poren und einem damit verbundenen Schwellen des Materials.

Reaktorelemente, die unter Bedingungen eingesetzt werden, bei denen Porenbildung möglich ist, sind Brennstabhüllen und Brennelementkästen im Schnellen Brüter. Über die bestrahlungsinduzierte Porenbildung in einem austenitischen Stahl, der als Hüllwerkstoff in einem Schnellen Brüter eingesetzt war, berichtet erstmals Cawthorne und Fulton (Ca-67). Außer dem allgemeinen wissenschaftlichen Interesse, die grundlegenden Gesetzmäßigkeiten der Porenbildung zu verstehen, besteht wegen der Relevanz der mit dem Schwellen auftretenden Probleme für die projektierten bzw. im Bau befindlichen Schnellen Brutreaktoren ein fundamentales technisches und wirtschaftliches Interesse, schwellresistente Werkstoffe für die Corekomponenten zu entwickeln. Hieraus ergibt sich auch das Vorgehen bei Werkstoffuntersuchungen. Es werden bekannte Reaktorwerkstoffe auf ihr Schwellverhalten hin untersucht. Man variiert dann die Legierungskomponenten und die Vorbehandlung der Werkstoffe in einem sinnvollen Rahmen. Die am besten geeigneten Werkstoffe (Schwellen, Kriechen, Korrosion usw.) werden dann technisch eingesetzt. An reinen Metallen und binären Legierungen werden die grundlegenden Mechanismen der Strahlenschädigung und des Porenschwellens untersucht.

Experimente zum Schwellverhalten der Werkstoffe unter realen Bedingungen erfordern in Reaktoren wegen des relativ kleinen Verlagerungsquerschnitts der Neutronen mit Gitteratomen sehr lange Bestrahlungszeiten. In Schnellen Brutreaktoren

z.B. entspricht die in einem Jahr akkumulierte Neutronendosis ($E > 0.1 \text{ MeV}$) von ca. $4 \cdot 10^{22} \text{ n/cm}^2$ einer Schädigungsdosis von ca. 20 dpa. Da der Verlagerungsquerschnitt bei der Bestrahlung mit nieder- und hochenergetischen Ionen bzw. Elektronen um mehrere Zehnerpotenzen größer als bei der Neutronenbestrahlung ist, beträgt die Bestrahlungszeit zur Erzielung einer vergleichbaren Schädigungsdosis nur Minuten bis Stunden. Die Bestrahlung mit Ionen führt jedoch nur zu einer relativ dünnen geschädigten Schicht, die aufgrund der geringen Eindringtiefe der Ionen nahe an der Oberfläche liegt. Vor allem bei der Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen führt dies zu Schwierigkeiten bei der Interpretation der experimentellen Ergebnisse. Rückschlüsse aus dem Schwellverhalten bei der Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen auf das Schwellen bei Neutronenbestrahlung sind daher äußerst schwierig. Auf die speziellen Probleme, die bei der Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen auftreten, wird in Kap. 4 eingegangen. Eine allgemeine Kritik an der "Simulationsmethode" von Strahlenschäden durch Ionen- und Elektronenbestrahlung geben Averbek (Av-78), Bullough (Bu-77) und Yoo (Yo-79).

Der Einfluß der Bestrahlungsparameter (Schädigungsrate, Temperatur) und von Materialgrößen (Punktdefektbeweglichkeit, Versetzungsdichte, Biasfaktor, Korngröße) auf das Schwellen ist relativ gut untersucht und erklärt (Ma-78a), (Ma-80), (No-72, 72a). Um das Schwellen der in den Reaktoren eingesetzten Werkstoffe zu verstehen, wird im zunehmenden Maße der Einfluß der chemischen und strukturellen Zusammensetzung der Werkstoffe untersucht. Schwerpunkte sind hierbei das "Trapping" (Einfang von Punktdefekten an Fremdatomen) (Sm-73) und die durch bestrahlungsinduzierte Segregation bedingte Änderung der chemischen Zusammensetzung der Werkstoffe in der Umgebung von Punktdefektsenken (Br-75). Der Trappingmechanismus und die Segregation sowie ihr Einfluß auf das Schwellen werden in Kap. 3 beschrieben.

Bei der Bestrahlung mit Neutronen, Ionen und Elektronen zeigen ferritische gegenüber austenitischen Stählen ein relativ geringes Schwellen (Li-79), (Jo-74), (Ar-78). Eine allgemeine Erklärung für das geringe Schwellen der Ferrite konnte bisher nicht gegeben werden. Diskutiert werden Trapping- und Segregationsmechanismen (Ha-78), (Li-79a), (Li-80), der Einfluß der Loop- und Versetzungsstruktur (Li-80), (Ge-82) sowie Unterschiede im Biasfaktor der Versetzungen (Sn-83). Die zur Zeit in der Literatur diskutierten Modelle zur Erklärung des niedrigen Schwellens der Ferrite werden in Kap. 5 beschrieben.

Bedingt durch das kleinere Relaxationsvolumen von Eigenzwischen-gitteratomen ist der Biasfaktor von Versetzungen nach Snigowski (Sn-83) in krz Werkstoffen kleiner als in kfz. Das geringere Schwellen der Ferrite (krz) gegenüber dem Schwellen der Austenite (kfz) kann hierdurch erklärt werden.

Ziel der Arbeit ist es, den theoretisch vorhergesagten Unterschied im Biasfaktor von Versetzungen an Eisen (krz) und Nickel (kfz) zu überprüfen. In Kap. 2.4 wird hierzu eine Beziehung für die Berechnung des Biasfaktors aus experimentell meßbaren Größen (Schwellrate, Porendichte, mittlerer Porendurchmesser und Versetzungsdichte) abgeleitet.

Inwieweit die in Kap. 4 aufgezeigten Probleme bei der Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen sinnvolle Experimente an technischen Legierungen zulassen, wird durch die Bestrahlung eines austenitischen und eines ferritischen Stahls mit 200 keV Ni^+ - Ionen untersucht.

Die Auswahlkriterien für die untersuchten Werkstoffe sind in Kap. 5.3 beschrieben, die Bestrahlungseinrichtung, Probenherstellung, Bestrahlungsparameter und Auswertung in Kap. 6. Im Anschluß daran erfolgt die Darstellung, Auswertung und Diskussion der Meßergebnisse.

1. Schwelltheorie

1.1 Defekterzeugung

Bei der Bestrahlung metallischer Werkstoffe mit Neutronen, Schwerionen und hochenergetischen Elektronen kommt es zu elastischen und inelastischen Wechselwirkungen der Teilchen mit den Gitteratomen. Inelastische Wechselwirkungen bei Neutronenbestrahlung sind z.b. (n,α) -, (n,β) - und (n,p) -Prozesse, bei der Bestrahlung mit geladenen Teilchen eine Anregung der Elektronenhülle.

Elastische Wechselwirkungen zwischen den eingeschossenen Teilchen und den Gitteratomen führen bei genügend großem Energieübertrag zu einer Verlagerung von Gitteratomen. Am Gitterplatz entsteht eine Leerstelle. Das Gitteratom wird auf einem Zwischengitterplatz eingebaut. Die stabile Konfiguration Leerstelle - Zwischengitteratom wird als Frenkeldefekt bezeichnet.

Die durch elastische Wechselwirkung maximal übertragbare Energie

$$E_{2,\max} = \frac{4 M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} E_1 \quad (1.1)$$

wird nach der klassischen Stoßtheorie berechnet.

In Tabelle 1.1 sind die maximalen Energieüberträge auf Nickel aufgelistet.

Stoßendes Teilchen	Energie E_1	Übertragene Energie $E_{2\max}$
Neutron	2 MeV (Spaltung)	131 keV
Elektron	1 MeV (HVEM)	37 eV
Helium	200 keV <small>Testinjektor GSI</small>	47.8 keV
Nickel	200 keV <small>Testinjektor GSI</small>	200 keV
Nickel	45 MeV	45 MeV

Tabelle 1.1 Maximaler Energieübertrag auf Nickelatome.

Die für die Bildung eines stabilen Frenkeldefektes nötige Energie E_D ist stark von der Orientierung des Gitters abhängig. Für Nickel und Eisen ist die Verlagerungsenergie für verschiedene Orientierungen in Tabelle 1.2 aufgelistet.

Material	Orientierung	E_D [eV]	Meßtechnik
Ni	$\langle 100 \rangle$	31	HVEM
	$\langle 110 \rangle$	23	HVEM
	$\langle 111 \rangle$	28	HVEM
Fe	$\langle 100 \rangle$	17	Beschleuniger
	$\langle 110 \rangle$	30	Beschleuniger
	$\langle 111 \rangle$	30	Beschleuniger
	$\langle 100 \rangle$	17	Rechnung
	$\langle 110 \rangle$	34	Rechnung
	$\langle 111 \rangle$	38	Rechnung

Tabelle 1.2 Verlagerungsenergie E_D für Nickel und Eisen nach Gittus (Gi-78a)

Aus Tabelle 1.1 und 1.2 ist ersichtlich, daß bei der Bestrahlung mit Elektronen maximal die Verlagerungsenergie E_D auf ein Gitteratom übertragen werden kann. Es werden also nur einzelne Frenkeldefekte erzeugt.

Bei der Bestrahlung mit Neutronen bzw. Ionen wird auf das erste primär aus seinem Gitterplatz gestoßene Atom (PKA primär knock-on atom) ein Vielfaches der Verlagerungsenergie übertragen. Das PKA ist seinerseits in der Lage durch elastische Stoßprozesse weitere Gitteratome zu verlagern. Hierdurch entsteht eine Stoßkaskade. In Abbildung 1.1 ist die Stoßkaskade wie sie bei der Bestrahlung mit Ionen entsteht schematisch dargestellt.

Da Ionen über Coulombkräfte mit den Gitteratomen wechselwirken, ist der Wechselwirkungsquerschnitt relativ groß und die freie Weglänge zwischen zwei Stößen klein. Dies führt zu einer Überlagerung der Stoßkaskaden und einer Beschränkung der Schädigung auf einen Bereich nahe der Oberfläche. Oberflächeneffekte spielen daher bei Ionenbestrahlung eine große Rolle.

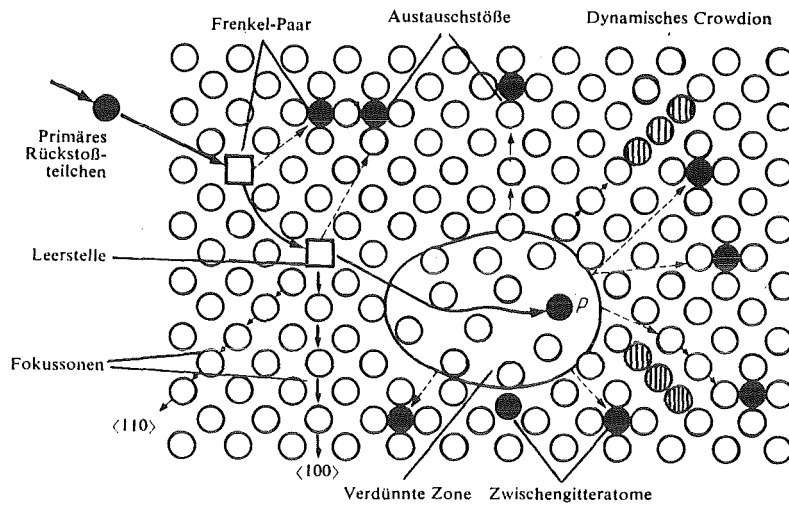


Abb. 1.1 Fehlstellenkonfiguration nach der Bestrahlung mit hochenergetischen Teilchen (Se-65)

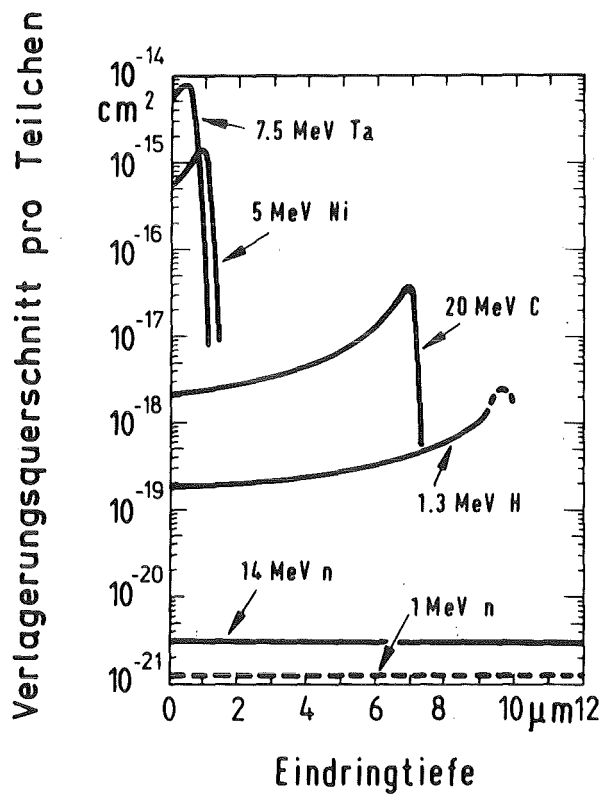


Abb. 1.2 Verlagerungsquerschnitt pro einfallendem Ion als Funktion der Eindringtiefe in einem Ni-Target nach Kulcinski (Ku-71)

Der Wechselwirkungsquerschnitt zwischen Neutronen und Gitteratomen ist relativ klein und somit die freie Weglänge eines Neutrons im Gitter groß. Die Verlagerungskaskaden überlagern sich nicht. Wegen der großen freien Weglänge dringt das Neutron weit in das Gitter ein und erzeugt somit eine homogene Schädigung. Abbildung 1.2 zeigt den Verlauf der Schädigungsrate (Vermagerung pro einfallendem Teilchen) in Nickel für Neutronen und verschiedene Ionen.

1.2 Berechnung der Schädigungsrate

Die Nukleation und das Wachsen von Poren wird durch die Anzahl der bei der Bestrahlung durch elastische Wechselwirkung erzeugten stabilen Frenkeldefekte bestimmt.

Für die Berechnung der Anzahl der Frenkeldefekte wurden verschiedene Modelle entwickelt (Kinchin und Pease (Ki-55), Nelson (Ne-69) und Norget (No-75). Als Standard hat sich das empirische NRT - Modell von Norget, Robinson und Torrens (No-75) durchgesetzt.

Die Anzahl der Frenkeldefekte N_D , die durch ein PKA erzeugt werden ist nach dem NRT - Modell gegeben durch

$$N_D = \frac{\kappa \cdot E_{\text{Damage}}}{2E_D} \quad (1.2)$$

Hierbei ist E_{Damage} der elastische Energieverlust und κ die Verlagerungseffektivität. N_D wird in der Literatur als Kaskadenfaktor bezeichnet. Der elastische Energieverlust wird nach dem Kaskadenmodell von Lindhard, Nielsen, Scharff und Thomsen (Li-63) berechnet. Es gilt:

$$E_{\text{Damage}} = \frac{E}{1 + kg(\epsilon)} \quad (1.3)$$

mit

$$g(\epsilon) = 3.4008 \epsilon^{1/6} + 0.40244 \epsilon^{3/4} + \epsilon$$

$$k = \frac{0.0796 \cdot Z_1^{2/3} \cdot Z_2^{1/2} \cdot (A_1 + A_2)^{3/2}}{(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{3/4} \cdot A_1^{3/2} \cdot A_2^{1/2}}$$

$$\epsilon = [A_2 E / (A_1 + A_2)] [a / Z_1 Z_2 e^2]$$

$$a = (9\pi^2 / 128)^{1/3} a_0 [Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3}]^{-1/2}$$

und

A_1 = Massenzahl Ion

A_2 = Massenzahl Matrixatom

Z_1 = Kernladungszahl Ion

Z_2 = Kernladungszahl Matrixatom

e = Elementarladung

a_0 = Bohrscher Atomradius.

Der totale Verlagerungsquerschnitt eines Gitteratoms in der durch ein PKA erzeugten Stoßkaskade wird berechnet nach

$$\sigma_D = \int_{E_D}^{T_{\max}} N_D(T) d\sigma(E, T) . \quad (1.4)$$

Dabei ist T_{\max} die bei einem Stoß maximal übertragbare Energie nach Gleichung (1.1) und $d\sigma(E)$ der differentielle Wirkungsquerschnitt für die Energieübertragung.

Um Neutronen und Ionenbestrahlungen vergleichen zu können, wird die durch die Bestrahlung in der Matrix erzeugte Schädigung durch die Schädigungsrate K beschrieben. Die Schädigungsrate K ist die Anzahl der im Schädigungsvolumen pro Gitteratom und Sekunde erzeugten Frenkeldefekte. Sie wird in Verlagerungen pro Gitteratom und Sekunde (dpa/s auf engl. displacement per atom/s) angegeben. Mit dem Verlagerungsquerschnitt $\sigma_D(E)$ und dem Teilchenfluß $\Phi(E)$ erhält man für die Schädigungsrate K

$$K = \int_0^{E_{\text{Max}}} \sigma_D(E) \Phi(E) dE . \quad (1.5)$$

Für einen monoenergetischen Teilchenstrom mit der Energie E_1 ist die Schädigungsrate

$$K = \sigma_D(E_1) \Phi(E_1) . \quad (1.5a)$$

Bei der Bestrahlung mit Ionen ist die örtliche Schädigungsrate $K(x)$ von Interesse. Die Schädigungsrate in Abhängigkeit von der Eindringtiefe x wird in erster Näherung berechnet nach

$$K(x) = \frac{\kappa}{2 E_D} S_D(x) . \quad (1.6)$$

Hierbei beschreibt $S_D(x)$ den nuklearen Energieübertrag durch elastische Stöße an der Stelle x in eV/cm. Kulcinski (Ku-71a) gibt für $S_D(x)$ die Beziehung

$$S_D(x) = \int_x^{\infty} f(x') S(x'-x) dx' \quad (1.7)$$

an, wobei $f(x')$ die Wahrscheinlichkeit für ein Ion ist an der Stelle x' abgebremst zu werden. Für Rechnungen wird in der Regel von einer Gaußschen Reichweitenverteilung ausgegangen. Channeling Effekte werden nicht berücksichtigt. Der nukleare Energieübertrag $S(x'-x)$ der Ionen durch elastische Stöße in der verbleibenden Reichweite $(x'-x)$ berechnet sich nach

$$S(E(x'-x)) = N_T \int_{E_D}^{T_m} T \eta(T) d\sigma(T) , \quad (1.8)$$

$$\eta(T) = [1 + k g(\epsilon)]^{-1} .$$

Hierbei ist $d\sigma$ der nukleare Wirkungsquerschnitt und $\eta(T)$ der Korrekturfaktor nach Lindhard (Li-63).

Eine Näherung für die Berechnung von K gibt Glowinski (Gl-73) an:

$$K = N_D \cdot \Phi / N_T \cdot x \quad (1.9)$$

mit $N_T \text{ [cm}^{-3}\text{]} = \text{Targetdichte}$
 $x \text{ [cm]} = \text{Breite der geschädigten Schicht.}$

Bei der Näherung (1.9) wird davon ausgegangen, daß alle Frenkeldefekte in einer Schicht der Stärke x erzeugt werden. Die Schädigungsrate K in der geschädigten Schicht wird als konstant angenommen. Glowinski macht keine allgemeine Angabe über Größe und Lage von x. Vom Autor wird nur ein Beispiel angegeben. Kaletta (Ka-76) nimmt als geschädigte Schicht x den Bereich an, innerhalb dessen 95% der Ionen implantiert werden ($x = 3.92 \Delta R_p$, ΔR_p = Standardabweichung der projizierten Reichweite R_p).

1.3 Ratengleichungen

Das dynamische Verhalten der Defektkonzentrationen wird durch die chemischen Ratengleichungen beschrieben.

$$\frac{\partial c_v}{\partial t} = \nabla (D_v \nabla c_v) + K_v - k_v^2 D_v c_v - \alpha c_v c_i \quad (1.10)$$

$$\frac{\partial c_i}{\partial t} = \nabla (D_i \nabla c_i) + K_i - k_i^2 D_i c_i - \alpha c_v c_i \quad (1.11)$$

In den Gl. (1.10) und (1.11) sind die einzelnen Größen nach der von Brailsford und Bullough (Br-72) angegebenen Schreibweise dargestellt. Die Indizes v und i stehen für Leerstellen (engl. vacancies) bzw. Zwischengitteratome (engl. interstitials). Bei der Beschreibung der Defektkonzentrationen mit den Gl. (1.10) und (1.11) wird von folgenden vereinfachenden Annahmen ausgegangen:

1. die durch die Bestrahlung erzeugten Punktdefekte sind homogen über die Matrix verteilt,
2. die Senken und Quellen für die Punktdefekte sind homogen über die Matrix verteilt,
3. Einfach - Leerstellen und Zwischengitteratome sind die einzigen beweglichen Defekte.

Experimentell beobachtete Effekte wie z.B. bevorzugte Porenbildung an Versetzungen, Bildung porenfreier Zonen an Korngrenzen und die Segregation von Fremdelementen an Punktdefektsenken werden durch die Ratengleichungen (1.10) und (1.11) nicht beschrieben, da die Ratengleichungen von vorhandenen Poren ausgehen.

Die linke Seite des Gleichungssystems beschreibt die zeitliche Änderung der Defektkonzentrationen c_v und c_i . Für die Untersuchung des Einflusses der einzelnen Senkentypen auf die Defektkonzentration und das Schwellen wird vom stationären Zustand $\partial c_{v,i}/\partial t = 0$ ausgegangen. Zeitabhängige Rechnungen von Mayer (Ma-80) zeigen, daß sich der stationäre Zustand in der Defektkonzentration, im Temperaturbereich des Schwellens, nach einigen μs einstellt.

Der erste Term auf der rechten Seite der Gleichungen beschreibt die Diffusionsverluste an äußeren Oberflächen.

K_v und K_i sind die effektiven Produktionsraten für die Punktdefekte. Sie setzen sich aus den durch die Bestrahlung erzeugten ($K_{\text{Bestr.}}$) und an inneren Quellen emittierten Defekten zusammen:

$$K_{v,i} = K_{\text{Bestr.}} + \sum_j (K_{v,i})_j. \quad (1.12)$$

Hierbei erfolgt die Summation über alle im Material vorkommenden Senkentypen j . Wegen der hohen Bildungsenergie für Zwischengitteratome ($E_i^f \approx 3 - 4$ eV) werden an inneren Quellen nur Leerstellen ($E_v^f \approx 1 - 2$ eV) emittiert.

Der Verlust von Punktdefekten an inneren Senken wird durch den Term $k_{v,i}^2 D_{v,i} c_{v,i}$ beschrieben. Sind im Material j verschiedene Senkentypen vorhanden, so ist die Gesamt-senkenstärke

$$k_{v,i}^2 = \sum_j (k_{v,i}^2)_j. \quad (1.13)$$

Senken und Quellen für Punktdefekte sind:

1. Versetzungen
2. Korngrenzen
3. Trappingzentren für Leerstellen
und Zwischengitteratome
4. Ausscheidungen
5. Leerstellen- und Zwischengitteratom-
Loops
6. Poren

In Tabelle 1.3 sind die Senkenstärken und die Emissionsraten für die einzelnen Senkentypen nach der Nomenklatur von Brailsford (Br-78) aufgelistet.

$D_{v,i}$ ist der Diffusionskoeffizient der Punktdefekte

$$D_{v,i} = D_{v,i}^0 \exp[-E_{v,i}^m / k T]. \quad (1.14)$$

Hierbei ist $E_{v,i}^m$ die Bewegungsenergie der Punktdefekte, k die Boltzmannkonstante und T die absolute Temperatur.

Für den stationären Fall $\partial c_{v,i} / \partial t = 0$ und unter Vernachlässigung von Diffusionsverlusten erhält man das Gleichungssystem

$$0 = K_v - D_v c_v k_v^2 - \alpha c_v c_i \quad (1.15)$$

$$0 = K_i - D_i c_i k_i^2 - \alpha c_v c_i. \quad (1.16)$$

Senkentyp	Senkenstärke	Abdampfrate
Poren	$k_{v,ic}^2 = 4 \pi r_c C_c (1 + r_c k_{v,ic})$	$K_{vc} = k_{vc}^2 D_v c_v^{th} \exp[(\frac{2\gamma}{r_c} - p_g) \Omega / kT]$ $K_{ic} = 0$
Korngrenzen	$k_{v,igb}^2 = \frac{3}{R_{gb}} k_{v,isc}$ $k_{v,isc}^2 = k_{v,i}^2 - k_{v,igb}^2$	$K_{vgb} = D_v c_v^{th} k_{vgb}^2$ $K_{igb} = 0$
Versetzungs - netzwerk	$k_{v,n}^2 = Z_v \varphi_n$ $k_{i,n}^2 = Z_i \varphi_n$	$K_{vn} = k_{vn}^2 D_v c_v^{th}$ $K_{in} = 0$
Leerstellen Loops	$k_{v,VL}^2 = Z_v \varphi_{VL}$ $k_{i,VL}^2 = Z_i \varphi_{VL}$ $\varphi_{VL} = 2 \pi N_{VL} r_{VL}$	$K_{vVL} = k_{vVL}^2 D_v c_v^{th} \exp[(\gamma_{SF} + F_{el}(r_{VL})) \times b^2 / kT]$ $K_{iVL} = 0$ $F_{el} = \frac{1}{2 \pi r} \frac{\partial}{\partial r} (E_{el})$
Zwischengitter - atom Loops	$k_{v,IL}^2 = Z_v \varphi_{IL}$ $k_{i,IL}^2 = Z_i \varphi_{IL}$ $\varphi_{IL} = 2 \pi N_{IL} r_{IL}$	$K_{vIL} = k_{vIL}^2 D_v c_v^{th} \exp[-(\gamma_{SF} + F_{el}(r_{IL})) \times b^2 / kT]$ $K_{iIL} = 0$ $F_{el} = \frac{1}{2 \pi r} \frac{\partial}{\partial r} (E_{el})$
Zwischengitter - atom Trapping - zentren	$k_{v,IT}^2 = \frac{k_{IT}^2 f_{IT} (1 + k_v r_{IT})}{f_{IT} + s (1 + k_v r_{IT})}$ $k_{i,IT}^2 = \frac{k_{IT}^2 (1 - f_{IT}) (1 + k_i r_{IT})}{1 - f_{IT} + s (1 + k_i r_{IT})}$ $k_{IT}^2 = 4 \pi r_{IT} C_{IT}$ $s = b / r_{IT}$	$K_{vIT} = 0$ $c_i^\infty = \frac{K_i}{k_i^2 D_i}$ $K_{iIT} = D_i k_{iIT}^2 \frac{f_{IT}}{1 - f} c_i^B c_i^\infty$ $c_i^B = \exp[-E_{IT} / kT]$
Leerstellen Trapping - Zentren	$k_{v,VT}^2 = \frac{k_{VT}^2 (1 - f_{VT}) (1 + k_v r_{VT})}{1 - f_{VT} + s (1 + k_v r_{VT})}$ $k_{i,VT}^2 = \frac{k_{VT}^2 f_{VT} (1 + k_i r_{VT})}{f_{VT} + s (1 + k_i r_{VT})}$ $k_{VT}^2 = 4 \pi r_{VT} C_{VT}$ $s = b / r_{VT}$	$K_{vVT} = D_v k_{vVT}^2 \frac{f_{VT}}{1 - f_{VT}} c_v^B c_v^\infty$ $K_{iVT} = 0$ $c_v^\infty = \frac{K_v}{k_v^2 D_v}$ $c_v^B = \exp[-E_{VT} / kT]$

Tabelle 1.3 Senkenstärken und Emissionsraten nach Brailsford (Br-78)

Das Gleichungssystem hat eine analytische Lösung

$$c_v = \frac{D_i k_i^2}{2\alpha} \left[-(1-\mu) + \{(1+\mu)^2 + \eta\}^{1/2} \right] \quad (1.17)$$

$$c_i = \frac{D_v k_v^2}{2\alpha} \left[-(1+\mu) + \{(1+\mu)^2 + \eta\}^{1/2} \right] \quad (1.18)$$

$$\eta = 4\alpha K_i / D_i D_v k_i^2 k_v^2 \quad (1.19)$$

$$\mu = (K_v - K_i) \eta / 4 K_i \quad (1.20)$$

1.4 Porenbildung und Wachstum

Der Mechanismus der Porenbildung ist bisher noch nicht eindeutig geklärt. Theoretisch sind folgende Keimbildungsmechanismen möglich:

1. Gleichzeitiges Ausscheiden von Leerstellen und Zwischengitteratomen aus übersättigter Lösung in getrennten Keimen (homogene Nukleation)
2. Bildung aus leerstellenreichen Verlagerungskaskaden
3. Heterogene Keimbildung an nicht gasförmigen Verunreinigungen (Ausscheidungen und gelöste Fremdelemente)
4. Heterogene Keimbildung an Gasatomclustern oder einzelnen Gasatomen.

Experimentell zeigt sich jedoch, daß die Nukleation nicht durch einen Einzelmechanismus erklärt werden kann. Vielmehr muß davon ausgegangen werden, daß die Nukleation durch eine Überlagerung mehrerer Effekte bestimmt wird. Die theoretische Beschreibung der Porenbildung ist daher äußerst schwierig.

Grundlegende Arbeiten auf dem Gebiet der Nukleationstheorie stammen von Russel (Ru-71, Ru-78), Wiedersich (Wi-71) und Mayer (Ma-80). Die theoretischen Modelle enthalten jedoch zum Teil widersprüchliche Annahmen, wie z.B. Mayer am Modell von Russel zeigt.

Mit den Theorien kann die Porendichte nur näherungsweise beschrieben werden. Beim Vergleich berechneter und experimentell ermittelter Porendichten ergeben sich starke Abweichungen. Dies wird am folgenden Beispiel gezeigt. Abbildung 1.3 zeigt die nach der Theorie von Russel (Ru-78) und Maydet (Ma-79) berechnete Porendichte in Nickel, dem Stahl AISI 316 und der Nickel-Basislegierung PE 16 im Vergleich mit gemessenen Werten. Beim Stahl AISI 316 zeigen gemessene und berechnete Porendichte eine gute Übereinstimmung. Für die Rechnung wurde jedoch gegenüber dem Experiment eine um drei Zehnerpotenzen niedrigere Schädigungsrate verwendet. Die für Nickel berechnete Porendichte stimmt mit den experimentellen Werten von PE 16 überein. Die experimentellen Werte von Nickel werden durch die theoretischen Werte von PE 16 beschrieben.

Den Unterschied zwischen den theoretischen und experimentellen Werten führen die Autoren bei PE 16 auf die Nichtberücksichtigung der γ' Ausscheidungen zurück, bei Nickel auf die um den Faktor zehn größere Heliumkonzentration beim Experiment gegenüber der Rechnung.

Die Wachstumsrate der Poren erhält man aus der Bilanz des Zu- und Abstromes von Punktdefekten.

$$\begin{aligned} \text{Wachstumsrate} = & \text{Zustrom von Leerstellen} \\ & - \text{Zustrom von Zwischengitteratomen} \\ & - \text{Emission von Leerstellen} \\ & + \text{Emission von Zwischengitteratomen} \end{aligned}$$

Die Emission von Zwischengitteratomen kann wegen der hohen Bildungsenergie vernachlässigt werden. Nach der Nomenklatur von Brailsford (Br-78) wird die Wachstumsrate einer Pore beschrieben durch

$$\frac{dr_c}{dt} = \frac{1}{4\pi r_c^2 \varphi_c} \left\{ D_v c_v k_{vc}^2 - D_i c_i k_{ic}^2 - D_v \bar{c}_v k_{vc}^2 \right\} \quad (1.21)$$

mit $\bar{c}_v = c_v^{th} \exp\left[\left(\frac{2\gamma}{r_c} - p\right) \Omega / kT\right]$. (1.22)

$$c_v^{th} = \exp[S_v^f/k] \exp[-E_v^f/kT] \quad (1.23)$$

Da die Bildungsentropie S_v^f für Leerstellen in Metallen ca. k ist, ergibt sich für die thermische Leerstellenkonzentration

$$c_v^{th} \approx \exp[-E_v^f/kT] \quad (1.23a)$$

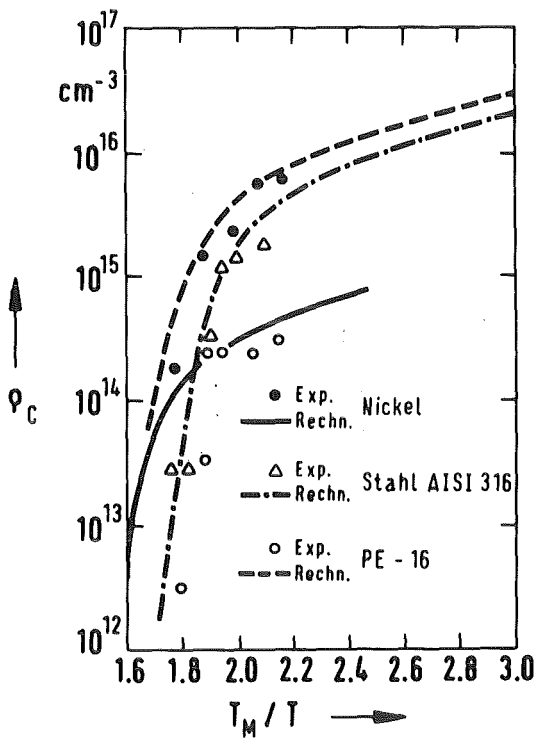


Abb. 1.3

Experimentelle und berechnete Porendichte, Russel (Ru-78) und Maydet (Ma-79)

1.5 Einfluß gelöster Gasatome

Der Einfluß gelöster Gase auf die Porenbildung ist experimentell weitgehend untersucht. Einzelne Gasatome und Gasblasen sind Nukleationskeime für Poren. Glowinski (Gl-76) konnte experimentell zeigen, daß beim Fehlen von Gasatomen in Kupfer bei Eigenionenbestrahlung unter bestimmten Voraussetzungen keine Porenbildung erfolgt.

Neben den in jedem Werkstoff als Verunreinigungen enthaltenen Gase entstehen bei Neutronenbestrahlungen durch die inelastischen (n,α) und (n,p) - Reaktionen Helium und Wasserstoff im Material.

Um Ionen- und Elektronenbestrahlungen mit Neutronenbestrahlungen vergleichen zu können wird bei den Simulationsbestrahlungen Helium implantiert. Der Einfluß des Heliums auf die Porenbildung ist jedoch von der Implantationsweise abhängig. Experimentell werden folgende Implantationsverfahren angewendet:

1. Implantation des Heliums bei Raumtemperatur vor der Bestrahlung
2. Implantation des Heliums simultan zur Bestrahlung

Packan (Pa-78) konnte zeigen, daß bei simultaner Heliumimplantation das Schwellverhalten von Nickel dem ohne Helium vergleichbar ist. Wird das Helium vor der Bestrahlung implantiert, so nimmt die Porendichte im gesamten Temperaturbereich zu. Gleichzeitig ist eine Abnahme des mittleren Porendurchmessers zu beobachten. Das unterschiedliche Schwellverhalten erklärt Packan durch die bei der Vorimplantation erhöhte Versetzungsdichte und die hierdurch bedingte Stabilisierung der Porenkeime.

Die Porendichte in Nickel als Funktion der Temperatur ohne Helium mit simultan und vorimplantiertem Helium bei der Bestrahlung mit 4 MeV Ni^+ - Ionen ist in Abb. 1.4 dargestellt.

Neben der Rolle als Nukleationskeime spielen Gasatome beim Wachsen von Poren eine Rolle. Die in einer Pore gelösten Gasatome senken die Oberflächenspannung und somit die Emission von Leerstellen an der Porenoberfläche. Hierdurch wird die Wachstumsrate dr/dt erhöht. Die Emissionsrate von Leerstellen an einer Pore ist nach Brailsford (Br-78) (Tabelle 1.3) gegeben durch

$$K_{v,c} = k_{v,c}^2 D_v c_v^{\text{th}} \exp \left[\left(\frac{2\gamma}{r_c} - p \right) \Omega / kT \right] . \quad (1.24)$$

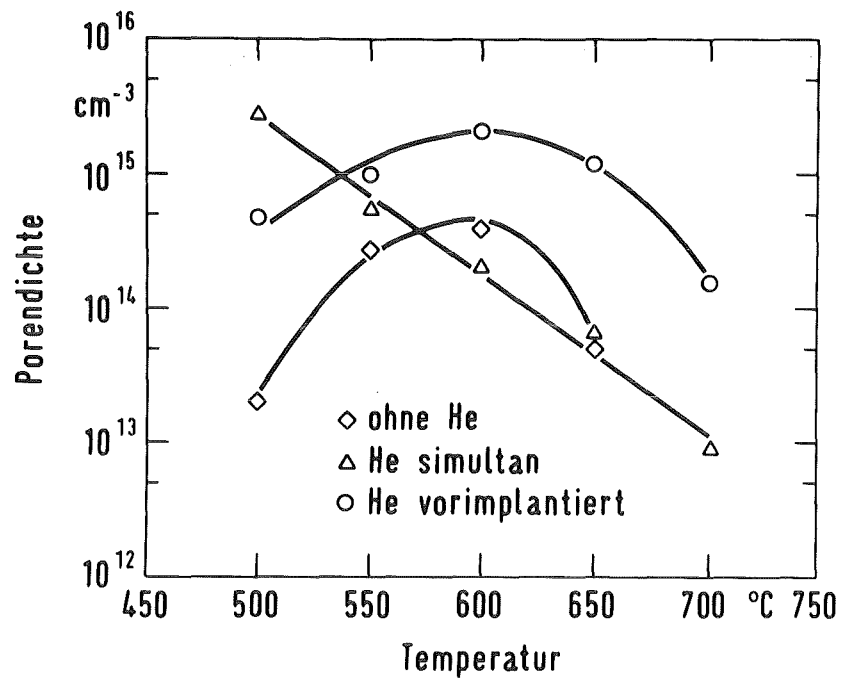


Abb. 1.4 Porendichte in Nickel als Funktion der Temperatur für unterschiedliche Heliumimplantationstechniken Packan (Pa-78)

2. Schwellverhalten bestimmende Parameter

Das Schwellverhalten von Reinstmetallen wird bei der Bestrahlung mit Neutronen und geladenen Teilchen durch folgende Größen bestimmt:

1. Schädigungsrate
2. Temperatur
3. Beweglichkeit der Punktdefekte
4. Versetzungsstruktur vor der Bestrahlung und durch die Bestrahlung induzierte Versetzungen
5. Rekombination
6. Korngröße
7. bei Ionenbestrahlung durch die implantierten Ionen

Der Einfluß der einzelnen Größen auf das Schwellen ist theoretisch und experimentell gut untersucht. Die theoretische Beschreibung der Überlagerung mehrerer Effekte erweist sich jedoch als äußerst schwierig. Das Fehlen zuverlässiger Materialdaten wie z.B. die Bewegungsenergie der Punktdefekte, der Oberflächen- und Stapelfehlerenergie kommt erschwerend hinzu.

Im folgenden Kapitel wird der Einfluß der einzelnen Größen auf das Schwellen, soweit er für die durchgeführten Experimente von Bedeutung ist näher beschrieben.

2.1 Temperatur und Schädigungsrate

Bei der Bestrahlung metallischer Werkstoffe mit Neutronen, Ionen oder Elektronen wird Porenbildung nur in einem bestimmten Temperaturbereich beobachtet. Bei Neutronenbestrahlung liegt dieser Bereich zwischen $0.3 < T/T_m < 0.5$ wobei T die absolute Temperatur und T_m die absolute Schmelztemperatur des betreffenden Werkstoffes ist.

Der Temperaturbereich in dem die Materialien schwellen hängt von der Beweglichkeit der Leerstellen und der Leerstellenübersättigung ab. Bei niedriger Temperatur sind die Leerstellen nahezu unbeweglich. Die Nukleation wird hierdurch trotz einer größeren Leerstellenübersättigung unterdrückt.

Mit steigender Temperatur nimmt die bestrahlungsinduzierte Leerstellenübersättigung ab und sinkt unter den für die Porennukleation nötigen Wert ab. Hierdurch entsteht die typische glockenförmige Schwellkurve.

Von Interesse sind nun die untere und obere Grenztemperatur ϑ_s und ϑ_f für das Schwellen sowie die Temperatur ϑ_p für das Schwellmaximum. Brailsford und Bullough (Br-72) geben für ϑ_s , ϑ_f und ϑ_p folgende Beziehungen an:

$$\vartheta_s \approx \frac{E_v^m}{K} \left\{ 2.3 \log \left[\frac{D_v^0 (\varphi_D + 4 \pi r_C \varphi_C)}{10^{15} \cdot K} \right] \right\}^{-1} - 273 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (2.1)$$

$$\vartheta_p \approx \frac{2E_v^m + E_v^f}{K} \left\{ 2.3 \log \left[\frac{E_v^m + E_v^f}{E_v^f} \left(D_v^0 (\varphi_D + 4 \pi r_C \varphi_C) \right)^2 \times \frac{\varphi_L (\varphi_D + 4 \pi r_C \varphi_C)}{\varphi_D \cdot 10^{17} \cdot K^2 (Z_i - Z_v)} \right] \right\}^{-1} - 273 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (2.2)$$

$$\vartheta_f \approx \frac{E_v^m + E_v^f}{K} \left\{ 2.3 \log \left[\frac{D_v^0 (\varphi_D + 4 \pi r_C \varphi_C)}{K^2 (Z_i - Z_v)} \times \frac{\varphi_L}{\varphi_D} \left[1 - \exp \left[-(\gamma + F_{el}) b^2 / k T_f \right] \right] \right] \right\}^{-1} - 273 \text{ } ^\circ\text{C} \quad (2.3)$$

Nach der Beziehung (2.1) nimmt ϑ_s mit der Bewegungsenergie E_v^m zu. Die obere Grenztemperatur ϑ_f steigt nach Gleichung (2.2) mit der Aktivierungsenergie $Q = E_v^m + E_v^f$ an. Das Schwellmaximum wird nach Gleichung (2.3) mit steigendem Q zu höheren Temperaturen verschoben. Die Lage der Schwellkurve ist also in erster Linie von der Bewegungs- und Bildungsenergie der Leerstellen abhängig. Aus den Gleichungen (2.1) - (2.3) ist

jedoch auch ersichtlich, daß die Lage der Schwellkurve von der Versetzungs- und Porendichte, dem Porenradius und der Schädigungsrate beeinflußt wird.

Die Schädigungsrate bei der Bestrahlung mit Ionen und Elektronen ist um 3 bis 4 Zehnerpotenzen größer als bei Neutronenbestrahlung. Für die Interpretation der Simulationsbestrahlungen ist deshalb der Einfluß der Schädigungsrate auf das Schwellverhalten wichtig. Experimentell werden folgende von der Schädigungsrate abhängige Effekte beobachtet.

1. Das Schwellmaximum wird mit steigender Schädigungsrate zu höheren Temperaturen verschoben.
2. Der Absolutwert des Schwellens nimmt mit zunehmender Schädigungsrate bei konstanter Dosis ab.

Abbildung 2.1a zeigt exemplarisch die beiden Effekte wie sie von Westmoreland (We-75) in Nickel bei der Bestrahlung mit 2.8 MeV Ni^+ - Ionen mit einer Schädigungsrate von $7 \cdot 10^{-2}$ und $7 \cdot 10^{-4}$ dpa/s beobachtet wurden. Das von Ghoniem (Gh-79) für Schädigungsraten von $1 \cdot 10^{-6}$ - $1 \cdot 10^{-3}$ dpa/s berechnete Schwellen im Stahl 316 SS ist in Abbildung 2.1b dargestellt.

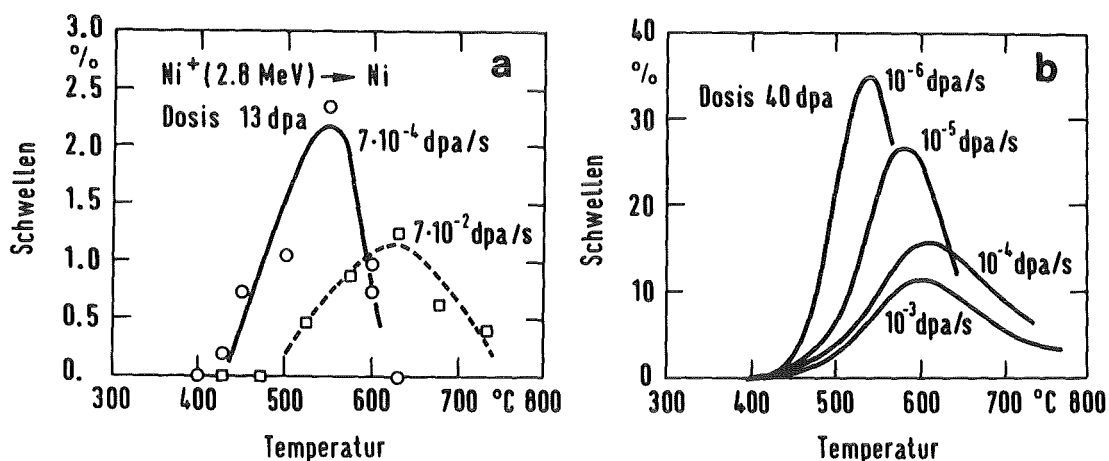


Abb. 2.1 Schwellen als Funktion der Temperatur in
abhängigkeit von der Schädigungsrate
a. Experimentell (We-75), b. Rechnung (Gh-79)

Für die Verschiebung des Schwellmaximums in Abhängigkeit von der Schädigungsrate gibt Sprague (Sp-74) folgende Näherung an:

$$\frac{1}{T(K_1)} \approx \frac{1}{T(K_2)} - \frac{k}{E_v^f + 2E_v^m} \ln \left[\left(\frac{K_1}{K_2} \right)^2 \left(\frac{k_{v,2}^2}{k_{v,1}^2} \right)^3 \right] . \quad (2.4)$$

K_1 und K_2 sind die Schädigungsraten, k_v^2 die gesamte Senkenstärke für die Leerstellen und $T(K_1)$ und $T(K_2)$ die absoluten Temperaturen des maximalen Schwellens.

Die experimentellen Aussagen über den Einfluß der Schädigungsrate auf den Porendurchmesser und die Porendichte sind kontrovers. Westmoreland (We-75) beobachtet bei der Bestrahlung von Nickel mit 2.8 MeV Ni^+ - Ionen und einer Schädigungsrate von $7 \cdot 10^{-4}$ und $7 \cdot 10^{-2}$ dpa/s eine Zunahme der Porendichte mit steigender Schädigungsrate und eine gleichzeitige Abnahme des mittleren Porendurchmessers.

Bestrahlungsexperimente von Packan (Pa-78) an Nickel mit Neutronen ($K = 1 \cdot 10^{-7}$ dpa/s) und mit Nickelionen ($K = 3 \cdot 10^{-3}$ dpa/s) zeigen eine Abnahme der Porendichte mit zunehmender Schädigungsrate und einer gleichzeitigen Zunahme des Porenradius.

2.2 Leerstellendiffusion

Das Schwellen berechnet sich aus der Porendichte und dem mittleren Porendurchmesser wie folgt:

$$S = \frac{\Delta V}{V} = \frac{4\pi}{3} \bar{r}_c^3 \varphi_c . \quad (2.5)$$

Der Einfluß der Leerstellendiffusion auf das Schwellen ergibt sich nach Gl. (2.5) aus der Abhängigkeit der Porendichte und des Porendurchmessers von der Leerstellendiffusion.

Zunächst wird der Einfluß der Leerstellendiffusion auf die Porendichte untersucht. Die Porendichte φ_c ergibt sich aus dem zeitlichen Integral der Nukleationsrate:

$$\varphi_c = \int J_s dt . \quad (2.5a)$$

Geht man von einer homogenen Nukleation aus, so ist die Nukleationsrate nach Russel (Ru-78)

$$J_s \approx \frac{K}{\Omega} \exp \left[- \frac{16 \pi \Omega^2 \gamma^3}{3 (kT)^3 (\ln S_v)^2} \right] . \quad (2.6)$$

Hierbei ist $S_v = c_v / c_v^{th}$.

