



KfK 5428
Dezember 1994

**Mikrostrukturelle Veränderungen
und Schwellverhalten einiger
ausgewählter keramischer
Struktur- und Fensterwerkstoffe
unter niederenergetischem
He-Ionenbeschuß**

C. Pychlau
Institut für Materialforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Materialforschung

KfK 5428

**Mikrostrukturelle Veränderungen und Schwellverhalten
einiger ausgewählter keramischer Struktur- und Fensterwerkstoffe
unter niederenergetischem He-Ionenbeschuß**

Christian Pychlau

**Vom Fachbereich Maschinenbau an der Technischen Hochschule Darmstadt
genehmigte Dissertation**

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

MIKROSTRUKTURELLE VERÄNDERUNGEN UND SCHWELLVERHALTEN EINIGER AUSGEWÄHLTER KERAMISCHER STRUKTUR- UND FENSTERWERKSTOFFE FÜR DIE FUSION UNTER NIEDERENERGETISCHEM HE-IONENBESCHUSS

Die bestrahlungsinduzierten mikrostrukturellen Veränderungen sowie das daraus resultierende mikroskopische Schwellverhalten von Aluminiumoxid (Al_2O_3), Magnesium-Aluminium-Spinell (MgAl_2O_4) und Siliziumkarbid (SiC) wurde bei Temperaturen zwischen 200°C und 800°C untersucht. Dazu wurde ein neuartiges Präparationsverfahren für die Transmissionselektronenmikroskopie entwickelt, welches den direkten Vergleich zwischen rechnerisch ermittelten und experimentell bestimmten mikrostrukturellen Veränderungen ermöglicht. Bestrahlungsinduzierte Loops konnten ab etwa 0,2 dpa, Amorphisation bei SiC ab etwa 10 dpa, Blasen ab 5% implantierten Heliums beobachtet werden. Das mikroskopische Schwellverhalten der drei Werkstoffe liegt in der gleichen Größenordnung und entspricht den wenigen in der Literatur berichteten Werten. Die Ergebnisse deuten an, daß die untersuchten Materialien in den geplanten Forschungsreaktoren für den vorgesehenen Einsatzzweck verwendbar sind. In künftigen kommerziellen Reaktoren muß eine mehrmalige Auswechslung der höchstbelasteten Komponenten im Lauf des Betriebs in Kauf genommen werden.

Diese Arbeit wurde als Dissertation an der TH Darmstadt eingereicht und genehmigt und durch das Projekt Kernfusion des Kernforschungszentrums Karlsruhe gefördert.

MICROSTRUCTURAL CHANGES AND SWELLING OF SOME SELECTED CERAMIC STRUCTURAL AND WINDOW MATERIALS FOR FUSION APPLICATIONS UNDER LOW ENERGY HELIUM ION IRRADIATION

Radiation induced microstructural changes and the resulting microscopic swelling of aluminium oxide (Al_2O_3), magnesium aluminium spinell (MgAl_2O_4) and silizium carbide (SiC) at temperatures between 200°C and 800°C have been investigated. For this purpose a novel preparation technique for transmission electron microscopy was developed, which allows the direct comparison between calculated and experimentally observed damage and implantation distributions. Radiation induced loops were observed in all materials for > 0.2 dpa, amorphization in SiC for > 10 dpa, bubbles for $> 5\%$ helium implanted. The microscopic swelling behaviour of the three materials is in the same order of magnitude and in agreement with values to be expected from literature. The results indicate suitability of the materials examined for the intended use in the planned research reactors. In future commercial reactors a multiple exchange of the most stressed components must be taken into account.

This work has been accepted for a dissertation by the TH Darmstadt and has been sponsored by the Projekt Kernfusion of the Kernforschungszentrum Karlsruhe.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Einleitung	1
1 Technische Anforderungen und Materialbasis	4
1.1 Bekannte Anforderungen an Fusionsreaktorbauteile	4
1.2 Stoffdaten und Hersteller	7
1.3 Lichtmikroskopische Untersuchungen und Korngrößen	8
1.3.1 Auswerteverfahren	9
1.3.2 Ergebnisse	12
1.4 Kristallographischer Aufbau und Voraussetzungen für die Elektronenmikroskopie	21
1.4.1 Grundsätzliche kristallographische Daten	21
1.4.2 Elektronenmikroskopische Bilder unbestrahlten Materials	23
2 Präparation keramischer Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie	24
2.1 Herstellung und Verarbeitung der Proben	26
2.1.1 Präparation klassischer Flachproben	26
2.1.2 Präparation von Sandwichproben	28
2.2 Ionendünnung	31
2.2.1 Aufbau einer Ionendünnungsanlage	31
2.2.2 Spezielle Sputterprobleme mit Kupfernetzchen	31
2.2.3 Die Kohlebedampfungsanlage	38
2.3 Andere Methoden der Fertigdünnung	38
3 Durchführung der Bestrahlungsexperimente	40
3.1 Bestrahlungseinrichtungen	40
3.2 Bestrahlungsparameter	43
4 Implantationsverhalten und Sputtering	46
4.1 Methode zur Berechnung von Defekterzeugung und Reichweite eingeschossener Ionen	46
4.1.1 Numerische Ermittlung der Schädigung mit Hilfe des TRIM-Codes	49
4.2 Ergebnis der Berechnung der Eindringtiefen der He-Ionen und der Schädigungsraten bei der Implantation	57
4.3 Oberflächenabtrag durch Sputtering bei der Implantation	63
4.3.1 Experimentelle Bestimmung der Abtragtiefe und der Sputterrate	64
4.3.2 Theoretische Berechnung der Sputterrate	67

4.3.3	Verschiebung der Bestrahlungseffekte durch das Sputtering	67
4.4	Experimentelle Überprüfung der Schädigungstiefen bei 'Flachproben'	72
4.5	Überprüfung der Schädigungsprofile an 'Sandwichproben'	74
5	Elektronenmikroskopie und Auswertung	77
5.1	Elektronenmikroskopisch erkennbare Schädigungen	77
5.2	Ein Hilfsprogramm zur Loopanalyse	80
5.2.2	Beispiel einer Burgersvektor-Bestimmung an Loops in Al_2O_3	83
6	Ergebnisse	85
6.1	Eindringtiefen und Strahlenschäden in der Darstellung an Sandwichproben	85
6.1.1	Ergebnisse der SiC-Proben	86
6.1.2	Ergebnisse der Al_2O_3 -Proben	100
6.1.3	Ergebnisse der MgAl_2O_4 -Proben	110
6.2	Darstellung der verschiedenen Schädigungen an Flachproben	117
6.2.1	Siliziumkarbid	117
6.2.2	Aluminiumoxid	123
6.2.3	Spinell	129
7	Diskussion der Ergebnisse	132
7.1	Modelle für das dynamische Verhalten der Defektkonzentrationen	132
7.1.1	Verhalten ohne Bestrahlung	135
7.1.2	Verhalten unter Bestrahlung	137
7.1.3	Berechnung von Defektkonzentrationen und Diffusionskonstanten	138
7.1.4	Vergleich mit den experimentellen Ergebnissen	145
7.1.5	Bildung und Verteilung von Heliumblasen	146
7.2	Strukturveränderungen	148
7.2.1	Versetzungs- und Loopstruktur	149
7.2.2	Blasen und Schwellverhalten	154
7.2.3	Weitere Veränderungen	159
8	Bewertung	161
9	Zusammenfassung	163
	Literaturverzeichnis	165
	Anhang A Ionendünnungsanlage	179
	Anhang B Berechnung der Sputterrate	192
	Anhang C Abtragsraten der Ionendünnung	194

Verzeichnis häufig gebrachter Abkürzungen

ALON	Aluminiumoxinitrid-Spinell
ASTM	American Society for the Testing of Materials
BD	Black Dots (Kontraste im Elektronenmikroskop)
CFR	Commercial Fusion Reactor (zukünftiges Reaktormodell)
DEMO	Demonstration Reactor (zukünftiges Reaktormodell)
dpa	displacements per atom (Rechengröße für Materialschädigung)
EDX	Energy Dispersive Spectroscopy (Untersuchungsverfahren)
EELS	Electron Energy Loss Spectroscopy (Untersuchungsverfahren)
GSI	Gesellschaft für Schwerionenforschung (Darmstadt)
HVEM	High Voltage Electron Microscope
INFP	Institut für Nukleare Festkörperphysik (Karlsruhe)
ITER	International Thermonuclear Experimental Reactor
KfK	Kernforschungszentrum Karlsruhe
NET	Next European Torus
PKA	Primary Knocked-On Atom (Erstes von einem eindringenden Teilchen getroffenes Matrixatom)
RT	Raumtemperatur
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TRIM	TRansport of Ions in Matter (Rechenprogramm zum Verhalten eingeschossener Ionen)

Einleitung

Im Zusammenhang mit der Planung von Reaktorversuchsanlagen zur Erprobung der Kernfusion ist die geeignete Werkstoffauswahl für die hochbelasteten Komponenten des Reaktors ein großes Problem. Auswahlkriterien sind hier entsprechend den jeweiligen Einsatzbedingungen hohe Temperatur- und Strahlungsbeständigkeit, ausreichende Festigkeit, Korrosionsbeständigkeit, besondere elektrische Eigenschaften und nicht zuletzt eine niedrige Aktivierung unter dem Gesichtspunkt der Unfallsicherheit, der Wartung und der Abfallversorgung.

Die Funktion zweier wesentlicher Baugruppen soll möglicherweise durch den Einsatz von keramischen Werkstoffen sichergestellt werden. Dies ist zum einen der sogenannte "Liner", die Auskleidung der Ersten Wand des Reaktors zum Schutz gegen die thermische und Strahlenbelastung aus dem Fusionsplasma, zum anderen sind es die "Fenster" im Torusgefäß, durch die die zur zusätzlichen Heizung des Plasmas notwendige Radiofrequenz eingestrahlt wird. Dazu kommen weitere Bauteile im Bereich der Diagnostikfunktionen und Isolatoren. Die jeweiligen Belastungen dieser Bauteile und die daraus resultierenden Anforderungen an die Werkstoffe sind im ersten Kapitel dieser Arbeit aufgeführt.

Eine besondere Bedeutung haben daher die strahlungsbedingten Veränderungen der physikalischen und mechanischen Eigenschaften keramischer Materialien für die Konstruktion von Fusionsreaktoren bekommen.

Neben funktionsbedingten Eigenschaften, wie z. B. dem Hochfrequenzwiderstand der Fenstermaterialien, sind die Veränderungen der Mikrostruktur und damit der Maßhaltigkeit und der mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffs von Interesse. Ein Ansatzpunkt zur Beurteilung dieser Veränderungen ist die Untersuchung bestrahlter und unbestrahlter Proben der Werkstoffe im Transmissionselektronenmikroskop, wobei die Bestrahlungstechnik möglichst nahe an die realen Bestrahlungsbedingungen adaptiert werden muß. Bei derartigen Untersuchungen kann eine Vielzahl von Materialeigenschaften und deren Veränderungen festgestellt werden.

Für die hier durchgeführten Bestrahlungsexperimente wurden drei Keramiken ausgewählt, deren Werkstoffeigenschaften eine Verwendung in einem Fusionsreaktor möglich erscheinen lassen:

Die Oxide Al_2O_3 und MgAl_2O_4 sind aufgrund ihrer dielektrischen Eigenschaften besonders für die Verwendung in Radiofrequenzfenstern geeignet; Siliziumkarbid (SiC) ist wegen seines hohen Schmelzpunkts und seiner (relativ) hohen Wärmeleitfähigkeit ein möglicher Kandidat für den Schutz der Ersten Wand vor Plasmaabbrissen und anderen nichtstationären thermischen Belastungen.

Im Lauf der letzten Jahre ist in einigen Arbeiten das Verhalten auch dieser keramischen Materialien unter Bestrahlung untersucht worden¹. Als besonders kritisch hat sich dabei die Frage der Strukturveränderungen unter dem Einfluß von im Material eingelagerten Heliumblasen erwiesen. In der Praxis ist die Bildung derartiger Heliumblasen die Folge von zwei Effekten (<JUN-92>) : Einmal wird im gesamten bestrahlten Material infolge von (n,α)-Reaktionen Helium gebildet, wobei bei keramischen Materialien noch die besonderen Effekte von Sinterhilfsmitteln an den Korngrenzen eine Rolle spielen können, z.B. über die bekannte Borreaktion $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ <SAS-91>. Zum anderen kommt nahe der Oberfläche auch Helium durch Implantation von Plasmateilchen ins Material. Diese Einlagerung von Gasatomen kann zu Blasenbildung und zu Materialversprödung und Schwellen führen.

In der hier vorliegenden Arbeit ist an keramischen Materialien mittels der bewährten Simulationsmethode der Heliumimplantation der Einfluß von Verlagerungsschädigung und von Heliumbildung aus Transmutationsreaktionen als Folgen der Bestrahlung in einem Fusionsreaktor nachgebildet worden. Die Untersuchung der implantierten Proben fand im wesentlichen im Transmissionselektronenmikroskop statt.

Ziel der Arbeit war es, die Folgen der Bestrahlung auf die Mikrostruktur der Materialien zu beobachten, die Natur und die Zahl der Defekte zu bestimmen, daraus die makroskopischen Auswirkungen, wie z.B. Schwellen, zu ermitteln, gleichzeitig die festgestellten mikroskopischen Materialschädigungen in einen klaren Zusammenhang mit den rechnerisch ermittelten Schädigungs- und Implantationsdosen zu bringen, dazu die den im Elektronenmikroskop beobachteten Schäden zugrundeliegenden Mechanismen darzustellen und, soweit möglich, daraus technische Aussagen zur Begrenzung der Verwendbarkeit der Materialien abzuleiten.

Zuerst wurden die untersuchten Materialien an Hand ihrer mechanischen und thermischen Stoffwerte, ihrer im Lichtmikroskop ermittelten Korngrößen und ihres kristallographischen Aufbaus charakterisiert. Dazu wurden auch verschiedene Präparationstechniken für die Darstellung der Oberfläche keramischer Proben im Lichtmikroskop erprobt.

Die Bestrahlung der Proben mit 200 kV He⁺ - Ionen erfolgte mit Hilfe vorhandener Geräte und eines neuentwickelten Targethalters an Beschleunigern der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) in Darmstadt und beim Kernforschungszentrum Karlsruhe (KfK).

¹ Untersuchungen der Mikrostruktur keramischer Materialien nach reiner Heliumbestrahlung sind <ABE-89>, <ALL-92 und 93>, <BAC-81>, <HOJ-85,88,88a>, <KAT-88>, <NAK-91>. Darüberhinaus gibt es eine Reihe von Zwei- und Mehrstrahlimplantationen vor allem auch mit Eigenionen, insbesondere von Rechten <REC-79> und Zinkle <ZIN-89 bis 92> und seinen Mitarbeitern.

Zur elektronenmikroskopischen Untersuchung wurde ein neuartiges Präparationsverfahren in Sandwichtechnik entwickelt, das eine direkte Betrachtung der Schadensbilder über die Eindringtiefe zuläßt und somit die Zuordnung einzelner Schädigungen zu einer bestimmten Implantationsdosis wesentlich vereinfacht. Mit Hilfe dieses Verfahrens erstellte Proben wurden qualitativ und quantitativ ausgewertet.

Maßgeblich für die Ergebnisse der Implantationsversuche ist das Eindringverhalten der Ionen in die untersuchten Materialien. Die daraus resultierende Verteilung der Heliumatome im Material unter Berücksichtigung des Sputterabtrags der Oberfläche durch die Implantationsbestrahlung wurde analytisch, numerisch und anhand der Sandwichproben experimentell untersucht. Die Flachproben dagegen ermöglichten die Beobachtung und Identifizierung der einzelnen Defektformen in größeren Probenbereichen.

Aus den beobachteten und gemessenen mikroskopischen Daten der Materialveränderungen konnten Schlüsse auf makroskopische Veränderungen, insbesondere das Schwellverhalten, gezogen werden. Berechnungen auf der Basis der von Blasenählungen in Sandwichproben ergaben Anhaltswerte für das Volumenschwellen.

Die durch diese Untersuchungen und ihre Auswertung gewonnenen Daten wurden dann im Vergleich mit den Ergebnissen entsprechender Veröffentlichungen diskutiert und es wurde versucht, die ursächlichen Mechanismen der Defektagglomeration darzustellen. Dazu wurde das dynamische Verhalten der einzelnen Defekte infolge der Diffusion von Leerstellen und Zwischengitteratomen rechnerisch verfolgt und die Auswirkungen der gleichzeitigen Materialschädigung durch die Verlagerung einzelner Materialatome und die Einlagerung fremder Gasatome gezeigt.

Schließlich wurde eine Bewertung der Ergebnisse hinsichtlich der Grenzen der Einsatzfähigkeit der Werkstoffe vorgenommen.

1 Technische Anforderungen und Materialbasis

1.1 Bekannte Anforderungen an Fusionsreaktorbauteile

In Abhängigkeit von dem betrachteten Reaktorentwurf und der beabsichtigten Verwendung innerhalb des Reaktors bestehen ganz unterschiedliche Anforderungen an die verwendeten keramischen Materialien.

Die beiden folgenden Tabellen zeigen einmal die Belastung der ersten Wand in verschiedenen zukünftigen Fusionsreaktoren, zum anderen die Unterschiede in der Beanspruchung der verschiedenen Bauteile eines Reaktors. Diese Angaben gehen von normalem, d. h. pulsierendem bzw. quasikontinuierlichem, Betrieb aus. Eine zusätzliche Belastung insbesondere der plasmanahen Komponenten, d. h. der Ersten Wand und deren Schutz, resultiert aus eventuellen Plasmazusammenbrüchen bei Störungen der magnetischen Flasche. Andere Komponenten wie z. B. die Radiofrequenzfenster sind davon nicht betroffen.

Reaktor ¹	NET / ITER	DEMO	CFR
Neutronenbelastung der ersten Wand			
[MW / m ²]	1	2 - 3	3 - 6
[dpa / s]	$3 \cdot 10^{-7}$	$(6 - 9) \cdot 10^{-7}$	$(9 - 18) \cdot 10^{-7}$
Integrierte Belastung der Wand			
[MW y/m ²]	0,25 - 1	10 - 20	15 - 30
[dpa] ²	2,5 - 10	100 - 200	150 - 300
Betriebsart	pulsierend	quasikontinuierl.	quasikontinuierl.
Zahl der Zyklen	$2 \cdot 10^4$	$10^3 - 10^5$	$10^3 - 10^5$
Brennzeit / Zyklus [s]	200 - 1500	$> 10^4$	$> 10^4$

Tabelle 1.1 Betriebsbedingungen für drei zukünftige Fusionsreaktoren (<EHR-90> ,INTOR-Study Recommendations, Juli '81), Belastung der Ersten Wand

Die Betriebstemperatur liegt bei NET / ITER bei 1200°C - 2000°C für den Schutz der Ersten Wand und bei etwa 300°C für die Radiofrequenzfenster (<HEI-90>).

¹ NET = "Next European Torus", ITER = "International Thermonuclear Experimental Reactor", DEMO = "Demonstration Reactor", CFR = "Commercial Fusion Reactor"

² "displacements per atom" = durch die Bestrahlung ausgelöste Verlagerungen pro Atom

Komponente	Elektr. Feld [V/mm]	Bestrahlungsfluß [dpa/s]	Bestrahlungsfluß ionisierend [Gy/s]	Temperatur [°C]
Diagnose (magn. Spulen, Kabel, Isolatoren)	10 - 10000	$\approx 10^{-8}$	≈ 1000	100 - 350
Aktive Spulen	≈ 500	$5 \cdot 10^{-8}$	125	≈ 200
Divertorspulen	≈ 500	$< 10^{-7}$	≈ 1000	< 200
"Current Break" ¹ der Ersten Wand	≈ 20	$\approx 10^{-7}$	≈ 3000	> 300
"Current Break" des Vakuumbehälters	0,3	$< 10^{-8}$	≈ 200	100
Neutralstrahlisolatoren	≈ 1000	$\approx 10^{-10}$	< 10	≈ 50
Radiofrequenzfenster	< 1000	$< 10^{-9}$	< 100	< 300
Keramisches Brutmaterial (z.B. LiAlO ₂)	≈ 500	$< 10^{-7}$	≈ 1000	≈ 400

Tabelle 1.2 Beanspruchung verschiedener Bauteile des ITER - Reaktors (aus <ZIN-92b>)

Die thermische Belastung der Verkleidung ("Liner") der Ersten Wand erhöht sich bei Plasmazusammenbrüchen von etwa 50 W / cm² bei NET auf bis zu 50 kW / cm² während 2 bis 5 ms. Dies ist ein wesentlicher Grund für die Verwendung einer keramischen Auskleidung, zumal in der ersten Betriebsphase von NET mit einigen hundert Plasmazusammenbrüchen gerechnet wird.

Die folgende Tabelle 1.3 zeigt im Vergleich die Wirkungsquerschnitte für Verlagerung (dpa) und Transmutationsreaktionen mit Bildung von α -Teilchen einiger in keramischen Werkstoffen vorkommender Atome bei Beschuß mit 14 MeV - Neutronen, soweit sie aus der Literatur bekannt sind. Allgemein liegt das Verhältnis dieser Wirkungsquerschnitte zwischen 1:1000 und 1:10000, so daß bei Betrachtung nur des Effekts der Neutronen mit einer relativen Heliumproduktion von etwa 0,01 bis 0,1 At-% Helium / dpa zu rechnen ist. (Bei Betrachtung des gesamten Belastungsspektrums ergibt sich ein Höchstwert von maximal 0,02 At-% / dpa, siehe <PEL-88>.)

¹ Unterbrecher von Induktionsströmen in der metallischen Wand

Wirkungsquerschnitt	B	C	O	Mg	Al	Si
σ_D [barn] (bei 14 MeV) ²		1000			1100	1200
σ_D [barn] (bei 14-15 MeV) ³	527	505	1114	2559	2623	3065
σ_D [barn] ³ (n. KfK-Software)	1066	399	613	1005	899	989
σ_{He} [mbarn] ¹ (14 MeV)	162	760	130	175	125	175
σ_{He} / σ_D [$\cdot 10^{-4}$ At-% He / dpa]	1,5	0,2	2	1,7	1,4	1,8

Tabelle 1.3 Verlagerungs- und Heliumbildungs-Wirkungsquerschnitte einiger Atome
(nach ¹<NUC-82>, ²<DAM-84>, ³<ANL-85>)
⁴Über das Neutronenspektrum gemittelte Werte

Betrachtet man zusammenfassend die wichtigsten Belastungsbedingungen bei den für die hier betrachteten Keramiken besonders interessanten Verwendungen als Auskleidung der Ersten Wand und als Radiofrequenzfenster, so ergeben sich die folgenden Anforderungen:

Erste Wand:

- Hohe thermische Belastbarkeit und hohe Wärmeleitfähigkeit auch unter Bestrahlung
- Hohe Bestrahlungsbeständigkeit bis zu 10 dpa (NET) bzw. 300 dpa (CFR) und mechanische Festigkeit bei Gasbildung von bis zu 3 At-% Helium. (z.B. für SiC)

Radiofrequenzfenster:

- Ausreichende Wärmebeständigkeit
- Geringe dielektrische Verluste auch unter Bestrahlung
- Ausreichende Bestrahlungsbeständigkeit bis zu 0,1 dpa (NET) bzw. 3 dpa (CFR) und mechanische Festigkeit bei Gasbildung von bis zu 0,03 At-% Helium. (z.B. für Al₂O₃)

1.2 Stoffdaten und Hersteller

Die in dieser Arbeit untersuchten drei Materialien Al_2O_3 , SiC und MgAl_2O_4 wurden von drei verschiedenen Herstellern bezogen, nämlich Siliziumkarbid von der Firma Höchst, Frankfurt, Aluminiumoxid von der Firma Didier, Wiesbaden, und Spinell von der Firma W. Haldenwanger, Berlin.

Die einzelnen Hersteller sind in Bezug auf die exakte Zusammensetzung, eventuelle Verunreinigungen und die Herstellungsverfahren mit Auskünften sehr zurückhaltend; bekannt ist für alle Proben der Reinheitsgrad; dieser beträgt 99,5% für die SiC und Al_2O_3 -Proben und 99,3% für den untersuchten Spinell.

Die folgende Tabelle (nach <VLA-59>, <LAN-55>, <QUI-84>, <BLU-88>, <HEI-90>) zeigt die im Zusammenhang mit der geplanten Verwendung wichtigsten thermischen und mechanischen Stoffwerte der drei Keramiken.

Material		Al_2O_3	SiC	MgAl_2O_4
T_{Schmelz}	[°C]	2000	2760	2115
Therm. Leitfähigkeit	[W / m K]	10 - 35	25 ¹ - 100	6 - 18
Wärmeausdehnung	[10 ⁻⁶ / K]	8	5	7
Dichte (bei RT)	[g / cm ³]	3.8	3.2	3.6
E-Modul (bei RT)	[10 ⁵ MPa]	3.5	3.3	2.7
Poissonzahl		0.22	0.16	0.26
Mittl. Biegebruchfestigkeit	[MPa]	200 - 400	300 - 500	150
Thermoschockparameter ²	[10 ³ W / m]	2 - 3	12 - 25	1

Tab. 1.3 Stoffwerte

¹ bei 20° - 1000° C, vergleiche auch <LEE-82>; eine deutliche Abnahme der Wärmeleitfähigkeit mit zunehmender Temperatur ist charakteristisch für viele Keramiken.

² Der Thermoschockparameter R'' zur Abschätzung des Widerstands gegen die Bildung thermischer Risse errechnet sich aus der Zugfestigkeit σ_B , der Wärmeleitfähigkeit k , der Poisson-Zahl ν , dem Elastizitätsmodul E und dem therm. Ausdehnungskoeffizienten α nach der Formel

$$R'' = \sigma_B * k * (1-\nu) / (E * \alpha) .$$

1.3 Lichtmikroskopische Untersuchungen und Korngrößen

Zur näheren Charakterisierung des Materialaufbaus wurden Proben der zu untersuchenden Werkstoffe poliert und zur Darstellung der Korngrenzen geätzt, dann im Lichtmikroskop fotografiert und die so entstandenen Bilder der Kornverteilung statistisch ausgewertet.

Die von metallischen Werkstoffen her bekannte Bedeutung der Korngröße für die mechanischen Eigenschaften ist bei Keramiken noch ausgeprägter. Nach Angaben von Heidinger <HEI-90> verdoppelt sich zum Beispiel die Biegebruchfestigkeit von Aluminiumoxid bei einer Verringerung der Korngröße von 9 auf 1 μm .

Eine weitere Bedeutung der Korngröße liegt in ihrer Rolle bei Diffusionsvorgängen in den Materialien (vgl. Kap. 7); bei den hier festgestellten relativ großen Körnern spielen alle von den Korngrenzen ausgehenden Einflüsse nur eine untergeordnete Rolle.

Die einzelnen keramischen Materialien lassen sich nur mit sehr unterschiedlichen Ätzverfahren präparieren (<BLU-88>, <GAU-91>); an einzelnen wurden auch mehrere Verfahren erprobt. Die in diesem Kapitel gezeigten Proben wurden nach den folgenden Verfahren behandelt:

Material	Verfahren	Dauer	Temperatur
Al_2O_3	"Thermische Ätzung"	4 h	1300° C an Luft
SiC	Ätzung in siedender "Murakami-Lösung" ¹	30 min	ca. 100° C
MgAl_2O_4	Ätzung in NaOH-Schmelze	45 min	ca. 320° C

Tab. 1.4 Ätzverfahren

Um die Einflüsse verfahrenstechnischer Fehler möglichst auszuschließen, erfolgte die statistische Auswertung der Korngrößen aller Materialien nach drei unterschiedlichen Verfahren, die im folgenden erklärt werden. Danach folgen die jeweiligen Ergebnisse.

¹ Murakami-Lösung:

60 ml H_2O dest.
10 g Natriumhydroxid-Plättchen
10 g Kaliumhexacyanoferrat (III)

1.3.1 Auswerteverfahren

1. Halbautomatische Flächenbestimmung:

Mit einem halbautomatischen Meßgerät MOP 123 der Firma Kontron wurde anhand vergrößerter Aufnahmen die ebene Größenverteilung (= Flächenverteilung) der Körner bestimmt.

Dazu wurden in einem zusammenhängenden Bereich der Schliifffläche insgesamt 200 bis 300 Körner ausgewertet. Die Meßwerte wurden, beginnend bei der jeweiligen Identifikationsgrenze von 0,2 bis 1 µm, in Flächen-Intervallen klassiert.

Um zu vermeiden, daß die größeren Klassen zu stark unterbesetzt sind, wurde eine geometrisch mit dem Modul $\sqrt{2}$ gestaffelte Klassenteilung gewählt. Vergleichbare Angaben über die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten von Meßwerten in einem bestimmten Intervall erhält man durch die Bestimmung der relativen Häufigkeit f_i :

$$f_i = \frac{100 \cdot z_i / l_i}{\sum_{i=1}^m z_i / l_i} \quad [\%] \quad (1.1)$$

mit: z_i = Anzahl der Meßwerte in einem Intervall

l_i = Intervallbreite der Kornflächen

m = Gesamtzahl der Intervalle

Die Ergebnisse sind jeweils in tabellarischer Form und als Histogramm zusammengefaßt.

2. Bestimmung der mittleren Kornfläche anhand des Kreisverfahrens:

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der mittleren Kornfläche ist durch das Kreisverfahren gegeben.

Dabei zeichnet man auf einem vergrößerten Photo der auszuwertenden Schliifffläche einen Kreis mit bekanntem Flächeninhalt F . Anschließend werden die im Kreisinneren liegenden Körner z und die von der Kreislinie geschnittenen Körner n gezählt. Die von der Kreislinie geschnittenen Körner werden mit dem Oertelschen Faktor 0,67 multipliziert, das heißt, 67% der geschnittenen Körner werden als im Kreisinneren liegend betrachtet.

Bei bekanntem Abbildungsmaßstab B ergibt sich die mittlere Kornfläche in der Schnittebene:

$$F_m = \frac{F_k \cdot 10^6}{(0,67n + z) \cdot B^2} \quad [\mu\text{m}^2] \quad (1.2)$$

mit: F_m = mittlere Kornfläche

F_k = Kreisfläche

Gegenüber der halbautomatischen Auswertung mit dem MOP, bei der die Fläche der einzelnen Körner durch Umranden mit dem Abtaststift ermittelt wird, ergibt sich bei der Bestimmung der mittleren Kornfläche nach dem Kreisverfahren in diesem Fall ein zusätzlicher Fehler.

Während sich nämlich die Kreisfläche beim Kreisverfahren sowohl aus der Fläche der Körner als auch aus der Fläche der Poren und Ausbrüche zusammensetzt, wird bei der Auswertung mit dem MOP die Gesamtfläche durch Aufsummieren der einzelnen Kornflächen gebildet.

Die Bildung des arithmetischen Mittels bei der halbautomatischen Auswertung ist somit genauer. Der Wert der mittleren Kornfläche liegt beim Kreisverfahren (am Beispiel Al_2O_3) um etwa 13% über dem Wert, der bei der Auswertung mit dem MOP ermittelt wurde.

3. Bestimmung der mittleren linearen Korngröße:

Von den in der Praxis benutzten Maßen für die Größe von Gefügebestandteilen hat die mittlere lineare Korngröße (Heynsche Korngröße, mittlerer Korndurchmesser) die größte Bedeutung.

Die Heynsche Korngröße ist ein aussagefähiger Kennwert und durch Anwendung des Durchmesserverfahrens leicht zu erfassen. Aufgrund der einfachen und genauen Messung wurde die mittlere lineare Korngröße als Korngrößenmaß in die internationalen Normen (z. B. ASTM E112-63) übernommen und ersetzt zunehmend andere Kennwerte.

Beim Durchmesserverfahren zeichnet man in das Schliffbild mehrere parallele Linien gleicher Länge. Man zählt die von den Linien vollständig geschnittenen Körner N , wobei das erste nur teilweise geschnittene mitgezählt, das letzte dafür zum Ausgleich weggelassen wird.

Die mittlere lineare Korngröße ergibt sich dann zu:

$$L_m = \frac{L_0 \cdot 10^3}{N \cdot B} \quad [\mu\text{m}] \quad (1.3)$$

mit: L_0 = Gesamtlänge der Meßlinien

B = Abbildungsmaßstab

Fehlerbetrachtung:

Bei der Ermittlung von mittlerer Kornfläche, mittlerer linearer Korngröße und Häufigkeitsverteilung beeinflussen eine Reihe von Fehlerquellen das ermittelte Ergebnis.

Auch wenn in den jeweiligen Abschnitten schon auf einige Fehlerquellen hingewiesen wurde, sollen im folgenden die wichtigsten Fehlerquellen nochmals angeführt werden.

1.) Identifikationsfehler durch:

- fehlerhafte Identifikation von Körnern aufgrund von Kratzern in der Schlieffläche,
- fehlende Identifikationsmöglichkeit für kleinste Körner ($< 0,2 - 1 \mu\text{m}$) aufgrund mangelnder Reflexionsunterschiede im betrachteten Gefüge,
- daraus resultierend: Fehlerhafte Identifikation, z. B. durch Zusammenfassen mehrerer kleiner Körner zu einem größeren.

2.) Verfahrensfehler durch:

- polierzeitabhängige Kantenabrundung an den Poren, wodurch diese größer, die umgebenden Körner somit kleiner erscheinen,
- Ausbrechen von Körnern und Kornteilen während der Probenpräparation. Es muß davon ausgegangen werden, daß die Neigung der Körner zum Ausbrechen aus der Schlieffläche größenabhängig ist, das heißt, größere Körner werden vom Schleifmittel leichter erfaßt und aus der Oberfläche herausgebrochen als kleinere.

3.) Meßfehler bei Bestimmung der Häufigkeitsverteilung durch:

- Ungenauigkeiten beim Nachzeichnen der Korngrenzen,
- Ungenauigkeiten beim Nachfahren der Korngrenzen mit dem Abtaststift bzw. dem Fadenkreuz.

4.) Fehler in den getroffenen Annahmen durch:

- falsche Annahme einer regellosen Gefügeanordnung,
- Vernachlässigung von Poren und Ausbrüchen beim Kreisverfahren und beim Durchmesserverfahren.

1.3.2 Ergebnisse

Für jedes Material folgen Bilder von nach den oben beschriebenen Verfahren geätzten Proben sowie die Ergebnisse der drei Auswerteverfahren.

Am Beispiel des Al_2O_3 (die größten Körner) wird das Prinzip der drei Auswerteverfahren mit Bildern verdeutlicht. Dabei ist auch sofort der Grund für die unterschiedlichen Ergebnisse der verschiedenen Verfahren zu erkennen. Die bei der MOP-Auswertung nicht berücksichtigten, weil undeutlich abgegrenzten, Flächen können bei den geometrischen Verfahren nicht vollständig ausgegrenzt werden.

Auswertung von Siliziumkarbid:

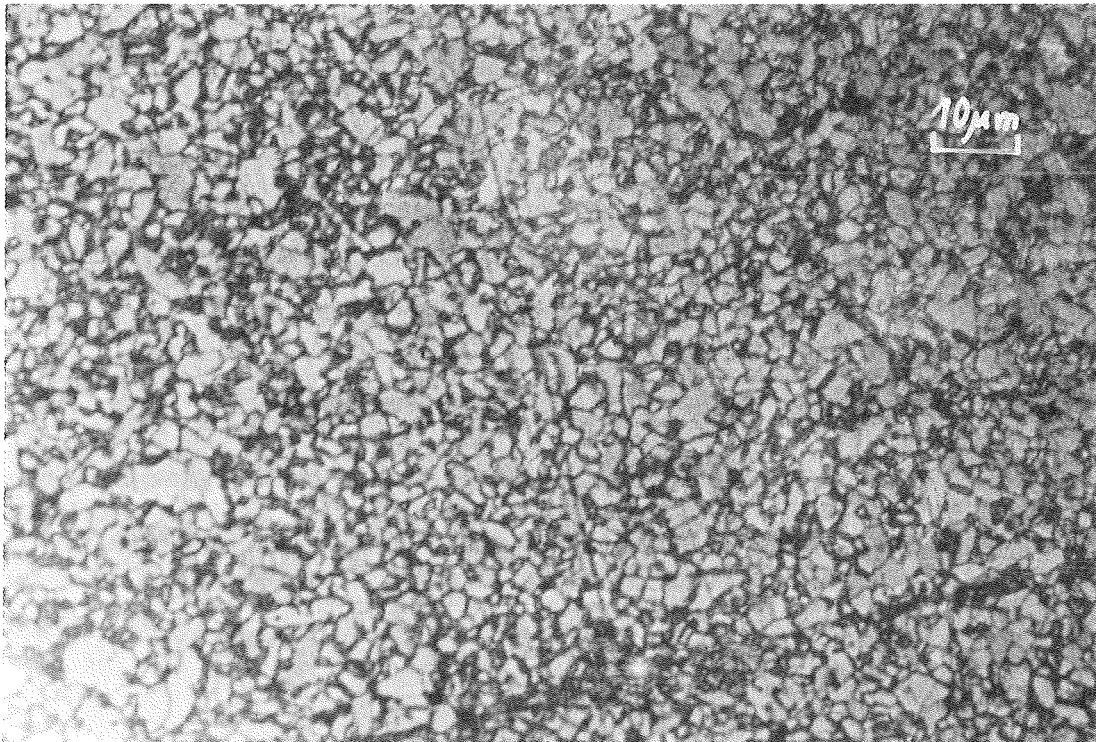


Abb. 1.1 Siliziumkarbid, geätzte Oberfläche

Ergebnisse der halbautomatischen Auswertung:

Klassenzahl i	Klassenbreite Δi [μm^2]	Kornzahl z_i	rel. Häufigkeit f_i [%]
1	0,12 - 0,17	7	24,01
2	0,17 - 0,25	3	7,27
3	0,25 - 0,35	7	12,72
4	0,35 - 0,5	8	9,69
5	0,5 - 0,7	12	10,91
6	0,7 - 1,0	12	7,27
7	1,0 - 1,43	18	7,70
8	1,43 - 2,0	26	8,22
9	2,0 - 2,83	25	5,51
10	2,83 - 4,0	24	3,71
11	4,0 - 5,65	10	1,10
12	5,65 - 8,0	14	1,08
13	8,0 - 11,3	9	0,49
14	11,3 - 16,0	8	0,31

Tab. 1.5 Siliziumkarbid, Besetzung der Kornflächenklassen

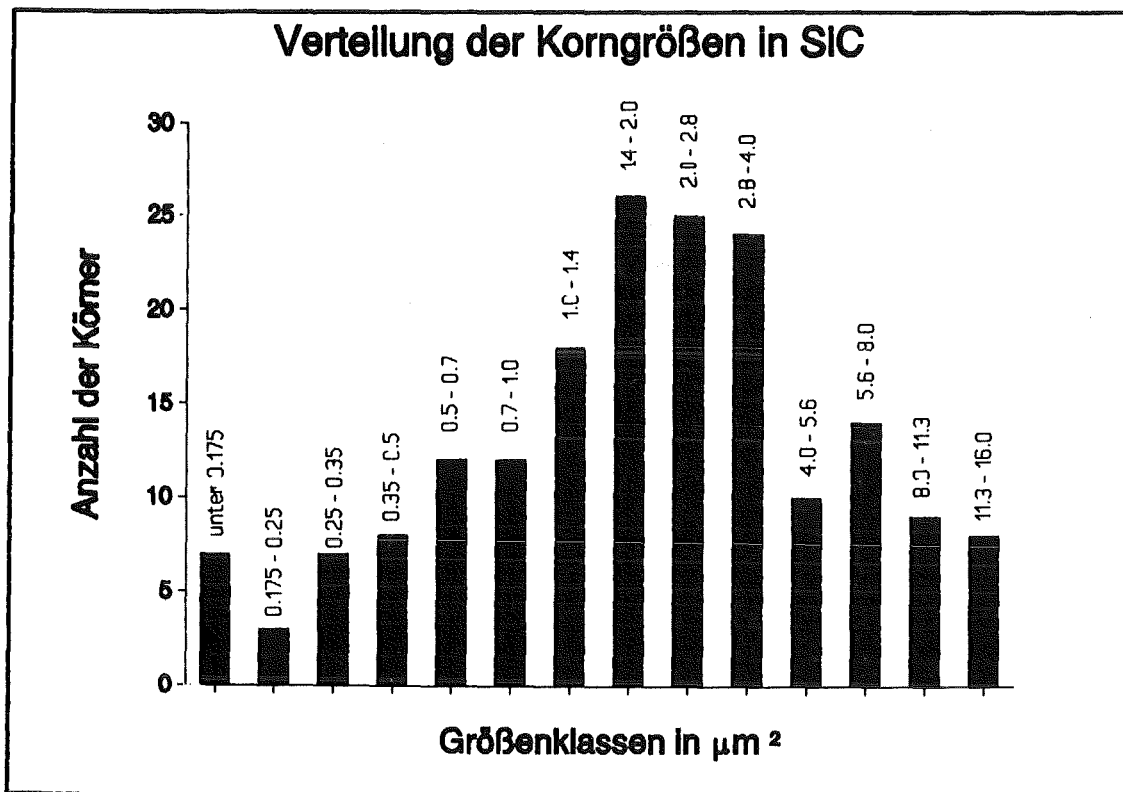


Abb. 1.2 Siliziumkarbid, Verteilung der Korngrößen

Der Mittelwert der Kornflächen liegt nach diesem Verfahren bei $3,25 \mu\text{m}^2$. Die anderen Verfahren ergeben leicht unterschiedliche Werte:

Ergebnisse des Kreisverfahrens:

Mit einem Kreis von $d = 35 \text{ mm}$ wurden auf einem Bild im Maßstab 1:2000 59 Körner umfaßt und 28 Körner geschnitten. Daraus folgt eine mittlere Kornfläche von $3,1 \mu\text{m}^2$

Ergebnisse des Linienverfahrens:

Die Gesamtlänge L der eingezeichneten Meßlinien beträgt 350 mm . Insgesamt wurden $N = 72$ geschnittene Körner gezählt.

Der mittlere lineare Durchmesser L beträgt $2,4 \mu\text{m}$ (Abbildungsmaßstab: $B = 2030$).

Das entspricht (mit angenommen runden Körnern) einer Fläche von $4,50 \mu\text{m}^2$.

Auswertung von Aluminiumoxid:

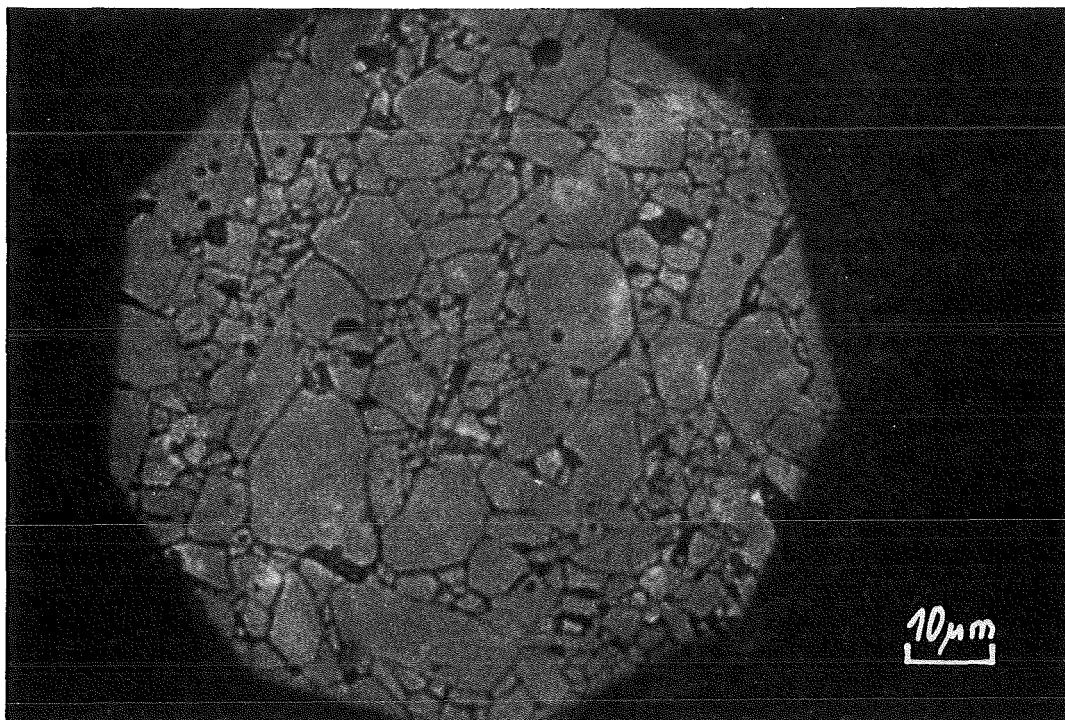


Abb. 1.3 Aluminiumoxid, geätzte Oberfläche

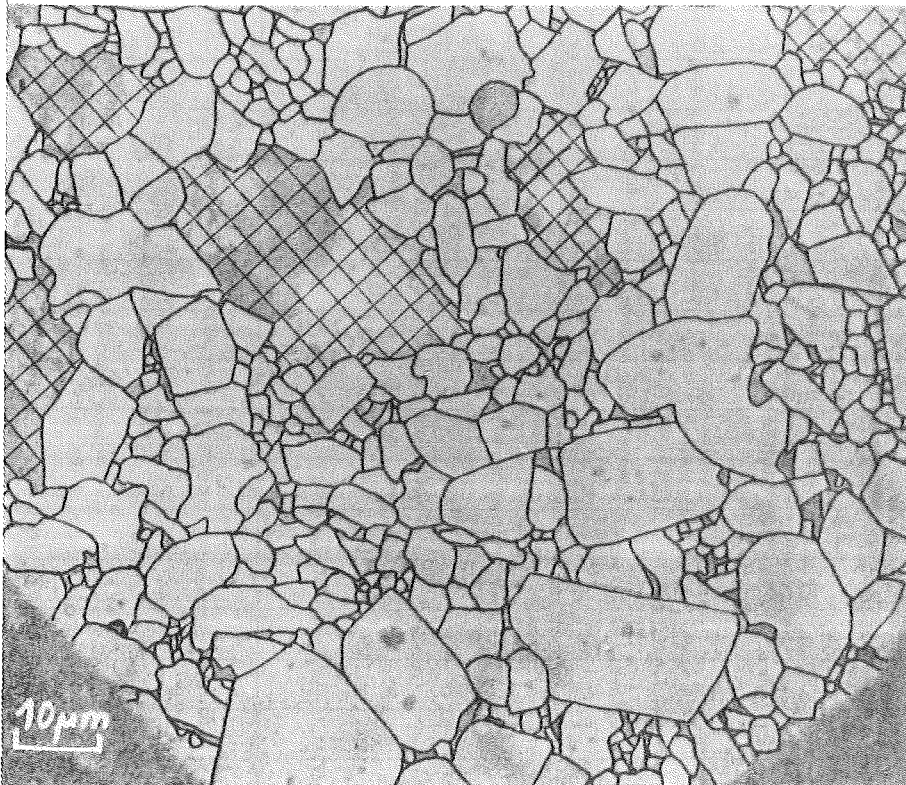


Abb. 1.4 Aluminiumoxid, für die MOP-Auswertung identifizierte Körner

Wie auf diesem Bild sehr gut zu erkennen ist, erlaubt die halbautomatische Auswertung der Kornflächengrößen eine individuelle Betrachtung der einzelnen Körner und die Ausgrenzung undeutlich angeätzter und daher nur unsicher einzelnen Körnern zuzuordnender Gebiete. Derartige Gebiete sind im Bild durch karierte Flächen dargestellt.

Ergebnisse der halbautomatischen Auswertung:

Schon auf dem obigen Bild ist zu erkennen, daß die Größe der Kornflächen bei Aluminiumoxid sehr unterschiedlich ist. Die Spannweite der Flächen reicht von 1 bis 300 μm^2 und es kann angenommen werden, daß die nicht auswertbaren Flächen durch Ausbrechen noch größerer Körner entstanden sind. Die untenstehende Tabelle zeigt die Verteilung der Korngrößen; die Betonung der unteren Größenklassen in der Abbildung darunter ist die Folge der zugrundeliegenden Berechnung, bei der die einzelnen Intervallbreiten berücksichtigt werden. Da bei Aluminiumoxid die besten Polier- und Ätzergebnisse erreicht wurden, sind für diesen Werkstoff alle Auswerteverfahren anhand von Bildern dargestellt.

Klassenzahl i	Klassenbreite Δi [μm^2]	Kornzahl z_i	rel. Häufigkeit f_i [%]
1	1,0 - 1,43	13	16,72
2	1,43 - 2,0	25	21,44
3	2,0 - 2,83	25	16,08
4	2,83 - 4,0	38	16,29
5	4,0 - 5,65	39	11,80
6	5,65 - 8,0	35	7,83
7	8,0 - 11,3	28	4,37
8	11,3 - 16,0	16	1,75
9	16 - 22,6	20	1,56
10	22,6 - 32	17	0,93
11	32 - 45,3	19	0,74
12	45,3 - 64	9	0,25
13	64 - 90,5	9	0,175
14	90,5 - 128	1	0,014
15	128 - 181	4	0,039
16	181 - 256	1	0,007
17	256 - 362	1	0,005

Tab. 1.6 Aluminiumoxid, Besetzung der Kornflächenklassen

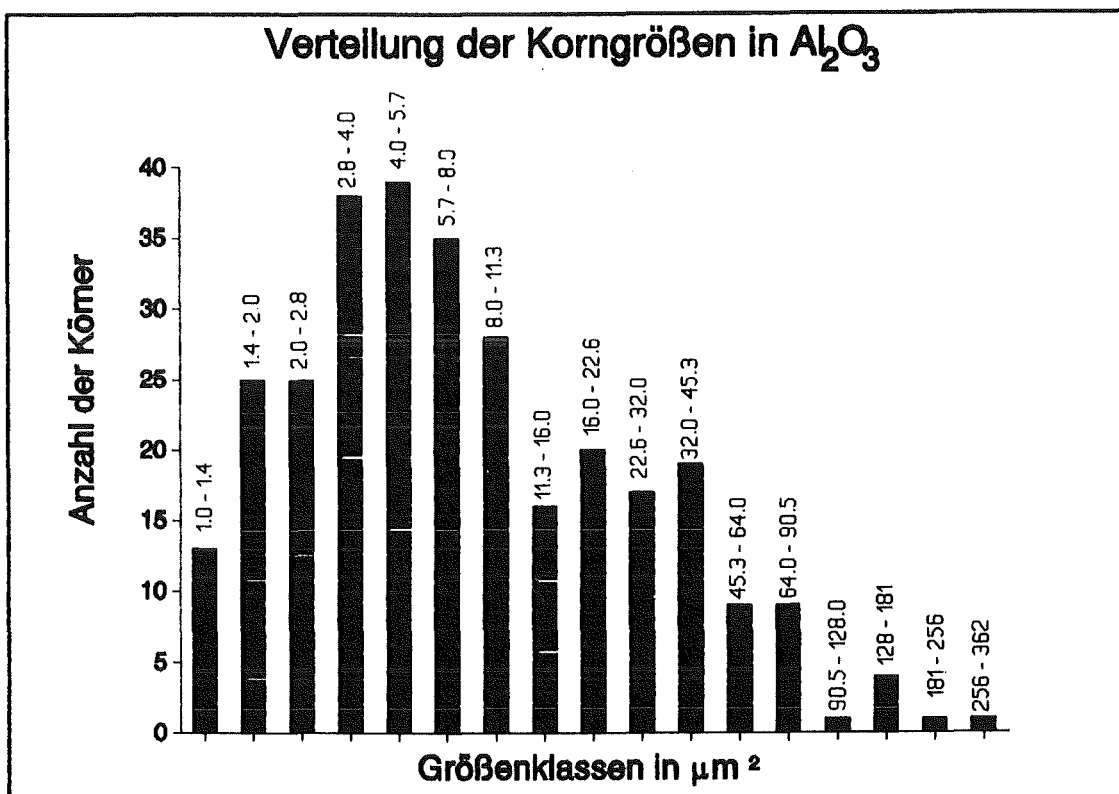


Abb. 1.5 Aluminiumoxid, Verteilung der Korngrößen

Der Mittelwert der Kornflächen liegt nach diesem Verfahren bei $17.3 \mu\text{m}^2$.