Vernachlässigt man in den Ratengleichungen Gl. (1.15) und (1.16) die Leerstellenemission an Senken ($K_v - K_i = 0$) und setzt für $\alpha = 4 \pi r D_i / \Omega = \beta D_i$ (Gl. 2.21), so erhält man

$$c_v = \frac{k_i^2}{2\beta} \left\{ -1 + (1 + \eta)^{1/2} \right\} , \quad (2.7)$$

$$\eta = \frac{4\beta K}{D_v^0 \exp[-E_v^m / kT] k_i^2 k_v^2}$$

und, mit $c_v^{th} = \exp[-E_v^f / kT]$ für

$$S_v = \frac{k_i^2}{2\beta} \left\{ -1 + (1 + \eta)^{1/2} \right\} \exp[E_v^f / kT] \quad (2.8)$$

Für die beiden Grenzfälle

- a. Rekombination dominant ($\eta > 1$, $\vartheta < \vartheta_p$) und
 - b. Rekombination vernachlässigbar ($\eta < 1$, $\vartheta > \vartheta_p$)
- ergeben sich für c_v und S_v folgende Beziehungen:

$$c_v = \left(\frac{K}{\beta D_v^0} \right)^{1/2} \exp \left[\frac{E_v^m}{2 k T} \right], \quad (2.8a)$$

$$S_{v,R} = \left(\frac{K}{\beta D_v^0} \right)^{1/2} \exp \left[\frac{Q - E_v^m/2}{k T} \right],$$

$$c_v = \frac{K}{k_v^2 D_v^0} \exp \left[\frac{E_v^m}{k T} \right], \quad (2.8b)$$

$$S_{v,S} = \frac{K}{k_v^2 D_v^0} \exp \left[\frac{Q}{k T} \right]$$

mit $Q = E_v^m + E_v^f$

Bei der Abschätzung des Einflusses der Leerstellenübersättigung auf die Nukleationsrate kann man sich auf die beiden Grenzfälle beschränken, da die Näherungen Gl. (2.8a) bzw. (2.8b) die Leerstellenübersättigung für die Abschätzung mit ausreichender Genauigkeit beschreiben (siehe Abb. 2.2)

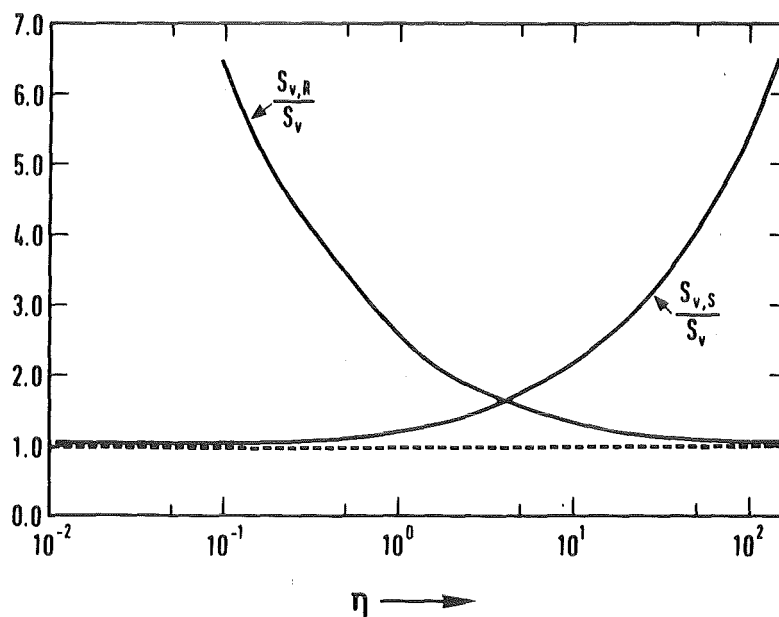


Abb. 2.2 Abweichung der Näherungslösungen $S_{v,R}$ und $S_{v,S}$ von der exakten Lösung S_v

Aus Glg. (2.8a) und (2.8b) ist ersichtlich, daß die Leerstellenübersättigung bei konstanter Temperatur mit steigender Aktivierungsenergie $Q = E_V^m + E_V^f$ zunimmt. Die Zunahme der Leerstellenübersättigung bei vernachlässigbarer Rekombination ist größer als bei dominanter Rekombination.

Mit zunehmender Leerstellenübersättigung nimmt nach Gl. (2.6) die Nukleationsrate zu. Bei konstanter Temperatur und Senkenstärken ergibt sich somit

$$J_S(Q_1) < J_S(Q_2) \quad , \quad Q_1 < Q_2 \quad . \quad (2.9)$$

Da die homogene Nukleationsrate bei Russel (Ru-78) als Faktor in die heterogene Keimbildungsrate eingeht, nimmt auch die heterogene Keimbildungsrate mit steigender Aktivierungsenergie Q zu.

Den Einfluß der Leerstellendiffusion auf den mittleren Porendurchmesser erhält man aus der Beziehung für die Porenwachstumsrate (Gl. (1.21)).

$$\frac{dr_c}{dt} = \frac{1}{4\pi r_c^2 \varphi_c} \left\{ D_v c_v k_{vc}^2 - D_i c_i k_{ic}^2 - D_v \bar{c}_v k_{vc}^2 \right\} .$$

Mit $k_{v,c}^2 \sim k_{i,c}^2 = 4\pi r_c \varphi_c$ und $c_i = D_v k_v^2 c_v / D_i k_i^2$ (Gl. (1.15) und (1.16)) sowie Gl. (1.22) für c_v erhält man

$$\frac{dr}{dt} = \frac{1}{r_c} \left\{ D_v c_v \left(1 - \frac{k_v^2}{k_i^2} \right) - D_v^0 \exp \left[-\frac{Q}{kT} \right] \exp \left[\left(\frac{2\gamma}{r_c} - p \right) \frac{\Omega}{kT} \right] \right\} \quad (2.10)$$

Der Term $D_v^0 \exp \left[-\frac{Q}{kT} \right] \exp \left[\left(\frac{2\gamma}{r_c} - p \right) \frac{\Omega}{kT} \right]$ beschreibt das Abdampfen von Leerstellen an Poren. Mit steigendem Q nimmt die Abdampf-rate ab. D.h. die Wachstumsrate dr/dt nimmt zu.

Bei niedrigen Temperaturen ($\beta < \beta_p$) kann die Abdampf-rate vernachlässigt werden. Da ferner bei niedrigen Temperaturen die Rekombination in der Regel dominant ist, (in Kap. 2.4 wird gezeigt, daß unter bestimmten Bedingungen die Rekombination auch bei hohen Temperaturen dominant sein kann) wird die Wachstumsrate beschrieben durch

$$\frac{dr}{dt} = \frac{1}{r_c} \left\{ \left(\frac{K}{\beta} D_v^0 \right)^{1/2} \left(1 - \frac{k_v^2}{k_i^2} \right) \exp \left[- \frac{E_v^m}{2 k T} \right] \right\}. \quad (2.11a)$$

Bei konstanter Temperatur nimmt nach Gl. (2.11a) die Wachstumsrate mit steigender Bewegungsenergie E_v^m der Leerstellen ab. Oder bei Materialien mit schnell diffundierenden Leerstellen (kleines E_v^m) strömen pro Zeiteinheit mehr Leerstellen zu einer Pore als bei langsam diffundierenden Leerstellen. Die Pore wächst schneller, der mittlere Porendurchmesser nimmt zu das Schwellen wird erhöht.

Bei hohen Temperaturen ($\beta > \beta_p$) kann die Abdampftrate nicht mehr vernachlässigt werden, die Rekombination hingegen wird vernachlässigt. Für die Porenwachstumsrate ergibt sich

$$\frac{dr}{dt} = \frac{1}{r_c} \left\{ \frac{K}{k_i^2} \left(1 - \frac{k_v^2}{k_i^2} \right) - D_v^0 \exp \left[- \frac{Q}{k T} \right] \exp \left[\left(\frac{2\gamma}{r_c} - p \right) \frac{\Omega}{k T} \right] \right\} \quad (2.11b)$$

Wie bereits oben gezeigt nimmt die Abdampftrate mit steigendem Q ab und damit die Wachstumsrate dr/dt zu. Bei Werkstoffen mit niedriger Aktivierungsenergie Q für die Leerstellendiffusion also schnell diffundierenden Leerstellen nimmt dr/dt ab.

Die Wachstumsrate dr/dt der Pore kann also mit steigender Bewegungsenergie der Leerstellen zu- oder abnehmen. Entscheidend hierfür ist, ob die Leerstellenemission an Poren oder die Rekombination vernachlässigt werden können.

Die Leerstellenemission kann bei niedrigen Temperaturen immer vernachlässigt werden. Ob die Rekombination vernachlässigt werden kann hängt neben der Temperatur vom Verhältnis der Poren- zur Gesamt senkenstärke ab (Ha-79), Kap. 2.4).

Eine allgemeine Aussage über die Abhängigkeit des Schwellens $S = 4 \pi r_c^3 \varphi_c / 3$ von der Leerstellendiffusion ist daher nicht möglich.

2.3 Versetzungen und Biasfaktor

Schwellen tritt nach Brailsford und Bullough (Br-72) nur dann auf, wenn Versetzungen Zwischengitteratome bevorzugt absorbieren. Der Unterschied in der Absorption von Zwischengitteratomen und Leerstellen an Versetzungen wird durch den sogenannten "Bias-Faktor" $B = Z_i - Z_v$ beschrieben. In der Literatur werden für B Werte zwischen 0.01 und 0.05 (Mayer (Ma-80)) angegeben. Das Schwellen nimmt mit dem Biasfaktor zu. Gleichzeitig wird das Schwellmaximum zu höheren Temperaturen verschoben. In Abb. 2.3 ist dieser Sachverhalt dargestellt.

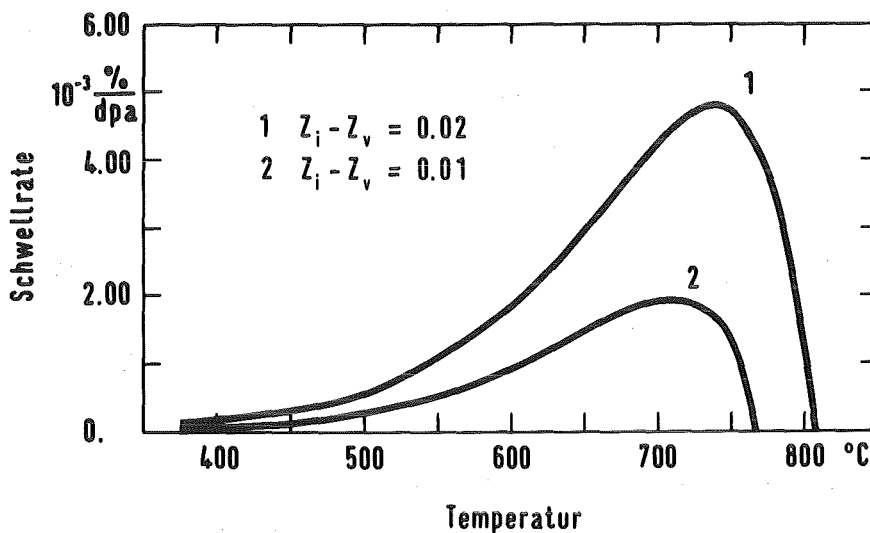


Abb. 2.3 Schwellrate in Abhängigkeit vom Biasfaktor

$$\begin{aligned} \varphi_D &= 1 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}, D_v = 0.19 \cdot \exp[-1.38 \text{ eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s} \\ D_i &= 0.19 \cdot \exp[-0.2 \text{ eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}, c_v^{\text{th}} = \exp[-1.39 \text{ eV}/kT], \\ K &= 5.2 \cdot 10^{-2} \text{ dpa/s}, \varphi_C = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}, r_C = 15 \text{ nm} \end{aligned}$$

In erster Näherung ist zu erwarten, daß mit steigender Versetzungsdichte das Schwellen abnimmt (No-72). Der Einfluß der Versetzungsdichte auf das Schwellen ist jedoch wesentlich von anderen Größen wie der Porendichte, dem Porendurchmesser und der Temperatur abhängig. Abbildung 2.4 zeigt das Schwellen in Abhängigkeit von der Porendichte, dem Porenradius und der Versetzungsdichte.

Aus der Abbildung ist ersichtlich, daß je nach Porengröße das Schwellen mit steigender Versetzungsdichte zu- oder abnimmt.

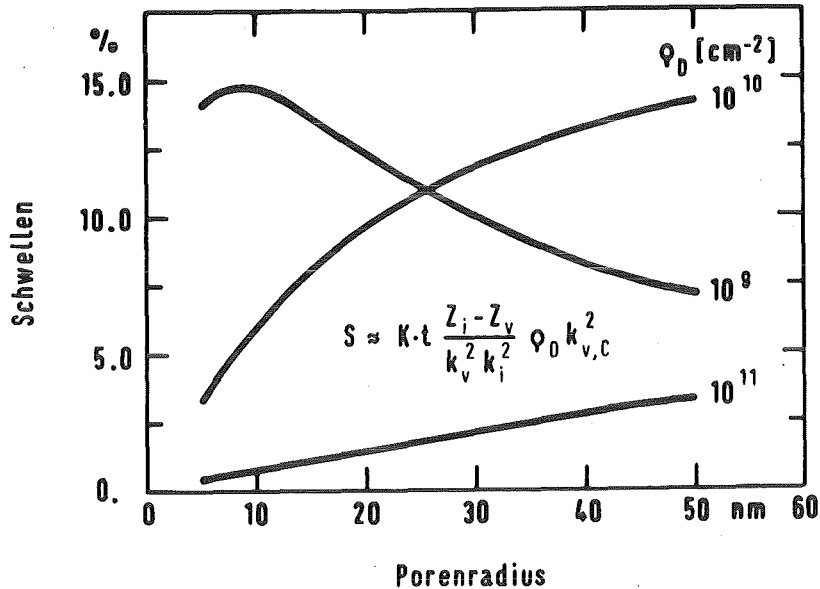


Abb. 2.4 Schwellen als Funktion der Versetzungsdichte und des Porenradius berechnet nach (Br-72)
 $Z_v - Z_i = 0.02$, $K \cdot t = 30 \text{ dpa}$, $\rho_C = 1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$

Neben den durch Kaltverformung in den Materialien vor der Bestrahlung erzeugten Versetzungen entstehen bei der Bestrahlung durch Agglomeration von Zwischengitteratomen sogenannte Zwischengitterloops und durch den Zusammenbruch verdünnter Zonen Leerstellenloops.

Zwischengitter- und Leerstellenloops zeigen gegenüber Punktdefekten ein ähnliches Verhalten wie Versetzungen. Der Biasfaktor der Loops ist nach Brailsford (Br-76) und Bullough (Bu-79) vom Betrag des Burgersvektor der Loops abhängig und nimmt mit diesem zu.

Der Biasfaktor von Versetzungen kann aus der experimentell bestimmbaren Schwellrate \dot{S} , der Porendichte ρ_C , dem mittleren Porenradius r_C und der Versetzungsdichte ρ_D berechnet werden. Der Diffusionskoeffizient D_v und D_i der Punktdefekte und der Rekombinationsradius für die Rekombination von Leerstellen

und Zwischengitteratome miteinander (Kap. 2.4) muß jedoch für die Berechnung bekannt sein.

Bei der Berechnung des Biasfaktors wird von Gl. (1.21) (Porenwachstumsrate dr/dt) ausgegangen.

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{\Delta V}{V} \right) = \frac{dS}{dt} = 4\pi r_c^2 \varphi_c \frac{dr}{dt} = \left\{ D_v c_v k_{vc}^2 - D_i c_i k_{ic}^2 - D_v \bar{c}_v k_{vc}^2 \right\} \quad (2.12)$$

Vernachlässigt man die Emission von Leerstellen an Senken, so erhält man als Lösung der Ratengleichungen (1.15) und (1.16) für c_v und c_i

$$c_i = \frac{D_v k_v^2}{D_i k_i^2} c_v \quad c_v = \frac{D_i k_i^2}{2\alpha} \left[-1 + (1 + \eta)^{1/2} \right] \quad (2.13)$$

$$\eta = 4\alpha K_i / D_i D_v k_i^2 k_v^2$$

Geht man ferner von Poren und Versetzungen als einzige Senken für Punktdefekte aus, so erhält man mit der Beziehung für den Biasfaktor B

$$B = Z_i - Z_v \quad Z_v = 1.0 \quad (2.14)$$

$$B = Z_i - 1.0 \quad Z_i = B + 1.0$$

für die Senkenstärken (Tab. 1.3)

$$k_{v,c}^2 \approx k_{i,c}^2 \approx 4\pi r_c \varphi_c \quad (2.15)$$

$$k_v^2 = 4\pi r_c \varphi_c + \varphi_D \quad k_i^2 = 4\pi r_c \varphi_c + (B + 1) \varphi_D$$

Durch Einsetzen von Gl. (2.13) für c_v und c_i sowie Gl. (2.15) für die Senkenstärken in Gl. (2.12) erhält man eine quadratische Gleichung für B.

Die Lösung der quadratischen Gleichung ist

$$B_{1,2} = \frac{\dot{S} [\dot{S} \alpha (1+2\delta) + D_v D_i \varphi_D^2 (1+\delta)^2]}{2 D_v D_i \varphi_D^2 \delta [K \delta - \dot{S} (1+\delta)]} \quad (2.16)$$

$$\pm \left\{ \frac{\dot{S}^2 \alpha (1+\delta)^2}{D_v D_i \varphi_D^2 \delta [K \delta - \dot{S} (1+\delta)]} + \left[\frac{\dot{S} [\dot{S} \alpha (1+2\delta) + D_v D_i \varphi_D^2 (1+\delta)^2]}{2 D_v D_i \varphi_D^2 \delta [K \delta - \dot{S} (1+\delta)]} \right]^2 \right\}^{1/2}$$

mit $\delta = 4 \pi r_c \varphi_c / \varphi_D$

Physikalisch sinnvoll ist nur die Lösung mit der positiven Wurzel. Die negative Wurzel führt zu einem negativen Biasfaktor d.H. einer bevorzugten Absorption von Leerstellen an Versetzungen.

Für den Fall vernachlässigbarer Rekombination erhält man für B die Näherung

$$B_1 = \frac{\dot{S} (1+\delta)^2}{K \delta - \dot{S} (1+\delta)} \quad B_2 = 0 \quad (2.17)$$

Gleichung (2.17) ist identisch mit der von Makin (Ma-82) angegebenen Beziehung für B. Das Vernachlässigen der Rekombination ist in der Regel jedoch nicht zulässig, da der Einfluß auf das Schwellen, wie in Kap. 2.4 gezeigt wird stark vom Verhältnis der Senkenstärken abhängig ist. Der Biasfaktor, berechnet mit der Näherung (Gl (2.17)) kann von dem mit der exakten Beziehung berechneten Wert bis zu einer Zehnerpotenz abweichen (siehe Kap. 8).

2.4 Rekombination

In den Ratengleichungen wird die gegenseitige Vernichtung von Leerstellen und Zwischengitteratomen durch die Rekombinationsrate $\alpha \cdot c_v \cdot c_i$ beschrieben.

Die Rekombinationsrate läßt sich mit Hilfe des ersten Fickschen Gesetzes berechnen. Pro Zeiteinheit werden durch Rekombination gleichviel Leerstellen und Zwischengitteratome vernichtet.

$$\frac{\partial c_v}{\partial t} = \frac{\partial c_i}{\partial t} = \frac{4 \pi r_0^2}{\Omega} \left(c_v D_v \frac{\partial c_i}{\partial r} + c_i D_i \frac{\partial c_v}{\partial r} \right) \quad (2.18)$$

Mit der ersten Näherung für die örtliche Ableitung

$$\left. \frac{\partial c}{\partial r} \right|_{r=r_0} \approx c / r_0$$

erhalten wir für Gleichung (2.12)

$$\frac{\partial c_v}{\partial t} = \frac{\partial c_i}{\partial t} = \frac{4 \pi r_0}{\Omega} (D_v + D_i) c_v c_i \quad (2.19)$$

Für den Rekombinationskoeffizient α folgt aus der Beziehung (2.19)

$$\alpha = \frac{4 \pi r_0}{\Omega} (D_v + D_i) \quad (2.20)$$

Die Rekombinationsrate ist also direkt proportional zur Summe der Diffusionskoeffizienten der Punktdefekte. Da die Beweglichkeit der Zwischengitteratome um 2 bis 3 Zehnerpotenzen größer ist als die der Leerstellen, kann die Diffusion der Leerstellen in der Regel vernachlässigt werden. In diesem Falle gilt:

$$\alpha = \frac{4 \pi r_0}{\Omega} D_i \quad (2.21)$$

Der Rekombinationsradius r_0 ist als der Abstand definiert, innerhalb dessen ein Frenkeldefekt nicht mehr stabil ist. Gibson et al. (Gi-60) berechnen für den Rekombinationsradius Werte zwischen $3/2 a$ und $2 a$ (a = Gitterparameter). Die Werte sind jedoch stark von den in der Rechnung verwendeten Potentialen abhängig.

Der Einfluß der Rekombination auf das Schwellen ist nach Rechnungen von Hayns (Ha-79) stark von der Gesamtsekenstärke und dem Anteil der einzelnen Senkentypen abhängig. In Abb. 2.5 ist dieser Sachverhalt dargestellt.

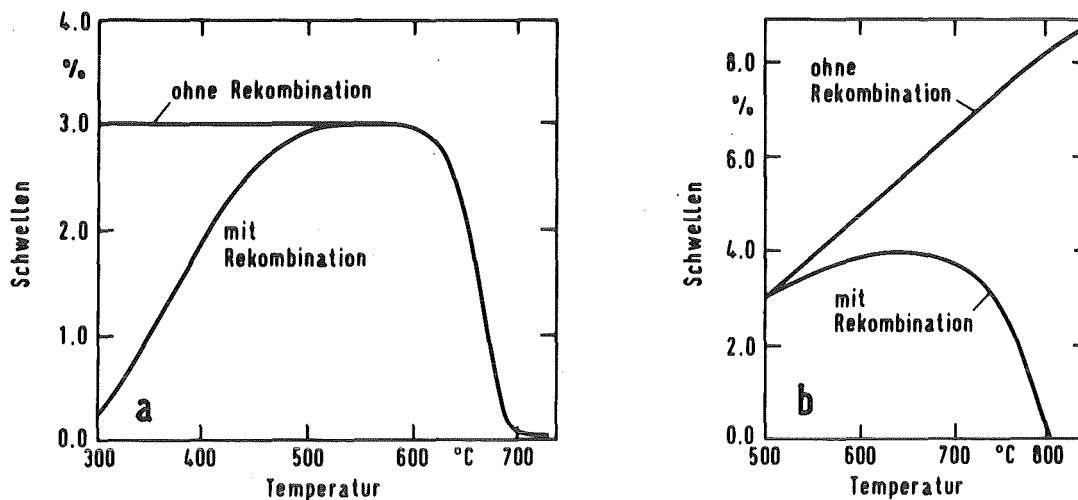


Abb. 2.4 Einfluß der Rekombination auf das Schwellen im austenitischen Stahl ST 316, Dosis = 20 dpa, (Ha-79)
a. $\varphi_C = 5.5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, $\varphi_L = 8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$
b. $\varphi_C = 2.73 \cdot 10^6 \cdot \exp[1.24 \text{ eV/kT}] \text{ cm}^{-3}$, $\varphi_L = 8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$

Wie aus der Abbildung 2.4 zu ersehen ist, wird bei konstanter Senkenstärke das Schwellverhalten bei Temperaturen unterhalb der Temperatur des maximalen Schwellens durch die Rekombination bestimmt. Geht man von einer temperaturabhängigen Senkenstärke aus, so wird das Schwellen bei hohen Temperaturen durch die Rekombination bestimmt.

2.5 Korngröße

Der Einfluß der Korngröße auf das Schwellen wird durch die Wechselwirkung zwischen den Punktdefekten und der Korngrenze bestimmt. Korngrenzen sind ein relativ ungeordneter Bereich zwischen zwei Körnern. Sie sind für Punktdefekte eine un-saturierbare Senke. Durch den Zustrom von Punktdefekten stellt sich ein Konzentrationsprofil ein. In einem Streifen entlang der Korngrenze sinkt die Leerstellenkonzentration unter die zur Nukleation nötigen Konzentration ab. Dies führt zur Bildung einer porenfreien Zone entlang der Korngrenze. In Abbildung 2.6a ist dies schematisch dargestellt. Abbildung 2.6b zeigt die porenfreie Zone an einer Korngrenze in Nickel.

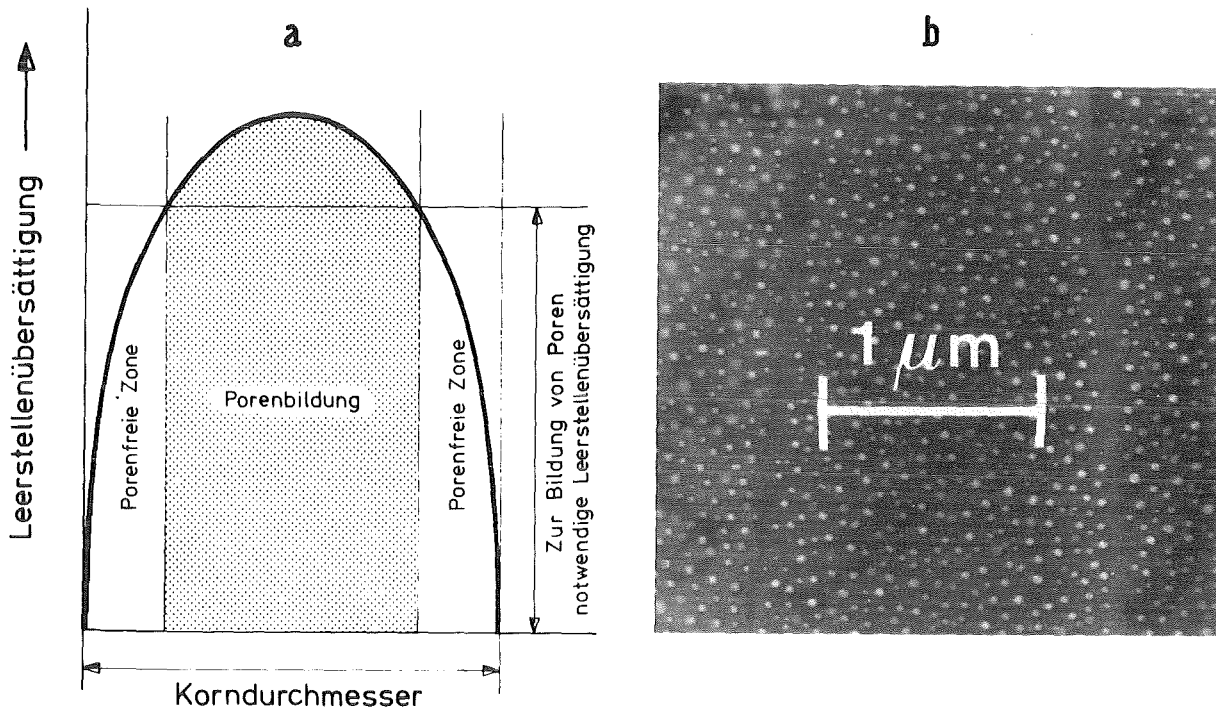


Abb. 2.6 Einfluß der Korngrenze auf die Porenbildung
 a. Schematische Darstellung,
 b. Elektronenmikroskopaufnahme vom Nickel
 (200 keV Ni⁺- Ionen, $\vartheta = 725^{\circ}\text{C}$, Dosis = 22 dpa)

Für den Einfluß auf das Schwellen ist das Verhältnis der porenfreien Zone zur Korngröße ausschlaggebend. Singh (Si-74a) gibt für das Volumenschwellen eines sphärischen Kornes mit einer umlaufenden porenfreien Zone folgende Beziehung an:

$$\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^* = \left(\frac{\Delta V}{V}\right) \left(\frac{d_{GB} - 2W_D}{d_{GB}}\right)^3. \quad (2.22)$$

Hierbei ist $(\Delta V/V)^*$ das über das ganze Korn gemittelte Schwellen, $(\Delta V/V)$ das Schwellen im Zentrum des Kornes, d_{GB} der Korndurchmesser und W_D die Breite der porenfreien Zone. Die Größe der porenfreien Zone ist in erster Näherung unabhängig von der Korngröße und nur von Materialgrößen und der Schädigungsrate abhängig. Konobeev (Ko-75) gibt für die porenfreie Zone die Beziehung

$$W_D = \left(\frac{D_v}{4 K \alpha}\right)^{1/4} \quad (2.23)$$

an.

In Abbildung 2.7a ist die porenfreie Zone in Nickel als Funktion der Temperatur für Neutronenbestrahlung ($K = 1 \cdot 10^{-6} \text{ dpa/s}$) und Ionenbestrahlung ($K = 1 \cdot 10^{-3} \text{ dpa/s}$) dargestellt. Wie die Abbildung zeigt, ist die Größe der porenfreien Zone stark von der Schädigungsrate abhängig. Der Einfluß auf das Schwellen bei Ionenbestrahlungen kann daher, wie aus Abbildung 2.7b zu ersehen ist, für Körner mit einem Durchmesser größer $3 \mu\text{m}$ vernachlässigt werden. Das gleich Ergebnis erhält man, wenn man den Einfluß der Korngrenze durch ihre Senkenstärke für Punktdefekte beschreibt (siehe Tabelle 1.3). Das Verhältnis Korngrenzen- zur Gesamtsenkenstärke ist in Abbildung 2.8 dargestellt. Wie aus der Abbildung zu ersehen ist, sinkt der Anteil der Korngrenzen an der Senkenstärke für Körner mit einem Durchmesser über $5 \mu\text{m}$ unter 10%.

Experimente von Singh (Si-74a) zum Einfluß der Korngröße auf das Schwellen bestätigen die Theorie, daß bei Körnern mit einem Korndurchmesser größer $3 \mu\text{m}$ der Einfluß der Korngröße auf das Schwellen vernachlässigt werden kann.

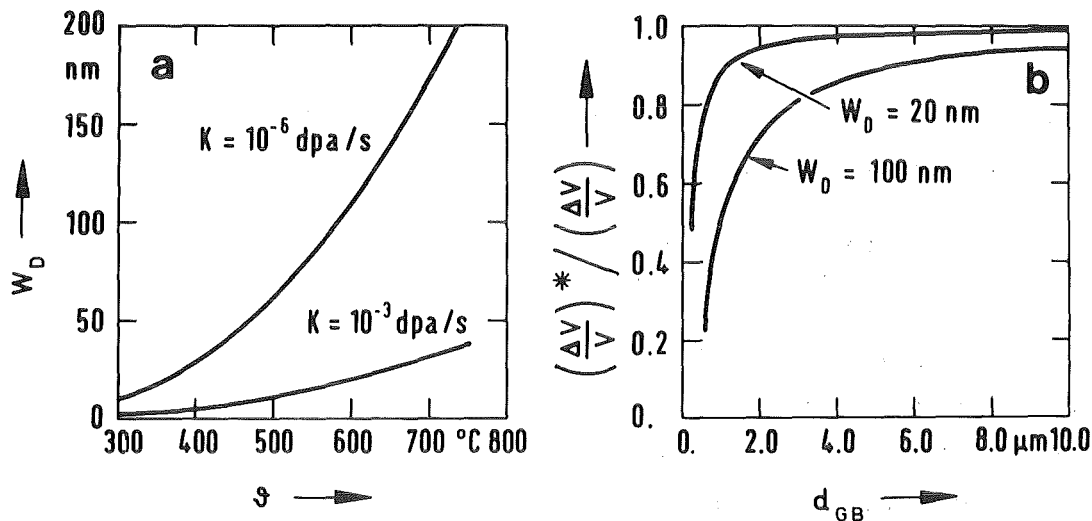
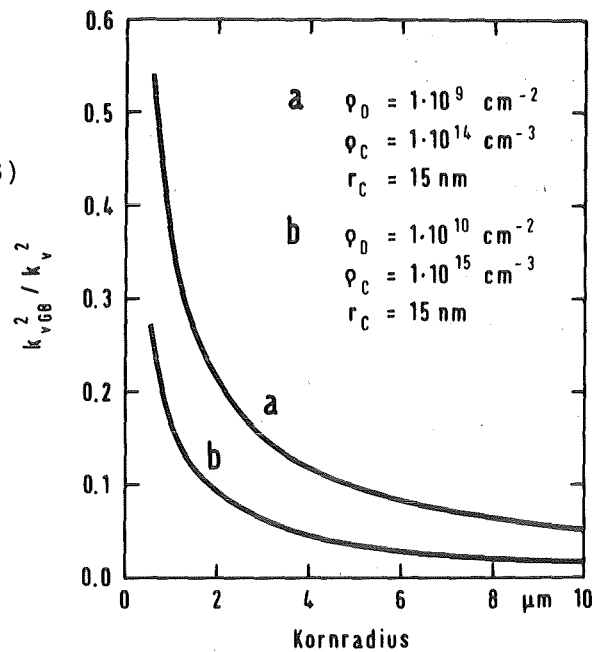


Abb. 2.7 a. Porenfreie Zone als Funktion der Temperatur in Nickel berechnet nach Konobeev (Ko-75)
b. Relative Reduzierung des Schwellens in einem sphärischen Korn durch die porenfreie Zone als Funktion des Korndurchmessers

Abb. 2.8

Relativer Anteil der Korngrenzen an der Gesamtsenkenstärke für Leerstellen. Senkenstärke berechnet nach Brailsford (Br-78) Tabelle 1.3



2.6 Ionenimplantation

Bei Bestrahlungsexperimenten mit Ionen werden die Ionen im Gitter implantiert. Die Implantation der Ionen hat für die Bestrahlungsexperimente zwei wichtige Konsequenzen.

1. Die Wachstumsrate von Poren wird durch zusätzliche Zwischengitteratome reduziert.
2. Bei Fremdionenbestrahlung wird die Zusammensetzung des Materials im geschädigten Bereich verändert.

Ein Teil der Ionen wird auf Zwischengitterplätzen eingelagert. Hierdurch wird die effektive Zwischengitteratom-Produktion erhöht. Sie setzt sich aus den durch elastische Stoßprozesse erzeugten Zwischengitteratomen (K_{Sch}) und den auf Zwischengitterplätzen implantierten Ionen (K_{Im}) zusammen:

$$K_i = K_{Bestr.} + K_{Im} \quad (2.24)$$

$$K_i = K_{Bestr.} (1 + \epsilon_i) , \quad \epsilon_i = K_{Im} / K_{Bestr.}$$

Den Einfluß der implantierten Zwischengitteratome auf das Porenwachstum zeigt Abbildung 2.9. Bereits ein Anteil von $4 \cdot 10^{-5}$ implantierter Zwischengitteratome an der Gesamt-

produktionsrate führt bei niedrigen Temperaturen zu einer vollständigen Unterdrückung des Porenwachstums. Im Maximum sinkt die Wachstumsrate von $4.8 \cdot 10^{-11}$ cm/s auf $1.5 \cdot 10^{-11}$ cm/s. ab.

Mansur (Ma-78) und Brailsford (Br-77) erklären, warum bereits eine geringe zusätzliche Zwischengitteratom-Produktion durch Implantation auf das Porenwachstum einen großen Einfluß hat. Durch elastische Stoßprozesse entstehen Zwischengitteratome und Leerstellen immer paarweise (Frenkeldefekt). Der durch Implantation erzeugte Überschuß an Zwischengitteratomen führt im rekombinationsbestimmten Fall zu einer Verringerung des Nettozustroms von Leerstellen zu Poren und damit zu einem geringeren Porenwachstum.

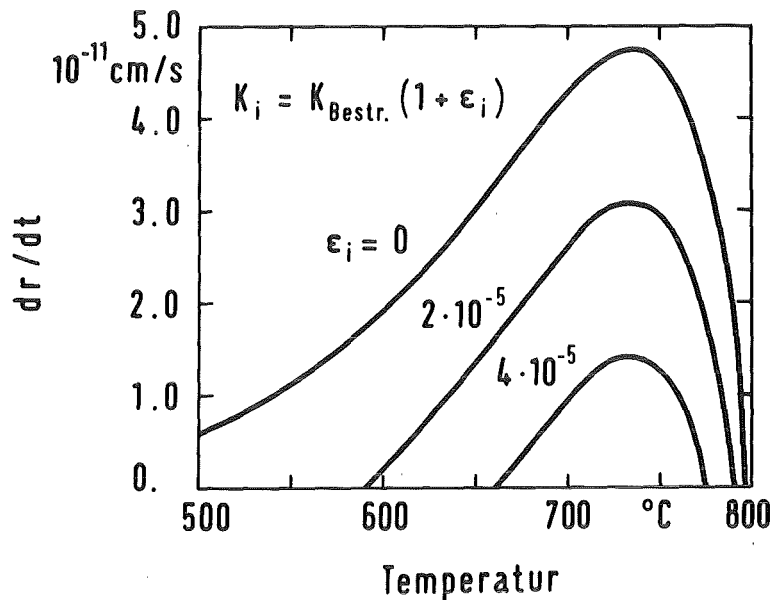


Abb. 2.9 Einfluß der Ionenimplantation auf das Porenwachstum

$$r_C = 15 \text{ nm}, \rho_C = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}, c_v^{\text{th}} = \exp[-1.39 \text{ eV}/kT], \\ D_v = 0.19 \exp[-1.38 \text{ eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}, K_{\text{Sch}} = 2.5 \cdot 10^{-2} \text{ dpa/s} \\ D_i = 0.12 \exp[-1.39 \text{ eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}, \rho_D = 1 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$$

Bei der Bestrahlung von Nickel mit 200 keV Ni^+ - Ionen beträgt ϵ_i im Schädigungsmaximum $\epsilon_i = 6 \cdot 10^{-4}$ und im Implantationsmaximum $\epsilon_i = 1.2 \cdot 10^{-3}$. ϵ_i ist also eine stark ortsabhängige Größe. Nach Abbildung 2.9 würde die Wachstumsrate bei Bestrahlung von Nickel mit 200 keV Ni^+ - Ionen durch die Ionenimplan-

tation unterdrückt. Bei der Berechnung des Einflusses der implantierten Ionen auf die Porenwachstumsrate wurden die Diffusionsverluste zur Targetoberfläche nicht berücksichtigt. Hierdurch wird die Zwischengitteratomkonzentration im Schädigungsbereich stark überschätzt und die Porenwachstumsrate unterschätzt.

Interstitutionell und substitutionell eingelagerte Fremdatome und Ausscheidungen können durch Trappingmechanismen die Nukleation und das Porenwachstum empfindlich beeinflussen.

Die Zusammensetzung von Legierungen wird bei Ionenbestrahlungen immer verändert. Verwendet man für die Bestrahlung Ionen, welche die Hauptkomponente der Legierung bilden, so kann die Veränderung in der Zusammensetzung in der Regel vernachlässigt werden.

3. Legierungsspezifische Effekte

Das Schwellen von Reinstmetallen wird bei Eigenionenbestrahlung im wesentlichen durch die Temperatur, die Schädigungsrate, die Versetzungsstruktur, die Beweglichkeit der Punktdefekte, die Rekombination und die Korngröße bestimmt. Der Einfluß dieser Größen auf die Nukleation und das Porenschwellen wurde im vorhergehenden Kapitel beschrieben. Bei Legierungen wird die Nukleation und das Porenschwellen zusätzlich durch folgende legierungsspezifische Effekte beeinflusst:

1. Trapping von Punktdefekten an substitutionell oder interstitiell gelösten Fremdatomen
2. Segregation an Defektsenken
(Versetzungen, Poren, Korngrenzen, Ausscheidungen und der Targetoberfläche)
3. Auflösung und/oder Bildung von Ausscheidungen durch die Bestrahlung.

Der Einfluß des Trappings und der Segregation auf das Schwellen wird im folgenden Kapitel näher beschrieben. Auf den Einfluß der Auflösung und/oder Bildung von Ausscheidungen auf das Schwellverhalten wird nicht eingegangen.

3.1 Trapping

Der Begriff des "Trapping" in Verbindung mit dem Porenschwellen erscheint seit etwa 1973 in der englischsprachigen Literatur (Sm-73). Mit Trapping wird das zeitlich begrenzte Einfangen von Punktdefekten durch Fremdatome bezeichnet. Hierdurch wird die Rekombination erhöht und damit die Defektkonzentration erniedrigt. Das Absinken der Defektkonzentration führt zu einer Reduzierung der Porennukleation und des Porenwachstums.

Folgende Komplexe aus Punktdefekt und Fremdatom sind theoretisch möglich:

Leerstelle + substitutionell gelöstes Fremdatom

Leerstelle + interstitiell gelöstes Fremdatom

Zwischengitteratom + substitutionell gelöstes Fremdatom

Zwischengitteratom + interstitiell gelöstes Fremdatom

In den Arbeiten von Smidt (Sm-73), Mansur (Ma-78) und Okamoto (Ok-79) zum Einfluß des Trappings auf das Schwellen wird nicht zwischen substitutionell und interstitiell gelösten Fremdatomen unterschieden. Diskutiert wird nur das Trapping von Leerstellen und Zwischengitteratomen an in der Matrix gelösten Fremdatomen.

Die theoretische Beschreibung des Trappingmechanismus erfolgt mit

1. Ratengleichungen für die Konzentration der getrappten Punktdefekte analog zu Gl. (1.10) und (1.11) ((Sm-73), (Ma-78) und (Ok-79)),

oder

2. durch eine geeignete Definition eines effektiven Diffusionskoeffizienten für die Punktdefekte ((Sch-74), (Ga-81)).

Die Konzentration der freien und getrappten Punktdefekte wird im stationären Zustand nach Mansur (Ma-78) durch folgendes Gleichungssystem beschrieben:

Freie Leerstellen

$$0 = \nabla(D_v \nabla c_v) + K_v - k_v^2 D_v c_v - \alpha c_v c_i + \alpha_v^B c_v^T - \alpha_v c_v c_i^T - \alpha_v^T c_v (c_T - c_v^T - c_i^T) \quad (3.1)$$

Freie Zwischengitteratome

$$0 = \nabla(D_i \nabla c_i) + K_i - k_i^2 D_i c_i - \alpha c_v c_i + \alpha_i^B c_i^T - \alpha_i c_i c_v^T - \alpha_i^T c_i (c_T - c_v^T - c_i^T) \quad (3.2)$$

Getrappte Leerstellen

$$0 = \alpha_v^T c_v (c_T - c_v^T - c_i^T) - \alpha_i c_i c_v^T - \alpha_v^B c_v^T \quad (3.3)$$

Getrappte Zwischengitteratome

$$0 = \alpha_i^T c_i (c_T - c_v^T - c_i^T) - \alpha_v c_v c_i^T - \alpha_i^B c_i^T \quad (3.4)$$

In den Gleichungen (3.1) bis (3.4) steht der Index v für Leerstelle, i für Zwischengitteratom und T für einen getrappten Defekt. Die ersten vier Terme in Gl. (3.1) und Gl. (3.2) entsprechen den Termen in Gl. (1.10) und Gl. (1.11).

Das Trapping freier Defekte wird durch die Terme $\alpha_v^T c_v (c_T - c_v^T - c_i^T)$ und $\alpha_i c_i (c_T - c_v^T - c_i^T)$ beschrieben. Dabei sind c_v^T und c_i^T die Konzentration der getrappten Defekte, c_T die Konzentration der Trappingzentren. Die Koeffizienten α_v^T und α_i^T sind Trappingkoeffizienten analog dem Rekombinationskoeffizienten in Gl. (2.14). Durch die Differenz $c_T - c_v^T - c_i^T$ wird berücksichtigt, daß ein Trappingzentrum nur von einem Defekt besetzt sein kann. Die Terme $\alpha_i^B c_i^T$ und $\alpha_v^B c_v^T$ beschreiben das Ablösen getrappter Punktdefekte von Trappingzentren. $1/\alpha_i^B$ bzw. $1/\alpha_v^B$ ist die mittlere Zeit, die ein Defekt an ein Trappingzentrum gebunden ist. Die Rekombination freier Defekte mit getrappten Defekten wird durch die Terme $\alpha_i c_i c_v^T$ und $\alpha_v c_v c_i^T$ beschrieben. Hierbei sind α_i und α_v Rekombinationskoeffizienten analog zu Gl. (2.14).

Für den Rekombinationskoeffizienten $\alpha_{v,i}$ und den Trappingkoeffizienten $\alpha_{v,i}^T$ gibt Mansur (Ma-78) folgende Beziehungen an:

$$\alpha_{v,i} = \frac{4 \pi r_{v,i}}{\Omega} D_{v,i} \quad (3.5)$$

$$\alpha_{v,i}^T = \frac{4 \pi r_{v,i}^T}{\Omega} D_{v,i} \quad (3.6)$$

Die mittlere Verweilzeit $1/\alpha_{v,i}^B$ eines Defektes an einem Trappingzentrum berechnet sich nach

$$1/\alpha_{v,i}^B = \frac{b^2}{D_{v,i}^0} \exp[(E_{v,i}^b + E_{v,i}^m)/k \cdot T] \quad (3.7)$$

mit $E_{v,i}^b$ [eV] = Bindungsenergie Defekt - Trappingzentrum
 b [cm] = Burgersvektor

Numerische Rechnungen von Mansur (Ma-78, Ma-79a) liefern folgende Ergebnisse: Leerstellentrapping mit einer Bindungsenergie von etwa $E_v^b = 0.15$ eV beeinflusst das Schwellen (Porenwachstumsrate und Porennukleation). Um einen dem beim Leerstellentrapping vergleichbaren Effekt durch Zwischengitteratomtrapping zu erreichen ist eine Bindungsenergie von $E_i^b = 1.4$ eV notwendig. Dies entspricht etwa der Differenz zwischen der Bewegungsenergie von Leerstellen und Zwischengitteratomen. Allgemein ergeben sich nach Mansur (Ma-78, Ma-79a) folgende Zusammenhänge:

1. Trapping von Zwischengitteratomen beeinflusst das Schwellen wenn

$$E_i^b > E_v^m - E_i^m \quad (3.8)$$

2. Trapping von Leerstellen beeinflusst das Schwellen ähnlich dem von Zwischengitteratomen für

$$E_i^b \approx E_v^m - E_i^m + E_v^b \quad (3.9)$$

3. Die Nukleationsrate und das Porenwachstum werden durch Trapping reduziert. Mit steigender Bindungsenergie nehmen die Nukleationsrate und die Porenwachstumsrate ab.

Aufgrund der in der Literatur vorhandenen Daten der Bindungsenergie $E_{v,i}^b$ (z.B. $E_i^b(\text{Si}) = 0.26$ eV (Ga-81), $E_v^b(\text{C}) = 0.46$ eV und $E_i^b(\text{C}) = 0.5$ eV (Li-79a), hierbei sind C bzw. Si Trappingzentren) kann davon ausgegangen werden, daß Leerstellentrapping an Fremdelementen, die auf Zwischengitterplätzen in die Matrix eingelagert sind, der vorherrschende Mechanismus ist.

Der Einfluß von Leerstellen- bzw. Zwischengitteratomtrapping auf die Porenwachstumsrate ist in Abbildung 3.1 dargestellt, in Abbildung 3.2 der Einfluß auf die freie Bildungsenthalpie für Poren. (Durch die freie Bildungsenthalpie $\Delta G/kT$ wird die Nukleationsrate der Poren bestimmt $J_s \sim A \exp[-\Delta G/kT]$. ΔG nimmt mit abnehmender Leerstellenkonzentration zu. Die Leerstellenkonzentration wird durch Trapping gesenkt.)

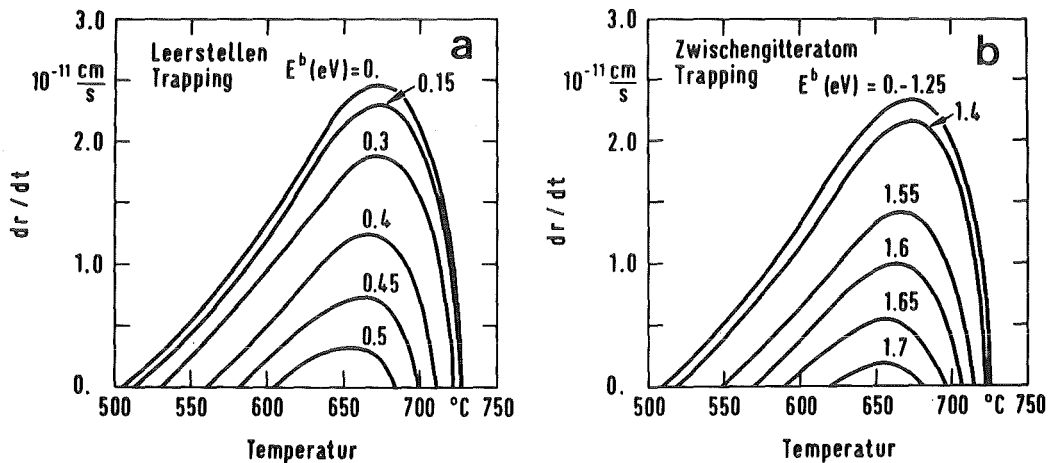


Abb. 3.1 Einfluß des Trappings auf die Porenwachstumsrate (Ma-78)
a. Leerstellentrapping, b. Zwischengitteratomtrapping

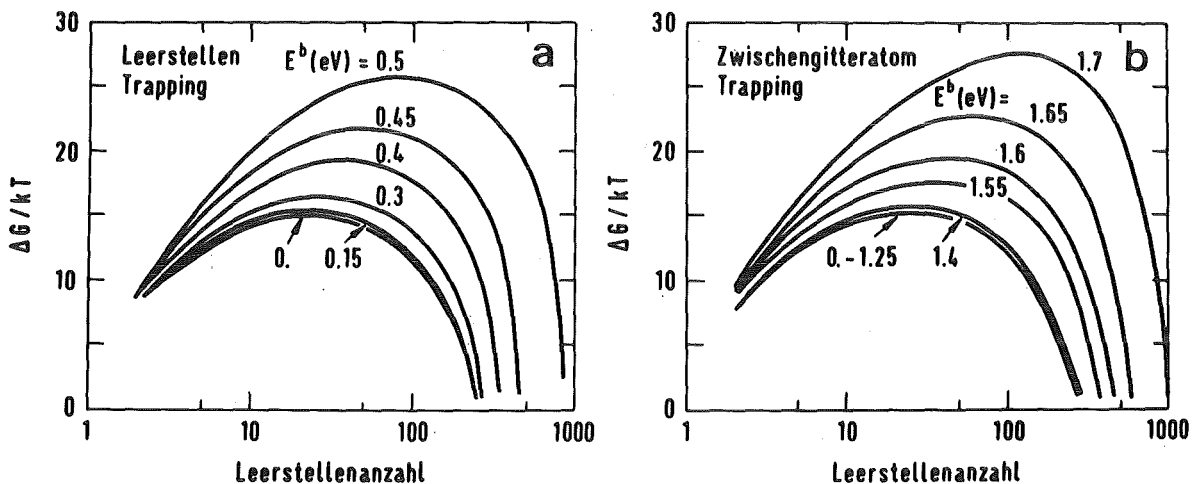


Abb. 3.2 Einfluß des Trappings auf die freie Bildungsenthalpie für Poren (Ma-78), Nukleationsrate $J_s \sim \exp[-\Delta G/kT]$
a. Leerstellentrapping, b. Zwischengitteratomtrapping

Einen für Bestrahlungsexperimente wichtigen Sachverhalt zeigt Abbildung 3.3. Mit zunehmender Schädigungsrate nimmt der Anteil der getrappten Defekte an der Rekombination ab. Die Rekombination erfolgt bei hohen Schädigungsraten hauptsächlich über freie Defekte. Wie Abbildung 3.2b zeigt, ist der Effekt jedoch stark von der Gesamtsenkenstärke und der Temperatur abhängig.