Ergebnisse des Kreisverfahrens:

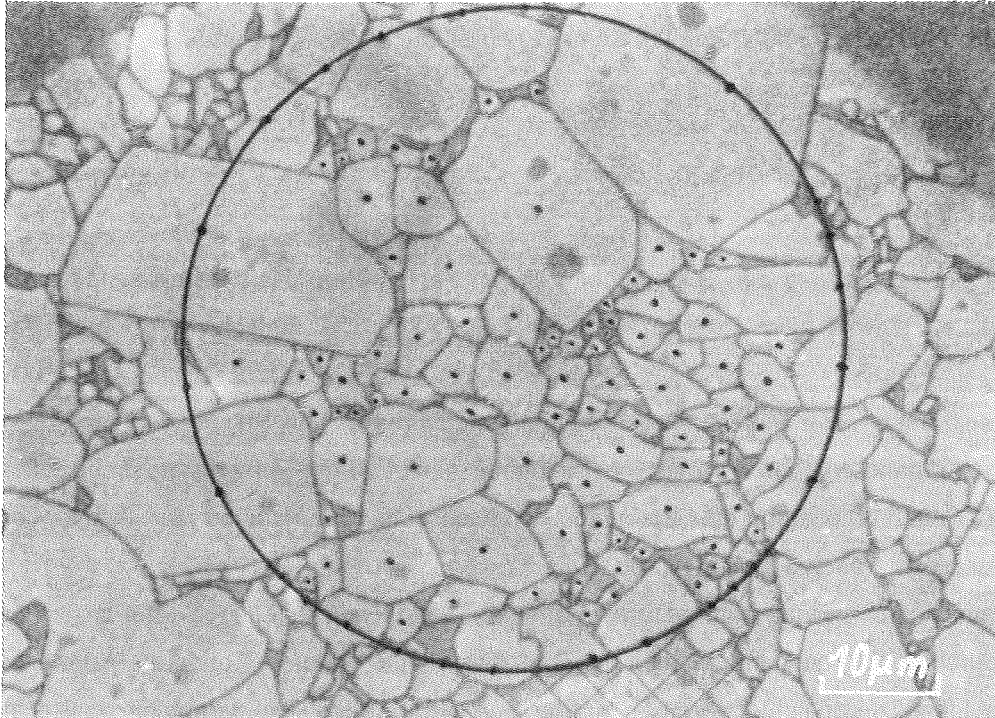


Abb. 1.6 Aluminiumoxid, Bestimmung der mittleren Kornquerschnittsfläche nach dem Kreisverfahren

Mit einem Kreis von $d = 88 \text{ mm}$ auf einem Bild im Maßstab 1:1720 wurden 90 Körner umfaßt und 29 Körner geschnitten. Daraus folgt eine mittlere Kornfläche von $18,8 \mu\text{m}^2$

Ergebnisse des Linienverfahrens:

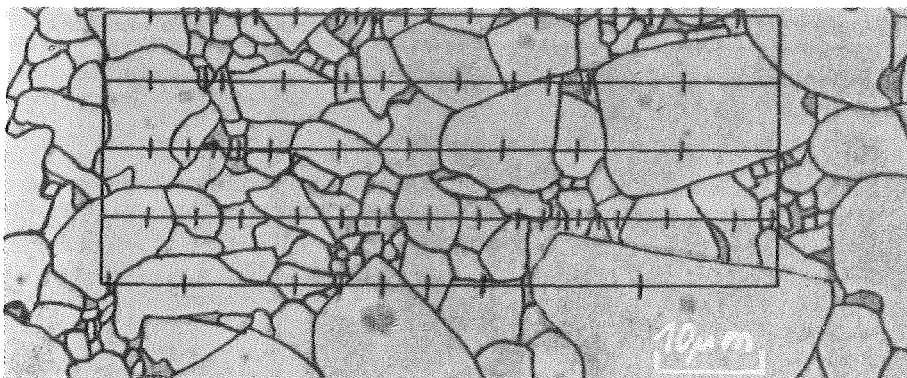


Abb. 1.7 Aluminiumoxid, Bestimmung der mittleren linearen Korngröße nach dem Durchmesserverfahren

Die Gesamtlänge L der eingezeichneten Meßlinien beträgt 500mm. Insgesamt wurden $N = 57$ geschnittene Körner gezählt.

Nach Formel (1.3) ergibt sich unter Vernachlässigung von Poren und Ausbrüchen der mittlere lineare Durchmesser L zu $5,1 \mu\text{m}$.

Das entspricht (mit angenommen runden Körnern) einer Fläche von $20,4 \mu\text{m}^2$.

Auswertung bei Spinell:

Die quantitative Auswertung der Spinellproben ist mit der größten Unsicherheit behaftet, da dieser Werkstoff sowohl beim Polieren als auch beim Ätzen die schlechtesten Ergebnisse brachte.

Es gelang auch nach einer Vielzahl verschiedener Versuche nie, eine Spinelloberfläche ganz kratzerfrei zu präparieren; dies war mit Sicherheit ein Problem der im Prinzip stets provisorisch gebliebenen Poliervorrichtung, die aus einer handelsüblichen Einrichtung zur Präparation eingebetteter Metallproben adaptiert wurde.

Die Korngrenzenätzung wurde nach mehreren anderen Ansätzen schließlich in einer basischen Schmelze durchgeführt; auch hier bleiben die Ergebnisse hinter denen der anderen Materialien zurück. Die Identifizierung der einzelnen Körner auf vergrößerten Photographien mußte im ständigen Vergleich mit dem Bild der selben Fläche im Mikroskop erfolgen, da einerseits die Erkennbarkeit direkt im Mikroskop besser ist, andererseits das Fokussieren auf eventuell vertiefte Abschnitte die Identifikation erleichtert.

Die Auswertung erlaubt jedoch einen Vergleich der Korngrößen.

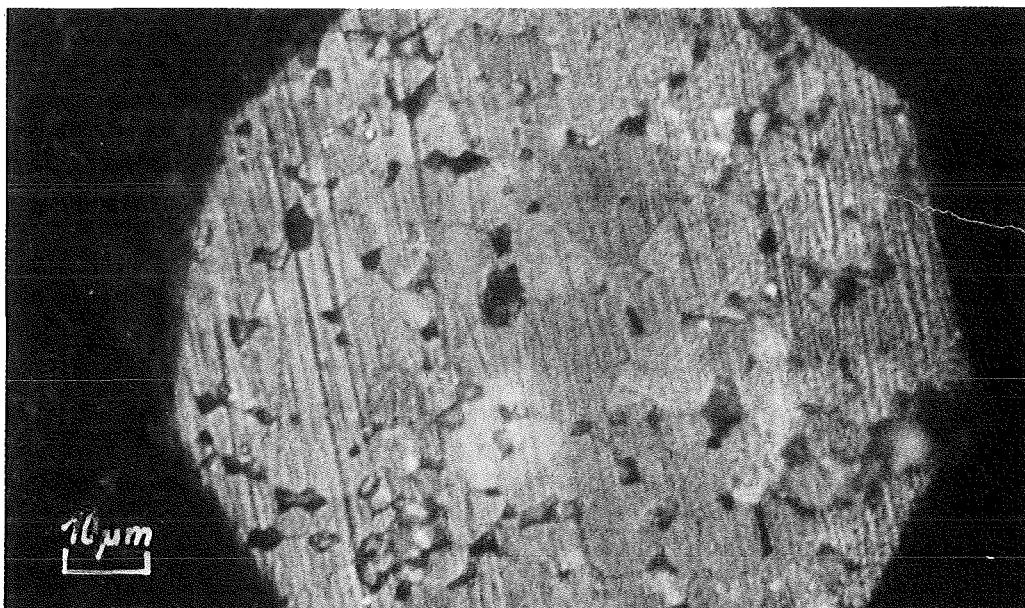


Abb. 1.8 Spinell, geätzte Oberfläche

Ergebnisse der halbautomatischen Auswertung:

Klassenzahl i	Klassenbreite Δi [μm^2]	Kornzahl z_i	rel. Häufigkeit f_i [%]
1	1,0 - 1,43	2	6,55
2	1,43 - 2,0	5	10,92
3	2,0 - 2,83	1	1,64
4	2,83 - 4,0	10	10,92
5	4,0 - 5,65	18	13,86
6	5,65 - 8,0	30	17,09
7	8,0 - 11,3	33	13,10
8	11,3 - 16,0	38	10,59
9	16 - 22,6	34	6,75
10	22,6 - 32	34	4,74
11	32 - 45,3	31	3,05
12	45,3 - 64	18	1,26
13	64 - 90,5	11	0,54
14	90,5 - 128	3	0,105
15	128 - 181	3	0,074
16	181 - 256	1	0,017

Tab. 1.7 Spinell, Besetzung der Kornflächenklassen

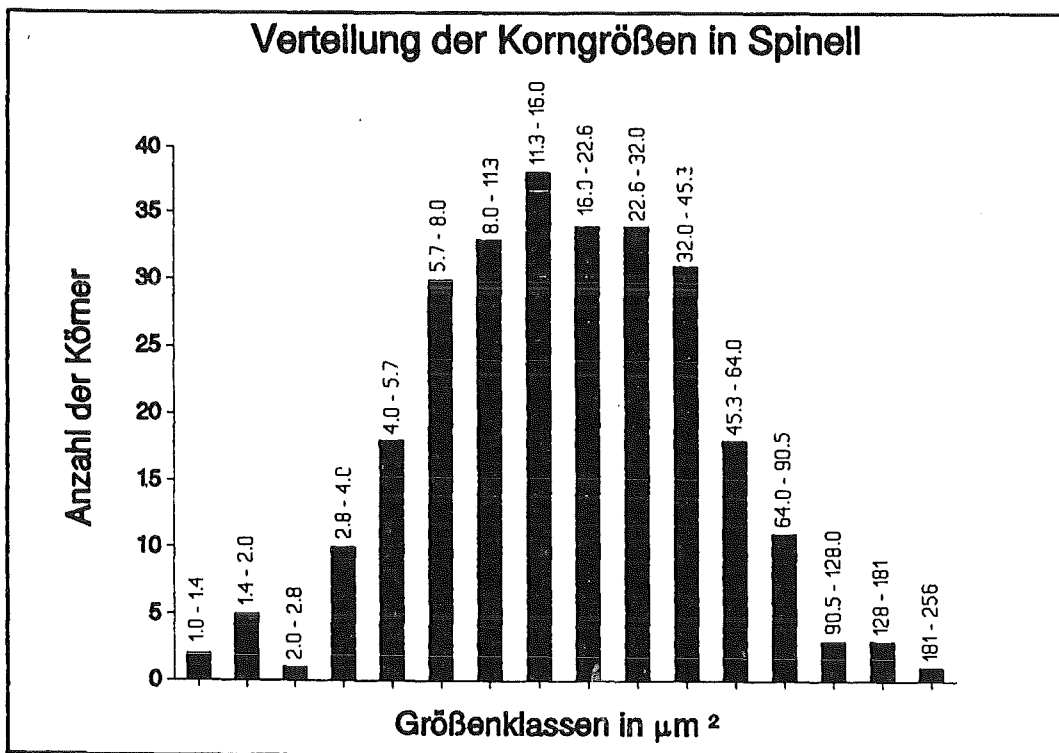


Abb. 1.9 Spinell, Verteilung der Korngrößen

Der Mittelwert der Kornflächen liegt nach diesem Verfahren bei $25 \mu\text{m}^2$.

Ergebnisse des Kreisverfahrens:

Mit einem Kreis von $d = 73 \text{ mm}$ wurden auf einem Bild im Maßstab 1:1600 51 Körner umfaßt und 30 Körner geschnitten. daraus folgt eine mittlere Kornfläche von $24,9 \mu\text{m}^2$

Ergebnisse des Linienvfahrens:

Die Gesamtlänge L der eingezeichneten Meßlinien beträgt 1280 mm . Insgesamt wurden $N = 170$ geschnittene Körner gezählt.

Der mittlere lineare Durchmesser L beträgt $4,7 \mu\text{m}$ (Abbildungsmaßstab: $B = 1600$).

Das entspricht (mit angenommen runden Körnern) einer Fläche von $17,34 \mu\text{m}^2$.

Die folgende Tabelle faßt die wichtigsten Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen zusammen. Die auffälligen Unterschiede der Ergebnisse des Linienvfahrens und des MOP-Verfahrens bei Aluminiumoxid und Spinell resultieren aus den oben geschilderten Einflüssen der schweridentifizierbaren Flächenanteile. Die Klassenanzahl gibt einen Hinweis auf die Spannweite der Korngrößen. Allen Werkstoffen gemeinsam ist, daß die Körner sehr viel größer sind als die in Kapitel 7 errechneten Diffusionslängen, was Auswirkungen auf die Funktion von Korngrenzen als Senken von Defekten hat.. Die in den Oxiden vorkommenden einzelnen extrem großen Körner illustrieren das Problem der Standardisierung derartiger Werkstoffe.

Material	SiC	Al_2O_3	MgAl_2O_4
mittl. Durchmesser nach dem Linienvfahren [μm]	2,4	5,1	4,7
mittl. Kornfläche nach dem MOP - Verfahren [μm^2]	3,25	17,3	25
Klassenanzahl beim MOP - Verfahren	14	17	16

Tab. 1.8 Vergleich der Korngrößen

1.4 Kristallographischer Aufbau und Voraussetzungen für die Elektronenmikroskopie

1.4.1 Grundsätzliche kristallographische Daten

Voraussetzung für die Arbeit mit dem Transmissionselektronenmikroskop ist die Kenntnis des kristallographischen Aufbaus des zu untersuchenden Materials. Diese Kenntnis ermöglicht im Vergleich der bekannten mit den beobachteten Daten die Zuordnung einzelner Körner zu bestimmten Orientierungen, die Identifikation matrixfremder Einlagerungen und die nähere Bestimmung von Gitterstörungen.

Als Grundlage für die im Lauf dieser Arbeit erforderlichen Betrachtungen, Berechnungen und insbesondere die Auswertung der elektronenmikroskopischen Beugungsbilder sind daher die folgenden einfachen kristallographischen Charakterisierungen der betrachteten Materialien aufgeführt. Die Richtigkeit dieser Zuordnungen wurde während der Untersuchungen immer wieder stichprobenartig überprüft.

SiC:

Dieser Werkstoff kann in mehreren Modifikationen auftreten. In den untersuchten Materialproben wurde mit Hilfe von Elektronenbeugungsbildern jedoch ausschließlich die folgende identifiziert:

α -II-SiC, Struktur hexagonal primitiv mit $a = 3,074 \text{ \AA}$, $c = 15,08 \text{ \AA}$

Bei SiC konnten sowohl in bestrahltem wie auch in unbestrahltem Material Netzebenenabbildungen von den Basisebenen gemacht werden.

Die Bilder 1.10 und 1.11 sind jeweils im Maßstab 1 : 600.000 vergrößert und mit unter Berücksichtigung der Strahldrehung ausgerichteten Beugungsbildern derselben Körner kombiniert.

Al_2O_3 :

Unter den bei den Untersuchungen herrschenden Bedingungen (Raumtemperatur, Atmosphärendruck, praktisch reines Material) existiert nur eine Modifikation, die auch in den Elektronenbeugungsbildern so identifiziert werden konnte:

α - Al_2O_3 , Struktur hexagonal dichtgepackt mit $a = 4,77 \text{ \AA}$, $c = 13,04 \text{ \AA}$

MgAl_2O_4 :

Dieses Material kann in vereinfachter Form so charakterisiert werden:

MgAl_2O_4 , Struktur kubisch flächenzentriert, $a = 8,09 \text{ \AA}$

Dieser im Vergleich zu den hexagonalen Kristallen einfache Aufbau erleichtert Untersuchungen mit Hilfe der Elektronenbeugung.

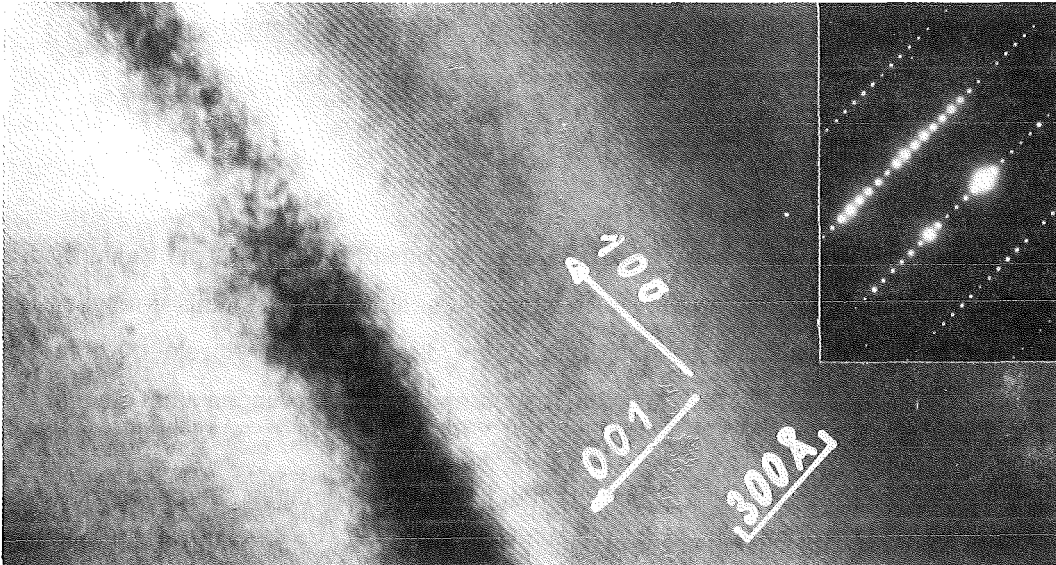


Abb. 1.10 Siliziumkarbid unbestrahlt, Netzebenenabbildung, ($z = (010)$)

Auf diesem Bild ist der Kontrast der c - (Basis) Ebenen des Kristalls zu erkennen. In der eingezeichneten Distanz von 300 \AA finden sich 20 Streifen; das entspricht einem Abstand der Ebenen von etwa 15 \AA . Die Abbildung des reziproken Gitters in der oben rechts montierten Beugungsaufnahme zeigt die den großen Ebenenabständen entsprechenden kleinen Punktabstände in derselben Richtung. (Ein Punkt im reziproken Gitter entspricht einer Ebene im realen Gitter; Abstände sind invertiert; eine ausführliche Darstellung geben <HEI-70>, <EDI-75>.)

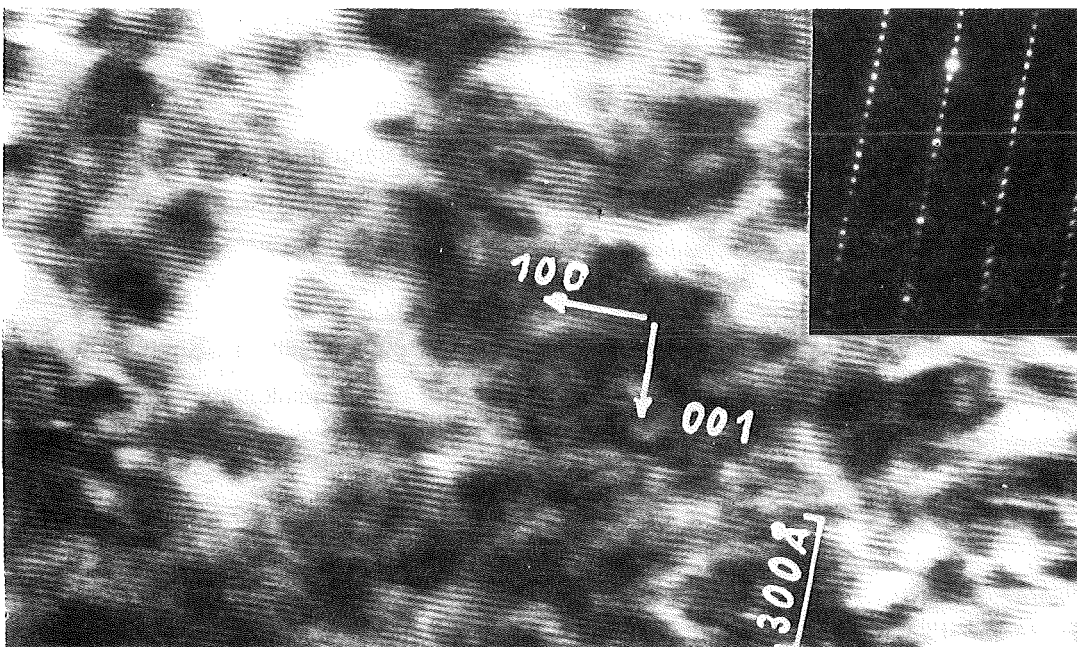


Abb. 1.11 Siliziumkarbid implantiert mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 600°C , Netzebenenabbildung, ($z = (010)$), die Darstellung entspricht der obigen; der Verlauf der Streifen ist durch den Kontrast der Gitterstörungen etwas beeinträchtigt.

1.4.2 Elektronenmikroskopische Untersuchung unbestrahlten Materials

Bei der Untersuchung unbestrahlter Materialproben mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (vgl. Kap. 2 zur Präparation und Kap. 5 zur Auswertung) wurde festgestellt, daß die Keramiken vor der Implantation weitgehend frei von Gitterstörungen aller Art sind. Auf den entsprechenden Bildern sind die Korngrenzen sehr gut zu erkennen - hier sind natürlich noch weitaus kleinere Körner identifizierbar als in der Lichtmikroskopie - und anhand der zugehörigen Beugungsbilder nach ihrer Orientierung zu klassifizieren, Ausscheidungen und Versetzungen oder Loops tauchen jedoch fast nie auf.

Die folgende Abbildungen zeigt das charakteristische Erscheinungsbild ungeschädigter Proben am Beispiel von Siliziumkarbid. Bilder der anderen Materialien sehen bis auf die Korngröße entsprechend aus.

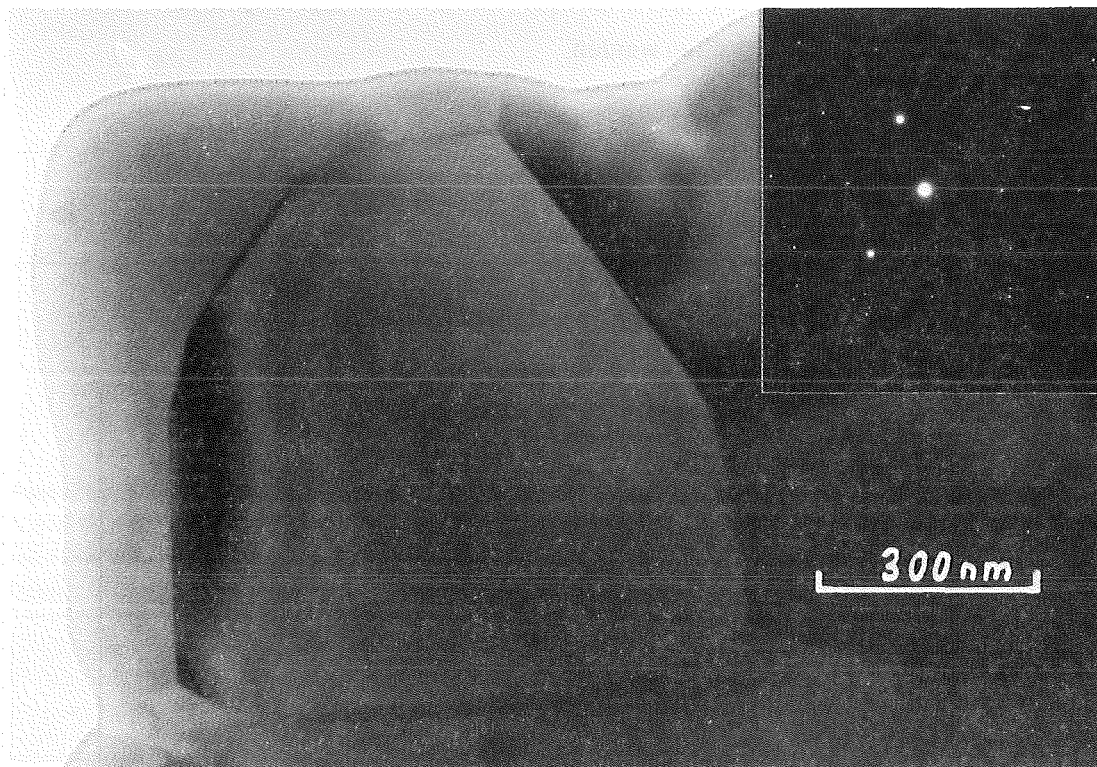


Abb. 1.12 Siliziumkarbid (unbestrahlte Probe)

2 Präparation keramischer Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Betrachtung mit Hilfe eines Transmissionselektronenmikroskops müssen Proben der zu untersuchenden Materialien so präpariert werden, daß sie vom Elektronenstrahl durchdrungen werden können. Dazu müssen derartige Proben zumindest stellenweise eine Dicke von weniger als $0,2 \mu\text{m}$ aufweisen. (Dieser Wert ist material- und gerätespezifisch; die genannte Zahl gilt für die hier behandelten Keramiken bei einer Mikroskopspannung von 100 kV .)

Im Gegensatz zu Metallen, insbesondere zu Stählen, sind keramische Werkstoffe nicht elektrochemisch (da nichtleitend) und nur sehr schwer und sehr begrenzt chemisch zu polieren (s. Kap. 2.3 und <SAT-89>, <SAT-90>). Es wird daher zur Präparation dieser Werkstoffe der Sputterabtrag eines schräg auftreffenden Ionenstrahls verwendet.

Die Probleme der Präparation keramischen Materials für das TEM resultieren aus der Eigenart der Argon-Ionen-Dünnung und der schmalen Zone implantierter Ionen.

Bei Aluminiumoxid zum Beispiel beträgt die mittlere Eindringtiefe von 200 KeV Heliumionen $0,69 \mu\text{m}$ bei einem Stragging von $0,0841 \mu\text{m}$ (s. Abb. 2.1 und Kap 4.1). Diese schmale Zone muß bei der Zielpräparation getroffen werden.

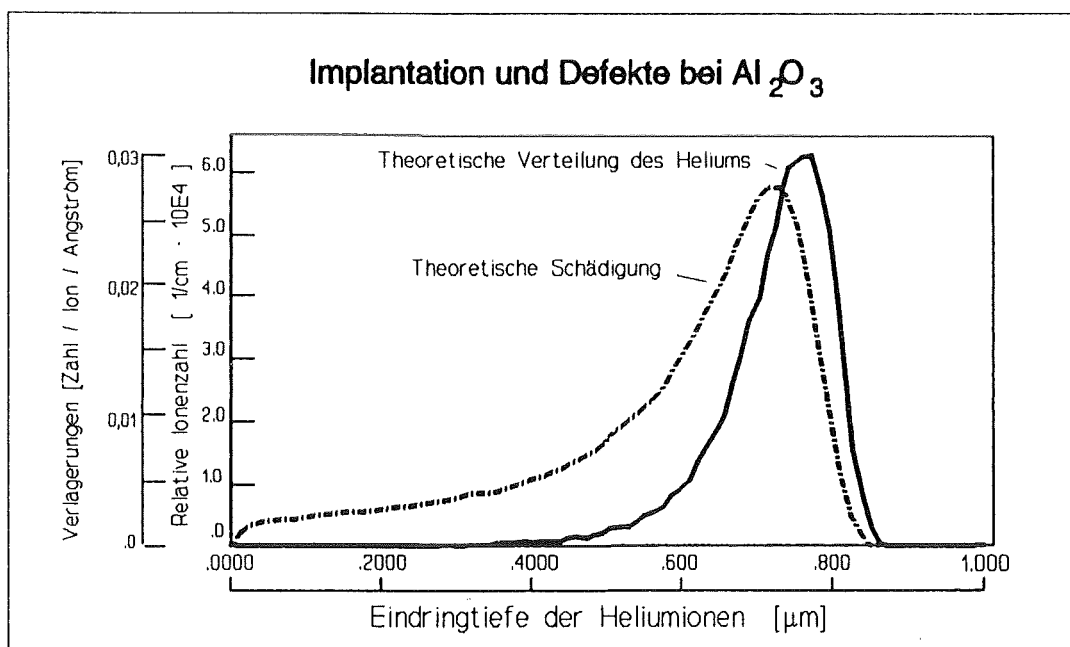


Abb. 2.1 Die in die zu untersuchenden Proben implantierten Heliumionen sowie die bei der Implantation verursachte Schädigung sind in einer schmalen Zone gelegen. (vgl. Kap. 4)

Bei der Ionendünnung wird eine auf etwa 20 - 50 μm Dicke vorpräparierte Folie unter z.B. 20° Einfallswinkel mit Argonionen von 3-6 keV beschossen und so Material abgetragen, bis Löcher sichtbar werden. Im Gegensatz zur elektrochemischen Dünnung von Metallen ist die Abtragsrate bei diesem Verfahren nur sehr schwer reproduzierbar.

Damit wird die klassische Methode der Zielpräparation in die geschädigte Zone in Frage gestellt, da es einer ständigen Kontrolle jeder einzelnen Probe mit Hilfe eines Interferometers bedürfte, um die tatsächliche Abtragstiefe genau zu ermitteln.

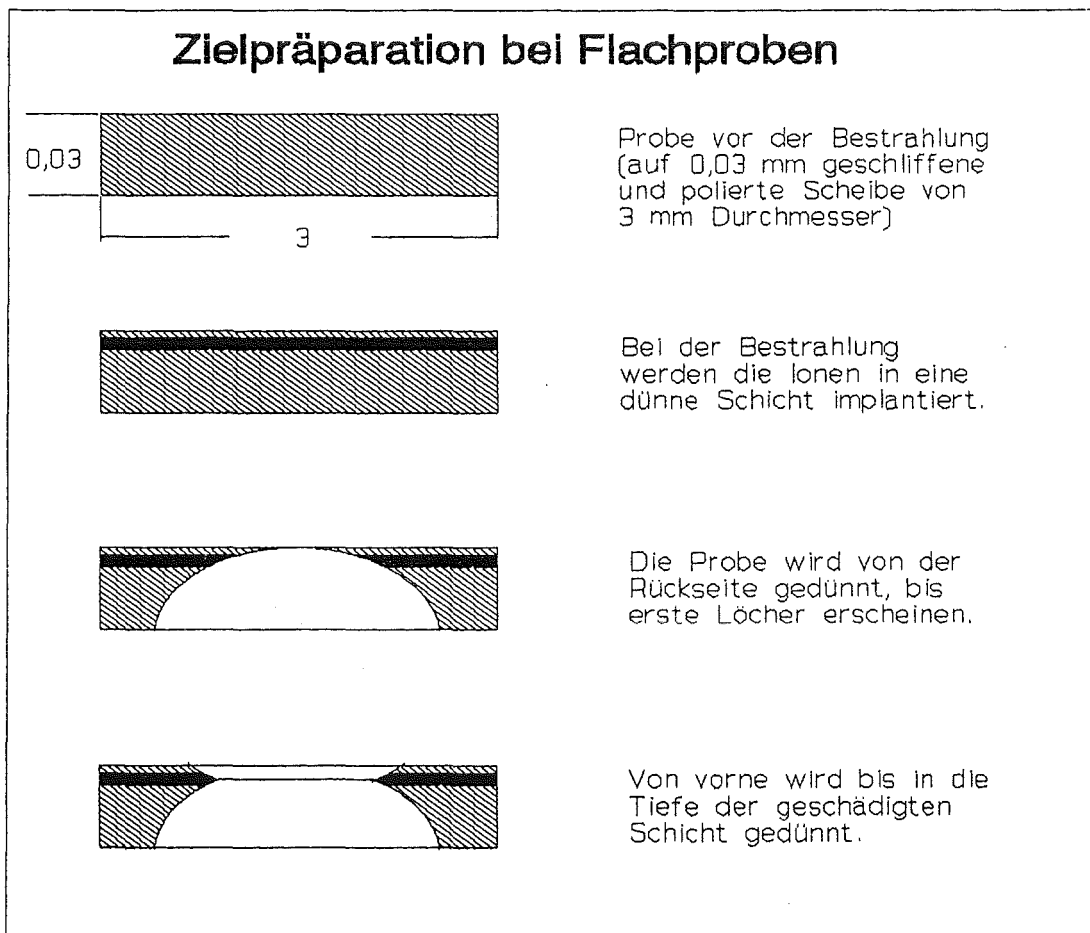


Abb. 2.2 Prinzip der Zielpräparation

Problematisch ist die im untersten Bild dargestellte Dünnung von vorne, da hier ein zu langes Dünnen die interessierende Schicht ganz abtragen kann. (vgl. Kap.4.4 zum Abtragsverhalten der Ionendünnung)

Um die bei dieser Methode auftretenden Probleme zu umgehen wurde ein alternatives Verfahren der Sandwichpräparation von keramischen Materialien entwickelt und erprobt. (Ein vergleichbares, im Aufbau der fertigen Proben etwas einfacheres, Verfahren wird von Sklad (<SKL-85>) beschrieben. Weitere, ungleich kompliziertere Ansätze, teils mit mehreren bestrahlten Plättchen, teils mit unbestrahlten Gegenstücken, alle mit wesentlich höherem apparativen Aufwand, finden sich bei <NAK-91> und <ZIN-91,92>. Die nach diesen Verfahren erstellten Proben wären jedoch alle nicht für die Handhabung mit der hier zur Verfügung stehenden einfachen Ausrüstung geeignet.)

In diesem Kapitel werden die den beiden Verfahren gemeinsame Vorpräparation, die Fertigpräparation mit Hilfe der Ionendünnung sowie deren Funktionsweise und abschließend weitere alternative Präparationsmethoden erklärt.

2.1 Herstellung und Verarbeitung der Proben

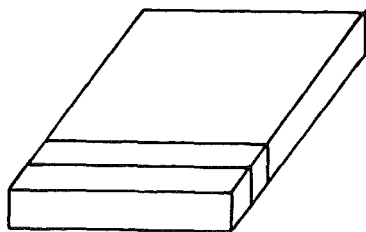
2.1.1 Präparation klassischer Flachproben

Das übliche Verfahren der Präparation keramischer Materialien für die Transmissionselektronenmikroskopie sieht im Prinzip so aus:

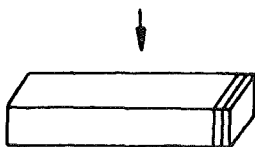
Von einer Keramikplatte werden mit Hilfe einer langsamlaufenden Diamantsäge Stäbe von mindestens 4 x 4 mm Querschnitt, von diesen dünne Scheibchen abgeschnitten. Diese Scheibchen von ca. 0,3 mm Stärke werden mit Diamantschleifmitteln auf etwa 20 - 50 µm Dicke geschliffen, wobei der Durchmesser auf weniger als 3 mm abnimmt, auf Kupfernetzchen von 3 mm Durchmesser aufgebracht, in diesem Zustand dann bestrahlt und darauf mit Argonionen von der nicht bestrahlten Seite her einseitig auf eine vom TEM durchstrahlbare Dicke gedünnt. Die bestrahlte Seite wird danach nur um den Betrag der Eindringtiefe der implantierten Ionen abgetragen. Dadurch liegt der Rand der entstehenden Löcher im Bereich der maximalen Implantation (vgl. Kap. 4).

In der folgenden Abbildung ist der Ablauf dieser Präparationsmethode schematisch dargestellt.

Präparation flacher Keramikproben nach dem konventionellen Verfahren



Von einer Keramikplatte werden
Stäbe abgesägt.



Von den Stäben werden 0,3 mm dicke
Scheibchen abgeschnitten.



Vordünnung:
Die Scheiben werden auf 0,03 mm
Dicke abgeschliffen



Bestrahlung:
Die Scheiben werden in Kupfernetz-
chen eingeklebt und in dieser Form
mit Helium implantiert.



Enddünnung:
Die bestrahlten Scheiben werden in
einer Ionendünnungsanlage mit 5kV
Argon-Ionen beschossen, bis um die
entstehenden Löcher eine mit dem
Elektronenmikroskop durchstrahl-
bare Zone entsteht.

Abb. 2.3 Schematische Darstellung der Präparation von
Flachproben

2.1.2 Präparation von Sandwichproben

Das alternative Verfahren der Präparation von Sandwichproben läuft dagegen so ab:

Von einer Keramikplatte werden mit Hilfe einer langsamlaufenden Diamantsäge Stäbe, von diesen dünne Scheibchen (etwa 0,5mm dick) abgeschnitten; diese werden bestrahlt und dann zu mehreren mit Glas zu einem Sandwich verklebt. Als Klebstoff dient heiß aushärtendes Epoxidharz. Dieser Sandwich wird wiederum quer zu seinen ursprünglichen Lagen und somit längs zur Strahlrichtung zersägt und die so entstandenen Scheibchen auf ca. 50µm Dicke geschliffen, in Kupfernetzchen verpackt und beidseitig mit Schlitzblenden beklebt. Diese Verklebungen werden wegen der Empfindlichkeit der Proben mit stark in Aceton verdünntem Klebstoff ausgeführt. Die Schlitzblenden schützen den größten Teil der Probe in der Ionendünnung und verbessern dadurch die mechanische Stabilität. Außerdem wird so der wichtigste Bereich um die bestrahlten Kanten bevorzugt gedünnt. Die Kupfernetzchen dienen ebenfalls zur Verbesserung der Stabilität der fertigen Probe. Die Ränder der unter den weggedünnten Kupferstegen stehendenbleibenden dickeren Keramikzonen bilden außerdem in jeder Probe mehrere Übergangsbereiche durchstrahlbarer Dicke. Auch dies unterscheidet die so hergestellten Proben von vergleichbaren anderer Versuche (z.B. <SKL-85>).

Vorteil dieser Methode ist ein Querschnitt durch das bestrahlte Material, damit Unabhängigkeit von der Präzision der Ionendünnung und gleichzeitig eine experimentelle Aussage zur Eindringtiefe. Voraussetzung ist allerdings eine dünne Zone an der richtigen Stelle des Sandwichs, nämlich auf der Strahlseite der Keramikschicht. Dies erfordert eine gewisse Beaufsichtigung des Dünnvorgangs.

In der folgenden zweiseitigen Abbildung ist der Ablauf dieser Präparationsmethode schematisch dargestellt.

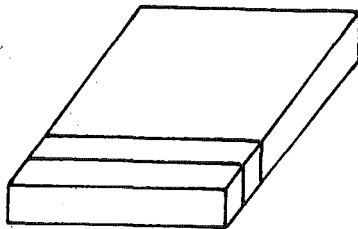
Im Verlauf der Arbeit wurden Proben nach beiden Verfahren hergestellt, bestrahlt und ausgewertet.

Das Abtrennen der rohen Scheiben mit der Diamantsäge ermöglicht Dicken bis hinunter zu 100 µm, sichere Wiederholbarkeit bei etwa 300 µm.

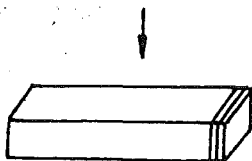
Das Schleifen dieser Scheiben erfolgt mit Diamantpulver der Körnungen 45 und 6 µm; bei den flachen Proben ist mit Hilfe eines speziellen Probenträgers eine Dicke von etwa 15 - 20 µm erreichbar, bei den Sandwichs aufgrund der geringeren Stabilität dieser geklebten Proben 40 - 50 µm.

Der Probenträger besteht aus einem Aluminiumring mit aufgeklebtem Objektträgerglas, der von einer Gewichtskombination in einem Führungsstück (Struers DP-Force) über die Schleiffläche bewegt wird. Die Proben werden dabei mit Schmelzkleber auf dem Objektträger befestigt. Dieser Aufbau ermöglicht das Nachmessen der Probendicke ohne Demontage der Probe.

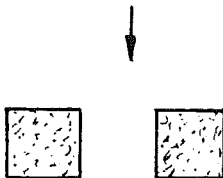
Präparation von Keramikproben nach dem neuentwickelten Sandwichverfahren



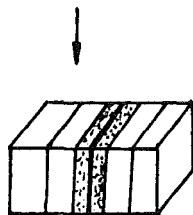
Von einer Keramikplatte werden
Stäbe abgesägt.



Von den Stäben werden 0,5 mm dicke
Scheibchen abgeschnitten.



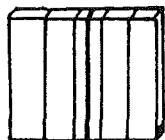
Bestrahlung:
Je zwei dieser Scheiben werden mit
Heliumionen implantiert.



Die beiden Scheiben werden dann mit
den bestrahlten Seiten zueinander
und mehreren Scheiben Glas auf der
Rückseite zu einem Sandwich verklebt.

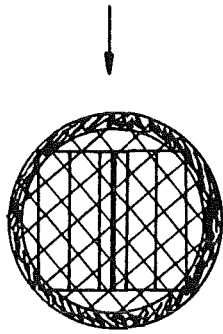


(bestrahlte Proben)

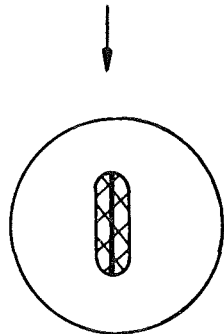


Vordünnung:
Von diesem Sandwich werden dann
wieder Scheiben senkrecht zu den
Klebeflächen gesägt und auf 0,05 mm
Dicke poliert.

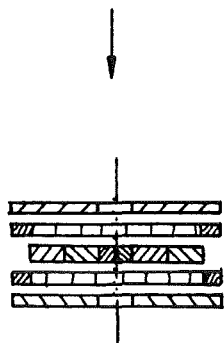




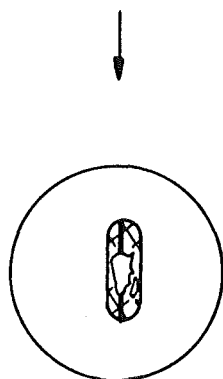
Diese mehrelementigen Scheiben werden in ein Kupfernetz geklebt.



Auf Vorder- und Rückseite der Präparate werden zusätzliche Lochblenden aufgeklebt, die nur die Keramikelemente offenlassen.



Im Querschnitt sieht man Lochblende, Kupfernetz, Glas-Keramik-Scheibe, Kupfernetz und Lochblende.



Enddünnung:

Diese Präparate werden dann in einer Ionendünnungsanlage mit 5kV Argon-Ionen beschossen, bis um die Mittellinie herum eine mit dem Elektronenmikroskop durchstrahlbare Zone entsteht.

Abb. 2.4 Schematische Darstellung der Präparation von Sandwichproben

2.2 Ionendünnung

2.2.1 Aufbau einer Ionendünnungsanlage

Die Präparation keramischer Materialien für die Transmissionselektronenmikroskopie wird mit Hilfe einer Argonionendünnungsanlage durchgeführt.

Da im Rahmen dieser Arbeit mehrere hundert Proben mittels TEM untersucht werden sollten, erschien die Anschaffung bzw. der Bau einer eigenen Ionendünnung unerlässlich, zumal die Präparation auf fremden Anlagen (bei anderen Instituten der Technischen Hochschule Darmstadt und beim Kernforschungszentrum Karlsruhe) auf die Dauer keine ausreichende Überwachung des Abtragsprozesses ermöglichte.

Es wurden daher Angebote für verschiedene handelsübliche Ionendünnungsanlagen eingeholt, deren Anschaffung jedoch den Rahmen der für diese Arbeit zur Verfügung stehenden Mittel überschritten hätte. Daraufhin wurde - ausgehend von einem vorhandenen Hochvakuumpumpstand - eine Anlage eigener Konstruktion unter Verwendung von Ionenquellen des Sattelfeldtyps gebaut.

Diese Anlage hat inzwischen über 7000 Betriebsstunden funktioniert. Dabei stellte sich heraus, daß die Leistung und Bedienungsfreundlichkeit käuflicher Geräte erreicht und in einzelnen Details überboten werden kann. Allerdings wurde, um den Aufbau möglichst einfach zu halten, auf Automatisierung (Endabschaltung beim Auftreten von Löchern u. ä.) weitestgehend verzichtet.

Im Anhang A ist das Prinzip der Ionendünnung, sowie Konstruktion und Aufbau der Anlage erläutert.

Außer der Dünnungsanlage wurde mit Hilfe vorhandener Komponenten in demselben Vakuumstand eine Kohlebedampfungsanlage aufgebaut.

2.2.2 Spezielle Sputterprobleme mit Kupfernetzchen

Bei der Ionendünnung der bestrahlten Proben kann es durch Sputtereffekte zu einer Beschichtung von Teilen der Probe mit dem Kupfer des Probennetzchens kommen, das während des Dünnungsvorgangs ja ebenfalls abgetragen wird..

Dies tritt fast ausschließlich an SiC-Proben auf. (Eine entsprechende Stelle auf einer Al_2O_3 -Probe konnte beobachtet werden.) Da Al_2O_3 (und auch MgAl_2O_4) ein wesentlich besserer Isolator als SiC ist (Leitfähigkeit bei 300°C $10^{-9} (\Omega\text{m})^{-1}$ für Al_2O_3 , für SiC: $10^{-3} (\Omega\text{m})^{-1}$) , kann dieser Unterschied im Beschichtungsverhalten daran liegen, daß die ankommenden

Kupferionen von Al_2O_3 stärker elektrostatisch abgestoßen werden. Zu diesem Bild paßt das wesentlich bessere Dünnungsverhalten von SiC. Auch der Strahl der Sattelfeldquelle der Ionendünnung besteht zum Teil aus geladenen Teilchen (vgl. Anhang A), die von Al_2O_3 zum Teil abgestoßen werden. Daher wird SiC, obwohl härter, in etwa der halben Zeit gedünnt.

Das aufgesputterte Kupfer bildet auf der Probe bei ausreichend hoher Konzentration (s. u. EDX-Untersuchung) Nanokristallite, die im Beugungsbild typische Ringe¹ hervorrufen. An den Durchmessern dieser Ringe können die Nanokristallite auch unabhängig von der EDX als Kupfer identifiziert werden.

Die Durchmesser R der vier größten in allen Beugungsbildern sichtbaren Ringe entsprechen nach der Formel

$$R \cdot d = \lambda \cdot L \quad (2.1)$$

mit $\lambda \cdot L$ Kamerakonstante (hier 24.8 mmÅ)

den vier größten Netzebenenabstände d für den Kupfer-Kristall.

Eine Übereinstimmung mit Netzebenenabständen von SiC ist nicht herstellbar.

Die Vermessung mehrerer Ringdiagramme ergab die vier folgenden Ringradien in allen Beugungsbildern zu Hellfeldbildern mit erkennbaren Nanokristalliten:

R = 12.3 14.1 20.1 23.5 in [mm]

mit einer Kamerakonstante von 24.8 mmÅ (bei 100 KV, 76 cm Kameralänge, bestimmt mit Goldpräparat) ergeben sich daraus Netzebenenabstände von:

d = 2.01 1.76 1.24 1.06 in [Å]

zum Vergleich sind in den nachfolgenden Tabellen die entsprechenden Gitterabstände von Kupfer (kubisch flächenzentriert mit $a = 3.6153 \text{ \AA}$) und $\alpha\text{-II-SiC}$ (hexagonal primitiv mit $a = 3.073 \text{ \AA}$ und $c = 15.08 \text{ \AA}$) aufgeführt.

¹ Diese Ringe entstehen aus der Überlagerung der Abbildungen vieler reziproker Gitter (der einzelnen Kristallite) in Form von Punktdiagrammen (gut zu erkennen in Abb. 2.7); die Ringradien entsprechen dann den Punktabständen vom Zentralstrahl. Die untenstehende Abbildung von amorphem SiC kann durch das Beugungsbild in Form eines diffusen Flecks identifiziert werden. Da hier kein Gitter mehr existiert, sind im reziproken Raum auch keine Punktdiagramme mehr möglich. (s. auch <EDI-75>)

d [Å]	mögliche zugehörige Netzebenen														
1.04	2	2	2	2	2	-2	2	-2	2	2	-2	-2	-2	2	2
	-2	2	-2	-2	-2	2	-2	-2	-2						
1.09	3	1	1	3	1	-1	3	-1	1	3	-1	-1	1	3	1
	1	3	-1	1	1	3	1	1	-3	1	-1	3	1	-1	-3
	1	-3	1	1	-3	-1	-1	3	1	-1	3	-1	-1	1	3
	-1	1	-3	-1	-1	3	-1	-1	-3	-1	-3	1	-1	-3	-1
	-3	1	1	-3	1	-1	-3	-1	1	-3	-1	-1			
1.28	2	2	0	2	0	2	2	0	-2	2	-2	0	0	2	2
	0	2	-2	0	-2	2	0	-2	-2	-2	2	0	-2	0	2
	-2	0	-2	-2	-2	0									
1.81	2	0	0	0	2	0	0	0	2	0	0	-2	0	-2	0
	-2	0	0												
2.09	1	1	1	1	1	-1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1
	-1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	-1						

Tab. 2.1 Die größten Gitterabstände für Kupfer

1.53	2	-1	-1	1	2	-1	-1	-1	1	1	-2	1	1	1	-2	-1
	1	-2	1	1	1	-2	1	-1	-1	2	-1	1	-1	2	-1	-1
	-1	-1	2	1	-1	-1	2	-1	-2	1	1	1	-2	1	1	-1
1.54	2	-1	-1	0	1	1	-2	0	1	-2	1	0	-1	2	-1	0
	-1	-1	2	0	-2	1	1	0								
1.83	1	0	-1	6	1	0	-1	-6	1	-1	0	6	1	-1	0	-6
	0	1	-1	6	0	1	-1	-6	0	-1	1	6	0	-1	1	-6
	-1	1	0	6	-1	1	0	-6	-1	0	1	6	-1	0	1	-6
2.00	1	0	-1	5	1	0	-1	-5	1	-1	0	5	1	-1	0	-5
	0	1	-1	5	0	1	-1	-5	0	-1	1	5	0	-1	1	-5
	-1	1	0	5	-1	1	0	-5	-1	0	1	5	-1	0	1	-5
2.17	1	0	-1	4	1	0	-1	-4	1	-1	0	4	1	-1	0	-4
	0	1	-1	4	0	1	-1	-4	0	-1	1	4	0	-1	1	-4
	-1	1	0	4	-1	1	0	-4	-1	0	1	4	-1	0	1	-4

Tab. 2.2 Entsprechende mögliche Gitterabstände für α -II-SiC

Die folgenden elektronenmikroskopischen Aufnahmen und dazugehörigen EDX¹ - Analysen geben Beispiele zu den verschiedenen im Verlauf der Untersuchungen beobachtbaren Zuständen der Kupferbeschichtung.

¹ EDX ist die Bestimmung der atomaren Zusammensetzung eines im Elektronenmikroskop untersuchten Materials anhand der Analyse der charakteristischen Bremsstrahlung der auf die Probe auftreffenden Elektronen.