Bestrahlungsexperimente mit Schädigungsraten $K \geq 10^{-3}$ dpa/s sind daher nur bedingt für die Untersuchung des Einflusses von Trappingeffekten auf das Schwellverhalten geeignet (Br-78).

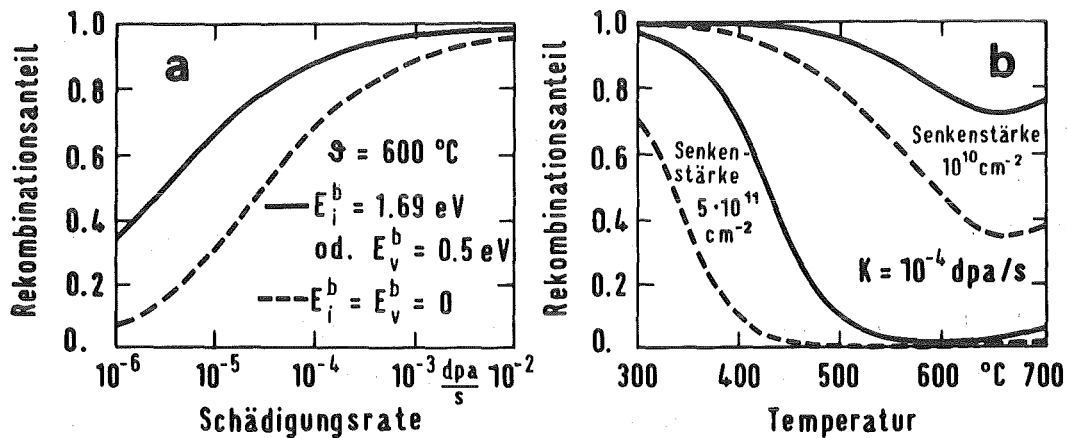


Abb. 3.3 Relativer Anteil der Rekombination an den Defektverlusten mit und ohne Trapping (Ma-78)
a) als Funktion der Schädigungsrate,
b) als Funktion der Temperatur

Aus der Beziehung (3.5) für den Rekombinationskoeffizienten und der Beziehung (3.6) für den Trappingkoeffizienten folgt, daß bei der Beschreibung des Trappings durch die Gl. (3.1) bis Gl. (3.4) von folgender stark vereinfachender Annahme ausgegangen wird:

"Die Trappingzentren und die Komplexe Defekt - Trappingzentrum sind nicht beweglich."

Andere Autoren, Smidt (Sm-73), Johnson (Jo-76), Okamoto (Ok-79) und Brailsford (Br-78) (siehe Senkenstärken Tabelle 1.1) gehen ebenfalls von festen Trappingzentren aus.

Für Leerstellen- und Zwischengitteratomtrapping an substitutionell gelösten Fremdatomen ist diese Annahme berechtigt. Substitutionell gelöste Fremdatome diffundieren in der Matrix über einen Leerstellenmechanismus (Le-83). Solange keine Leerstelle in unmittelbarer Nähe des Fremdatoms ist, kann dieses keine Platzwechselsprünge ausführen und nicht diffundieren. Der Trappingkoeffizient für Leerstellen wird deshalb durch den Zustrom der Leerstellen zu den festen Trappingzentren bestimmt (Gl. (3.6)). Zwischengitteratome diffundieren in der Matrix schneller als substitutionell gelöste Fremdelemente, die über einen Leerstellenmechanismus diffundieren. Der Trappingkoeffizient für Zwischengitteratome wird daher durch den Diffusionskoeffizienten der Zwischengitteratome bestimmt (Gl. (3.6)).

Beim Trapping von Leerstellen und Zwischengitteratomen an interstitiell gelösten Fremdatomen kann nicht von festen Trappingzentren ausgegangen werden. Interstitiell gelöste Fremdatome diffundieren über einen Zwischengittermechanismus (Le-83). Die Diffusion der Fremdatome ist daher von der Leerstellendiffusion abgekoppelt. Der Trappingkoeffizient für Leerstellen an interstitiell gelösten Fremdatomen ist deshalb proportional zur Summe der Diffusionskoeffizienten der Leerstellen und der Fremdatome. Analog verhält es sich beim Trapping von Zwischengitteratomen. Der Trappingkoeffizient $\alpha_{v,i}^T$ ist demnach

$$\alpha_{v,i}^T = \frac{4 \pi r_{v,i}}{\Omega} (D_{v,i} + D_S) \quad (3.10)$$

Mit D_S = Diffusionskoeffizient des Trappingzentrums

Der Einfluß schnell (über einen Zwischengittermechanismus) diffundierender Trappingzentren auf die Leerstellenkonzentration und die Porenwachstumsrate bei einem angenommenen Leerstellentrapping wird im folgenden Beispiel gezeigt.

Abbildung 3.4 zeigt den Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff und von Leerstellen als Funktion der Temperatur in Eisen sowie in Nickel. Wie aus der Abbildung zu ersehen ist, diffundiert Kohlenstoff (interstitiell gelöst) in Eisen schneller als die Leerstellen. In Nickel diffundieren die Leerstellen schneller als Kohlenstoff. Kohlenstoff ist im gelösten Zustand in α -Fe auf Zwischengitterplätzen eingelagert und diffundiert über einen Zwischengittermechanismus, der wesentlich schneller abläuft als der Leerstellenmechanismus. Im kfz Nickel ist Kohlenstoff nur zum Teil auf Zwischengitterplätzen eingelagert Kohlenstoff diffundiert daher überwiegend über den langsameren Leerstellenmechanismus.

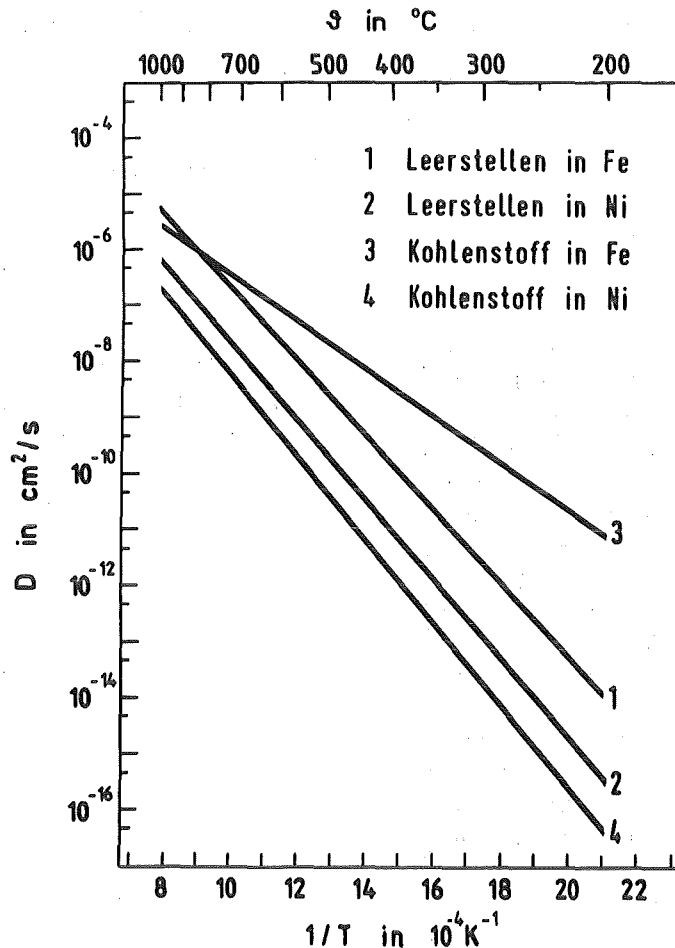


Abb. 3.4

Diffusionskoeffizient von Kohlenstoff und Leerstellen in Eisen und Nickel, Daten siehe Tabelle 3.1

Der Trappingkoeffizient für Leerstellen an Kohlenstoff wird daher in Eisen durch die Diffusion des Kohlenstoffs bestimmt, in Nickel dagegen durch die Diffusion der Leerstellen. Die Konzentration der freien und getrappten Leerstellen sowie der freien Zwischengitteratome wird im stationären Zustand

für Leerstellentrapping durch die Gleichungen (3.11) - (3.13) beschrieben:

$$0 = K_v - k_v^2 D_v c_v + \alpha_v^B c_v^T - \alpha c_v c_i - \alpha_v^T c_v (c_T - c_v^T) \quad (3.11)$$

$$0 = K_i - k_i^2 D_i c_i - \alpha c_v c_i - \alpha_i c_i c_v^T \quad (3.12)$$

$$0 = \alpha_v^T c_v (c_T - c_v^T) - \alpha_v^B c_v^T - \alpha_i c_i c_v^T \quad (3.13)$$

In Tabelle 3.1 sind die für die Rechnung verwendeten Daten zusammengestellt. Die für die Rechnung angenommene Konzentration der Trappingzentren (Kohlenstoff) liegt unter der in Fe und Ni maximal löslichen C-konzentration (In α -Fe sind bei Raumtemperatur $3.2 \cdot 10^{-2}$ at% C löslich bei 732°C 0.162 at%, in Ni $9.7 \cdot 10^{-2}$ at% für RT < θ < 700°C).

	Fe	Literatur	Ni	Literatur
D_v^0 [cm ² /s]	0.5	Mo-77	0.19	Se-69
E_v^m [eV]	1.28	Mo-77	1.38	Se-69
D_i^0 [cm ² /s]	0.001	Sch-80	0.12	Wh-79
E_i^m [eV]	0.2	Sch-80	0.15	Wh-79
E_v^f [eV]	1.32*	Sm-78	1.39	Se-69
D_c^0 [cm /s]	0.0062	Sm-78	0.1	Sm-78
Q_c [eV]	0.833	Sm-78	1.43	Sm-78
E_v^b [eV]	0.41	Mo-77	0.41	Mo-77
c_T [—]	$1 \cdot 10^{-4}$	—	$1 \cdot 10^{-4}$	—
φ_0 [cm ⁻²]	$1 \cdot 10^9$	—	$1 \cdot 10^9$	—
r_c [nm]	15	—	15	—
φ_c [cm ⁻³]	$1 \cdot 10^{15}$	—	$1 \cdot 10^{15}$	—
r_{GB} [μm]	3	—	3	—

Tabelle 3.1
Materialdaten für
Eisen und Nickel

* $E_v^f = Q - E_v^m$; $Q = 2.6$ eV / Sm-78 /

Abbildung 3.5 zeigt die Konzentration der freien Leerstellen (berechnet mit den Gl. (3.11) - (3.13)) in Eisen und Nickel ohne Trapping und mit Leerstellentrapping an festen sowie beweglichen Trappingzentren. Die Porenwachstumsrate für die drei Fälle ist in Abbildung 3.6 dargestellt.

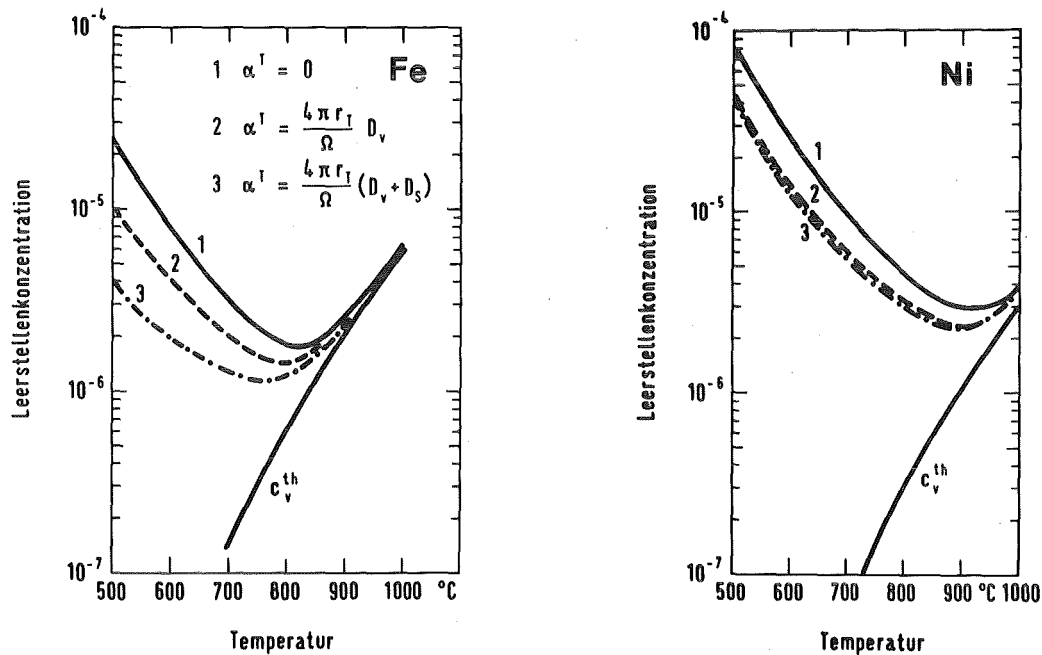


Abb. 3.5 Leerstellenkonzentration als Funktion der Temperatur in Eisen und Nickel, Daten für die Rechnung siehe Tabelle 3.1

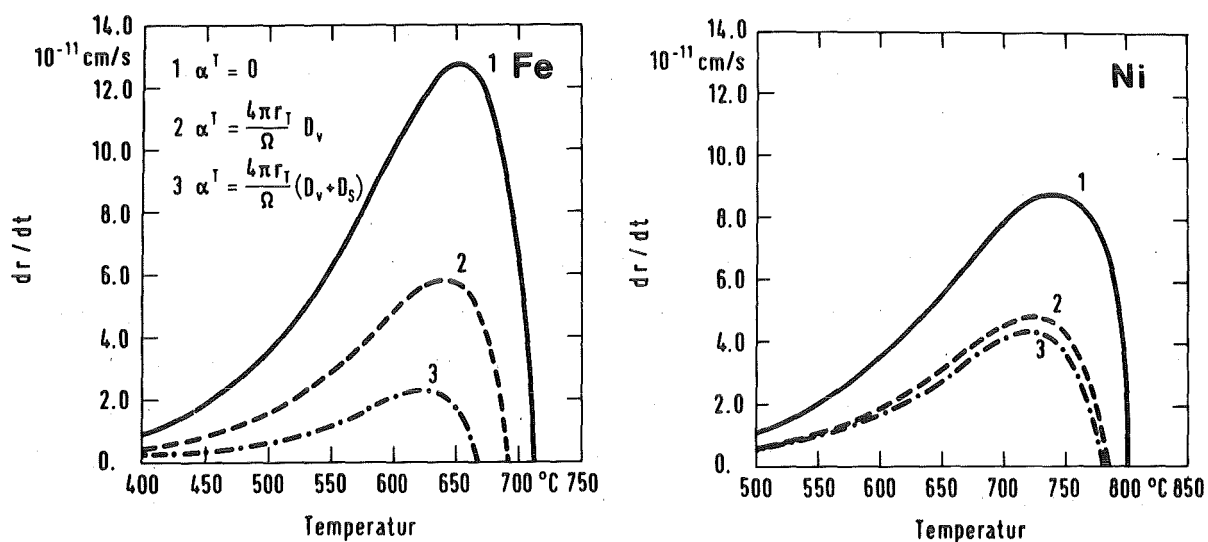


Abb. 3.6 Porenwachstumsrate als Funktion der Temperatur in Eisen und Nickel, Daten für die Rechnung siehe Tabelle 3.1

Aus der Abbildung 3.5 und 3.6 ist ersichtlich, daß die Konzentration der freien Leerstellen und die Porenwachstumsrate durch Trapping an schnell diffundierenden Trappingzentren stärker reduziert wird als beim Trapping an langsam diffundierenden bzw. festen Trappingzentren. In Eisen nimmt die Porenwachstumsrate im Schwellmaximum von $6 \cdot 10^{-11}$ cm/s, bei festen Trappingzentren, auf $2 \cdot 10^{-11}$ cm/s, bei schnell diffundierenden Trappingzentren ab. Die Konzentration der freien Leerstellen und die Porenwachstumsrate beim Trapping an festen und langsam diffundierenden Trappingzentren (Kohlenstoff in Nickel) unterscheiden sich nicht wesentlich. Dies ist darauf zurückzuführen, daß bei langsam diffundierenden Trappingzentren ($D_S < D_{v,i}$) der Trappingkoeffizient α^T (Gl. (3.10)) durch die Diffusion der Defekte bestimmt wird $\alpha^T = 4 \pi r_T D_{v,i} / \Omega$.

Das vorliegende Beispiel (interstitiell gelöster Kohlenstoff in Eisen) zeigt, daß Trapping von Leerstellen an schnell (über einen Zwischengittermechanismus) diffundierenden Fremdelemente eine stärkere Reduzierung des Schwellens bewirkt als Trapping an festen Trappingzentren (substitutionell gelöste Fremdatome).

Die Beweglichkeit der Komplexe Punktdefekt - Trappingzentrum wird in der Literatur kontrovers behandelt. Smidt (Sm-73), Mansur (Ma-74) und Brailsford (Br-78) gehen von unbeweglichen Komplexen aus. Johnson (Jo-76) und Okamoto (Ok-79) nehmen bewegliche Komplexe an. Für die Erklärung der Segregation von Fremdelementen geringer Konzentration muß von beweglichen Komplexen ausgegangen werden (siehe Kapitel 3.2). Der Rekombinationskoeffizient für die Rekombination freier Defekte mit getrappten Defekten wird durch bewegliche Komplexe erhöht. Dies führt zu einer Reduzierung der Defektkonzentration und einer Abnahme der Porennukleation, sowie der Porenwachstumsrate. Der Rekombinationskoeffizient ist analog zu Gl. (3.10) gegeben durch:

$$\alpha_{v,i} = \frac{4 \pi r_{v,i}}{\Omega} (D_{v,i} + D_{Sv,Si}) \quad (3.14)$$

Mit $D_{Sv,Si}$ = Diffusionskoeffizient des Komplexes Leerstelle - Fremdatom bzw. Zwischengitteratom - Fremdatom

3.2 Segregation

Bei der Leerstellendiffusion ist dem Leerstellenstrom zu Senken (Poren, Versetzungen, Korngrenzen und die Targetoberfläche) ein Materialstrom entgegengerichtet. Durch die Zwischengitteratomdiffusion erfolgt ein Materialtransport zu den Senken. In Legierungen, mit unterschiedlichen partiellen Diffusionskoeffizienten der einzelnen Komponenten, führt dies zu einer Verarmung oder Anreicherung von Atomen der einzelnen Komponenten in der Umgebung der Senken. Diesen Vorgang bezeichnet man als Segregation. Die Segregation durch Punktdefektflüsse wird in der Literatur als "Inverser Kirkendall Effekt" bezeichnet (Ok-79).

Der "Inverse Kirkendall Effekt" an einer Senke ist für eine binäre Legierung (A - B) in Abbildung 3.7 schematisch dargestellt.

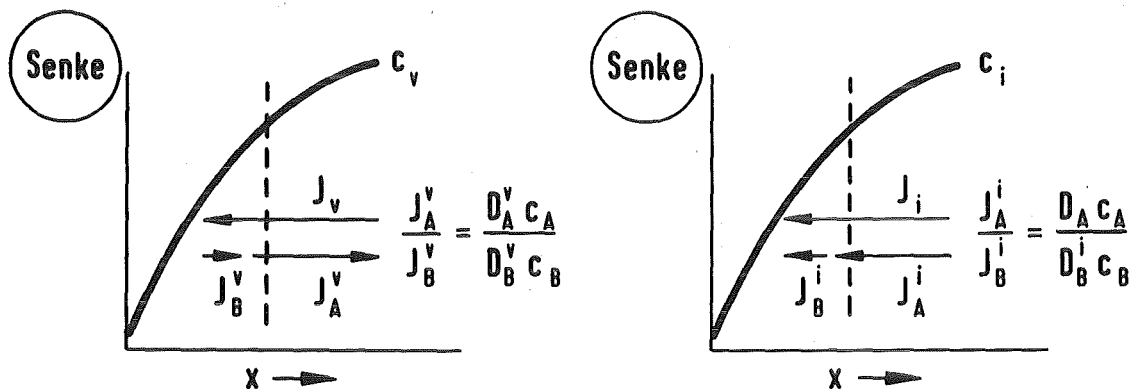


Abb. 3.7 Schematische Darstellung des inversen Kirkendall Effekts (Ok-79), a. Leerstellenfluß, b. Zwischen-gitterfluß

Die Anreicherung oder Verarmung der Komponenten A an einer Senke, wird nach Wiedersich (Wi-79) durch den Konzentrationsgradienten der Leerstellen bestimmt

$$\nabla c_A = \frac{D_i^B D_i^A}{\alpha (D_i^B D_A + D_i^A D_B)} \left(\frac{D_A^v}{D_B^v} - \frac{D_A^i}{D_B^i} \right) \nabla c_v \quad (3.15)$$

Mit c_A, c_B = Konzentration der Legierungskomponenten cm^{-3}

c_V, c_i = Konzentration der Punktdefekte cm^{-3}

D_A^V, D_B^V = partieller Diffusionskoeffizient der Komponenten bei der Diffusion über Leerstellen

$$D_A^V = d_{AV} N_V, \quad D_B^V = d_{BV} N_V$$

$$d_{AV} = 1/6 \quad b_V^2 \quad z_V \quad v_{AV}, \quad d_{BV} = 1/6 \quad b_V^2 \quad z_V \quad v_{BV}$$

$b_{V,i}$ = Sprungweite

$v_{XV,i}$ = Sprungfrequenz

$z_{V,i}$ = Koordinationszahl

N_x = Atomare Konzentration 1, $N_x = \Omega c_x$

Ω = mittleres Atomvolumen der Legierung

D_V^A, D_V^B = partieller Diffusionskoeffizient für Leerstellen bei der Diffusion über die Komponente A bzw. B

$$D_V^A = d_{AV} N_A, \quad D_V^B = d_{BV} N_B$$

D_A^i, D_B^i = partieller Diffusionskoeffizient der Komponenten bei der Diffusion über Zwischengitteratome

$$D_A^i = d_{Ai} N_i, \quad D_B^i = d_{Bi} N_i$$

$$d_{Ai} = 1/6 \quad b_i^2 \quad z_i \quad v_{Ai}, \quad d_{Bi} = 1/6 \quad b_i^2 \quad z_i \quad v_{Bi}$$

D_i^A, D_i^B = partieller Diffusionskoeffizient für Zwischengitteratome bei der Diffusion über die Komponente A bzw. B

$$D_i^A = d_{Ai} N_A, \quad D_i^B = d_{Bi} N_B$$

$$\left. \begin{aligned} D_A &= D_A^i + D_A^V, \quad D_B = D_B^i + D_B^V, \\ D_V &= D_V^A + D_V^B, \quad D_i = D_i^A + D_i^B \end{aligned} \right\} \quad (3.16)$$

α = thermodynamischer Faktor

J_V, J_i = Punktdefektstrom

J_A^V, J_B^V = Defektstrom der Komponenten über Leerstellen

J_A^i, J_B^i = Defektstrom der Komponenten über Zwischengitteratome

Abbildung 3.8 zeigt schematisch die Konzentration der Komponenten A an einer Senke. Aus der Beziehung (3.14) folgt, daß eine Verarmung der Komponenten A für $D_A^V/D_B^V > D_A^i/D_B^i$ zu erwarten ist. Die Diffusion der Komponenten A erfolgt in diesem Falle über einen Leerstellenmechanismus. Eine Anreicherung der Komponenten ist bei einer Diffusion über Zwischengitteratome zu erwarten $D_A^V/D_B^V < D_A^i/D_B^i$.

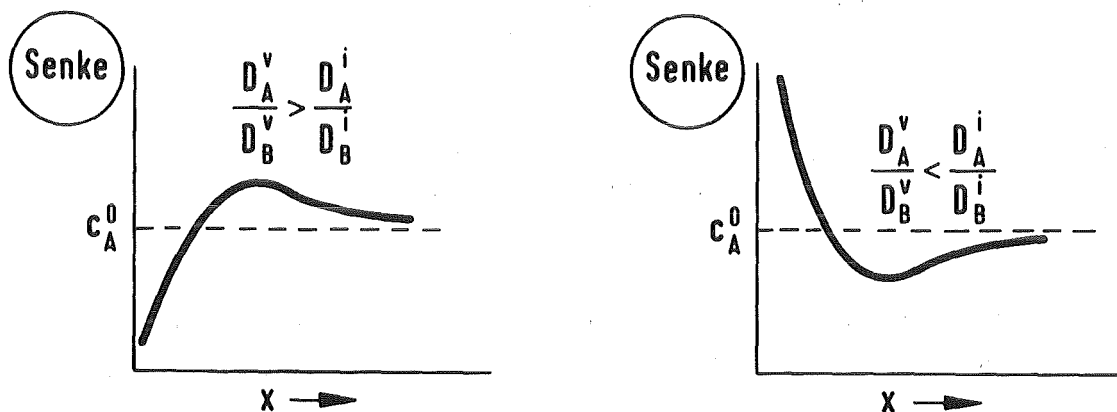


Abb. 3.8 Einfluß der partiellen Diffusionskoeffizienten auf die Tiefenverteilung der Komponenten A (Ok-79)

Bei geringer Fremdelementkonzentration wird die Segregation durch die Beweglichkeit der Komplexe Punktdefekt - Fremdelement bestimmt (Ok-79).

In Mehrstoffsystemen ist die Segregation der Hauptlegierungselemente empfindlich von der Konzentration der Minoritätselemente abhängig. Ein Beispiel hierfür ist in Abbildung 3.9 dargestellt. Abbildung 3.9 zeigt die Konzentration der Legierungselemente an der Targetoberfläche in einer Fe-18Cr-8Ni und einer Fe-18Cr-8Ni-1Mo Legierung. Durch den Zusatz von Molybdän wird das Konzentrationsprofil der Hauptlegierungselemente gegenüber der Legierung ohne Molybdän stark verändert.

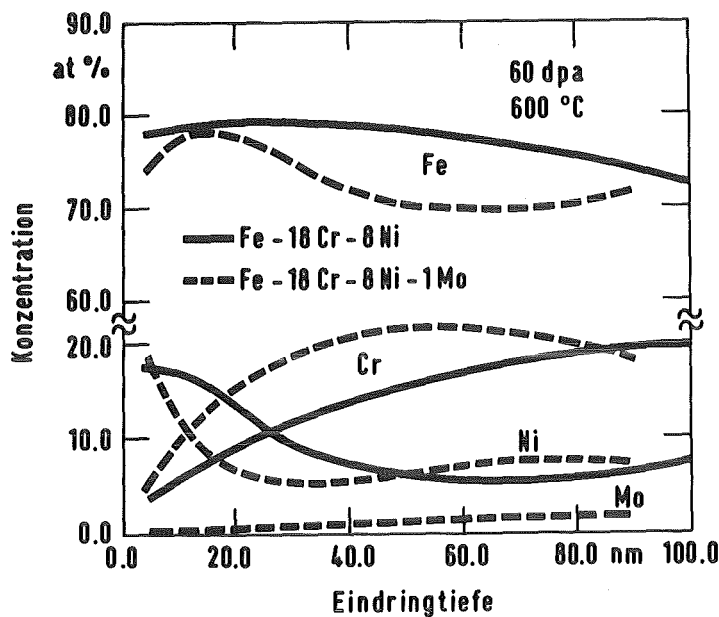


Abb. 3.9 Bestrahlungsinduzierte Segregation der Legierungselemente an der Oberfläche (Ok-79)

Von Interesse ist nun der Einfluß der Segregation auf das Schwellen. Er wird an folgendem Beispiel exemplarisch gezeigt.

In einer binären Legierung A - B (Matrixmaterial B) mit $d_{Av} < d_{Bv}$, $d_{Ai} < d_{Bi}$ und $d_{Av}/d_{Bv} < d_{Ai}/d_{Bi}$ (d.h. die Komponente A diffundiert langsamer als das Matrixmaterial B) wird durch Segregation (Gl. (3.15)) die Komponente A in der Umgebung von Poren angereichert. Dies führt nach Gl. (3.16) zu einer Abnahme des Leerstellendiffusionskoeffizienten D_v^* , in der Umgebung der Poren, gegenüber dem Diffusionskoeffizienten D_v in der Matrix (Die Abnahme des Diffusionskoeffizienten entspricht einer Zunahme der Bewegungsenergie E_v^m). Ein kleinerer Diffusionskoeffizient führt nach Gl. (1.21) zu einer Abnahme der Porenwachstumsrate und damit zu einer Reduzierung des Schwellens.

Abbildung 3.10 zeigt den Einfluß des Diffusionskoeffizienten auf die Porenwachstumsrate (Le-83). Die Abbildung zeigt, daß bereits bei einer Zunahme der Bewegungsenergie in der Umgebung der Poren um 0.06 eV gegenüber der Matrix ($E_v^m = 0.7$ eV) die Porenwachstumsrate nahezu vollständig unterdrückt wird.

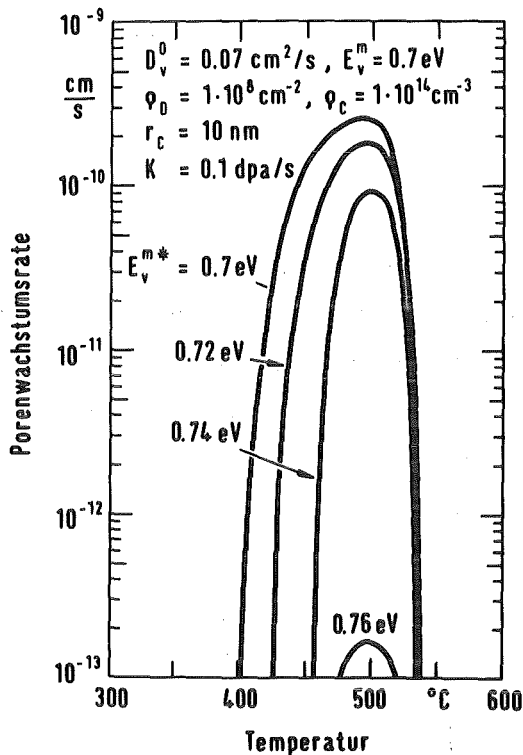


Abb. 3.10

Porenwachstumsrate bei der Segregation von Fremdelementen an Poren (Le-83)

E_v^m = Bewegungsenergie der Leerstellen in der Matrix
 E_v^{m*} = Bewegungsenergie der Leerstellen in der Umgebung der Poren

Fiskus und Johnson (Fi-79) diskutieren den Einfluß einer Energiebarriere für Leerstellen und Zwischengitteratome um eine Pore. Eine Energiebarriere für Leerstellen (die Diffusion der Leerstellen in der Umgebung der Poren wird hierdurch verlangsamt) behindert das Porenwachstum. Durch eine Energiebarriere für Zwischengitteratome (die Zwischengitteratome diffundieren langsamer) wird das Porenwachstum beschleunigt. Die Segregation an Poren kann daher sowohl zu einer Reduzierung als auch einer Zunahme der Porenwachstumsrate führen.

Durch die Segregation entsteht um Versetzungen und Loops eine mit Fremdelementen "angereicherte Atmosphäre". Das Spannungsfeld der Versetzungen und Loops wird hierdurch verändert bzw. reduziert (Bu-70). Dies führt nach Norris (No-73) zu einer Reduzierung des Biasfaktors und damit zu einer Abnahme des Schwellens.

Die Anreicherung von substitutionell gelösten Fremdelementen mit einem kleineren Atomradius als der der Matrixatome um Versetzungen führt nach Weertman und Green (We-76) zu einer Erhöhung des Biasfaktors und einem damit verbundenen verstärkten Schwellen.

Bei einer hohen Konzentration gelöster Fremdelemente in der Umgebung von Versetzungen und Loops wird der Zustrom von Punktdefekten durch eine verstärkte Rekombination in der Umgebung der Senken unterdrückt. Die Versetzungen und Loops können daher nicht mehr wachsen (Li-79a), sie sind neutrale Senken. Da Schwellen Senken mit einem Bias voraussetzt (siehe Kap. 2.3) wird das Schwellen unterdrückt.

4. Spezielle Probleme bei Bestrahlungsexperimenten mit niederenergetischen Ionen

Bei der Betrachtung von Reinstmetallen und Legierungen mit Ionen ist eine Einteilung der Experimente nach der Energie der Ionen zweckmäßig. Man unterscheidet Experimente mit:

1. niederenergetischen Ionen und
2. hochenergetischen Ionen

Die Grenze zwischen nieder- und hochenergetischen Ionen wird durch die Lage der maximalen Schädigung bestimmt. Bei niederenergetischen Ionen ist der Abstand der maximalen Schädigung von der bestrahlten Oberfläche kleiner oder gleich der mit der Elektronenmikroskopie durchstrahlbaren Dicke des Materials. Für Nickel, Eisen und deren Basislegierungen liegt die Grenze bei der Bestrahlung mit Nickel- oder Eisenionen bei ca. 1 MeV.

Experimente mit nieder- oder hochenergetischen Ionen unterscheiden sich in folgenden Punkten:

- | | | |
|---|---|-------------------|
| 1. Schädigungstiefe | } | Schädigungsprofil |
| 2. Maximale Schädigungsrate
(bei gleichem Ionenfluß) | | |
| 3. Örtliche Ionenimplantationsrate
(bei gleichem Fluß) | | |
| 4. Erosion der Oberfläche durch Sputtering | | |

In Abbildung 4.1 ist das Schädigungsprofil und die Implantationsrate für die Bestrahlung von Nickel mit 200 keV und 4 MeV Ni^+ -Ionen dargestellt. Abbildung 4.2 zeigt die Sputterraten als Funktion der Energie.

Durch die Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ -Ionen wird ein Bereich von 0 bis 50 nm annähernd homogen geschädigt. Das Schädigungsprofil bei 4 MeV Ni^+ -Ionen hat bei ca. 700 nm ein Maximum. Zur Oberfläche und ins Material fällt die Schädigungsrate ab. Bei gleichem Ionenstrom ist die maximale Schädigungsrate bei 200 keV Ni^+ -Ionen um den Faktor zwei größer als bei 4 MeV Ni^+ -Ionen.

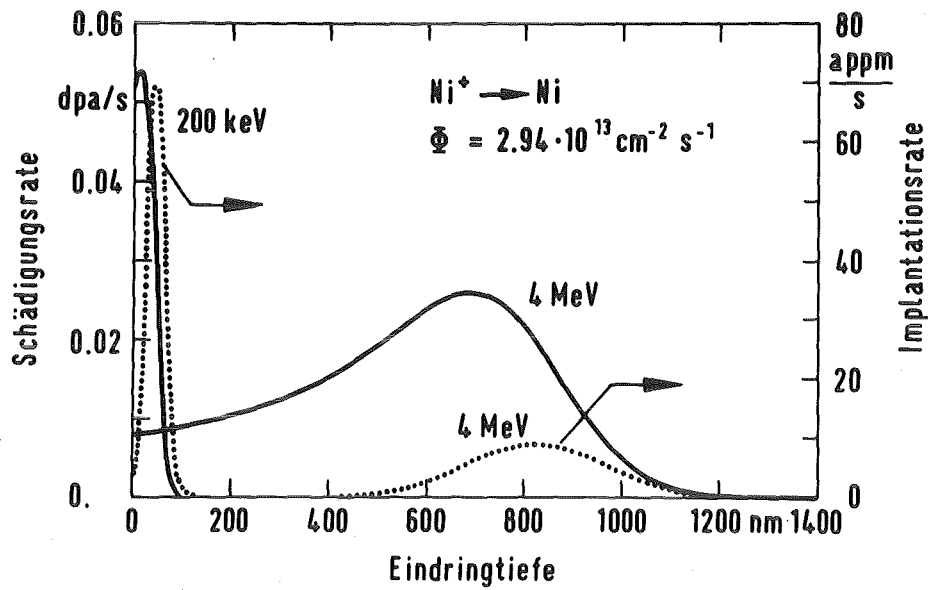


Abb. 4.1 Schädigungs- und Implantationsprofil bei der Bestrahlung von Nickel mit 200 keV und 4 MeV Ni^+ - Ionen

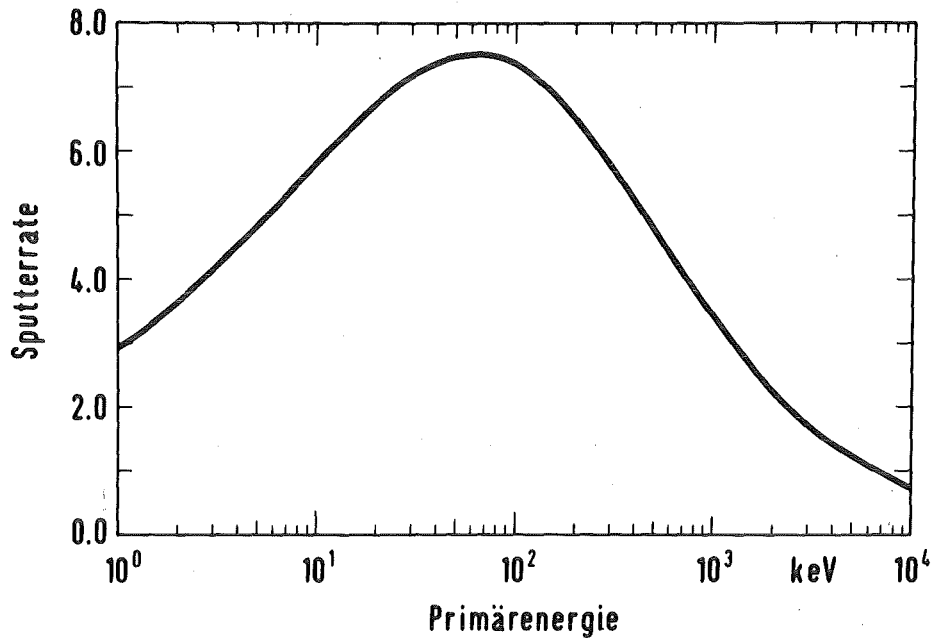


Abb. 4.2 Sputterrate als Funktion der Primärenergie bei der Bestrahlung von Nickel mit Ni^+ - Ionen berechnet nach Sigmund (Si-69)

Die maximale Implantationsrate ist bei einer Gaußschen Reichweitenverteilung umgekehrt proportional zur Standardabweichung R_p der projizierten Reichweite R_p der Ionen. Da R_p mit steigender Ionenenergie zunimmt, sinkt die maximale Implantationsrate, im vorliegenden Beispiel von 70 appm/s bei 200 keV auf 7 appm/s bei 4 MeV Ni^+ -Ionen.

Das für das Schwellverhalten weit wichtigere Verhältnis ϵ_i der Implantierten zu den durch Bestrahlung erzeugten Zwischengitteratome (Gl. (2.24)) ist bei der Bestrahlung von Nickel mit 200 keV Ni^+ -Ionen mit $\epsilon_i = 6 \cdot 10^{-4}$ (im Schädigungsmaximum) etwa um den Faktor drei größer als bei 4 MeV Ni^+ -Ionen $\epsilon_i = 2.5 \cdot 10^{-4}$.

Durch Erhöhen (4 MeV) oder Erniedrigen (200 keV) des Ionenflusses können die Schädigungs- oder die maximalen Implantationsraten aneinander angepaßt werden. Ein gleichzeitiges Anpassen von Schädigungs- und Implantationsraten ist nicht möglich, d.h. aber ϵ_i (200 keV) kann ebenfalls nicht an ϵ_i (4 MeV) angeglichen werden.

Die Sputterrate als Funktion der Ionenenergie zeigt einen glockenförmigen Verlauf. Das Maximum liegt bei der Bestrahlung von Nickel mit Nickelionen bei ca. 70 keV. Mit zunehmender Energie nimmt die Sputterrate ab. Für Energien über 1 MeV ist die Sputterrate kleiner als 3. Da gleichzeitig die Schädigungstiefe mit der Ionenenergie zunimmt, spielt die Sputterrate bei hochenergetischen Ionen keine Rolle (siehe Kapitel 4.4).

Die Unterschiede in der Schädigungstiefe, der Schädigungsrate, der Implantationsrate und der Sputterrate führen einzeln und in Verbindung miteinander zu Konsequenzen für die Durchführung und Interpretation der Experimente mit niederenergetischen Ionen. Im folgenden Kapitel wird auf die wesentlichen Punkte eingegangen.

4.1 Schädigungstiefe und Oberfläche

Die Oberfläche der Targets ist für die Punktdefekte eine unsaturierbare Senke. An der Oberfläche kann die Defektkonzentration nicht größer als die thermische Konzentration werden:

$$c_v(x=0) = c_v^{th} \quad c_i(x=0) = 0$$

Im Material wird durch die Bestrahlung eine höhere Defektkonzentration erzeugt. Hierdurch stellt sich ein Konzentrationsgradient ein, der einen Defektstrom zur Oberfläche bewirkt. In einem Bereich an der Oberfläche wird hierdurch die Leerstellenkonzentration so stark abgesenkt, daß die Nukleation von Poren reduziert und das Porenwachstum gehemmt wird. Hierdurch entsteht parallel zur Oberfläche eine porenfreie Zone.

Bei niederenergetischen Ionen mit einer Schädigungstiefe unter 100 nm wird der Bereich, in dem eine Porenbildung möglich ist, durch den Abstrom der Punktdefekte zur Oberfläche stark eingeengt. Im Extremfall wird die porenfreie Zone gleich groß wie die geschädigte Schicht.

In Abbildung 4.3 ist die örtliche Leerstellenkonzentration $c_v(x)$, bezogen auf die Leerstellenkonzentration c_v , in einem unendlich ausgedehnten Körper dargestellt. Für die Rechnung wurde ein homogen geschädigter, halbumendlicher Raum mit $K_1(x) = K$ für $0 \leq x < \infty$ und ein kastenförmiges Schädigungsprofil mit $K_2(x) = K$ für $0 \leq x \leq 50$ nm angenommen. Der Schädigungsverlauf $K_1(x)$ beschreibt im oberflächennahen Bereich die Schädigung bei der Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen, das kastenförmige Schädigungsprofil $K_2(x)$ näherungsweise den Schädigungsverlauf bei niederenergetischen Ionen.

Die Leerstellenkonzentration $c_v(x)$ wurde für Cu, Fe und Ni berechnet. Kupfer wurde für die Rechnung mitverwendet, da die Leerstellen in Kupfer ($E_v^m = 0.7$ eV) bedeutend schneller diffundieren als in Eisen ($E_v^m = 1.28$ eV) und in Nickel ($E_v^m = 1.38$ eV).

Die Rechnungen wurden für die drei Werkstoffe bei 525°C durchgeführt. Da $D_V(\text{Cu}, 525^\circ\text{C}) = D_V(\text{Fe}, 1000^\circ\text{C})$, beschreibt $c_V(x, \text{Cu})$ für 525°C näherungsweise die Leerstellenkonzentration in Eisen und Nickel bei hohen Temperaturen.

Aus der Abbildung 4.3 ist zu ersehen, daß die maximale Leerstellenkonzentration $c_V(x)_{\text{max}}$ bei der Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen (Schadigungsprofil K_2) mit steigendem Diffusionskoeffizienten abnimmt. Diffundieren die Leerstellen relativ langsam (Fe und Ni), so ist $c_V(x)_{\text{max}}$ nur unwesentlich kleiner als c_V^∞ . Bei schnell diffundierenden Leerstellen (kleines E_V^m oder hohe Temperaturen bei großem E_V^m) wird $c_V(x, K_2)$ gegenüber c_V und $c_V(x, K_1)$ durch die Diffusion der Leerstellen zur Oberfläche und ins Material stark abgesenkt. Dies führt zu einer Reduzierung der Nukleation- und Porenwachstumsrate bei der Bestrahlung mit niederenergetischen gegenüber hochenergetischen Ionen bzw. Neutronen.

Da der Diffusionskoeffizient ($E_V^m = \text{konst.}$) mit steigender Temperatur zunimmt, nimmt $c_V(x, K_2)$ gegenüber $c_V(x, K_1)$ und c_V ab. Nukleation und Porenwachstum nehmen daher mit zunehmender Temperatur ab. Die Schwellkurve wird hierdurch bei den niederenergetischen gegenüber den hochenergetischen Ionen- und Neutronenbestrahlungen zu tieferen Temperaturen verschoben. Der steile Abfall der Schwellkurven bei hohen Temperaturen, wie er von Leister (Le-83) bei mit 200 keV Cu^+ -Ionen bestrahltem Kupfer und in dieser Arbeit bei Eisen (siehe Kap. 7.2) beobachtet wird, kann durch oben beschriebenen Sachverhalt erklärt werden.

Abbildung 4.3 zeigt ferner, daß bei der Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen für $x > 300 \text{ nm}$ $c_V(x) / c_V^\infty \approx 1$ wird. Das Verhältnis $c_V(x) / c_V$ nimmt zwar mit steigendem Diffusionskoeffizienten ab, wie aus Abb. 4.3 jedoch zu ersehen ist, kann der Einfluß der Oberfläche auf $c_V(x)$ unabhängig vom Diffusionskoeffizienten für $x > 300 \text{ nm}$ vernachlässigt werden. Da das Schädigungsmaximum bei der Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen bei einigen μm liegt, hat die Oberfläche keinen Einfluß auf das Schwellen im Schädigungsmaximum.

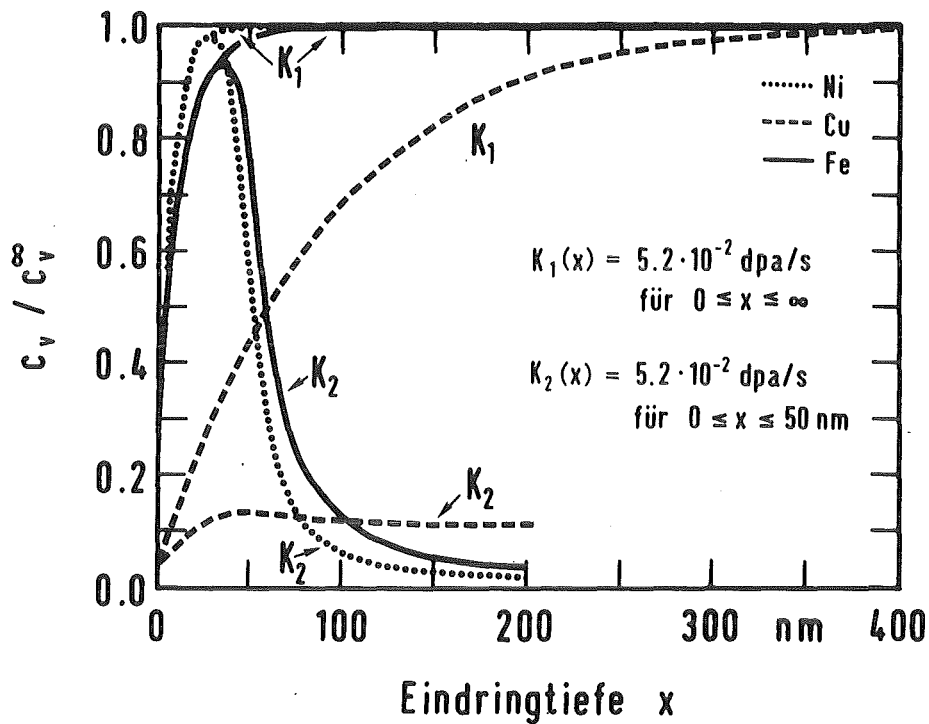


Abb. 4.3 Leerstellenkonzentration am Probenrand in Eisen, Nickel und Kupfer

$$D_v(\text{Ni}) = 0.19 \exp[-1.38\text{eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$D_i(\text{Ni}) = 0.12 \exp[-0.15\text{eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$D_v(\text{Fe}) = 0.5 \exp[-1.28\text{eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$D_i(\text{Fe}) = 0.001 \exp[-0.2\text{eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$D_v(\text{Cu}) = 0.72 \exp[-0.7\text{eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$D_i(\text{Cu}) = 0.008 \exp[-0.12\text{eV}/kT] \text{ cm}^2/\text{s}$$

$$c_v^{\text{th}}(\text{Ni}) = \exp[-1.39\text{eV}/kT], \quad c_v^{\text{th}}(\text{Fe}) = \exp[-1.32\text{eV}/kT]$$

$$c_v^{\text{th}}(\text{Cu}) = \exp[-1.3\text{eV}/kT],$$

$$\varphi_D = 1 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2} \text{ für } 0 \leq x < \infty, \quad \vartheta = 525^\circ\text{C}$$

Rechnungen von Yoo (Yo-79) und Bullough und Hayns (Bu-77) zeigen ebenfalls keinen signifikanten Einfluß der Oberfläche und der porenfreien Zone auf das Schwellen im Schädigungsmaximum bei der Bestrahlung des Stahls M 316 mit 46.5 MeV Ni^+ - und 4.2 MeV Fe^+ - Ionen. Bei der Bestrahlung mit Ionen im keV Bereich ist nach Bullough eine Abnahme des Schwellens gegenüber hochenergetischen Ionenbestrahlungen zu erwarten.

Durch die geringe Schädigungstiefe ($< 100 \text{ nm}$) bei niederenergetischen Bestrahlungen ist eine präparative Behandlung der bestrahlten Oberfläche nicht mehr möglich. An die Oberfläche der Targets werden daher bezüglich Ebenheit und Sauberkeit erhöhte Anforderungen gestellt. Um eine Oxidation und eine damit verbundene Zerstörung der geschädigten Schicht zu verhindern, muß das Vakuum bei der Bestrahlung besser als $1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ sein. Als vorteilhaft erweist sich, daß man bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung ein integrales Bild des geschädigten Bereiches erhält.

Die Anforderung an die Oberfläche der Targets bei der Bestrahlung mit hochenergetischen Ionen sind wesentlich geringer. Um den Bereich der maximalen Schädigung zu untersuchen, muß von der bestrahlten Oberfläche eine genau definierte Schicht abgetragen werden (Zielpräparation), der präparative Aufwand ist daher wesentlich größer als bei niederenergetischen Bestrahlungen.

Die Unterschiede bei der Präparation für Nieder- und Hochenergiebestrahlung sind in Abbildung 4.4 dargestellt.

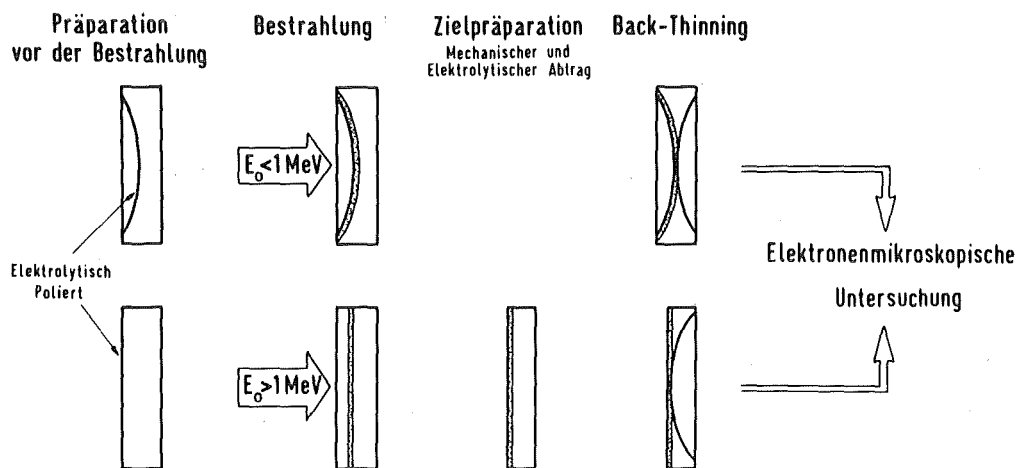


Abb. 4.4 Präparation der Targets bei der Bestrahlung mit nieder- ($E_0 < 1 \text{ MeV}$) und hochenergetischen ($E_0 > 1 \text{ MeV}$) Ionen

4.2 Schädigungstiefe und Segregation

Der Leerstellenstrom zur Oberfläche führt zu einem Materialstrom in entgegengesetzter Richtung. Durch den Zwischengitteratomstrom erfolgt ein Materialtransport zur Oberfläche. In den oberflächennahen Schichten kommt es hierdurch bei Legierungen zu einer Anreicherung bzw. Verarmung einzelner Komponenten (Segregation). Ein Beispiel für die Segregation zeigt Abbildung 4.5.

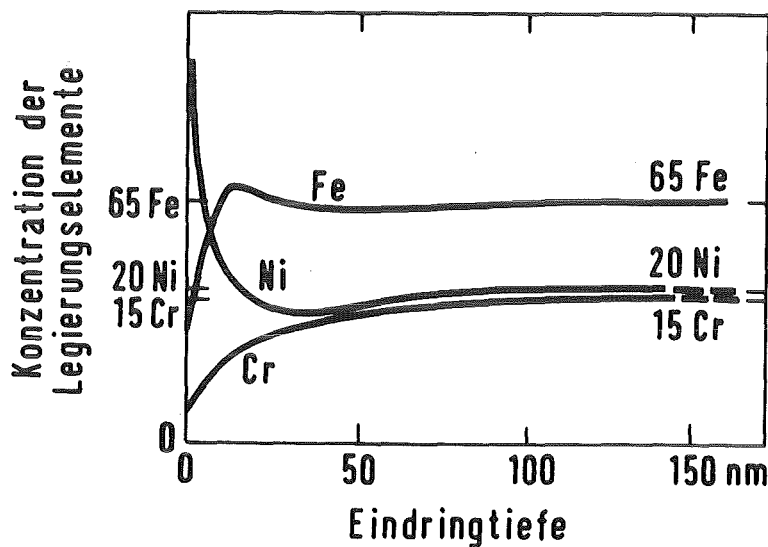


Abb. 4.5 Konzentration der Legierungselemente über der Tiefe (Ma-78b), Werkstoff Fe-15Cr-20Ni, 4 MeV Ni⁺-Ionen, $T = 675^{\circ}\text{C}$, Dosis = 8 dpa

Bei der Bestrahlung von Legierungen mit niederenergetischen Ionen hat die geschädigte Schicht die gleiche Stärke (≈ 100 nm) wie die durch den Segregationseffekt in ihrer Zusammensetzung veränderte Schicht (≈ 100 nm). Bei hochenergetischen Ionen wird die Zusammensetzung der Legierung im Bereich der maximalen Schädigung ($\approx 2 - 4$ μm) durch die Segregation an der Oberfläche nicht verändert.

Bestrahlungsexperimente mit nieder- und hochenergetischen Ionen an Legierungen sind aufgrund der durch die Segregation bedingten Veränderung in der Zusammensetzung der Legierung im Schädigungsbereich der niederenergetischen Ionen nur bedingt vergleichbar.

4.3 Einfluß der Ionenimplantation

Den wesentlichen Unterschied in der Implantationsrate bei der Bestrahlung mit nieder- oder hochenergetischen Ionen zeigt Abbildung 4.1. Die maximale Implantationsrate bei der Bestrahlung von Nickel mit 200 keV Ni^+ - Ionen ist ca. 10 mal so groß wie bei der Bestrahlung mit 4 MeV Ni^+ - Ionen.

Der Einfluß der implantierten Ionen auf die Porenwachstumsrate bei Eigen- und Fremdionenbestrahlung wird durch das Verhältnis ϵ_i der implantierten zu den durch die Bestrahlung erzeugten Zwischengitteratome bestimmt (siehe Kap. 2.6). Im vorliegenden Beispiel ist $\epsilon_i(200 \text{ keV}) / \epsilon_i(4 \text{ MeV}) \approx 2.4$ (ϵ_i - Werte des jeweiligen Schädigungsmaximum). Geht man in erster Näherung von einem linearen Zusammenhang zwischen ϵ_i und dem Schwellen aus, wird das Schwellen bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - gegenüber 4 MeV Ni^+ - Ionen um das 2 - 3 fache reduziert.

Hierbei muß jedoch beachtet werden, daß ϵ_i bei 200 keV Ni^+ - Ionen stark ortsabhängig ist ($\epsilon_i(x \rightarrow 0) = 6.8 \cdot 10^{-5}$, $\epsilon_i(x=50\text{nm}) = 1 \cdot 10^{-3}$). ϵ_i ändert sich innerhalb des Schädigungsbereiches von 50 nm um 2 Zehnerpotenzen. Bei 4 MeV Ni^+ - Ionen hingegen ist die Ortsabhängigkeit von ϵ_i in einem Bereich von $\pm 200 \text{ nm}$ um das Schädigungsmaximum vergleichsweise gering ($\epsilon_i(500\text{nm}) = 1 \cdot 10^{-4}$, $\epsilon_i(x=900\text{nm}) = 6 \cdot 10^{-4}$).

Es ist daher äußerst problematisch den Einfluß von ϵ_i auf das Schwellen bei der Bestrahlung mit niederenergetischen Ionen zu beurteilen. Ein niedrigeres Schwellen bei der Bestrahlung mit nieder- gegenüber hochenergetischen Ionen durch das größere ϵ_i im jeweiligen Schädigungsmaximum zu erklären ist aufgrund der starken Ortsabhängigkeit von ϵ_i bei niederenergetischen Ionen nicht möglich.

Bei Fremdionenbestrahlung wird die Zusammensetzung des Materials durch die Ionenimplantation verändert. Die Anzahl der Ionen, die in der geschädigten Schicht implantiert werden, ist von der Implantationsrate, der Sputterrate und der Diffusion der Ionen im Matrixmaterial abhängig. Bei einer Gaußschen Reichweitenverteilung der Ionen ist die Konzentration $N(x,t)$ der implantierten Ionen bei Vernachlässigung der Diffusion

$$N(x,t) = \frac{N_T}{2s} \left[\operatorname{erf} \frac{x - R_p + \Phi t s / N_T}{\sqrt{2} \Delta R_p} - \operatorname{erf} \frac{x - R_p}{\sqrt{2} \Delta R_p} \right] \quad (4.1)$$

Mit	R_p [cm]	= Projizierte Reichweite
	ΔR_p [cm]	= Standardabweichung
	x [cm]	= Eindringtiefe (gemessen von der momentanen Oberfläche)
	Φ [cm ⁻² s ⁻¹]	= Teilchenfluß
	t [s]	= Bestrahlungszeit
	N_T [cm ⁻³]	= Targetdichte
	s [l]	= Sputterraten

Als Beispiel für die Veränderung der Zusammensetzung des bestrahlten Materials ist in Abbildung 4.6 das Implantationsprofil von 200 keV Ni⁺- Ionen in Eisen dargestellt. Die Konzentration von Nickel im geschädigten Bereich beträgt bei einer Ionendosis von $7 \cdot 10^{16}$ cm⁻² maximal 13 at%. Durch Sputtering wird eine Schicht von ca. 50 nm abgetragen. Verwendet man für die Bestrahlung 4 MeV Ni⁺- Ionen, so wird bei der gleichen Ionendosis eine Schicht von 10 nm abgetragen. Die Verschiebung des Implantationsprofils kann vernachlässigt werden. Maximal werden 4 at% Nickel implantiert.

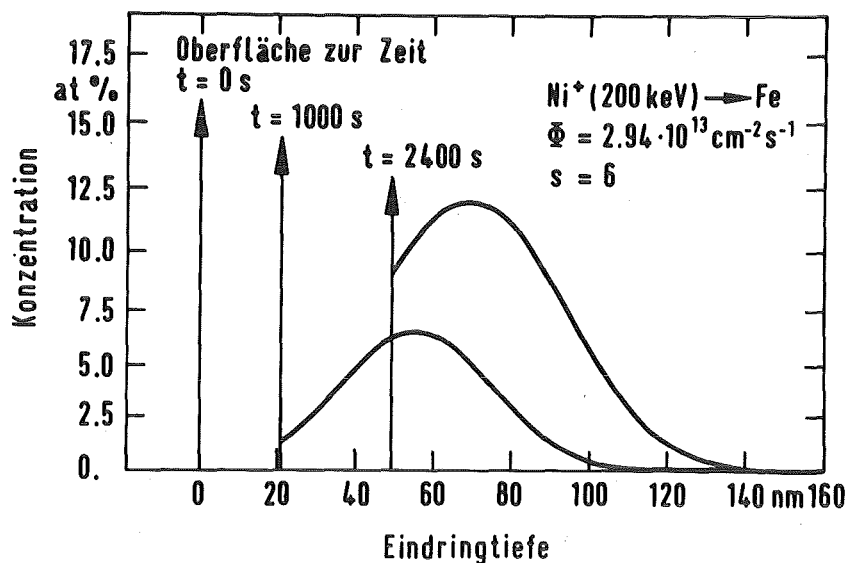


Abb. 4.6 Implantationsprofil von Nickel in Eisen

4.4 Einfluß des Sputterns bei Ionenbestrahlungen

Beschießt man metallische Werkstoffe mit Ionen, so wird pro einfallendem Ion eine bestimmte Anzahl von Atomen aus der Oberfläche herausgeschlagen. Dies führt zu einer Erosion der Oberfläche. In der Literatur wird dieser Vorgang als "Sputtering" bezeichnet. Abbildung 4.7 zeigt die Oberfläche des Stahls DIN 1.4970 nach der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ -Ionen.

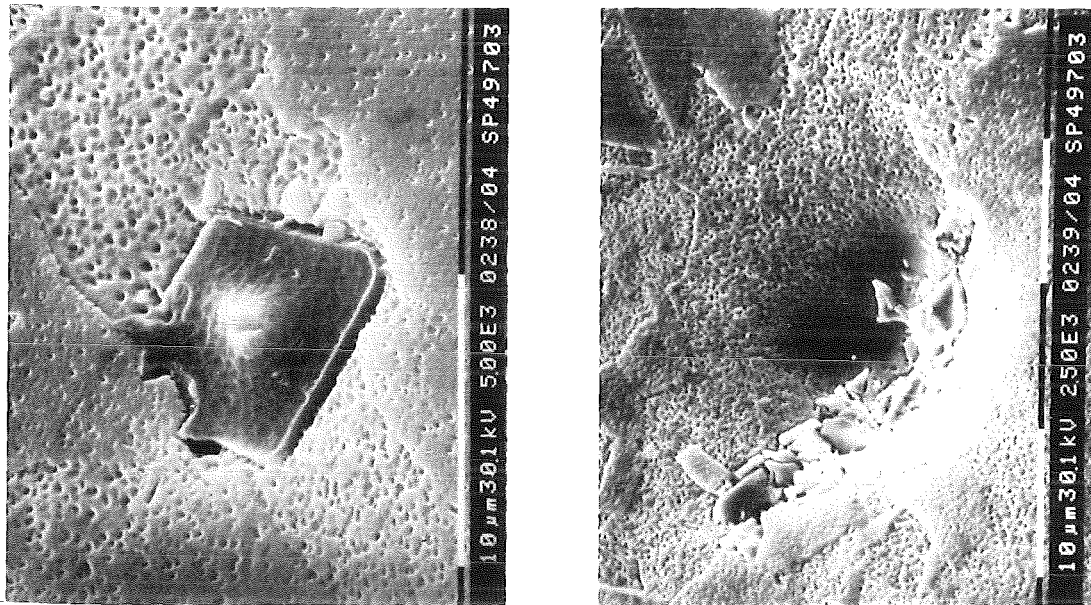


Abb. 4.7 REM-Aufnahme der Oberfläche des Stahls DIN 1.4970, 200 keV Ni^+ -Ionen, Ionendosis = $7.05 \cdot 10^{16} / \text{cm}^2$, $\vartheta = 550^\circ\text{C}$

Auf die physikalischen Grundlagen des Sputtering wird nicht näher eingegangen. Von Interesse sind lediglich die Konsequenzen, die sich aus dem Sputtering für die Durchführung und Auswertung von Ionenbestrahlungen ergeben.

Konsequenzen sind jedoch nur zu erwarten, wenn

1. die Sputterrate s relativ groß ist ($s > 2$)
(als Sputterrate s wird das Verhältnis von herausgeschlagenen zu einfallenden Ionen definiert)
und gleichzeitig
2. die Schädigungstiefe R_s klein ist ($R_s < 0.1 \mu\text{m}$)

Bei den durchgeführten Bestrahlungen mit 200 keV Ni^+ - Ionen ist die Sputterrate s größer 2 und die Schädigungstiefe $R_s < 0.05 \mu\text{m}$. Die hohe Schädigungsrate und die geringe Schädigungstiefe führen zu folgenden Effekten:

1. Durch das Sputtering wandert die Oberfläche in das bestrahlte Material. Für die Bestrahlungsexperimente folgt hieraus:
 - Die Schädigungsdosis $K \cdot t$ muß durch einen kleineren Effektivwert D_{eff} ersetzt werden.
 - Für eine bestimmte Ionenenergie gibt es eine maximale effektive Schädigungsdosis. Nach einer Zeit t_{max} steigt die Schädigungsdosis nicht weiter an.
2. Da die geschädigte Schicht kleiner $0.1 \mu\text{m}$ ist, kann die durch das Sputtering aufgerauhte Oberfläche nach der Bestrahlung nicht mehr durch mechanisches oder elektrolytisches Polieren geglättet werden. Die unterschiedliche Stärke des Materials erschwert die elektronenmikroskopische Untersuchung beträchtlich. Abbildung 4.8 zeigt exemplarisch Reinstnickel nach der Bestrahlung mit Ni^+ - Ionen.

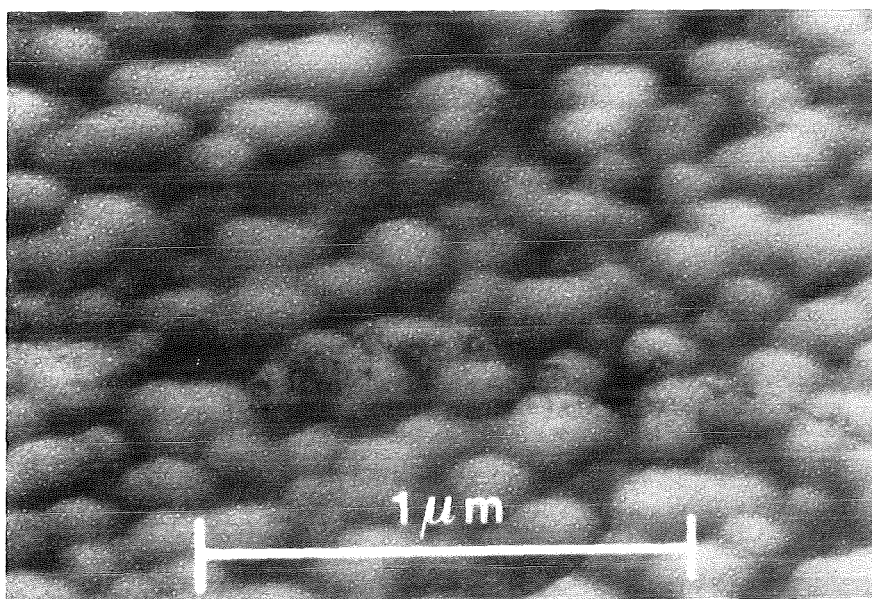


Abb. 4.8 EM-Aufnahme von Nickel, bestrahlt mit 200 keV Ni^+ - Ionen, Ionendosis = $6.02 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-2}$, $\vartheta = 625^\circ\text{C}$

4.4.1 Begrenzung der Schädigungsdosis durch Sputtering

Für die Bestimmung der effektiven Schädigungsdosis D_{eff} wird eine von der Oberfläche bis zur Schädigungstiefe R_s konstante Schädigungsrate K angenommen. Abbildung 4.9 zeigt die einzelnen Phasen während der Bestrahlung.

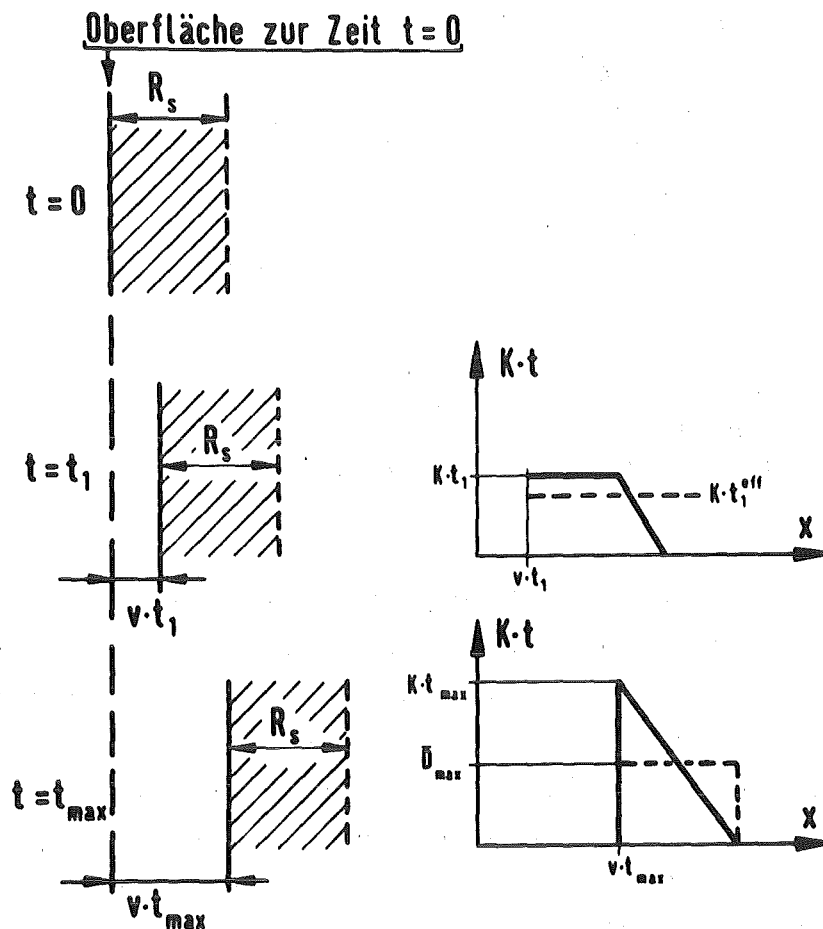


Abb. 4.9 Zur Definition der effektiven Schädigungsdosis

Bei der Bestrahlung wandert die Oberfläche mit der Geschwindigkeit

$$v = \frac{\Phi \cdot s}{N_T} \quad (4.2)$$

in das Material. Hierbei ist

$$\begin{aligned} \Phi \quad [\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}] &= \text{Teilchenfluß} \\ N_T \quad [\text{cm}^{-3}] &= \text{Targetdichte} \\ s \quad [1] &= \text{Sputterrate} \end{aligned}$$

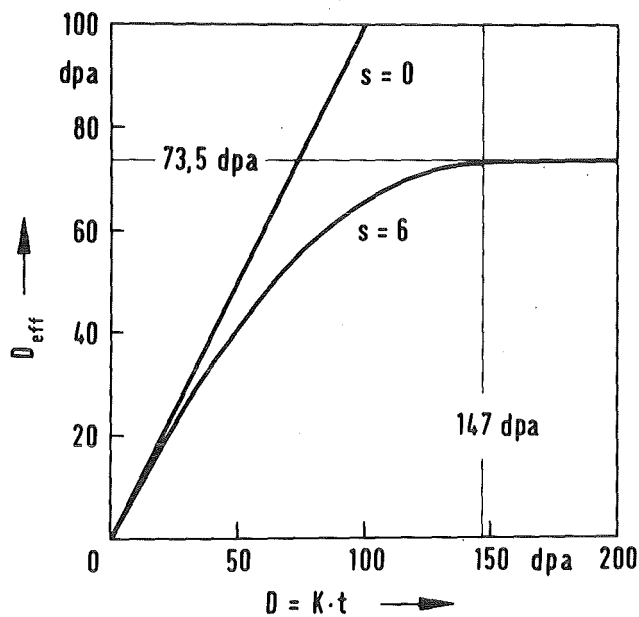


Abb. 4.10 Effektive Schädigungsdosis bei der Bestrahlung von Nickel mit 200 keV Ni^+ - Ionen, $s = 6$, $K = 2.5 \cdot 10^{-2}$ dpa/s, $R_s = 0.05 \mu\text{m}$

Der Verlagerungsquerschnitt σ_D , die Schädigungstiefe R_s und die Sputterrate s sind nur von der Ionen- Targetkombination und der Ionenenergie abhängig. Bei Ionenbestrahlungen ist die Ionen- Targetkombination vorgegeben während die Ionenenergie in der Regel variabel ist. Die Sputterrate s nimmt ab 100 keV Ionenenergie mit zunehmender Energie ab (Abb. 4.2). Für Ionenenergien im MeV Bereich sinkt die Sputterrate s unter 1, gleichzeitig nimmt die Schädigungstiefe R_s zu.

Eine Erhöhung der effektiven maximalen Schädigungsdosis D_{max} ist deshalb nur durch Bestrahlung mit Ionen höherer Energie möglich. Abbildung 4.11 zeigt den Verlauf der maximalen effektiven Schädigungsdosis \bar{D}_{max} in Abhängigkeit von der Sputterrate s und der Ionenenergie. Die Schädigungstiefe R_s wird nach einer Näherung von Schjøtt (Sch-70) berechnet.

Zum Zeitpunkt t_1 ist die Oberfläche um den Betrag $v \cdot t_1$ in das Material vorgerückt (Abb. 4.9). Als effektive Schädigungsdosis D_{eff} wird die über die Schädigungstiefe R_s gemittelte örtliche Schädigungsdosis definiert. Die Mittelung der Schädigungsdosis über die Schädigungstiefe ist sinnvoll, da man bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung auch ein über die Schädigungstiefe gemitteltes Bild erhält.

Die effektive Schädigungsdosis D_{eff} ist für Zeiten $t < R_s/v$

$$D_{\text{eff}} = K \cdot t_{\text{eff}} = K \cdot t \left[1 - v \cdot t / 2 R_s \right] \quad (4.3)$$

Zum Zeitpunkt $t_{\text{max}} = R_s/v$ ist die Oberfläche bis zur Schädigungstiefe R_s bei Bestrahlungsbeginn vorgerückt. Mit t_{max} und der Schädigungsrate K erhält man für die maximale örtliche Schädigungsdosis

$$D_{\text{max}} = K \cdot t_{\text{max}} = K \cdot \frac{R_s}{v} \quad (4.4)$$

Über die Schädigungstiefe gemittelt ergibt sich aus (2.4) die effektive maximale Schädigungsdosis

$$\bar{D}_{\text{max}} = D_{\text{max}} / 2 \quad (4.5)$$

Für Bestrahlungszeiten $t > t_{\text{max}}$ wandert das zur Zeit $t = t_{\text{max}}$ eingestellte Schädigungsprofil im Material weiter. Eine Erhöhung der Schädigungsdosis durch Bestrahlungszeiten $t > t_{\text{max}}$ ist also nicht möglich.

Abbildung 4.10 zeigt exemplarisch den Verlauf der effektiven Schädigungsdosis D_{eff} für die Bestrahlung von Nickel mit 200 keV Ni^+ - Ionen in Abhängigkeit von der theoretischen Dosis $D = K \cdot t$. Die im experimentellen Teil der Arbeit angegebenen Dosiswerte sind effektive Dosen.

Mit der Beziehung (Gl. (1.5a)) für die Schädigungsrate und für die Vorschubgeschwindigkeit der Oberfläche (4.2) erhält man für \bar{D}_{max}

$$\bar{D}_{\text{max}} = \frac{\sigma_D \cdot R_s \cdot N_T}{2 s} \quad (4.6)$$

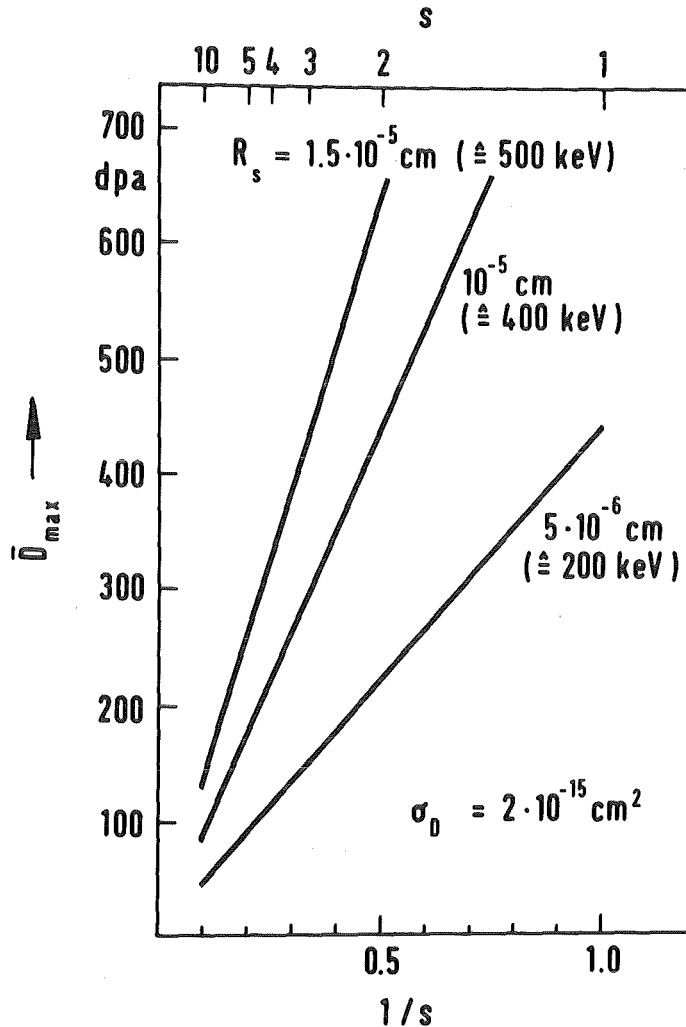


Abb. 4.11 Maximale effektive Schädigungsdosis \bar{D}_{\max} bei der Bestrahlung von Nickel mit Ni^+ -Ionen

4.4.2 Experimentelle Bestimmung der Sputterrate

Sputterraten werden in der Regel nach folgenden Methoden gemessen:

1. Wägung des Targets vor und nach dem Beschuss mit Ionen (En-73), (Al-61)
2. Analyse der Sputteratome während des Beschusses (To-76)

Der experimentelle Aufwand bei den oben aufgeführten Meßverfahren ist groß. Es wurde deshalb nach einem einfachen zu handhabenden Meßverfahren für die Sputterrate gesucht.

Die Sputterexperimente sollen mit der Bestrahlungseinrichtung für die Ionenbestrahlung durchgeführt werden.

Durch den Sputterprozess wird von der Oberfläche eine Schicht der Stärke d_s abgetragen. Die Stärke der Schicht ist in erster Näherung direkt proportional zur Sputterrate s . Wenn die Lage der Oberfläche zu Beginn des Sputterprozesses bekannt ist, kann die Sputterrate s über eine Längenmessung bestimmt werden.

Durch teilweises Abdecken der Sputterproben mit einer Lochmaske bleibt ein Teil der ursprünglichen Oberfläche erhalten. Die Stärke d_s der abgetragenen Schicht wird mit einem Interferenzmikroskop gemessen. Abbildung 4.12 zeigt exemplarisch die durch das Sputtering entstandene Stufe und die Verschiebung der Interferenzstreifen an der Stufe. Aus der Abbildung ist ferner die Abhängigkeit der Sputterrate s von der Orientierung der Körner zum einfallenden Ionenstrahl ersichtlich. Da die Orientierung der Körner nicht bekannt und auch meßtechnisch nicht erfaßbar ist, liefert das Meßverfahren keine Aussage über die Winkelabhängigkeit der Sputterrate.

Die Sputterrate s errechnet sich nach

$$s = d_s \cdot N_T / D. \quad (4.7)$$

Hierbei ist D die Ionendosis in Teilchen/cm².

Da die Sputterrate s von der Orientierung der Körner abhängt, die Orientierung jedoch nicht bestimmt werden konnte, wurde s über möglichst viele Körner gemittelt. Die gemessenen Sputterraten der in dieser Arbeit untersuchten Materialien bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni⁺- Ionen sind in Tabelle 4.1 zusammengestellt.

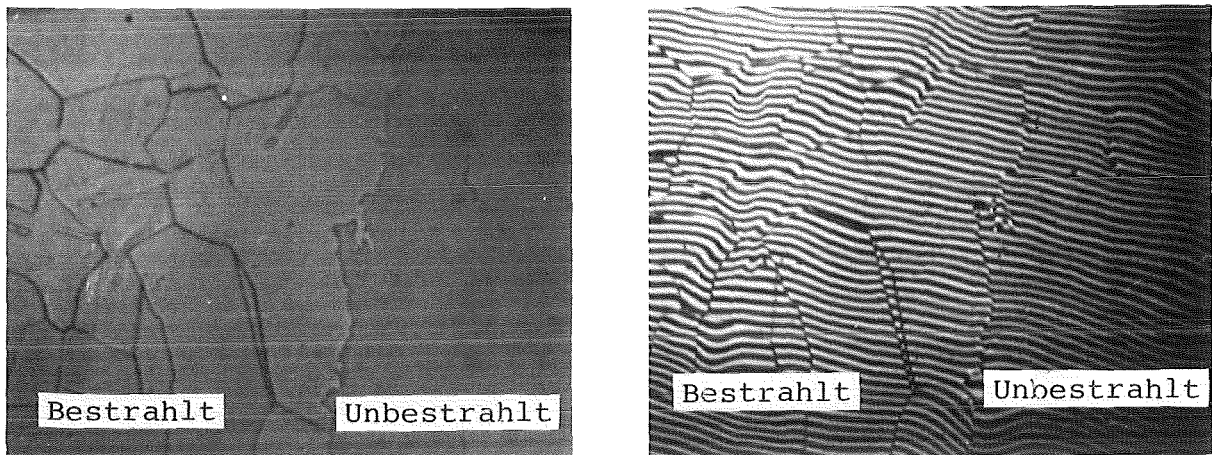


Abb. 4.12 Nickel bestrahlt mit 200 keV Ni^+ - Ionen;
Dosis $1.25 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$, $T = 50^\circ\text{C}$
a. Lichtmikroskopaufnahme
b. Interferenzaufnahme

Target	Ion $E=200 \text{ keV}$	Ionendosis cm^{-2}	Temperatur $^\circ\text{C}$	$s_{\text{exp.}}$	$s_{\text{theor.}}$
Ni	Ni^+	$2.91 \cdot 10^{17}$	525	6.5	6.5
Ni	Ni^+	$1.25 \cdot 10^{17}$	50	5.7	6.5
Ni	Fe^+	$1.19 \cdot 10^{17}$	50	6.8	6.4
Fe	Ni^+	$3.136 \cdot 10^{17}$	500	6.1	6.3
Fe	Fe^+	$1.26 \cdot 10^{17}$	50	5.2	6.4
1.4970	Ni^+	$7.05 \cdot 10^{16}$	550	> 5.3	-
1.4914	Ni^+	$7.05 \cdot 10^{16}$	500	> 5	-

Tabelle 4.1 Sputterrate von Eisen, Nickel, Stahl DIN 1.4970 und DIN 1.4914; $s_{\text{theor.}}$ berechnet nach Sigmund (Si-69)

5. Problemstellung

Die durch Schwellen hervorgerufene Dimensionsänderung führt bei Schnellen Brutreaktoren zu einer Begrenzung der Lebensdauer der Brennstäbe und Brennelementkästen. Neben dem Schwellen wird die Standzeit der Komponenten durch thermisches und bestrahlungsinduziertes Kriechen (Brennelemente und Brennelementkästen) sowie Korrosionsabtrag (Brennelemente) begrenzt.

Durch die Standzeitbegrenzung wird der Abbrand des eingesetzten Brennstoffs begrenzt. Da der Abbrand ein die Wirtschaftlichkeit der Reaktoren bestimmender Faktor ist, werden hohe Abbrände angestrebt. Hohe Abbrände setzen jedoch große Standzeiten und damit ein geringes Schwellen voraus.

Der Entwicklung von Werkstoffen mit geringen bestrahlungsinduzierten Schwellen kommt daher eine zentrale Bedeutung bei der Werkstoffentwicklung für die Brennelemente und Brennelementkästen des Schnellen Brütters zu. Das besondere Interesse gilt derzeit den ferritischen Stählen, die gegenüber den austenitischen Stählen einige deutliche Vorteile aufweisen. Diese sind eine geringere Neigung zum Porenschwellen, zur Hochtemperatur- (Helium-) versprödung und zum bestrahlungsinduzierten Kriechen. Eine Übersicht über den derzeitigen Stand der Werkstoffentwicklung für Schnelle Brüter geben Ehrlich und Anderko (Eh-84) und Anderko (An-80).

5.1 Schwellverhalten ferritischer und austenitischer Stähle

Das Schwellverhalten austenitischer und ferritischer Stähle bei Neutronen-, Ionen- und Elektronenbestrahlung wurde in den letzten Jahren von zahlreichen Experimentatoren untersucht. Erwähnt seien hier nur die Übersichtsarbeiten von Johnston (Jo-74) zum Schwellverhalten von Fe-Cr-Ni Legierungen, von Little (Li-79a) und Gelles (Ge-82) zum Schwellverhalten ferritischer Stähle, binärer Fe-Cr Legierungen und Eisen sowie von Gulden und Ehrlich (Gu-83) zum Schwellverhalten des als Hüllwerkstoff für den SNR 300 ausgewählten austenitischen Stahls DIN 1.4970 und Sonderlegierungen mit unterschiedlichem Cr- und Ni- Gehalt.

Die Experimente zeigen, daß austenitische Stähle mit 15-20% Cr und 12-15% Ni besonders anfällig gegen bestrahlungsinduziertes Schwellen sind. Nickelbasislegierungen und ferritische Stähle zeigen eine geringe Neigung zum Porenschwellen. Neben dem niedrigeren Schwellen wird eine Verschiebung des Schwellmaximums zu niedrigeren Temperaturen beobachtet.

Die Ursachen für das unterschiedliche Schwellverhalten von Austeniten, Ferriten und Nickellegierungen konnten bisher nicht hinreichend erklärt werden.

Ein Beispiel für das konträre Schwellverhalten der Werkstoffe zeigt Abbildung 5.1. In Abbildung 5.1a ist das Schwellverhalten der Werkstoffe als Funktion der Temperatur dargestellt (La-80), in Abbildung 5.1b das Schwellen in Abhängigkeit vom Nickelgehalt. Abbildung 5.1c zeigt Poren in einem austenitischen und einem ferritischen Korn einer Legierung.

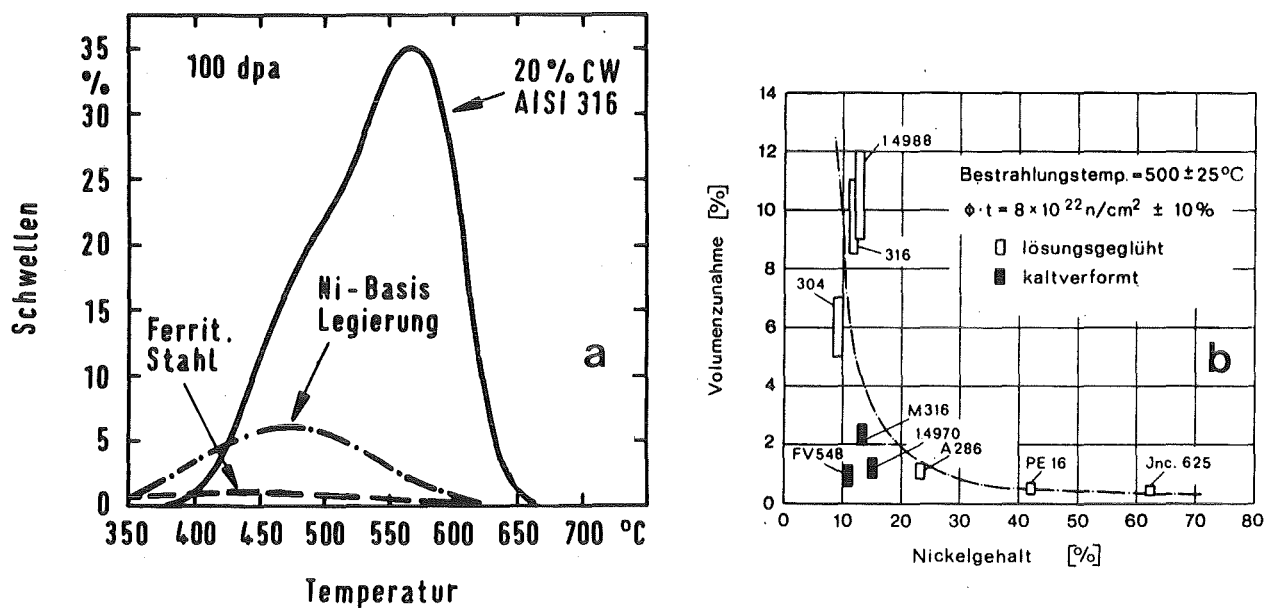


Abb. 5.1a Schwellen in ferritischen und austenitischen Stählen als Funktion der Temperatur (La-80)

5.1b Schwellen verschiedener Legierungen bei Neutronenbestrahlung als Funktion des Nickelgehalts (Eh-84)

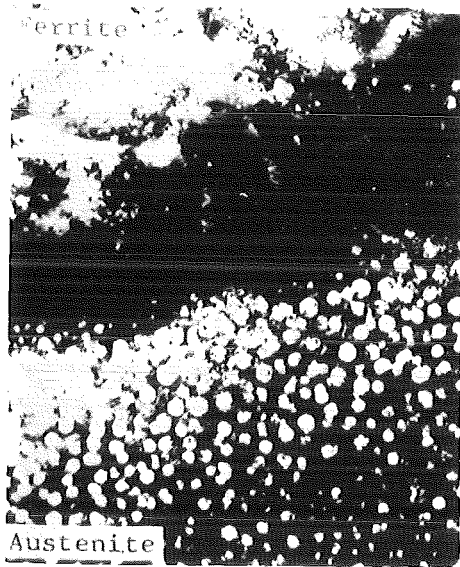


Abb. 5.1c

Poren in einem ferritischen und austenitischen Korn der Duplex Legierung Uranus-50 (21Cr-7.4Ni-2.4Mo) bestrahlt mit 5 MeV Ni-Ionen, $T = 625^{\circ}\text{C}$, Dosis = 140 dpa, (Jo-74)

Ferritische Stähle sind wegen ihres bisher gezeigten geringen Porenschwellens, der geringen bestrahlungsinduzierten Heliumversprödung und dem guten Korrosionsverhalten als Werkstoff für Brennelementkästen sehr gut geeignet (Eh-84).

Im folgenden Kapitel wird auf die in der Literatur diskutierten Ursachen (Modelle) für das geringe Schwellen der ferritischen Stähle eingegangen.

5.2 Modelle für das Schwellverhalten ferritischer Stähle

Als Ursachen für das geringe Schwellen der ferritischen Stähle werden in der Literatur folgende Modelle diskutiert:

1. Bestrahlungsinduzierte Bildung neutraler Loops mit einem Bias ≈ 0 (Li-80)
2. Trapping der Punktdefekte an substitutionell und interstitiell gelösten Fremdelementen und Ausscheidungen (Ha-78)
3. Segregation der Legierungselemente an Versetzungen, Loops und Poren und der damit verbundenen Veränderung der Senkenstärke für Punktdefekte (Li-79a).

Neben diesen drei Mechanismen wird noch der Einfluß der Gitterstruktur auf den Biasfaktor von Versetzungen und damit auf das Schwellen diskutiert. Sniegowski (Sn-83) berechnet aufgrund des geringeren Relaxationsvolumen von Eigen-Zwischengitteratomen bei krz Werkstoffen einen gegenüber kfz um den Faktor 4 - 8 kleineren Biasfaktor für Versetzungen. Bei einem in erster Näherung linearen Zusammenhang zwischen Biasfaktor und Schwellen führt dies zu einem um 4- bis 8- fach geringeren Schwellen ferritischer gegenüber austenischer Stähle.

Ayrault (Ay-83) führt das geringe Schwellen ($< 0.05\%$ im Schwellmaximum) des ferritischen Stahls 9Cr-1Mo auf die relativ kleinen Subkörner zurück (siehe hierzu Kap. 2.5).

Das von Little (Li-80) diskutierte "Loop-Modell" geht davon aus, daß in α -Eisen (Ey-65), ferritischen Stählen und kubisch raumzentrierten Metallen (Molybdän (En-82), Vanadium (Sh-74)) bei der Bestrahlung Interstitial-Loops mit einem Burgersvektor $b = a/2 \langle 111 \rangle$ und $b = a \langle 100 \rangle$ erzeugt werden. Aus energetischen Gründen entstehen bevorzugt Loops mit $b = a/2 \langle 111 \rangle$. Der Biasfaktor der Loops nimmt mit dem Betrag des Burgersvektors zu (Br-76, Bu-79). Die bei der Bestrahlung bevorzugt gebildeten Loops mit $b = a/2 \langle 111 \rangle$ ($|b| = 0.866 a$) sind gegenüber den Loops mit $b = a \langle 100 \rangle$ ($|b| = a$) relativ neutrale Senken für Punktdefekte.

Die Loops mit $b = a/2 \langle 111 \rangle$ (Bias ≈ 0) und die Loops mit $b = a \langle 100 \rangle$ (Bias > 0) bilden ein Senkensystem analog dem System Poren - Versetzungen (Bias Poren = 0, Bias Versetzungen > 0). Der durch die Loops mit $b = a \langle 100 \rangle$ erzeugte Nettoleerstellenstrom wird von den Loops mit $b = a/2 \langle 111 \rangle$ absorbiert. Da die Loops mit $b = a/2 \langle 111 \rangle$ aufgrund des Nettoleerstellenstroms und des Bias ≈ 0 mehr Leerstellen als Zwischengitteratome absorbieren schrumpfen und verschwinden sie, werden bei der Bestrahlung jedoch kontinuierlich nachgebildet. Es stellt sich ein Gleichgewicht in der Bildung und Vernichtung von Loops ein.

Bei der Bestrahlung erfolgt die Loopnukleation bevor es zur Bildung von Poren kommt. Durch den oben beschriebenen Mechanismus wird die Ausbildung einer für die Porennukleation notwendigen Leerstellenübersättigung verhindert, Nukleation und Porenwachstum werden unterdrückt.

Nach dem Loopmodell ist zu erwarten (Li-80), daß in Vanadium und Niob die Porennukleation gegenüber α -Fe verringert ist, während sie in Wolfram und Tantal ansteigt. Bei der Bestrahlung mit Neutronen zeigen α -Fe (Ho-82) und Vanadium (Ad-72) jedoch keinen signifikanten Unterschied in der Porendichte.

Der Einfluß des Trappings und der Segregation auf das Schwellen wurde in Kapitel 3. näher beschrieben.

Trapping von Punktdefekten an Fremdelementen und Ausscheidungen, Segregation an Senken und Loopbildung treten in austenitischen und ferritischen Stählen auf. Das unterschiedliche Schwellen muß daher durch Unterschiede in der Bindungsenergie ($E_b^{v,i}$) Punktdefekt - Fremdelement, den Diffusionskoeffizienten und der Konzentration der Fremdelemente, sowie durch Unterschiede im Biasfaktor begründet sein.

Das Trapping von Punktdefekten an Fremdelementen wird durch die Diffusionskoeffizienten der Fremdelemente und Punktdefekte, dem Diffusionsmechanismus der Fremdelemente und die Bindungsenergie $E_b^{v,i}$ bestimmt (siehe Kap. 3.1).

Verlässliche Daten über die Bindungsenergie $E_b^{v,i}$ zwischen den Punktdefekten und den Fremdelementen liegen nicht vor. Die Theoretiker fitten daher ihre Modellansätze (Trapping) an den experimentellen Daten (z.B. Hayns und Williams (Ha-78) und Little (Li-79)).

Die Diffusionskoeffizienten von Fremdelementen in ferritischen und austenitischen Stählen sind nur für einige wenige Legierungen bekannt. Man kann jedoch davon ausgehen, daß aufgrund der gleichen Gitterstruktur von α -Eisen und den ferritischen Stählen sowie von γ -Eisen und den austenitischen Stählen die Verhältnisse der Diffusionskoeffizienten in den Legierungen ähnlich den in den Reinstmetallen sind.

Die Diffusionskoeffizienten von C, Cr, Ni, Mo, Mn und Si in α - und γ -Eisen sind in Abbildung 5.2 dargestellt, die für die Berechnung verwendeten Diffusionsdaten kann man Tabelle 5.1 entnehmen. Da die Diffusionsdaten in der Regel nur für hohe Temperaturen bekannt sind, das Schwellen der meisten Werkstoffe jedoch zwischen 300°C und 800°C liegt, wurden die Diffusionskoeffizienten (Abb. 5.2) zu den niedrigeren Temperaturen extrapoliert.