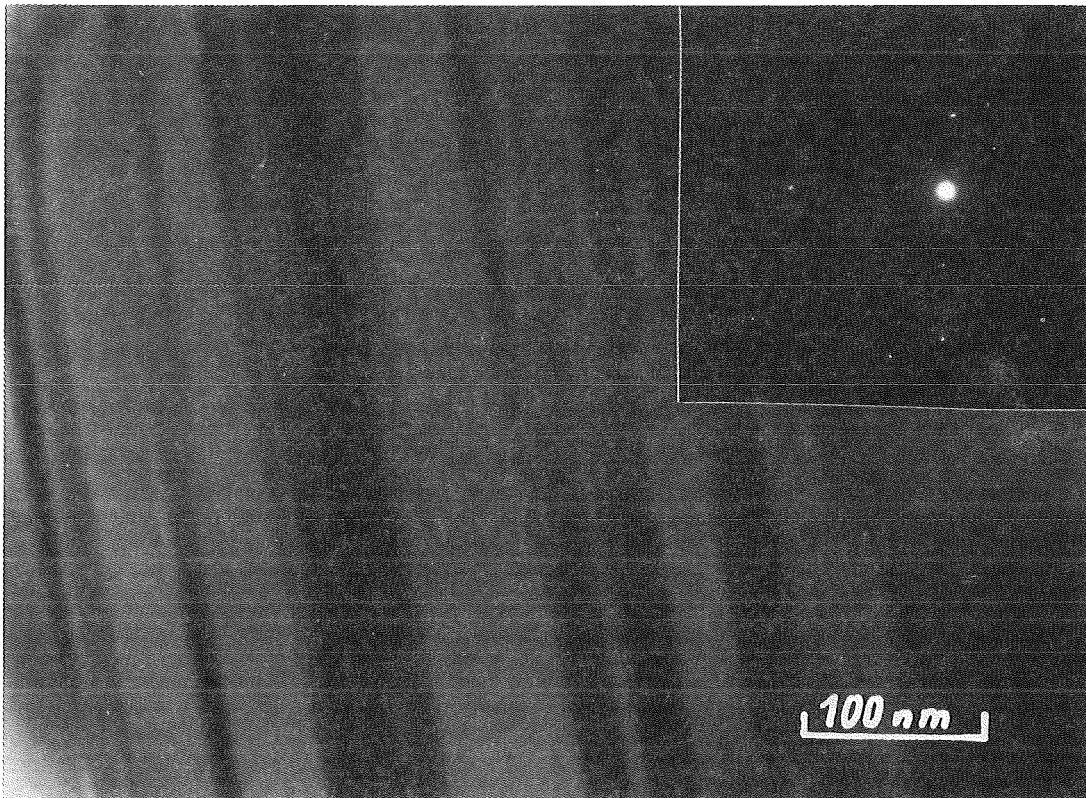


Abb. 2.5 SiC mit geringer Kupferbeschichtung

EL-LINE	PEAK	K-FACTOR	CEL/CREF	ATOM%	EL WTX
SI-K	7772	1.000	1.000	88.80	77.62
CU-K	1885	1.188	0.288	11.20	22.38

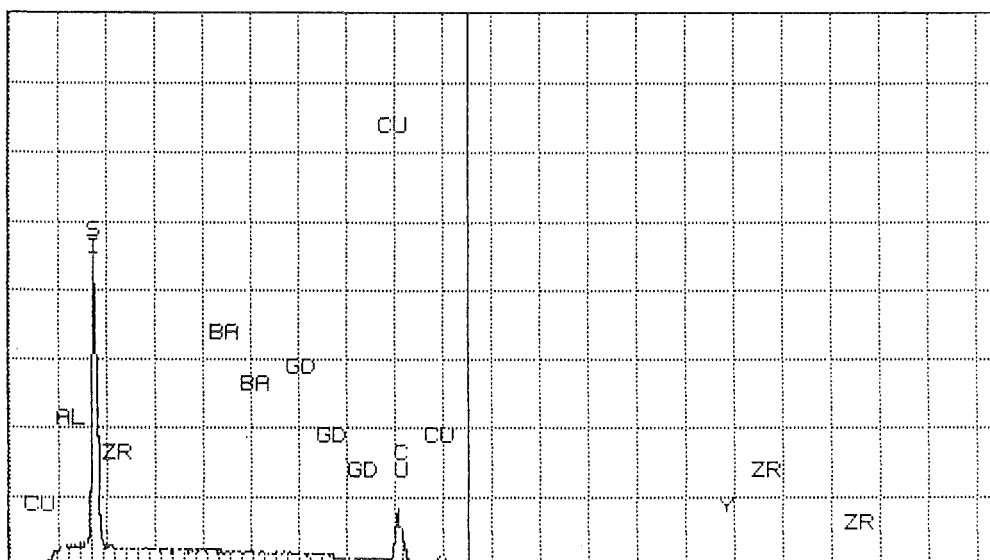


Abb. 2.6 EDS-Analyse und Darstellung zu Abb. 2.5

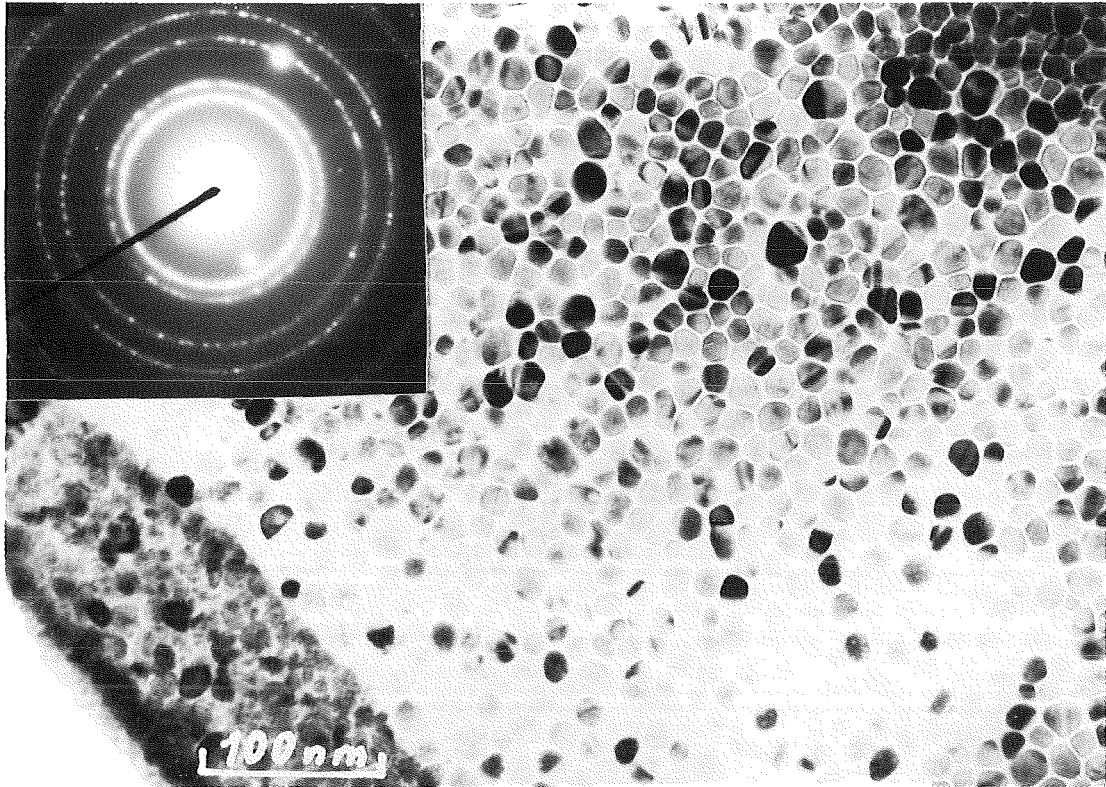


Abb. 2.7 SiC mit aufgesputterten Nanokristalliten

EL-LINE	PEAK	K-FACTOR	CEL/CREF	ATOM%	EL WT%
SI-K	1455	1.000	1.000	48.99	29.59
CU-K	2913	1.188	2.380	51.01	70.41

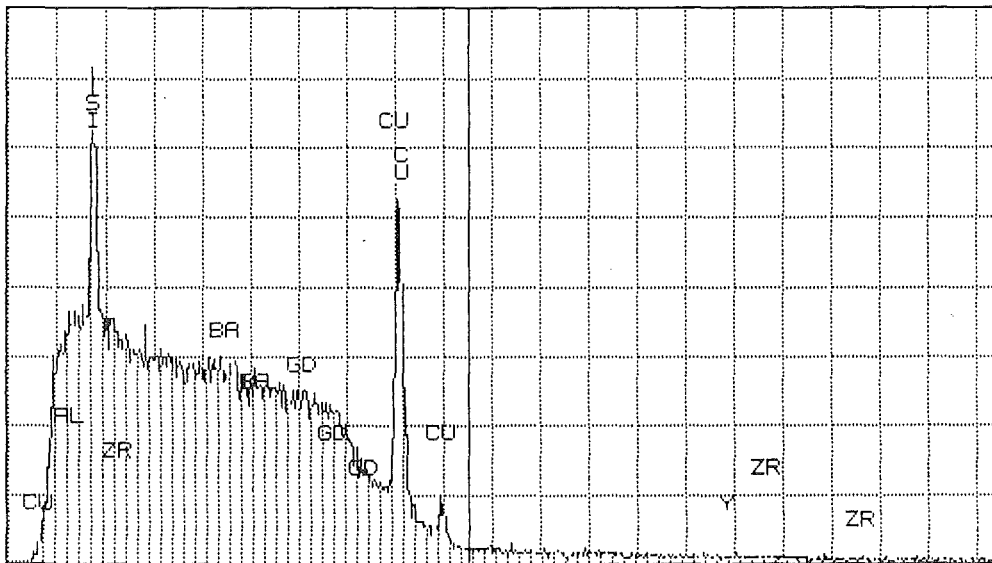


Abb. 2.8 EDS-Analyse und Darstellung zu Abb. 2.7

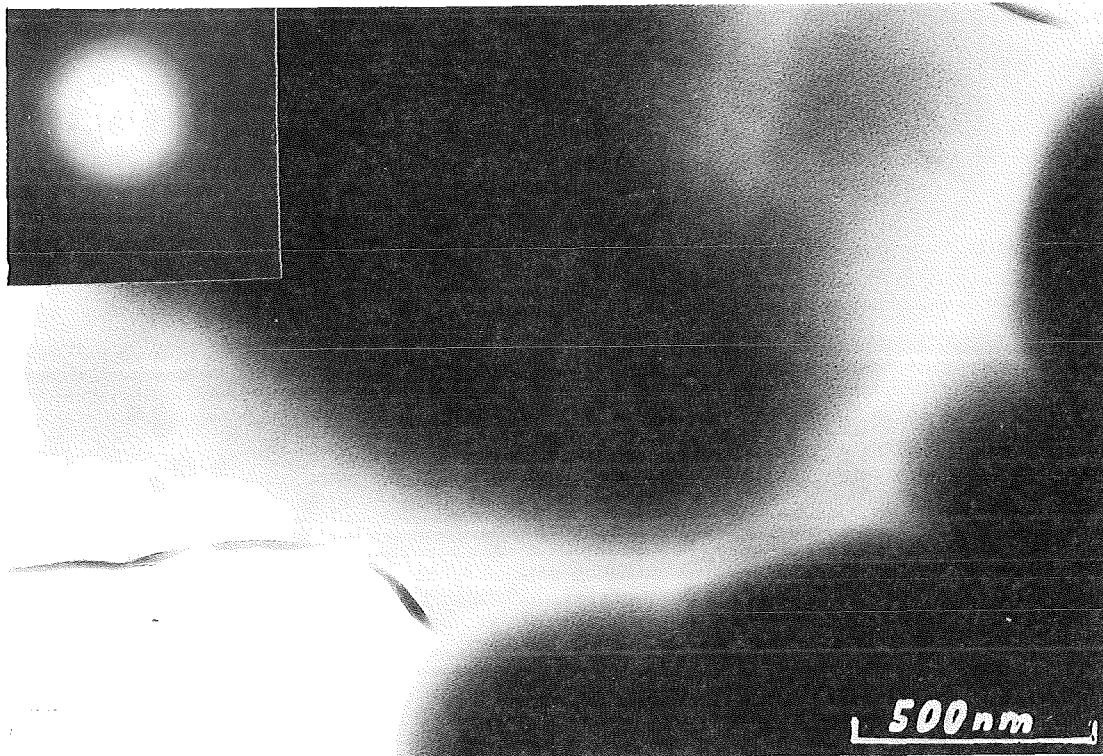


Abb. 2.9 Amorphes SiC mit geringer Kupferbeschichtung

EL-LINE	PEAK	K-FACTOR	CEL/CREF	ATOM%	EL WT%
SI-K	6782	1.000	1.000	86.32	74.65
CU-K	1842	1.188	0.323	12.20	24.11
AL-K	92	1.205	0.017	1.48	1.23

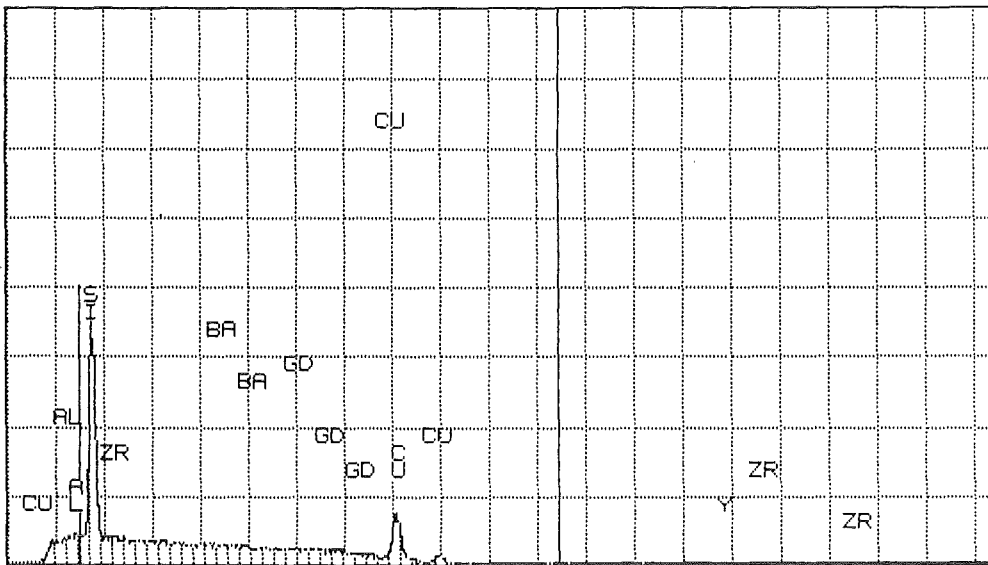


Abb. 2.10 EDS-Analyse und Darstellung zu Abb. 2.9

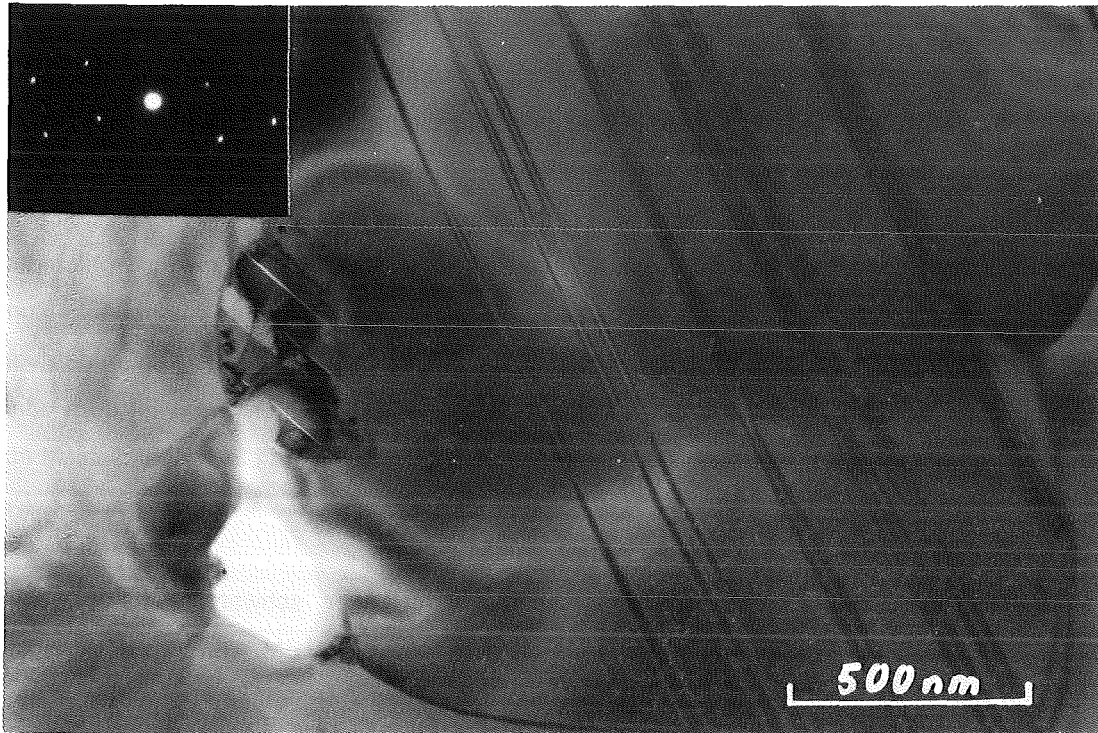


Abb. 2.11 Al₂O₃ ohne Kupferbeschichtung

EL-LINE	PEAK	K-FACTOR	CEL/CREF	ATOM%	EL WT%
SI-K	0	1.000	1.000	0.04	0.05
CU-K	0	1.188	1.189	0.02	0.05
AL-K	896	1.205	2162.961	99.93	99.90

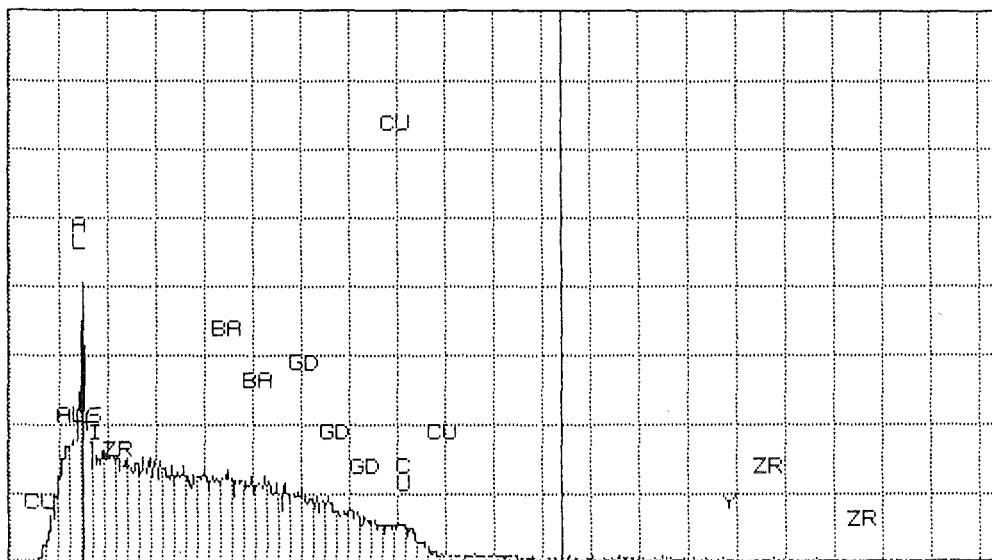


Abb. 2.12 EDS-Analyse und Darstellung zu Abb. 2.11

2.2.3 Die Kohlebedampfungsanlage

Eine Kohlebedampfungsanlage besteht aus einem Vakuumstand, einer Haltevorrichtung für Kohlestifte oder Kohlefäden, Stromdurchführungen und einem Netzteil. Die hier konstruierte Anlage konnte im wesentlichen aus vorhandenen Teilen zusammengesetzt werden. Als Netzteil dient der Heiztrafo eines Leybold-Ofens; Vakuumstand und Stromdurchführungen sind bereits Teil der Dünnungsanlage bzw. darin eingebaut; eine Haltevorrichtung für Kohlefäden wurde aus Kupferdraht und Unterlagscheiben auf den Durchführungen aufgebaut. Zum Kohlebeschichten wird zuerst vorsichtig mit etwa halber Maximalspannung der Kohlefäden von Verunreinigungen befreit; wenn dabei das Vakuum nicht mehr schlechter wird, wird der Faden mit voller Spannung (20 V) zerstört. Dabei lagert sich eine ausreichend dicke Kohleschicht auf der unter dem Faden liegenden Probe an.

Die Notwendigkeit der Kohlebeschichtung nichtleitender oder schwach leitender elektronenmikroskopischer Proben ergibt sich aus dem Prinzip des TEM. Durch die geringste Aufladung der Probe im Elektronenstrahl wird eine sehr schnell zunehmende Kontamination bewirkt. Bei höheren Vergrößerungen kommt es außerdem durch die Entladungsprozesse zu einem Zittern der Probe, das jede Beobachtung unmöglich macht.

2.3 Andere Methoden der Fertigdünnung

Außer der Ionendünnung werden bei der Präparation keramischer Materialien für die Elektronenmikroskopie gelegentlich zwei andere Verfahren verwendet, die chemische Dünnung und die mechanische Pulverisierung mit anschließender Anlagerung des Pulvers an eine Kunststoffolie.

Die mechanische Pulverisierung, die (vgl. <NIE-86>) in Einzelfällen für die Präparation von im Reaktor homogen bestrahlter Proben verwendet wird, ist für die ionenimplantierten Proben überhaupt nicht verwendbar, da der implantierte Bereich nur einen verschwindenden Bruchteil des Probenmaterials ausmacht und somit eine Untersuchung des erzeugten Pulvers keine Aussage zu Bestrahlungseinflüssen ermöglichen würde.

Die chemische Dünnung ist prinzipiell durchaus zur Präparation ionenimplantierter Proben verwendbar und wird auch vereinzelt dafür verwendet (<SAT-89>).

Eine sehr kurze chemische Dünnung kann auch eine Ionendünnung abschließend ergänzen. Dadurch werden Probleme mit aufgesputtertem Material und die eventuelle Implantation von Argonionen während der Dünnung vermieden bzw. behoben.

Zur Frage der Verwendbarkeit chemischer Dünnungsmethoden wurden umfangreiche Versuche mit Laugen und Phosphorsäure durchgeführt. Diese ergaben, wie bereits aus der Literatur zu erwarten, daß ohne Druckgefäße, das heißt bei Temperaturen bis zum Siedepunkt der verwendeten Ätzmittel, kein ausreichender Abtrag zu erzielen ist.

Druckgefäße und auch entsprechend temperaturfeste Poliergeräte (vgl. <SAT-90>) standen jedoch nicht zur Verfügung. Daher und auch wegen des in jedem Fall sehr langsamen und sehr schwer kontrollierbaren Abtrags wurde auf diesem Weg der Präparation verzichtet. Eine chemische Ergänzungspolitur nach der Ionendünnung wäre bei der oben geschilderten Bauform der hier verwendeten Proben mit Kupfernetzchen wohl auch an der geringeren chemischen Beständigkeit des Kupfers gescheitert.

Das Problem der Kupferbespatterung konnte jedoch durch entsprechende Prozeßführung beim Dünnen umgangen werden. Implantation von Argonionen durch den Dünnungsvorgang konnte bei den verwendeten Beschleunigungsspannungen bis 5 kV nie beobachtet werden.

3 Durchführung der Bestrahlungsexperimente

3.1 Bestrahlungseinrichtungen

Für die Bestrahlungen am Testinjektor der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) in Darmstadt-Wixhausen existiert am Fachgebiet eine Bestrahlungskammer und ein heizbarer 7-fach Targethalter <EXE-85>. Diese Vorrichtungen konnten fast unverändert auch für die Bestrahlungen beim Institut für Nukleare Festkörperphysik (INFP) beim KfK verwendet werden. Da der vorhandene Targethalter bei den für diese Untersuchungen notwendigen Temperaturen bis 800° C häufig mit durchgebrannten Heizwendeln ausfiel, wurde noch ein 8-fach Targethalter mit verbesserter Isolierung und Kontaktierung der Heizung konstruiert und gebaut. Dieser ermöglicht auch längere Bestrahlungen bei bis zu 900° C .

Den Aufbau der Bestrahlungskammer mit dem alten Targethalter zeigt Abbildung 3.1 . Die Bestrahlungskammer wird an die Diagnosebox am Ende der Beschleunigungsstrecke angeflanscht (GSI). Zur Aufrechterhaltung des Vakuums in der Bestrahlungskammer dient eine direkt daran angebrachte kleine Turbomolekularpumpe (TPU-170). Das Vakuum bei der Bestrahlung ist im Bereich von $1 \cdot 10^{-6}$ mbar.

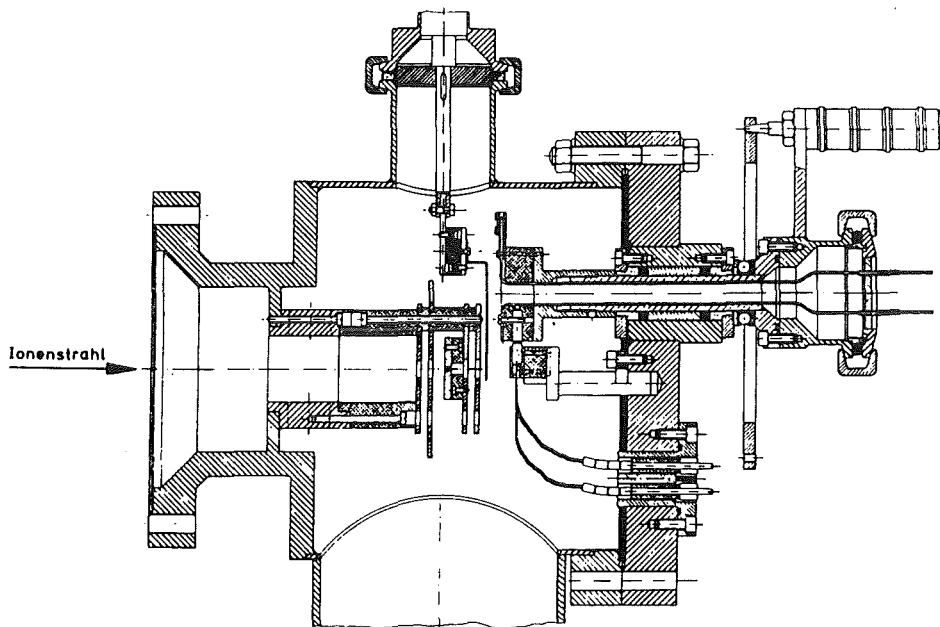


Abb. 3.1 Bestrahlungskammer mit eingebautem Targethalter

In die Bestrahlungskammer ist ein Blendensystem eingebaut, mit dem der Ionenstrahl stufenweise auf 5,2 mm Durchmesser ausgeblendet wird. Den prinzipiellen Aufbau des Blendensystems zeigt Abbildung 3.2 . Zwischen der letzten Blende und dem Targethalter ist ein Strahlfänger ("Catcher") angebracht, an dem der Strahlstrom gemessen wird. Sekundärelektronen werden durch Suppressionselektroden unterdrückt. Während der Bestrahlung kann die Strahlage durch eine vierteilige Sektorenbende kontrolliert werden.

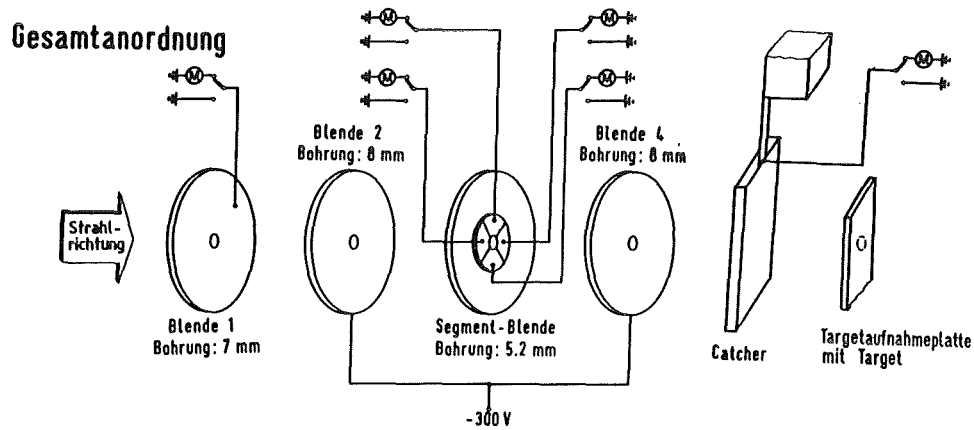


Abb. 3.2. Blendensystem und Strahlfänger

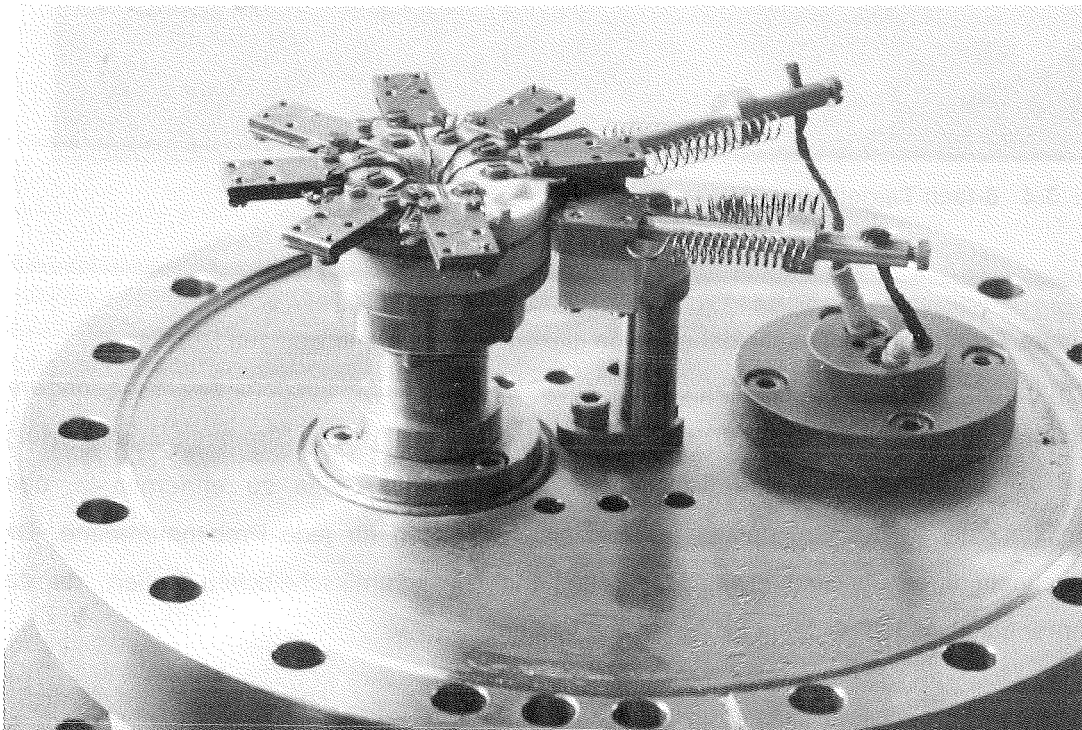


Abb. 3.3 7-fach Targethalter, alt

Der alte Targethalter besteht aus einem Vakuumflansch auf dem exzentrisch eine drehbare Keramikscheibe angebracht ist. Auf der Keramikscheibe sind sternförmig 7 Aufnahmeplatten aus Molybdän für die zu bestrahlenden Targets befestigt. (s. Abb. 3.3) Unter der Aufnahmeplatte ist zwischen isolierenden Glimmerscheibchen die Heizwendel aus Wolframdraht montiert. Durch Drehen der Scheibe wird die Aufnahmeplatte mit dem zu bestrahlenden Target in den Ionenstrahl gebracht.

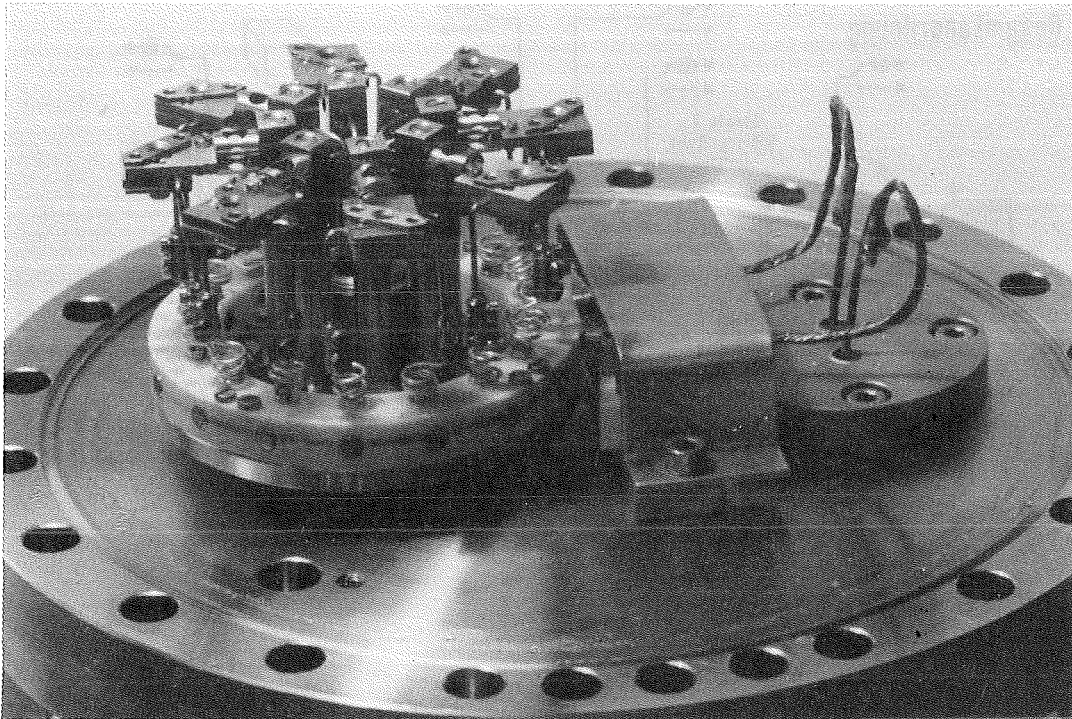


Abb. 3.4 8-fach Targethalter, neu

Der neue Targethalter unterscheidet sich von diesem Aufbau nur in wenigen Details:

Die Aufnahmeplatten sind nicht direkt an einer Zentralscheibe sondern zwecks geringerer Wärmeleitung an einzelnen Rundträgern befestigt (Abb. 3.4) . Die Stromversorgung erfolgt daher - und um die Kontakte weiter von der heißesten Stelle zu entfernen - über Schleifkontakte an der Grundplatte und einzelne Leitungen für jede Probenaufnahme. Die Heizwendeln ihrerseits sind etwas länger und mit Glaskeramikscheibchen isoliert, da der Glimmer bei etwa 800° C seine Isolierwirkung verliert.

Bei beiden Targethaltern ist in jede Probenaufnahme ein Mantelthermoelement (NiCrNi) so eingebaut, daß dessen Meßspitze unmittelbar unter dem zu bestrahlenden Target liegt.

Aufgrund der geringen Masse der einzelnen Probenaufnahmen und der niedrigen Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit von Molybdän ist ein sehr rasches Aufheizen der Proben möglich <EXE-85> . Da jede Probe ihre eigene Heizvorrichtung hat, wird immer nur die gerade bestrahlte Probe aufgeheizt. Dies bringt den zusätzlichen Vorteil einer kontrollierten Temperaturführung für jede Probe; kein Target wird vor oder nach der Implantation unnötig erwärmt.

Der neue Targethalter ist konstruktiv so ausgelegt, daß nach einem relativ einfachen Umbau der Vorrichtung auch ein Schrägstellen der Proben zum Strahl ohne Demontage und Belüften ermöglicht wird. Dadurch kann ein breiteres Implantationsprofil erzielt werden. Diese Zusatzeinrichtung konnte jedoch nicht mehr für die hier behandelten Untersuchungen verwendet werden.

3.2 Bestrahlungsparameter

Sowohl am Testinjektor der GSI¹ wie auch am Implantationsbeschleuniger beim INFP² konnte ein Strahlstrom von 10 µA am Catcher erreicht und über die Bestrahlungszeit von bis zu dreieinhalb Stunden aufrechterhalten werden. Diese Stromstärke I_C am Catcher hinter einer Blende von 5,2 mm Durchmesser, also auf einer Fläche A_C von 21,24 mm², entspricht für einfach geladene He⁺ - Teilchen nach der Formel

$$\Phi = \frac{I_C}{A_C \cdot e} \quad [\text{Ionen/mm}^2\text{s}] \quad (3.1)$$

mit $e = 1,6022 \cdot 10^{-19}$ C , Elementarladung,

einem Fluß Φ von

$$\Phi = 2,94 \cdot 10^{18} \quad [\text{Ionen/m}^2\text{s}] \quad (3.2)$$

¹ Gesellschaft für Schwerionenforschung, Darmstadt

² Institut für Nukleare Festkörperphysik im Kernforschungszentrum Karlsruhe

Für die niedrigsten Implantationen ($\leq 10^{20}$ Ionen/m²) wurde ein Catcherstrom von 2 μ A d. h. ein Fluß von $0,59 \cdot 10^{18}$ Ionen/m²s verwendet. Für die Implantationen zu höheren Dosen ergeben sich entsprechend Flüsse von $2,93 \cdot 10^{18}$ bzw. $11,7 \cdot 10^{18}$ Ionen/m²s.

Eine Übersicht der jeweiligen Bestrahlungszeiten und Flüsse ist in Tabelle 3.1 zusammengestellt.

Die Sandwichproben aller untersuchten Materialien wurden bei Temperaturen von 200° C und 800° C und Implantationsdosen von $3 \cdot 10^{20}$ und $3 \cdot 10^{21}$ Ionen/m², Al₂O₃ und SiC auch mit $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² implantiert.

Flachproben wurden mit $3 \cdot 10^{18}$ bis $3 \cdot 10^{23}$ Ionen/m² bei denselben Temperaturen und vereinzelt auch zusätzlich bei 600° C bestrahlt.

Eine Übersicht der Dosis- und Temperaturvariation bietet die nachfolgende Abbildung.

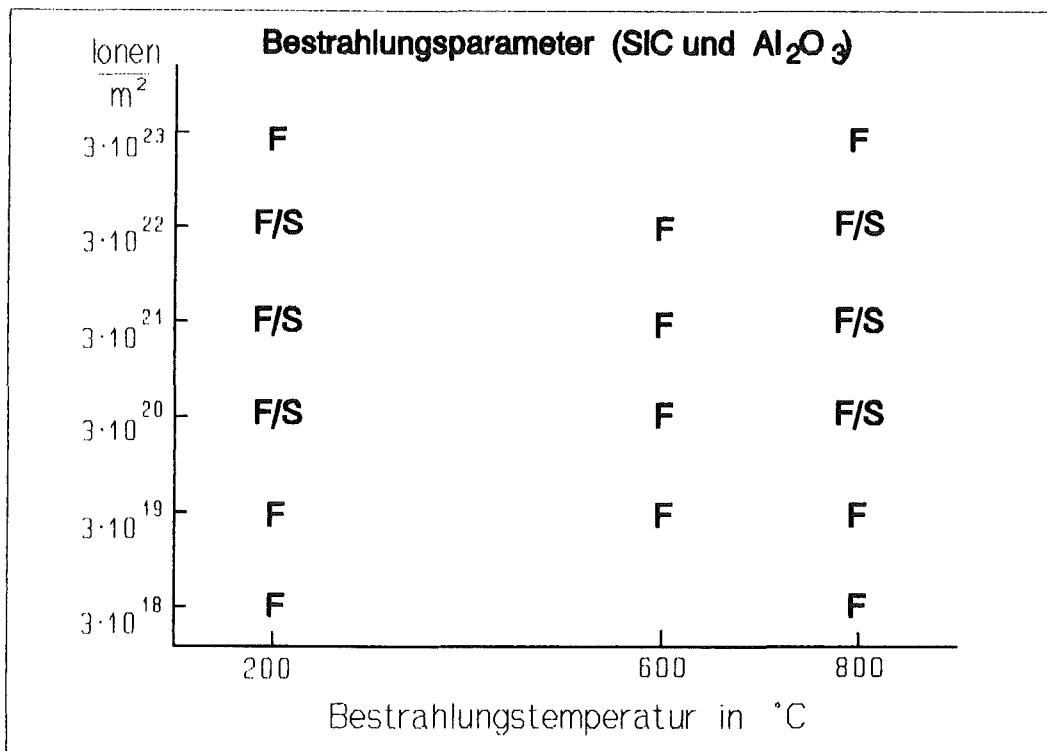


Abb. 3.5 Übersicht der Bestrahlungsparameter nach Temperatur und Dosis

F steht für Flachproben, S für Sandwichproben

Die Messung des Strahlstroms erfolgte bei kurzen Bestrahlungen (bis 100 sec) vor und nach der Bestrahlung am Shutter; bei längeren Bestrahlungen wurde der Shutter regelmäßig zur Kontrolle geschlossen, die Bestrahlungszeit entsprechend korrigiert. Da die Abweichungen vom

Sollstrom im allgemeinen unter 10% lagen, kann ein Fehler von maximal 10% angenommen werden.

Für die Temperaturmessung wurden, wie bereits in Kapitel 3.1 erwähnt, NiCrNi-Thermoelemente verwendet. Die Temperaturmeßstelle befindet sich beim alten Targethalter 1 mm unter dem Target in der Aufnahmeplatte; beim neuen Targethalter noch etwas näher. Bei Messungen der Oberflächentemperatur des Targets mit einem Strahlungs-pyrometer (<EXE-85>) konnten keine Unterschiede zur Anzeige des Thermoelements festgestellt werden. Im untersuchten Temperaturbereich ist daher die Annahme eines Meßfehlers von $\pm 2\%$ als realistisch anzusehen.

(Die zusätzliche Aufheizung durch den Strahl mit $10 \mu\text{A} \cdot 200 \text{ kV} = 2\text{W}$ wird auch vom Thermoelement erfaßt. Sie ergibt im Bereich von 800°C etwa 20°C zusätzliche Erwärmung.)

Ionendosis [Ionen / m ²]	$3 \cdot 10^{18}$	$3 \cdot 10^{19}$	$3 \cdot 10^{20}$	$3 \cdot 10^{21}$	$3 \cdot 10^{22}$	$3 \cdot 10^{23}$
Bestrahlungs- zeit [s]	5	50	100	1000	10000	25000
Catcher- strom [μA]	2	2	10	10	10	40
Fluss [Ionen/m ² s]	$0,59 \cdot 10^{18}$	$0,59 \cdot 10^{18}$	$2,93 \cdot 10^{18}$	$2,93 \cdot 10^{18}$	$2,93 \cdot 10^{18}$	$11,7 \cdot 10^{18}$

Tabelle 3.1 Bestrahlungszeit und Ionenfluß für die verwendeten Dosisstufen¹

Das Vakuum bei der Bestrahlung war auch bei hohem Strahlstrom besser als $1 \cdot 10^{-5}$ mbar. Ohne Strahl wurden weniger als 10^{-6} mbar erreicht; aufgrund der Sputtereffekte war dieses Vakuum jedoch während der Bestrahlung nicht zu halten. Bei den untersuchten Materialien sind jedoch keine chemischen Veränderungen - etwa Oxidation - während der Bestrahlung zu erwarten.

¹ Die bei 10^{23} Ionen/m² bestrahlten Proben waren in sehr schlechtem Zustand und sind in der Folge nur vereinzelt untersucht worden.

4 Implantationsverhalten und Sputtering

4.1 Methode zur Berechnung von Defekterzeugung und Reichweite eingeschossener Ionen

Bei der Bestrahlung von Festkörpern mit Neutronen oder, wie hier, mit Ionen kommt es zu elastischen und inelastischen Wechselwirkungen der eingeschossenen Teilchen mit den Gitteratomen des Targets. Läßt man bei der Betrachtung der Bestrahlungseffekte die inelastischen Wechselwirkungen beiseite¹ ((n,n)-, (n,α)-, (n,p)-Prozesse und Anregung der Elektronenhülle bei Bestrahlung mit geladenen Teilchen), so bleiben die elastischen Stoßprozesse, deren Auswirkungen zu untersuchen sind.

Haben die stoßenden Teilchen nur geringe Energien (einige eV), so werden die Gitteratome zu Schwingungen mit größerer Amplitude angeregt. Sind die übertragenen Energien groß genug (s. u.), so bilden sich Frenkeldefekte. Dabei wird soviel Energie auf ein Matrixatom übertragen, daß es seinen Gitterplatz verlassen kann. An seiner Stelle bleibt eine Leerstelle; das Atom wandert auf einen Zwischengitterplatz. Sind Leerstelle und Zwischengitteratom weit genug voneinander entfernt (zwei bis vier Gitterabstände), so kommt es nicht zur sofortigen Rekombination; das Frenkelpaar ist also stabil. Ist die beim Stoß übertragene Energie groß genug, so kann das primär von einem eingeschossenen Ion aus seinem Gitterplatz herausgeschlagene Atom ("primary knocked-on atom", PKA) weitere Frenkelpaare verursachen; es entsteht eine Verlagerungskaskade.²

Entsprechend der klassischen Stoßtheorie der Mechanik kann bei einem elastischen Stoß von einem Körper mit der Anfangsenergie E eine maximale Energie E₂ im Zentralstoß auf den Stoßpartner übertragen werden:

$$E_2 = \frac{4 \cdot m_1 \cdot m_2}{(m_1 + m_2)^2} \cdot E \quad (4.1)$$

Die folgende Tabelle 4.1 zeigt typische maximale Energieüberträge auf Atome der hier untersuchten Werkstoffe.

¹ Hier im wesentlichen ohne Bedeutung, da bei Ionenbestrahlung mit niedrigen Energien die Auswirkung der inelastischen Streuung als kontinuierlicher Energieverlust beschrieben werden kann.

² Diese verlagerten ("displaced") Atome sind die Grundlage der Ausdrucksweise der Schädigungsrechnung in "dpa", d.h. in Zahl der Verlagerungen, die ein Atom im Verlauf der Bestrahlung erleidet.

Stoßendes Teilchen	Energie E_1	Targetatom	übertragbare Energie $E_{2,MAX}$
Neutron	14 MeV (Fusion)	Si	1,86 MeV
Neutron	2 MeV (Spaltung)	Si	265 keV
Elektron	1 MeV (HVEM)	Si	76 eV
Helium ⁺	200 keV (Beschleuniger)	Si	87 keV
Neutron	14 MeV (Fusion)	C	3,98 MeV
Neutron	2 MeV (Spaltung)	C	568 keV
Elektron	1 MeV (HVEM)	C	178 eV
Helium ⁺	200 keV (Beschleuniger)	C	150 keV
Neutron	14 MeV (Fusion)	Al	1,93 MeV
Neutron	2 MeV (Spaltung)	Al	276 keV
Elektron	1 MeV (HVEM)	Al	79 eV
Helium ⁺	200 keV (Beschleuniger)	Al	90 keV
Neutron	14 MeV (Fusion)	Mg	2,13 MeV
Neutron	2 MeV (Spaltung)	Mg	304 keV
Elektron	1 MeV (HVEM)	Mg	88 eV
Helium ⁺	200 keV (Beschleuniger)	Mg	97 keV
Neutron	14 MeV (Fusion)	O	3,10 MeV
Neutron	2 MeV (Spaltung)	O	443 keV
Elektron	1 MeV (HVEM)	O	134 eV
Helium ⁺	200 keV (Beschleuniger)	O	128 keV

Tab. 4.1 Typische maximale übertragbare Energien auf Atome der untersuchten Keramiken

Um einen stabilen Frenkeldefekt zu erzeugen, müssen einem Gitteratom wenigstens 45-50 eV Energie übertragen werden¹. Aus obiger Tabelle ergibt sich, daß durch Elektronenbestrahlung im HVEM (High Voltage Electron Microscope) im allgemeinen nur einzelne Frenkeldefekte bzw. sehr kleine Kaskaden erzeugt werden können. Dies begrenzt auch die Möglichkeiten der Simulationsbestrahlung mit Elektronen (vgl <PEL-88>, <PEL-88b>).

Bei Bestrahlung mit Helium-Ionen sind wie bei Neutronenbestrahlung wesentlich höhere Energieüberträge und somit auch Verlagerungskaskaden möglich. Wie Neutronen verlieren auch die Helium-Ionen nicht ihre gesamte Energie beim ersten Stoß, so daß sie mehrere Verlagerungskaskaden auslösen können. Ein Unterschied liegt allerdings in den unterschiedlichen Wirkungsquerschnitten d.h. Wahrscheinlichkeiten für die Wechselwirkung des eingeschossenen Teilchens mit der Materie. Der geringere Wirkungsquerschnitt für Neutronen ergibt eine große freie Weglänge zwischen einzelnen Stößen. Das hat zur Folge, daß sich die Verlagerungskaskaden der PKA nicht überlagern.

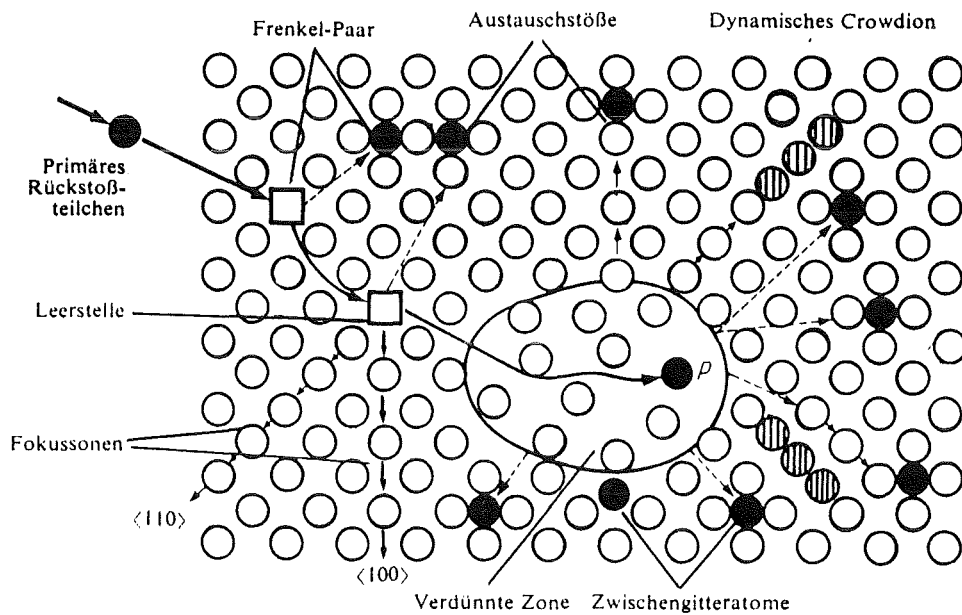


Abb. 4.1 Mögliche Defektbildungsmechanismen und die resultierenden Fehlstellenkonfigurationen bei der Bestrahlung mit hochenergetischen Teilchen (nach den von A. Seeger entwickelten Vorstellungen). Im Zusammenhang mit den in dieser Arbeit häufig beobachteten Loops ist die verdünnte Zone am Ende der Reichweite besonders interessant.

¹ Dies sind mittlere Werte für die hier betrachteten keramischen Werkstoffe (nach <PEL-88>).

Zur Berechnung der Eindringtiefen, Implantations- und Schädigungsprofile in den untersuchten Materialien wurde ein weitverbreitetes Rechnerprogramm verwendet. Im folgenden Kapitel werden die dem Programm TRIM (Transport of Ions in Matter) zugrundeliegenden Überlegungen und Berechnungsverfahren dargestellt.

4.1.1 Numerische Ermittlung der Schädigung mit Hilfe des TRIM-Codes

Der TRIM-Code ist ein Computerprogramm zur Berechnung von Eindringtiefen und Verteilung eindringender Ionen in amorpher Materie nach der von Ziegler, Biersack und Littmark weiterentwickelten Methode der nach empirischen Ergebnissen angepaßten Exponentialformeln ("Magic Formula" <ZIE-85>) für Potentiale, Abschirmfunktion und Reichweiten. Es berechnet Reichweiten und Schädigungsprofile und auch Winkel- und Energieverteilung rückgestreuter oder durchdringender Ionen.

Die hier gegebene Beschreibung seiner Funktion ist, wo notwendig, auf die im Rahmen der Untersuchung verwendeten Parameter begrenzt. ($E_0 = 200 \text{ kV}$, $Z_1 = 2$, $Z_2 \cong 10$)¹

Die verwendete Zufallsmethode ("Monte Carlo Methode") erlaubt bei vernünftiger Begrenzung der notwendigen Rechenzeit eine strenge Behandlung der elastischen Streuung (ein kritischer Punkt jeder derartigen Berechnung, da die Vielzahl elastischer Stöße im Lauf eines Ionenschicksals schon kleinste Fehler zu großen Abweichungen auflaufen lassen kann) und ermöglicht eine einfache Bestimmung von Energie- und Winkelverteilungen.

Das Verfahren besteht in der Verfolgung des Schicksals vieler individueller Ionen. Unabhängig davon, ob es sich um eingeschossene Ionen oder angestoßene Targetatome handelt, beginnt jedes Schicksal mit einer gegebenen Energie, Position und Richtung. Richtungswechsel der Flugbahn folgen binären Kernstößen (elastischen Stößen); dazwischen bewegt sich jedes Teilchen auf geraden Flugbahnen. Die Energie des Teilchens nimmt infolge von Kernstößen und inelastischen² Stößen ab; die Betrachtung endet, wenn eine vorbestimmte Mindestenergie unterschritten wird oder das Teilchen das Target verläßt.

Das Programm ignoriert die kristallographischen Eigenschaften, das heißt die Ausrichtung der Atome, im Target. Diese Behandlung des Targets als amorph, mit zufällig verteilten Atomen, ist für Anfangsenergien zwischen etwa 0,1 keV und einigen MeV brauchbar; bei höheren Energien treten relativistische Effekte auf.

¹ Eine ausführliche und vollständige Darstellung der Methode und aller zugrundeliegenden Überlegungen sowie die Listen des FORTRAN-Programms sind in dem Buch von Ziegler <ZIE-85> zu finden.

² Das sind Stöße mit den Hüllenelektronen des Matrixmaterials

Elastische und inelastische Energieverluste werden als unabhängig voneinander betrachtet und getrennt behandelt. Kernstöße führen zu diskreten Energieverlusten, während die Elektronenwechselwirkung kontinuierlich Energie abführt. Die hierbei verwendeten Berechnungsvorschriften werden im folgenden etwas näher erläutert; sie folgen neuen Verfahren, die für die Computerverwendung entwickelt wurden.

Kernstreuung:

Die Kernstreuung ist gekennzeichnet durch Energietransfer und Streuwinkel .