Element	α -Fe			γ -Fe			Diffusionskoeffizient
	D_0 cm ² /s	Q eV	ϑ °C	D_0 cm ² /s	Q eV	ϑ °C	
C	$6.2 \cdot 10^{-3}$	0.83	350 - 850	0.1	1.4	900 - 1060	T
Cr	8.52	2.6	800 - 880	10.8	3.03	900 - 1060	T
Mn	1.49	2.42	700 - 760	0.16	2.71	920 - 1280	C
Mo	3.467	2.5	930 - 1260	0.068	2.56	1150 - 1260	C
Ni	1.3	2.43	810 - 900	3.0	3.25	1140 - 1400	T
Si	0.735	2.28	900 - 1400	1.5 *	2.68 *	1100 - 1300 *	C
P	2.9	2.38	850 - 875	28.3	3.02	1410 - 1458	C
N	$7.8 \cdot 10^{-3}$	0.82	500 - 850	0.91	1.74	950 - 1350	C
Fe	2.0	2.6	700 - 750	0.49	2.94	1170 - 1361	

T = Tracer Diffus.-koeff.; C = Chemischer Diffus.-koeff.; * Si in Ni

Tabelle 5.1 Diffusionsdaten für Legierungselemente in α - und γ -Eisen, ϑ = Temperaturmeßbereich (Sm-78)

Aus der Abbildung 5.2 ist ersichtlich, daß die Fremdelemente und die Matrixatome in α -Eisen schneller diffundieren als in γ -Eisen. Die Fremdelemente in α -Eisen diffundieren schneller als die Matrixatome, wohingegen Nickel in γ -Eisen langsamer diffundiert als das Matrixatom Eisen. Wie aus der Abbildung 5.2 ferner zu erkennen ist, diffundiert Kohlenstoff in α - und in γ -Eisen wesentlich schneller als die anderen Legierungselemente.

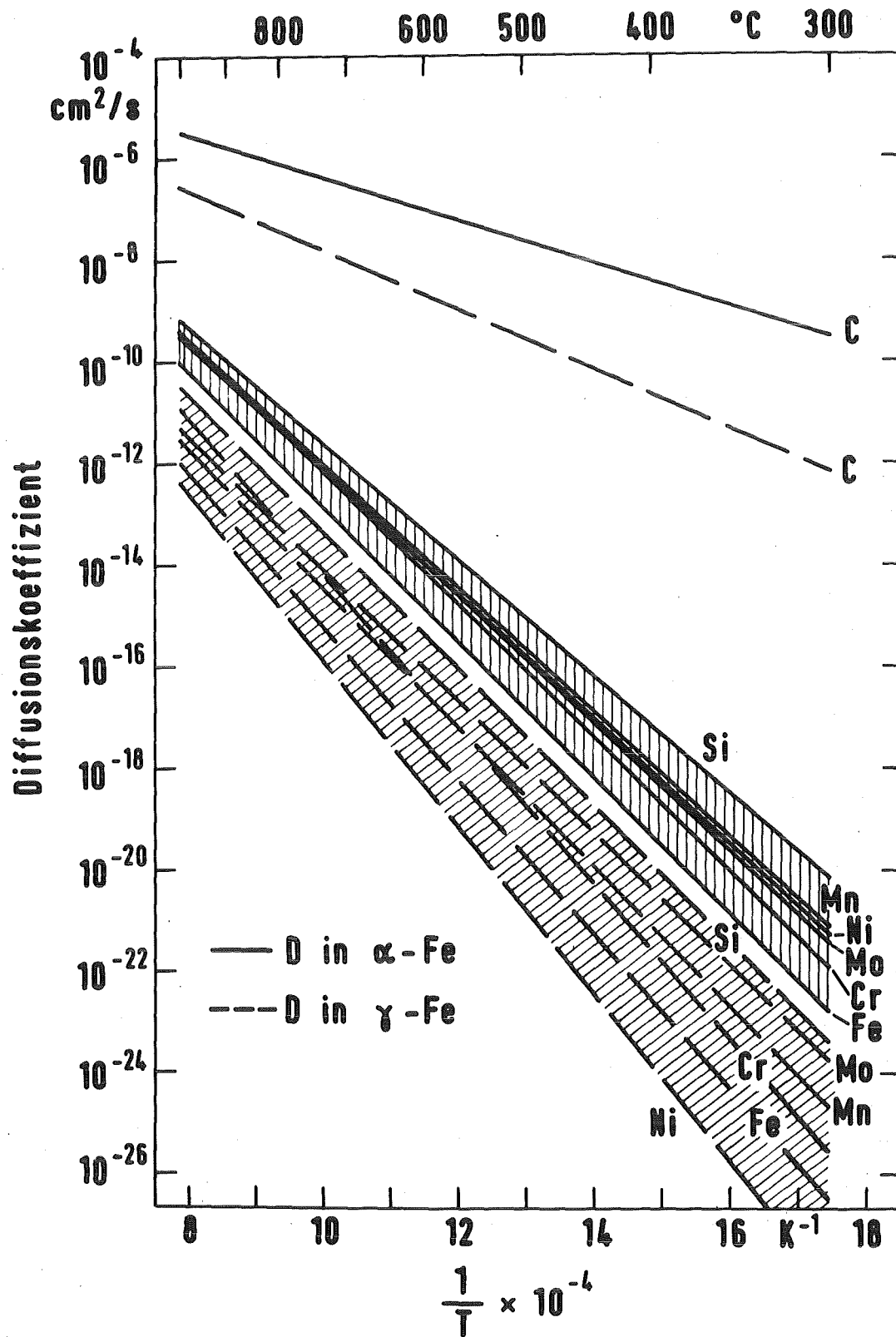


Abb. 5.2 Diffusionskoeffizienten verschiedener Legierungselemente in α - und γ -Eisen

In Kap. 3.1 wurde gezeigt, daß schnell über einen Zwischengittermechanismus diffundierende Fremdelemente durch Trapping von Leerstellen das Schwellen drastisch reduzieren können. Der Diffusionskoeffizient von C in α -Eisen ist wie Abb. 5.2 zeigt um 1 bis 2 Zehnerpotenzen größer als in γ -Eisen. Geht man davon aus, daß die Verhältnisse der Diffusionskoeffizienten von C in ferritischen und austenitischen Stählen ähnlich sind, so wird das Schwellen in den ferritischen gegenüber den austenitischen Stählen stark reduziert.

Die Anzahl der getrappten Leerstellen ist ferner proportional zur Konzentration des in der Matrix gelösten Kohlenstoffs (Gl. (3.13)). In den Stählen wird die Konzentration des gelösten Kohlenstoffs von den übrigen Legierungselementen (Karbidgebildnern) und der thermischen Behandlung bestimmt. Die Löslichkeit des Kohlenstoffs in Werkstoffen mit krz Gitterstruktur ist größer als in Werkstoffen mit kfz Gitterstruktur. So beträgt die Löslichkeit von C in α -Eisen bei 500°C ca. 190 ppm (Sm-78) im Stahl 1.4970 (kfz) jedoch nur 0.45 ppm (Eh-84a). Die höhere Löslichkeit von C in α -Eisen führt zu einem verstärkten Trapping und einer damit verbundenen Reduzierung der Nukleation und des Schwellens in α - gegenüber γ -Eisen.

Das Trapping von Leerstellen an Fremdelementen, die über einen Leerstellenmechanismus diffundieren (siehe Kap. 3.1) wird durch den Diffusionskoeffizienten der Leerstellen bestimmt. Aus den Diffusionsdaten von Cr, Ni, Mo und Mn können daher keine Rückschlüsse auf einen gravierenden Unterschied beim Trapping in Ferriten und Austeniten gezogen werden. Da jedoch die Leerstellendiffusion in α -Eisen ($Q = 2.6\text{eV}$) größer als in γ -Eisen ($Q = 2.94\text{eV}$) ist, ist nach Gl. (3.6) der Trappingkoeffizient und damit die Anzahl der getrappten Leerstellen in α -Eisen größer als in γ -Eisen.

Aus Abbildung 5.2 ist ersichtlich, daß Si in α -Eisen und γ -Eisen bedeutend schneller diffundiert als die Matrixatome.

Nach Leister (Le-83) ist Si daher teilweise interstitiell in der Matrix gelöst und diffundiert über einen Zwischengittermechanismus. Es ist daher zu erwarten, daß Si über ein Leerstellentrapping das Schwellen reduziert. Da $D_{Si}(\alpha\text{-Fe}) > D_{Si}(\gamma\text{-Fe})$ ist, wird der Einfluß auf das Schwellen in den Ferriten größer als in den Austeniten sein. Den Einfluß von Si auf das Schwellen in einer Fe-Cr-Ni Legierung zeigte Ehrlich und Vaidya (Eh-83). Das Schwellen nimmt mit steigendem Si-Gehalt ab, was im wesentlichen auf die durch Trapping reduzierte Porendichte zurückzuführen ist.

Die bestrahlungsinduzierte Segregation von Fremdelementen an Senken wird durch das Verhältnis der Diffusionskoeffizienten der Fremdelemente zu den Matrixatomen, dem Diffusionsmechanismus (Leerstellen oder Zwischengittermechanismus), der Bindungsenergie $E_b^{v,i}$, und der Beweglichkeit der Komplexe Punktdefekt-Fremdelement bestimmt.

Wie bereits oben erwähnt liegen keine verlässlichen Daten über $E_b^{v,i}$ vor. Auf den Diffusionsmechanismus und die Beweglichkeit der Komplexe werden aus Segregationsmessungen Rückschlüsse gezogen (Ok-79).

Allgemein ist zu erwarten, daß Elemente die langsamer als die Matrix diffundieren an Senken angereichert werden, schneller diffundierende verarmen (Abb. 3.7). Aus den vorliegenden Diffusionsdaten (Abb. 5.1) folgt, daß ein gravierender Unterschied im Segregationsverhalten der Legierungselemente in α - und γ -Eisen nur für Nickel zu erwarten ist ($D_{Ni}/D_{\alpha\text{-Fe}} > 1$ und $D_{Ni}/D_{\gamma\text{-Fe}} < 1$), eine Anreicherung an Senken in γ -Eisen und eine Verarmung in α -Eisen. Die Anreicherung von Nickel in austenitischen Stählen an freien Oberflächen wurde von Okamoto (Ok-79) und Maydet (Ma-78b) gemessen. Für ferritische Stähle wurden in der Literatur keine Daten gefunden.

Das zu erwartende unterschiedliche Segregationsverhalten von Nickel an Senken kann zu Unterschieden im Schwellverhalten der Ferrite und Austenite führen (siehe Kap. 3.2).

Da die Segregation einzelner Legierungselemente sensitiv von der Zusammensetzung der Legierung abhängig ist (siehe Abb. 3.9), sind allgemeine Aussagen über das Segregationsverhalten von Legierungskomponenten in Mehrstoffsystemen nur schwer möglich. Der Einfluß der Segregation in solchen Systemen auf das Schwellen ist daher äußerst schwierig abzuschätzen.

5.3 Auswahl der Werkstoffe für die Experimente

Eine der Ursachen für das unterschiedliche Schwellen der Ferrite (krz) und Austenite (kfz) ist nach Sniegowski (Sn-83) der kleinere Biasfaktor von Versetzungen in krz gegenüber kfz Werkstoffen. An zwei Reinstmetallen sollte der von Sniegowski angegebene Zusammenhang zwischen Biasfaktor und Gitterstruktur überprüft werden.

Eisen als Grundwerkstoff für die ferritischen und austenitischen Stähle wurde als Werkstoff mit krz Gitterstruktur für die Experimente ausgewählt. Als Werkstoff mit kfz Gitterstruktur wird Nickel verwendet.

Wie bereits in Kap. 3.1 gezeigt wurde, nimmt die Effektivität des Trappingmechanismus mit steigender Schädigungsrate ab. Bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen beträgt die Schädigungsrate $K \geq 10^{-2}$ dpa/s. Es ist daher zu erwarten, daß Trappingeffekte keinen signifikanten Einfluß auf das Schwellen bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen haben.

Die Segregation im Schädigungsbereich (50 nm) wird im wesentlichen durch die Oberfläche bestimmt. Die durch Segregation in ihrer Zusammensetzung veränderte Schicht hat die gleiche Größe wie die durch die Bestrahlung geschädigte Schicht. Die Segregation an Defektsenken (Poren, Versetzungen usw.), die im Schädigungsbereich liegen, wird durch die Segregation an der Oberfläche überlagert.

Eine Untersuchung des Einflusses von Trapping und Segregation auf das unterschiedliche Schwellen von ferritischen und austenitischen Stählen durch die Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen ist daher sehr problematisch. Um jedoch zu untersuchen, inwieweit Bestrahlungen technischer Legierungen mit 200 keV - Ni^+ - Ionen sinnvoll sind und Aussagen über Ursachen für das unterschiedliche Schwellen der Ferrite und Austenite ermöglichen, wurden ein austenitischer und ein ferritisch-martensitischer Stahl bestrahlt.

Für die Experimente wurde der austenitische Stahl DIN 1.4970 und der ferritisch-martensitische Stahl DIN 1.4914 ausgewählt.

Der Stahl DIN 1.4970 wurde für die Experimente verwendet, da er als Brennelementwerkstoff im SNR 300 vorgesehen ist. Ferner liegen zahlreiche Messungen zum Schwellverhalten bei der Bestrahlung mit Ni^+ - Ionen ($E = 46 \text{ MeV}$) und Neutronen vor (Eh-77, Gu-83). Der Stahl DIN 1.4914 ist als alternativer Kastenwerkstoff im SNR 300 vorgesehen.

Die Reinstmetalle wurden in Plattenform über den Fachhandel (Fa. Zinser) bezogen. Die beiden Stähle wurden vom IMF II des Kernforschungszentrum Karlsruhe zur Verfügung gestellt. In Tabelle 5.2 ist die chemische Zusammensetzung der Werkstoffe angegeben. Die Herstellung der Targets für die Bestrahlung wird in Kap. 6.3 beschrieben. In Tabelle 5.3 ist die thermische Behandlung der Werkstoffe angegeben. Durch das Rekristallisationsglühen der Reinstmetalle nach einer vorhergehenden 50%-igen Kaltverformung wird ein relativ grobes Korn ($d > 100 \mu\text{m}$) erzeugt. Korngrößeneffekte (Kap. 2.5) können daher vernachlässigt werden. In den Reinstmetallen wurden nach der Wärmebehandlung bei einer elektronenmikroskopischen Untersuchung keine Verstetzungen beobachtet. Die Versetzungsdichte muß daher kleiner $1 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ sein. Verstetzungen die nach der Bestrahlung beobachtet werden sind daher bestrahlungsinduziert. Die thermische Behandlung der beiden Legierungen erfolgte in Anlehnung an die Bestrahlungsexperimente mit MeV Ionen am IMF II.

Material	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Nb	V	Co	Ti	Al	Cu	B	H ₂
1.4970	0.1	0.43	1.94	0.01	0.01	14.48	1.3	14.97	—	—	0.01	0.58	0.06	0.03	80ppm	<0.01
1.4914	0.17	0.31	0.64	0.005	0.005	10.45	0.56	0.87	0.2	0.25	0.018	—	0.046	0.010	0.002	0.003
Fe	99.998															
Ni	99.998															

Tabelle 5.2 Chemische Zusammensetzung der Materialien
(Angaben in Gewichtsprozent)

Material	Wärmebehandlung
Fe	60 min 700 °C Vakuum
Ni	60 min 700 °C Vakuum
1.4970	30 min 1100 °C Vakuum
1.4914	20 min 1070 °C + 120 min 700 °C Vakuum

Tabelle 5.3

Thermische Behandlung der Materialien

6. Durchführung der Bestrahlungsexperimente

6.1 Bestrahlungseinrichtung

Für die Bestrahlungen am 300 keV - Testinjektor der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) in Darmstadt-Wixhausen wurde eine Bestrahlungskammer und ein 7-fach Targethalter entwickelt und gebaut.

Den Aufbau der Bestrahlungskammer und des Targethalters zeigt Abbildung 6.1. Die Bestrahlungskammer wird an die Diagnosebox am Ende der Beschleunigungsstrecke angeflanscht. Zur Aufrechterhaltung des Vakuums in der Bestrahlungskammer dient eine Turbomolekularpumpe (TPU-170) der Fa. Balzers, Wiesbaden. Das Vakuum bei der Bestrahlung ist besser als $1 \cdot 10^{-6}$ mbar.

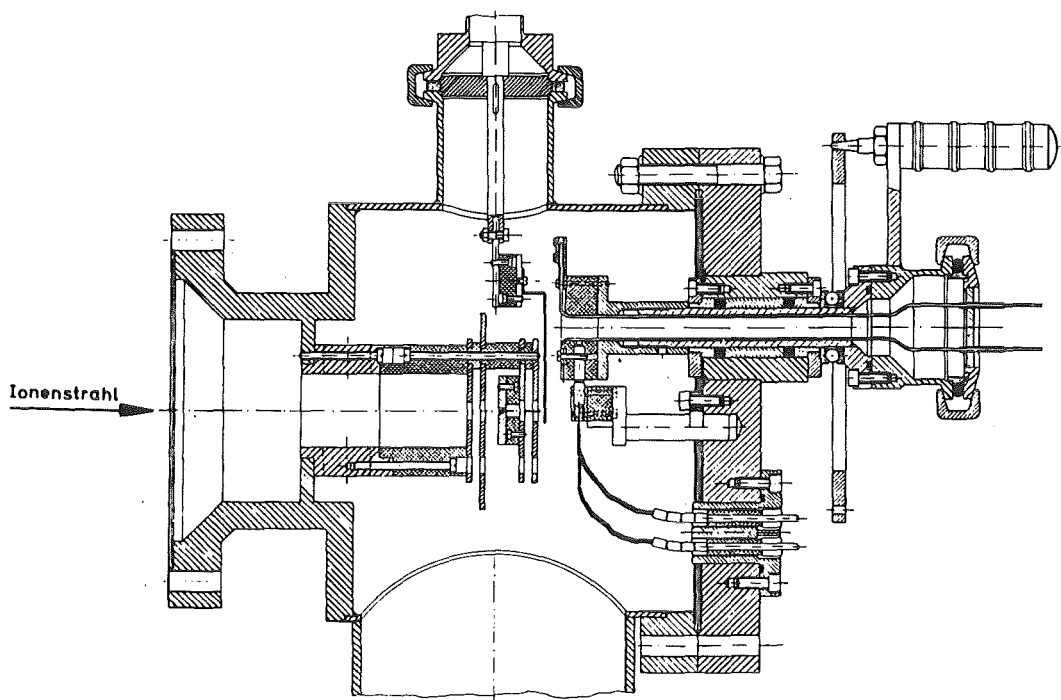


Abb. 6.1 Bestrahlungskammer mit eingebautem Targethalter

In die Bestrahlungskammer ist ein Blendensystem eingebaut, mit dem der Ionenstrahl stufenweise auf 5.2 mm \varnothing ausgeblendet wird. Den prinzipiellen Aufbau des Blendensystems zeigt Abbildung 6.2. Zwischen der letzten Blende und dem Targethalter ist ein Strahlfänger angebracht, mit dem der Strahlstrom gemessen

wird. Sekundärelektronen werden durch Suppressionselektroden (Ry-78) unterdrückt. Während der Bestrahlung kann die Strahlhomogenität durch eine vierteilige Sektorenblende kontrolliert werden.

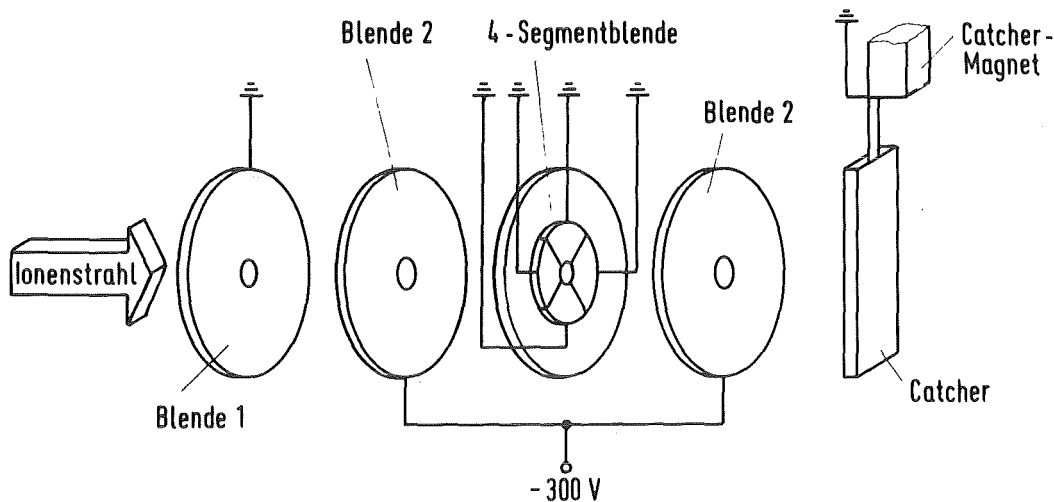


Abb. 6.2 Blendensystem mit Strahlfänger

Der Targethalter besteht aus einem Vakuumflansch auf dem exzentrisch eine drehbare Keramikscheibe angebracht ist. (Abb. 6.3). Auf der Keramikscheibe sind sternförmig 7 Aufnahmeplatten aus Molybdän für die zu bestrahlenden Targets befestigt. Durch Drehen der Scheibe wird die Aufnahmeplatte mit dem zu bestrahlenden Target in den Schwerionenstrahl gebracht.

Den Aufbau der Aufnahmeplatte und der Heizung zeigt Abbildung 6.4. Zum Heizen der Aufnahmeplatte wird eine Heizwendel aus Wolframdraht ($\varnothing = 0.175 \text{ mm}$) verwendet. Die Heizwendel wird durch die untere Abdeckplatte an die Unterseite der Grundplatte gepreßt. Zur elektrischen Isolation der Heizwendel gegen die Molybdänplatten wird Glimmer verwendet. Die Stromzufuhr erfolgt über Schleifkontakte.

Die geringe Masse der Aufnahmeplatte (10 g) und die niedrige Wärmekapazität von Molybdän erlauben ein rasches Aufheizen (ca. 2 Minuten für 800°C) und Abkühlen (ca. 5 Minuten für 800°C auf 200°C). Abbildung 6.5 zeigt das typische Aufheiz- und

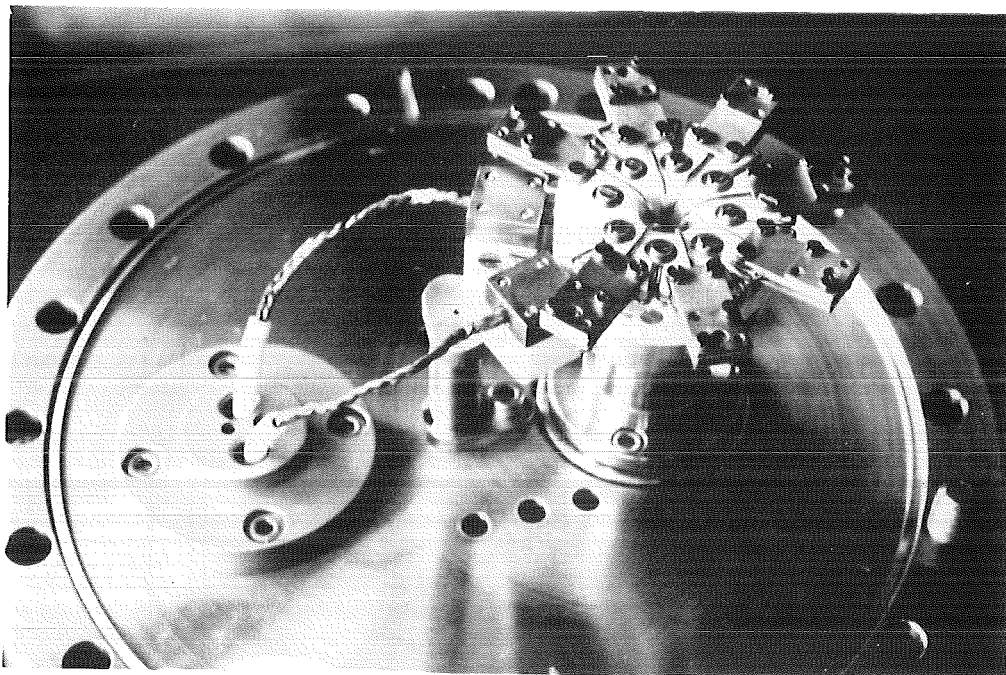


Abb. 6.3 7-fach Targethalter

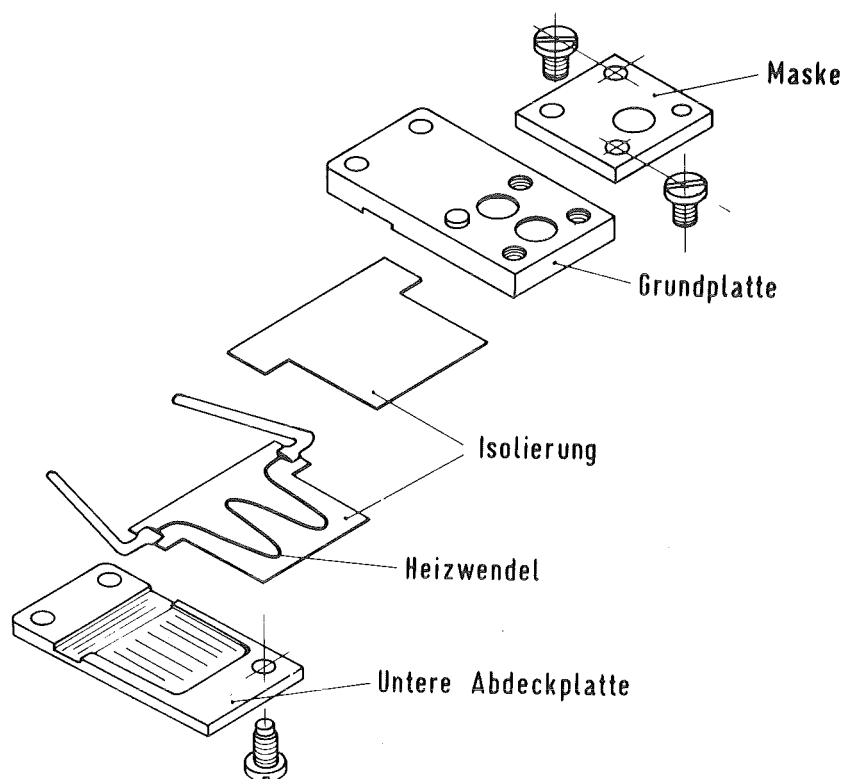


Abb. 6.4 Targetaufnahmeplatte mit Heizung

Abkühlverhalten einer Aufnahmeplatte.

Für die Temperaturmessung ist in die Grundplatte ein Mantelthermoelement (NiCr-Ni) eingebaut. Die Meßspitze des Thermoelements liegt unmittelbar unter dem zu bestrahlenden Target.

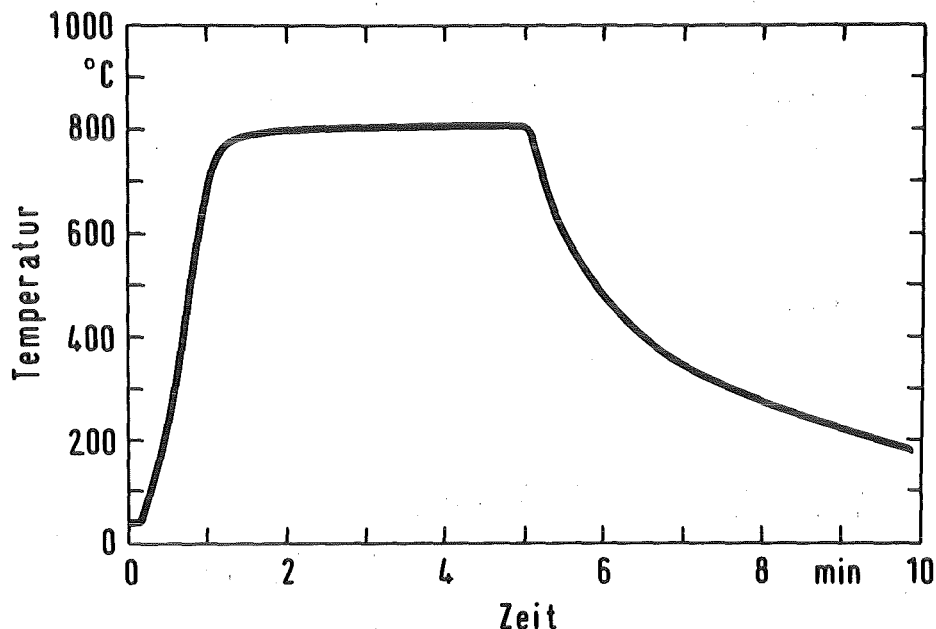


Abb. 6.5 Aufheiz- und Abkühlkurve einer Aufnahmeplatte bei 25 Watt Heizleistung

Mit einer Maske werden die Targets auf die Grundplatte gedrückt. Neben dem zu bestrahlenden Target kann noch ein Referenztarget aufgebracht werden. Es ist bei der Bestrahlung der gleichen thermischen Behandlung wie das zu bestrahlende Target ausgesetzt. Hierdurch ist eine Separation von thermischen und bestrahlungsinduzierten Effekten möglich.

6.2 Probenherstellung und Präparation

Im folgenden Kapitel wird die Herstellung und Präparation der Targets für die Bestrahlungsexperimente und die sich anschließende elektronenmikroskopische Untersuchung beschrieben.

Für die vier untersuchten Materialien Reinst Eisen, Reinstnickel, den austenitischen Stahl DIN 1.4970 und den martensitischen Stahl DIN 1.4914 läuft die Herstellung der Targets,

die Präparation, die Bestrahlung und die elektronenmikroskopische Untersuchung nach dem gleichen Schema ab. Der Ablauf ist in Abbildung 6.6 schematisch dargestellt.

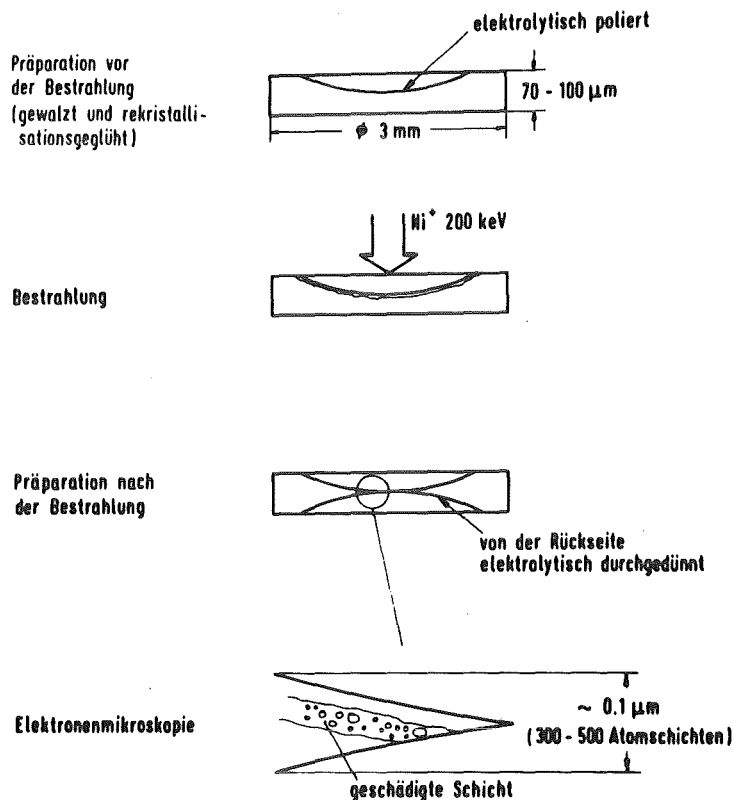


Abb. 6.6 Schematische Darstellung der Probenherstellung, Bestrahlung und Untersuchung

Durch wiederholte schrittweise Kaltverformung (ca. 50%) und einem sich anschließenden Rekristallisationsglühen wird aus dem Ausgangsmaterial eine Folie von $70 - 100 \mu\text{m}$ Dicke hergestellt. Aus der Folie werden nach der letzten Kaltverformung Targets mit einem Durchmesser von 3 mm ausgestanzt. (3 mm Targets können direkt im Targethalter des Elektronenmikroskops eingesetzt werden). Die ausgestanzten Targets werden einer abschließenden Wärmebehandlung unterzogen. Die chemische Zusammensetzung der Materialien ist in Tabelle 5.2, ihre Wärmebehandlung in Tabelle 5.3 zusammengestellt.

Eine gute Durchstrahlbarkeit der Targets im Elektronenmikroskop setzt glatte Oberflächen voraus. Bedingt durch die Stärke der geschädigten Schicht (ca. 50 nm bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen), ist eine präparative Behandlung der bestrahlten Targetseite nur vor der Bestrahlung möglich. Die zu bestrahlende Seite wird elektrolytisch poliert. Das elektrolytische Polieren erfolgt mit dem Düsenstrahlverfahren (He-70), das im Dünngerät "Tenupol" der Firma Struers angewandt wird. Da nur die zu bestrahlende Seite des Targets poliert wird, ist am Probenhalter des Dünngerätes eine Strahlöffnung mit einer durchsichtigen Folie verklebt. Die Polierbedingungen sind in Tabelle 6.1 zusammengestellt.

Material	Elektrolyt	Temperatur [°C]	Spannung [V]	Strom [mA]	Strömungs - geschwindigkeit [rel. Einh.]	Zeit [s]
Ni	75 % $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 5 % HClO_4 20 % $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	- 6.0	50	80	7.0	50
Fe	65 % CH_3OH 5 % HClO_4 30 % $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	- 30.0	78	130	7.5	50
1.4970	70 % $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 10 % HClO_4 20 % $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_4$	- 13.0	54	170	3.5	60
1.4914	70 % $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 10 % HClO_4 20 % $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	- 14.0	56	140	3.0	50

Tabelle 6.1 Polierbedingungen

Nach der Bestrahlung mit Nickelionen werden die Targets für die elektronenmikroskopische Untersuchung von der Rückseite (back-thinning) nach dem gleichen Verfahren wie beim Vorpolieren "fertigpoliert". Hierzu wird die bestrahlte Seite mit einem Klarsicht- Photolack abgedeckt. Zusätzlich ist eine Strahlöffnung am Probenhalter mit einer durchsichtigen Folie verklebt.

Hierdurch wird eine Ätzung der bestrahlten Seite durch den Elektrolyten verhindert. Ferner zeigt die Erfahrung, daß die Lackschicht ein Abbrechen der dünnen Lochränder verhindert. Die Polierbedingungen für die bestrahlten Targets können von der in der Tabelle 6.1 angegebenen Werte stark abweichen. Dies führt beim Fertigpolieren zu Ausschußraten von bis zu 30%.

Nach dem Fertigdünnen der Targets wird der Photolack mit Aceton abgelöst. Die Targets werden anschließend mehrmals in Ethanol gereinigt.

6.3 Bestrahlungsparameter

Wie in Kapitel 6.1 beschrieben ist das Vakuum bei der Bestrahlung besser als $1 \cdot 10^{-6}$ mbar. Dieses Vakuum wird nach einer Pumpzeit von ca. 30 - 40 Minuten erreicht. Nach dem Einschalten der Heizung kann der Druck kurzfristig auf $3 \cdot 10^{-6}$ mbar ansteigen.

Bei der Bestrahlung von Reinst Eisen, dem austenitischen Stahl DIN 1.4970 und dem martensitischen Stahl DIN 1.4914 muß das Vakuum besser als $3 \cdot 10^{-6}$ mbar sein. Bestrahlungen bei einem schlechteren Vakuum führen bei den drei Materialien zu einer Kontaminierung (Oxidation) der Targetoberfläche durch Restgase. Durch die Oxidation wird ein Teil der geschädigten Schicht während der Bestrahlung zerstört. Gleichzeitig wird durch den Aufbau der Oxidschicht die Reichweite der Ionen im Grundmaterial verringert. Die Überlagerung der beiden Effekte führt dazu, daß in den Materialien bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung keine Strahlenschäden beobachtet werden können.

Reinstnickel zeigt bei der Bestrahlung eine geringe Neigung zur Oxidation. Targets die bei einem Vakuum von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar und 650°C bestrahlt wurden, zeigten keine Oxidation an der Oberfläche.

Für die Temperaturmessung werden, wie bereits in Kapitel 6.1 erwähnt wurde, NiCr-Ni Thermoelemente verwendet. Die Temperaturmeßstelle befindet sich 1 mm unter dem Target in der Aufnahmeplatte. Bei der Messung der Oberflächentemperatur des Targets mit einem Strahlungs-pyrometer und der Temperaturmessung mit dem Thermoelement konnte kein Unterschied in der Temperatur festgestellt werden.

Im gesamten untersuchten Temperaturbereich ($400 - 700^{\circ}\text{C}$) ist daher die Annahme eines Meßfehlers von $\pm 2\%$ als realistisch anzusehen.

Die Strahlstrommessung erfolgt mit einem Strahlfänger der zur Messung des Strahlstroms zwischen der letzten Blende und dem Target eingefahren wird. Gemessen wurde in 5 Minuten Abständen. Der Strahlstrom bei 200 keV Beschleunigungsspannung und dem verwendeten Strahlstrom von $I = 5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ist sehr stabil. Bei guter Einstellung des Beschleunigers liegen die Strahlschwankungen unter $\pm 5\%$. Zwischen zwei Messungen kann der Strahlstrom deshalb als konstant bzw. linear ansteigend oder abfallend angenommen werden. Für die Ionendosis und der sich daraus ergebenden Dosis in dpa wird ein Fehler von maximal $\pm 5\%$ angenommen.

6.4 Heliumimplantation

Um Neutronen- mit Ionen- und Elektronenbestrahlungen vergleichen zu können, muß das bei Neutronenbestrahlung durch (n, α) Prozesse entstehende Helium bei der Bestrahlung mit geladenen Teilchen vor oder simultan implantiert werden.

Das durch (n, α) Prozesse entstehende Helium ist in der Matrix homogen verteilt. Bei der Implantation von Helium wird eine homogene Heliumverteilung im Schädigungsbereich, der sich anschließenden Teilchenbestrahlung, durch die Implantation von Helium mit unterschiedlicher Energie oder durch Kippen des Targets erzeugt (Wo-68).

Am 300 keV Testinjektor der GSI ist die Schädigungstiefe bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen ca. 50 nm. Um in diesem Bereich Helium mit einer homogenen Verteilung zu implantieren, sind Ionenenergien unter 30 keV nötig. Die minimale Ionenenergie am Testinjektor für He^+ - Ionen ist 50 keV. Ein Kippen der Targets ist mit der verwendeten Bestrahlungseinrichtung nicht möglich. Eine homogene Heliumverteilung kann daher nicht implantiert werden.

In Abbildung 6.7 ist das Implantationsprofil von 50 keV He^+ - Ionen und die Schädigungsrate in Nickel bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen dargestellt. Beim Implantationsprofil wurde von einer Gaußschen Reichweitenverteilung der Ionen ausgegangen. Wie aus der Abbildung zu ersehen ist, nimmt die Heliumkonzentration im Schädigungsbereich von 10 appm auf 40 appm zu. Durch den Sputtermechanismus wandert das Schädigungsprofil bei der Bestrahlung in Bereiche mit höherer Heliumkonzentration.

Bei einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 22$ dpa wird eine Schicht von 7.6 nm abgetragen. Die Heliumkonzentration im Schädigungsbereich ändert sich nur unwesentlich. Bei der Bestrahlung des Stahls DIN 1.4970 und DIN 1.4914 mit einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 72$ dpa wird durch den Sputtermechanismus eine Schicht von 46 nm abgetragen. Die Heliumkonzentration im Schädigungsbereich am Ende der Bestrahlung ist doppelt so groß wie am Anfang. Für

die Experimente wurde von einer gemittelten Heliumkonzentration ausgegangen.

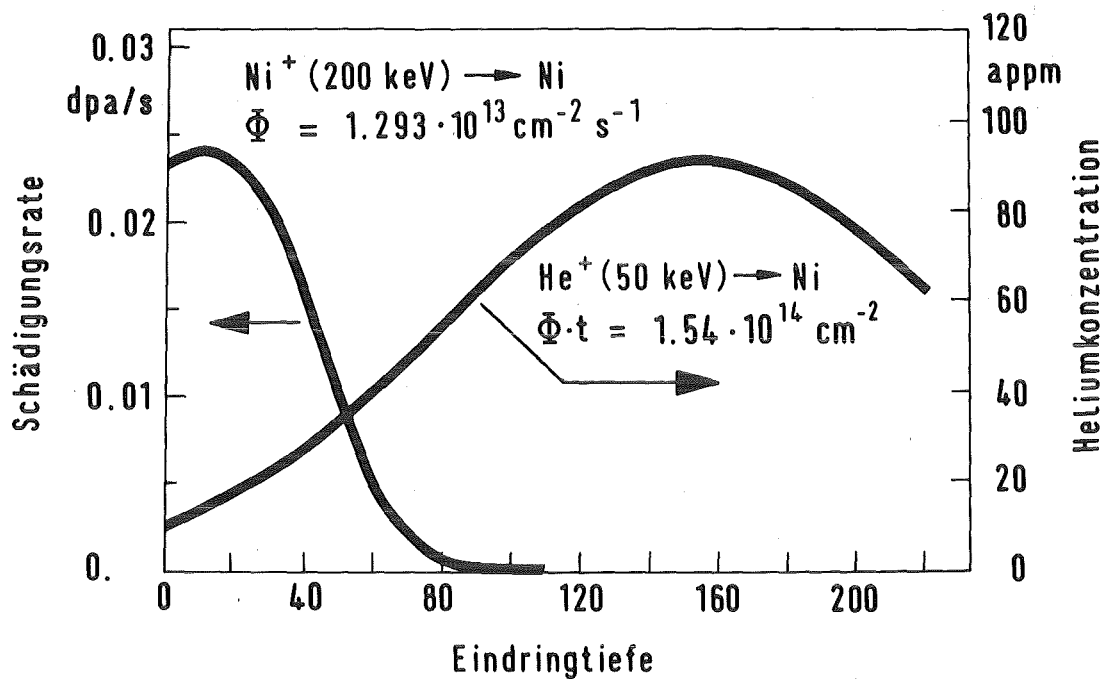


Abb. 6.7 Heliumimplantations- und Schädigungsprofil in Nickel

Das Heliumprofil in Abbildung 6.7 wurde unter Vernachlässigung der Heliumdiffusion in der Matrix berechnet.

Vor der Ionenbestrahlung wird das Target auf die Bestrahlungstemperatur aufgeheizt. Der Aufheizvorgang dauert in der Regel ca. 5 Minuten. Nimmt man eine Targettemperatur von 300°C an, so "zerläuft" das Implantationsprofil durch Diffusion. Die maximale Heliumkonzentration sinkt von 90 appm (Abb. 6.7) auf $6 \cdot 10^{-3}$ appm ab. Bei der Rechnung wurde eine Bewegungsenergie $E_{\text{He}}^{\text{m}} = 0.5 \text{ eV}$ angenommen ($E_{\text{He}}^{\text{m}} = 0.08 \text{ eV}$ für interstitutionelle Diffusion von Helium in Nickel (Wi-72)). Eine Heliumimplantation ist unter diesen Bedingungen nicht möglich.

Das implantierte Helium wird zum größten Teil an Versetzungen, die bei der Implantation erzeugt werden und an Fremdelementen getrappt. Hierdurch wird ein "Zerlaufen" des Implantationsprofil verhindert.

An Nickel wurde untersucht, ob eine Heliumimplantation in einer oberflächennahen Schicht möglich ist.

6.5 Elektronenmikroskopie und Auswertung

Die elektronenmikroskopische Untersuchung der Targets erfolgte mit einem 100 keV Elektronenmikroskop (JEOL 100 C). Mit der Beschleunigungsspannung von 100 keV können bei Nickel- und Eisenwerkstoffen Schichten von etwa 100 nm durchstrahlt werden. Die durchstrahlbare Schicht hat also die gleiche Stärke wie die durch 200 - 400 keV Ni^+ - Ionen geschädigte Schicht. Man erhält also bei der Elektronenmikroskopie ein integrales Bild des gesamten geschädigten Bereiches.

Am Rande des Loches wird ein Teil der geschädigten Schicht beim Elektropolieren abgetragen. Um die gesamte geschädigte Schicht bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung zu erfassen ist es deshalb notwendig, in einem möglichst weit vom Lochrand entfernten Bereich zu arbeiten. Die Verhältnisse am Lochrand sind in Abbildung 6.8 schematisch dargestellt. Abbildung 6.9 zeigt die relative Porendichte in Nickel in einem Streifen senkrecht zum Lochrand bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen und 400 keV Ni^{++} - Ionen. Der Sättigungsbereich ist bei der 400 keV Bestrahlung gegenüber der 200 keV Bestrahlung vom Lochrand ins Material verschoben. Die Verschiebung des Sättigungsbereiches ist eine unmittelbare Folge der größeren Schädigungstiefe bei der 400 keV Bestrahlung.

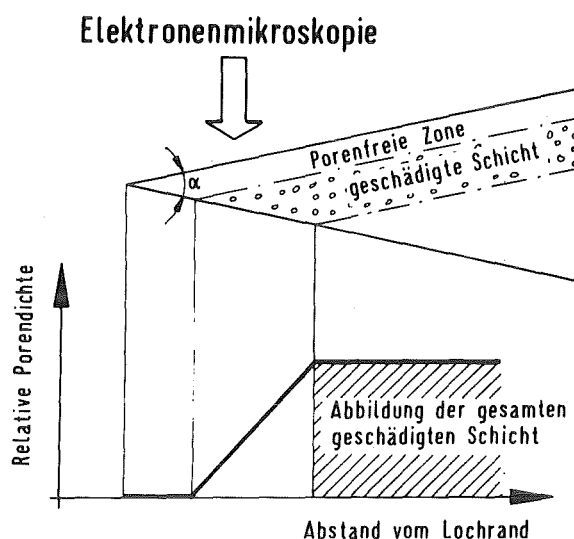


Abb. 6.8 Schematische Darstellung der Verhältnisse am Lochrand

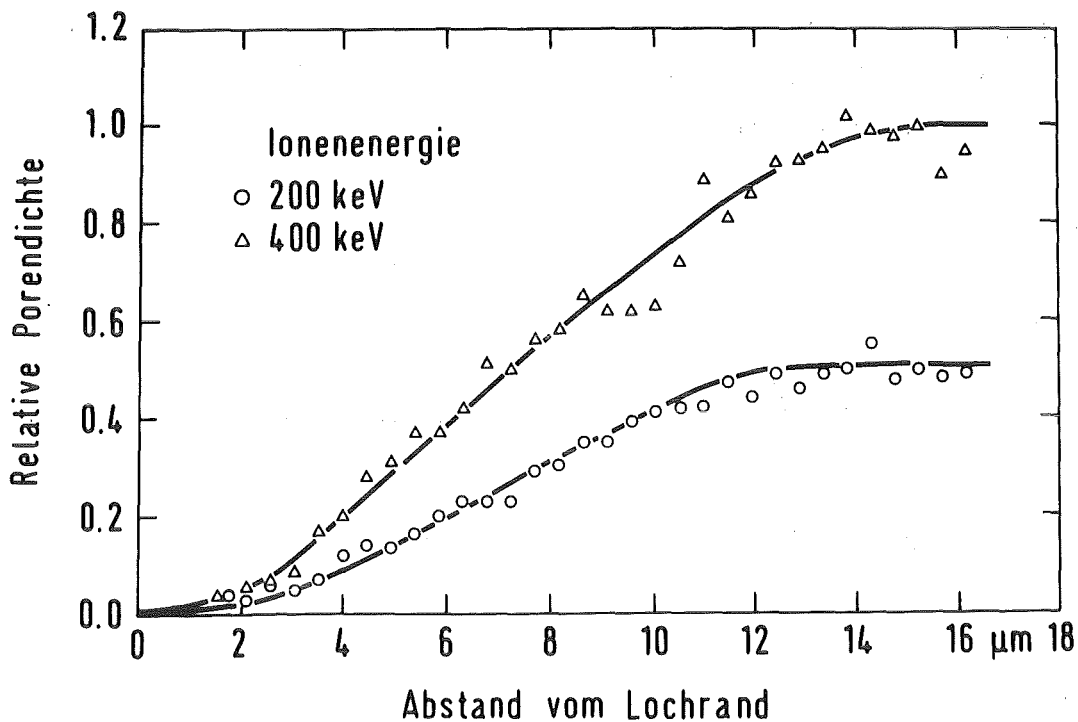


Abb. 6.9 Relative Porendichte am Lochrand in Nickel
 $T = 675^{\circ}\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$

Bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung der Targets wird in der Regel mit einer Standardvergrößerung von 36000:1 gearbeitet. Für die quantitative Auswertung erfolgt eine Nachvergrößerung auf 108000:1.

Poren mit einem Durchmesser von 5 nm können bei einer Vergrößerung von 36000:1 auf dem Elektronenmikroskop - Leuchtschirm bei optimalen Bedingungen erkannt werden.

Geht man davon aus, daß bei dieser Vergrößerung auf dem Bildschirm ($6 \times 9 \text{ cm}^2$) mindestens eine Pore beobachtet wird, so ergibt sich hieraus bei einer Probendicke von 100 nm eine Porendichte von $2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$. Dies ist die kleinste meßbare Porendichte.

Die quantitative Auswertung erfolgt mit Hilfe eines elektronischen Planimeters (MOP AM O3 der Firma Kontron). Gemessen wurde die Durchmesser- und die Anzahl der Poren. Bei der Bestimmung des Schwellens wird von kugelförmigen Poren ausgegangen. Tatsächlich haben die Poren jedoch eine tetraederförmige Struktur. Hierdurch entsteht bei der Bestimmung des Porenvolumens ein Fehler bis zu $\pm 30\%$ (Ha-80).

Die Versetzungsdichte wird nach dem Schnittlinienverfahren (He-70) bestimmt. Die obere Grenze der meßbaren Versetzungsdichte liegt nach (He-70) bei $10^{11} - 10^{12} \text{ cm}^{-2}$, die Untergrenze bei ca. $1 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$.

Aus den Meßdaten wird das Schwellen S , die Porendichte φ_C und die Versetzungsdichte φ_D nach folgenden Beziehungen bestimmt.

$$S = \frac{\Delta V}{V - \Delta V} \quad \Delta V = \frac{\pi}{6} \sum_i n_i d_i^3$$

$$\varphi_C = \frac{1}{V} \sum_i n_i \quad \varphi_D = \frac{2N}{L \cdot h} \quad (6.1)$$

$$V = A \cdot h$$

Hierbei ist $n_i [1]$ = Anzahl der Poren in der i -ten Klasse

$d_i [\text{nm}]$ = mittlerer Porendurchmesser der i -ten Klasse

$A [\text{cm}^2]$ = Meßfläche

$h [\text{cm}]$ = Probendicke

$L [\text{cm}]$ = Länge der Schnittlinie

$N [1]$ = Anzahl der Schnittpunkte mit Versetzungen

Die Meßfläche A kann mit dem MOP AM 03 unter Berücksichtigung der Vergrößerung leicht ermittelt werden. Die Probendicke wird nach einem von Leister (Le-83) angegebenen Verfahren bestimmt.

7. Ergebnisse

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der Bestrahlungsexperimente dargestellt.

Das Schwellen als Funktion der Temperatur bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen wurde für Nickel, Eisen, den austenitischen Stahl DIN 1.4970 und den martensitisch- ferritischen Stahl DIN 1.4914 ermittelt. Die Dosis bei Nickel beträgt

$D_{\text{eff}} = 22$ dpa, bei Eisen, dem Stahl DIN 1.4970 und DIN 1.4914

$D_{\text{eff}} = 72$ dpa. Um die effektive Dosis berechnen zu können mußte die Sputterrate der Materialien experimentell bestimmt werden.

Das Meßverfahren und die Ergebnisse wurden bereits in Kap. 4.4.2 angegeben.

Bei den Stählen wurde 1 appm He/dpa und 10 appm He/dpa bei Raumtemperatur vorimplantiert. Die Heliumimplantation erfolgte, da beim Stahl DIN 1.4970 bei der Bestrahlung ohne Heliumimplantation keine Porenbildung beobachtet wurde. Durch die Heliumimplantation wird die Porennukleation verstärkt (siehe Kap. 1.5). Da über die Heliumimplantation in oberflächennahen Schichten keine experimentellen Erfahrungen vorlagen, insbesondere Unsicherheit darüber bestand, ob das implantierte Heliumprofil "zerläuft", wurde die Heliumimplantation an Nickel untersucht (siehe Kap. 6.4).

Um den effektiven Biasfaktor in Nickel und Eisen zu bestimmen, wurde für die beiden Materialien das Schwellen als Funktion der Dosis jeweils bei der Temperatur des maximalen Schwellens bestimmt.

Wie in Kap. 4.4 gezeigt wurde, wird die Dosis bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen durch den Sputtermechanismus begrenzt. Die maximale Dosis bei den vier Materialien beträgt $D_{\text{eff}} = 70 - 75$ dpa. Eine Bestrahlung der Materialien mit höheren Dosen ist nur mit Ionen einer Energie größer 200 keV möglich. An Nickel wurde die Bestrahlung mit Ni^{++} - Ionen ($E = 400$ keV, am Testinjektor der GSI technisch noch machbare Energie) getestet.

Die Bestimmung der bestrahlungsinduzierten Versetzungsdichte und die Orientierung der Loops in Eisen und dem Stahl DIN 1.4914

erwies sich als äußerst schwierig, da, um die Versetzungen und Loops im EM abzubilden, die Proben gekippt werden müssen. Bei den magnetischen Werkstoffen Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 können die Proben jedoch nur um kleine Winkel gekippt werden. Die ermittelten Versetzungsdichten sind daher mit größeren Fehlern behaftet. Eine Unsicherheit um einen Faktor 2 - 3 bei den bestimmten Versetzungsdichten ist als realistisch anzusehen.

Bei der Bestrahlung von Eisen mit Nickel kommt es wie in Kap. 4.3 gezeigt wurde zu einer Anreicherung von Nickel im Schädigungsbereich. Mit dem "EDX- System" (Energy Disperse X-ray Analysis) des Instituts für Material- und Festkörperforschung im Kernforschungszentrum Karlsruhe konnte die Nickelkonzentration nach der Bestrahlung in Eisen gemessen werden.

Wie bereits in Kap. 3.1 und 4.3 gezeigt, spielt die Veränderung in der Zusammensetzung der Legierungen durch Segregation im Schädigungsbereich bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen eine bedeutende Rolle. Eine Segregation in den Stählen konnte mit dem EDX- System nicht nachgewiesen werden, da die Messung nur einen integralen Wert über die gesamte Foliendicke liefert.

7.1 Schwellverhalten von Nickel

Reinstnickel (99.998 wt%) wurde im Temperaturbereich zwischen 475°C und 725°C mit 200 keV Ni^+ - Ionen bestrahlt. Der Ionenstrom bei der Bestrahlung betrug $1.29 \cdot 10^{13} / (\text{cm}^2 \cdot \text{s})$. Dieser Ionenstrom erzeugt eine Schädigungsrate von $2.3 \cdot 10^{-2}$ dpa/s (berechnet nach Glowinski (Gl-71)). Die maximale örtliche Schädigungsrate, berechnet nach Kulcinski (Ku-71) beträgt $2.5 \cdot 10^{-2}$ dpa/s. Bei einer Bestrahlungszeit von 16 Minuten ergibt dies unter Berücksichtigung der Sputterrate (siehe Kap. 4.4) eine effektive Schädigungsdosis von $D_{\text{eff}} = 22$ dpa. Die effektive Schädigungsdosis D_{eff} als Funktion der theoretischen Schädigungsdosis $K \cdot t$ ist in Abbildung 7.1 dargestellt. Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, kann bei einer Sputterrate von $s = 6 \pm 1$ der Einfluß der Sputterrate auf die effektive Dosis

für $K \cdot t < 25$ dpa vernachlässigt werden. Ferner zeigt die Abbildung, daß ein Fehler von ± 1 bei einer Sputterraten von 6 erst ab einer Dosis von 60 dpa zu signifikanten Abweichungen bei der effektiven Dosis führt.

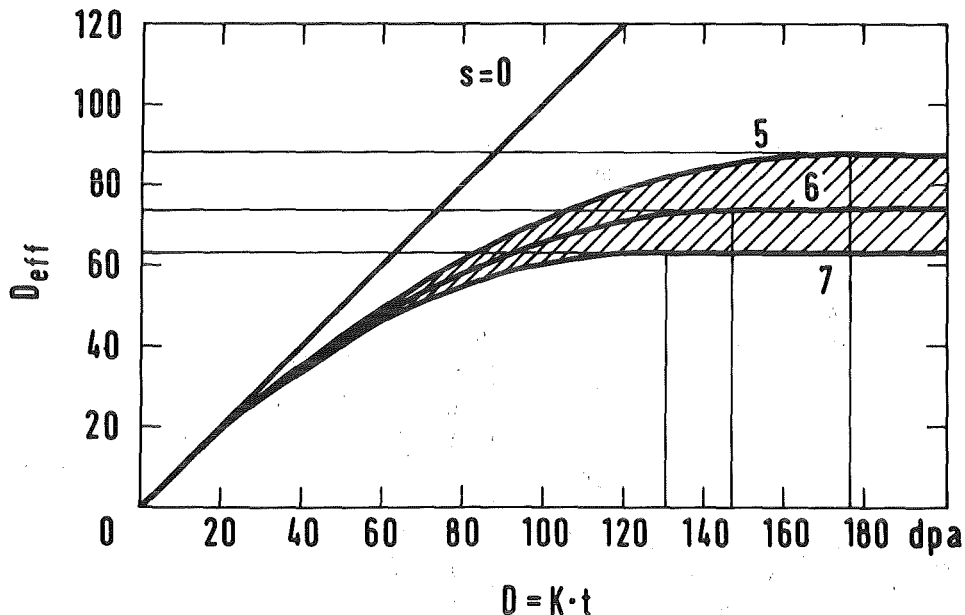


Abb. 7.1 Effektive Schädigungsdosis D_{eff} in Nickel als Funktion der theoretischen Dosis $K \cdot t$ berechnet mit Gl. (4.3), $\Phi = 1.29 \cdot 10^{13} / (\text{cm}^2 \cdot \text{s})$, $R_s = 50$ nm, $N_T = 9.14 \cdot 10^{22} \text{ cm}^{-3}$

Das experimentell ermittelte Schwellen als Funktion der Temperatur ist in Abb. 7.2 dargestellt, in Abb. 7.3 die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser. Die Schwellkurve zeigt den nach Kap. 2.1 erwarteten glockenförmigen Verlauf mit dem Schwell-Schwellmaximum bei 675°C . Der mittlere Porendurchmesser nimmt mit der Temperatur linear zu, während die Porendichte für Temperaturen über 500°C exponentiell abnimmt. Aus der Abb. 7.3 erhält man für $\rho_C = 1.93 \cdot 10^{11} \cdot \exp[0.7\text{eV}/kT] \text{ cm}^{-3}$ für $T > 500^\circ\text{C}$.

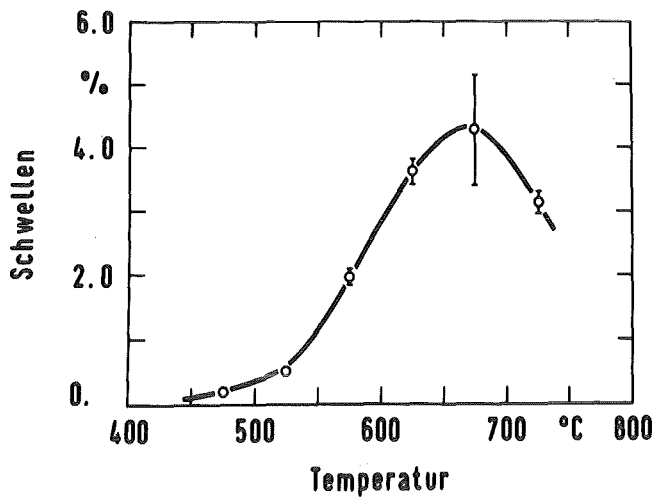


Abb. 7.2

Schwellen in Nickel als Funktion der Temperatur, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$

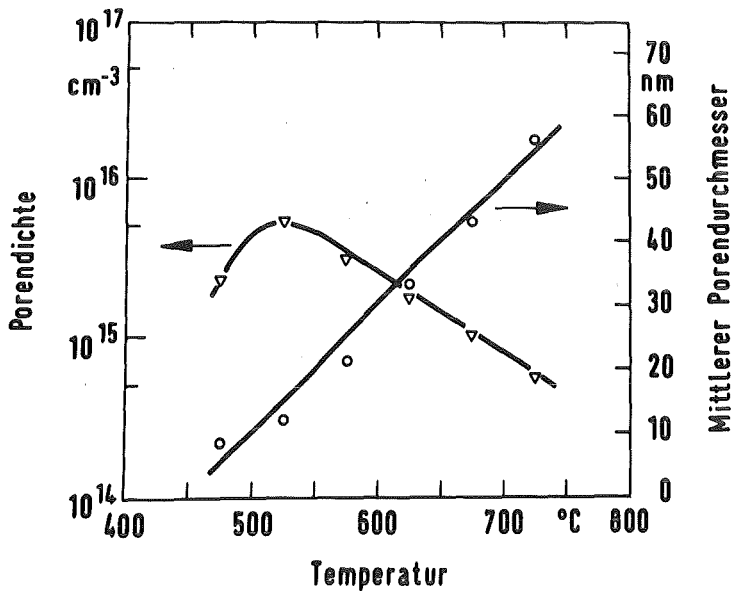


Abb. 7.3

Porendichte und mittlerer Porendurchmesser als Funktion der Temperatur, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$,

Die Dosisabhängigkeit des Schwellens bei 675°C (Schwellmaximum) ist in Abbildung 7.4a dargestellt, die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser in Abbildung 7.4b. Die Dosiskurve des Schwellens zeigt den bereits von Giesecke (Gi-78) und Leister (Le-83) bei der Bestrahlung von Kupfer mit Cu^+ -Ionen beobachteten s-förmigen Verlauf.

Für $D_{\text{eff}} > 47 \text{ dpa}$ wird eine Sättigung des Schwellens beobachtet, Porendichte und mittlerer Porendurchmesser erreichen ebenfalls Sättigungswerte ($D_{\text{eff}} > 30 \text{ dpa}$). Das Sputtern führt bei einer Sputterrate von $s = 6$ zu einer Sättigung des Schwel-

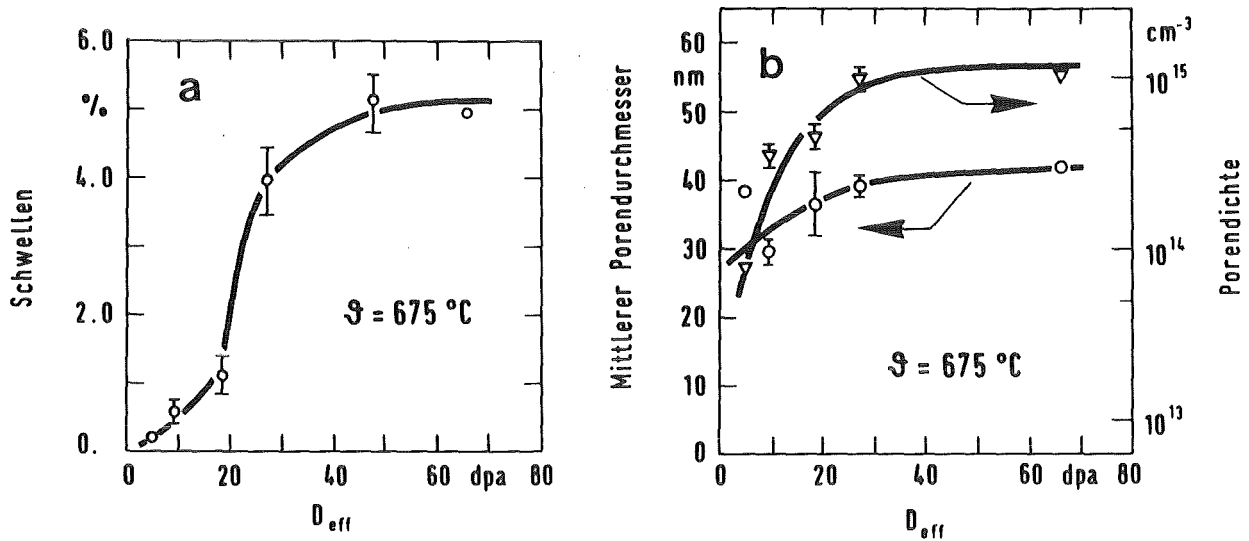


Abb. 7.4 a. Schwellen, b. Porendichte und mittlerer Porendurchmesser in Nickel als Funktion von D_{eff}

lens für $D_{eff} > 70$ dpa. Geht man von $s = 7$ aus, so tritt eine Sättigung des Schwellens bereits bei $D_{eff} > 60$ dpa auf. Aufgrund der Unsicherheit bei der Bestimmung von D_{eff} kann anhand der vorliegenden Meßdaten nicht eindeutig geklärt werden, ob die Sättigung des Schwellens durch den Sputtereffekt bedingt ist. Eine Erklärung der Sättigung des Schwellens durch die bei der Bestrahlung pro dpa implantierten Ionen (ϵ_i Gl. (2.24)) (Br-78) ist aufgrund der starken Ortsabhängigkeit von ϵ_i ($\epsilon_i(x \rightarrow 0) = 6.8 \cdot 10^{-5}$, $\epsilon_i(x=50\text{nm}) = 1 \cdot 10^{-3}$) nicht möglich.

Für $D_{eff} < 10$ dpa ist die Porenbildung inhomogen. Abbildung 7.5 zeigt exemplarisch die inhomogene Porenverteilung in Nickel. Dosisabhängige Effekte können, bedingt durch die Sättigung des Schwellens bei hohen Dosen und der Inhomogenität bei niedrigen Dosen nur in einem sehr engen Dosisbereich ($10 \text{ dpa} < D_{eff} < 40 \text{ dpa}$) untersucht werden.

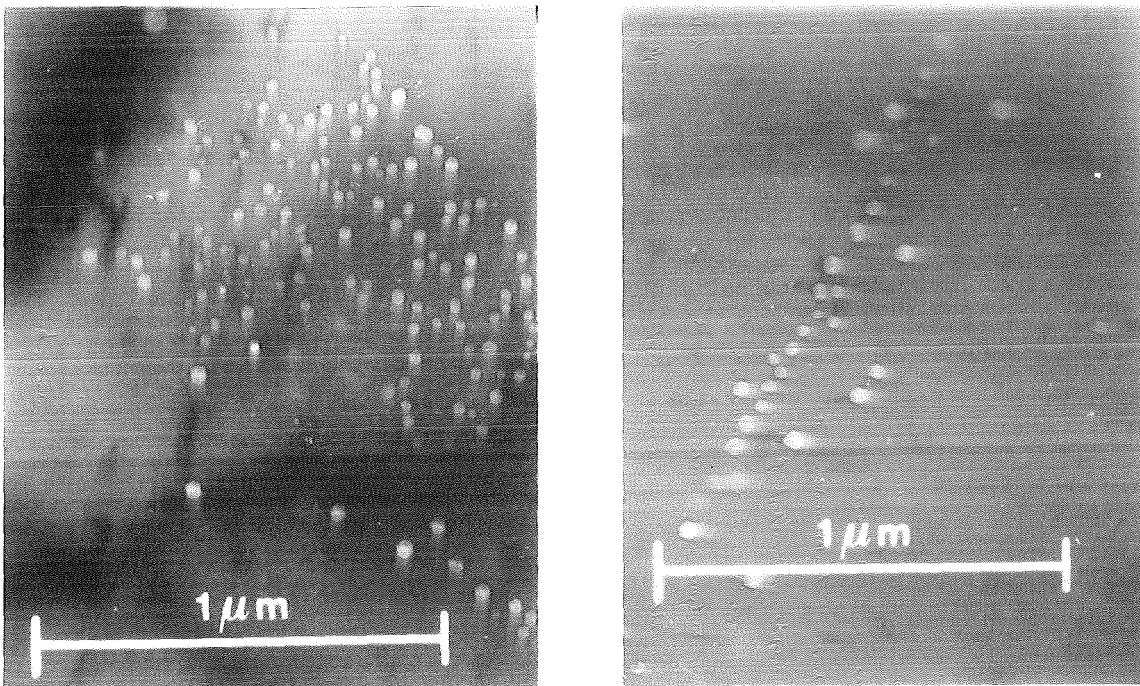


Abb. 7.5 Inhomogene Porenverteilung in Nickel,
 $\vartheta = 675^{\circ}\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 5 \text{ dpa}$

Eine Bestimmung der Versetzungsdichte im gesamten Temperaturbereich des Schwellens war nicht möglich. Im Temperaturbereich zwischen 475°C und 575°C sind die beobachteten Versetzungen orientiert (Abb. 7.6a), über 575°C werden Versetzungen nur in Verbindung mit Poren beobachtet (Abb. 7.6a). Die ermittelte Versetzungsdichte im Bereich der Temperatur des maximalen Schwellens ($\vartheta = 675^{\circ}\text{C}$) liegt bei $\varrho_D = 1 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$.

Nickel zeigt, wie bereits in Kap. 6.3 erwähnt, bei der Bestrahlung und der Präparation für die Elektronenmikroskopie eine geringe Neigung zur Oxidation. Die elektronenmikroskopische Untersuchung von Nickel ist außerdem relativ unproblematisch. An Nickel wurde daher die Möglichkeit der Heliumimplantation in einer oberflächennahen Schicht untersucht (siehe Kap. 6.4). Um festzustellen, ob das in einer Schicht nahe der Oberfläche implantierte Helium bei der Bestrahlung ausdiffundiert (siehe Kap. 6.4), wurden Nickeltargets mit 50 keV He^+ -Ionen bei Raumtemperatur mit $8.79 \cdot 10^{14}$, $3.52 \cdot 10^{15}$ und $8.79 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlt. Bei einem Gaußschen Implantationsprofil ist die Heliumkonzentration in 45 nm Tiefe ca. 180 , 720 und 1800 appm . Anschließend wurden die Targets bei 675°C mit 200 keV Ni^+ -

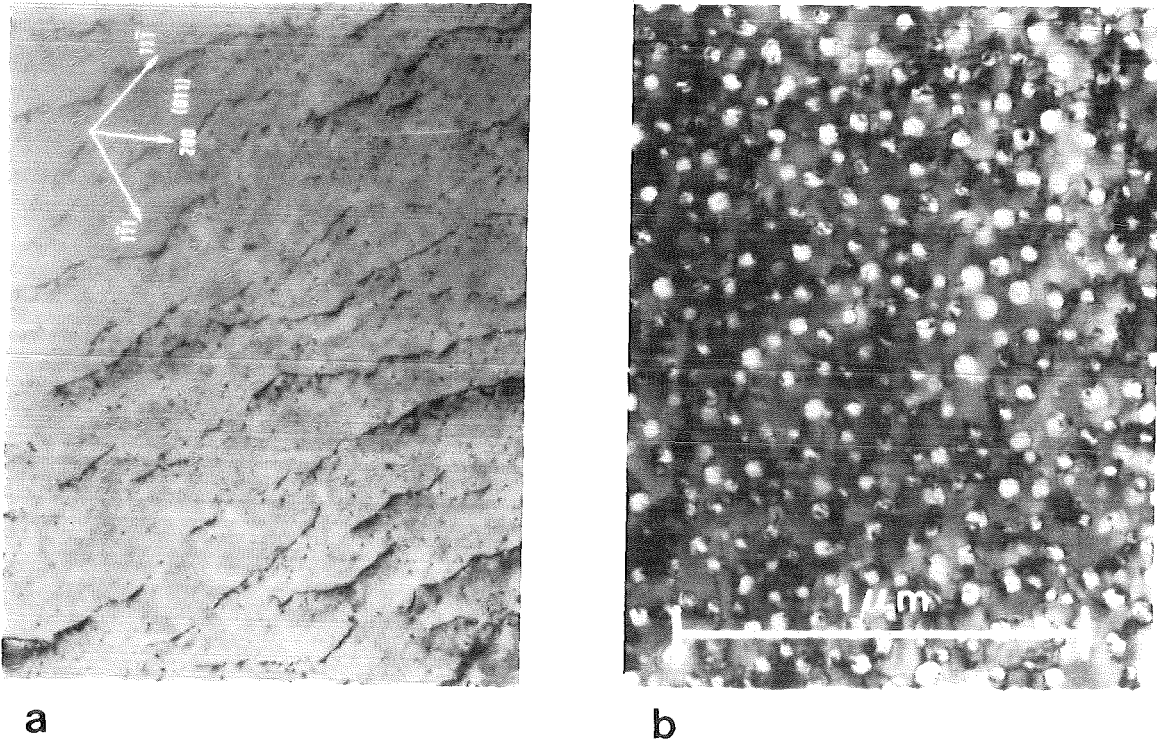
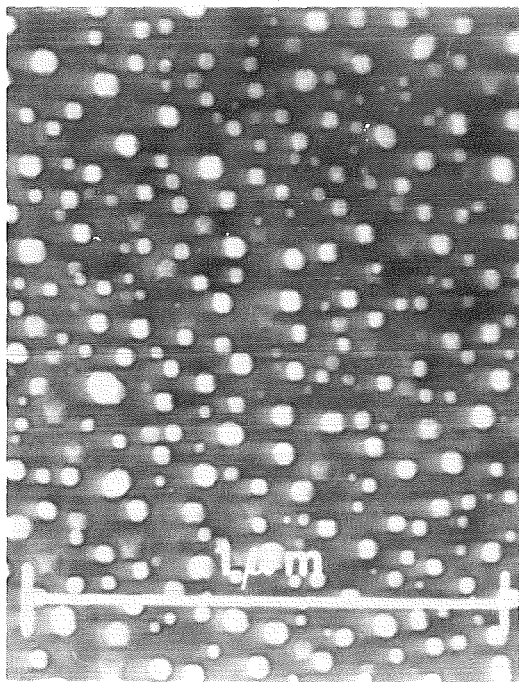


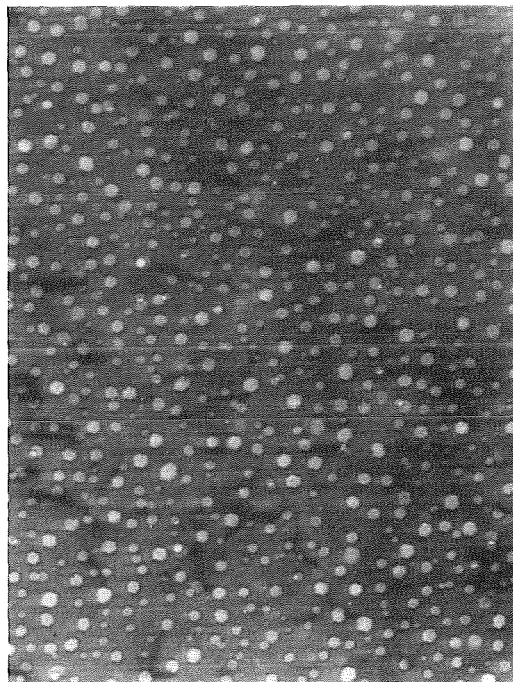
Abb. 7.6 Versetzungen in Nickel, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$
a. $T = 525^\circ\text{C}$, b. $T = 675^\circ\text{C}$

Ionen mit einer effektiven Dosis von 22 dpa bestrahlt. Die Targets wurden vor der Bestrahlung 10 Minuten auf der Bestrahlungstemperatur gehalten. Wenn das Implantationsprofil, wie in Kap. 6.4 beschrieben, durch Diffusion "zerläuft", so ist nach 10 Minuten kein Helium mehr im geschädigten Bereich vorhanden. Die Porendichte, der mittlere Porendurchmesser und das Schwellen in den Targets mit unterschiedlicher vorimplantierter Heliumkonzentration müßten gleich sein.

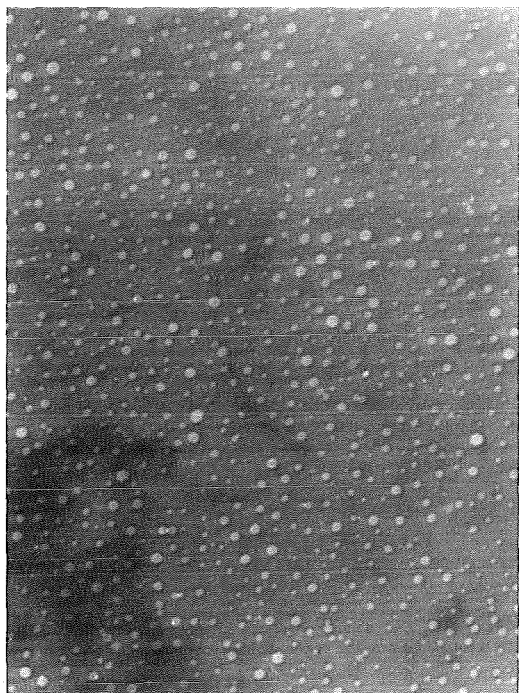
Abbildung 7.7 zeigt Poren in Reinstnickel und in mit Helium implantiertem Nickel. Das Schwellen, die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser als Funktion der Heliumkonzentration sind in Abbildung 7.8 dargestellt. Aus der Abbildung 7.7 und 7.8 ist zu erkennen, daß die Porenkonzentration mit der Heliumkonzentration zunimmt während der Porendurchmesser abnimmt. Die Zunahme der Porenkonzentration ist auf die durch das Helium verstärkte Nukleation zurückzuführen (Kap. 1.5). Das implantierte Heliumprofil ist demnach nicht "zerlaufen".



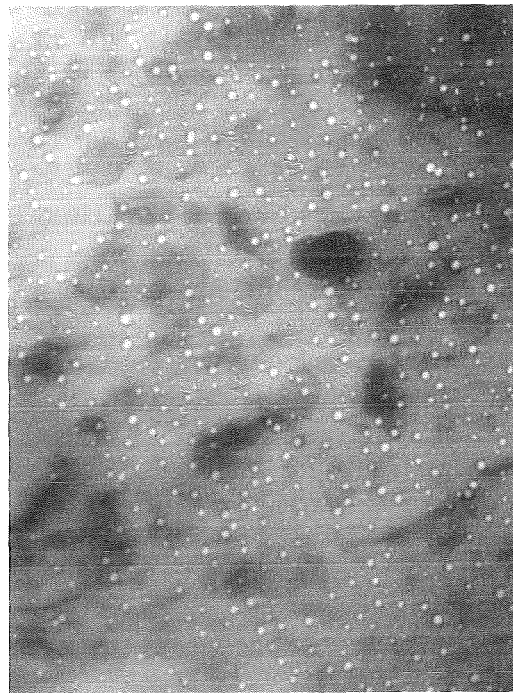
a



b



d



c

Abb. 7.7 Poren in Nickel mit unterschiedlicher Heliumkonzentration, $\vartheta = 675^{\circ}\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$,
a. Nickel (99.998 wt%), b. 180 appm He,
c. 720 appm He, d. 1800 appm He

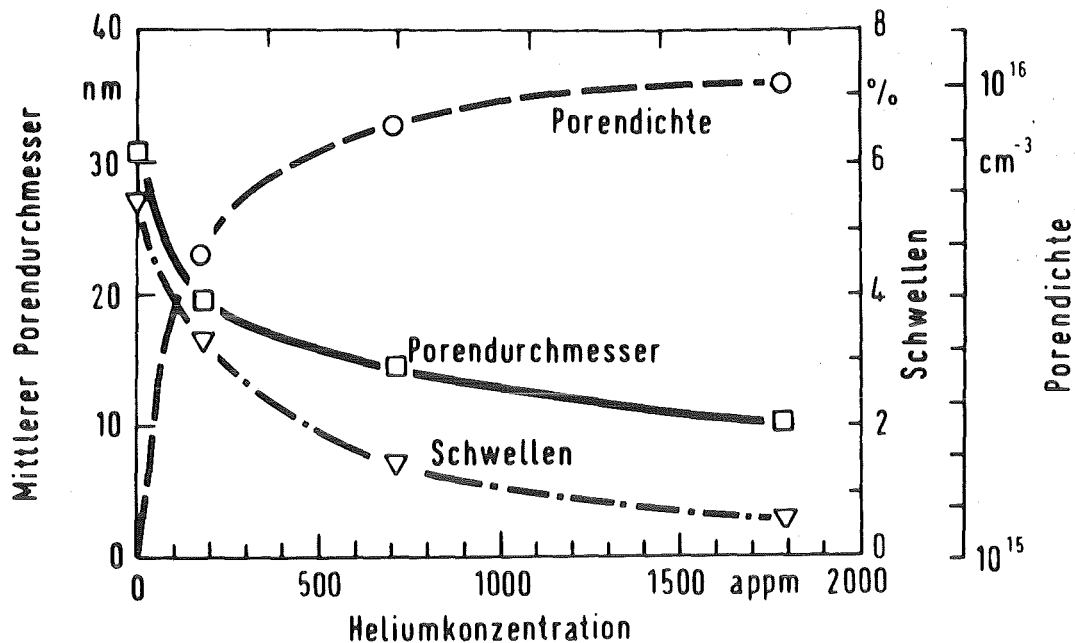


Abb. 7.8 Schwellen, Porendichte und mittlerer Porendurchmesser in Nickel als Funktion der Heliumkonzentration, $T = 675^\circ\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$

Die Implantation von Helium in einer oberflächennahen Schicht ($x < 50 \text{ nm}$) ist also möglich. Da die Heliumkonzentration im Schädigungsbereich eine starke Ortsabhängigkeit aufweist (siehe Abb. 6.7) sind nur qualitative Untersuchungen zum Einfluß des Heliums auf das Schwellen möglich.

Durch die geringe Schädigungstiefe bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen spielt die Oberfläche als Defektsenke eine dominante Rolle (Kap. 4.1). Die Dosis wird durch die Sputterrate und die geringe Schädigungstiefe begrenzt (Kap. 4.41). Mit dem 300 keV Testinjektor der GSI ist es möglich 2-fach geladene Teilchen mit einer Energie von 400 keV zu erzeugen. (Der maximale Ionenstrom der 2-fach geladenen Teilchen ist jedoch beträchtlich geringer als der der 1-fach geladenen Teilchen). Die Schädigungstiefe bei der Bestrahlung mit 400 keV Ionen ist etwa doppelt so groß als bei der Bestrahlung mit 200 keV Ionen. Hierdurch wird die effektive maximale Schädigungsdosis verdoppelt und der Einfluß der Oberfläche als Defektsenke wird geringer. Der beträchtlich geringere Teilchenstrom bei den 2-fach geladenen Ionen führt jedoch zu längeren Strahlzeiten (ca. 2.5-fache).

Die örtliche Leerstellenkonzentration $c_v(x)$ bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - und 400 keV Ni^{2+} - Ionen ist in Abbildung 7.9 dargestellt. Aus der Abbildung ist zu ersehen, daß die Leerstellenkonzentration mit der Ionenenergie zunimmt. Ferner zeigt die Abbildung, daß die Leerstellenkonzentration berechnet mit einem kastenförmigen (Gl. (1.9)) und mit einem ortsabhängigen (Gl. (1.5)) Schädigungsprofil gut übereinstimmen.

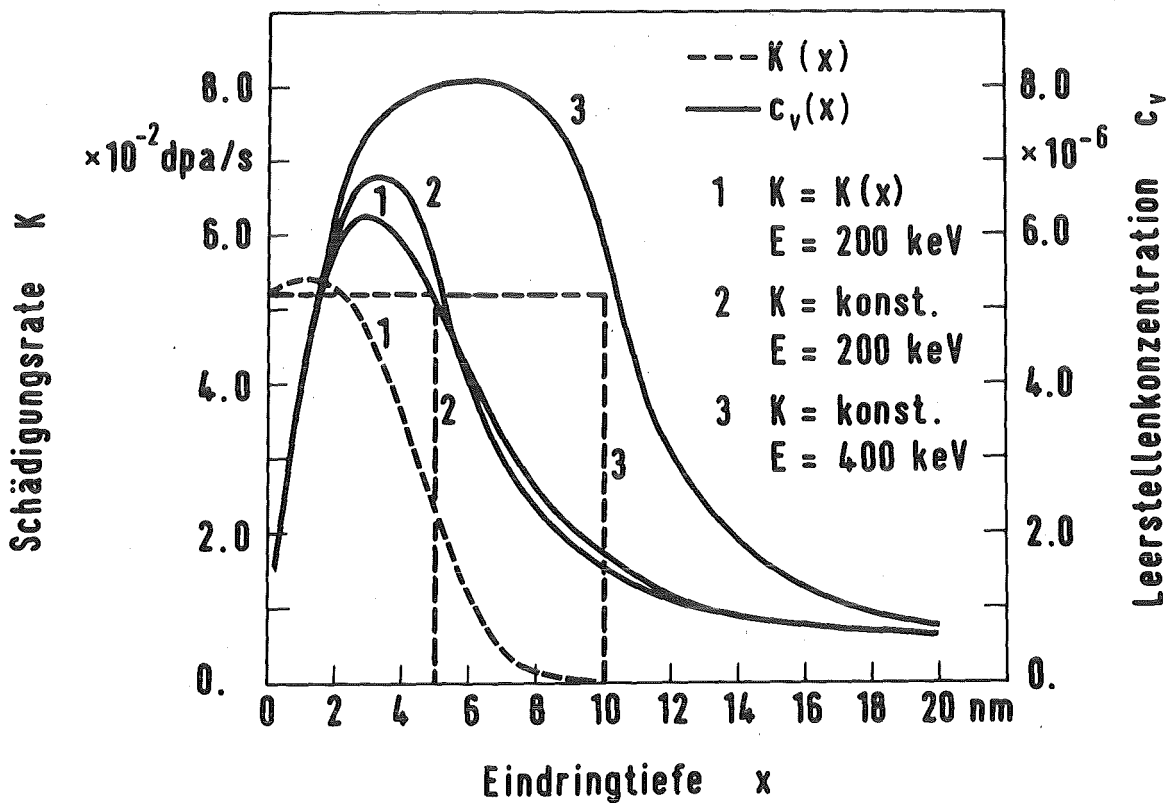
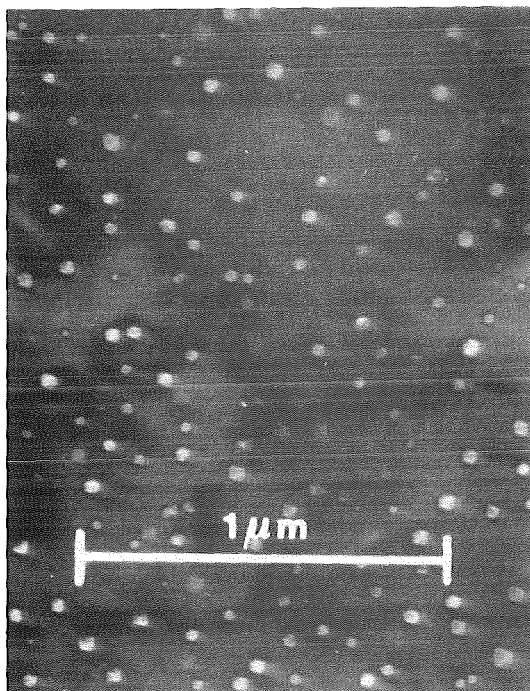


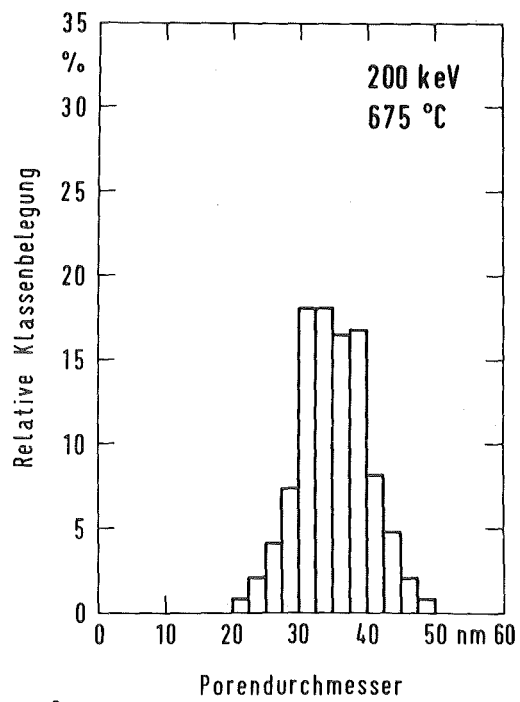
Abb. 7.9 Leerstellenkonzentration in Nickel für unterschiedliche Schädigungsprofile und Ionenenergien,
 $T = 675^\circ\text{C}$, $\varphi_D = 1 \cdot 10^9 \cdot \text{cm}^2$, $\varphi_C = 0.0$, $\Phi = 2.94 \cdot 10^{13} / \text{cm}^2 \cdot \text{s}$
 Diffusionsdaten siehe Tabelle 3.1

Abbildung 7.10 zeigt Poren in mit 200 keV Ni^+ - und 400 keV Ni^{2+} - Ionen bei 675°C mit einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$ bestrahlten Nickel. Aus der Abbildung ist zu ersehen, daß die Porendichte mit der Ionenenergie zunimmt ($\varphi_C(200\text{keV}) = 9 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, $\varphi_C(400\text{keV}) = 3.8 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$). Der Porendurchmesser nimmt mit steigender Ionenenergie ab ($\bar{d}(200\text{keV}) = 37 \text{ nm}$, $\bar{d}(400\text{keV}) = 28 \text{ nm}$). Die Zunahme der Porendichte mit der Ionenenergie ist auf die erhöhte Leerstellenkonzentration und die dadurch bedingte höhere

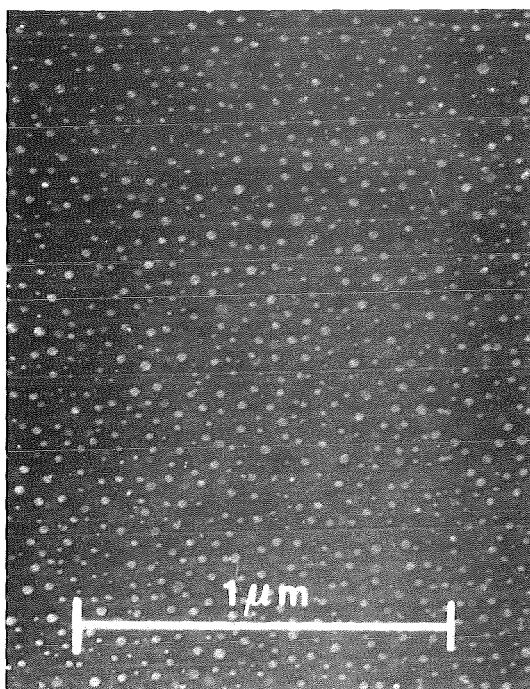
Nukleationsrate zurückzuführen. Die Abnahmen des mittleren Porendurchmessers mit zunehmender Ionenenergie folgt aus der erhöhten Porendichte. Das Schwellen bei der Bestrahlung mit 400 keV Ni^{2+} - Ionen ist mit 4.4% ca. 1.5 mal größer als bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^{+} - Ionen ($\Delta V/V = 3\%$). Ursache hierfür ist die höhere Porendichte bei der Bestrahlung mit 400 keV Ionen. Das Ergebnis zeigt eine gute tendenzielle Übereinstimmung mit der theoretisch erwarteten Abnahme des Schwellens mit der Ionenenergie (Bu-77, siehe Kap. 4.1).



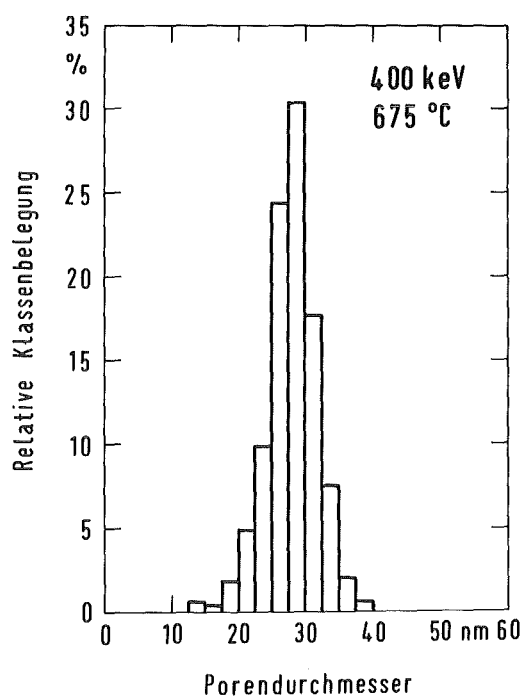
a



b



c



d

Abb. 7.10 Poren in Nickel bestrahlt mit 200 keV Ni^+ - und 400 keV Ni^{2+} - Ionen, $\vartheta = 675^\circ\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$,
 a. EM-Aufnahme } 200 keV Ni^+ - Ionen
 b. Durchmesser-Verteilung }
 c. EM-Aufnahme } 400 keV Ni^{2+} - Ionen
 d. Durchmesser-Verteilung }

7.2 Schwellverhalten von Eisen

Reinsteisen (99.998 wt%) wurde im Temperaturbereich zwischen 400°C und 600°C mit 200 keV Ni⁺- Ionen bestrahlt. Der Ionenfluß bei der Bestrahlung betrug $2.94 \cdot 10^{13}$ Teilchen/cm²·s, die Schädigungsrate $5.2 \cdot 10^{-2}$ dpa/s (berechnet nach Glowinski (Gl-73)). Die Targets wurden mit einer Ionendosis von $7.05 \cdot 10^{16}$ Teilchen/cm² bestrahlt. Dieser Ionendosis entspricht eine Schädigungsdosis von 125 dpa. Bei einer Sputterraten von $s = 5$ ist die effektive Schädigungsdosis $D_{\text{eff}} = 72$ dpa. Eisen wurde im Gegensatz zu Nickel mit einer hohen Dosis bestrahlt, da für $D_{\text{eff}} = 22$ dpa kein Schwellen ermittelt werden konnte.

Das Schwellen als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 7.11 dargestellt, die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser in Abbildung 7.12. Schwellen wird in einem relativ schmalen Temperaturbereich (450°C - 550°C) beobachtet; das Schwellmaximum liegt bei 525°C. Der steile Abfall des Schwellens bei hohen Temperaturen kann durch den Einfluß der Oberfläche auf die Leerstellenkonzentration erklärt werden (siehe Kap. 4.1). Der mittlere Porendurchmesser nimmt linear mit der Temperatur zu, die Porendichte zeigt eine exponentielle Abnahme mit steigender Temperatur. Aus den Meßdaten erhält man für die Porendichte $\rho_c = 8.88 \cdot 10^9 \exp[0.87\text{eV}/kT]$.

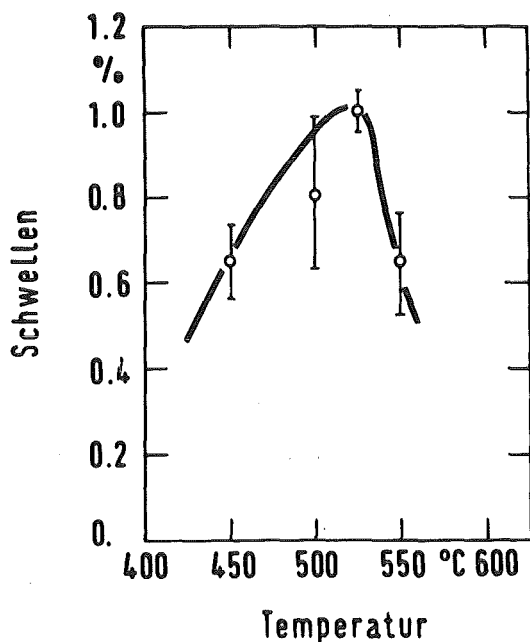


Abb. 7.11

Schwellen in Eisen als
Funktion der Temperatur
 $D_{\text{eff}} = 72$ dpa

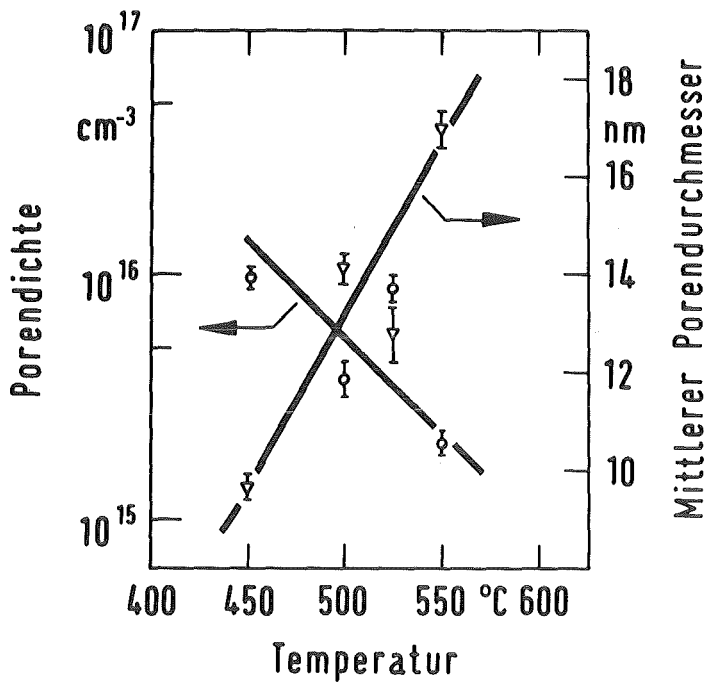


Abb. 7.12

Porendichte und mittlerer Porendurchmesser als Funktion der Temperatur, $D_{\text{eff}} = 72$ dpa

Die Dosisabhängigkeit des Schwellens, die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser bei 525°C sind in Abbildung 7.13 dargestellt. Wie aus der Abbildung zu ersehen ist, setzt meßbares Porenschwellen bei Eisen erst ab $D_{\text{eff}} = 20$ dpa ein. Da der mittlere Porendurchmesser bei $D_{\text{eff}} = 28$ dpa kleiner 6 nm ist, muß davon ausgegangen werden, das Porenschwellen bereits bei niedrigeren Dosen vorhanden ist, die Poren im Elektronenmikroskop jedoch nicht beobachtet werden. Durch die leichte Oxidation der Oberfläche aber vor allem durch die nicht immer mögliche Fokussierung (Magnetismus der Fe- Probe) können Strukturen kleiner 10 nm im Elektronenmikroskop nur sehr schlecht abgebildet werden. Exemplarisch zeigt Abbildung 7.14 Poren in Fe-Targets mit schwacher und starker Oxidation.