Aus der Geometrie der nachstehenden Abbildung ergibt sich der Streuwinkel Θ nach der Formel

$$\cos (\Theta/2) = \frac{\rho + p + \delta}{\rho + r_0} \quad (4.2)$$

mit $\rho = \rho_1 + \rho_2$ und $\delta = \delta_1 + \delta_2$ ("Korrekturterme")
(siehe Abb. 4.2 zur Geometrie und Bedeutung der einzelnen Terme)

Der geringste Abstand r_0 wird mit dem Newton-Verfahren berechnet nach der Gleichung

$$1 - \frac{V(r_0)}{E_C} \cdot \frac{p}{r_0} = 0 \quad (4.3)$$

mit

$$E_C = E / (1 + M_1 / M_2) \quad (4.4)$$

(im Schwerpunktsystem verfügbare Energie)

und $V(r) =$ Potentialfunktion der Wechselwirkung (s. u.)

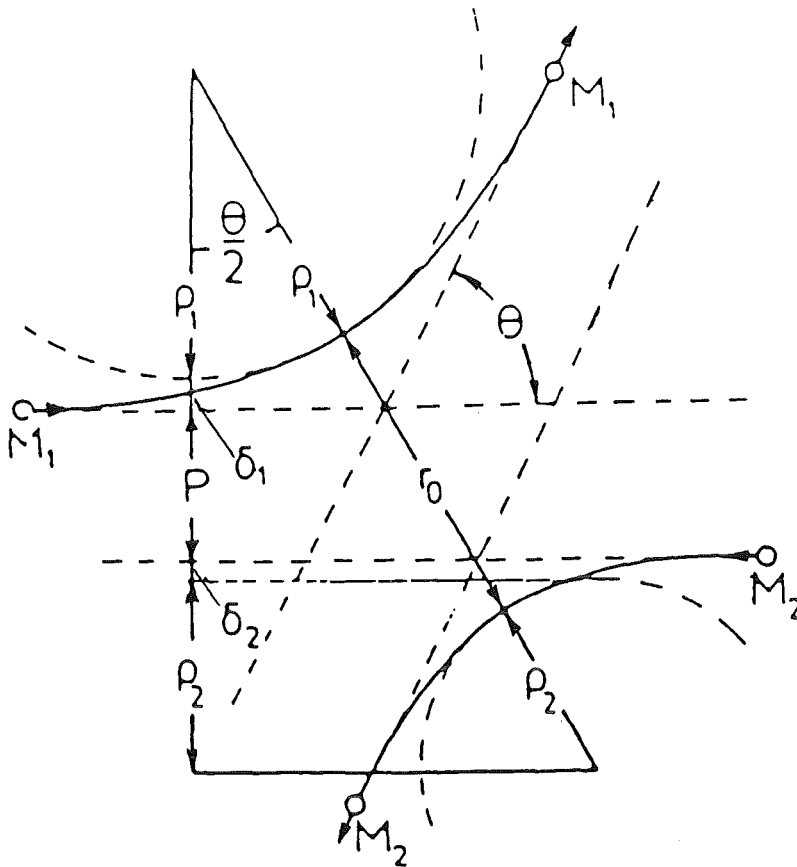


Abb. 4.2 Geometrie des elastischen Stoßes im Schwerpunktsystem

p = Stoßparameter r_0 = geringster Abstand

ρ_1 und ρ_2 Kurvenradien bei nächster Annäherung

δ_1 und δ_2 Korrekturterme

Aus dieser Konstruktion kann der Ablenkwinkel

im Schwerpunktsystem, Θ bestimmt werden.

Der Kurvenradius ρ folgt aus der Gleichung

$$\rho = 2 \cdot \frac{[E_C - V(r_0)]}{-V'(r_0)} \quad (4.5)$$

mit $V'(r_0)$ erste räumliche Ableitung der Potentialfunktion in r_0 .

Um bei hohen Energien eine Annäherung an die Rutherfordstreuung, das heißt an die Berechnung mit dem Coulomb-Potential, zu erzielen, wird in die Berechnung von Θ noch ein Anpassungsterm eingefügt.

Die Potentialfunktion der Kernwechselwirkung bei niedrigen Energien ist

$$V(R) = \frac{Z_1 \cdot Z_2 \cdot e^2}{a \cdot R} \cdot \Phi(R) \quad (4.6)$$

mit der Elementarladung $e = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$

Hierbei wurde der "universale Abschirmradius" a eingeführt und der Abstand in Vielfachen von a ausgedrückt: $R = r/a$. Der Abschirmradius ("screening length") ist

$$a = \frac{0,8853 \cdot a_0}{(Z_1^{0,23} + Z_2^{0,23})} \quad (4.7)$$

mit $a_0 = 0,529 \text{ \AA}$ (Bohrscher Atomradius)

$\Phi(R)$ ist die "universale Abschirmfunktion", angepaßt an experimentell gesicherte Daten mit vier Exponentialtermen:

$$\Phi(R) = 0,1818 \cdot e^{-3,2R} + 0,5099 \cdot e^{-0,9423R} + 0,2802 \cdot e^{-0,4028R} + 0,02817 \cdot e^{-0,2016R} \quad (4.8)$$

Abweichungen der nach dieser Methode berechneten Potentiale gegenüber exakten Werten sind im allgemeinen kleiner als zwei Prozent, selten kommen bis zu fünf Prozent Abweichung vor.

Es ist vorteilhaft, für weitere Berechnungen die dimensionslose "reduzierte Energie" ϵ zu verwenden.

Die im Schwerpunktsystem verfügbare Energie E_C wird damit in Einheiten von $Z_1 \cdot Z_2 \cdot e^2/a$ ausgedrückt.¹

¹ Da der Autor dieser Veröffentlichung seine Gleichungen im elektrostatischen (Gauss'schen) Maßsystem notiert hat, das in der Quantenmechanik nach wie vor gebraucht wird, muß überall e^2 durch $e^2 / (4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0)$ mit $\epsilon_0 = 8,8 \cdot 10^{-12} \text{ As/Vm}$ ersetzt werden. (siehe <POH-64>)

$$\varepsilon = \frac{a \cdot E_C}{Z_1 \cdot Z_2 \cdot e^2} \quad (4.9)$$

Für Werte von $\varepsilon > 10$ wird die Berechnung auf dem Coulomb-Potential aufgebaut. Der Streuwinkel Θ ergibt sich dann aus der Gleichung

$$\sin^2(\Theta/2) = [1 + (2 \cdot \varepsilon \cdot p/a)^2]^{-1} \quad (4.10)$$

Mit den Parametern dieser Arbeit ($E = 200$ keV, $Z_1 = 2$, $Z_2 = 10$, $M_1 = 4$, $M_2 = 20$) ergeben sich die Zahlenwerte:

$$a = 0,163 \text{ \AA}$$

$$E_C = 167213 \text{ eV}$$

$$\varepsilon = 0,15$$

Die Berechnungen bleiben daher im Bereich der niedrigen reduzierten Energien.

Der Energietransfer bei einem Kernstoß folgt der Formel

$$E_2 = 4 \cdot M_1 \cdot M_2 \cdot (M_1 + M_2)^{-2} \cdot E \cdot \sin^2(\Theta/2) \quad (4.11)$$

Alle obengenannten Berechnungen wurden mit dem Streuwinkel im Schwerpunktsystem Θ durchgeführt. Der Streuwinkel im Laborsystem ψ ergibt sich daraus nach

$$\psi = \arctan \left\{ \frac{\sin\Theta}{[\cos\Theta + (M_1/M_2)]} \right\} \quad (4.12)$$

Der Azimuthwinkel der Streuung ϕ wird zufällig gewählt nach der Beziehung

$$\phi = 2 \cdot \pi \cdot R_n \quad (4.13)$$

wobei R_n eine Zufallszahl aus einer gleichmäßigen Verteilung zwischen 0 und 1 ist.

Im Standardprogramm TRIM-85 werden aus der auf ein Targetatom übertragenen Energie folgende weitere Aussagen abgeleitet: Ionisierung durch die in einer Kaskade angestoßenen Atome, Schädigungsenergie und Zahl der in einer Kaskade produzierten Leerstellen und Schädigungsenergie und Zahl der Stöße unterhalb des Schwellenwerts für die Lösung eines Atoms von seinem Gitterplatz.

Die einzelnen Kaskadenatome werden von diesem Programm jedoch nicht individuell verfolgt. Ihr Beitrag zu Ionisierung und Defekterzeugung wird nach Standardformeln in analytischer Annäherung berechnet. Damit ergibt sich die defekterzeugende Energie E_v aus dem Energietransfer E_2 des angestoßenen Atoms unter Berücksichtigung inelastischer Verluste als

$$E_v = \frac{T}{1 + k_d \cdot g(\varepsilon_d)} \quad (4.14)$$

mit

$$k_d = 0,1334 \cdot Z_2^{2/3} \cdot M_2^{-1/2}$$

$$g(\varepsilon_d) = \varepsilon_d + 0,40244 \cdot \varepsilon_d^{3/4} + 3,4008 \cdot \varepsilon_d^{1/6}$$

$$\varepsilon_d = 0,01014 \cdot Z_2^{-7/3} \cdot E_2$$

Daraus kann mit Hilfe der Verlagerungsenergie der Targetatome E_D nach dem "modifizierten Kinchin Pease-Modell" die Zahl der Leerstellen berechnet werden:

$$\begin{aligned} v &= 1 && \text{für } E_D < E_v < 2,5 \cdot E_D \\ v &= \frac{0,8 \cdot E_v}{2 \cdot E_D} && \text{für } E_v > 2,5 \cdot E_D \end{aligned} \quad (4.15)$$

Die freie Weglänge der Teilchen zwischen zwei Stößen wird bei den hier zu untersuchenden niedrigen Energien ($\varepsilon < 10$) nach der folgenden Beziehung berechnet. Dabei wird jeweils ein Targetatom in einem Zylinder des Volumens N_T^{-1} angenommen (N_T ist die Targetdichte)

$$\pi \cdot \rho^2_{MAX} \cdot L = N_T^{-1} \quad (4.16)$$

Der Radius ρ_{MAX} ist der maximale Stoßabstand (vgl. Abb. 4.1) , L die freie Weglänge.
Damit wird bei der Berechnung von L die korrekte Targetdichte berücksichtigt. ρ_{MAX} ergibt sich aus einer numerischen Anpassung und kann bis etwa 3 Å betragen.

Inelastische Streuung:

Bei hohen Energien wird die inelastische Streuung bzw. der Energieverlust durch Elektronenwechselwirkung als unabhängig von der Kernstreuung behandelt. Dies im wesentlichen deshalb, weil es noch keine befriedigende theoretische Beschreibung des Zusammenhangs zwischen dem Energieverlust an die Hüllenelektronen und den Stoßparametern gibt. Der Energieverlust wird daher ohne weitere Beachtung der Stoßparameter bei hohen Energien beschrieben durch die Gleichung

$$\Delta E_e = L \cdot N_T \cdot S_e(E) \quad (4.17)$$

mit dem Elektronenwirkungsquerschnitt $S_e(E)$, der für verschiedene Ionentypen durch unterschiedliche Verfahren aus an experimentelle Ergebnisse angepaßten empirischen Formeln errechnet wird.

Bei niedrigen Energien wird der Energieverlust dagegen nach der folgenden Formel berechnet:

$$\Delta E_e = \frac{0,045 \cdot k \cdot \sqrt{E}}{\pi \cdot a^2} \cdot e^{-0,3 \cdot r_0/a} \quad (4.18)$$

wobei $k \cdot \sqrt{E}$ der Wirkungsquerschnitt für Elektronen im niederen Energiebereich ist.

Die für die hier untersuchten Materialien wichtige Auswahl der an den Stößen beteiligten Targetatome geschieht einfach zufallszahlengesteuert in Wahrscheinlichkeiten proportional zum stöchiometrischen Vorkommen der Atomsorten im Material. Dies ist durchaus nicht selbstverständlich, man könnte für leichtere Atome kleinere Wirkungsquerschnitte als für schwerere annehmen und diese damit bevorzugt in die Stoßrechnung einbeziehen. Aus grundsätzlichen Überlegungen, insbesondere wegen der Frage der Übertragbarkeit der Ergebnisse auf Kristalle, also geordnete Atomstrukturen, ist dies jedoch nicht geschehen.

Berechnung der Reichweite der Ionen:

Die Reichweite der eingeschossenen Ionen ergibt sich aus der Addition der Projektionen auf die Target-Normale aller von ihnen zwischen jeweils zwei Stößen zurückgelegten Teilstrecken. Bei jedem Stoß verliert ein Teilchen die Energie E_2 und ändert seine Flugrichtung um den Winkel Θ . Dieser Vorgang folgt der Beziehung

$$E_2 = \frac{4 \cdot M_1 \cdot M_2 \cdot E}{(M_1 + M_2)^2} \cdot \sin^2 \Theta/2 \quad (4.19)$$

In der Folge wird das Teilchen mehr und mehr von der Originalflugrichtung abweichen, bis es sich am Ende seiner Laufbahn zufallsbedingt bewegt. Dies wird ausgedrückt durch die Gleichung

$$\bar{\eta}(\tau) = e^{-2\tau} \quad (4.20)$$

wobei $\bar{\eta} = \langle \cos \psi \rangle$ der mittlere Winkel der Abweichung von der Targetnormalen im Laborsystem ist und τ der Winkelausbreitungsparameter.

Die mittlere projizierte Reichweite berechnet sich entsprechend nach dem Algorithmus

$$x(E_0 + \Delta E_0) = x(E_0) + \left(1 - \frac{\mu \cdot S_n \cdot x(E_0)}{2 \cdot E_0}\right) * \frac{\Delta E_0}{S_t} \quad (4.21)$$

mit der Anfangsenergie E_0 , $\mu = M_2 / M_1 \cdot S_n$ bzw. S_t sind der Kernwechselwirkungsquerschnitt bzw. der Gesamtwirkungsquerschnitt, die nach empirisch ermittelten Formeln berechnet werden. ($S_n = 0,5 \cdot \ln(1 + 1.1383 \cdot \epsilon) / (\epsilon + 0,01321 \cdot \epsilon^{0,21226} + 0,19593 \cdot \epsilon^{0,5})$)

Bei Verwendung von gewichteten Summenwerten für S_n etc. sind diese Berechnungen auch problemlos auf mehratomige Materialien übertragbar.

Bei der Benutzung des Programms werden die einzelnen Atommassen und die Stöchiometrie exakt eingegeben; die Mittelung geschieht seitens des Programms.

4.2 Ergebnisse der Berechnung der Eindringtiefen der He-Ionen und der Schädigungsraten bei der Implantation

Die Tiefenverteilung der in das bestrahlte Material eingedrungenen Heliumionen ist in der Praxis nicht nur von den Wechselwirkungen der Ionen im Targetmaterial und der daraus folgenden Abbremsung der Ionen abhängig, sondern auch von dem Abtrag an der Oberfläche des Targets durch Sputtering. Im folgenden werden für die untersuchten Materialien die theoretisch zu erwartenden Eindringtiefen, Schädigungsraten und Heliumkonzentrationen berechnet. Dem wird eine theoretische und eine experimentelle Ermittlung der Sputterrate gegenübergestellt und dann die Verschiebung der theoretischen zur tatsächlichen Schädigungs- bzw. Implantationskurve dargestellt. Einige praktische Beispiele zeigen schließlich die Belastbarkeit der Theorie.

Die theoretische Berechnung der Eindringtiefen und Schädigungsraten erfolgte mit Hilfe des oben beschriebenen TRIM-Codes <ZIE-85>.

Eingangsdaten des Rechenprogramms waren:

Ionen: $Z = 2$, $M = 4,002$, Energie = 200KeV, Einfallwinkel 0° (von der Targetnormalen), Anzahl der implantierten Ionen: 100000 .

Das Programm wurde mit vollständigen Stoßkaskaden bei einer Verlagerungsenergie von durchschnittlich 50 eV für Al_2O_3 und SiC und 45 eV für MgAl_2O_4 gerechnet.¹

Die Massenzahlen der Atome der drei Targetmaterialien wurden einzeln und genau angegeben; das Programm berechnet die nötigen Mittelwerte.

Siliziumkarbid wurde mit einer Dichte von $3,2 \text{ g/cm}^3$, Aluminiumoxid mit einer Dichte von $3,8 \text{ g/cm}^3$, Spinell mit einer Dichte von $3,6 \text{ g/cm}^3$ angegeben.

¹ Diese Verlagerungsenergien sind Mittelwerte der Verlagerungsenergien der einzelnen Atome in den verschiedenen Keramiken nach <PEL-88> . Einzelne Werte für die Verlagerungsenergien sind:

SiC:	Si 106 eV , C 106 eV	<BAC-81>
	Si 92,6 eV , C 16,3 eV	<ELA-92>
	Si , C 45-90 eV	<PEL-88>

Al_2O_3 :	Al 18 eV , O 41-90 eV	<PEL-88>
---------------------------	-----------------------	----------

MgAl_2O_3 :	Mg 20-30 eV , Al 30 eV , O 59 eV	<PEL-88>
-----------------------------	----------------------------------	----------

wobei für die Verlagerung in bestimmte Richtungen innerhalb des Kristallgitters teilweise einzelne Werte bekannt sind, z. B. bei Aluminiumoxid 41 eV für die Verlagerung des O - Atoms in $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle$ - Richtung und 53 eV für die Verlagerung des O - Atoms in $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle$ - Richtung. Diese Werte werden für die Berechnung gemittelt.

Im folgenden sind die wichtigsten Ergebnisse der Berechnungen für die untersuchten Keramiken graphisch dargestellt. Die Angaben auf den einzelnen Plots bedeuten (von oben nach unten, wie links des Bilds notiert):

Ionenmasse und -energie: 4 Atomare Einheitsmassen, 200 keV

Targetname und -dichte : z. B. Al_2O_3 , 3,7 g/cm³

Targetschichten (hier nur eine)

Ionen-Anzahl: 100000

Restenergie des letzten gerechneten Ions: z. B. 2 eV

verbliebene Kaskadenenergie : immer 0 eV

Zahl der aus dem Target aus der Vorderseite herausgestreuten Ionen:

z. B. 48 (also vernachlässigbar wenig)

Zahl der durch das Target durchgedrungenen Ionen:

immer 0, da Target dicker als maximale Reichweite

Mittlere Reichweite der Ionen: z.B. 6880 Angström

Straggling¹ der Reichweite: z.B. 841 Angström

Zahl der durchschnittlich von jedem Ion verursachten Leerstellen: z. B. 70

Aufteilung der Ionenenergie auf die verschiedenen Verlustterme (in %):

z. B. Ionisation durch die Ionen: 96,5 %

Leerstellenerzeugung durch die Ionen: 0,7 %

Erzeugung von Phononen (Wärmeerzeugung) durch die Ionen: 0,8 %

Ionisation durch die Kaskadenatome: 0,9 %

Leerstellenerzeugung durch die Kaskadenatome: 1,2 %

Erzeugung von Phononen (Wärmeerzeugung) durch die Kaskadenatome: 0,2 %

Aus diesen Zahlen ist zu erkennen, daß der überwiegende Teil der eingesetzten Energie zur Ionisation verwendet wird. (Die meisten Stöße übertragen Energiebeträge unterhalb von E_D .)

Im Beispiel (Al_2O_3) bleiben 1,9 % zur Erzeugung von Leerstellen.

Die Angaben an den Ordinaten bedeuten:

beim "Ion Range" - Diagramm: Implantierte Ionen / cm³ pro eingeschossene Ionen / cm²

beim "Collision Events" - Diagramm: Zahl der Verlagerungen / Å pro eing. Ionen / Å²

¹ Straggling ist die statistische Streuung oder Varianz, also das Quadrat der Standardabweichung der mittleren Reichweite.



Ion-He 4⁺ 200 keV

Target 1- Al2O3 -3.7 g/cm3
Layers 2-
3-

Ion Number : 100000

Ion Energy : 2 eV

Cascade E : 0 eV

Backscatter: 48

Transmit. : 0

AVERAGES

Mean Range : 6880 A

Stragglng : 841 A

Vac./ Ion : 70

ENERGY LOSS (%)

Ioniz.: 96.5 IONS RECOILS .9

Vac. : .7 1.2

Phon. : .8 .2

Commandr: 5B, E, R, P, p, E, N, F2 Version - 4.4

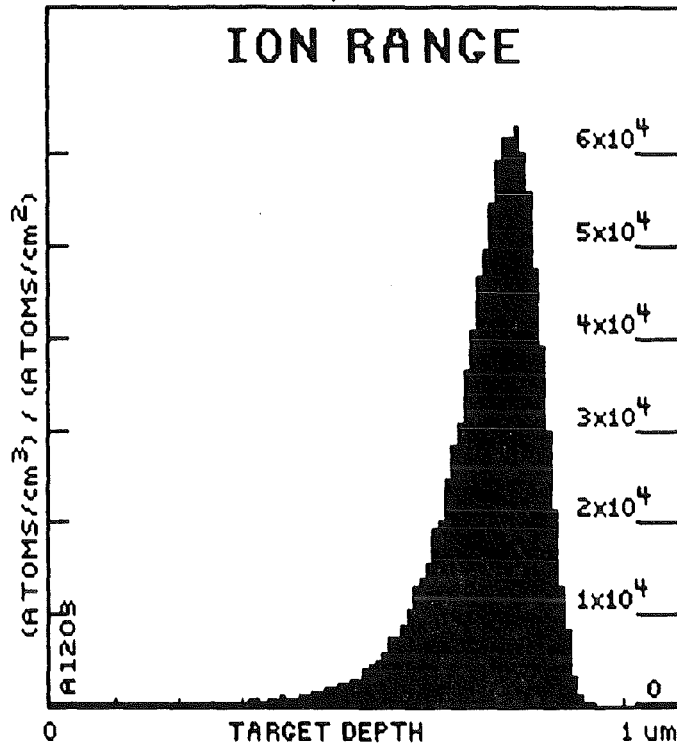


Abb. 4.3 Eindringtiefe und Konzentration von 200KV He-Ionen in Al₂O₃



Ion-He 4⁺ 200 keV

Target 1- Al2O3 -3.7 g/cm3
Layers 2-
3-

Ion Number : 100000

Ion Energy : 2 eV

Cascade E : 0 eV

Backscatter: 48

Transmit. : 0

AVERAGES

Mean Range = 6880 A

Stragglng = 841 A

Vac./ Ion : 70

ENERGY LOSS (%)

Ioniz.: 96.5 IONS RECOILS .9

Vac. : .7 1.2

Phon. : .8 .2

Commandr: 5B, E, R, P, p, E, N, F2 Version - 4.4

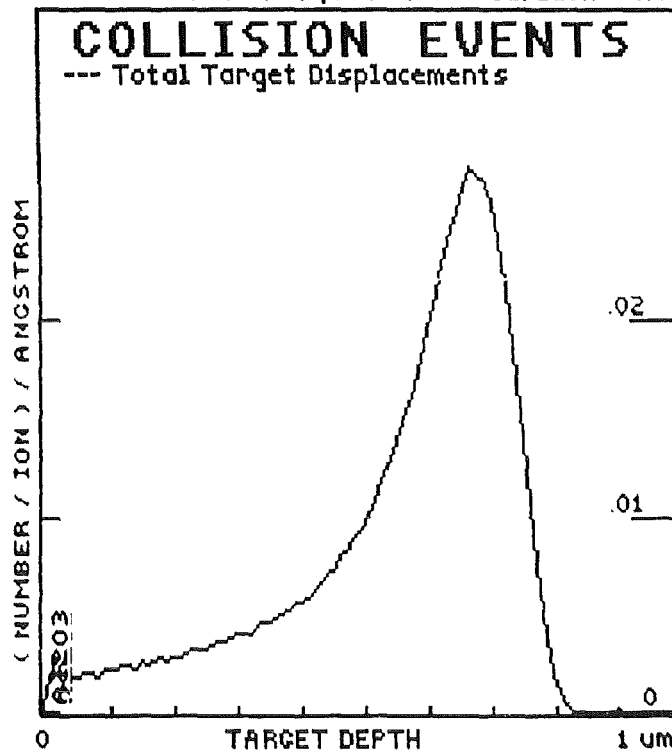


Abb. 4.4 Schädigungsprofil von 200KV He-Ionen in Al₂O₃

TAM-88
 Ion-He 4 200 keV
 Target 1- SiC -3.2 g/cm³
 Layers 2-
 3-

Ion Number : 100000
 Ion Energy : 4 eV
 Cascade E : 0 eV
 Backscatter: 48
 Transmit. : 0

AVERAGES
 Mean Range : 6607 A
 Straggling : 734 A
 Vac./ Ion : 50

ENERGY LOSS (%)
 IONS RECOILS
 Ioniz.: 97 1.1
 Vac. : .5 .8
 Phon. : .7 .2

Commandr: 5B, E, R, P, p, C, N, F2 Version - 4.4

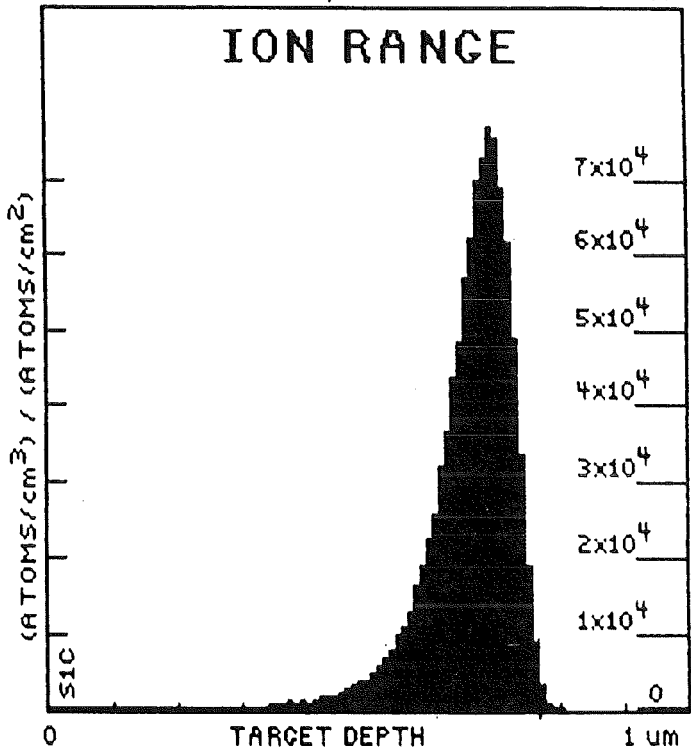


Abb. 4.5 Eindringtiefe und Konzentration von 200KV He-Ionen in SiC

TAM-88
 Ion-He 4 200 keV
 Target 1- SiC -3.2 g/cm³
 Layers 2-
 3-

Ion Number : 100000
 Ion Energy : 4 eV
 Cascade E : 0 eV
 Backscatter: 48
 Transmit. : 0

AVERAGES
 Mean Range : 6607 A
 Straggling : 734 A
 Vac./ Ion : 50

ENERGY LOSS (%)
 IONS RECOILS
 Ioniz.: 97 1.1
 Vac. : .5 .8
 Phon. : .7 .2

Commandr: 5B, E, R, P, p, C, N, F2 Version - 4.4

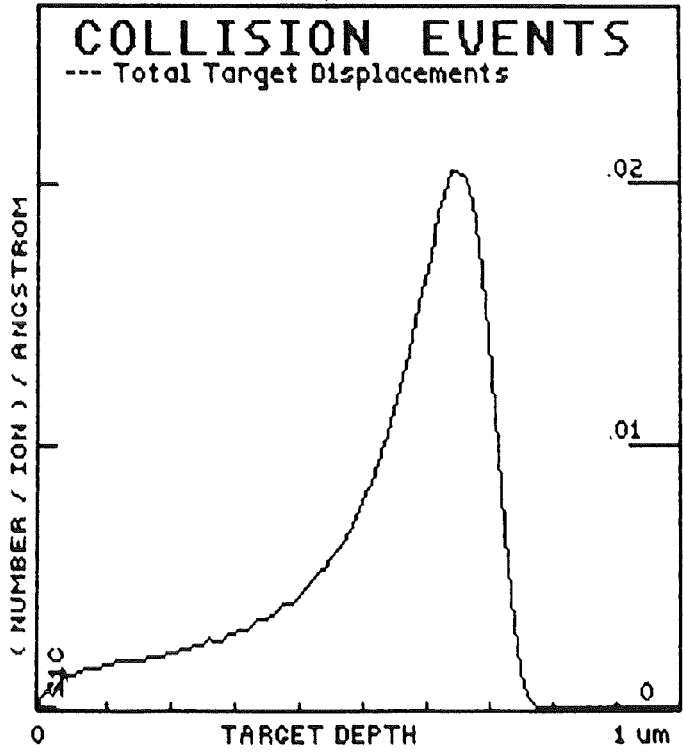


Abb. 4.6 Schädigungsprofil von 200KV He-Ionen in SiC

TAM-4
 Ion-He 4 200 keV
 Target 1- Spinel -3.6 g/cm³
 Layers 2-
 3-

Ion Number : 100000
 Ion Energy : 4 eV
 Cascade E : 0 eV
 Backscatter: 45
 Transmit. : 0

AVERAGES
 Mean Range : 6866 A
 Stragglng : 829 A
 Vac./ Ion : 77

ENERGY LOSS (%)
 IONS RECOILS
 Ioniz.: 96.6 .9
 Vac. : .6 1.2
 Phon. : .7 .2

Commandr: 5B, E, R, P, p, C, N, F2 Version - 4.4

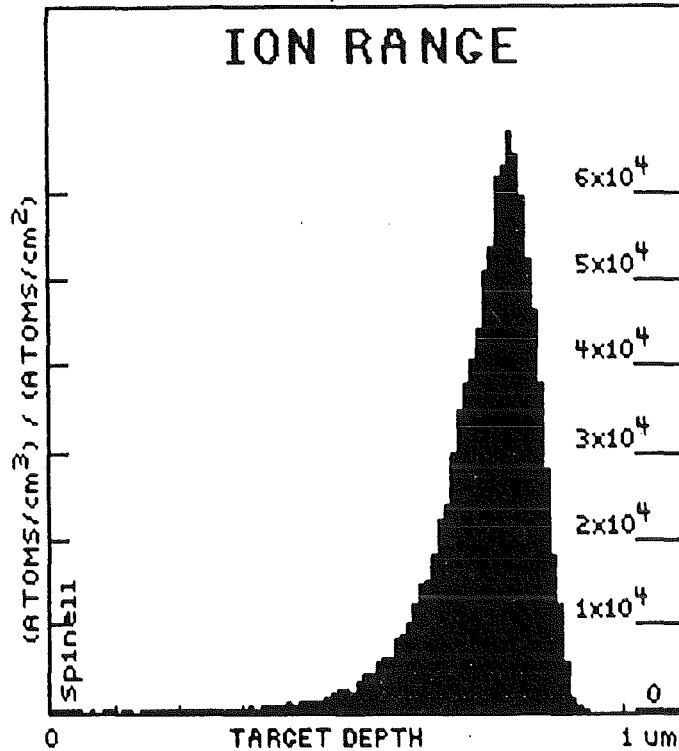


Abb. 4.7 Eindringtiefe und Konzentration von 200KV He-Ionen in MgAl₂O₄

TAM-4
 Ion-He 4 200 keV
 Target 1- Spinel -3.6 g/cm³
 Layers 2-
 3-

Ion Number : 100000
 Ion Energy : 4 eV
 Cascade E : 0 eV
 Backscatter: 45
 Transmit. : 0

AVERAGES
 Mean Range : 6866 A
 Stragglng : 829 A
 Vac./ Ion : 77

ENERGY LOSS (%)
 IONS RECOILS
 Ioniz.: 96.6 .9
 Vac. : .6 1.2
 Phon. : .7 .2

Commandr: 5B, E, R, P, p, C, N, F2 Version - 4.4

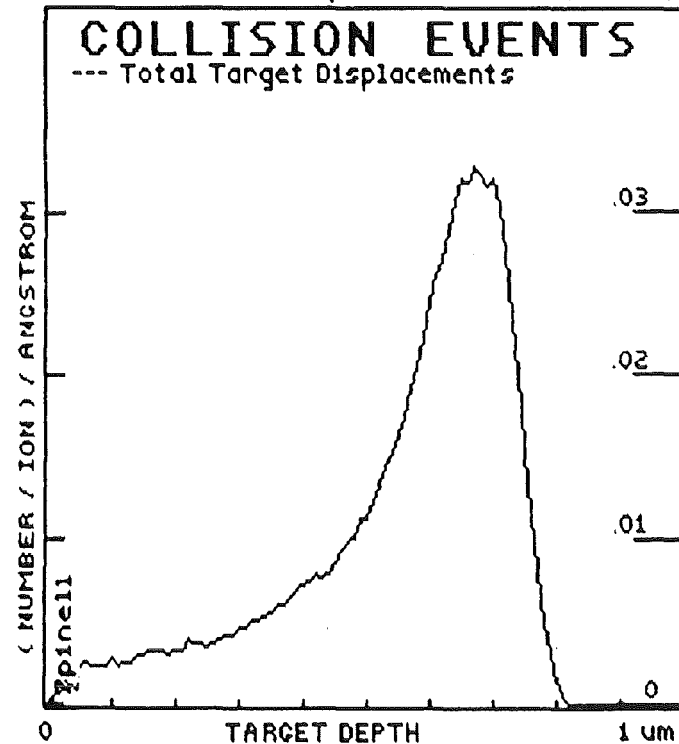


Abb. 4.8 Schädigungsprofil von 200KV He-Ionen in MgAl₂O₄

Die Heliumkonzentration in Atomprozent im Material und die Schädigungsrate in dpa können aus den Zahlen der obigen Ergebnisse in folgender Weise berechnet werden:

Die Ionenimplantation nach der Rechnung des TRIM-Codes ergibt für SiC eine maximale Konzentration von $7,5 \cdot 10^4$ (Atoms/cm³) / (Atoms/cm²) , bei Implantation von $3 \cdot 10^{22}$ Ions/m² = $3 \cdot 10^{18}$ Ions/cm² also eine maximale Konzentration von $22,5 \cdot 10^{22}$ Heliumatomen/cm³ .

Die Targetdichte von SiC folgt aus den relativen Atommassen Si: 28 , C: 12 .

Die durchschnittliche Masse beträgt also 20 atomare Einheitsmassen und mit der atomaren Einheitsmasse von $1,66 \cdot 10^{-24}$ g das spezifische Gewicht somit $20 \cdot 1,66 \cdot 10^{-24}$ g/Atom.

Mit der Dichte von $3,2$ g/cm³ folgt für SiC eine Targetdichte von:

$$N_{\text{SiC}} = 9,64 \cdot 10^{22} \text{ Atomen/cm}^3.$$

Es ergibt sich also im Maximum in der Tiefe von $0,66 \mu\text{m}$ eine theoretische Heliumkonzentration von 233 Atomprozent¹, innerhalb eines Bereichs von $0,2 \mu\text{m}$ um das Maximum wird noch mindestens ein Zehntel dieses Wertes erreicht².

Die Ergebnisse der niedrigeren Implantationen können entsprechend berechnet werden; der niedrigste Maximalwert für die mit $3 \cdot 10^{18}$ Ionen/m² implantierten Proben beträgt demgemäß $0,023$ Atomprozent Helium.

Die Schädigungsrate nach TRIM erreicht ein Maximum von $0,02$ (Displacements/Ion)/Å.

Dies, multipliziert mit der Zahl der implantierten Ionen, z.B. $3 \cdot 10^{22}$ Ions/m², ergibt einen Wert von $6 \cdot 10^{20}$ d / (Å * m²) = $6 \cdot 10^{24}$ d/cm³. Mit der Targetdichte für SiC von $9,64 \cdot 10^{22}$ Atomen/cm³ folgt daraus eine maximale theoretische Schädigung von 62 dpa für diese am meisten implantierten Proben; die maximale Schädigung der am niedrigsten implantierten Proben beträgt dann $0,0062$ dpa .³

Heliumimplantationen und Schädigungsverteilungen der beiden anderen Materialien werden entsprechend berechnet. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle zusammengefaßt.

-
- ¹ Diese - und alle folgenden entsprechenden - Prozentangaben sind auf die Targetdichte bezogen. 233 % Helium heißt hier also, daß (in einem schmalen Bereich von etwa $0,2 \mu\text{m}$ Tiefenausdehnung) theoretisch auf jedes Targetatom $2,3$ Heliumatome implantiert sind.
 - ² Das Kriterium von 10% des Maximalwerts wurde gewählt, weil die Bestrahlungsserien um den Faktor 10 gestaffelt sind.
 - ³ Bei der Betrachtung dieser Werte muß der im Vergleich mit Beschuß mit Neutronen um 4 Größenordnungen höhere Wert für den Wirkungsquerschnitt bei Beschuß mit Heliumionen beachtet werden. $\sigma_{\text{D}}^{\text{Max}} = 2,1 \cdot 10^{21} \text{ m}^2 \text{ dpa}$.

Material	SiC	Al ₂ O ₃	MgAl ₂ O ₄
Dichte [g / cm ³]	3,2	3,7	3,6
Targetdichte [10 ²² At. /cm ³]	9,64	10,9	10,7
Maximumstiefe [μm]	0,66	0,69	0,69
maximale Implantation [%]	233	165	182
maximale Schädigung [dpa]	62	75	91

Tab. 4.2 Maximale Implantationen und Schädigungen

4.3 Oberflächenabtrag durch Sputtering bei der Implantation

Werden Festkörper mit Ionen beschossen, so wird dabei immer eine bestimmte Anzahl von Atomen pro einfallendem Ion aus der Oberfläche herausgeschlagen. Dies führt zu einer regelrechten Erosion der Oberfläche, die bei der Betrachtung der Eindringtiefen nicht außer acht gelassen werden kann. Dieser Vorgang wird als "Sputtering" bezeichnet. Die folgende Abbildung zeigt einen Ausschnitt vom Rand einer mit $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² (200 KV, Helium) beschossenen Probenfläche aus SiC.

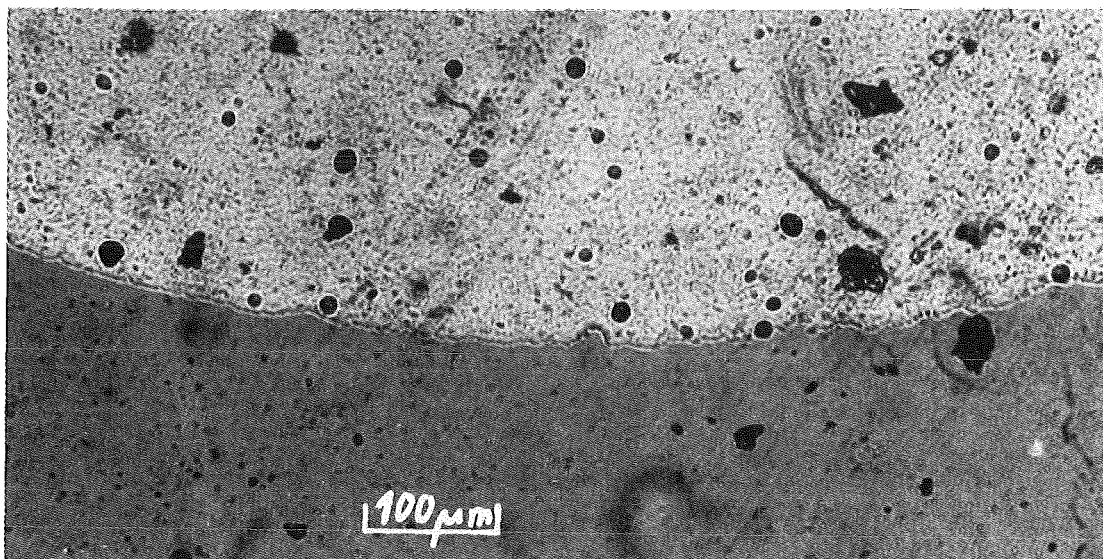


Abb. 4.9 Lichtmikroskopische Aufnahme eines Sputtereindrucks.
Der abgetragene Bereich ist im Bild oben.

Auf die physikalischen Grundlagen des Sputtereffekts wird hier nicht näher eingegangen. Im Zusammenhang mit dieser Arbeit sind allein die Einflüsse interessant, die sich aus dem Sputtering auf die Ergebnisse der Ionenimplantationen ergeben.

Eine physikalische Begrenzung der erreichbaren Implantationsdosis ist dann zu erwarten, wenn die Sputterrate s (d.h. das Verhältnis herausgeschlagener Atome zu einfallenden Ionen) relativ groß ($s > 2$) und gleichzeitig die Schädigungs- bzw. Eindringtiefe relativ klein ist (vgl. <EXE-85>), da unter diesen Umständen die Oberfläche während der Bestrahlung in das bestrahlte Material hineinwandert.

Aber auch bei günstigeren Verhältnissen wird durch diesen Effekt die tatsächlich erreichte Schädigungskurve gegenüber den aufgrund der Theorie erwarteten Werten abgeflacht. Dementsprechend müssen ab einer bestimmten Implantationsdosis die theoretischen Maximalwerte der Schädigung und Implantation nach unten korrigiert werden.

4.3.1 Experimentelle Bestimmung der Abtragtiefe und der Sputterrate

Sputterraten werden in der Regel nach folgenden Methoden gemessen:

1. Wägung des Targets vor und nach der Implantation.
2. Analyse der Sputteratome während des Beschusses.

Der experimentelle Aufwand dieser Methoden ist jedoch verhältnismäßig groß. Es wurde daher nach einem einfacheren und leicht zu realisierenden Meßverfahren für die Sputterrate gesucht, das eine Abschätzung des Abtrags während der Implantation ermöglicht. Die Sputterexperimente sollten mit der vorhandenen Bestrahlungseinrichtung zur Ionenimplantation 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 Tiefenmessung von d_s bestimmt werden.

Durch teilweises Abdecken der Sputterproben mit einer Lochmaske bleibt ein Teil der ursprünglichen Oberfläche erhalten. Die Stärke d_s der abgetragenen Schicht kann dann durch Betrachtung der Randstufe an der Lochblende mit einem Interferenzmikroskop gemessen werden.

Das Auflicht-Interferenzmikroskop ermöglicht eine meßkraft- und zerstörungsfreie Prüfung der Oberfläche bei einer Meßgenauigkeit von bis zu $0,03\mu$ <LEI-73>.

Die Meßmethode beruht auf der Bildung von Interferenzstreifen durch die Phasendifferenz zweier vom Objekt und von einem Vergleichsspiegel zurückgeworfener Lichtstrahlen. Die Tiefe einer abgetragenen Stelle d_s wird an der Auslenkung der Interferenzstreifen nach der Formel

$$d_s = k * \lambda / 2 \quad (4.22)$$

mit k = relative Streifenauslenkung in Streifenbreiten,
 λ = Wellenlänge der verwendeten Lichtquelle (hier $0,589 \mu\text{m Na}$)

gemessen.

Die Sputterrate s errechnet sich dann nach

$$s = d_s * N_T / D \quad (4.23)$$

mit N_T = Targetdichte [cm^{-3}]
 D = Ionendosis in Teilchen / cm^2 .

Es wurden für SiC und Al_2O_3 Sputterversuche mit den beiden auch während der Implantationen von Sandwichproben verwendeten Temperaturen und der höchsten bei den Implantationen verwendeten Strahlstromstärke (Fluß) von $2,93 * 10^{18}$ Ionen $\text{m}^{-2}\text{s}^{-1}$ durchgeführt.

Ein Einfluß der Temperatur konnte im Bereich von 200°C bis 800°C nicht festgestellt werden.

Die folgenden Bilder zeigen exemplarisch die Interferenzabbildung an der Stufe für Siliziumkarbid und Aluminiumoxid.

Auf den Photographien (Maßstab 1:200) sind die Hilfslinien zur Auswertung eingezeichnet.

Die Ergebnisse der Sputterexperimente sind in Tabelle 4.3 zusammengestellt:

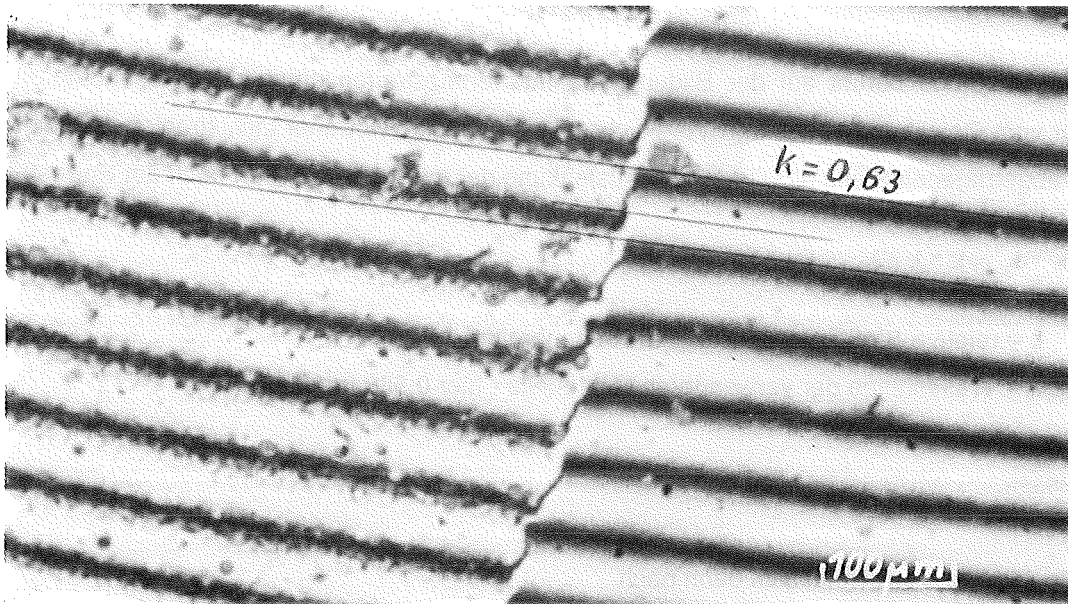


Abb. 4.10 Interferenzmikroskopische Aufnahme eines Sputtereindrucks
 (SiC nach $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² bei 200°C, 10μA, k = 0,63)

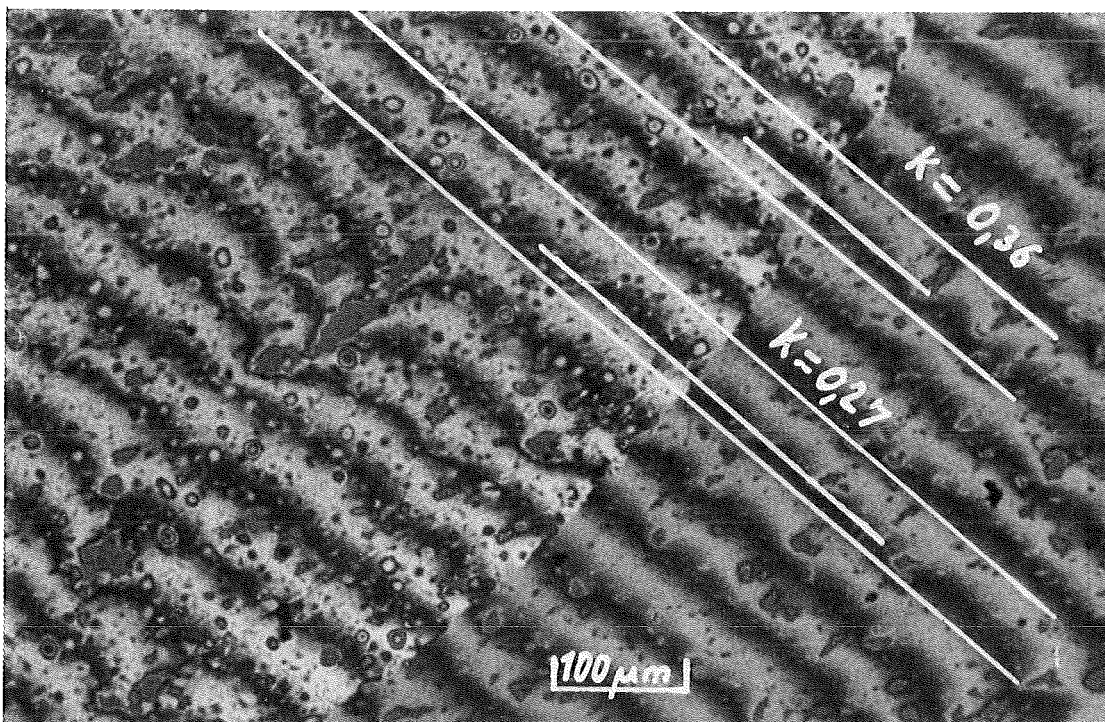


Abb. 4.11 Interferenzmikroskopische Aufnahme eines Sputtereindrucks
 (Al₂O₃ nach $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² bei 200°C, 10μA, k = 0,32)

Target	Fluß	Ion	Ionendosis	Temp.	d_s	s
SiC	2,93 [m ⁻² s ⁻¹]	He ⁺	3 * 10 ²² [m ⁻²]	200°C	0,2 µm	0,64
SiC	2,93 [m ⁻² s ⁻¹]	He ⁺	3 * 10 ²² [m ⁻²]	800°C	0,2 µm	0,64
Al ₂ O ₃	2,93 [m ⁻² s ⁻¹]	He ⁺	3 * 10 ²² [m ⁻²]	200°C	0,1 µm	0,36
Al ₂ O ₃	2,93 [m ⁻² s ⁻¹]	He ⁺	3 * 10 ²² [m ⁻²]	800°C	0,1 µm	0,36

Tabelle 4.3 Sputterraten von SiC und Al₂O₃

4.3.2 Theoretische Berechnung der Sputterrate

Bei Kenntnis der Target-, Ionen- und Bestrahlungsparameter kann die Sputterrate theoretisch berechnet werden. Ein Verfahren dafür ergibt sich aus <SIG-69>.

Die Rechnung ist beispielhaft für Al₂O₃ in Anhang B durchgeführt:

Es ergibt sich die Sputterrate für Al₂O₃ und 200 KeV He⁺-Ionen:

$$S_{Al_2O_3} = 0,58 .$$

Dies entspricht in etwa den gemessenen Werten (s. o.). Vergleichbare Literaturwerte mit der selben Ionenenergie liegen nicht vor.

Da keine Literaturwerte für die Oberflächenbindungsenergien von SiC bzw. MgAl₂O₄ zu finden sind, wurden deren Sputterraten nicht berechnet.

4.3.3 Verschiebung der Bestrahlungseffekte durch das Sputtering

Aus den oben genannten Werten wird deutlich, daß sich die theoretisch erwarteten Schadensprofile besonders für maximal bestrahltes SiC nennenswert verschieben.

Der mit mindestens 10% des Maximalwerts geschädigte Bereich, der sich theoretisch in der Tiefe von 0,55 bis 0,75 μm erstrecken sollte, wird wegen des Sputtereffekts auf den Bereich von 0,35 bis 0,75 μm ausgedehnt.

Bei Al_2O_3 ist der Effekt weniger drastisch, da zum einen die Sputterrate niedriger, zum anderen der Schadenbereich von vornherein breiter ist. Es kommt hier nur zu einer Verbreiterung und entsprechenden Absenkung des Maximums von etwa 25% .

Bei niedrigeren Implantationen ($3 \cdot 10^{21}$ Ionen/ m^2 und weniger) kann der Effekt bei diesen keramischen Materialien prinzipiell vernachlässigt werden. (Die Implantationen auf $3 \cdot 10^{21}$ Ionen/ m^2 wurden auch mit 10 μA Strahlstrom ausgeführt, d.h. es ist eine Verschiebung von maximal 0,02 μm zu erwarten; die höchsten mit 2 μA ausgeführten Implantationen von $3 \cdot 10^{20}$ Ionen/ m^2 entsprechen 0,008 μm Verschiebung.)

Dieser Verschiebungseffekt läßt sich nach Exel <EXE-85> analytisch in folgender Weise erfassen.

Bei der Gleichung:

$$D_{\text{eff}} = K \cdot t_{\text{eff}} = K \cdot t \cdot (1 - v \cdot t / 2R_S) \quad (4.24)$$

wobei D_{eff} die tatsächliche Schädigung in [dpa] ,
K die Schädigungsrate in [dpa/s] ,
t die Strahlzeit in [s] ,
v die Abtragungsgeschwindigkeit durch Sputtern und
 R_S die Schädigungstiefe

sind, wird allerdings die stark vereinfachende Annahme eines kastenförmigen Schädigungsprofils gemacht.

Setzt man in Gleichung (4.24) die Zahlenwerte für maximal ($3 \cdot 10^{22}$ Ions/ m^2) implantiertes Siliziumkarbid ein, so erhält man eine tatsächliche maximale Schädigung von 84% des theoretisch erwarteten Wertes.

Aus der Gleichung:

$$t_{\text{max}} = R_S / v \quad (4.25)$$

ergibt sich eine maximale Bestrahlungszeit t_{max} , zu der die Oberfläche bis zur Schädigungstiefe bei Bestrahlungsbeginn vorgerückt ist. Bei weiterer Bestrahlung erhöht sich daher die Schädigungsdosis nicht mehr.

Dieses t_{\max} ergibt sich für die Bestrahlung von SiC zu 9,2 h, also etwa dem dreifachen der in dieser Arbeit verwendeten maximalen Strahlzeit.

Ein anderer Ansatz zur Erfassung der Verschiebungseffekte ist die numerische Weiterverarbeitung der Ausgabewerte des TRIM-Programms nach dem gleichen Prinzip.

Ein zu diesem Zweck erstelltes Programm addiert die von TRIM erzeugten Wertekurven, mehrfach entsprechend dem Oberflächenabtrag verschoben und durch die Zahl der Verschiebungen geteilt, zu sich selbst und gibt die entstehenden Kurven im gleichen Maßstab aus.

Die folgenden Abbildungen 4.12 und 4.13 zeigen im gleichen Maßstab und ausgehend von Abb. 4.5 und 4.6 die Schädigungskurve bzw. die Ionenimplantation nach TRIM in relativer Darstellung (bezogen auf die eingestrahle Ionenzahl) sowie die durch den Sputterabtrag der Oberfläche entstehenden Verteilungen nach jeweils 2^h46' bzw. 11^h4' Strahlzeit entsprechend $3 \cdot 10^{22}$ und $12 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² Fluenz. Die in das Material vorgerückten Oberflächen nach diesen Zeiten sind als punktierte Linien eingezeichnet.

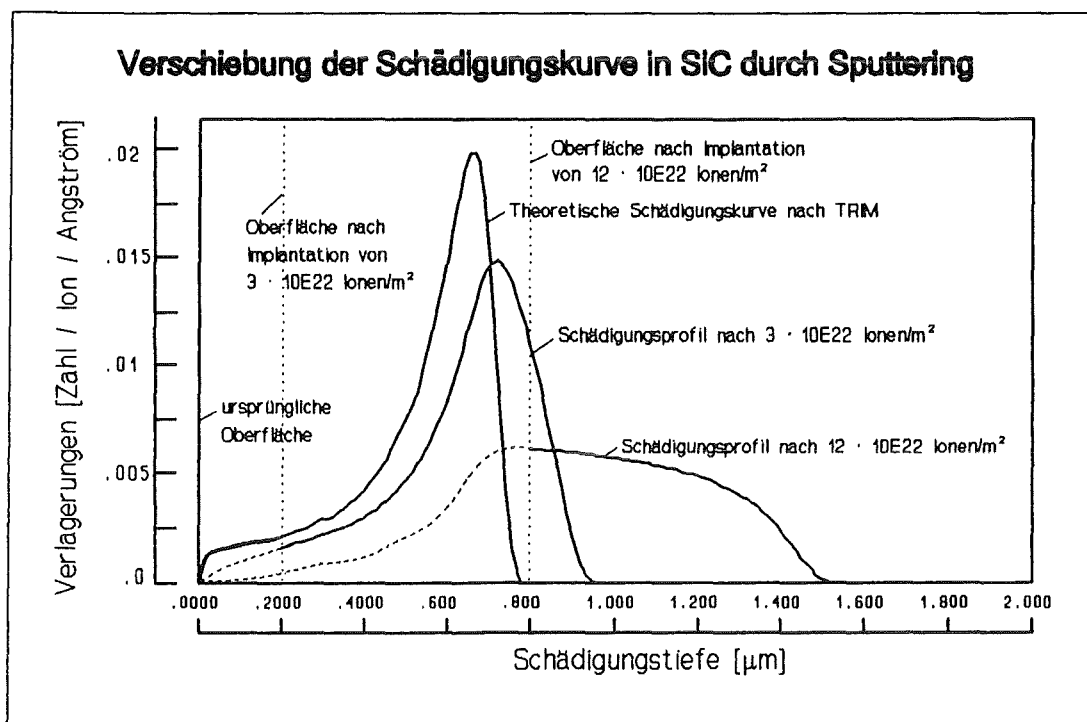


Abb. 4.12 Schädigungskurven unter Berücksichtigung des Sputterns (SiC)

Die einzelnen Kurven in dieser Graphik haben relativen Charakter. Durch die höhere absolute Zahl der eingeschossenen Ionen ist natürlich auch die absolute Schädigung bei $12 \cdot 10^{22}$ Ionen / m² höher.

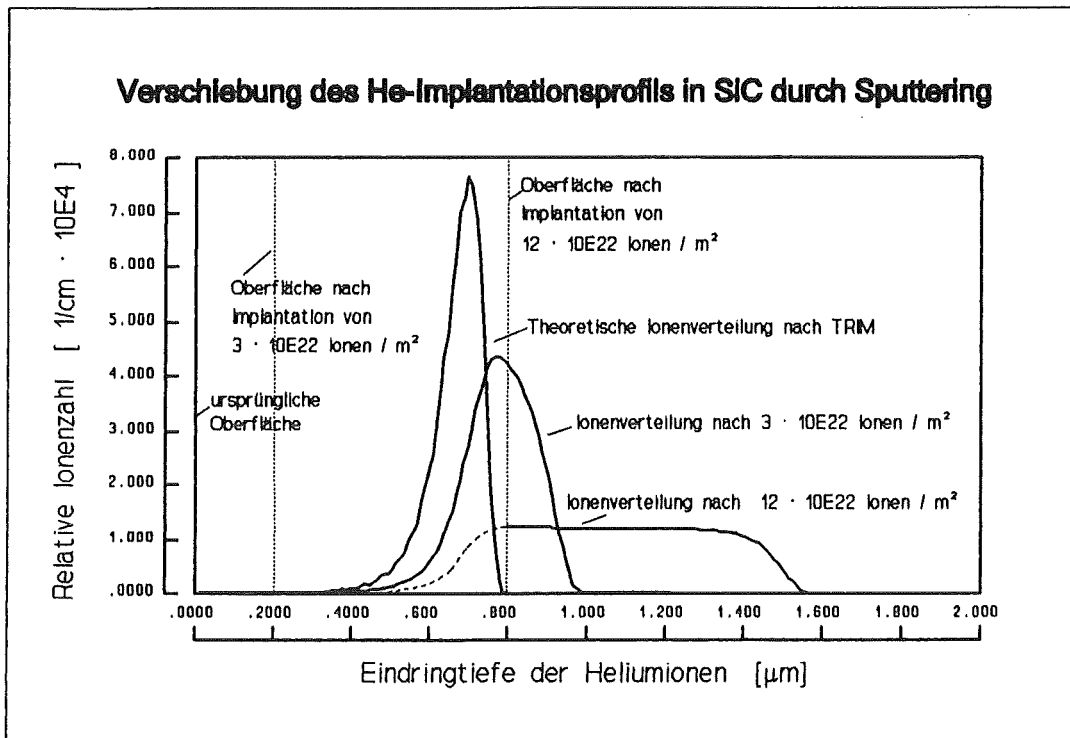


Abb. 4.13 Implantationsprofile unter Berücksichtigung des Sputterns (SiC)

Der relative Charakter der Graphik entspricht der vorigen Abbildung.

Die Kurve der Maxima einer Reihe von Rechnungen zum Schädigungsprofil sind in Abb. 4.10 in absoluten Einheiten (dpa) dargestellt. Hier ist die Grenze der unter den gegebenen experimentellen Bedingungen erreichbaren maximalen Schädigung zu erkennen.

Ab einer Fluenz von $2 \cdot 10^{23}$ Ionen/m² wird eine Schädigung von 74 dpa erreicht und bei weiterer Implantation nicht mehr überschritten, da die durch Sputtering in das Material vorgerückte Oberfläche - wie auch in der flachsten Kurve in Abb. 4.11 zu sehen - das Maximum der Schädigung erreicht hat.

Diese Fluenz entspricht einer Bestrahlungszeit von 18^h58', also etwa dem Doppelten der nach der Rechnung mit kastenförmigem Schädigungsprofil erwarteten maximalen Bestrahlungszeit t_{\max} von 9^h12'.

Das Diagramm zeigt auch, daß bei der höchsten im Verlauf der Untersuchungen erreichten Fluenz von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² eine tatsächliche Schädigung von 47 dpa (statt der nach der TRIM-Rechnung erwarteten 62 dpa) und damit von zwei Dritteln des maximal erreichbaren Wertes vorliegt.

Begrenzung der Schädigung durch Sputtering

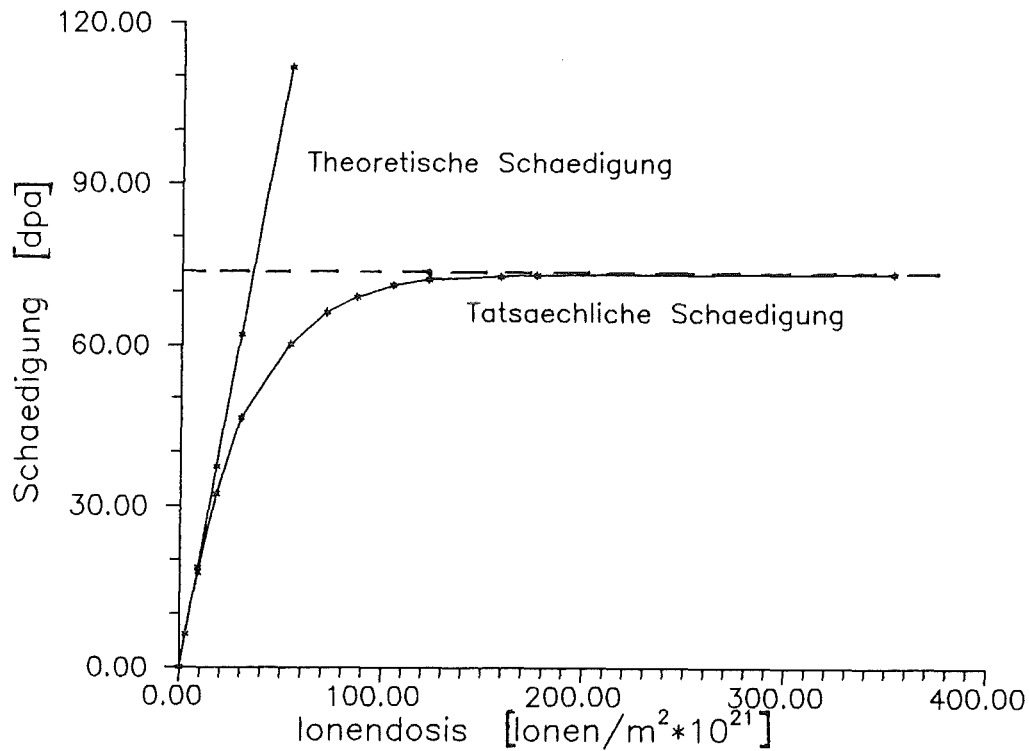


Abb. 4.14 Zur maximal erreichbaren Schädigung (SiC) (Absolute Angaben)

Die entsprechende Kurve der Maxima einer Reihe von Rechnungen zur Implantation sind in Abb. 4.15 in Einheiten von Atomprozent dargestellt. Auch hier ist eine Grenze der unter den gegebenen experimentellen Bedingungen erreichbaren maximalen Implantation zu erkennen; die Kurve nähert sich dem Maximum früher als die der Schädigung, da die Reichweitenverteilung (Abb. 4.5) eine schmalere Kurve bildet.

Bereits ab einer Fluenz von $1,5 \cdot 10^{23}$ Ionen/m² wird eine Implantation von 150 Atomprozent erreicht und bei weiterer Implantation nicht mehr überschritten.

Diese Fluenz entspricht einer Bestrahlungszeit von $14^{\text{h}14}$, also etwa drei Vierteln der maximalen Zeit des Sputterings.

Das Diagramm zeigt außerdem, daß bei der höchsten im Verlauf der Untersuchungen erreichten Fluenz von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² eine tatsächliche Implantation von 132 Atomprozent (statt der nach der TRIM-Rechnung erwarteten 233 Atomprozent) und damit von 60% des maximal erreichbaren Wertes vorliegt.

Begrenzung der Implantation durch Sputtering

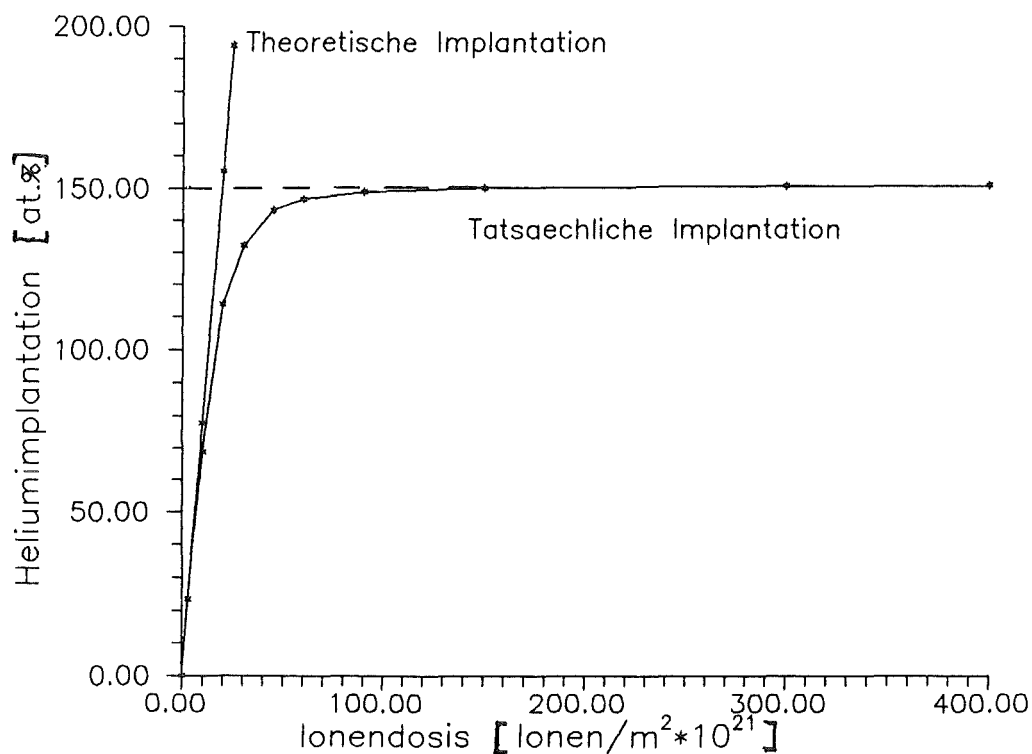


Abb. 4.15 Zur maximal erreichbaren Implantation (SiC) (Absolute Angaben)

4.4 Experimentelle Überprüfung der Schädigungstiefen an Flachproben

Die experimentelle Überprüfung von Eindringtiefen und Schädigungszonen an Flachproben ist aus den in Kapitel 2 (vgl. auch Anhang A, Anhang C) genannten Gründen von vornherein mit einer gewissen Unsicherheit behaftet. Um bei der Zieldünnung sicherzugehen, wurde ab einer gewissen Tiefe vorsichtig in kleinen Schritten weitergedünnt. Die direkte Überprüfung der zu untersuchenden Proben im Interferenzmikroskop ist nur sehr begrenzt möglich, da diese im Elektronenmikroskop durchstrahlbaren Proben naturgemäß sehr empfindlich sind und die

Auswertung durch die bei diesen Proben ja nicht abnehmbaren Kupfernetzchen behindert wird. Trotzdem zeigen bei gleichzeitiger Kontrolle der Dünnanlage durchgeführte 'Durchdünnsereien', d. h. wiederholtes Weiterdünnen und Photographieren derselben Proben in kleinen Schritten, gute Übereinstimmung mit den Erwartungen der Theorie. Die folgenden Bilder zeigen den Übergang einer definierten Probenzone aus dem kristallinen zum amorphen Zustand. (SiC, $3 \cdot 10^{22}$ Ionen/m² bei 200°C)



Abb. 4.16 Probe nach 24' Dünnung

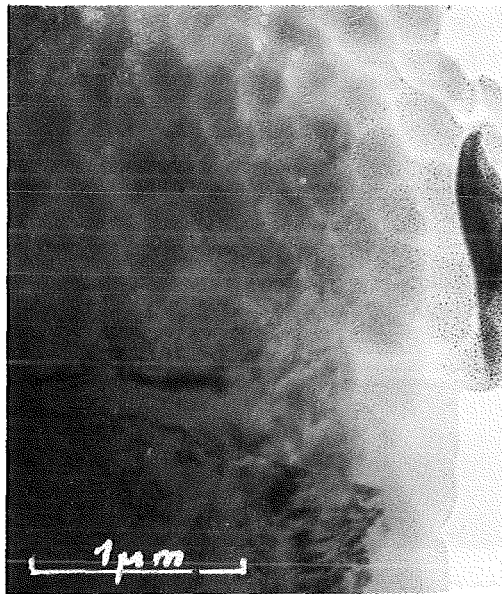


Abb. 4.17 Detail dazu



Abb. 4.18 Probe nach 40' Dünnung



Abb. 4.19 Probe nach 50' Dünnung

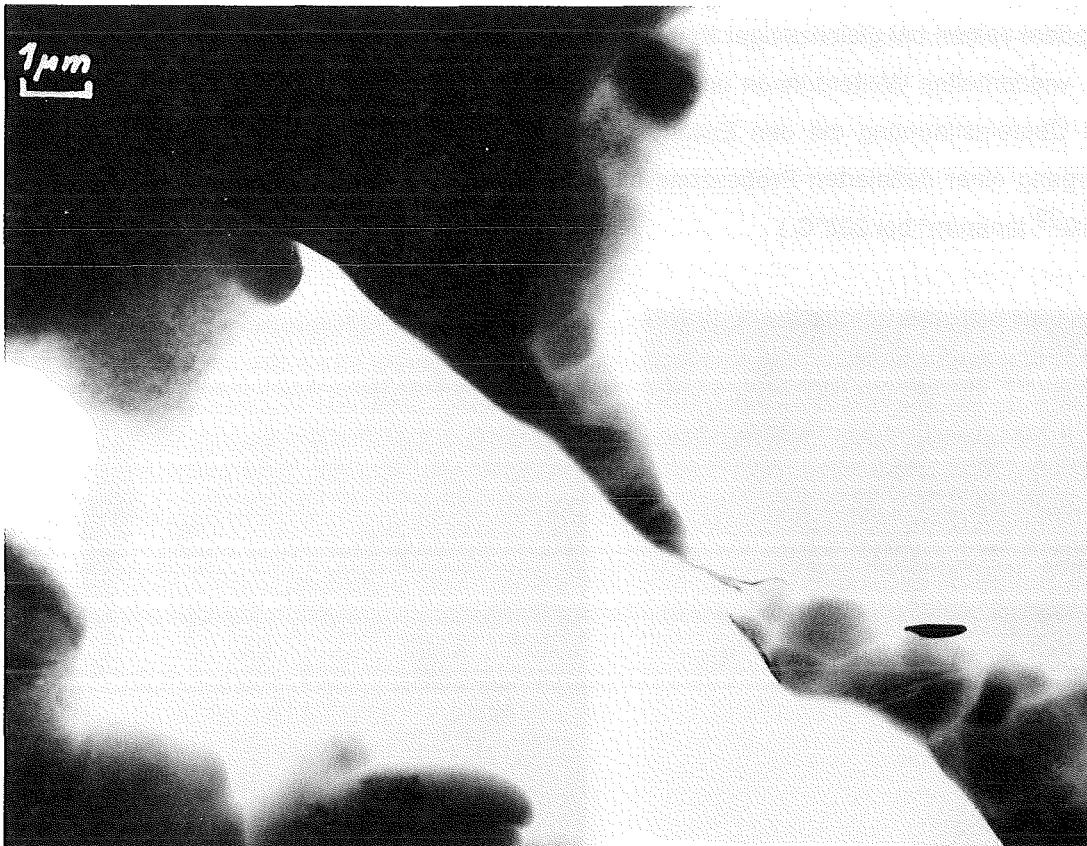


Abb. 4.20 Dieselbe Probe nach 65' Dünnung (jeweils von vorne)

Bei diesen Bildern ist eine amorphe Zone neben einer offenbar beim Dünnen abgeschatteten kristallinen Zone mit Defekten zu erkennen. Mit zunehmender Dünnung bleibt dann nur noch amorphes Material im betrachteten Bereich. Die relativ tiefe geschädigte Zone (entsprechend 40 min Dünnung) erklärt sich aus der Vorverschiebung der Schäden durch Sputtering (s. o.) bei dieser maximal implantierten Probe.

4.5 Überprüfung der Schädigungsprofile durch TEM - Querschnittsanalyse an 'Sandwichproben'

Eine weitaus bessere und zuverlässigere experimentelle Überprüfung der Tiefenprofile wird durch die Verwendung von längs der Einstrahlrichtung präparierten 'Sandwichproben' ermöglicht. (vgl. Kap. 2)

Bei richtiger Dünnung solcher Proben gelingt es, an einzelnen Stellen die ehemalige Vorderkante des bestrahlten Materials herauszupräparieren. Die Tiefenlage des geschädigten Bereichs kann dann direkt aus dem TEM-Bild gemessen werden.

Eine gewisse Unsicherheit in der Tiefenbestimmung resultiert nur aus der Tatsache, daß die im TEM sichtbare 'Vorderkante' durch den Dünnvorgang bereits abgearbeitet sein kann. Die sichtbare Schädigungstiefe erscheint daher eher etwas zu gering.

Die folgende Abbildung zeigt einen Ausschnitt der Vorderkante einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen/m² implantierten SiC-Probe. Die nach der Theorie zu erwartende Tiefenlage des Implantationsmaximums ($0,66 \mu\text{m}$) ist im Bild aufgetragen. Die Breite der in diesem Bild erkennbar geschädigten Zone entspricht mit $0,2 \mu\text{m}$ der aus der Theorie erwarteten Breite des mit mindestens 10% des Maximalwerts implantierten Bereichs.

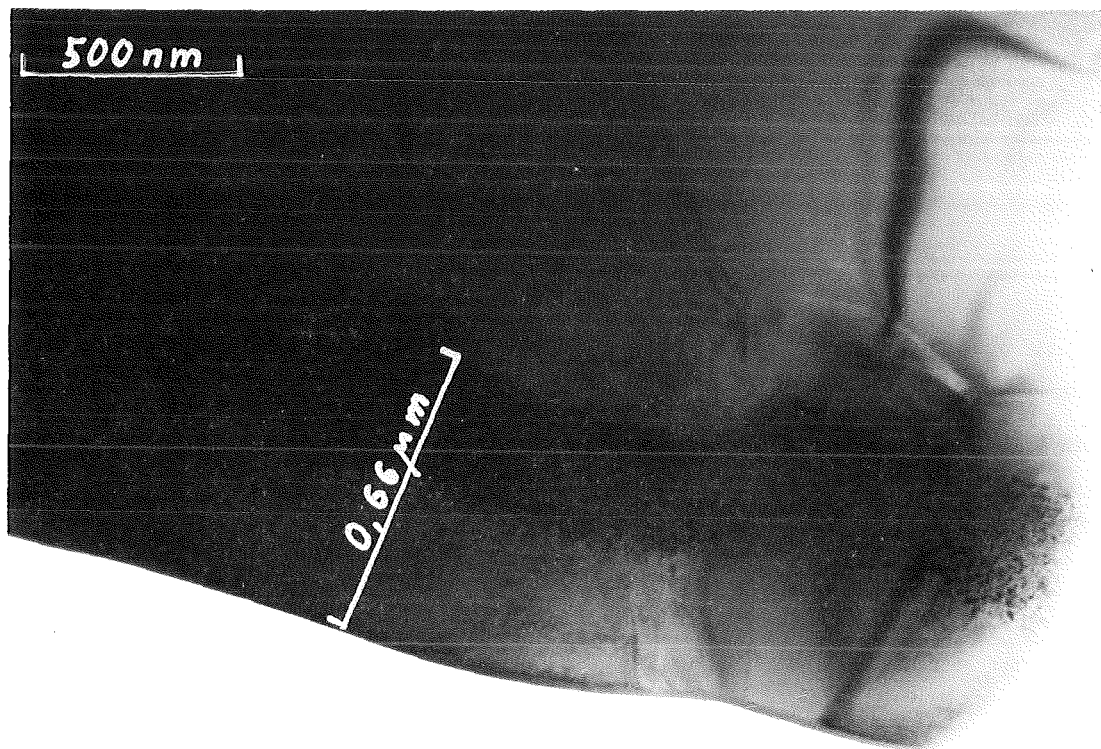


Abb. 4.21 SiC-Sandwichprobe mit geschädigter Zone

Die nächste Detailaufnahme zeigt die nur in dem sehr dünnen Randbereich der TEM-Probe sichtbaren Kavitäten, die besonders am hinteren Ende der geschädigten Zone auftreten (Implantationsmaximum).

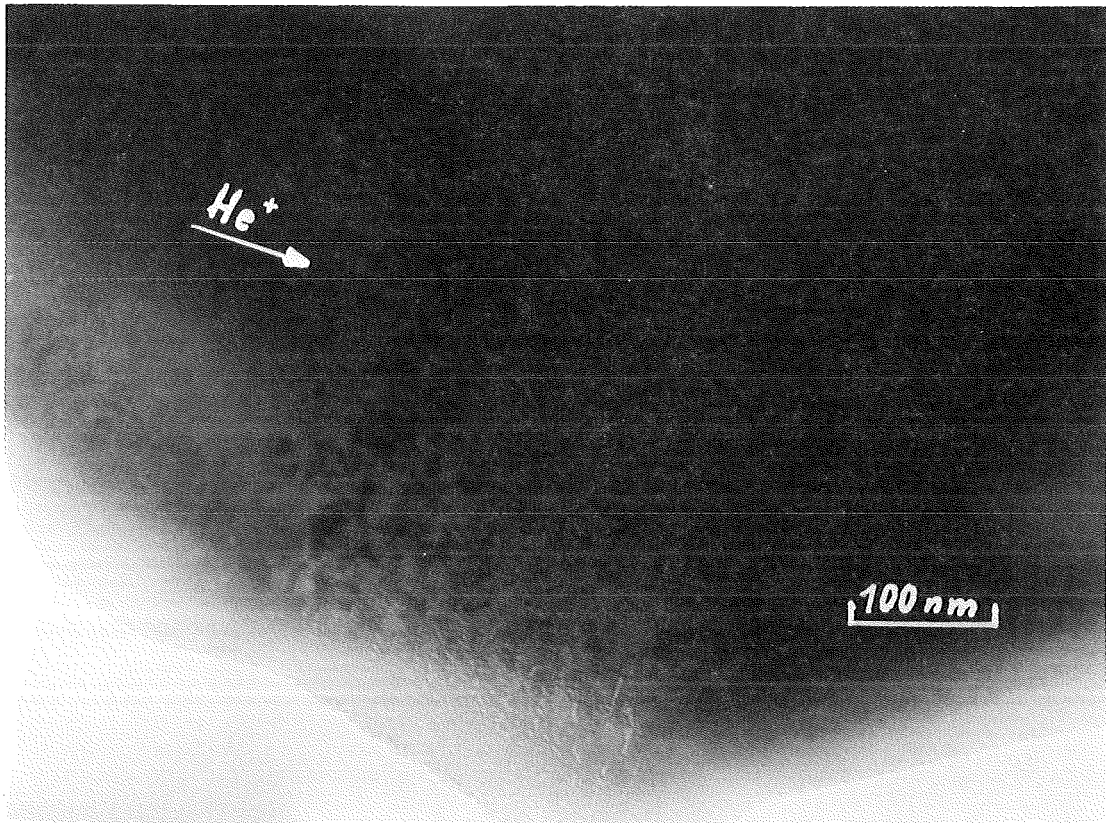


Abb. 4.22 SiC-Sandwichprobe, Detail an der Probenkante

5 Elektronenmikroskopie und Auswertung

Die elektronenmikroskopische Untersuchung der Proben erfolgte mit einem 100 keV Elektronenmikroskop (JEOL 100 C). Bei einer Beschleunigungsspannung von 100 kV können bei den hier untersuchten keramischen Werkstoffen Schichten von bis zu 200 nm Dicke durchstrahlt werden.

Die Dicke der durchstrahlbaren Schicht liegt also im Bereich der Tiefenausdehnung der Hauptschädigungszone bei Implantation von 200 keV He⁺-Ionen (vgl. Abb. 4.1 - 4.6). Bei exakter Zieldünnung in dieses schmale Band von etwa 2000 Å Dicke ist also auch bei Flachproben theoretisch ein korrektes Bild des geschädigten Bereichs möglich.

In der Praxis wurde jedoch, wo immer möglich, für quantitative Aussagen die Auswertung von Sandwichproben herangezogen, da hier immer eine klare Beziehung zwischen untersuchter Stelle und Dosis herstellbar ist.

Zur näheren Untersuchung und Analyse einzelner Gitterstörungen wurden im wesentlichen Flachproben verwendet, da hier die zur Verfügung stehenden Flächen gleicher Schädigung unverhältnismäßig viel größer sind.

5.1 Elektronenmikroskopisch erkennbare Schädigungen

Bei der transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchung von bestrahlten Materialproben sind verschiedene Arten von Strukturschäden zu erkennen, deren wesentlichste - unterschieden nach ihrem ein-, zwei- oder dreidimensionalen Charakter - hier aufgeführt sind:

Einzelne Defekte (Leerstellen oder Zwischengitteratome) sind nicht mit dem Elektronenmikroskop zu sehen. Erst durch Agglomeration dieser punktförmigen "nulldimensionalen" Gitterstörungen (vgl. Kap. 8) infolge Diffusion oder durch ein Insichzusammenfallen einer Stoßkaskade (vgl. Kap. 4) entstehen elektronenmikroskopisch erkennbare Gitterfehler.

- *Versetzungen* sind eindimensionale Fehlbildungen im Kristallaufbau. Es gibt Schrauben- und Stufenversetzungen. Bei der Schraubenversetzung ist eine Gitterebene ab einer Versetzungslinie um einen Vektor \mathbf{b} (Burgersvektor) parallel zu dieser Linie verschoben (s. Abb. 5.1). Bei der Stufenversetzung ist zwischen zwei Gitterebenen ab der Versetzungslinie eine weitere Ebene eingefügt, so daß sich für die umgebenden Ebenen

eine Stufe ergibt. Der Burgersvektor der Verschiebung steht hier senkrecht auf der Versetzungslinie.

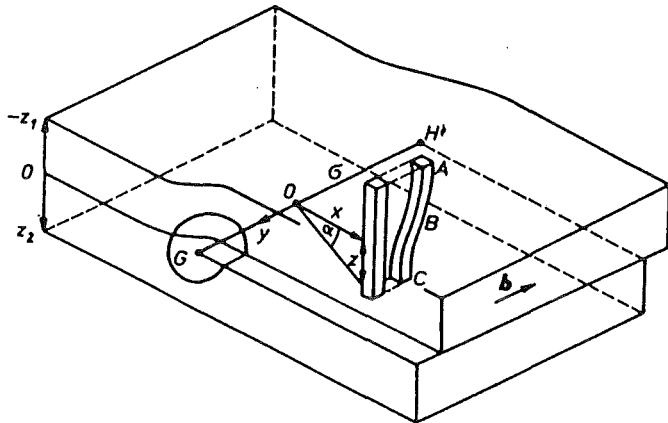


Abb. 5.1 Schraubenversetzung G-H in einer Kristallfolie (nach <HEI-70>)

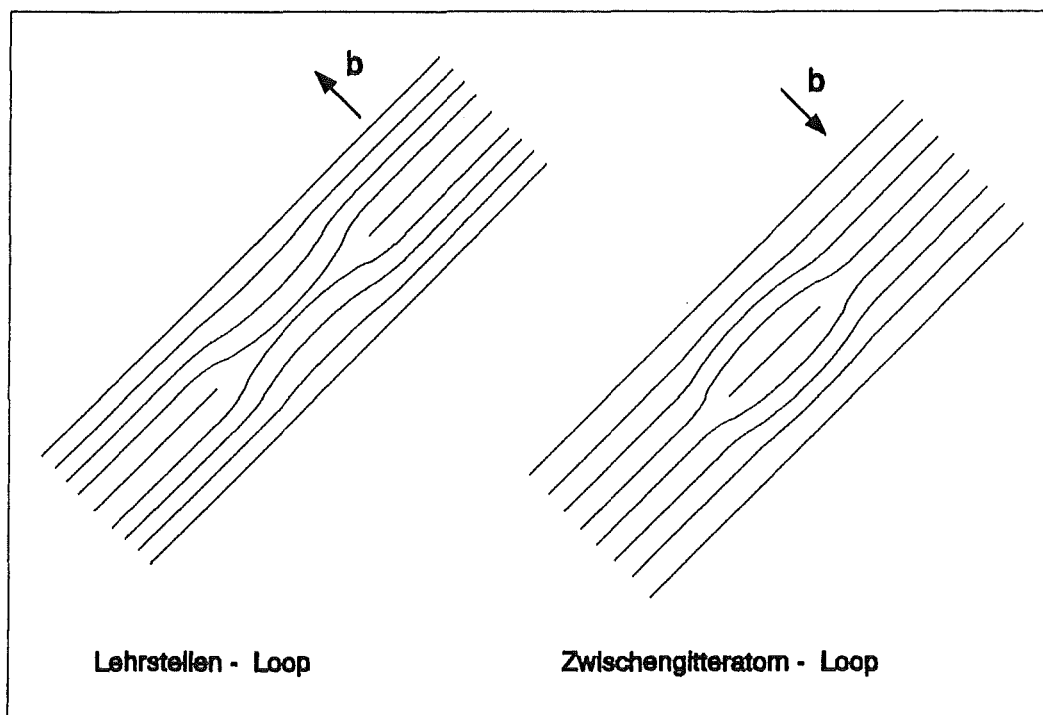


Abb. 5.2 Versetzungsloops zwischen Kristallebenen

- *Loops* sind im Prinzip zu einem Kreis gebogene Versetzungen ("dislocation loop"), also zweidimensional. In Entsprechung zur Stufenversetzung ist beim "Frank-Loop"¹ zwischen zwei Gitterebenen in einem begrenzten Bereich eine weitere eingeschoben, sogenannter "interstitial loop", oder es fehlt ein Stück einer Ebene, sogenannter "vacancy loop". Diese Loops entstehen durch planare Agglomeration von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen in einer Gitterebene. Der Burgersvektor steht senkrecht auf der Ebene des Loops. Loops können ebenso wie Versetzungen durch ihren Burgersvektor identifiziert werden. Steht dieser senkrecht zum abbildenden (kontrastbildenden) Strahl, so "verschwindet" der Loop aus der Abbildung. (s. u.)
- *Stapelfehler* und *Zwillingsgrenzen* sind zweidimensionale Gitterdefekte. Hier ist die Reihenfolge der Gitterebenen (z.B. 6er-Folge in der Grundebene von Al_2O_3) verschoben (Stapelfehler) bzw. gespiegelt (Zwillinge) .
- *Poren* bzw. *Blasen* sind dreidimensionale Gitterstörungen in Form von aus Leerstellen gebildeten oder gasgefüllten Hohlräumen. In der elektronenmikroskopischen Hellfeldabbildung sind sie als helle Punkte bzw. Flächen zu erkennen und an der Änderung ihres Randkontrasts bei Veränderung der Fokussierung zu identifizieren.
- *Ausscheidungen* sind meist dreidimensionale Gitterstörungen in Form von Einlagerungen von Nicht-Gitter-Material (z. B. nach der Stöchiometrie überschüssigem Aluminium in Al_2O_3) im Kristallgitter. Im Gegensatz zu Loops ist ein Verschwinden aus der Abbildung unter bestimmten Abbildungsbedingungen nicht möglich. Im Elektronenbeugungsbild zeichnen sich diese gitterfremden sekundären Phasen durch eine der Matrixstruktur überlagerte Überstruktur von Reflexen aus.
- *Amorphisierung* ist die vollständige Zerstörung der Gitterstruktur. Das verbleibende Material hat keine regelmäßige Anordnung und somit keinen Kristallcharakter mehr (vergleichbar einem Glas). In der Elektronenbeugungsabbildung ist nurmehr ein verwaschener Mittelfleck zu sehen.

Bei den Untersuchungen im Zusammenhang dieser Arbeit wurden vor allem Loops, Blasen und bei Siliziumkarbid auch Amorphisierung festgestellt. Eine Zunahme von Stapelfehlern durch die Bestrahlungen konnte nicht beobachtet werden. Metallische Ausscheidungen, wie

¹ Charakteristikum dieser meist durch Bestrahlung entstehenden Loops ist ein einheitlicher Burgersvektor über die gesamte Looplänge. Im Gegensatz dazu gibt es auch Loops mit über die Looplänge variierendem Burgersvektor.

gelegentlich in der Literatur bei Al_2O_3 erwähnt, waren nur ganz vereinzelt zu erkennen und traten nach Bestrahlung nicht vermehrt auf.

In Verbindung der Hellfeldbilder mit den entsprechenden Elektronenbeugungsbildern wurden die folgenden Möglichkeiten der elektronenmikroskopischen Analyse benutzt:

- Bestimmung der Materialbeschaffenheit:

Ein kristallines Material ergibt ein Beugungsdiagramm aus Punkten bzw. Linien <Hei-70>, <EDI-75> , amorphe Probenbereiche sind an Beugungsdiagrammen in Form verwaschener Flecken zu erkennen.

- Bestimmung der Habitusebenen von planaren Gitterstörungen (Loops)

Wird eine Probe so gekippt, daß bestimmte planare Gitterstörungen als dünne Linien erscheinen, so liegt deren Normale in der betrachteten Ebene und kann bestimmt werden, falls im Beugungsdiagramm Punkte in der gleichen Orientierung erscheinen.

- Bestimmung des Burgersvektors von Frank-Loops

Durch Vergleich von mindestens zwei Zweistrahlssituationen kann der Burgersvektor eines Frank-Loops bestimmt werden (s. u.) <EDI-75>.

Unter alleiniger Verwendung von Hellfeldbildern von Flach- und Sandwichproben wurden Größe und Zahl von Loops und Blasen unter Zuhilfenahme eines halbautomatischen Auswertegeräts (MOP-123, Fa. Kontron) bestimmt.

An Hellfeldbildern von Sandwichproben wurde die Tiefenlage der verschiedenen Schädigungen festgestellt.

5.2 Ein Hilfsprogramm zur Loopanalyse

Als Erweiterung der zur Verfügung stehenden Mittel und zur Vereinfachung und Automatisierung bewährter Methoden wurde zur Auswertung der Beugungsbilder mit Hilfe der Punktabstände ein einfaches BASIC-Programm geschrieben, das zu verschiedenen Kristallsystemen die Gitterebenenabstände ausrechnen und zu einem gegebenen Beugungsbild den Punkten die entsprechenden Gitterebenen zuordnen und die Strahlrichtung (Zonenachse) ausrechnen kann.

Zur Bestimmung der Burgersvektoren von Frank-Loops wurde das Programm um eine Winkelberechnung erweitert. Werden Loops bei der Betrachtung so gekippt, daß ihr Burgersvektor senkrecht zum abbildenden Reflex im Zweistrahlfall steht, so ist ihr Kontrast Null, das heißt, der Loop verschwindet in der Abbildung.

Hat man also zwei unter verschiedenen Winkeln aufgenommene Bilder derselben Probe, auf den ein bestimmter Loop verschwindet, so kann man, da ja der Burgersvektor auf den beiden "zweiten Strahlen" senkrecht stehen muß, diesen aus dem Kreuzprodukt dieser Strahlrichtungen bestimmen. Aufgrund der kristallographischen Symmetrien und den daraus resultierenden verschiedenen möglichen Zuordnungen von Strahlrichtungen zu einem Beugungsbild ergeben sich allerdings mehrere "mögliche Burgersvektoren". Durch Vergleich der Winkel zwischen den zu diesen möglichen Strahlrichtungspärchen gehörigen Zonenachsen und dem tatsächlichen Winkel zwischen den beiden Betrachtungsachsen lassen sich dann aber ein bzw. mehrere äquivalente (z. B. $[1\ 0\ 0]$ und $[0\ 1\ 0]$) tatsächliche Burgersvektoren identifizieren.

Dabei wird der Winkel ϵ zwischen den Betrachtungsachsen in einem Dreh-Kipp-Probenhalter wie folgt berechnet:

Es sei x die erste, y die zweite Beobachtungsachse (vgl. die umseitige Zeichnung), der Probenhalter wurde zuerst um den Winkel α aus der Senkrechten gekippt, dann um den Winkel δ gedreht und in den Winkel β zur Senkrechten gekippt.

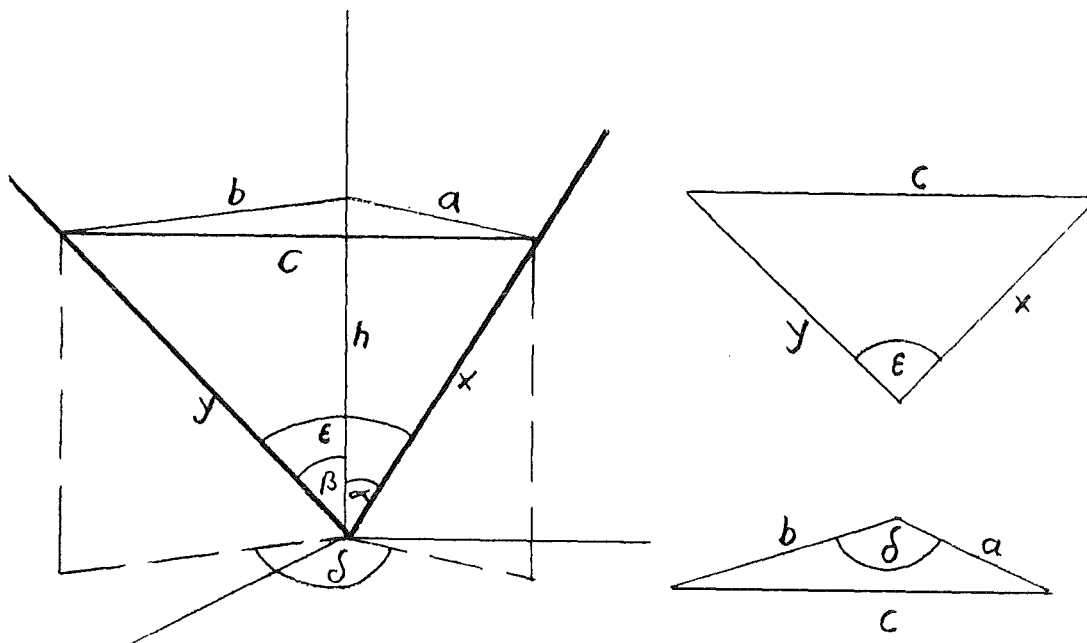


Abb. 5.3 Geometrie der Kippachsen

Es gelten dann die Beziehungen:

$$\cos \alpha = h/x \quad \cos \beta = h/y \quad \tan \alpha = a/h \quad \tan \beta = b/h \quad (5.1)$$

woraus folgt:

$$a = \tan \alpha * h \quad b = \tan \beta * h \quad x = h / \cos \alpha \quad y = h / \cos \beta \quad (5.2)$$

mit (Sinussatz)

$$c^2 = a^2 + b^2 - 2 * a * b * \cos \delta \quad (5.3)$$

und

$$c^2 = x^2 + y^2 - 2 * x * y * \cos \varepsilon \quad (5.4)$$

folgt:

$$\cos \varepsilon = \frac{\tan^2 \alpha * h^2 + \tan^2 \beta * h^2 - 2 * \tan \alpha * \tan \beta * h^2 * \cos \delta - h^2 / \cos^2 \alpha - h^2 / \cos^2 \beta}{- 2 h^2 / (\cos \alpha * \cos \beta)} \quad (5.5)$$

$$= \frac{1}{2} * \left(\frac{\sin^2 \alpha * \cos \beta}{\cos \alpha} + \frac{\sin^2 \beta * \cos \alpha}{\cos \beta} - 2 * \sin \alpha * \sin \beta * \cos \delta - \frac{\cos \beta}{\cos \alpha} - \frac{\cos \alpha}{\cos \beta} \right)$$

$$= \frac{1}{2} * \left(\frac{(\sin^2 \alpha - 1) * \cos \beta}{\cos \alpha} + \frac{(\sin^2 \beta - 1) * \cos \alpha}{\cos \beta} - 2 * \sin \alpha * \sin \beta * \cos \delta \right)$$

$$= \frac{1}{2} * (-\cos \alpha * \cos \beta - \cos \beta * \cos \alpha - 2 * \sin \alpha * \sin \beta * \cos \delta)$$

damit ist mit:

$$\cos \varepsilon = \cos \alpha * \cos \beta + \sin \alpha * \sin \beta * \cos \delta \quad (5.6)$$

der Winkel zwischen den Betrachtungsachsen festgelegt.

5.2.1 Beispiel einer Burgersvektor-Bestimmung an Loops in Al_2O_3

Die folgenden Bilder sind mit 100.000-facher Vergrößerung (fotografisch zweifach nachvergrößert) in Al_2O_3 (implantiert mit 10^{19} Ionen / m^2) unter verschiedenen Betrachtungswinkeln aufgenommen¹. Die erste Aufnahme entstand in der Absicht, möglichst alle vorhandenen Loops in gutem Kontrast zu zeigen. Die beiden folgenden sind unter Zwei-Strahlbedingung mit Zonenachsen von $[0\ 1\ 0]$ und $[-11\ 8\ 2]$, und mit zwei verschiedenen kontrastbildenden Reflexen, nämlich $[0\ 0\ 3]$ und $[-2\ -2\ 3]$ aufgenommen.

Auf diesen beiden Reflexrichtungen steht der Vektor $[-1\ 1\ 0]$ senkrecht. Dieser kann daher Loops, die in den beiden letzten Bildern außer Kontrast sind, d. h. verschwinden, als Burgersvektor zugeordnet werden. Als Beispiel sind Loops in Abb. 5.3 mit "A" und "B" markiert. Diese verschwinden in den beiden anderen Bildern, haben also den Burgersvektor $[-1\ 1\ 0]$.

Zur Kontrolle von Lage und Richtung der Probe dient der Kontaminationsfleck in der rechten unteren Ecke.

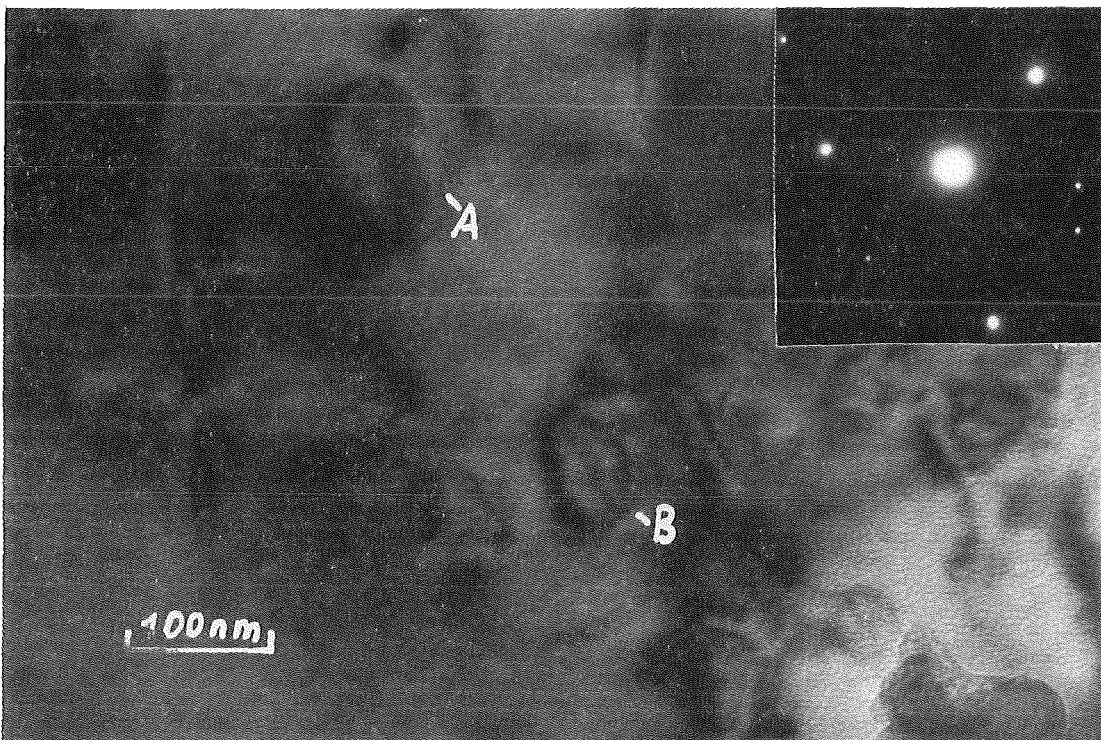


Abb. 5.4 Loops in Al_2O_3 nach Implantation von 10^{19} Ionen / m^2 bei 200°C
Die mit "A" und "B" bezeichneten Loops sind nur hier deutlich sichtbar.

¹ Die Erläuterung hier erfolgt an für das besprochene Material untypischen bis zu 100 nm großen Loops, da diese leichter in ihren verschiedenen Erscheinungsformen darzustellen sind.

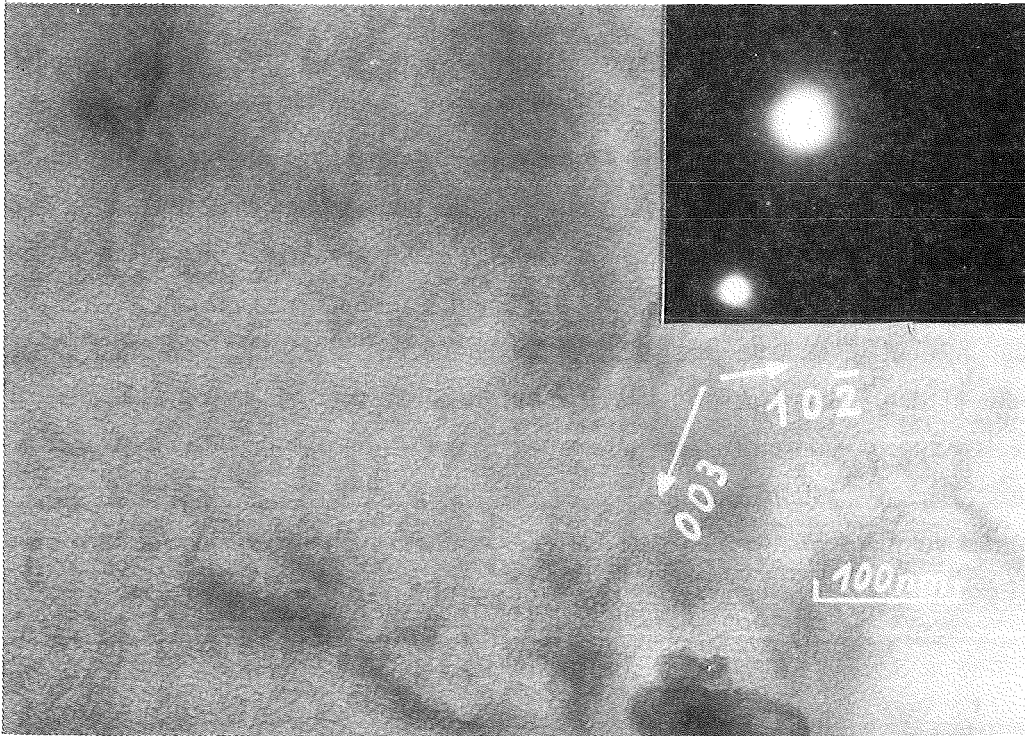


Abb. 5.5 Loops in Al_2O_3 nach Implantation von 10^{19} Ionen / m^2 bei 200°C

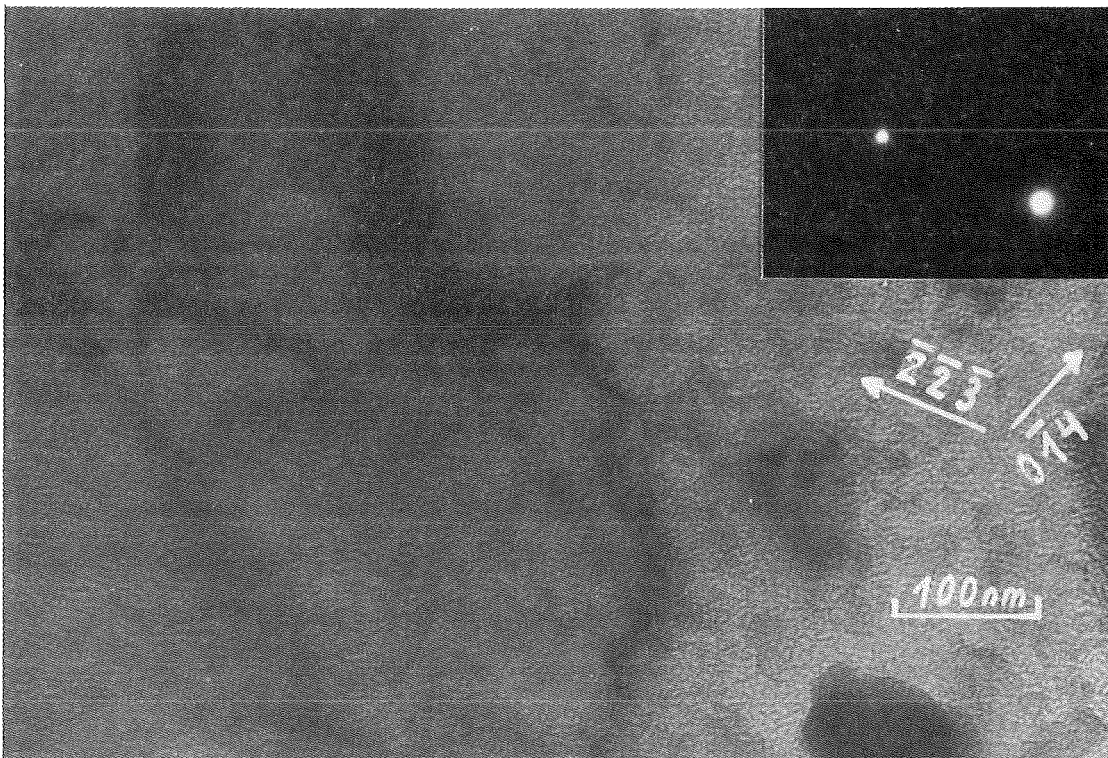


Abb. 5.6 Loops in Al_2O_3 nach Implantation von 10^{19} Ionen / m^2 bei 200°C

6 Ergebnisse

6.1 Eindringtiefen und Strahlenschäden in der Darstellung an Sandwichproben

Bei der Betrachtung der Eindringtiefen der Ionen und der Tiefenverteilung der Strahlenschäden mit Hilfe der Sandwich-Präparate darf der unterschiedliche Charakter der Kurven der Schädigungs- und Implantationsprofile nicht aus dem Auge verloren werden. Während das Schädigungsprofil (im wesentlichen unabhängig von der betrachteten Werkstoffart) bereits dicht hinter der Oberfläche eine nennenswerte Höhe (etwa ein Sechstel des Maximums) erreicht, ist die Tiefenverteilung der implantierten Ionen im Werkstoff auf ein schmales Band von weniger als $0,4 \mu\text{m}$ Breite beschränkt.