Eine inhomogene Porenbildung wie sie bei Nickel für

$D_{\text{eff}} < 10$ dpa beobachtet wurde tritt bei Eisen nicht auf.

Die Dosisabhängigkeit des Schwellens bei Eisen zeigt ferner keine Sättigung, obwohl theoretisch (bedingt durch das Sputtern der Oberfläche) für $D_{\text{eff}} > 72$ dpa das Schwellen einen Sättigungswert erreichen müßte.

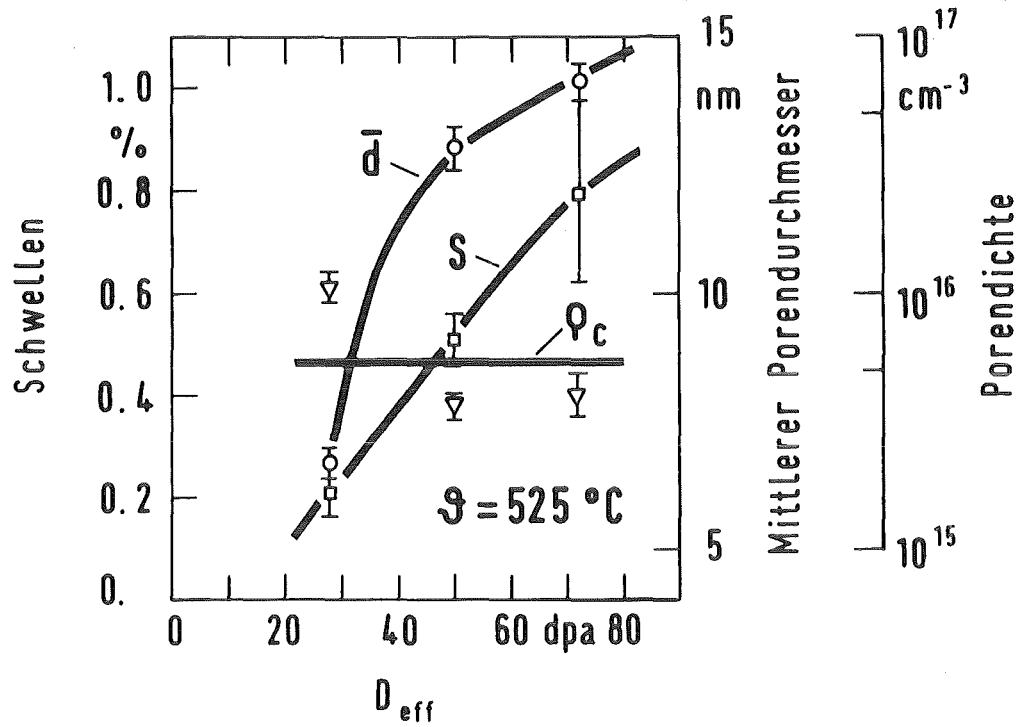


Abb. 7.13 Schwellen, Porendichte und mittlerer Porendurchmesser in Eisen als Funktion von D_{eff}

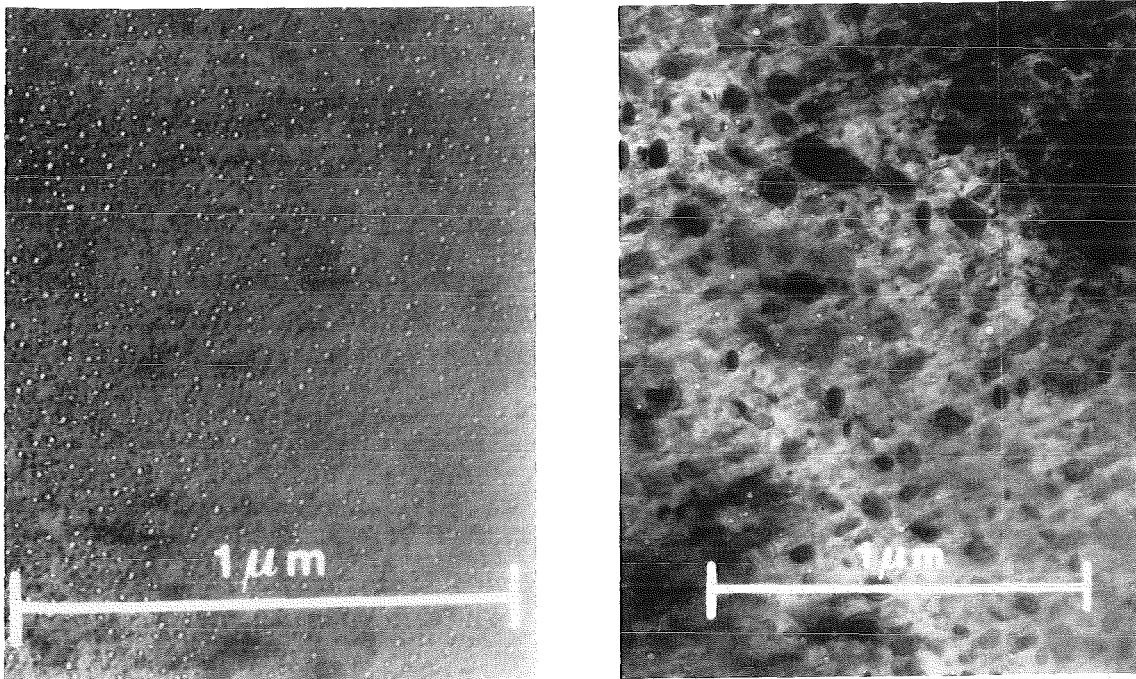


Abb. 7.14 Poren in Eisen, $T = 525^\circ\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 72$ dpa,
a. Target schwach oxidiert,
b. Target stark oxidiert

Die Bestimmung der Versetzungsdichte und der Loopstruktur wird durch die Oxidation der Targets erheblich erschwert. Ferner ist ein Kippen der Targets bei der Elektronenmikroskopie nur in einem kleinen Winkelbereich möglich (Auswandern des Bildes bei magnetischen Werkstoffen). Es ist daher nicht immer möglich die idealen Abbildungsbedingungen für Versetzungen und Loops einzustellen.

Die Versetzungsdichte kann daher nur näherungsweise bestimmt werden; $\rho_D = 1 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$. Eine eindeutige Abhängigkeit der Versetzungsdichte von der Temperatur ist nicht nachweisbar. Im Temperaturbereich zwischen 450°C und 525°C werden Loops beobachtet. Bei Temperaturen über 550°C werden keine Loops mehr beobachtet, es treten nur noch Versetzungsschleifen auf. Qualitativ nimmt die Loopdichte mit steigender Temperatur ab; der Durchmesser nimmt zu (Abb. 7.15). Abbildung 7.16 zeigt exemplarisch Loops bei 450°C. Bei einer $[\bar{1}11]$ Orientierung des im Elektronenmikroskop durchstrahlten Bereiches treten Loops in 3 Orientierungen auf (A, B, C). Der Burgersvektor der Loops ergibt sich aus der Kontrastbedingung $g \cdot b = 0$. Bei der Bestimmung des Burgersvektors wird davon ausgegangen, daß in Eisen Loops mit $b = a \langle 100 \rangle$ und $b = a/2 \langle 111 \rangle$ auftreten. Für $g = [110]$ sind der Typ A und B im Kontrast C wird ausgelöscht (Abb. 7.16b). Der Typ B und C sind für $g = [01\bar{1}]$ im Kontrast A wird ausgelöscht (Abb. 7.16c). Mit $g = [101]$ wird B ausgelöscht A und C sind im Kontrast (Abb. 7.16d). Hieraus ergibt sich der Burgersvektor der Loops vom Typ A, B und C zu $a[100]$, $a[010]$, und $a[001]$.

In Kapitel 4.3 wurde bereits darauf hingewiesen, daß bei Fremdionenbestrahlung die Zusammensetzung der Targets im Schädigungsbereich durch die Ionenimplantation verändert wird. In Reinst Eisen werden bei der Bestrahlung mit $7.05 \cdot 10^{16} \text{ Ni}^+$ -Ionen/cm⁻² ($D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$) maximal 12 at% Nickel implantiert. Die über den Bereich von 100 nm gemittelte Konzentration beträgt ca 6 at%. Messungen mit dem "EDX- System" ergaben eine Nickelkonzentration von ca. 3 - 5 at%.

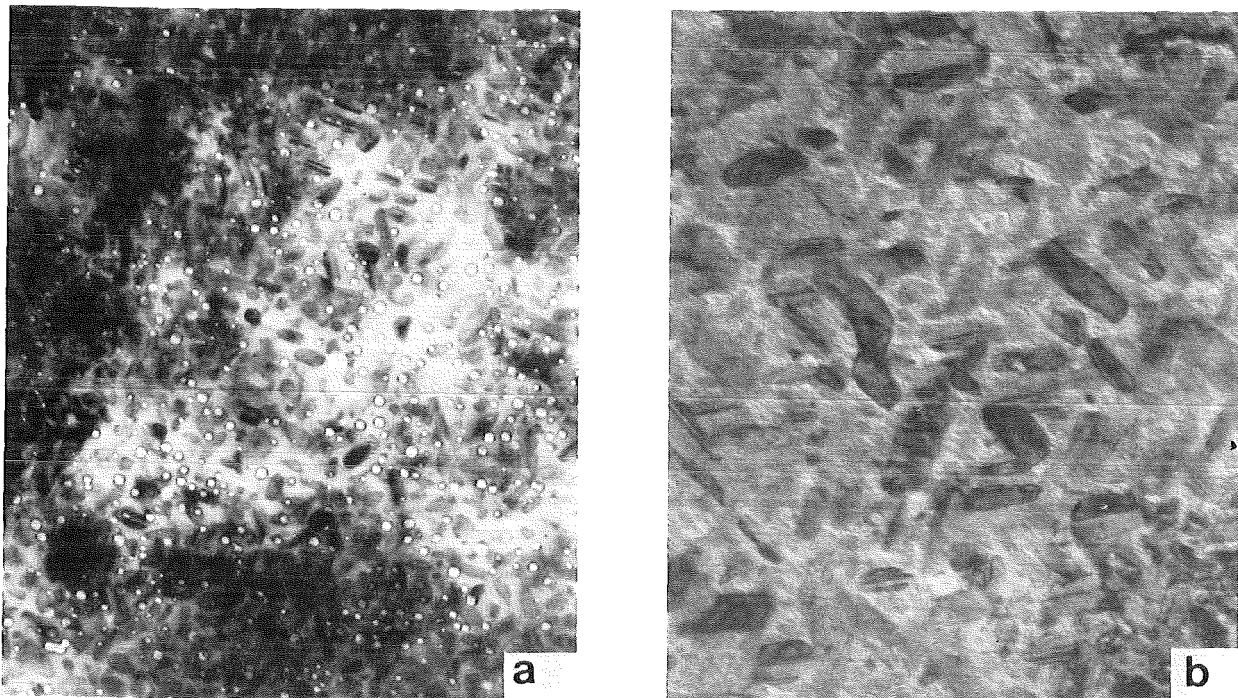


Abb. 7.15 Loops in Eisen $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$
a. $T = 450^\circ\text{C}$, b. $T = 525^\circ\text{C}$

Eine Linienprofilmessung zeigt Schwankungen der örtlichen Nickelkonzentration bis zu 100%. Das bei der Bestrahlung implantierte Nickel ist demnach nicht homogen verteilt.

Die maximale Löslichkeit von Nickel in α -Fe beträgt 6.5 at% bei 345°C . Mit steigender Temperatur nimmt die Löslichkeit ab, neben der α -Phase kommt es zu Bildung der γ -Phase. Im Temperaturbereich der Bestrahlung ($450^\circ\text{C} - 600^\circ\text{C}$) müßte daher neben der α -Phase eine γ -Phase auftreten. Bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung konnte die γ -Phase jedoch nicht nachgewiesen werden.

Ein Vergleich der Schwelldaten von Nickel und Eisen bei der Bestrahlung mit Nickel ist aufgrund der hohen Nickelkonzentration in Eisen sehr problematisch. Es wurde daher in einer zusätzlichen Versuchsreihe Eisen mit 200 keV Fe^+ -Ionen mit einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$ im Temperaturbereich von $450^\circ\text{C} - 600^\circ\text{C}$ bestrahlt. Im gesamten Temperaturbereich wurden keine Poren beobachtet. Ursache hierfür können die bereits oben erwähnten Probleme bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung von Eisen mit einem geringen Schwellen sein.

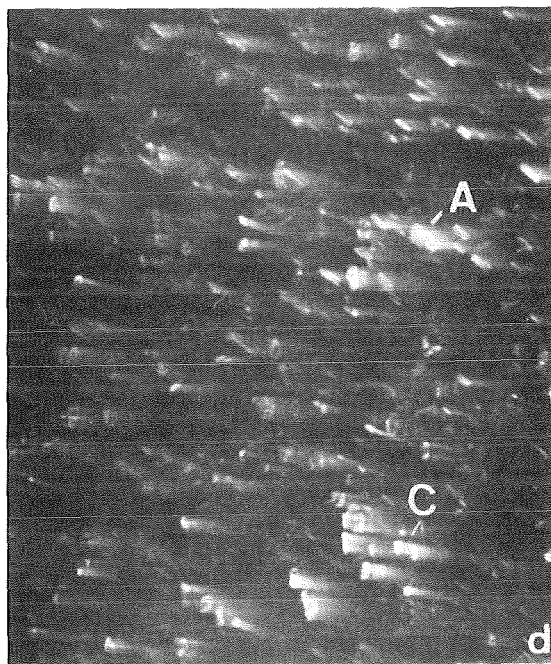
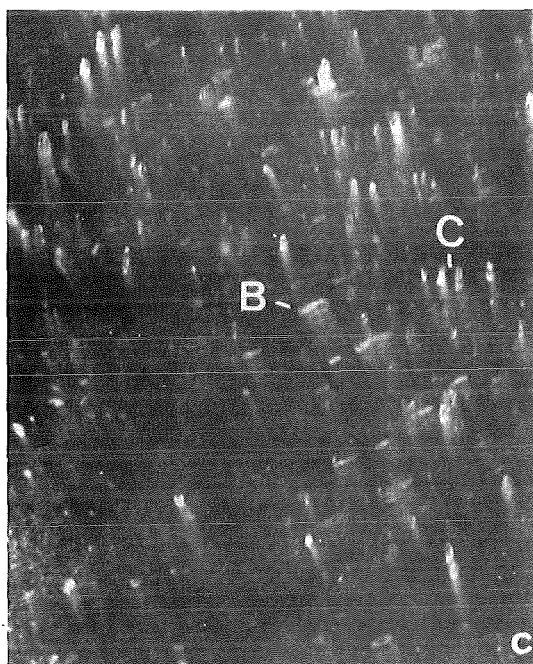
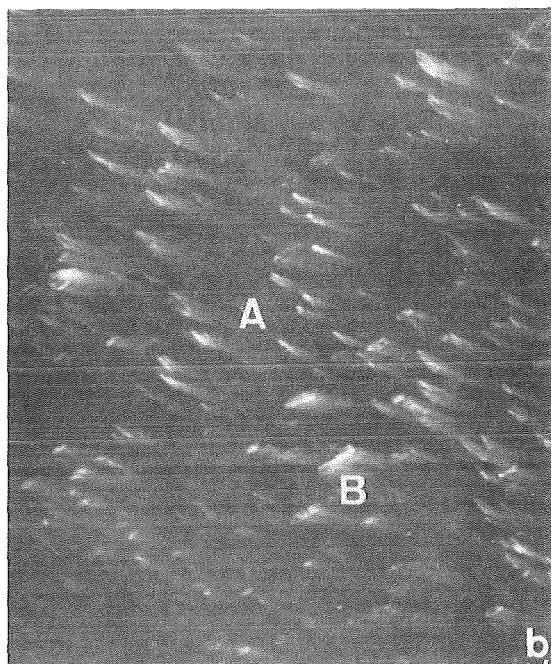
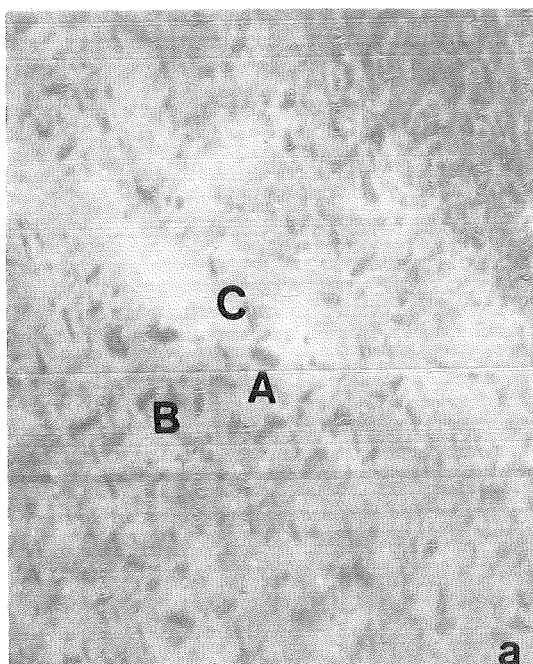


Abb. 7.16 Loops in Eisen $T = 450^{\circ}\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$
 a. Hellfeld $z = [\bar{1}11]$
 b. $g = [110]$ Typ A und B im Kontrast
 c. $g = [01\bar{1}]$ Typ B und C im Kontrast
 d. $g = [101]$ Typ A und C im Kontrast

7.3 Schwellverhalten des austenitischen Stahls DIN 1.4970

Das Schwellverhalten des austenitischen Stahls DIN 1.4970 bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen wurde im Temperaturbereich zwischen 500°C und 725°C untersucht. Die chemische Zusammensetzung des Stahls ist in Tabelle 6.2, die thermische Behandlung in Tabelle 6.1 angegeben. Der Ionenfluß bei der Bestrahlung betrug $2.94 \cdot 10^{13}$ Teilchen/ $\text{cm}^2 \text{ s}$, die Schädigungsrate $K \approx 5.2 \cdot 10^{-2}$ dpa/s (berechnet nach Glowinski (Gl-73)). Die Targets wurden mit einer Ionendosis von $7.05 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlt. Dieser Ionendosis entspricht bei Berücksichtigung des Sputterns der Oberfläche ($s = 5$) eine effektive Schädigungsdosis $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$.

Die ersten Bestrahlungsexperimente wurden mit einem 1-fach Targethalter (siehe (Le-83)) durchgeführt. Das Vakuum bei diesem Targethalter liegt im Bereich von $p \approx 6 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$. Targets die bei diesem Vakuum bestrahlt wurden hatten nach der Bestrahlung eine Oxidschicht. Eine elektronenmikroskopische Untersuchung war daher nicht mehr möglich. Um die Oxidation zu unterdrücken wurde der in Kap. 6.1 beschriebene Targethalter gebaut. Mit ihm konnte die Bestrahlung bei einem Vakuum $p < 3 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ durchgeführt werden, die Oxidation der Targets wurde unterdrückt.

In den bestrahlten Targets wurde im gesamten Temperaturbereich keine Porenbildung beobachtet. Um eventuelle Fehler bei der Bestrahlung auszuschließen wurde die Bestrahlung wiederholt. In diesen Targets wurden ebenfalls keine Poren beobachtet.

Für die weiteren Bestrahlungen wurde Helium bei Raumtemperatur vorimplantiert. Die Implantation erfolgte durch Bestrahlung der Targets mit 50 keV He^+ - Ionen. Implantiert wurden 1 appm He/dpa und 10 appm He/dpa. Bei den mit 1 appm He/dpa implantierten Targets wurde Porenschwellen beobachtet.

In den mit 10 appm He/dpa vorimplantierten Targets hingegen wurden keine Poren gefunden. Erklärt werden kann dies durch den Anstieg der Porendichte mit steigender Heliumkonzentration (siehe Kap.1.5). Da gleichzeitig der Porendurchmesser abnimmt,

sinkt ab einer bestimmten Porendichte der Porendurchmesser unter die für die Beobachtung notwendige Mindestgröße ($d \approx 2 - 3 \text{ nm}$). Bei den mit 10 appm He/dpa implantierten Targets ist dies der Fall.

Das Schwellen als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 7.17 dargestellt, die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser in Abbildung 7.18

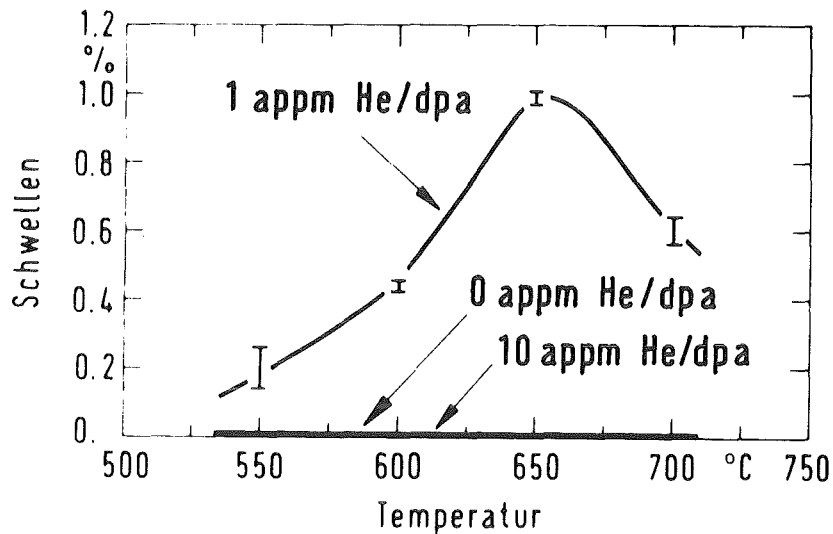


Abb. 7.17 Schwellen des austenitischen Stahls DIN 1.4970 als Funktion der Temperatur

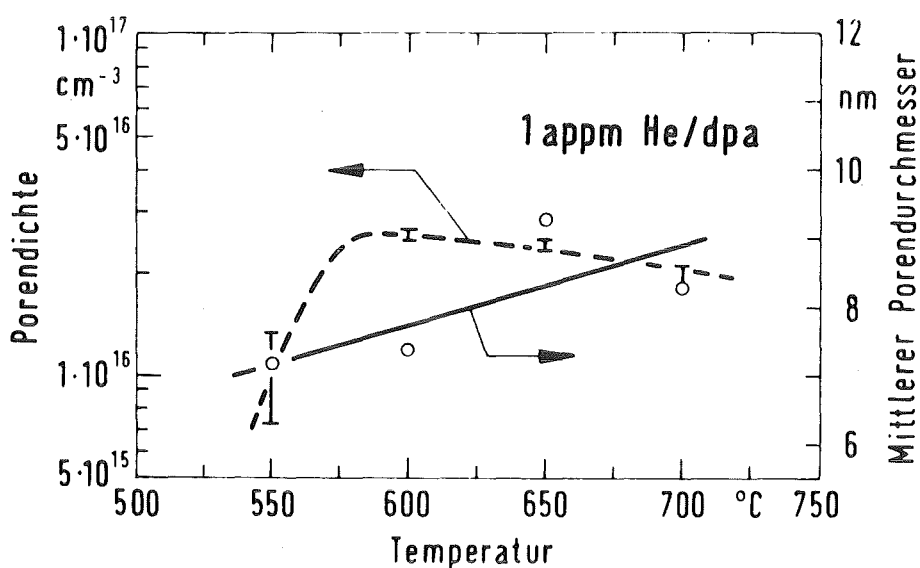


Abb. 7.18 Porendichte und mittlerer Porendurchmesser als Funktion der Temperatur

Das Schwellmaximum liegt bei ca. 650°C und beträgt 1%. Es ist deutlich geringer als bei der Bestrahlung mit 46 MeV Ni⁶⁺- Ionen (Gu-83) ($S_{\max} > 10\%$, $D = 70$ dpa, 0.25 appm He/dpa, $T_p \approx 575^\circ\text{C}$). Die Verschiebung des Schwellmaximums um ca. 75°C ist durch die höhere Schädigungsrate bei 200 keV Ni⁺- Ionen bedingt ($K(200 \text{ keV}) = 5.2 \cdot 10^{-2}$ dpa/s, $K(46 \text{ MeV}) = 1 \cdot 10^{-3}$ dpa/s, siehe Kap. 2.1). Die Porendichte ist mit $\rho_C = 2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ um eine Zehnerpotenz größer als bei der Bestrahlung mit 46 MeV Ionen. Ursache hierfür ist die größere Heliumkonzentration (10 appm He/dpa bei 200 keV, 0.25 appm He/dpa bei 46 MeV) bei der 200 keV Bestrahlung (siehe Kap. 1.5). Die größere Porendichte führt zu einem kleineren mittleren Porendurchmesser ($d = 8 \text{ nm}$ gegenüber $d = 50 \text{ nm}$). Da der Porendurchmesser mit der dritten Potenz in das Schwellen eingeht, wird das Schwellen insgesamt kleiner.

Inwieweit Oberflächeneffekte zum geringeren Schwellen bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni⁺- Ionen beitragen kann nicht abgeschätzt werden.

Aufgrund der starken Ortsabhängigkeit der pro dpa implantierten Ionen bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni⁺- Ionen (siehe Kap. 4.3) sind Vergleiche bezüglich dieser Größe mit der 46 MeV Ni⁶⁺- Ionen Bestrahlung nicht möglich.

Insgesamt ist das Schwellverhalten des Stahls bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni⁺- Ionen nicht einheitlich. Obwohl alle bestrahlten Targets aus einer Materialcharge hergestellt wurden, zeigten Targets die mit den gleichen Bedingungen bestrahlt wurden Schwellen bzw. kein Schwellen. Porendichte und mittlerer Porendurchmesser schwanken stark, ein Beispiel hierfür zeigt Abbildung 7.19.

Die Versetzungsstruktur zeigt Abbildung 7.20. Ähnlich wie bei Nickel sind die Versetzungen bei tiefen Temperaturen ($T < T_p$) orientiert. Die Versetzungsdichte im gesamten Temperaturbereich beträgt $\rho_D = 3 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$. Eine Abhängigkeit der Versetzungsdichte von der Temperatur konnte nicht festgestellt werden.

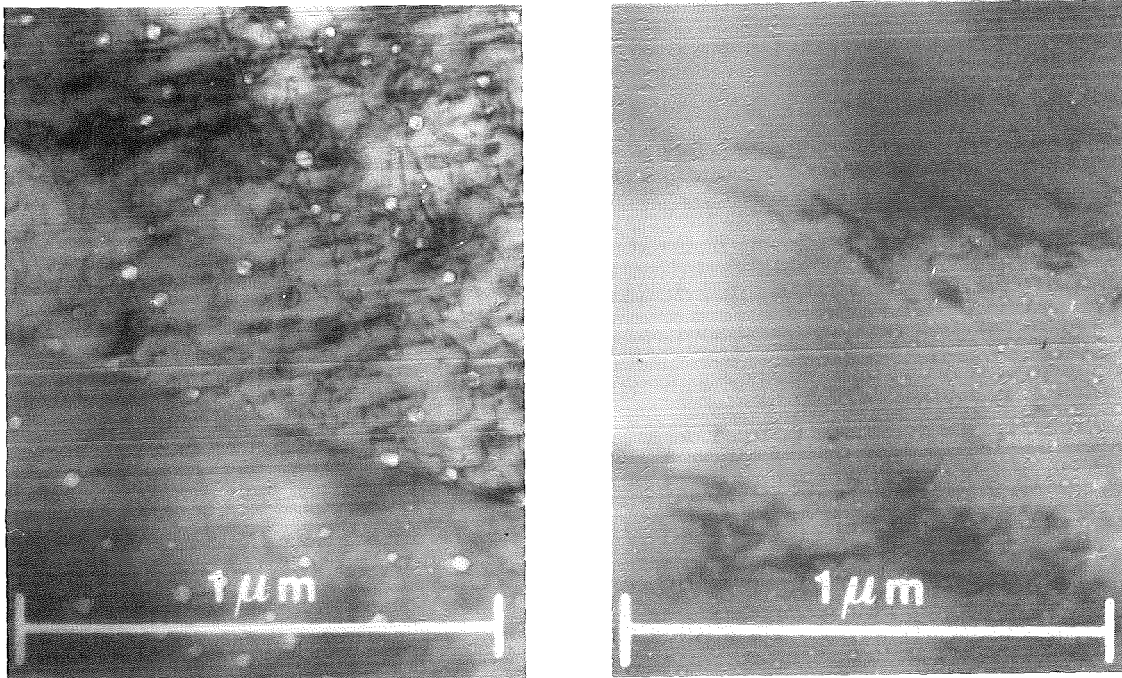


Abb. 7.19 Poren in zwei Targets, Werkstoff: DIN 1.4970 (gleiche Charge), gleiche thermische Behandlung (Tabelle 6.2), 1 appm He/dpa bei Raumtemperatur vorimplantiert, bestrahlt mit 200 keV Ni^{+} -Ionen, $T = 625^{\circ}\text{C}$, $D_{\text{eff}} = 72$ dpa

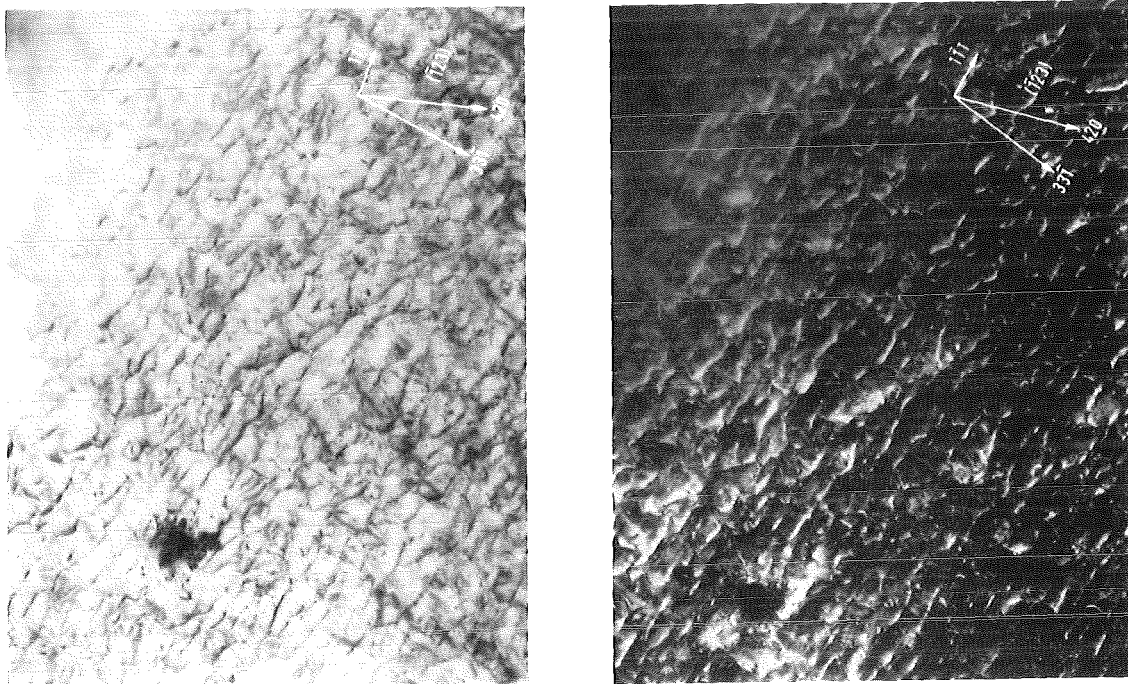


Abb. 7.20 Versetzungen im Stahl DIN 1.4970, $T = 675^{\circ}\text{C}$, 1 appm He/dpa, $D_{\text{eff}} = 72$ dpa,
a. Hellfelddaufnahme, b. Dunkelfelddaufnahme

7.4 Schwellverhalten des ferritisch- martensitischen Stahls DIN 1.4914

Um das Schwellverhalten des ferritisch- martensitischen Stahls DIN 1.4914 (chemische Zusammensetzung und Wärmebehandlung siehe Tabelle 5.2 und 5.3) mit dem austenitischen Stahl DIN 1.4970 vergleichen zu können, wurde er mit den gleichen Bedingungen bestrahlt (1 appm He/dpa und 10 appm He/dpa vorimplantiert, 200 keV Ni^+ - Ionen, $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$, $450^\circ\text{C} < T < 600^\circ\text{C}$).

Das Schwellen, die Porendichte und der mittlere Porendurchmesser als Funktion der Bestrahlungstemperatur sind in Abb. 7.21 dargestellt. Das Schwellmaximum bei $500^\circ\text{C} - 525^\circ\text{C}$ liegt um ca. 150°C tiefer als beim Stahl DIN 1.4970 ($T_{S_{\text{max}}} \approx 650^\circ\text{C}$). Das maximale Schwellen der beiden Stähle ist im Rahmen der Meßgenauigkeit gleich. Aus der Abbildung 7.21 ist ersichtlich, daß mit steigender Heliumkonzentration das Schwellen abnimmt. Dies ist im wesentlichen auf die Abnahme des mittleren Porendurchmessers mit steigender Heliumkonzentration zurückzuführen. Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Porendichte und Heliumkonzentration ist aus der Abbildung 7.21 nicht erkennbar. Bei der Porendichte muß jedoch berücksichtigt werden, daß wegen der Abbildungsschwierigkeiten in magnetischen Proben Poren mit einem Durchmesser kleiner 4 nm nicht immer erkannt werden. Die Porendichte wird hierdurch stark unterschätzt.

Das geringe Schwellen des Stahls DIN 1.4914 ist konsistent mit dem Schwellverhalten des in seiner chemischen Zusammensetzung vergleichbaren Stahls FV 448. Little und Stow (Li-79) beobachten beim Stahl FV 448 im Temperaturbereich von $380^\circ\text{C} - 615^\circ\text{C}$ bei Neutronenbestrahlung ($D = 30 \text{ dpa}$) ein Schwellen unter 0.2%.

Abbildung 7.22 zeigt Poren und Loops bei 450°C und 500°C . Die Loopkonzentration nimmt mit steigender Temperatur ab. gleichzeitig nimmt der Loopdurchmesser zu. Der Burgersvektor der Loops wurde nach dem gleichen Verfahren wie bei Eisen bestimmt. Die beobachteten Loops sind vom Typ $b = a \langle 100 \rangle$ und liegen in der $\{100\}$ Ebene.

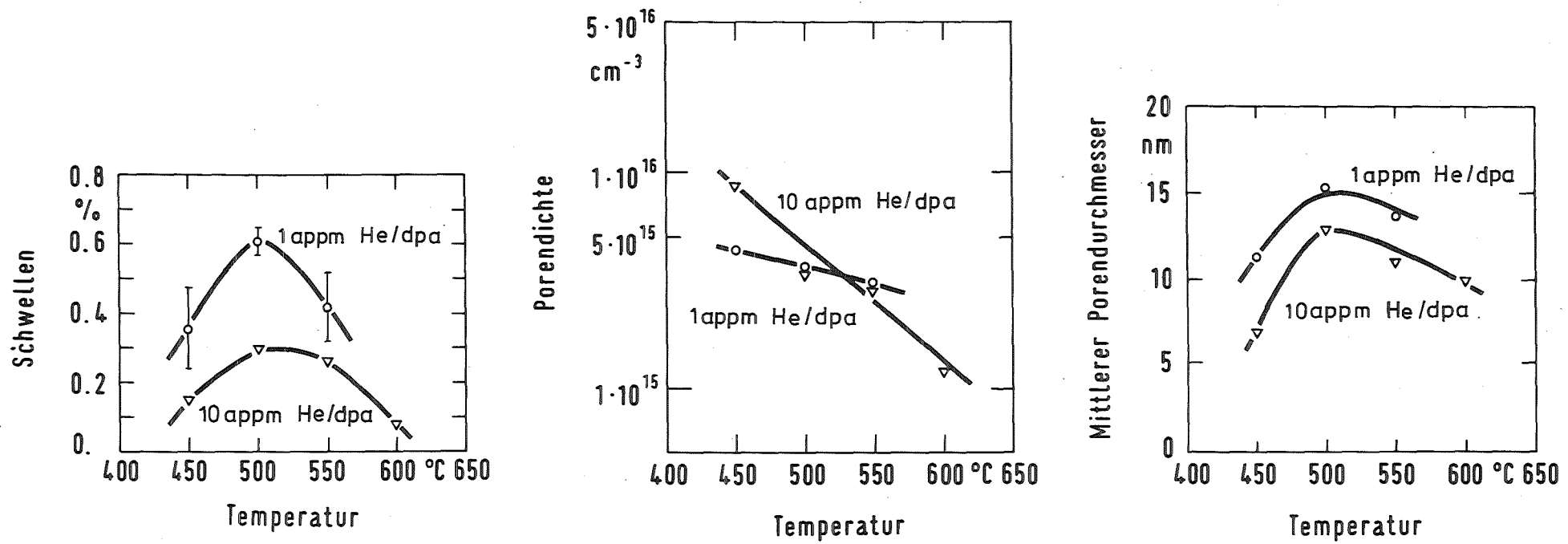


Abb. 7.21 Schwellen, Porendichte und mittlerer Porendurchmesser im ferritisch- martensitischen Stahl DIN 1.4914 als Funktion der Temperatur

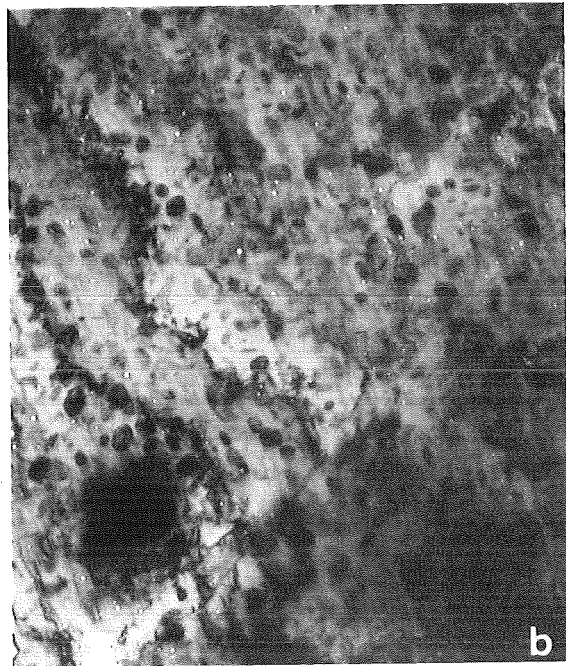
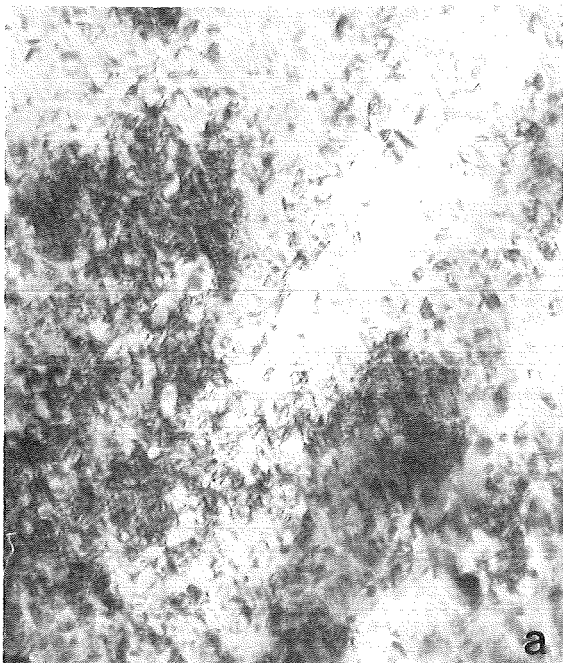


Abb. 7.22 Loops und Poren im Stahl DIN 1.4914, $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$
a. $\vartheta = 450^\circ\text{C}$, b. $\vartheta = 500^\circ\text{C}$



Abb. 7.23
Gefüge des Stahls DIN 1.4914
vor der Bestrahlung

Ebene. Loops vom Typ $b = a/2 \langle 111 \rangle$ konnten bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung nicht nachgewiesen werden. Die beobachtete Loopstruktur ist konsistent mit der von Gelles (Ge-82) bei Neutronenbestrahlung in Fe-3Cr beobachteten. In Fe-Cr Legierungen mit einem Cr- Gehalt über 6% hingegen beobachtet Gelles Loops vom Typ $b = a \langle 100 \rangle$ und $b = a/2 \langle 111 \rangle$. Ursache für das Fehlen der Loops mit $b = a/2 \langle 111 \rangle$ im Stahl DIN 1.4914 kann die durch die Ionenimplantation und Segregation bedingte Veränderung in der chemischen Zusammensetzung sein.

Durch die Bestrahlung wird die Plattenstruktur (Abb. 7.23) martensitischen Gefüges zum Teil aufgelöst. Porenbildung wird verstärkt in den Bereichen beobachtet in denen die Platten stark aufgeweitet sind. In Bereichen in denen die Plattenstruktur noch erhalten ist, wird Porenbildung im wesentlichen in der Plattenmitte beobachtet.

Das geringe Schwellen kann daher auch durch einen Korngrößeneffekt (Ay-83) (siehe Kap. 2.5) erklärt werden.

8. Auswertung und Diskussion

Die in Kap. 7 dargestellten Meßergebnisse werden im folgenden Kapitel diskutiert. Es wird untersucht, ob aus dem Schwellverhalten der Werkstoffe Rückschlüsse auf Parameter möglich sind, die das Schwellen der Ferrite und Austenite bestimmen. Aus dem Schwellen von Eisen und Nickel wird mit der in Kap. 2.3 abgeleiteten Beziehung der Biasfaktor von Versetzungen in den beiden Werkstoffen berechnet. Eine Gegenüberstellung der Loop- und Versetzungsstruktur in den Werkstoffen schließt sich an.

Aussagen über den Einfluß von Trappingeffekten auf das Schwellen der Stähle, wie sie in Kap. 3.1 beschrieben wurden sind aus den vorliegenden Messungen nicht möglich. Bei einer Schädigungsrate von $K \approx 10^{-2}$ dpa/s haben Trappingeffekte keinen entscheidenden Einfluß auf das Schwellen (siehe Kap. 3.1).

In Mehrstofflegierungen überlagern sich die Trappingeffekte der einzelnen Legierungskomponenten. Die Effektivität der einzelnen Elemente hängt von der Bindungsenergie $E_b^{v,i}$ und ihrer Konzentration (in der Matrix gelöster Anteil) ab. Da ferner in Legierungen die Trappingeffekte durch andere legierungsspezifische Effekte (siehe Kap. 3.) überlagert werden, ist die Untersuchung des Trappingeffektes einzelner Legierungselemente in Mehrstofflegierungen schwierig durchzuführen.

Der Einfluß von Trappingeffekten auf das unterschiedliche Schwellen der Ferrite und Austenite sollte daher an binären Legierungen mit ferritischer bzw. austenitischer Struktur (z.B. Ni-C, Ni-Cr, Ni-Si als Modellwerkstoffe mit austenitischer und Fe-C, Fe-Cr, Fe-Si als Modellwerkstoff mit ferritischer Struktur) untersucht werden. Da wie oben aufgeführt wurde, der Einfluß des Trappings auf das Schwellen mit steigender Schädigungsrate abnimmt, müssen die Experimente mit Schädigungsraten $K < 1 \cdot 10^{-3}$ durchgeführt werden. Solche Experimente sind mit niederenergetischen Ionen möglich, es muß jedoch gegenüber den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten eine zehnfach längere Strahlzeit in Kauf genommen werden.

Um den Einfluß der Segregation auf das Schwellen zu untersuchen, muß die Konzentration der Legierungselemente in der Umgebung der Senken für Punktdefekte gemessen werden. Die Segregation an Senken wird bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen durch die Segregation an der Oberfläche überlagert. Eine Separation der beiden Effekte ist nicht möglich.

Durch Segregation wird die Zusammensetzung der Legierungen bei der 200 keV Ni^+ - Ionen Bestrahlung im Schädigungsbereich verändert (siehe Kap. 4.4). Bei der Bestrahlung mit MeV- Ionen werden ihre Zusammensetzungen im Bereich der maximalen Schädigung (3 - 4 μm Tiefe) durch die Segregation in der oberflächen nahen Schicht (≈ 100 nm) nicht beeinflusst. Die unterschiedliche Segregation im jeweiligen Schädigungsbereich muß bei einem Vergleich der Ergebnisse von 200 keV- und MeV- Bestrahlungen berücksichtigt werden.

Eine Messung der Konzentration der wichtigsten Legierungselemente des Stahls DIN 1.4970 und DIN 1.4914 im elektronenmikroskopisch durchstrahlbaren Bereich der Targets (≈ 100 nm Segregationsbereich) ergab keine gravierende Abweichung von der Konzentration des Matrixmaterials. Die mit dem "EDX-System" gemessene Konzentration ist jedoch über die Foliendicke gemittelt. Aussagen über das Segregationsverhalten der bestrahlten Legierungen sind daher nicht möglich.

Um Ionen- mit Neutronenbestrahlungen vergleichen zu können, wird das bei der Neutronenbestrahlung durch (n, α) - Prozesse entstehende Helium bei Ionenbestrahlungen vorimplantiert. Theoretische Überlegungen zeigten, daß ein nahe der Oberfläche (< 100 nm) implantiertes Heliumprofil beim Aufheizen des Targets auf die Bestrahlungstemperatur durch Diffusion zerläuft. Die He- Konzentration sinkt hierdurch unter einen Wert, bei dem kein Einfluß mehr auf das Schwellen zu erwarten ist (siehe Kap. 6.4). An Nickel konnte experimentell gezeigt werden, daß ein nahe der Oberfläche implantiertes Heliumprofil nicht zerläuft. Die Heliumatome werden an Versetzungen, die bei der Heliumimplantation erzeugt werden, getrappt, und damit an der Diffusion gehindert. Wegen der starken Ortsabhängigkeit der Heliumkonzentration im Schädigungsbereich sind jedoch nur qualitative Aussagen über den Einfluß des Heliums auf das Schwellen möglich.

Die versuchsweise Bestrahlung von Nickel mit 400 keV Ni^{++} - Ionen zeigt keine gravierenden Vorteile gegenüber einer Bestrahlung mit 200 keV Ni^{+} - Ionen. Die maximale effektive Dosis bei 400 Ni^{++} - Ionen ist aufgrund der gegenüber 200 keV Ni^{+} - Ionen ca. doppelt so breiten geschädigten Schicht um den Faktor zwei größer (siehe Kap. 4.4). Dies ist jedoch nur ein Vorteil bei Experimenten zur Dosisabhängigkeit des Schwellens.

Der Einfluß der Oberfläche auf die Punktdefektkonzentration ist bei 400 keV Ni^{++} - Ionen zwar geringer (siehe Kap. 7.1), kann jedoch nicht vernachlässigt werden. Es ergeben sich daher beim Vergleich der Ergebnisse mit denen von MeV- Ionenbestrahlungen die gleichen Schwierigkeiten wie bei 200 keV Ni^{+} - Ionen.

Da der durch die Segregation in seiner Zusammensetzung veränderte Bereich ca. 100 nm breit ist, bringt eine 400 keV Ni^{++} - Ionenbestrahlung bezüglich der Segregation gegenüber 200 keV Ni^{+} - Ionen keinen Vorteil.

8.1 Schwellen

Das Schwellen der in den Experimenten untersuchten Materialien ist als Funktion der Temperatur in Abbildung 8.1 dargestellt. Aus der Abbildung ist zu ersehen, daß im Rahmen der Meßgenauigkeit das maximale Schwellen von Eisen und den beiden Stählen DIN 1.4970 und DIN 1.4914 gleich ist. Nickel zeigt trotz der Bestrahlung mit einer geringeren Dosis (ca. 1/3) ein um den Faktor vier stärkeres Schwellen. Der Unterschied im maximalen Schwellen von Nickel und Eisen kann durch den kleineren Biasfaktor der Versetzungen in Eisen gegenüber Nickel erklärt werden (siehe Kap. 8.2). Das Schwellen der beiden Stähle ist gleich, obwohl erwartet wurde, daß der austenitische Stahl DIN 1.4970 stärker schwillt als der ferritisch-martensitische Stahl DIN 1.4914. Bei der Bestrahlung mit 46 MeV Ni^{6+} - Ionen (Gu-83) beträgt das Schwellen des Stahls DIN 1.4970 max. 10%. Das Schwellen des Stahls DIN 1.4914 bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^{+} - Ionen hat die gleiche Größenordnung wie das Schwellen des in seiner chemischen Zusammensetzung ähnlichen Stahls FV 448 bei Neutronenbestrahlung (Li-79).