Eine Veränderung der implantierten Dosis um den Faktor 10 hat daher ganz unterschiedliche Folgen in der schmalen Zone der Implantation und der breiteren, teils vorgelagerten Zone der Atomverlagerungen.

Mit einer Verzehnfachung der Implantationsdosis steigt die Anzahl der Verlagerungen in dieser "Vorzone" auf einen Wert in der Größenordnung des Maximums der jeweils niedrigeren Dosierung. Die Konzentration der implantierten Ionen dagegen bleibt auf den ersten $0,4 \mu\text{m}$ Tiefe fast gleich Null; erst durch den bei höchsten Dosiswerten auftretenden (d. h. erst hier zur Bedeutung kommenden) Sputtereffekt schiebt sich der Bereich eingelagerten Heliums bei den SiC-Proben scheinbar nach vorne.

Eine besondere Schwierigkeit ergibt sich bei der Auswertung der Eindringtiefen aus dem Abdünnverhalten der Sandwichproben in der Ionendünnung.

Da der durch die Konstruktion dieser Proben bedingte Mittelspalt mit Kunstharz geringerer Widerstandsfähigkeit gegen den Sputterabtrag gefüllt ist, werden die Kanten dieses Mittelspalts, die als ehemalige Probenvorderfläche die Bezugslinien für die Messung der Eindringtiefen darstellen, bevorzugt abgedünnnt. Dies umso mehr, wenn das Material dicht hinter der Oberfläche durch die Strukturveränderung infolge der Bestrahlung geschwächt ist. Dadurch kann sich die Spaltkante bis hin zum Verschwinden der geschädigten Zone in die Probe hinein verschieben.

Es ist daher im Zweifelsfall notwendig (nach einer Überprüfung der tatsächlichen Eindringtiefe an einer vollständig erhaltenen Stelle (vgl. Kap. 4)), die Tiefenlage der verschiedenen Schädigungszonen an der im allgemeinen gut erkennbaren Hinterkante des meistgeschädigten Bereichs abzumessen und auf die Vorderkante umzurechnen.

Dies ist natürlich nur dort allgemein anwendbar, wo kein messbares Schwellen stattfindet. Bei Proben mit durch Schwellen stark verbreiteter Implantationszone kann so nicht mehr sicher

auf die Breite der vorgelagerten Zone geschlossen werden, es ist dann erst eine Abschätzung des Schwellens anhand vollständig erhaltener Zonen (z. B. an Lochrändern) notwendig.

Es ist der besondere Vorteil der Sandwichproben, die Lage einzelner Defekte in der Tiefe der Probe genau zu bestimmen und damit die präzise Zuordnung zu bestimmten Schädigungsraten und Implantationsdichten zu ermöglichen. Dabei müssen generell die Effekte der zwei unterschiedlichen Einflüsse "Implantation" und "Schädigung" unterschieden werden, deren Profile im Material durchaus verschieden sind (s. u.) . Die Bestimmung der Natur der Gitterschäden, insbesondere der Art, Lage und Orientierung von Loops ist dagegen bei diesen Proben wegen der geringen Breite gleichmäßig geschädigter Bereiche im allgemeinen nicht möglich, sie sind daher im folgenden ganz allgemein als Defekte bezeichnet. Desgleichen können sehr schmale amorphisierte Zonen übersehen werden, da ihr Einfluß im Bereich selbst der kleinsten Feinbereichsbeugungsblenden von den benachbarten kristallinen Zonen unterdrückt wird. Zur näheren Untersuchung dieser Problemstellung wurden in die entsprechenden Zonen zielgedünnte Flachproben verwendet (s. u.) .

6.1.1 Ergebnisse der SiC Proben

Im untersuchten Bestrahlungsparameterbereich der Sandwich-Proben von $3 \cdot 10^{20}$ bis $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 zeigt sich eine deutliche Zunahme und Veränderung der Strukturschäden mit zunehmender Ionendosis. Ein Einfluß der unterschiedlichen Bestrahlungstemperaturen von 200 und 800° C ist bei den weniger bestrahlten Proben kaum festzustellen, dieser steigt aber mit zunehmender Dosis. Bei allen Dosen neigen die Defekte dazu, mit zunehmender Temperatur zu größeren Komplexen zu agglomerieren.

Die folgende Auflistung von Beobachtungen und Messungen ist hier, wie auch bei den folgenden Materialien nach der maximalen Ionendosis der jeweils untersuchten Proben sortiert. Abb. 6.1 zeigt beispielhaft die Gegenüberstellung der theoretischen Implantations- und Schädigungsprofile und der tatsächlichen Schädigung einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen/ m^2 bei 800° C implantierten Probe in einem Bild einheitlichen Maßstabs. Auf diesem Bild sind zweidimensionale ("black dots") und dreidimensionale (Blasen) Schädigungen zu erkennen. Ebenso wie hier ist in allen folgenden Bildern versucht worden, das für die jeweilige Dosis typische Schädigungsbild an einer Stelle mit möglichst gut erhaltener Probenvorderkante zu fotografieren um die Auswirkungen der Implantation direkt darzustellen.

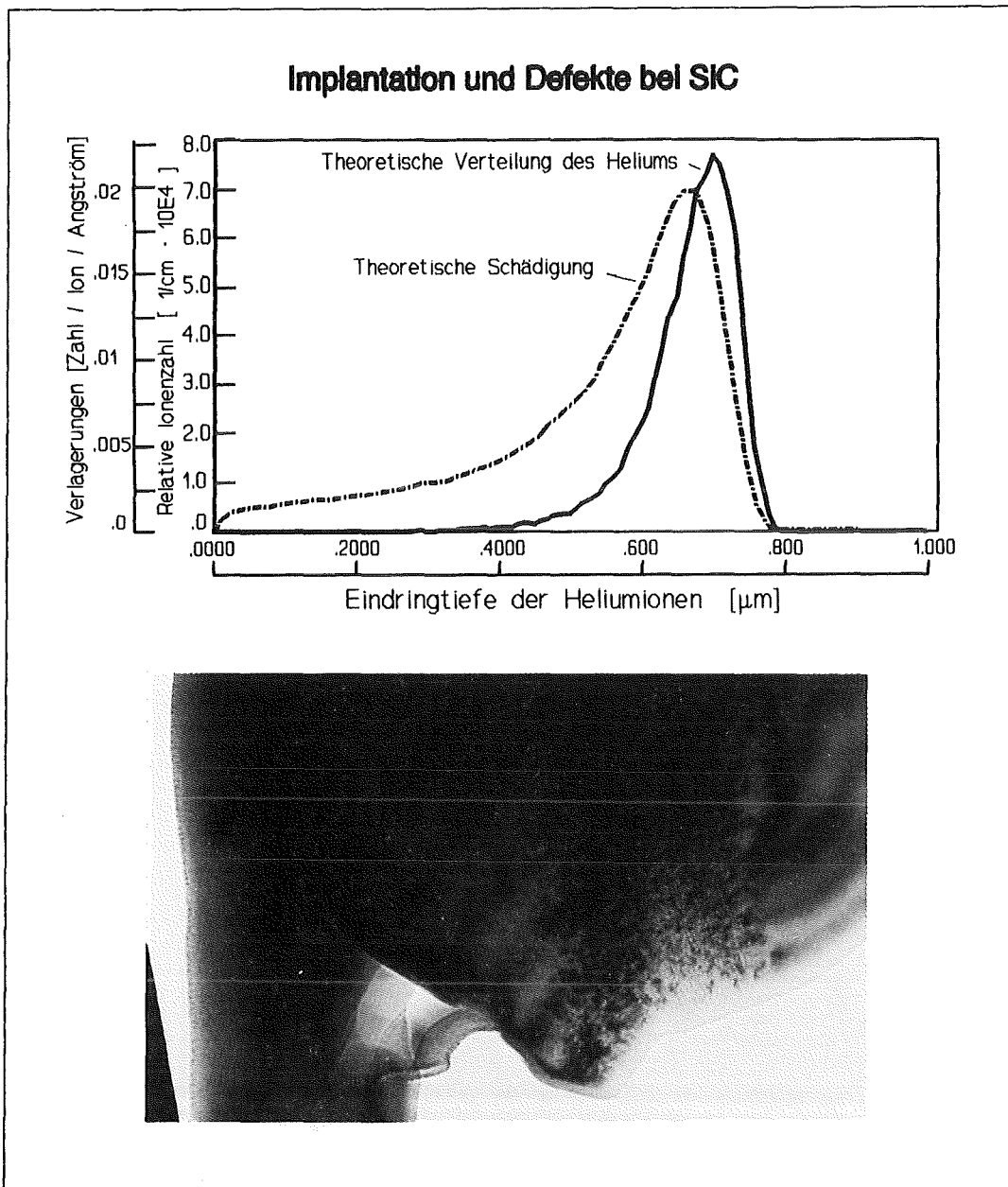


Abb. 6.1 SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $800^\circ C$ (100.000-fach)

Die Tiefenlagen des geschädigten Bereichs und des schmaleren Blasenbereichs entsprechen den Lagen der in den darüberliegenden Kurve dargestellten Schädigungs- und Implantationsdosis. Der Scheitelpunkt der Implantationskurve liegt für diese Dosis bei 23,3 At-% Helium; der der Schädigungskurve bei 6,2 dpa.

Die Profilkurven in dieser Gegenüberstellung sind für alle Ionendosen außer $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 gültig. Bei letzterer Dosis verbietet sich der direkte Vergleich wegen der Tiefenlageveränderungen aufgrund des Schwellens und des Sputtereffekts.

Ionendosis $3 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2

Die Abb. 6.2 zeigt die charakteristische Erscheinung dieser am geringsten bestrahlten Proben bei $200^\circ C$. Nur ein schmaler, ziemlich scharf definierter, Streifen von etwa $0,12 \mu m$ Breite weist eine erkennbare Strukturveränderung auf. Hier zeigen sich sehr kleine schwarze Punkte in dichter Anordnung. Wegen der hohen Konzentration dieser Defekte, die eine Zählung nicht mehr zuläßt, kann ihre Dichte nur mit $> 10^{16} / cm^3$ abgeschätzt werden. Breite und Lage dieses Streifens entsprechen im Vergleich mit den Erwartungen der Theorie einer Zone von mindestens 1,5 Atomprozent¹ implantierten Heliums. Spannungslinien in den betroffenen Bereichen werden je nach Betrachtungswinkel etwas versetzt oder auch unterbrochen. Mit dieser sehr homogenen Anordnung kleinster Defekte geht keine Amorphisierung einher.

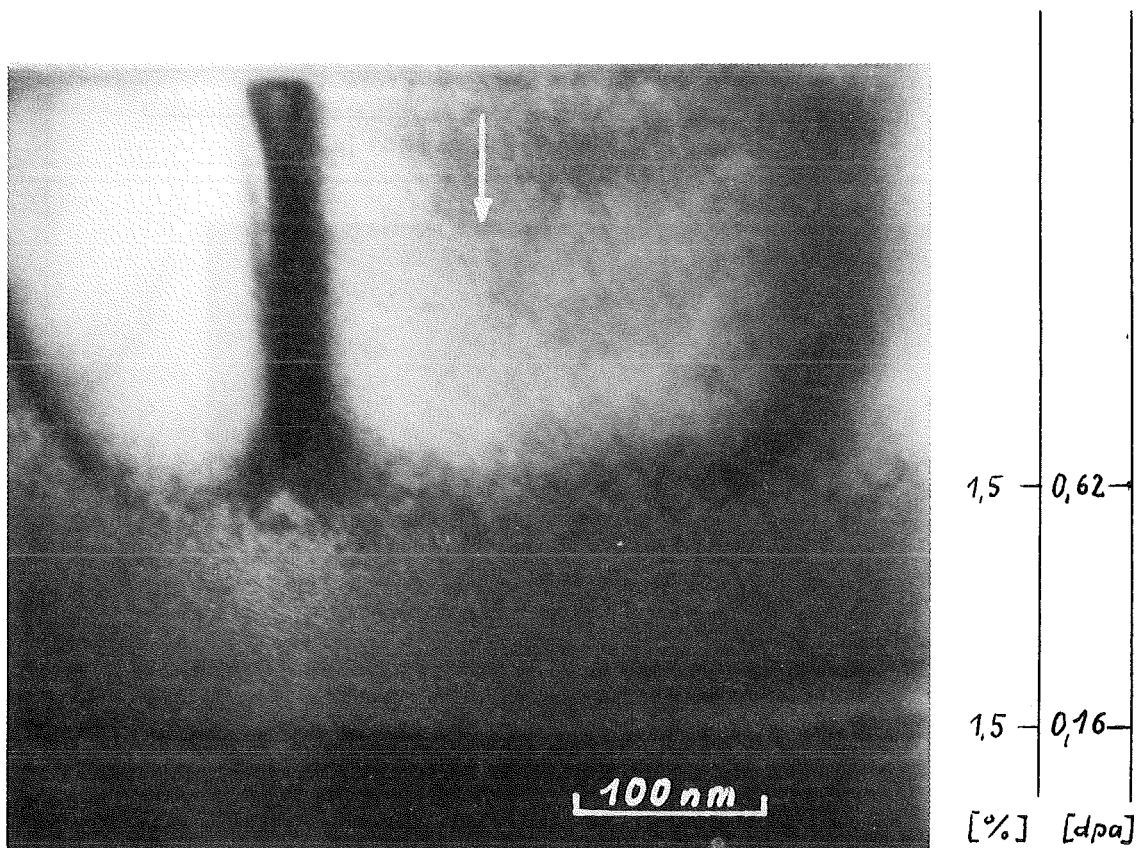


Abb. 6.2 SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$ (260.000-fach)

Am Rand sind die Werte von Implantation (in At.% He) und Schädigung (in dpa) für Beginn und Ende des Schädigungsstreifens aufgetragen. Der Pfeil zeigt die Einstrahlrichtung der Helium-Ionen (auch in den weiteren Bildern).

¹ Diese und alle folgenden Prozentangaben für die Implantation sind auf die Targetdichte bezogen. 1,5% Helium heißt hier also, daß in einem schmalen Bereich theoretisch auf hundert Targetatome 1,5 Heliumatome implantiert sind.

Dieser schmale Streifen entspricht dem schmalen Band höchster Implantation (Ionenimplantation ohne Sputtering) in Abb. 6.11 . Ein Zusammenhang mit der breiteren Zone der Verlagerungen ist nicht zu erkennen.

Zwischen diesem Streifen und der Vorderkante der Probe ist keine Strukturveränderung feststellbar. Gelegentlich auftretende leichte Kontraste erscheinen beim Kippen der Probe auch weit hinter dem Reichweitenbereich der Ionen, sind also nicht bestrahlungsbedingt.

Die bei 800° C bestrahlten Proben weisen einen breiteren (ca. 0,15 µm), weniger scharf begrenzten, Defektstreifen auf. Innerhalb dieses Streifens zeigen sich größere Defektagglomerate in dunklem Kontrast.

Ionendosis $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m²

Diese mit zehnfach höherer Dosis implantierten Proben zeigen bereits ein wesentlich komplizierteres Schädigungsbild. Dieses läßt aufgrund der gleichmäßigen Abgrenzungen der verschiedenen Schadenszonen eine sichere Zuordnung der einzelnen Defektarten zu Bereichen bestimmter Schädigung zu.

Die bei 200°C bestrahlten Proben sind erkennbar geringer geschädigt als die bei höheren Temperaturen implantierten.

Die Zone deutlicher Schädigung erreicht eine Breite von ca. 0,25 µm und liegt, wie in Abb. 6.3 zu sehen, genau im theoretisch erwarteten Tiefenbereich von 0,45 bis 0,75 µm. Dieser entspricht (vgl. Abb. 6.11) einer relativen Ionenzahl von etwa 0,5 / (cm * 10⁴), das heißt einem Fünftel des Maximums von 23 Atomprozent¹. Auch hier ist also der Bereich mit mindestens 1,5 Atomprozent Helium sichtbar geschädigt.

In dieser Zone zeigen sich zum einen Defekte als deutliche schwarze Kontraste, zum anderen auch kleine weiße Kontraste in der Größenordnung von ca. 4 nm, die, dort wo die Schadenszone auf den Rand eines weiteren Dünnschnitts stößt, als kleine Löcher zu erkennen sind. Da diese in der Tiefe des absoluten Implantationsmaximums auftreten, können sie mit hoher Wahrscheinlichkeit als Helium-Blasen identifiziert werden. (vgl. <HOJ-88>, dort ab etwa $1 \cdot 10^{22}$ Ionen / m².)

¹ Zur Bestimmung dieser Daten wurde eine mit Hilfe des TRIM-Codes erstellte Tabelle der Implantations- und Schädigungsprofile benutzt. Ein Vergleich der Tiefenlage eines bestimmten Punkts mit der entsprechenden Schädigung oder Implantation in der Tabelle ergibt einen relativen Wert. Bei Kenntnis des Maximalwerts der entsprechenden Bestrahlung ergibt sich daraus der absolute Wert. (Annäherungsweise kann dieses Verfahren einfach mit der jeweiligen Profilkurve nachvollzogen werden.)

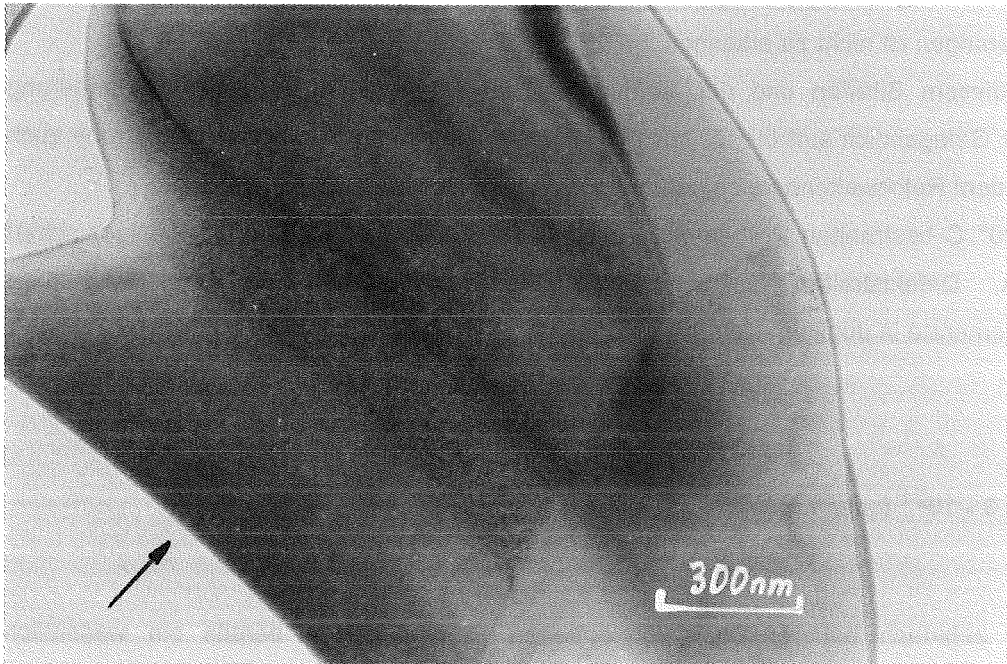


Abb. 6.3 SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$ (66.000-fach)

Auch bei diesen Blasen kann eine klare Begrenzung auf einen Bereich einer bestimmten Mindestimplantation beobachtet werden. Dieser hat eine Tiefe von $0,18 \mu m$ und entspricht damit einer Implantation von mindestens 5 Atomprozent Helium. (Eine graphische Übersicht der Parameterbereiche findet sich am Ende des Kapitels.)

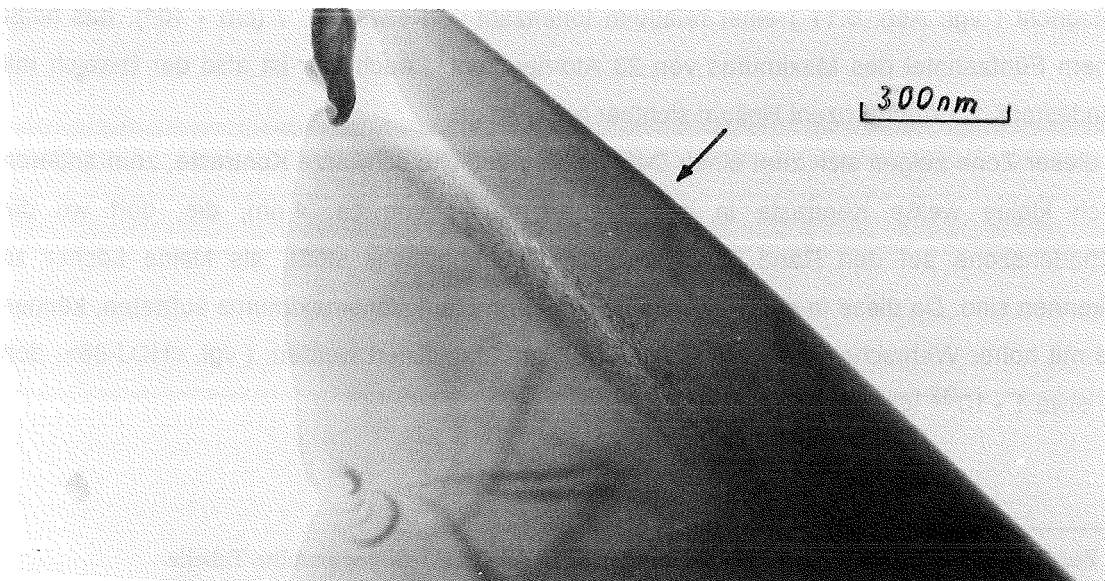


Abb. 6.4 SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$ (66.000-fach)

Abbau der Seitenkante an einem Dünungsloch (s.u.)

Am Rand von diese Zone schneidenden Dünninglöchern kann auch die Schwächung des keramischen Materials durch die Strukturveränderungen beobachtet werden. An solchen Stellen ist die Materialkante weit in den geschädigten Bereich eingezogen. (vgl. Abb. 6.4)

Bemerkenswert ist die bei diesen, bei 200° C bestrahlten Proben, scharfkantige Abgrenzung der Schadenszone, vor welcher bis zur Vorderkante keine weiteren Defekte festzustellen sind.

Die bei 800° C bestrahlten Proben zeigen in der Haupt-Schadenszone eher größere schwarze Kontraste und schärfer abgegrenzte, eventuell ebenfalls etwas größere, Blasen. Vor dieser breiteren (0,3µm) Zone, die auch hier nicht so scharf abgegrenzt ist, wie bei den 200° C-Proben, sind bis zur Probenvorderkante einzelne große (bis zu 50 nm) schwarze Defekte zu beobachten. (vgl. Abb. 6.5)

Die Tiefenausdehnung der Zone schwarzer Kontraste entspricht einer Implantation von mindestens 1 Atomprozent Helium; die der Blasenzone (0,2 µm) einer Implantation von mindestens 4 Atomprozent. Die Ausbildung der Schäden wird demnach von der höheren Bestrahlungstemperatur begünstigt.

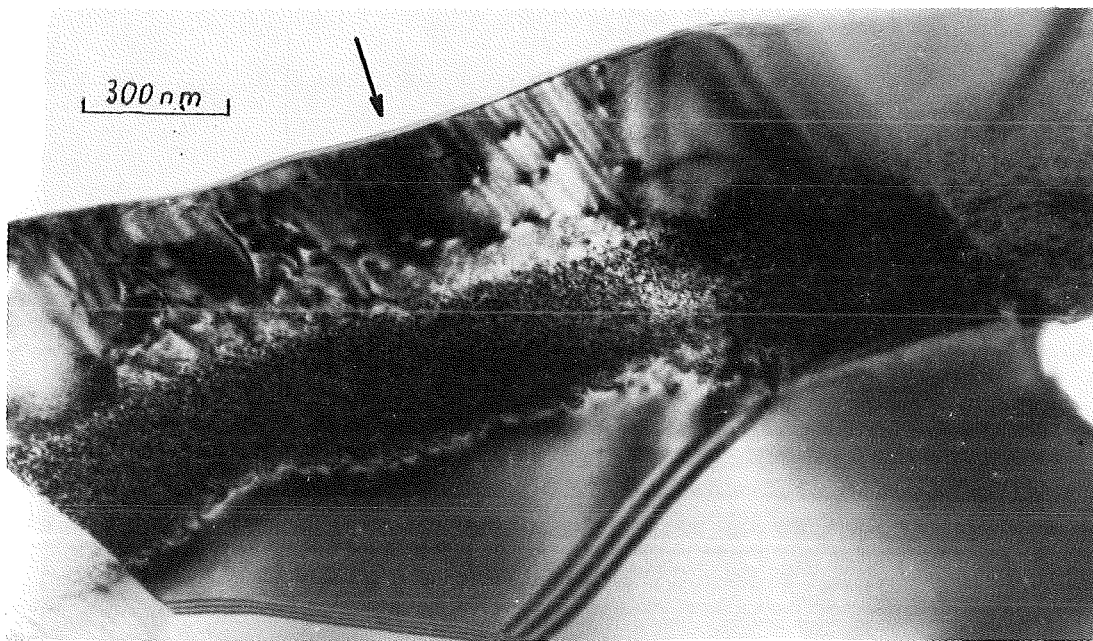


Abb. 6.5 SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² bei 800° C (66.000-fach)

Bei keiner dieser mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² implantierten Proben konnte eine Amorphisation nachgewiesen werden. Es ist allerdings zu beachten, daß eine eventuell vorhandene amorphisierte Zone, wesentlich schmäler als die kleinste Feinbereichsbeugungsblende, im Beugungsbild fast ohne Einfluß bliebe. Nur die Betrachtung von Flachproben kann hier sicherere Ergebnisse liefern.

Um ein genaueres Bild von der Verteilung und Größe der beobachteten Heliumblasen zu bekommen, wurde über ein stark vergrößertes Bild des Blasenbereichs (das heißt der hinteren 0,18 μm des Schädigungsbereichs) einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 800°C implantierten Probe ein Raster mit insgesamt neun Bereichen von 0,02 μm Tiefenausdehnung gelegt und die darin gelegenen Blasen mit Hilfe des MOP nach Zahl, maximalem Durchmesser und Schnittfläche mit der Beobachtungsebene ausgewertet. Die Ergebnisse in der folgenden Tabelle zeigen zwei gegenläufige Mechanismen:

Zunächst wächst die Blasenzahl mit zunehmender Tiefe, also zunehmender Implantation. Sie erreicht jedoch in der Mitte des Bereichs einen Höhepunkt und nimmt dann zum Ende hin ab. Dies wird durch die Agglomeration kleiner Blasen zu größeren Komplexen bewirkt. Dementsprechend nimmt der Blasendurchmesser und auch die Schnittfläche mit zunehmender Implantation immer stärker zu. Dieses Verhalten zeigen die Kurven in Abbildung 6.6 besonders deutlich.

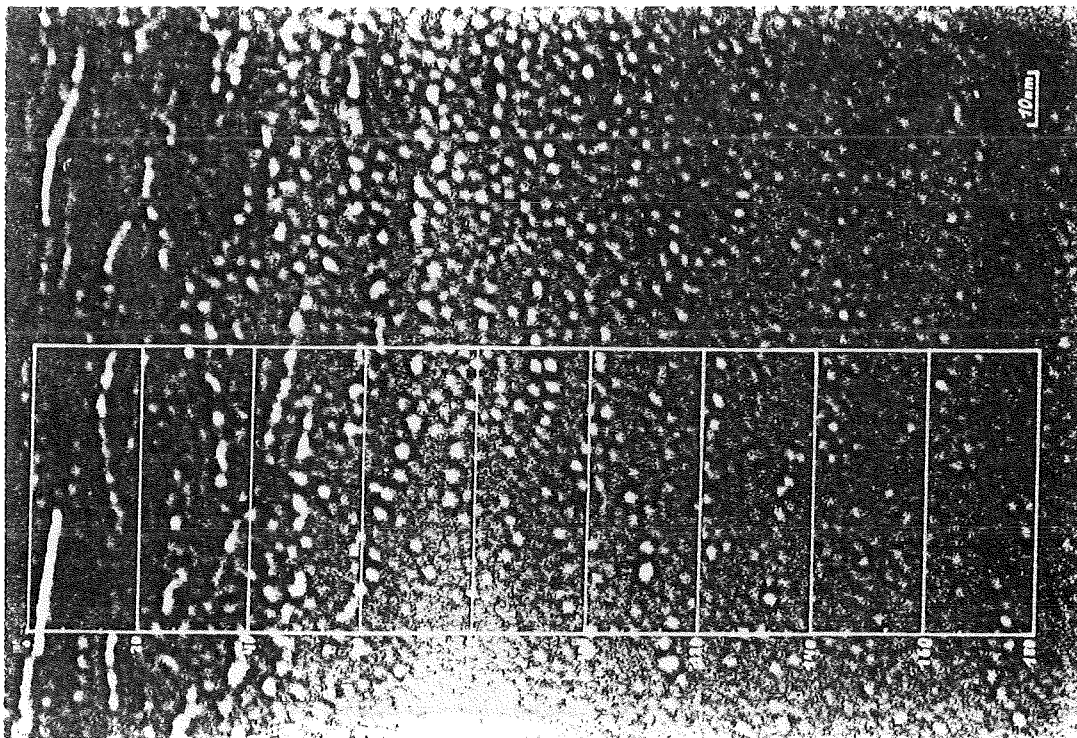


Abb. 6.6 Raster zur Erfassung der Blasenverteilung (SiC, $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 800°C)

Eindringtiefe [μm]	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,74
Anzahl der Blasen n_B	33	38	44	46	57	58	57	53	34
max. Durchm. d_{max} [nm]	2,11	2,17	2,12	2,40	2,40	2,50	3,13	3,20	3,80
Fläche A [nm^2]	2,93	3,24	3,13	3,97	3,53	4,09	6,13	6,49	8,98

Tab. 6.1 Zahl, maximaler Durchmesser und Schnittfläche der erfassten Blasen. Die Erfassungsbereiche erstrecken sich jeweils 10 nm vor und hinter der Bereichsmittle

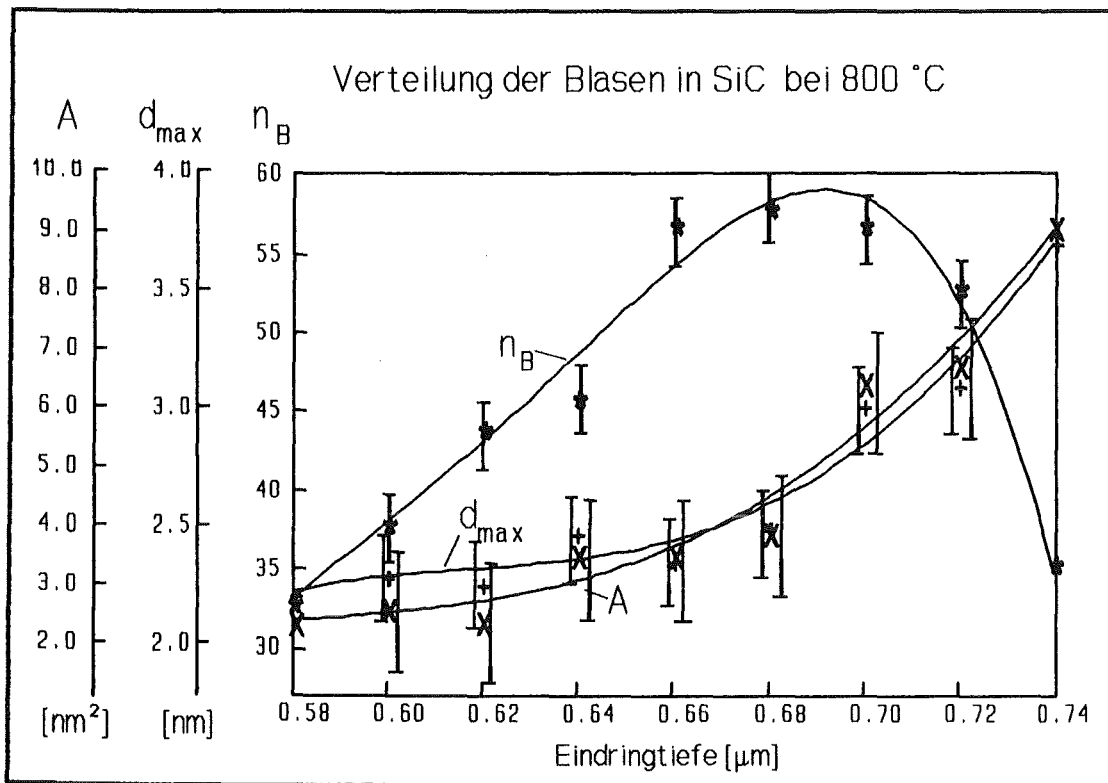


Abb. 6.7 Verteilung der Blasen im Hauptschadensbereich einer Sandwichprobe (SiC, $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 800°C)

Aus diesen Daten kann auf das Schwellverhalten des Materials infolge der Heliumimplantation geschlossen werden.

Aus den Abmessungen der Rasterbereiche ergibt sich bei einer durchschnittlichen Dicke der Probe an dieser Stelle von 50 nm ein Kasten des Volumens V von jeweils 50.000 nm^3 . Aus der

Blasenzahl n_B in einem Kasten ergibt sich die Blasendichte $\delta_B = n_B / V$. Mit den jeweiligen durchschnittlichen Blasendurchmessern r_B ist dann das relative Schwellen

$$S_B = \frac{\Delta V}{V} = \frac{4 * \pi}{3} * r_B^3 * \delta_B \quad (6.1)$$

Die folgende Abbildung zeigt das so berechnete relative Schwellen in % über den implantierten Heliumgehalt in Atomprozent der jeweiligen Tiefenlage aufgetragen. Die Verzerrung der Tiefenlage durch das Schwellen ist bei einem Maximalwert von ca. 2% Schwellen für diese Bestrahlung noch unerheblich; eine nennenswerte Unsicherheit entsteht aber durch die Annahme der Probendicke. Der Fehler ist daher mit 50% des jeweiligen Werts abgeschätzt.

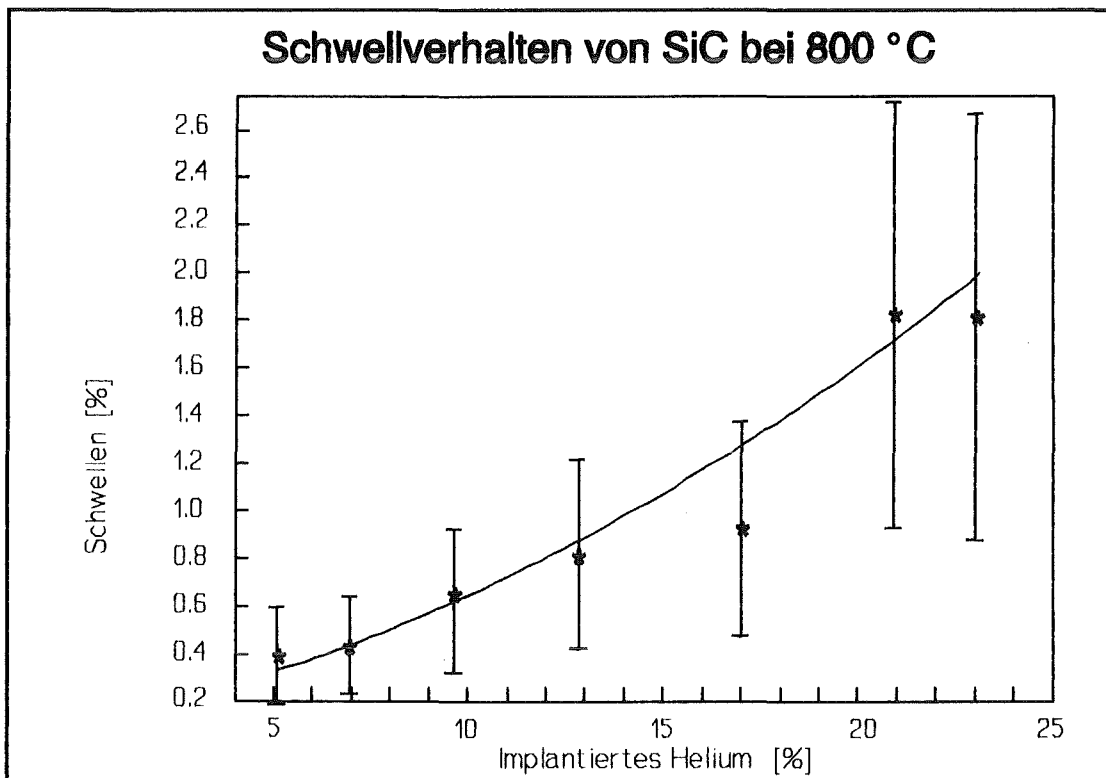


Abb. 6.8 Schwellverhalten von SiC bei Heliumimplantation bei 800° C

Dasselbe Verhalten zeigt die Auswertung einer mit $3 * 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200° C implantierten Probe. Das Raster wurde hier bis hinter den Hauptschadensbereich durchgezogen, so daß sich am Ende wieder ein zweites kurzes Anwachsen der Blasenzahl und ein Sinken der Blasengröße ergibt. Das Schwellen errechnet sich entsprechend nach Gleichung (6.1).

Diese Daten zeigen ein fast linear mit der implantierten He-Menge zunehmendes Schwellen. Im Vergleich der Abbildungen 6.8 und 6.11 ist keine Temperaturabhängigkeit des Schwellens zu erkennen.

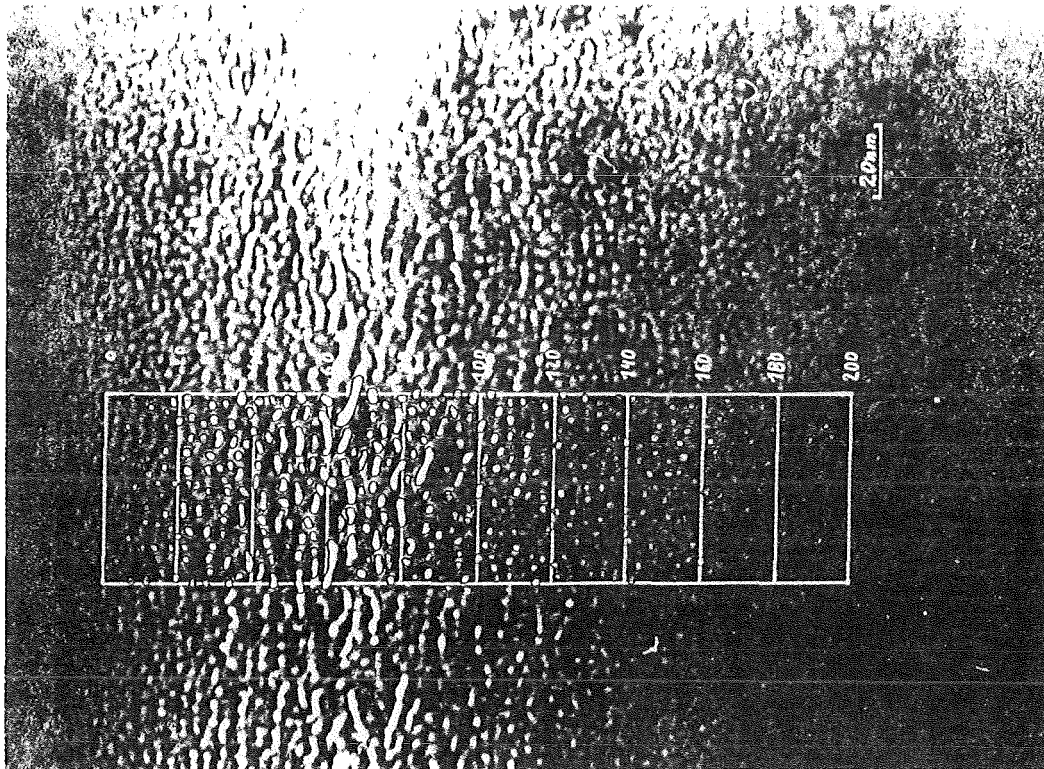


Abb. 6.9 Raster zur Erfassung der Blasenverteilung (SiC, $3 \cdot 10^{21}$ Ionen/m² bei 200° C)

Eindringtiefe [μm]	0,58	0,60	0,62	0,64	0,66	0,68	0,70	0,72	0,74	0,76
Anzahl der Blasen n_B	14	28	40	55	51	42	37	44	51	33
max. Durchm. d_{max} [nm]	1,53	1,95	2,15	2,27	2,42	2,71	3,62	3,34	2,64	2,17
Fläche A [nm ²]	1,35	2,39	2,37	2,66	3,34	4,84	9,66	7,77	4,34	2,21

Tab. 6.2 Zahl, maximaler Durchmesser und Schnittfläche der erfassten Blasen. Die Erfassungsbereiche erstrecken sich jeweils 10 nm vor und hinter der Bereichsmittle.

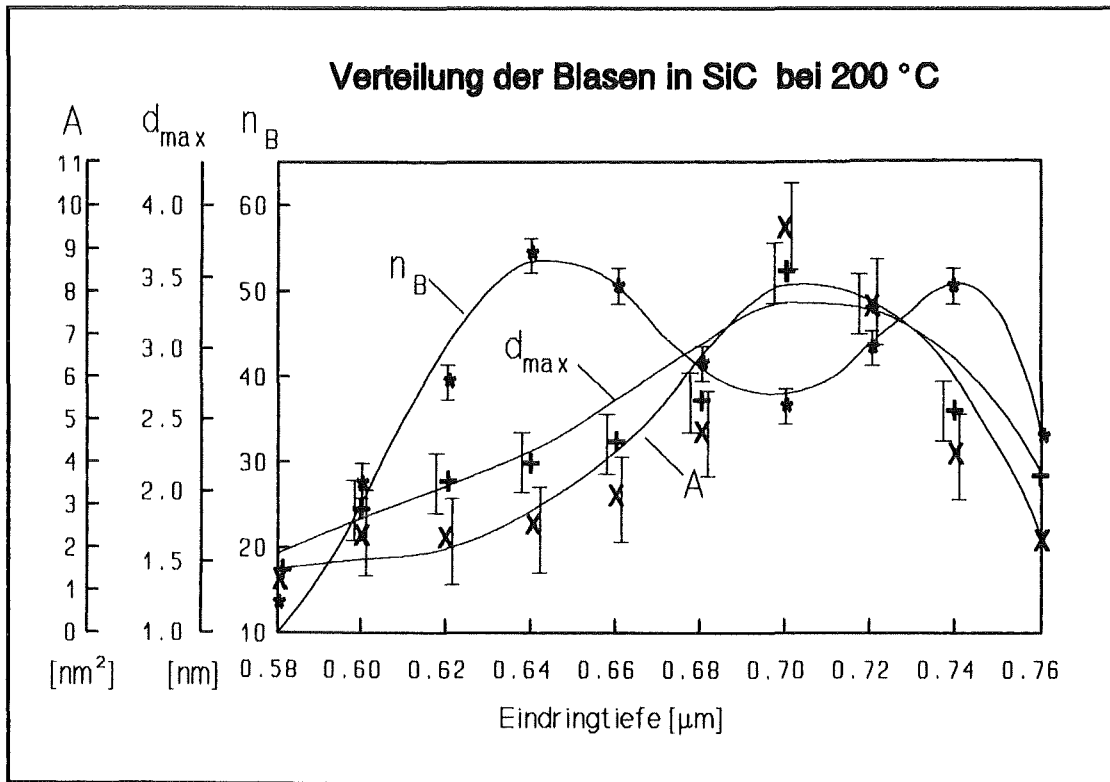


Abb. 6.10 Verteilung der Blasen im Hauptschadensbereich einer Sandwichprobe
(SiC, $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200° C)

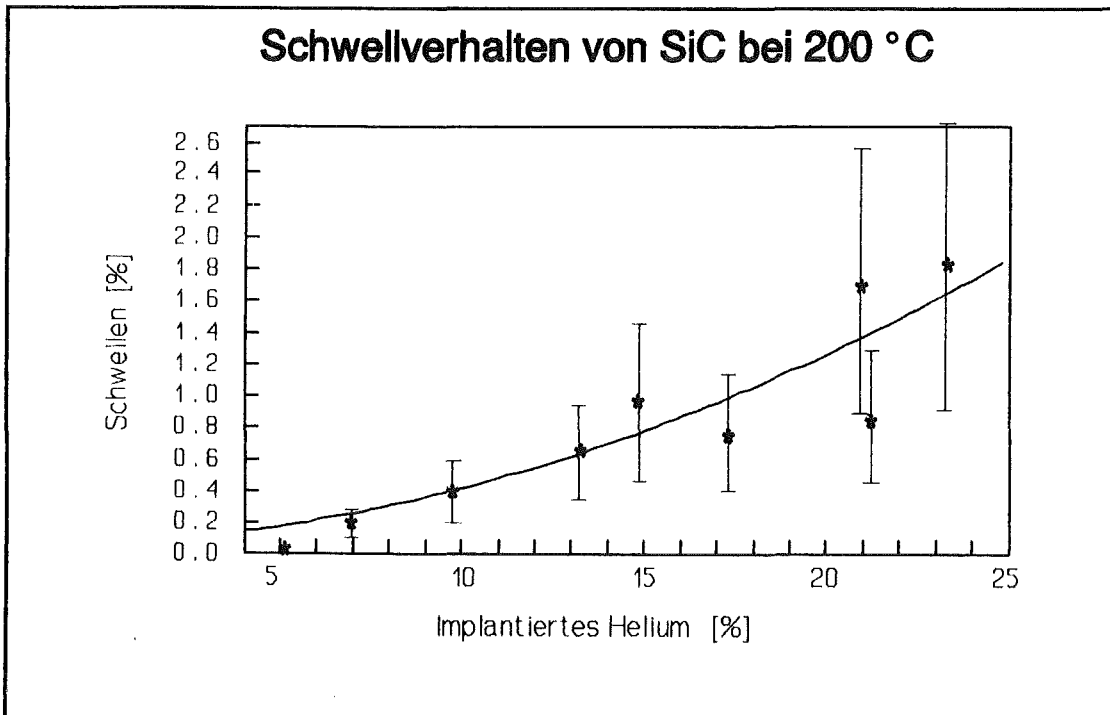


Abb. 6.11 Schwellverhalten von SiC bei Heliumimplantation bei 200° C

Ionendosis $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2

Diese Dosis stellt einen Grenzwert für die Anwendbarkeit der Sandwich-Proben aus den hier untersuchten Materialien dar. Bei der Temperatur von 800°C ist bei SiC die Grenze sogar überschritten, da durch das Schwellen der implantierten Schicht diese und die davorliegenden Materialbereiche abgesprengt werden. Der übrigbleibende Rest ist nicht mehr für vergleichende Untersuchungen mit Bezug auf eine bestimmte Ionendosis verwendbar und erschwert wegen der notwendigerweise erhöhten Mittelspaltbreite auch die Präparation als Sandwich.

Die bei 200° implantierten Proben zeigen von der Probenvorderkante bis zum Ende der implantierten Schicht, und damit der sichtbaren Strukturveränderungen, vier deutlich abgrenzbare Zonen. (vgl Abb. 6.12)

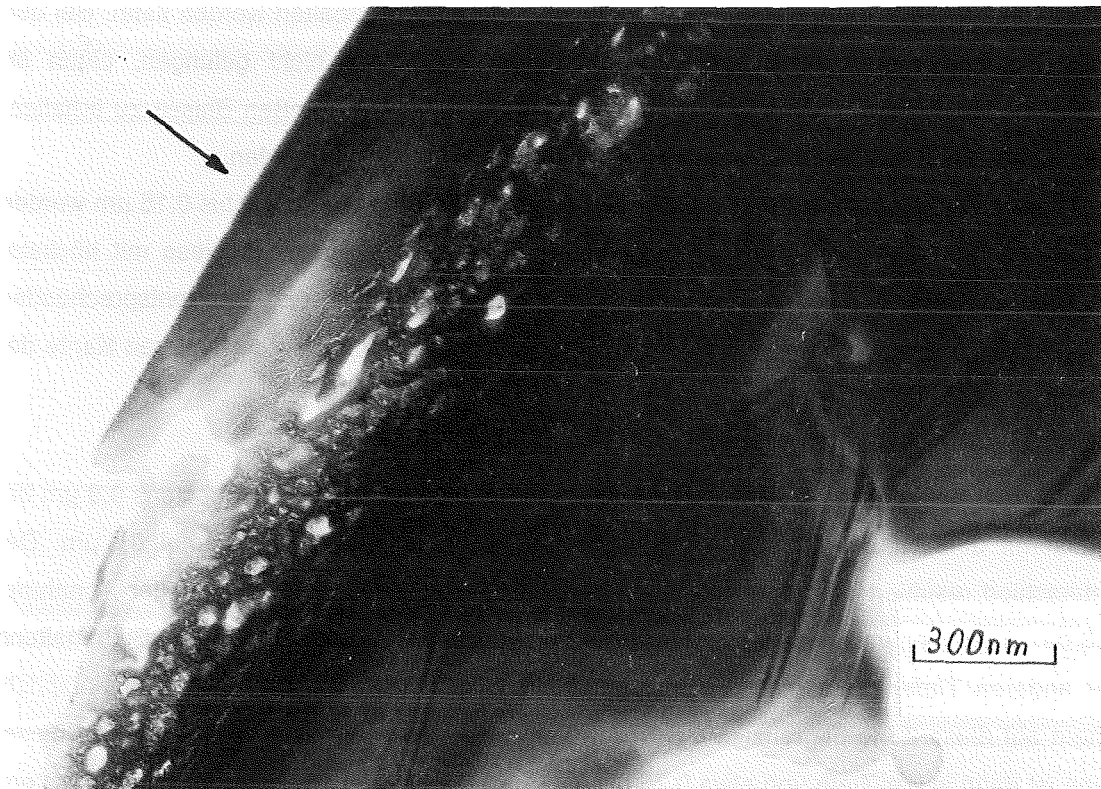


Abb. 6.12 SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 bei 200°C (66.000-fach)

- Eine etwa $0,4$ bis $0,5 \mu\text{m}$ tiefe Zone ab der Vorderkante mit eindeutig kristalliner Struktur, aber Schädigungen in Form von schwarzen Defekten von bis zu 20 nm Durchmesser. Bei einer maximalen Implantation von 132 Atomprozent reicht der Bereich von mindestens $1,5$ Atomprozent Helium bei diesen Proben bis zu der durch Sputtering ins Material verschobenen Vorderkante.

- Eine 0,07 bis 0,1 μm tiefe Zone von wahrscheinlich amorpher Struktur mit länglichen Hohlräumen quer zur Strahlrichtung. Diese sind etwa 1 - 3 nm breit und am hinteren Ende dieser Zone bis zu 50 nm lang. Ihre Größe nimmt mit der Probertiefe zu. Diese Zone ist sowohl in der theoretisch berechneten Implantation als auch in den beobachteten Schädigungen der Hauptschadenszone der nächstniedrigeren Bestrahlungen vergleichbar.
- Dann folgt die meistimplantierte Zone von 0,2 bis 0,25 μm Tiefe. Hier ist das Volumen der sichtbaren Hohlräume größer als das des verbleibenden Strukturmaterials. Das implantierte Helium (maximal 132 Atomprozent) bildet große unregelmäßige Blasen von bis zu 150 nm Durchmesser. Die Struktur ist eindeutig amorph, das Material sehr stark geschwächt; bei der Präparation neigen diese Bereiche dazu, bevorzugt abgedünnt zu werden und vorzeitig zu verschwinden. Es ist sehr zweifelhaft, ob eine Präparation von Flachproben in diese Tiefe ein repräsentatives Ergebnis bringen kann, da bei solchen Proben das blasige schwache Material nicht von umliegenden ungeschädigten Bereichen gehalten werden kann. Bei den im Rahmen dieser Arbeit präparierten Flachproben ist es nicht gelungen, einen im Beugungsbild als rein amorph erkennbaren Bereich mit diesen großen Blasen zu erhalten; eine stützende kristalline Schicht im selben Bereich ist immer vorhanden.
- Die letzte Zone entspricht der zweiten. Auf einer Tiefe von weiteren 0,1 bis 0,15 μm werden die Hohlräume allmählich kleiner bis zum Ende der Schädigung. Nur diese mit höchster Dosis bestrahlten Proben haben aufgrund des Sputterings und der entsprechenden Verschiebung der Implantationskurve einen erkennbaren Verlauf an der hinteren Kante der Implantationszone. (vgl. Abb. 6.11)

Die gesamte Schadenszone ist an den zur Messung geeigneten Stellen mindestens 0,9 μm tief und somit deutlich tiefer als die nach dem Modell zu erwartenden maximal 0,8 μm . Der Unterschied resultiert aus dem Schwellen der meistgeschädigten Zone. Unter der Annahme, daß das Schwellen im wesentlichen auf diese Zone beschränkt ist, ergibt sich bei Beibehaltung der anderen Tiefenmaße eine theoretische Dicke dieser Zone von 0,1 μm . Das entspricht einem auf diese Zone begrenzten Schwellen von etwa 100 %. Die ursprüngliche Lage dieser Zone ist dann in der Tiefe von etwa 0,75 bis 0,85 μm . Dies ist der Bereich, der mit mindestens 100 Atomprozent Helium implantiert wurde.

Die beobachteten Ergebnisse dieses Kapitels sind in einem Schaubild zusammengefaßt:

Die folgende Abbildung 6.13 stellt die Parameterbereiche der bei diesem Werkstoff beobachteten Schäden dar. Die bei 600°C und bei $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , 800° C eingezeichneten Ergebnisse sind nicht so gut abgesichert wie die restlichen, da hier nur Flachproben zur Verfügung stehen. Auf der Ordinate dieser Graphik sind neben der Implantationsdosis in Ionen / m^2 der entsprechende maximal implantierte Heliumgehalt in

Atomprozent und die maximale Schädigung in dpa aufgetragen. Dieser verläuft im oberen Bereich wegen des Sputterabtrags nicht mehr proportional der Implantationsdosis. (vgl. Abb. 6.13)

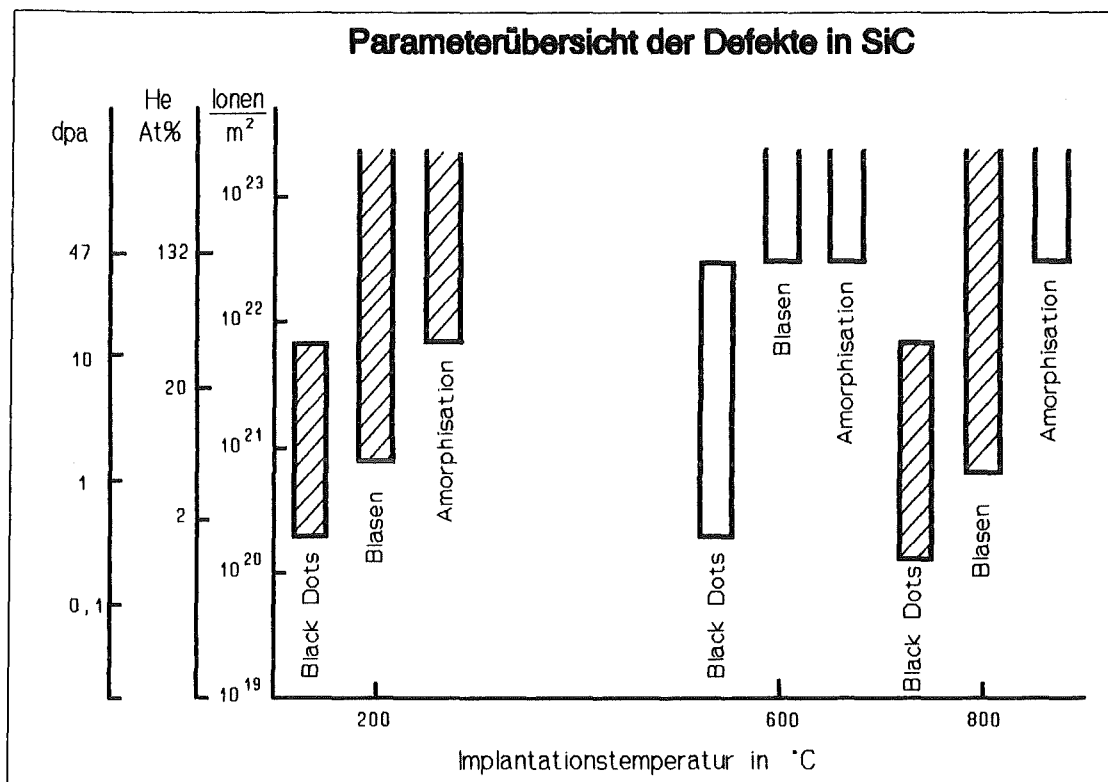


Abb. 6.13 Parameterbereiche der verschiedenen Schädigungsformen bei SiC

Die als ungefüllte Kästen dargestellten Werte beruhen auf der Auswertung von Flachproben; die schraffierten auf Sandwichproben. (Aus der Lage der Werte von Flachproben darf kein Schwellenwert für den Beginn eines Effekts abgeleitet werden, da die Tiefenlage der untersuchten Bereiche dafür zu unsicher ist.)

Die neben der totalen Implantationsdosis aufgetragenen Werte für implantierten Heliumgehalt in Atomprozent und Schädigung in dpa sind die zu der jeweiligen Dosis gehörigen Maximalwerte.

6.1.2 Ergebnisse der Al₂O₃ Proben

Auch bei diesem Material zeigt sich im untersuchten Bestrahlungsparameterbereich von $3 \cdot 10^{20}$ bis $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m² eine deutliche Zunahme und Veränderung der Strahlenschäden mit zunehmender Ionendosis. Der Einfluß der unterschiedlichen Bestrahlungstemperaturen von 200 und 800° C ist bei den weniger bestrahlten Proben kaum festzustellen, steigt mit zunehmender Dosis, ist aber nicht so extrem wie bei den SiC Proben; es kommt nicht zur Ablösung ganzer Schichten. Wie bei SiC neigen die Defekte, insbesondere die Kavitäten dazu, mit zunehmender Temperatur zu größeren Komplexen zusammenzuwachsen. Der um 760° niedrigere Schmelzpunkt steht sicher im Zusammenhang mit der runderen Form und höheren Beweglichkeit der Blasen.

Eine zusätzliche Schwierigkeit bei der Auswertung ergibt sich aus der schlechten elektrischen Leitfähigkeit von Al₂O₃. Die Proben müssen daher, um Aufladungen zu vermeiden, vor der elektronenmikroskopischen Untersuchung mit Kohle bedampft werden. Diese Kohleschicht zeigt zuweilen irreführende helle Kontraste im Hellfeldbild, die bei flüchtiger Betrachtung leicht für kleine Kavitäten gehalten werden können. Echte Blasen müssen von diesen Kontrasten unterschieden werden.

Abb. 6.14 zeigt beispielhaft die Gegenüberstellung von theoretischem Implantationsprofil und tatsächlicher Schädigung einer mit $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m² bei 200° C implantierten Probe in einem Bild einheitlichen Maßstabs.

Die Probenvorderkante ist bei dieser Probe bereits etwas abgetragen; allgemein ist bei den Oxidkeramiken wegen des schlechteren Dünungsverhaltens nur in Ausnahmefällen ein gut sichtbarer Schadensbereich einschließlich einer erhaltenen Vorderkante zu photographieren.

Die weiteren Ergebnisse folgen in der Reihenfolge der Ionendosis der Proben.

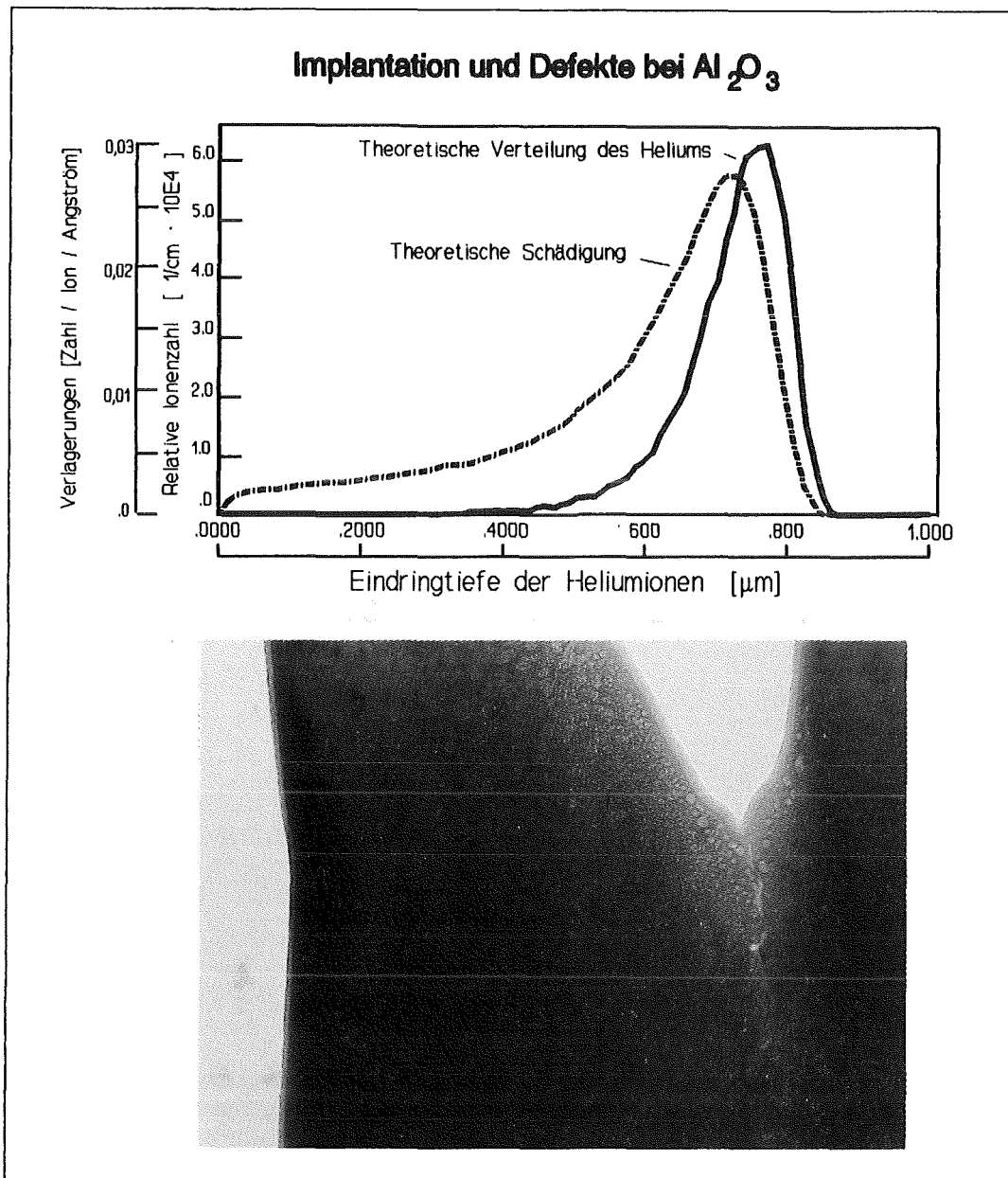


Abb. 6.14 Al_2O_3 nach Implantation von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 bei 200°C (100.000-fach)

Die Lage des geschädigten Bereichs entspricht der Schädigungskurve, die des schmalen Blasenbereichs entspricht der Lage der in der darüberliegenden Kurve dargestellten Implantationsdosis. Der Scheitelpunkt der Implantationskurve liegt für diese Dosis bei 165 At-% Helium; der der Schädigungskurve bei 75 dpa. Diese Profilkurven gelten für alle hier behandelten Ionendosen. Allein bei den bei 800°C mit 10^{22} Ionen/ m^2 bestrahlten Proben muß eine nennenswerte Verschiebung der Tiefenlagen durch Schwellen beachtet werden.

Ionendosis $3 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2

Die Abb. 6.15 zeigt die charakteristische Erscheinung der Vorderkante dieser am geringsten bestrahlten Proben bei $800^\circ C$. Ein bis zu $0,3 \mu m$ breiter Streifen ist dicht mit etwa $10 nm$ großen Defekten besetzt. Breite und Lage dieses Streifens entsprechen im Vergleich mit den Erwartungen der Theorie einer Zone von mindestens einem Zehntel der maximalen Implantation, also $0,17$ Atomprozent implantierten Heliums, bzw. einem Viertel der maximalen Schädigung, d. h. $0,19 dpa$. Zwischen diesem Streifen und der Vorderkante der Probe ist keine auf die Bestrahlung zurückführbare Strukturveränderung feststellbar (Das Erscheinungsbild des unbestrahlten Aluminiumoxids ist etwas vielfältiger als das des Siliziumkarbids. Die hier auftretenden Kontraste erscheinen beim Kippen der Probe auch in unbestrahlten Bereichen).

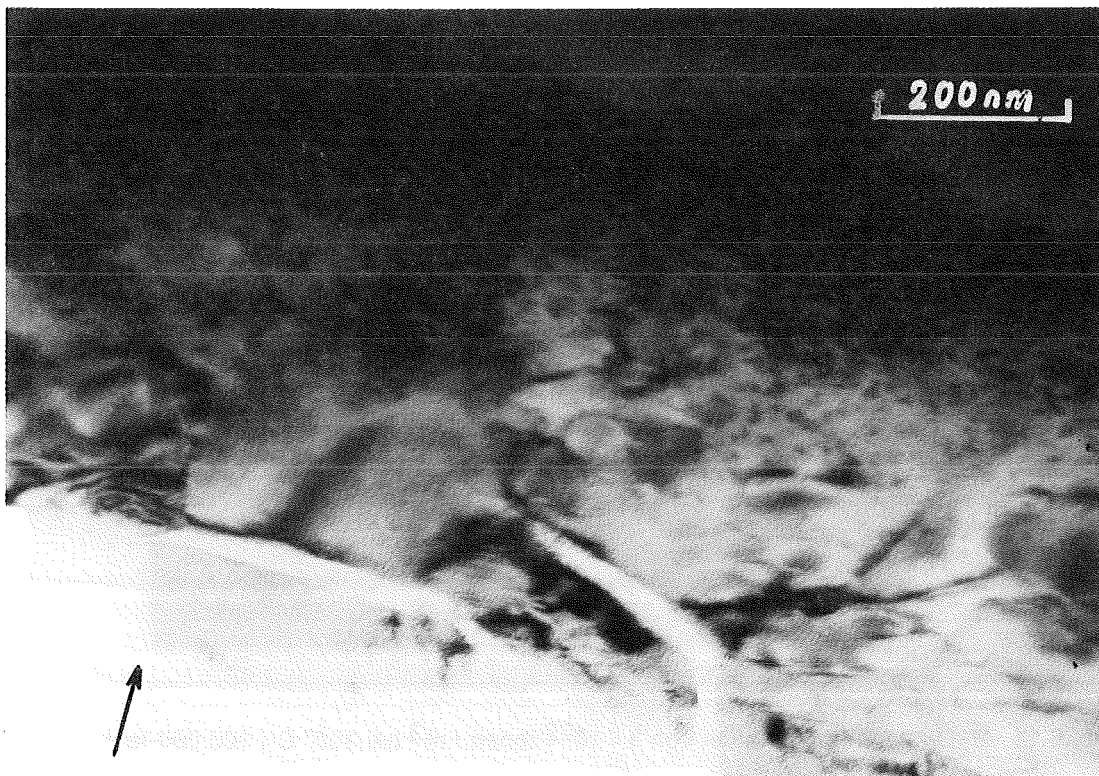


Abb. 6.15 Al_2O_3 nach Implantation von $3 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2 bei $800^\circ C$ (132.000 -fach)
Der Pfeil zeigt die Einstrahlrichtung der Helium-Ionen (auch in den weiteren Bildern).

Die bei 200° C bestrahlten Proben zeigen einen etwas schmaleren (ca. 0,25µm) Defektstreifen. Dieser weist keine erkennbaren Unterschiede zu dem der heißen Proben auf.

Die Schwelle für das Entstehen von sichtbaren Defekten liegt bei diesem Material demzufolge etwas niedriger als bei SiC.

Bei den Proben dieser Dosis ist kein eindeutiger Zusammenhang mit der Form der Kurve der Verlagerungen festzustellen.

Bei dieser Ionendosis zeigen sich weder Blasen noch amorphe Bereiche.

Ionendosis $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m²

Die Aufteilung des geschädigten Bereichs in klar abgegrenzte Zonen ist hier nicht so einfach wie bei SiC, da der gesamte Bereich bis an die Vorderkante dicht mit schwarzen Kontrasten besetzt ist. Offenbar ist der ursächliche Mechanismus für diese Black Dots nicht nur mit der Implantation sondern auch mit der Schädigung (dpa) im Zusammenhang, da nur diese bis nahe an die Vorderkante wirksam ist und bei dieser Dosis bereits auf der ganzen Tiefe die obengenannten 0,19 dpa überschreitet.

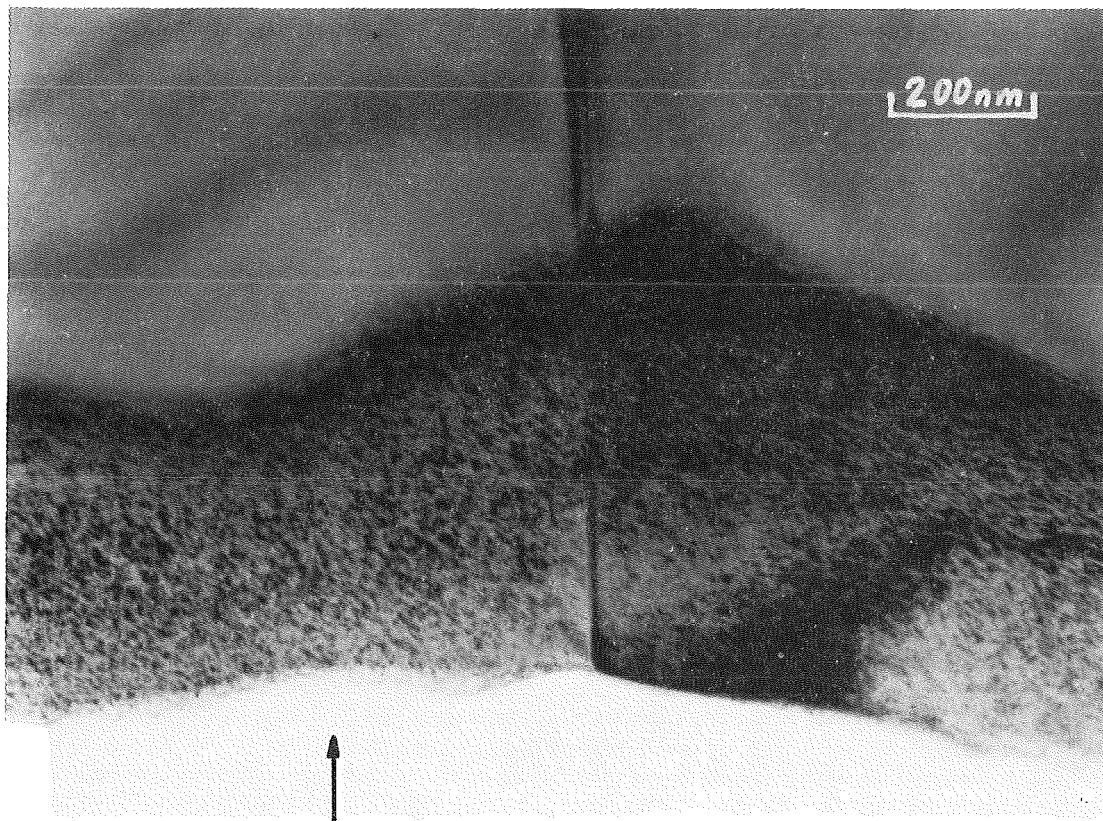


Abb. 6.16 Al₂O₃ nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² bei 200° C (100.000-fach)

In einem sehr schmalen Band von etwa $0,1 \mu\text{m}$ Tiefe sind bei den bei 200°C implantierten Proben sehr kleine Blasen zu erkennen. Diese haben einen Durchmesser von höchstens 2 nm ; agglomerieren aber im Gebiet höchster Implantation zu größeren Hohlgebilden.. Der Bereich entspricht einer Implantation von mindestens 12 Atomprozent Helium.

Bei den bei 800°C implantierten Proben ist dieser Bereich etwas breiter ($0,12 \mu\text{m}$) und die Blasen agglomerieren in länglichen Gruppen. Der betroffene Bereich entspricht einer Implantation von mindestens 10 Atomprozent Helium.

Amorphisation tritt bei keiner dieser Proben auf.

Die Auswertung einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200°C implantierten Probe zeigt dasselbe Blasen-Verhalten wie bei entsprechenden SiC-Proben. Das Raster wurde auch hier bis hinter den - sehr viel schmaleren - Hauptschadensbereich durchgezogen, so daß sich am Ende wieder ein zweites kurzes Anwachsen der Blasenzahl und ein Sinken der Blasengröße ergibt. Das Schwellen errechnet sich entsprechend nach Gleichung (6.1). Es erreicht hier nur ein Maximum von etwa ein Prozent.

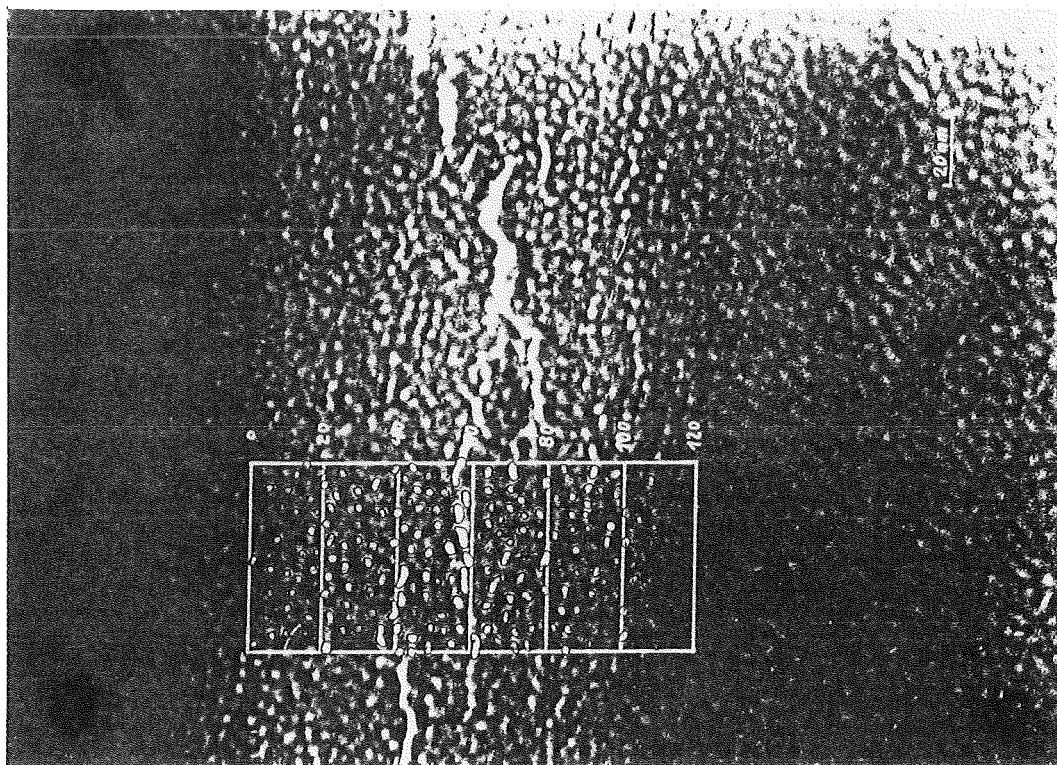


Abb. 6.17 Raster zur Erfassung der Blasenverteilung (Al_2O_3 , $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200°C)

Eindringtiefe [μm]	0,66	0,68	0,70	0,72	0,74	0,76
Anzahl der Blasen n_B	14	31	34	42	31	28
max. Durchm. d_{max} [nm]	2,19	2,12	2,53	2,81	2,80	2,39
Fläche A [nm ²]	2,51	2,44	4,23	5,74	4,71	2,95

Tab. 6.3 Zahl, maximaler Durchmesser und Schnittfläche der erfassten Blasen. Die Erfassungsbereiche erstrecken sich jeweils 10 nm vor und hinter der Bereichsmittle.

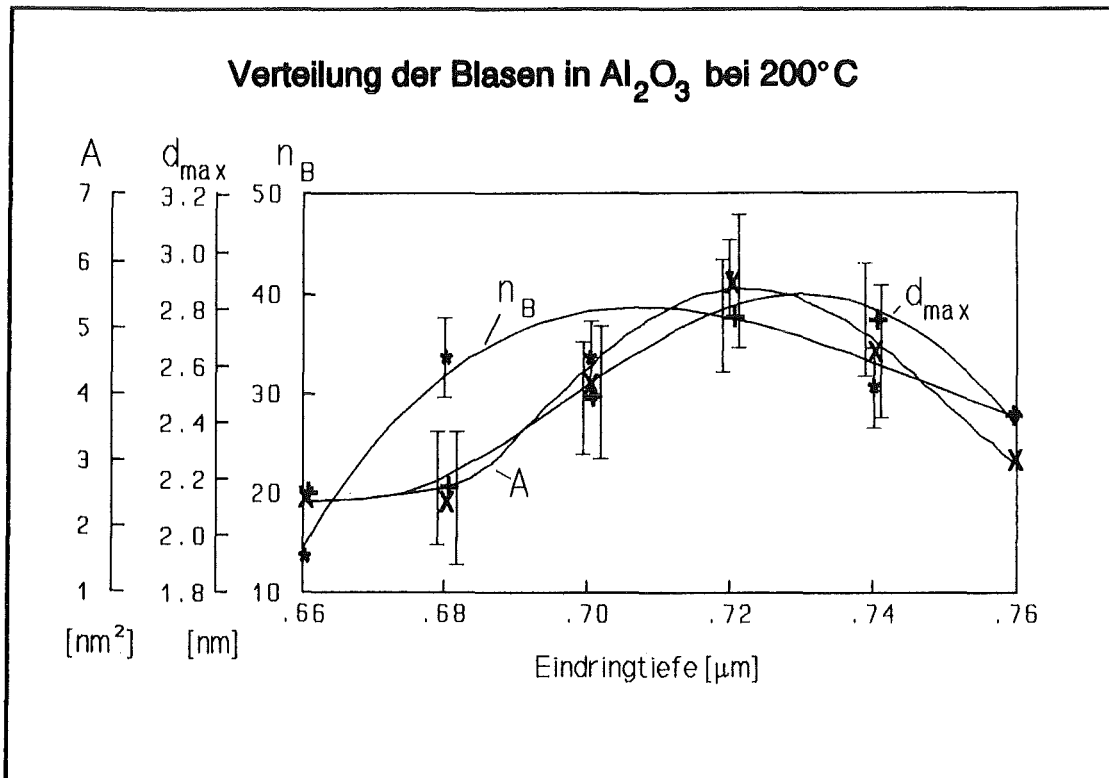


Abb. 6.18 Verteilung der Blasen im Hauptschadensbereich einer Sandwichprobe (Al_2O_3 , $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² bei 200° C)

Diese Ergebnisse müssen sehr viel vorsichtiger betrachtet werden als die der SiC-Proben, da durch die Kohlebeschichtung der Oberfläche bei den Oxidkeramiken viele schwer von den Blasen unterscheidbare helle Kontraste entstehen. Nur die Zunahme dieser Kontraste im Schadensbereich ist erfassbar!

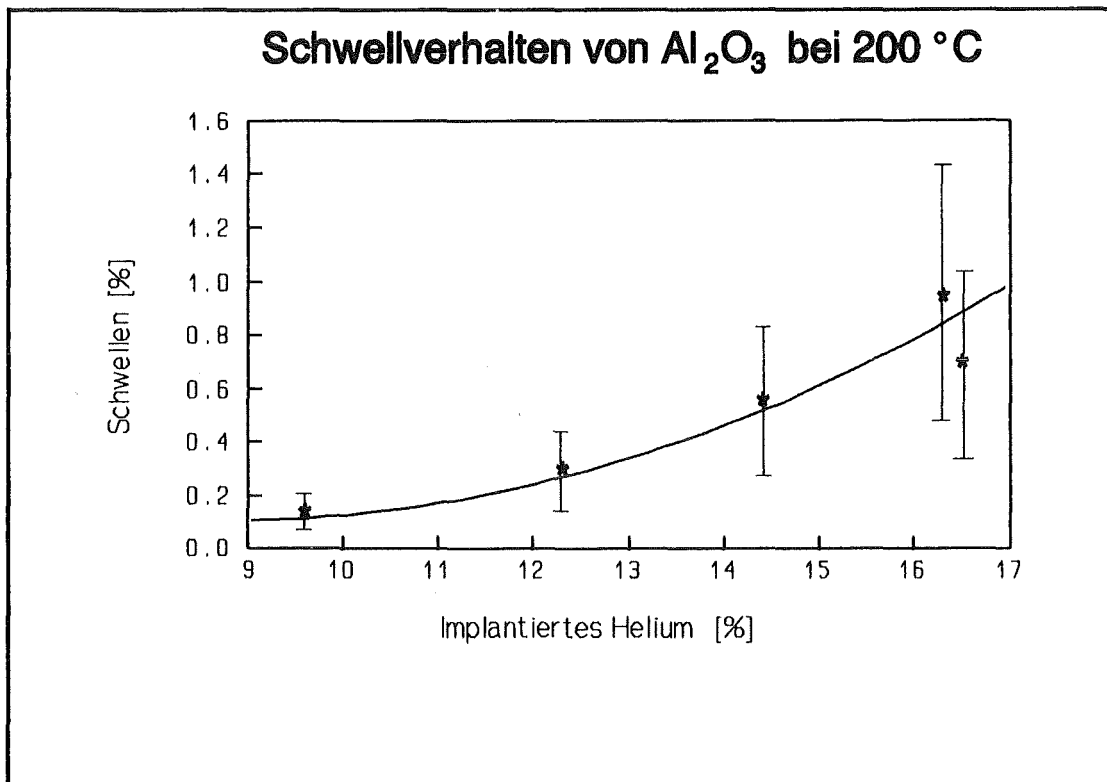


Abb. 6.19 Schwellverhalten von Al_2O_3 bei Heliumimplantation bei 200° C

Ionendosis $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2

Bei dieser Dosis zeigt sich ein signifikanter Unterschied zwischen den bei 200° und den bei 800° C implantierten Proben. Insgesamt erscheinen diese weniger geschädigt als die entsprechenden SiC-Proben; das unterschiedliche Verhalten bei den zwei Temperaturen gibt einen deutlichen Hinweis auf die Ursache für das Absprengen der Vorderschicht bei heiß implantiertem Siliziumkarbid.

Die bei 200° C implantierten Proben zeigen erwartungsgemäß in der ganzen Tiefe der geschädigten Schicht schwarze Kontraste.

Darin liegt eine bis zu 0,3 μm tiefe Schicht mit Blasen verschiedener Größen, die zu Komplexen von bis zu 50 nm Länge agglomerieren. Die Breite dieser Zone ist nur mit Vorbehalt auf eine bestimmte Implantation (ca. 15 At-%) umzurechnen, da hier sicher schon Schwellen stattfindet.

Diese Zone ist gegenüber dem anderen Material sehr geschwächt und wird bevorzugt abgedünnt (vgl. Abb. 6.20), so daß am Rand des Mittelspalts eines derartigen Sandwichs

gelegentlich noch nicht durchstrahlbare aber schon fast ganz von der Probe getrennte Streifen zu beobachten sind. Dementsprechend dürfte auch hier die Präparation von Flachproben nur sehr selten ein repräsentatives Ergebnis bringen.

Auch bei diesen Proben ist hinter der Blasenzone noch ein schmaler Bereich nur mit schwarzen Defekten erkennbar; ein wenig wirkt sich der Sputtereffekt auch bei Al_2O_3 aus.



Abb. 6.20 Al_2O_3 nach Implantation von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 bei 200°C (100.000-fach)

Die bei 800°C implantierten Proben zeigen eine wesentlich intensivere Blasenentwicklung. Der Blasenbereich hat hier eine (mit Sicherheit durch Schwellen erhöhte) Ausdehnung von bis zu $0,5 \mu\text{m}$. Es konnten hier keine so sicher vollständig erhaltenen Schadenszonen gefunden werden, daß aus der Breite des übrigen Bereichs bis zur Vorderkante auf die Breite des Blasenbereichs hätte geschlossen werden können; die Größenordnung des Schwellens kann hier daher nicht angegeben werden.

Die Blasen sind allgemein größer und runder als bei 200°C und bilden Agglomerate von Längen bis in den μm -Bereich; auch hier werden daher vielfach ganze Schadensstreifen beim Dünnen abgetrennt.

Auch bei dieser maximalen Dosis tritt bei keiner der beobachteten Proben Amorphisation auf. Auch im stärkstgeschädigten Bereich im Restmaterial zwischen großen Blasen sind immer noch Black Dots zu erkennen. (vgl. Abb. 6.21)

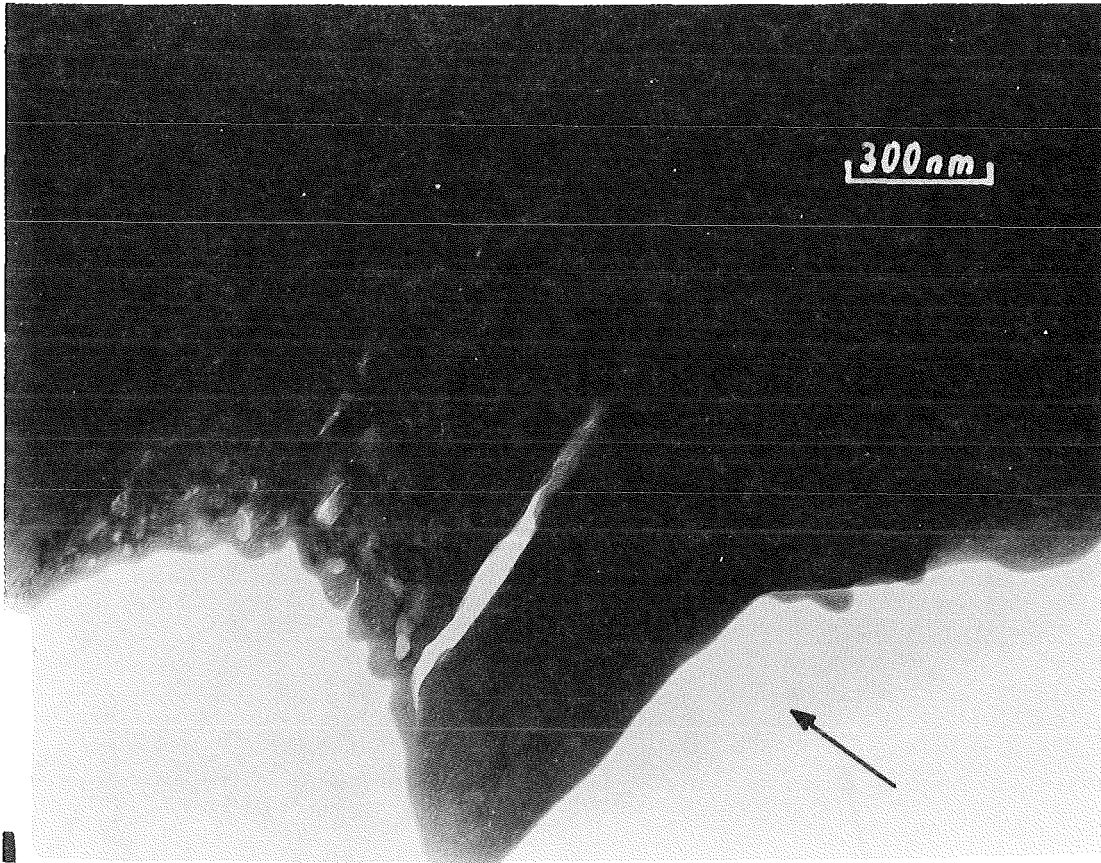


Abb. 6.21 Al_2O_3 nach Implantation von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 bei 800°C (66.000-fach)

Zur Erläuterung und Zusammenfassung der Ergebnisse folgt auch hier ein Schaubild:

Abb. 6.22 stellt die Parameterbereiche der bei diesem Werkstoff beobachteten Schäden dar. Der auf der Ordinate dieser Graphik neben der Implantationsdosis in Ionen / m^2 aufgetragene entsprechende maximal implantierte Heliumgehalt in Atomprozent verläuft hier praktisch proportional der Implantationsdosis, da der Sputterabtrag kaum ins Gewicht fällt.

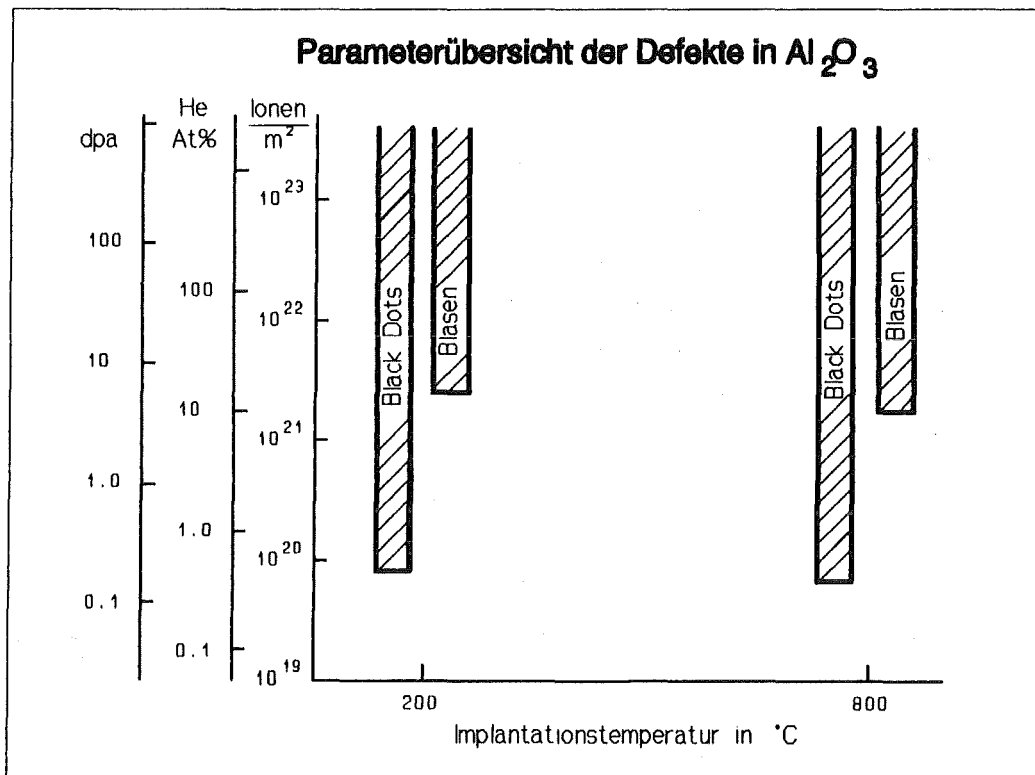


Abb. 6.22 Parameterbereiche der verschiedenen Schädigungsformen bei Al_2O_3

Auf der Ordinate sind - von innen nach außen - die Implantationsdosis, die entsprechende maximal implantierte Heliumdosis und die entsprechende maximale Schädigung angegeben. Der Bereich der Black Dots bezieht sich auf die Schädigung [dpa], der Bereich der Blasen auf die Heliumdosis, da diese sich als die jeweils ursächlichen Mechanismen erwiesen haben. (Die einzelnen Skalen sind natürlich nur in Bezug auf die jeweiligen Maximalwerte in Übereinstimmung, da die Verteilungskurven verschieden verlaufen.)

6.1.2 Ergebnisse der MgAl₂O₄ Proben

Bei diesem Material zeigt sich im untersuchten Bestrahlungsbereich von $3 \cdot 10^{20}$ bis $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² bei 200° C die deutlichste Zunahme und Veränderung der Strukturschäden mit zunehmender Ionendosis. Schon bei $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² vereinigen sich Blasen zu größeren Hohlräumen. Auch die Spinell-Proben müssen wegen ihrer geringen elektrischen Leitfähigkeit vor der Untersuchung im TEM mit Kohle bedampft werden; so daß auch hier die Gefahr der Verwechslung echter Materialschäden mit Oberflächenartefakten gegeben ist.

Ein völlig anderes Verhalten zeigen die bei 800° C implantierten Proben. Hier waren bei sämtlichen untersuchten Proben aller Implantationsdosen kein charakteristisches Schadensband zu erkennen. Der einzige Unterschied zu unbestrahlten Proben liegt in einer gelegentlich auftauchenden Aufweitung der Korngrenzen. Dieses Verhalten findet allerdings Entsprechungen in Untersuchungen ähnlich bestrahlter Proben in der neueren Literatur; Zinkle <ZIN-91> findet bei mit 5 und 26 dpa bei 650° C implantierten Proben keine bestrahlungsinduzierten Loops. Ob dieses fast völlige Fehlen von Schädigung materialspezifisch ist oder auf einem systematischen Fehler beruht, konnte aufgrund der geringen Probenzahl dieses nachträglich in die Untersuchung mitaufgenommenen Materials nicht mehr geklärt werden; ein vollständiges Wegbrechen des bestrahlten Bereichs wie bei SiC (bei 800°C, 10^{22} Ionen / m²) liegt hier nicht vor, ein solches wäre bereits lichtmikroskopisch leicht festzustellen.

Abb. 6.23 zeigt beispielhaft die Gegenüberstellung von theoretischem Implantationsprofil und tatsächlicher Schädigung einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m² bei 200° C implantierten Probe in einem Bild einheitlichen Maßstabs.

Die Probenvorderkante ist bei dieser Probe bereits etwa 0,3 µm tief abgetragen; allgemein ist bei Spinell infolge des sehr schlechten Dünnverhaltens nur in Ausnahmefällen ein gut sichtbarer Schadensbereich einschließlich einer erhaltenen Vorderkante zu photographieren. Die Probleme des bevorzugten Abdünnens der Vorderkante fallen bei diesem Material besonders ins Gewicht, da es sich wegen seiner Sprödigkeit nicht dünner als etwa 30 µm mechanisch vorpräparieren läßt, andererseits aber von allen untersuchten Materialien am langsamsten abgesputtert wird.

Die weiteren Ergebnisse folgen in der Reihenfolge der Ionendosis der Proben.

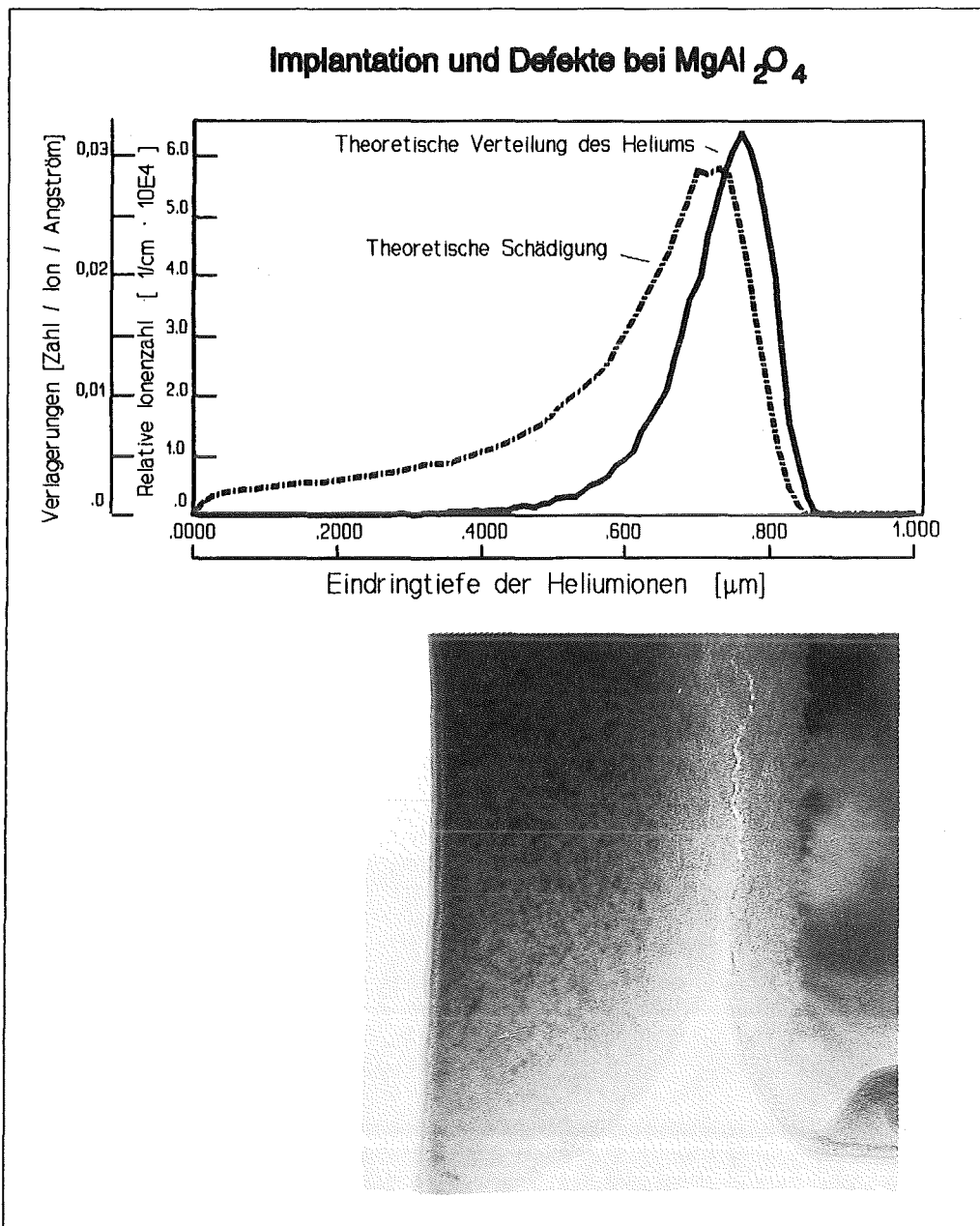


Abb. 6.23 MgAl_2O_4 nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200°C (100.000-fach)
 Die Lage des geschädigten Bereichs entspricht der Schädigungskurve, die des schmaleren Blasenbereichs entspricht der Lage der in der darüberliegenden Kurve dargestellten Implantationsdosis. Der Scheitelpunkt der Implantationskurve liegt für diese Dosis bei 18,2 At-% Helium; der der Schädigungskurve bei 9,1 dpa.

Ionendosis $3 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2

Die folgende Abbildung zeigt die charakteristische Erscheinung der Vorderkante dieser niedrig bestrahlten Proben bei 200° C. Ein bis zu 0,25 μm breiter Streifen ist dicht mit sehr kleinen, höchstens 10 nm großen, Defekten besetzt. Breite und Lage dieses Streifens entsprechen im Vergleich mit den berechneten Eindringtiefen einer Zone von mindestens einem Zehntel der maximalen Implantation, also 0,18 Atomprozent implantierten Heliums, bzw. einem Drittel der maximalen Schädigung, d. h. 0,3 dpa. Zwischen diesem Streifen und der Vorderkante der Probe ist keine auf die Bestrahlung zurückführbare Strukturveränderung feststellbar (Einzelne schwarze Kontraste treten auch in unbestrahltem Spinell regelmäßig auf.).

Bei dieser Dosis scheint die Erzeugung sichtbarer Defekte der Implantationskurve zu folgen. Es ist auch hier kein Zusammenhang mit der Form der Kurve der Verlagerungen festzustellen. Bei dieser Ionendosis zeigen sich weder Blasen noch amorphe Bereiche.

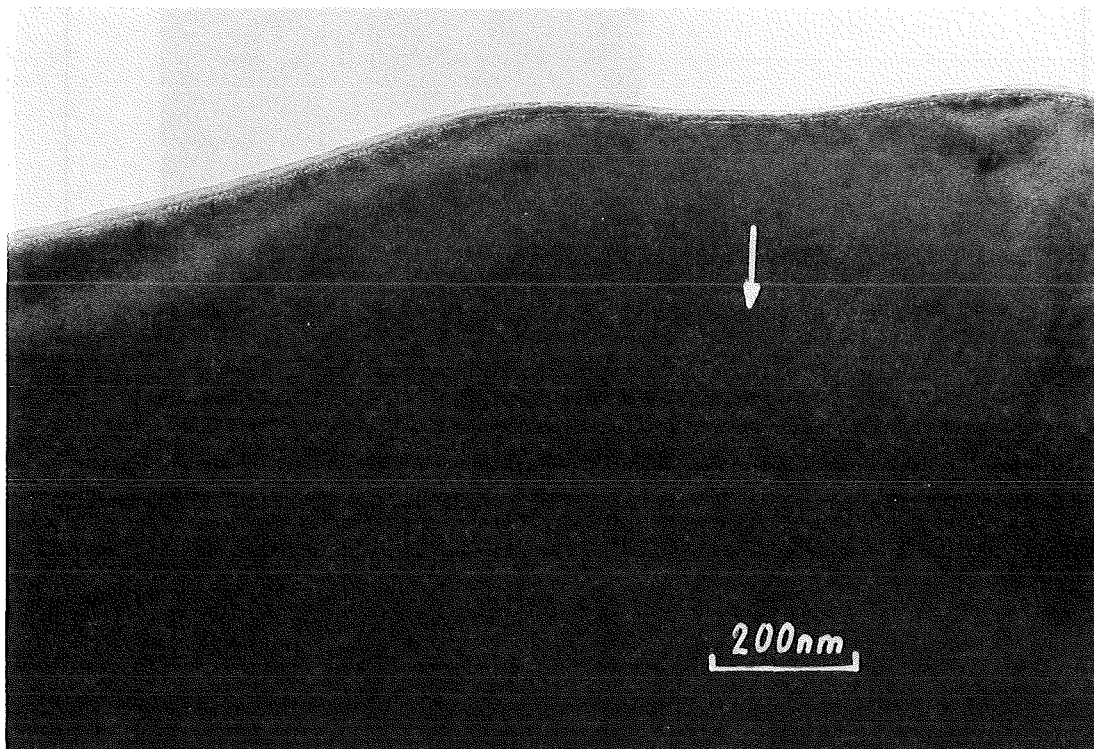


Abb. 6.24 $MgAl_2O_4$ nach Implantation von $3 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2 bei 200° C (100.000-fach)
Der Pfeil zeigt die Einstrahlrichtung der Helium-Ionen (auch in den weiteren Bildern).

Ionendosis $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2

Wie bei Al_2O_3 ist der gesamte Bereich von der Proben-Vorderkante bis zum Ende der Schadenszone gleichmäßig mit schwarzen Kontrasten besetzt. Offenbar ist auch hier der ursächliche Mechanismus für diese Black Dots nicht nur mit der Implantation sondern auch mit der Schädigung (dpa) im Zusammenhang, da nur diese bis nahe an die Vorderkante wirksam ist und bei dieser Dosis bereits auf der ganzen Tiefe die obengenannten 0,3 dpa überschreitet.