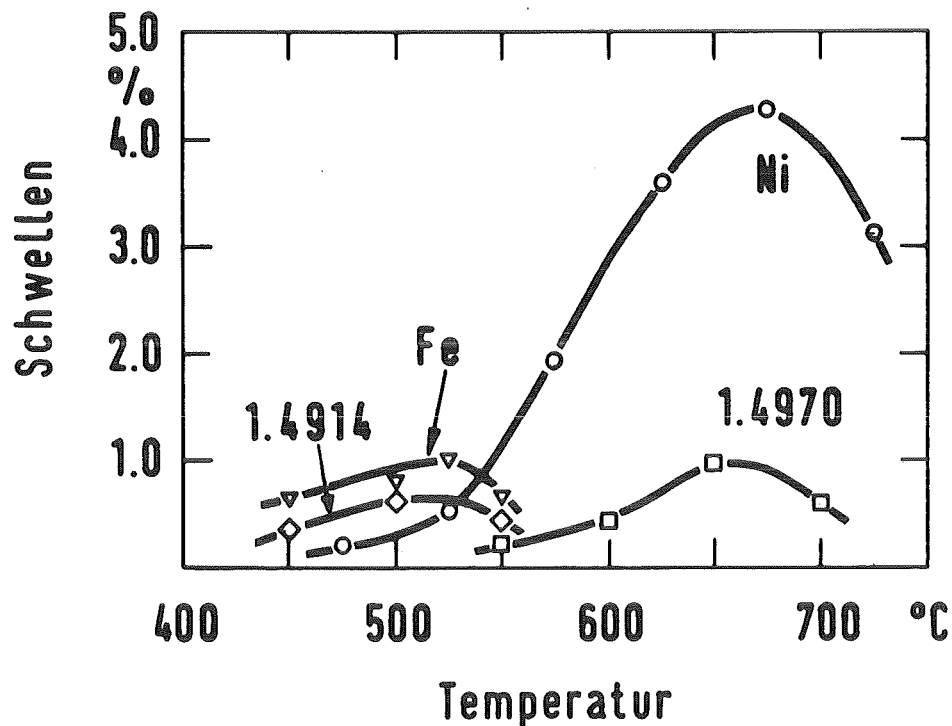


Abb. 8.1 Schwellen als Funktion der Temperatur von Nickel ($D_{\text{eff}} = 22 \text{ dpa}$), Eisen ($D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$) und den Stählen DIN 1.4970 und 1.4914 (10 appm He/dpa vorimplantiert bei RT, $D_{\text{eff}} = 72 \text{ dpa}$)

Das relativ geringe Schwellen des Stahls DIN 1.4970 bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ -Ionen kann nur durch bestrahlungsspezifische Effekte erklärt werden (Änderung in der Zusammensetzung durch Segregation, Oberflächeneffekte, Ionenimplantation, siehe Kap. 4.). Die bestrahlungsspezifischen Effekte treten jedoch auch beim Stahl DIN 1.4914 auf. Bevor Rückschlüsse auf das Schwellverhalten komplexer Legierungen bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ -Ionen gezogen werden können, muß an mindestens einem weiteren Werkstoffpaar (Ferrit und Austenit) das Schwellen bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ -Ionen untersucht werden.

Der Temperaturverlauf der Schwellkurven von Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 sowie von Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 zeigen eine gute Übereinstimmung. In Kap. 2.1 wird gezeigt, daß die Schwellkurven mit abnehmender Aktivierungsenergie Q für die Leerstellendiffusion zu niedrigeren Temperaturen verschoben werden. Die Verschiebung der Schwellkurven von Eisen

und dem Stahl DIN 1.4914 gegenüber Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 zu einer tieferen Temperatur kann qualitativ durch das kleinere Q von α -Eisen gegenüber γ -Eisen und Nickel erklärt werden ($Q(\alpha\text{-Fe}) = 2.6\text{eV}$, (Sm-78), $Q(\gamma\text{-Fe}) = 2.9\text{eV}$, (Li-79), $Q(\text{Ni}) = 2.77\text{eV}$, (Se-69)).

Das gute Übereinstimmen des Temperaturverlaufs der Schwellkurven von Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 einerseits sowie von Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 andererseits ist eine Bestätigung für die Auswahl von Eisen als Modellwerkstoff für die Ferrite und Nickel für die Austenite.

Aus dem kleineren Q von Eisen gegenüber Nickel kann wie in Kap. 2.3 gezeigt wurde kein eindeutiger Rückschluß auf das Schwellverhalten der beiden Werkstoffe gezogen werden. Nach dem im gleichen Kapitel abgeleiteten Zusammenhang zwischen Porendichte und Q müßte die Porendichte in Nickel größer als in Eisen sein. Mit der ermittelten Porendichte in Eisen und Nickel Abb. 7.12 und 7.3 kann dieser Zusammenhang zwischen der Porendichte und Q nicht bestätigt werden. Es muß jedoch berücksichtigt werden, daß Eisen mit Nickelionen bestrahlt wurde. Die im Eisen implantierten Nickelionen sind zusätzliche Keime für die Porenbildung. Die Nukleationsrate und damit die Porendichte wird hierdurch in Eisen erhöht. Unter dem gleichen Gesichtspunkt muß der aus der Porendichte berechnete Wert für die Bildungsenthalpie von Poren in Eisen ($\Delta G = 0.87\text{ eV}$) und in Nickel ($\Delta G = 0.7\text{ eV}$) gesehen werden. Die Größenordnung von ΔG beider Materialien stimmt mit der von Eyre (Ey-75) für den Stahl S.T. 316 angegebenen Enthalpie $\Delta G = 1.0 - 1.1\text{ eV}$ überein. Die aus Meßdaten von Delaplace (De-73) berechnete Enthalpie für die Porenbildung in Nickel ($\Delta G = 1.7\text{ eV}$) weicht dagegen stark von dem in dieser Arbeit ermittelten Wert ab.

8.2 Biasfaktor

Das kleine Relaxationsvolumen von Eigenzwischengitteratomen in krz gegenüber kfz Gittern führt nach Sniegowski (Sn-83) zu einem kleineren Biasfaktor der Versetzungen in den krz (ferritische Stähle) gegenüber den kfz Werkstoffen (austenitische Stähle). Da das Schwellen mit dem Biasfaktor abnimmt, kann das geringe Schwellen der Ferrite durch den kleinen Biasfaktor erklärt werden. Der Einfluß des Biasfaktors auf das Schwellen wurde in Kapitel 2.3 gezeigt. Ferner wurde eine Beziehung für die Berechnung des Biasfaktors aus den bei Bestrahlungsexperimenten meßbaren Größen Porendichte ρ_C , mittlerer Porendurchmesser \bar{d} , Schwellrate \dot{S} und Versetzungsdichte ρ_D abgeleitet (Gl. (2.16)).

Für Eisen (krz) und Nickel (kfz) wurde das Schwellen, die Porendichte, der mittlere Porendurchmesser und die Versetzungsdichte als Funktion der Dosis bei der Temperatur des maximalen Schwellens ermittelt (Abb. 7.4 und 7.13). Aus den experimentell ermittelten Daten wurde mit Gl. (2.16) der Biasfaktor für Eisen und Nickel berechnet.

Die für die Rechnung verwendeten Diffusionsdaten wurden der Tabelle 3.1 entnommen. Der Rekombinationsradius für Leerstellen und Zwischengitteratome wurde für Eisen und Nickel mit $r = 3 \cdot 10^{-8}$ cm angenommen. Für den Biasfaktor von Versetzungen in Eisen erhält man $B(\text{Fe}) = 0.01$ und für Nickel $B(\text{Ni}) = 0.18$.

Berechnet man den Biasfaktor mit der von Makin (Ma-82) angegebenen Näherung (Gl. (2.17), die Näherung vernachlässigt die Rekombination), so erhält man für $B(\text{Fe}) = 7 \cdot 10^{-4}$ und für $B(\text{Ni}) = 7 \cdot 10^{-3}$. Wie bereits in Kap. 2.4 gezeigt wurde, kann die Rekombination in der Regel jedoch nicht vernachlässigt werden, da ihr Einfluß auf das Schwellen von der Gesamtsenkenstärke abhängig ist.

Bei der Ableitung der Beziehung für den Biasfaktor (Gl. (2.16)) wurde von einem unendlich ausgedehnten Körper ausgegangen. Der Einfluß der Oberfläche auf die Defektkonzentration wurde nicht berücksichtigt. Durch die Diffusion der Punktdefekte zur Oberfläche wird die Konzentration der Punktdefekte jedoch gegenüber dem unendlich ausgedehnten Körper abgesenkt (Abb. 4.3). Eine allgemeine Lösung der Ratengleichungen (Gl. (1.10) und (1.11) für die Defektkonzentration $c_{v,i}(x)$ im stationären Zustand kann bei Berücksichtigung der Rekombination nicht angegeben werden. Der Einfluß der Diffusionsverluste (Oberfläche) auf $c_{v,i}(x)$ wird daher durch einen Parameter $\beta = c_v(x)/c_v^\infty$ beschrieben. Hierbei ist $c_v(x)$ die örtliche Leerstellenkonzentration (bei einem kastenförmigen Schädigungsprofil) unter Berücksichtigung der Diffusion von Punktdefekten zur Targetoberfläche und in das Material, c_v die Leerstellenkonzentration in einem unendlich ausgedehnten Körper bei homogener Schädigung. c_v wird mit Gl. (1.17) berechnet, der Faktor β muß abgeschätzt werden. Aus der Abbildung 4.3 ist ersichtlich, daß im Schädigungsbereich bei Eisen und Nickel mit einem mittleren $\beta = 0.7$ gerechnet werden kann. Berücksichtigt man bei der Berechnung des Biasfaktors ein mittleres $\beta = 0.7$, so erhält man für $B(\text{Fe}) \approx 2 \cdot 10^{-2}$ und für $B(\text{Ni}) \approx 3 \cdot 10^{-1}$.

Von den für die Berechnung des Biasfaktors experimentell bestimmten Größen S , ρ_C , \bar{d} , und ρ_D ist die Versetzungsdichte am ungenauesten bestimmt. Die Versetzungsdichte von Eisen und Nickel im Schwellmaximum beträgt $1 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$. Es muß davon ausgegangen werden, daß die Versetzungsdichte um den Faktor 2 - 5 ungenau bestimmt ist. Um abzuschätzen wie sich dieser Fehler bei der Berechnung des Biasfaktors auswirkt, wurde die Versetzungsdichte für die Rechnung zwischen $5 \cdot 10^9$ und $1 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ variiert. Wie aus der Abbildung 8.2 zu erkennen ist, führt die Unsicherheit in der Versetzungsdichte bei der Berechnung des Biasfaktors zu einer maximalen Abweichung um den Faktor 10. Wesentlich hierbei ist jedoch, daß sich die aus der Unsicherheit in der Versetzungsdichte ergebenden Bandbreiten des Biasfaktors für Nickel und Eisen nicht überschneiden.

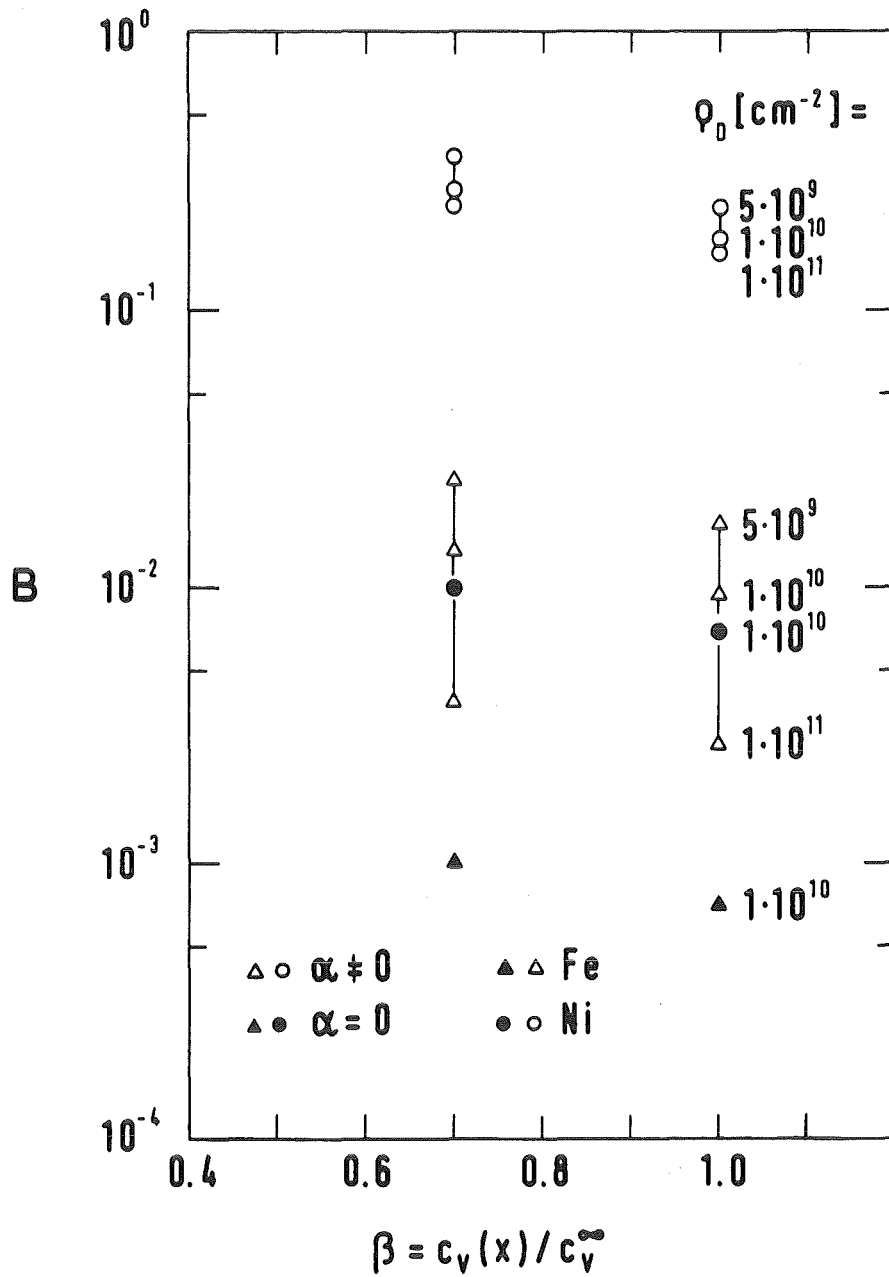


Abb. 8.2 Biasfaktor für Eisen und Nickel als Funktion von $\beta = c_v(x)/c_v^\infty$ berechnet mit Glg. (2.16) für $\alpha \neq 0$ und Glg. (2.17) für $\alpha = 0$,
 Fe: $\vartheta = 525^\circ\text{C}$, $\alpha = 2.04 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$, $K = 5.2 \cdot 10^{-2} \text{ dpa/s}$,
 $\dot{S} = 5.5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, $r_C = 33 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$, $\varphi_C = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$,
 Ni: $\vartheta = 675^\circ\text{C}$, $\alpha = 7.15 \cdot 10^{14} \text{ s}^{-1}$, $K = 2.5 \cdot 10^{-2} \text{ dpa/s}$,
 $\dot{S} = 3.45 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $r_C = 1.5 \cdot 10^{-6} \text{ cm}$, $\varphi_C = 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$
 Diffusionsdaten siehe Tabelle 3.1

Da der Einfluß der Oberfläche auf die Defektkonzentration nur abgeschätzt werden kann, ist eine absolute Bestimmung des Biasfaktors nicht möglich. Die ermittelten Biasfaktoren für Eisen und Nickel können daher nur im Verhältnis zueinander betrachtet werden. Aus der Abbildung 8.4 ist ersichtlich, daß der Biasfaktor von Eisen ca. eine Zehnerpotenz kleiner ist als der von Nickel. Wie aus der Abbildung ferner zu ersehen ist, wird das Verhältnis $B(\text{Ni})/B(\text{Fe})$ durch die Unsicherheit in der Versetzungsdichte nicht wesentlich beeinflusst. Das ermittelte Verhältnis der Biasfaktoren $B(\text{Ni})/B(\text{Fe}) \approx 10$ zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem von Sniegowski (Sn-83) angegebenen Verhältnis der Biasfaktoren k_{fz} zu k_{rz} Werkstoffe von 4 - 8.

Das maximale Schwellen von Eisen bei einer Dosis von 72 dpa beträgt 1%, das von Nickel 4% bei 22 dpa. Geht man bei Nickel von einem linearen Zusammenhang zwischen Dosis und Schwellen aus, so ist das Verhältnis der Schwellmaxima von Nickel zu Eisen $S(\text{Ni})/S(\text{Fe}) \approx 13$. Bei einer in erster Näherung linearen Abhängigkeit des Schwellens vom Biasfaktor (siehe Kap. 2.3) ergibt sich somit eine gute Übereinstimmung mit dem oben bestimmten Verhältnis $B(\text{Ni})/B(\text{Fe}) \approx 10$.

8.3 Versetzungs und Loopstruktur

Das von Little (Li-80) zur Erklärung des niedrigen Schwellens der Ferrite diskutierte Loopmodell (siehe Kap. 5.2) setzt Loops mit einem Biasfaktor größer Null und neutrale Loops ($\text{Bias} \approx 0$) voraus. Um zu untersuchen, inwieweit das unterschiedliche Schwellen der Ferrite und Austenite durch das Loopmodell erklärt werden kann, werden die Versetzungs- und Loopstruktur in den bestrahlten Materialien miteinander verglichen.

Abbildung 8.3 zeigt die bestrahlungsinduzierte Versetzungs- und Loopstruktur in Eisen (krz) dem Stahl DIN 1.4914 (krz), Nickel (kfz) und dem Stahl DIN 1.4970 (kfz). Aus der Abbildung geht hervor, daß die Loop- und Versetzungsstruktur in den Werkstoffen mit gleicher Gitterstruktur ähnlich ist. In den Werkstoffen mit krz Gitterstruktur treten Interstitial-Loops mit einem Burgersvektor $b = a\langle 100 \rangle$ auf, die in der $\{100\}$ Ebene liegen. Qualitativ nimmt die Loopdichte mit steigender Temperatur ab gleichzeitig nimmt der Loopdurchmesser zu. Für Temperaturen über 550°C werden in Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 keine Loops mehr beobachtet. In den Werkstoffen mit kfz Gitterstruktur hingegen werden bei Temperaturen kleiner der Temperatur des maximalen Schwellens geordnete Versetzungen beobachtet. Bei hohen Temperaturen treten Versetzungen nur in Verbindung mit Poren auf.

Die in Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 beobachteten Loops mit $b = a\langle 100 \rangle$ sind konsistent mit den Ergebnissen der Neutronenbestrahlung von Eisen (Ro-82, Ho-82) der binären Legierung Fe-3Cr (Ge-82) und dem ferritischen Stahl FV 448 (Li-80). Gelles (Ge-82) beobachtet jedoch in binären Fe-Cr Legierungen mit einem Cr-Gehalt über 6% neben den Loops mit $b = a\langle 100 \rangle$ Loops mit $b = a/2\langle 111 \rangle$. Das Fehlen der Loops mit $b = a\langle 111 \rangle$ im Stahl DIN 1.4914 (Cr-Gehalt 10.45%) muß wie bereits in Kap. 7.4 aufgeführt durch die Veränderung in der chemischen Zusammensetzung durch Segregation bedingt sein.

Für die in Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 beobachtete Ausrichtung und Ausfreihung der Versetzungen kann keine plausible Erklärung gegeben werden.

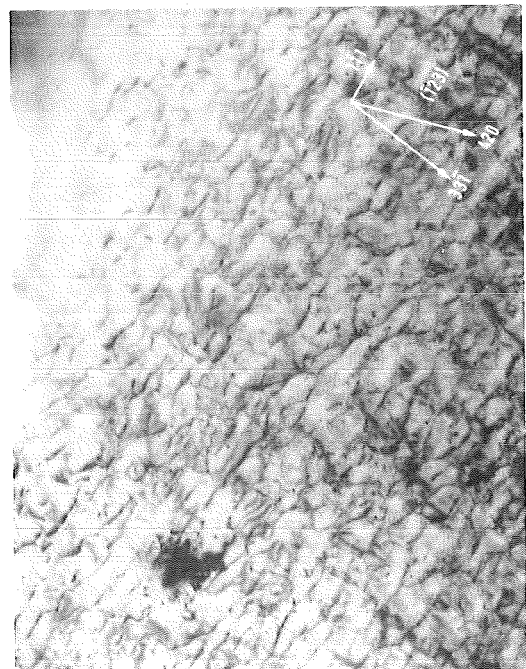
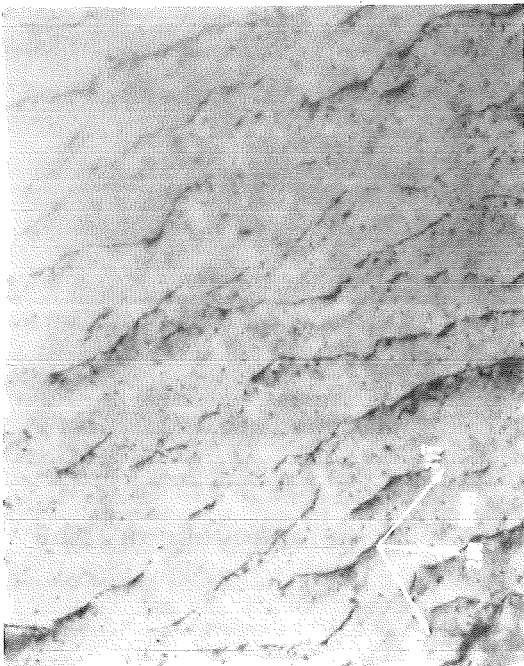
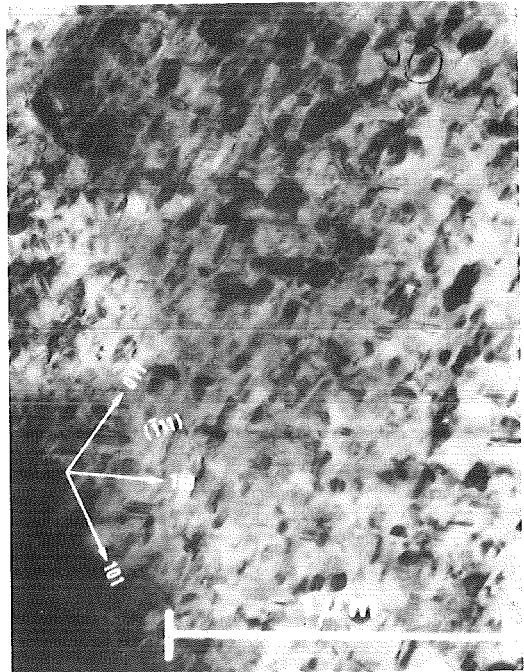
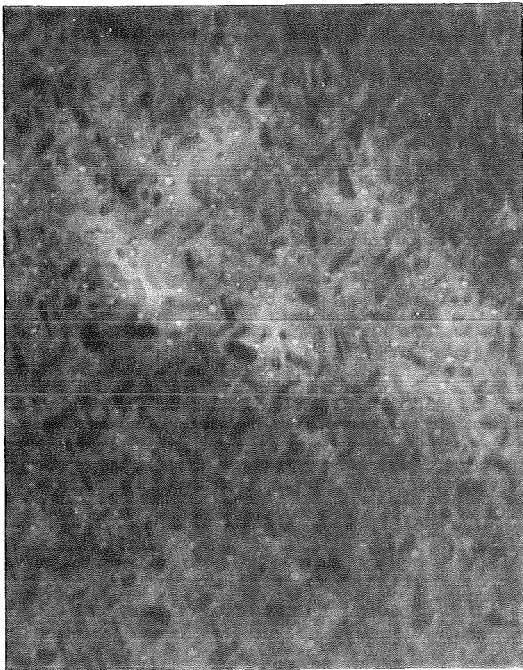


Abb. 8.3 Loop und Versetzungsstruktur

a. Eisen $\vartheta = 450^{\circ}\text{C}$, b. 1.4914 $\vartheta = 450^{\circ}\text{C}$

c. Nickel $\vartheta = 475^{\circ}\text{C}$, d. 1.4970 $\vartheta = 650^{\circ}\text{C}$

Shoaib (Sh-83) beobachtet in Nickel Loops mit $b = a\langle 110 \rangle$ bei der Bestrahlung mit 100 keV Eigenionen bei Raumtemperatur.

Leister (Le-83) findet in Kupfer bei der Bestrahlung mit Eigenionen (200 keV $\vartheta = 400^\circ\text{C} - 600^\circ\text{C}$) keine Loops während

English (En-82) bei der Neutronenbestrahlung von Kupfer ($\vartheta = 250^\circ\text{C} - 350^\circ\text{C}$) Loops mit $b = a/2\langle 110 \rangle$ beobachtet.

Die Unterdrückung der Loopbildung in Nickel und Kupfer bei der Bestrahlung mit Eigenionen ist durch die hohe Bestrahlungstemperatur und die Diffusion der Zwischengitteratome zur Oberfläche bedingt. Leister (Le-83) führt das Fehlen von Loops in Kupfer bei 200 keV Eigenionenbestrahlung auf die Diffusion der Zwischengitteratome zur Oberfläche zurück.

Der Einfluß der Oberfläche auf die Versetzungsstruktur bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen kann aus den vorliegenden Experimenten nicht beurteilt werden. Es muß jedoch davon ausgegangen werden, daß Unterschiede in der Versetzungsstruktur bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ - Ionen gegenüber MeV Bestrahlungen auftreten. Die in den bestrahlten Werkstoffen beobachteten Loop- und Versetzungsstrukturen können jedoch miteinander verglichen werden, da davon ausgegangen werden kann, daß der Einfluß der Oberfläche auf die Defektkonzentration in den Materialien gleich ist.

Eine Überprüfung des Loopmodell von Little (Li-80) mit den vorliegenden Daten ist nicht möglich. Hierzu ist eine quantitative Untersuchung der Loop- und Versetzungsstruktur nötig. Der beobachtete Unterschied in der Loop- und Versetzungsstruktur von Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 sowie Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 kann eine der Ursachen für das unterschiedliche Schwellverhalten der Ferrite und Austenite sein.

Bei der vorhergehenden Diskussion wurde davon ausgegangen, daß es sich bei den in Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 beobachteten Loops um Eigeninterstitial- Loops handelt. Es liegen jedoch begründete Hinweise dafür vor, daß es sich bei den "Loops" um in Scheibenform (einige Atomlagen) ausgeschiedenes Nickel handelt. Bei der Bestrahlung mit Nickel werden bis zu 13 at% Nickel implantiert (siehe Kap. 4.3). Eine Linienprofilmessung der Ni- Konzentration mit dem "EDX- System ergab örtliche Schwankungen bis zu 100 %. Eine Korrelation zwischen den "Loops" und der Ni- Konzentration konnte jedoch nicht nachgewiesen werden.

Zusammenfassung

Die Motivation für die theoretischen und experimentellen Untersuchungen, die in dieser Arbeit durchgeführt werden, ist die Frage nach den Ursachen für das geringere bestrahlungs-induzierte Schwellen von ferritischen gegenüber austenitischen Stählen.

Da das Schwellen ein relativ komplexer Vorgang ist, wird im theoretischen Teil der Arbeit dargestellt von welchen Parametern und Einflüssen das Schwellen eines Werkstoffes abhängt.

Um die Frage nach den Ursachen für das differente Schwellverhalten von ferritischen und austenitischen Stählen zu beantworten, wurde der Einfluß der Leerstellendiffusion ($Q(\text{Ferrite}) < Q(\text{Austenite})$) und des Trappings von Punktdefekten an interstitiell und substitutionell gelösten Fremdatomen auf das Schwellen untersucht.

Es stellte sich heraus, daß kein allgemeiner Zusammenhang in der Weise besteht, daß bei einer niedrigen Aktivierungsenergie Q der Leerstellendiffusion ein geringes Schwellen auftritt und umgekehrt. Das Schwellen kann vielmehr mit steigendem Q zu- oder abnehmen. Entscheidend ist, ob die Leerstellenemission an Poren oder die Rekombination der Punktdefekte vernachlässigt werden kann. Die Leerstellenemission kann bei niedrigen Temperaturen immer vernachlässigt werden, während die Rekombination von der Temperatur und vom Verhältnis der Poren- zur Gesamt-senkenstärke abhängig ist.

Der Einfluß des Trappings, also der zeitweiligen Bindung von Gitterdefekten an Gitteratomen, wurde mit Parameterrechnungen im Hinblick auf die Beweglichkeit der Gitteratome untersucht. Sie zeigen, daß Trapping von Leerstellen an schnell beweglichen Atomen, also an Fremdzwischengitteratomen, die über einen Zwischengittermechanismus diffundieren, stärker zur Schwell-reduzierung führt als das Trapping an substitutionellen Fremdatomen. Diese Art von Trapping ist in α - und γ - Eisen wegen der hohen Bindungsenergie der Leerstellen an interstitiell gelösten Fremdatomen insbesondere an Kohlenstoff bedeutsam.

Da die Bindungsenergien von Leerstellen- Kohlenstoffkomplexen in α - und γ - Eisen in etwa gleich groß sind, spielt die unterschiedliche Konzentration des Kohlenstoffes in α - und γ - Eisen eine entscheidende Rolle. Entsprechend der höheren Kohlenstofflöslichkeit in α - Eisen wird dort ein niedrigeres Schwellen erwartet.

Modellrechnungen zeigen allerdings, daß bei Bestrahlungen mit hohen Defektraten ($K > 10^{-3}$ dpa/s, $K(200 \text{ keV Ni}^+ \rightarrow \text{Ni, Fe}) \approx 10^{-2}$ dpa/s) der Einfluß des Trappings wegen der Dominanz der Rekombination freier Punktdefekte kaum untersucht werden kann.

Experimentell wurde das bestrahlungsinduzierte Volumenschwellen von Eisen, Nickel, dem ferritisch-martensitischen Stahl DIN 1.4914 und dem austenitischen Stahl DIN 1.4970 untersucht.

Die Bestrahlungsexperimente wurden am 300 keV Testinjektor der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) durchgeführt.

Bestrahlt wurden die Werkstoffproben (Targets mit 3 mm Durchmesser und 100 μm Dicke) mit 200 keV Ni^+ - Ionen bei Temperaturen zwischen 450°C und 725°C mit Dosen von maximal 72 dpa.

Bei der Bestrahlung von Werkstoffen mit 200 keV Ni^+ - Ionen treten Effekte auf, die bei der Auswertung und beim Vergleich der Ergebnisse mit denen von Bestrahlungsexperimenten mit MeV-Ionen und Neutronen berücksichtigt werden müssen. Im wesentlichen sind dies:

1. Eine geringe Schädigungstiefe (ca. 100 nm) und der dadurch bedingte Einfluß der Oberfläche auf die Defektkonzentration und das Schwellen.
2. Die geringe Schädigungstiefe führt in Verbindung mit der relativ großen Sputterrate zu einer Begrenzung der Schädigungsdosis. Die maximale Schädigungsdosis bei den vier Werkstoffen beträgt $D_{\text{eff}} = 70 - 75$ dpa.
3. Durch Ionenimplantation und Segregation wird die Zusammensetzung der Werkstoffe im Schädigungsbereich verändert. In Eisen werden z.B. bei der Bestrahlung mit Ni^+ - Ionen bei einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 72$ dpa ca. 3 - 5 at% Nickel implantiert. Um zu verhindern, daß die Zusammensetzung der Werkstoffe durch die Ionenimplantation massiv verändert wird, müssen Reinstwerkstoffe möglichst mit Eigenionen und Legierungen möglichst mit Ionen des Basismaterials der Legierung bestrahlt werden.

Die Untersuchung der bestrahlten Proben erfolgte mit dem 100 keV Elektronenmikroskop des Instituts. Als Ergebnisse der Messungen liegen vor:

1. Das Schwellen, der mittlere Porendurchmesser und die Porendichte der vier Werkstoffe in Abhängigkeit von der Temperatur. Für Eisen und den Stahl DIN 1.4914 im Temperaturbereich von 450°C bis 550°C bei einer Bestrahlungsdosis von $D_{\text{eff}} = 72$ dpa, für Nickel im Temperaturbereich von 475°C bis 725°C bei einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 22$ dpa sowie für den Stahl DIN 1.4970 im Temperaturbereich von 550°C bis 700°C bei einer Dosis von $D_{\text{eff}} = 72$ dpa. In die beiden Stähle wurde 1 appm He/dpa und 10 appm He/dpa bei Raumtemperatur vorimplantiert.
2. Die Dosisabhängigkeit des Schwellens, der Porendichte und des mittleren Porendurchmessers von Eisen und Nickel bei der Temperatur des maximalen Schwellens.
3. Die Loop und Versetzungsstruktur in Abhängigkeit vom Gittertyp.

Der Temperaturverlauf des Schwellens von Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 einerseits sowie Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 andererseits zeigen bei unterschiedlichen Dosen eine gute Übereinstimmung. Die Schwellkurven von Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 sind gegenüber Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 zu niedrigeren Temperaturen verschoben. Ursache hierfür ist die kleinere Aktivierungsenergie Q für die Leerstellendiffusion in α -Eisen (2.6 eV) gegenüber γ -Eisen (2.9 eV) und Nickel (2.6 eV). Wie bereits oben diskutiert, kann das beobachtete niedrigere Schwellen von Eisen gegenüber Nickel nicht durch die kleinere Aktivierungsenergie Q erklärt werden, da kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Leerstellendiffusion und dem Schwellen besteht. Das maximale Schwellen der beiden Stähle ist im Rahmen der Meßgenauigkeit gleich. Der Stahl DIN 1.4970 zeigt jedoch ein bedeutend kleineres Schwellen als bei vergleichbaren Bestrahlungen mit MeV- Ionen. Das Schwellen des Stahls DIN 1.4914 hingegen entspricht dem Schwellen des in seiner chemischen Zusammensetzung vergleichbaren Stahls FV 448 bei Neutronenbestrahlung. Ursache für das geringe Schwellen des Stahls DIN 1.4970 können die oben aufgeführten bestrahlungsspezifischen Effekte (Ionenimplantation, Segregation usw.) sein. Da diese Effekte jedoch auch bei der Bestrahlung des Stahls DIN 1.4914 auftreten, ist eine eindeutige Aussage über die Ursachen die zum geringen Schwellen des Stahls DIN 1.4970 führen nur nach der Bestrahlung

weiterer Werkstoffpaare (Ferrit und Austenit) mit 200 keV Ionen möglich.

Die Versetzungs- und Loopstrukturen in den Werkstoffen weisen signifikante Parallelen auf. In Eisen und dem Stahl DIN 1.4914 (kubisch raumzentrierte Gitterstruktur, krz) werden überwiegend Zwischengitteratomloops mit $b = a\langle 100 \rangle$ beobachtet, in Nickel und dem Stahl DIN 1.4970 (kubisch flächenzentrierte Gitterstruktur, kfz) hingegen Versetzungen, die zum Teil aufgereiht sind. Mit diesen qualitativen Ergebnissen ist es jedoch nicht möglich, ein von Little für die Erklärung des geringen Schwellens der Ferrite entwickeltes Loopmodell zu bestätigen. Die Parallelen in der Versetzungs- und Loopstruktur der Werkstoffe implizieren jedoch einen Zusammenhang zwischen der vom Gittertyp abhängigen Versetzungs- und Loopstruktur und dem Schwellen.

Das geringe Schwellen eines Werkstoffes kann durch einen kleinen Biasfaktor der Versetzungen erklärt werden. Aus den Ratengleichungen wurde eine Beziehung für die näherungsweise Berechnung eines effektiven Biasfaktors von Versetzungen aus der experimentell bestimmbaren Schwellrate, der Porendichte, dem mittleren Porendurchmesser und der Versetzungsdichte abgeleitet. Die Auswertung der entsprechenden Meßdaten in Eisen und Nickel ($B(\text{Ni})/B(\text{Fe}) \approx 10$) zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem von Sniegowski (Sn-83) theoretisch berechneten Wert von $B(\text{kfz})/B(\text{krz}) \approx 4 - 8$. Das geringere Schwellen von Eisen gegenüber Nickel ist daher durch den kleineren effektiven Biasfaktor von Versetzungen in Eisen bedingt.

Aufgrund der vorliegenden Ergebnisse ist die Erklärung des niedrigeren Schwellens von Ferriten gegenüber Austeniten durch einen kleineren Biasfaktor der Ferrite am plausibelsten. Das gleiche Schwellen des ferritischen Stahls DIN 1.4914 und des austenitischen Stahls DIN 1.4970 bei der Bestrahlung mit 200 keV Ni^+ -Ionen muß unter Berücksichtigung der speziellen Probleme die bei dieser Ionenenergie auftreten gesehen werden.

Literaturverzeichnis

- (Ad-71) Y.Adda
in: J.W.Corbett, L.C.Iannello (Hrsgb.)
Radiation induced voids in metals
Albany, N.Y., USA, June 9-11, 1971, p. 31-83
AEC Symposium Series CONF-710601
- (Al-61) O.Almén, G.Bruce
Nuclear Instruments and Methods 11(1961)257-289
- (An-80) K.Anderko
Journal of Nuclear Materials 95(1980)31-43
- (Ar-78) D.R.Arkell, T.M.Williams
Journal of Nuclear Materials 74(1978)144-150
- (Av-78) R.S.Averback, R.Benedek, K.L.Merkle
Journal of Nuclear Materials 75(1978)163-166
- (Ay-83) G.Ayrault
Journal of Nuclear Materials 114(1983)34-40
- (Ba-78) R.W.Balluffin
Journal of Nuclear Materials 69&70(1978)240-263
- (Br-72) A.D.Brailsford, R.Bullough
Journal of Nuclear Materials 44(1972)121-135
- (Br-75) A.D.Brailsford
Journal of Nuclear Materials 56(1975)7-17
- (Br-76) A.D.Brailsford, R.Bullough, M.R.Hayns
Journal of Nuclear Materials 60(1976)246-256
- (Br-77) A.D.Brailsford, L.K.Mansur
Journal of Nuclear Materials 71(1977)110-116
- (Br-78) A.D.Brailsford, R.Bullough
Journal of Nuclear Materials 69&70(1978)434-450
- (Bu-70) R.Bullough, R.C.Newman
Rept. Progr. Phys. 33(1970)101
- (Bu-77) R.Bullough, M.R.Hayns
Journal of Nuclear Materials 68(1977)286-293
- (Bu-79) R.Bullough, M.R.Hayns, C.H.Woo
Journal of Nuclear Materials 84(1979)93-100
- (Ca-67) C.Cawthorne, E.J.Fulton
Nature 216(1967)576

- (De-73) J.Delaplace, N.Azam, L.Lenaour, M.Lott, C.Fiche
Journal of Nuclear Materials 47(1973)278-294
- (Eh-77) K.Ehrlich, R.Groß, W.Schneider
Radiation Effects in Breeder Reactor Structural
Materials, Scottsdale, Arizona, June 19-23, 1977, 529
- (Eh-82) K.Ehrlich, W.V.Vaidya
Reaktortagung, Mannheim, Mai 4-6, 1982, 465-468
- (Eh-84a) K.Ehrlich priv. Mitteilung
- (Eh-84) K.Ehrlich, K.Anderko
Journal of Nuclear Materials 124(1984)229-241
- (En-73) H.H.Enderson
Radiation Effects 19(1973)139
- (En-82) C.A.English
Journal of Nuclear Materials 108&109(1982)104-123
- (Ey-65) B.L.Eyre, A.F.Bartlett
Philosophical Magazine 11(1965)53
- (Ey-75) B.L.Eyre
Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals,
Gatlinburg Tennessee, U.S.A. Oct. 6-10, 1975, 729-763
- (Fe-72) A.J.E.Foreman
Radiation Effects 14(1972)175-179
- (Fi-79) J.H.Fikus, R.A.Johnson
Radiation Effects 40(1979)63-70
- (Ga-81) F.A.Garner, W.G.Wolfer
Journal of Nuclear Materilas 102(1981)143-150
- (Ge-82) D.S.Gelles
Journal of Nuclear Materials 108&109(1982)515-526
- (Gh-79) N.M.Ghomiem, G.L.Kulcinski
Journal of Nuclear Materials 82(1979)382-402
- (Gi-60) J.B.Gibson, A.N.Goland, M.Milgram, G.H.Vineyard
Physical Review 120(1960)1229-1253
- (Gi-78) P.Giesecke
Bericht KfK 2639, 1978
- (Gi-78a) J.Gittus
Irradiation Effects in crystalline Solides
Applied Science Publishers LTD, London, 1978

- (Gl-73) L.D.Glowinski, C.Fiche, M.Lott
Journal of Nuclear Materials 47(1973)295-310
- (Gl-76) L.D.Glowinski, C.Fiche
Journal of Nuclear Materials 61(1976)8-52
- (Gu-83) D.Gulden, K.Ehrlich
Proc. Conf. Dimensional Stability and Mechanical
Behaviour of Irradiated Metals and Alloys,
Brighton GB (1983)13
- (Ha-78) M.R.Hayns, T.M.Williams
Journal of Nuclear Materials 74(1978)151-162
- (Ha-79) M.R.Hayns
Journal of Nuclear Materials 79(1979)323-337
- (Ha-80) H.v.Harrach, A.J.E.Foreman
Radiation Effects 46(1980)7
- (He-70) M.v.Heimendahl
Einführung in die Elektronenmikroskopie
F.Vieweg und Sohn GmbH, Braunschweig, 1970
- (Ho-82) L.L.Horton, J.Bentley, K.Farrell
Journal of Nuclear Materials 108&109(1982)222-233
- (Jo-74) W.G.Johnston, J.H.Rosolowski, A.M.Turkalo,
T.Lauritzen
Journal of Nuclear Materials 54(1974)24-40
- (Jo-76) R.A.Johnson, N.Q.Lam
Physical Review B 13(1976)4364-4375
- (Ka-76) D.Kaletta
Bericht KfK 2282, 1976
- (Ki-55) G.H.Kinchin, R.S.Pease
Rep. Progr. Phys. 18(1955)1
- (Ko-75) Yu.V.Konobeev, A.V.Subbotin, V.N.Bykov,
V.I.Tscherbak
Physics Status Solid (a) 29(1975)121-124
- (Ku-71) G.L.Kulcinski, J.L.Brimhall, H.E.Kissinger
in: J.W.Corbett, L.C.Iannello (Hrsgb.)
Radiation induced voids in metals
Albany, N.Y., USA, June 9-11, 1971, 449
AEC Symposium Series CONF-710601
- (Ku-71a) G.L.Kulcinski, J.J.Laidler, D.G.Doran
Radiation Effects 1(1971)195-202

- (La-73) M.Labbe, J.P.Poirier
Journal of Nuclear Materials 46(1973)86-98
- (La-80) J.J.Laidler, J.W.Bennet
Nuclear Engineering International 30(1980)31-36
- (Le-83) K.H.Leister
Bericht KfK 3499, 1983
- (Li-63) J.Lindhard, V.Nielson, M.Scharff, P.V.Thomsen
Det Kongelige Danske Videnskabernes Selskab
Matematisk-fysike Meddeleser 33 (10), 1963
- (Li-79) E.A.Little, D.A.Stow
Journal of Nuclear Materials 87(1979)25-39
- (Li-79a) E.A.Little
Journal of Nuclear Materials 87(1979)11-24
- (Li-80) E.A.Little, R.Bullough, M.H.Wood
Report AERE-R 9678, 1980
- (Lo-79) R.G.Lott, G.L.Kulcinski, P.Wilkes, H.V.Smith, Jr.
Journal of Nuclear Materials 85&86(1979)751-755
- (Ma-78) L.K.Mansur, M.H.Yoo
Journal of Nuclear Materials 74(1978)228-241
- (Ma-78a) L.K.Mansur
Nuclear Technology 40(1978)5-34
- (Ma-78b) A.D.Marwick
Journal of Physics F 8(1978)1849-1861
- (Ma-79) S.I.Maydet, K.C.Russel
Journal of Nuclear Materials 82(1979)271-285
- (Ma-79a) L.K.Mansur
Journal of Nuclear Materials 83(1979)109-127
- (Ma-80) R.M.Mayer, L.M.Brown, U.Gösele
Journal of Nuclear Materials 95(1980)44-107
- (Ma-82) M.J.Makin
Journal of Nuclear Materials 110(1982)196-200
- (Mo-77) M.Mondino, A.Seeger
Scripta Metallurgica 11(1977)817-823
- (Ne-69) R.S.Nelson
Report AERE-R 6092, 1969
- (No-72) D.I.R.Norris
Radiation Effects 15(1972)1-22

- (No-72a) D.I.R.Norris
Radiation Effects 14(1972)1-37
- (No-73) D.I.R.Norris
The Physics of Irradiation Produced Voids,
Ed. R.S.Nelson AERE-R 7934, 1975 p. 134
- (No-75) M.J.Norgett, M.T.Robinson, I.M.Torrens
Nuclear Engineering and Design 33(1975)50-54
- (No-75a) D.I.R.Norris
Report AERE-R 7934(1975)134
- (Ok-78) P.R.Okamoto, N.Q.Lam, H.Wiedersich, R.A.Johnson
Journal of Nuclear Materials 69&70(1978)821-824
- (Ok-79) P.R.Okamoto, L.E.Rehn
Journal of Nuclear Materials 83(1979)2-23
- (Pa-78) N.H.Packan, K.Farrel, J.O.Stiegler
Journal of Nuclear Materials 78(1978)143-155
- (Ro-69) S.J.Rothman, N.L.Peterson
Physica Status Solidi 35(1969)305
- (Ro-82) I.M.Robertson, M.L.Jenkins
Journal of Nuclear Materials 108&109(1982)209-221
- (Ru-71) K.C.Russel
Acta Metallurgica 19(1971)753-758
- (Ru-78) K.C.Russel
Acta Metallurgica 26(1978)1615-1630
- (Rü-71) M.R.Rühle
in: J.W.Corbett, L.C.Iannello (Hrsgb.)
Radiation induced voids in metals
Albany, N.Y., USA, June 9-11, 1971, 255
AEC Symposium Series CONF-710601
- (Ry-78) H.Ryssel, I.Ruge
Ionen Implantation
Teubner, Stuttgart, 1978
- (Sch-70) H.E.Schiøtt
Radiation Effects 6(1970)10)-113
- (Sch-74) W.Schilling, K.Schröder
Report AERE-R 7934, 1974
- (Sch-80) L.D.Schepper
Nuclear Physics Methods in Materials Researches,
Darmstadt, Sept. 23-26, 1980, 468-469

- (Se-65) A.Seeger
Moderne Probleme der Metallphysik Band 1, 279,
Springer, Berlin, 1965
- (Se-69) A.Seeger, H.Mehrer
Vacancies and Interstitials in Metals, Proceedings
of the International Conference held at Jülich,
Germany, 1968, 839
- (Sh-74) K.Shivaishi, K.Fukaya, Y.Katano
Journal of Nuclear Materials 54(1974)275
- (Sh-84) K.A.Shoaib, K.Ehrlich
To be published in Journal of Nuclear Materials
- (Si-69) P.Sigmund
Physical Review 184(1969)383-416
- (Si-74) G.Silvestre, A.Silvent, C.Regnard, F.Sinfort
European Conference on Irradiation Behaviour of Fuel
Cladding and Core Component Materials, Karlsruhe,
3-5 Dec. 1974, 77-79
- (Si-74a) B.N.Singh
Philosophical Magazine 29(1974)25-42
- (Sm-73) F.A.Smidt, Jr., J.A.Sprague
Scripta Metallurgica 7(1973)495-502
- (Sm-78) C.J.Smithells (Hrsgb.)
Metals Reference Book
5.Auflage, 1976, Nachdruck 1978
Butterworth, London, Boston
- (Sn-83) J.Sniegowski, W.G.Wolfer
Topical Conference on Ferritic Alloys for use in
Nuclear Energy Technologies, Snowbird, Utah,
June 19-23 1983, 151
- (Sp-74) J.A.Spragne, J.E.Westmoreland, F.A.Smidt, Jr.,
R.R.Malmberg
Journal of Nuclear Materials 54(1974)286-298
- (St-71) J.O.Stiegler, E.E.Bloom
Radiation Effects 8(1971)33-41
- (To-76) P.D.Townsend, J.C.Kelly, N.E.W.Hartley
Ion Implantation, Sputtering and their Application,
Academic Press, London, New York, San Francisco, 1976

- (We-75) J.E.Westmoreland, J.A.Sprague, F.A.Smidt,Jr.,
P.R.Malmberg
Radiation Effects 26(1975)1-16
- (We-76) J.Weertman, W.V.Green
ASTM Special Techn. Publ. 611(1976)256
- (Wi-72) W.D.Wilson, R.A.Johnson
in: Interatomic Potentials and Simulation of Lattice
Defects, Hrsg. P.C.Gehlen et al., London 1973, 375
- (Wi-79) H.Wiedersich, P.R.Okamoto, N.Q.Lam
Journal of Nuclear Materials 83(1979)98-108
- (Wh-79) J.B.Whitley, G.L.Kulcinski, P.Wilkes, H.V.Smit,
H.V.Smith,Jr.
Journal of Nuclear Materials 79(1979)159-178
- (Wo-68) J.W.Worth
Report AERE-R 5704, 1968
- (Yo-79) M.H.Yoo
Journal of Nuclear Materials 79(1979)135-142