Bei $MgAl_2O_4$ sind im Bereich eines bis zu $0,3 \mu m$ breiten Bands kleine (etwa 2 nm im Durchmesser) Blasen zu erkennen, die in einem schmalen Bereich etwa $0,1 \mu m$ vor Ende des Schädigungsgebiets, also genau im Maximum der Heliumimplantation zu größeren Hohlräumen agglomerieren. Der Blasenbereich ist durch diese bereits etwas aufgeweitet; die Breite entspricht etwa dem Bereich einer Heliumimplantation von einem Elftel des Maximums, also hier 1,6 Atomprozent. Blasen treten hier also deutlich früher auf, als bei den anderen beiden Materialien.

Amorphisation tritt bei keiner dieser Proben auf.

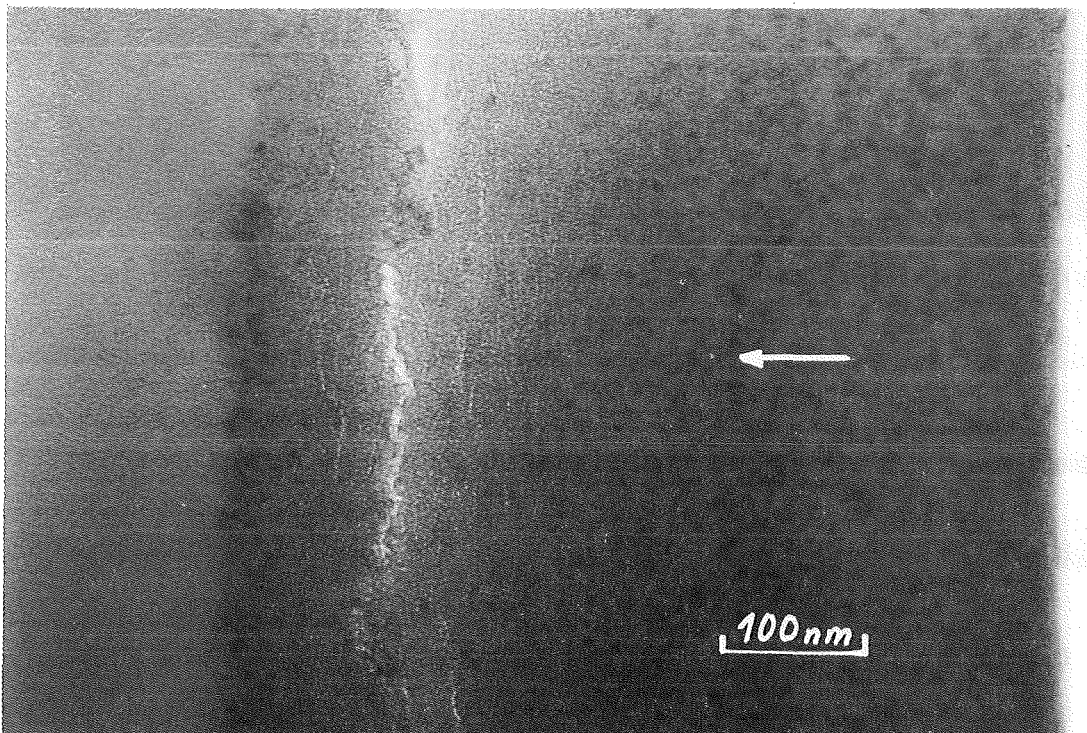


Abb. 6.25 $MgAl_2O_4$ nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$ (200.000-fach)

Die Auswertung einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$ implantierten Probe zeigt dasselbe Blasen-Verhalten wie bei entsprechenden SiC-Proben. Das Raster wurde auch hier bis hinter den - sehr viel schmaleren - Hauptschadensbereich durchgezogen, so daß sich am Ende wieder ein zweites kurzes Anwachsen der Blasenanzahl und ein Sinken der Blasengröße ergibt, deckt aber nicht den ganzen Bereich ab. Das Schwellen errechnet sich entsprechend nach Gleichung (6.1). Es erreicht hier ein Maximum von etwa zwei Prozent. Auch hier wird die Auswertung durch Oberflächenkontraste erschwert.

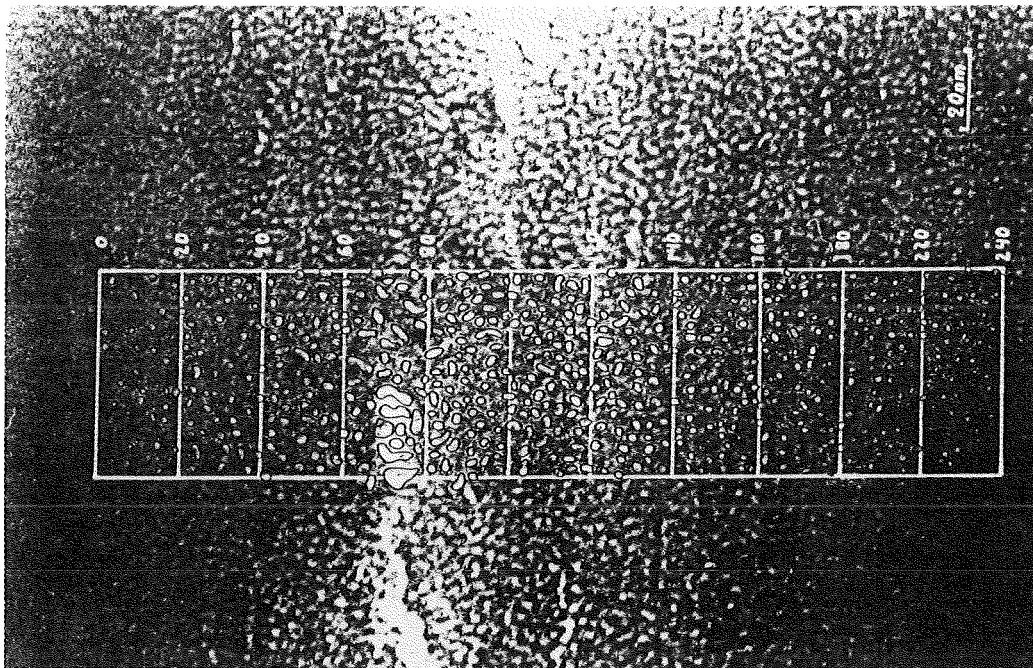


Abb. 6.26 Raster zur Erfassung der Blasenverteilung
($MgAl_2O_4$, $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$)

Eindringtiefe [μm]	0,59	0,61	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73	0,75	0,77	0,79
Anzahl der Blasen n_B	45	55	59	60	52	62	61	44	48	51	36
max. Durchm. d_{max} [nm]	1,53	1,68	1,89	2,03	2,45	2,55	2,55	3,68	2,85	2,33	1,80
Fläche A [nm^2]	1,18	1,65	2,02	2,31	3,28	3,79	3,80	7,49	4,55	2,88	1,55

Tab. 6.4 Zahl, maximaler Durchmesser und Schnittfläche der erfassten Blasen. Die Erfassungsbereiche erstrecken sich jeweils 10 nm vor und hinter der Bereichsmittle.

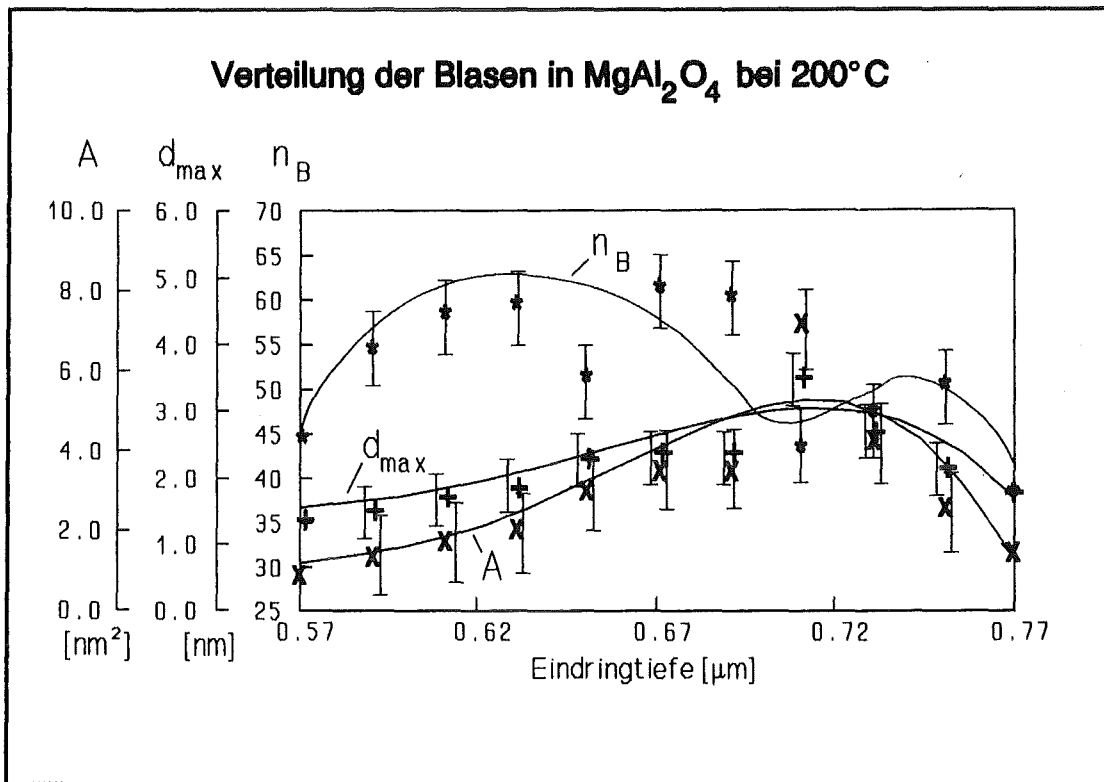


Abb. 6.27 Verteilung der Blasen im Hauptschadensbereich einer Sandwichprobe (MgAl_2O_4 , $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200°C)

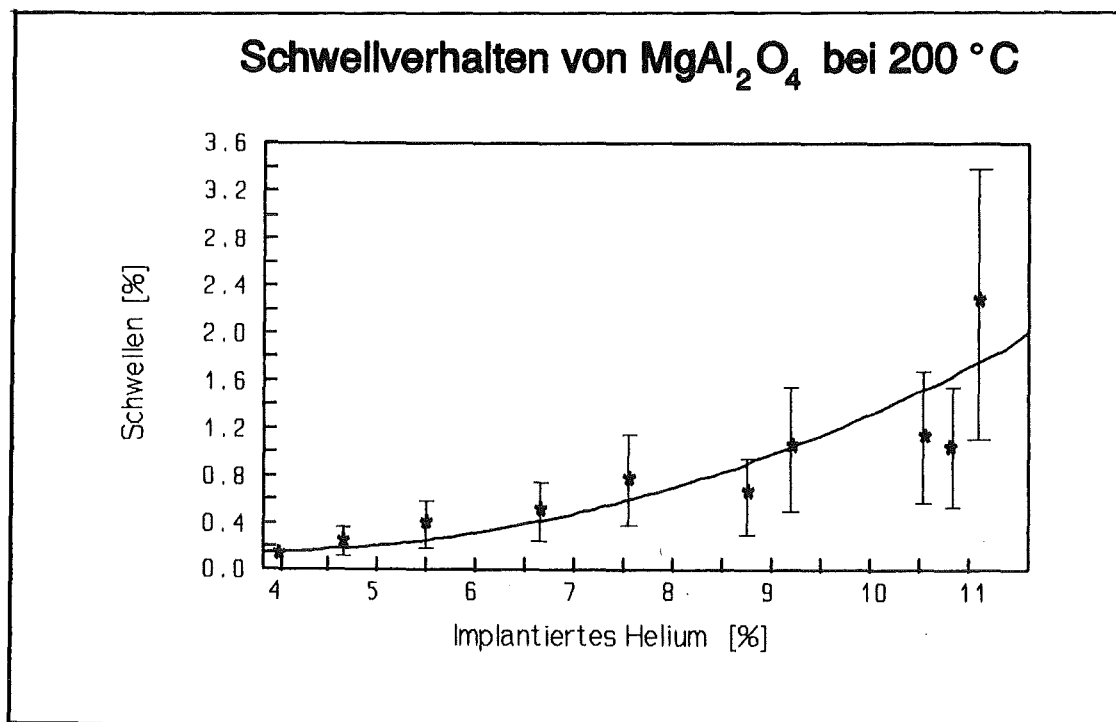


Abb. 6.28 Schwellverhalten von MgAl_2O_4 bei Heliumimplantation bei 200°C

Zur Erläuterung und Zusammenfassung der Ergebnisse folgt auch hier ein Schaubild:

Abb. 6.29 stellt die Parameterbereiche der bei diesem Werkstoff beobachteten Schäden dar. Der auf der Ordinate dieser Graphik neben der Implantationsdosis in Ionen / m² aufgetragene entsprechende maximal implantierte Heliumgehalt in Atomprozent verläuft hier praktisch proportional der Implantationsdosis, da der Sputterabtrag kaum ins Gewicht fällt. Die Werte für 800° C entfallen, da in den so implantierten Proben keine bestrahlungsinduzierten Schädigungen gefunden werden konnten.

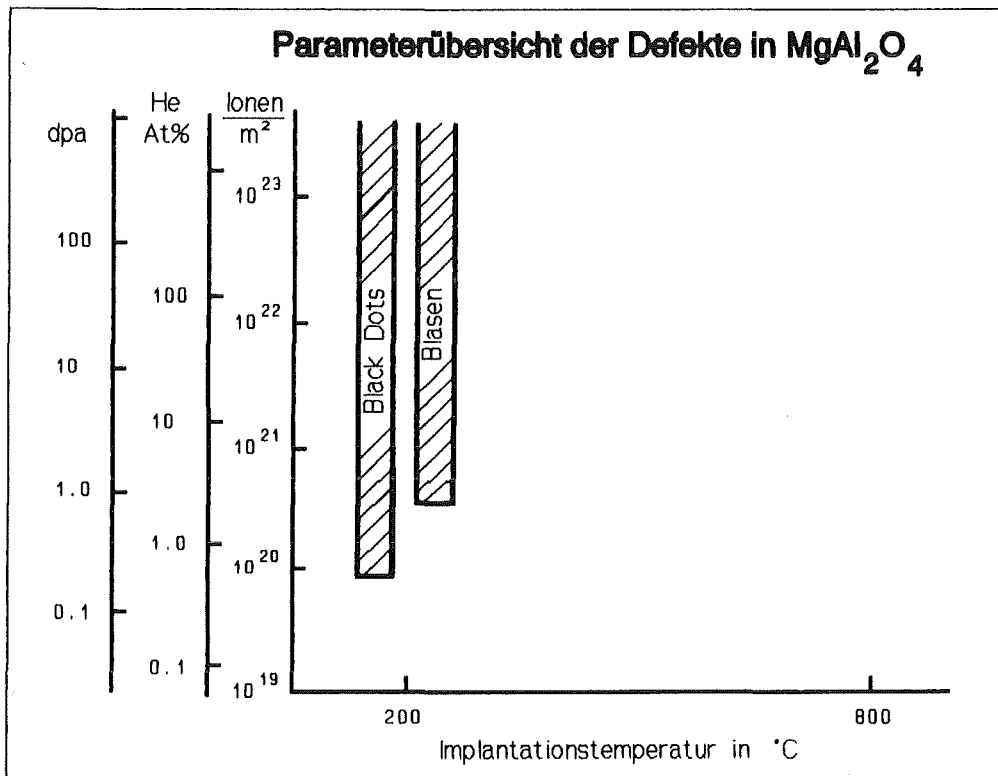


Abb. 6.29 Parameterbereiche der verschiedenen Schädigungsformen bei MgAl₂O₄. Auf der Ordinate sind - von innen nach außen - die Implantationsdosis, die entsprechende maximal implantierte Heliumdosis und die entsprechende maximale Schädigung angegeben. Der Bereich der Black Dots bezieht sich auf die Schädigung [dpa], der Bereich der Blasen auf die Heliumdosis, da diese sich als die jeweils ursächlichen Mechanismen erwiesen haben. (Die einzelnen Skalen sind natürlich nur in Bezug auf die jeweiligen Maximalwerte in Übereinstimmung, da die Kurven verschieden verlaufen.)

6.2 Darstellung der verschiedenen Schädigungen an Flachproben

Die Auswertung der Flachproben ermöglicht die nähere Untersuchung der einzelnen in den Sandwichproben erkannten Erscheinungen in größeren durchstrahlbaren Gebieten gleichmäßiger Schädigung. Hier ist es daher auch möglich aussagekräftige Feinbereichsbeugungsbilder zu einem zu untersuchenden Gebiet zu bekommen.

Nachteil der Flachproben ist die nie vollständig sichere Zuordnung der untersuchten Erscheinungen zu einer bestimmten Tiefenlage in der Probe. Auch bei interferometrischer Kontrolle der Probendünnung verbleibt eine gewisse Unsicherheit über den genauen Abtrag der Ionendünnung.

Die Aussagekraft dieser Proben ist daher eher qualitativer als quantitativer Natur; hier mit aufgenommene Aussagen zu Größe und Zahl von Defekten sind stets an Sandwichproben überprüft worden.

6.2.1 Siliziumkarbid

Loops:

Loops bzw. Defektagglomerate sind auch in den Flachproben in den entsprechend implantierten Zonen zu finden. Eine exakte Identifikation dieser Schädigungen, insbesondere ihrer Burgers-Vektoren, ist jedoch bei SiC nicht gelungen. (Dies ist anscheinend noch ein allgemeines Problem; in keiner Veröffentlichung sind die bei vergleichbaren Bestrahlungen festgestellten schwarzen Defektagglomerate näher definiert.) Ihr Kontrastverhalten beim Kippen der Probe deutet darauf hin, daß es sich um Loops handelt.

Die beiden folgenden Bilder zeigen 15 - 30 nm große Defektagglomerate in der der Hauptschadenszone vorgelagerten Schicht von mit $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m² bei 600° C bzw. 800° C implantiertem SiC.

Das erste ist eine Übersicht im Maßstab 1:66.000; das zweite im Maßstab 1:260.000; hier sind in der dichten Anordnung von schwarzen Kontrasten die feinen Linien der Netzebenenabbildung zu sehen (Betrachtungsrichtung [0 1 0]).

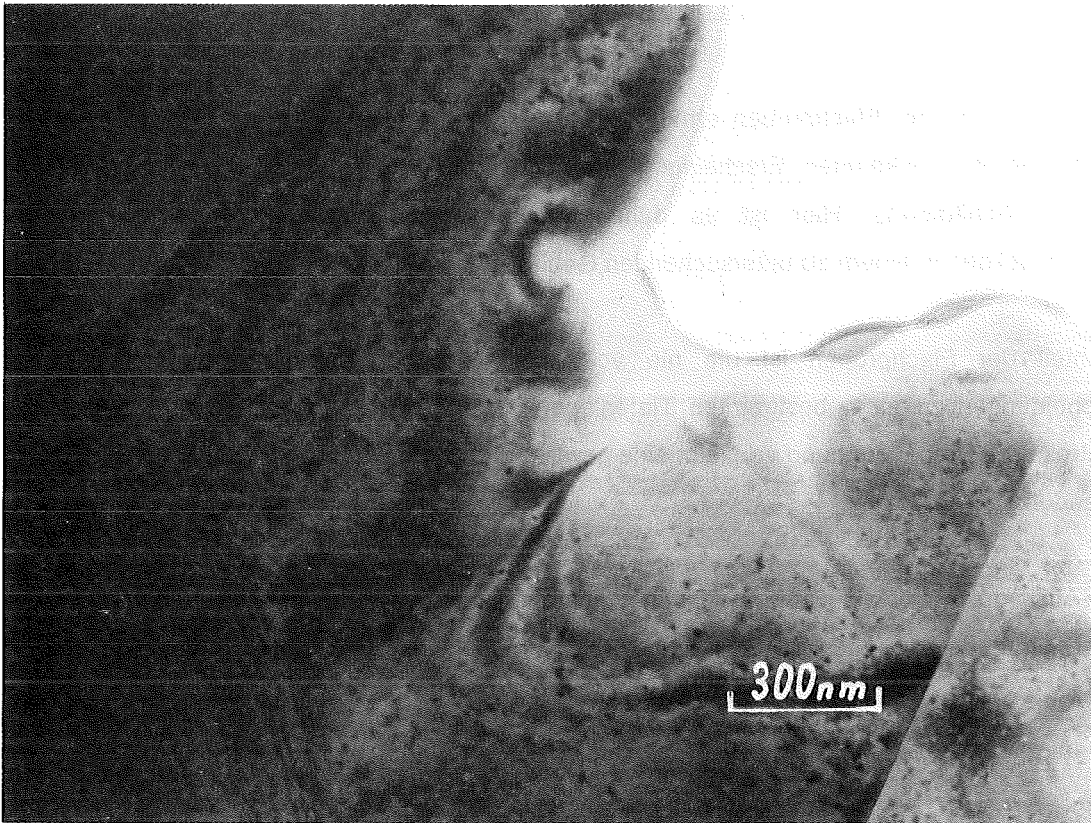


Abb. 6.30 SiC-Korn mit Defektagglomeraten ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , $600^\circ C$)

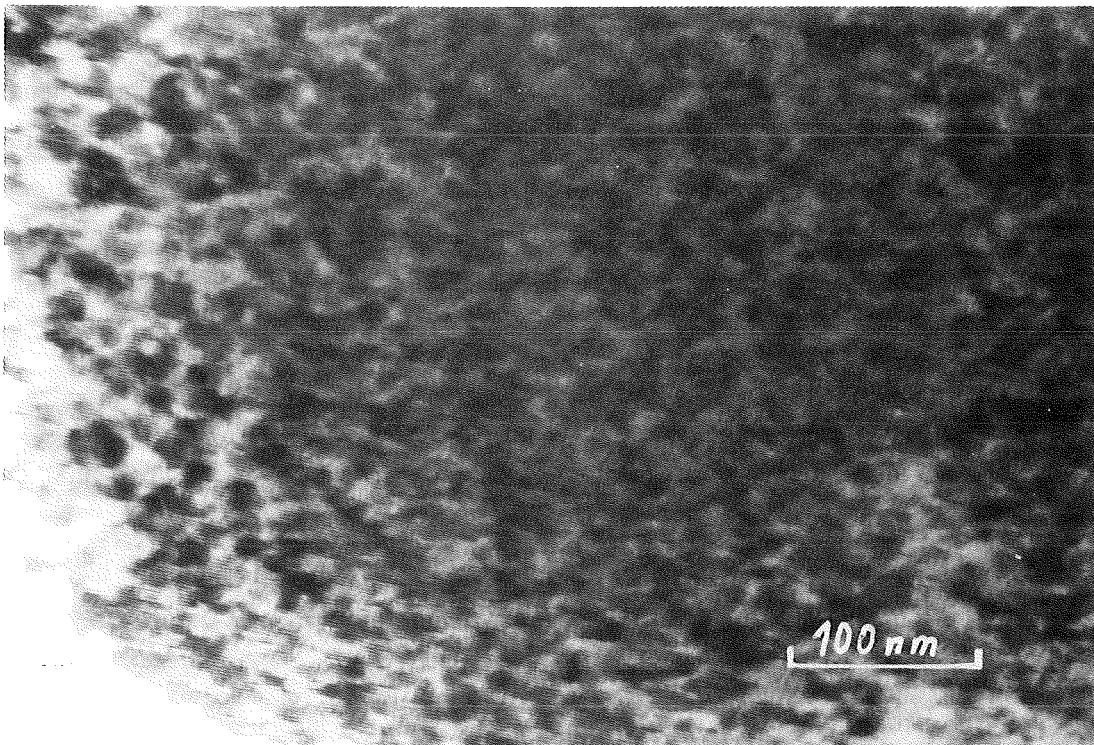


Abb. 6.31 SiC mit Defektagglomeraten ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , $800^\circ C$)

Die Größe der einzelnen Defekte ist sowohl von der Bestrahlungstemperatur als auch von der implantierten Dosis abhängig. Während bei den bei 200° C implantierten Proben nur ein allmähliches Anwachsen der Defektgröße mit der Dosis beobachtet werden kann, zeigt sich bei den 800°-Proben bei von vorn herein wesentlich höherer Anfangsgröße auch eine deutlichere Zunahme der Größe. Die der folgenden graphischen Darstellung zugrundeliegenden Daten sind bei allen, außer den höchstimplantierten, Proben im Hauptschadensbereich gemessen, bei $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 in der Vorzone. Die eingezeichneten Fehlerspannen beziehen sich auf die für die jeweilige Bestrahlung typischen Defekte. Bei allen Proben treten vereinzelt auch sehr viel größere (bis 100 nm) schwarze Kontraste auf, die aber keinen systematischen Zusammenhang mit der Bestrahlung zeigen.

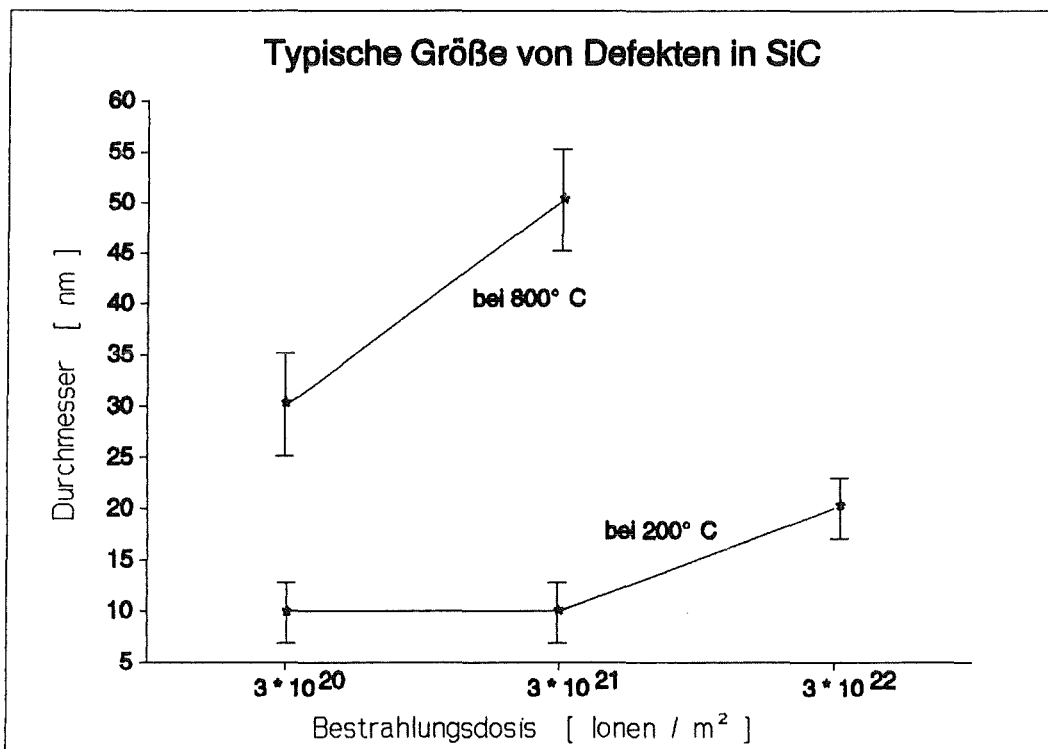


Abb. 6.32 Anwachsen der Defektgröße in SiC mit Temperatur und Dosis

Blasen:

Wie bei den Sandwichproben, so sind auch bei den Flachproben zwei Arten von Blasen bzw. Poren zu unterscheiden.: Die drei folgenden Abbildungen zeigen kleine (ca 4nm Durchmesser) Blasen in dichter Anordnung. Der Kontrastwechsel bei Fokusänderung (s. ü.) identifiziert sie als Hohlräume. Das dritte Bild zeigt die Tendenz dieser Blasen, verstärkt an Korngrenzen aufzutreten.

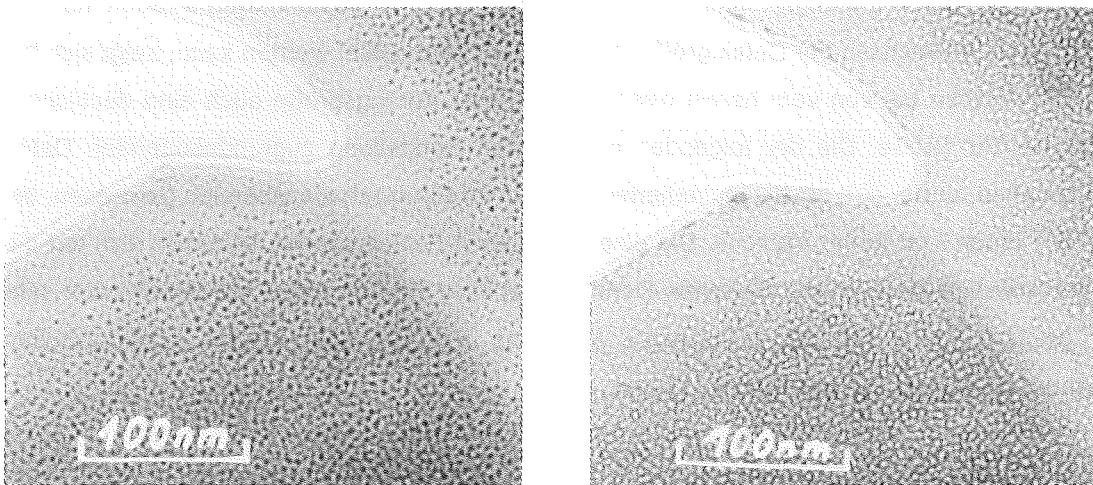


Abb. 6.33 / 6.34 Blasen in SiC in über- und unterfokussierter Darstellung

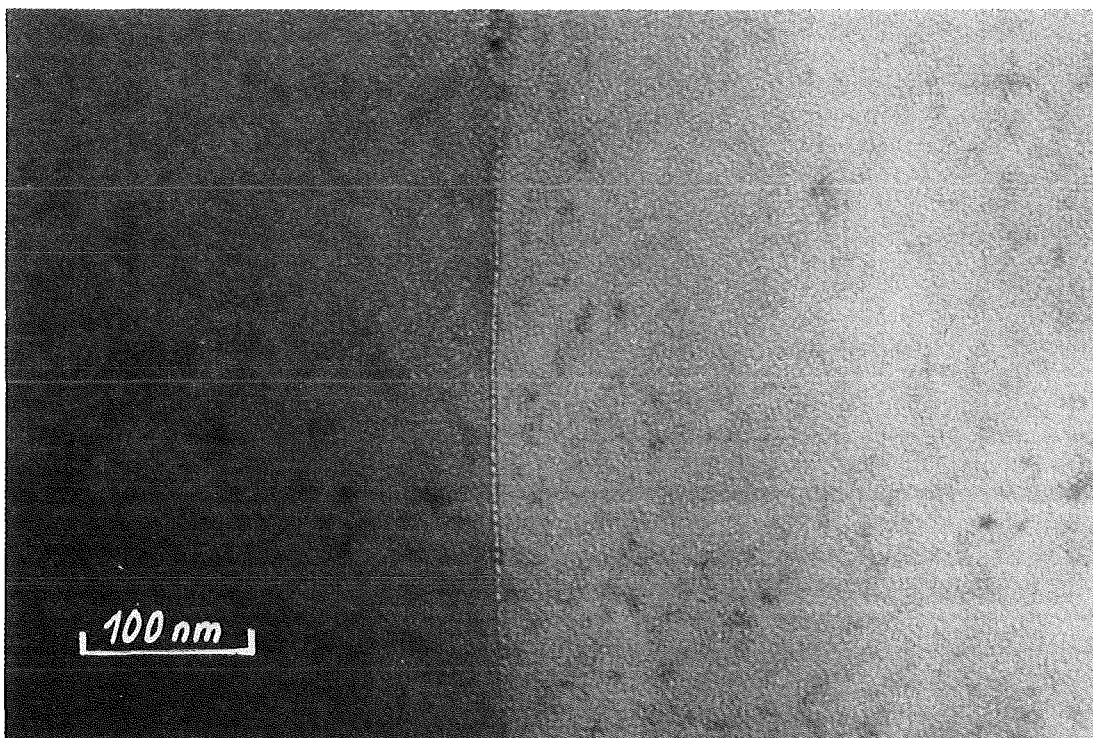


Abb. 6.35 Blasen und Korngrenze in SiC ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , $600^\circ C$)

Ein völlig unterschiedliches Bild zeigen die großen Blasen in der Hauptschadenszone. Wie auch die Sandwichbilder im amorphen Bereich zeigen die beiden Abbildungen im nächsten Kapitel die Umrisse sehr großer unregelmäßig geformter Blasen von bis zu 200 nm Durchmesser.

In diesen sehr kontrastreichen Bildern von Flachproben ist prinzipiell auch eine quantitative Auswertung möglich. Die folgende Zählung und Berechnung ist aber nur von begrenzter Aussagekraft, da die Zuordnung der Tiefenlage in der Flachprobe nicht unanfechtbar festzulegen ist.

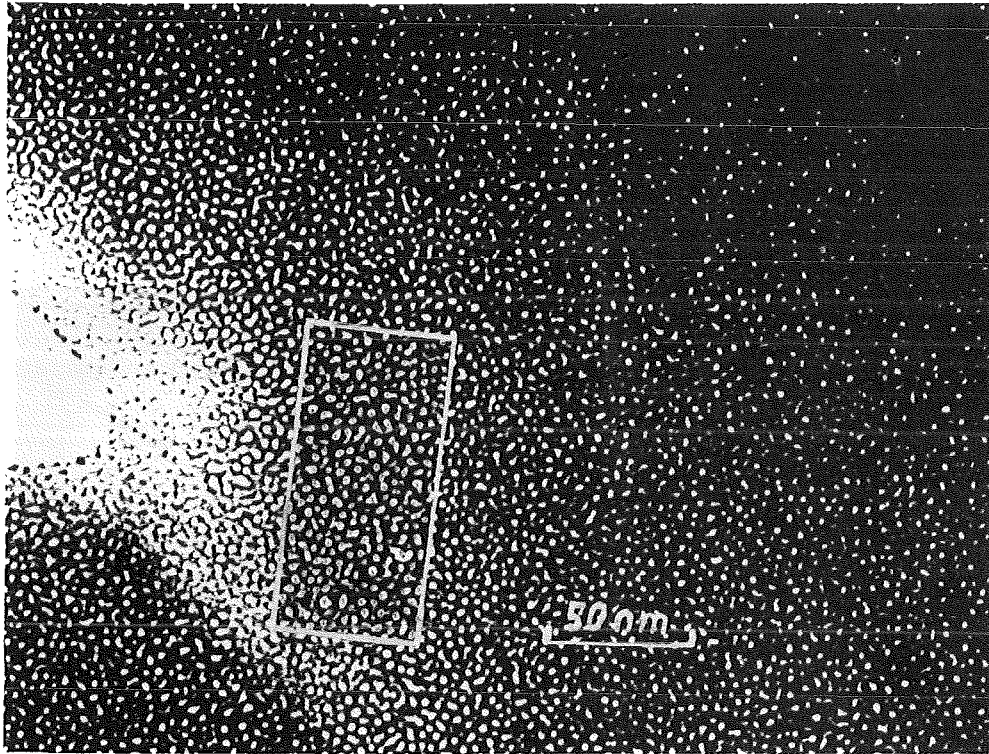


Abb. 6.36 Auswertungsgebiet für Blasen in SiC ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , $600^\circ C$)

Die Auswertung dieses Gebiets ergibt 261 Blasen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 3 nm und einer mittleren Fläche von $6,4 \text{ nm}^2$ in einem Volumen von 250000 nm^3 (bei einer mittleren Dicke des ausgewerteten Gebiets von 50 nm).

Nach Gleichung (6.1) ergibt sich ein relatives Schwellen von 1,5% . Dies entspricht etwa dem maximalen Schwellen in den mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 implantierten Proben; die untersuchte Probenstelle liegt demnach noch vor der Hauptschadenszone. (Andernfalls wäre hier auch schon Amorphisation zu beobachten.)

Amorphisation:

In der Tiefenlage der größten Schädigung ist bei den Flachproben aus Stabilitätsgründen sehr selten das Schadensbild vollständiger Amorphisierung zu finden. Diese Bereiche sind stark durch Schwellen geschädigt, sehr brüchig und gehen meistens beim Dünnen verloren. Die folgenden beiden Abbildungen im Maßstab 1:20.000 und 1:260.000 zeigen die Feinstruktur mit kleinen und den Umrissen größerer Blasen sowie eine Übersicht über eine Zone mit mehreren ehemaligen Körnern. An den noch erkennbaren Korngrenzen zeigen sich breite hellere Streifen; infolge der hier bevorzugt gebildeten bzw. angelagerten Blasen werden diese Bereiche besonders geschwächt und daher auch stärker abgedünnt.

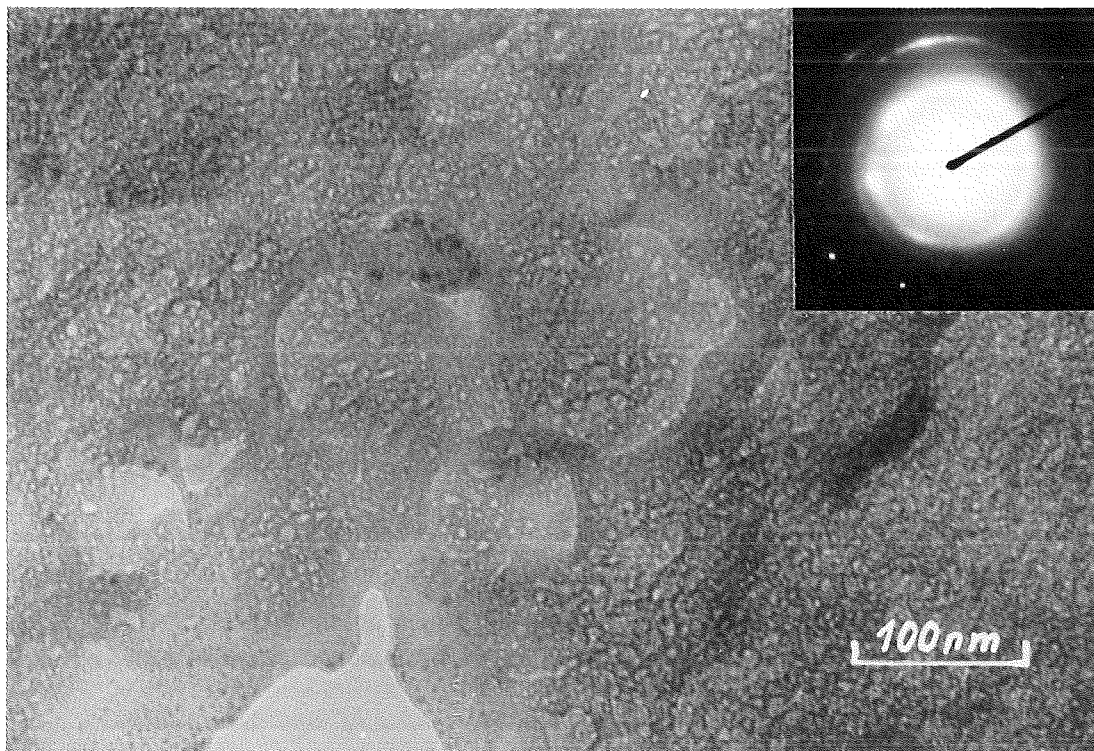


Abb. 6.37 Amorphisiertes SiC ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , $800^\circ C$)

Das diffuse Beugungsbild zeigt den amorphen Charakter des betrachteten Probenabschnitts.

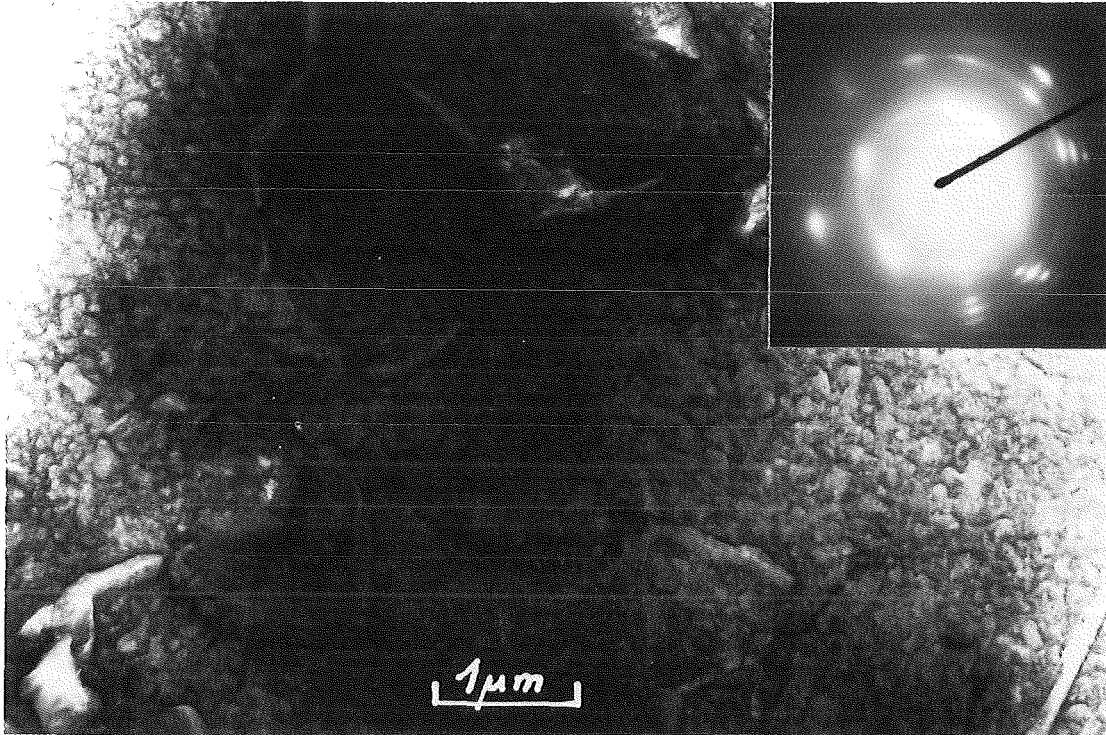


Abb. 6.38 Ehemalige Korngrenzen in amorphisiertem SiC ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , $800^\circ C$)

6.2.2 Aluminiumoxid

Loops:

In den Al_2O_3 -Flachproben war es dank der wesentlich schärferen Kontrastbedingungen der schwarzen Defektagglomerate möglich, diese als Loops zu identifizieren. Es konnten - besonders an den größeren Loops - zwei Arten von Burgersvektoren bestimmt werden, nämlich $\mathbf{b} = 1/3 [1 \ -1 \ 0]$ (vgl. Kap 5) und in einzelnen Fällen $\mathbf{b} = 1/3 \langle 0 \ 0 \ 1 \rangle$. Die entsprechenden Habitusebenen dieser Loops konnten nicht mit ganzer Sicherheit zugeordnet werden; festgestellt wurden Habitusebenen vom Typ $(1 \ -1 \ 0)$, $(1 \ 1 \ 0)$ und $(0 \ 0 \ 1)$ (vgl. nachfolgende Abbildung und Diagramm der Beugungspunkte). Daraus ergibt sich, daß es sich um Frank-Loops mit dem Burgersvektor senkrecht zur Habitusebene handelt.

Diese Loops haben Durchmesser zwischen 10 und 50 nm. (Weitere, bis über 100 nm große, Loops derselben Ausrichtung können bei jeder Temperatur und allen Implantationsdosen gelegentlich im Material beobachtet werden. Ihr Auftreten hängt wohl nicht ursächlich mit der Bestrahlung zusammen; entsprechende Loops wurden als Folge von Kaltverformung

beobachtet <LAG-89>.) Kleinere Loops (< 30 nm) konnten nicht genau bestimmt werden. Die Zahl und Größe der Loops nimmt mit zunehmender Implantation zu, ihre Größe scheint jedoch von der Temperatur nicht abhängig zu sein.

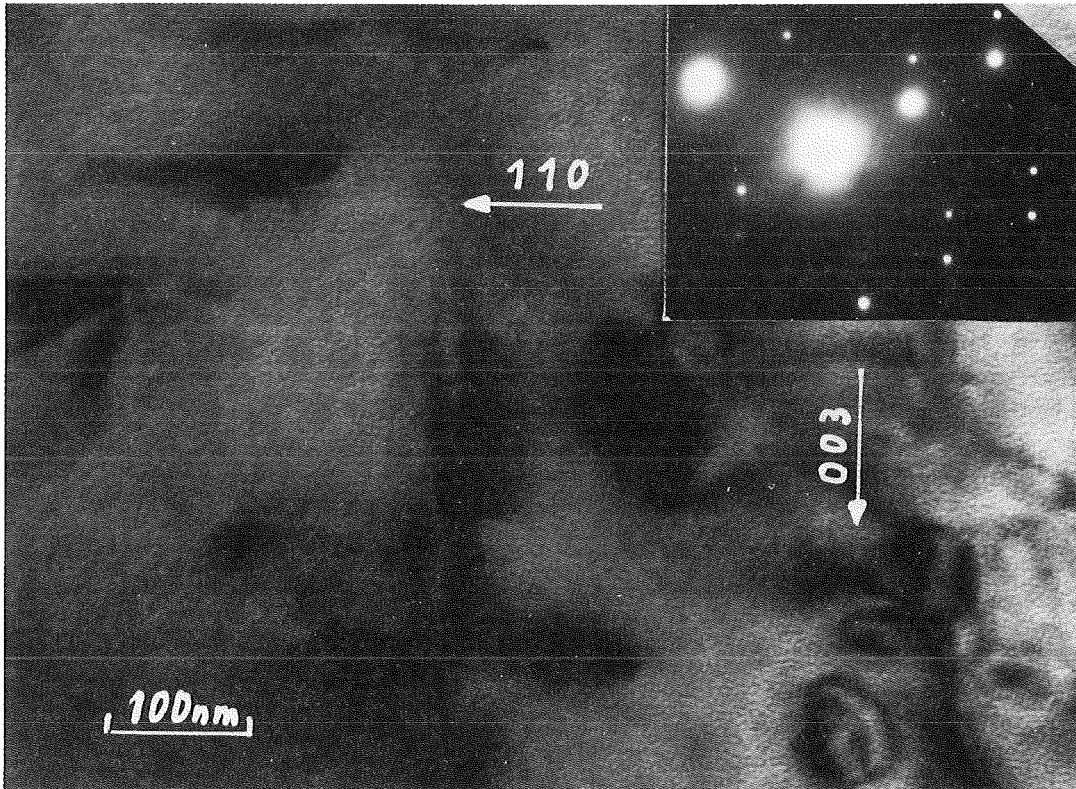


Abb. 6.39 Loops in Al_2O_3 ($3 \cdot 10^{19}$ Ionen / m^2 , 200°C)

Als Beispiel zur Bestimmung der Habitusebenen dient Abb. 6.39, die eine Hellfeldabbildung und das dazugehörige Beugungsbild zeigt. Im Hellfeldbild sind zum einen Loops in der Draufsicht ,also wahrscheinlich in der $(-1\ 1\ 0)$ Ebene (bez. mit "A"), zum anderen Loops senkrecht zur Strahlrichtung (Zonenachse) (bez. mit "B" und "C") in der $(0\ 0\ 1)$ bzw. $(1\ 1\ 0)$ Ebene liegend zu erkennen.

Die unten im Detail beschriebene Analyse des Beugungsbilds gibt die in diesem Zusammenhang wichtigen Ortsvektoren in $[1\ 1\ 0]$ und $[0\ 0\ 3]$ Richtung wieder.

Zur Bestimmung der Beugungsbilder wird ein Hilfsprogramm benutzt, das im wesentlichen die d-Werte verschiedener Reflexe analysiert. Die abgebildeten Rechnerausdrucke führen die aus auf dem abgebildeten Beugungsbild ausgemessenen Parallelogrammen ermittelten Ebenenabstände mit dazu passenden Ebenen- bzw. Reflexbenennungen und den Abweichungen gegenüber den berechneten Ebenenabständen dieser Reflexe tabellarisch auf und zeigen darunter vereinfacht die Anordnung der Reflexe im Bild. Dabei ist das jeweilige Parallelogramm als Rechteck dargestellt. Die Winkellage wird durch Ausmessen der Diagonalen (2 und 4) sichergestellt. Nur Kombinationen von Reflexen einer gemeinsamen Zonenachse in den korrekten Abständen (siehe "Abweichung", einstellbar, normalerweise $< 3 \times 10^{-2}$) werden ausgewertet.

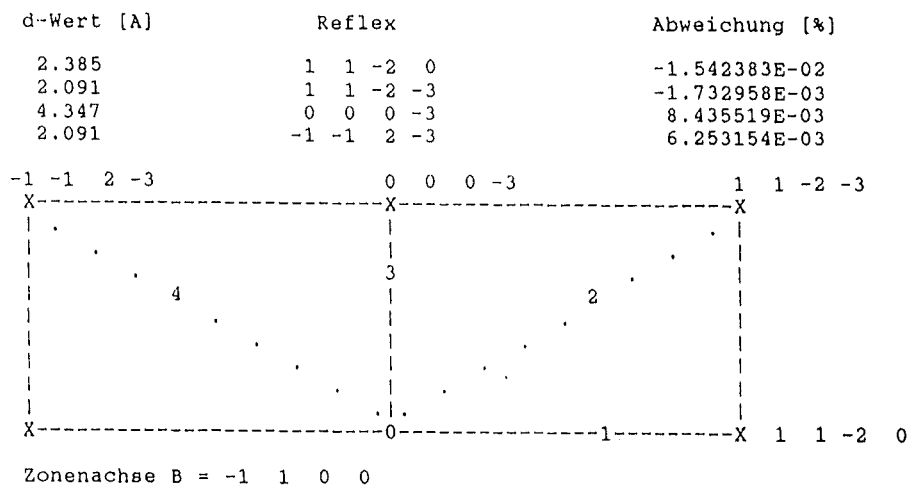


Abb. 6.40 Ausgabe des Hilfsprogramms zur Bestimmung von Beugungsbildern, Analyse des Beugungsbilds zur obigen Abbildung (Auswertung der schmalen, von links unten nach rechts oben verlaufenden, Zonen)

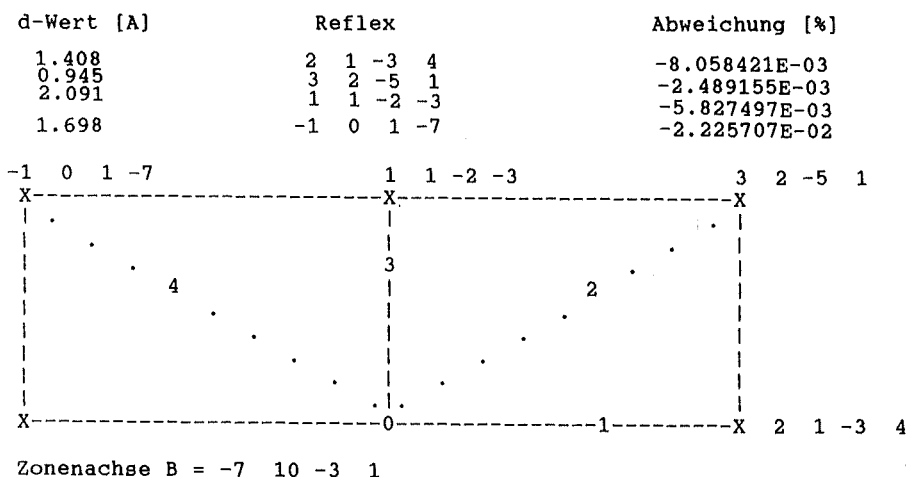


Abb. 6.41 Ausgabe des Hilfsprogramms zur Bestimmung von Beugungsbildern, Analyse des Beugungsbilds zur obigen Abbildung (zwischen den schmalen Zonen; das Parallelogramm ist mit dem starken Reflex links oben gebildet)

Als Ergebnis dieser Analysen kann das Beugungsbild als die Überlagerung zweier nebeneinanderliegender Zonen $(-1\ 1\ 0)$ und $(-7\ 10\ 1)$ im oberen Teil des Beugungsbildes gewertet werden. Die Erklärung für das beobachtete Auftreten von zwei nicht zusammenhängenden Gruppen von Reflexen der Zonenachse $(-1\ 1\ 0)$ liegt in einer leichten Verbiegung der Folie, die zur Abbildung von Reflexen aus zwei Laue-Zonen führt ("high order Laue zone effect").

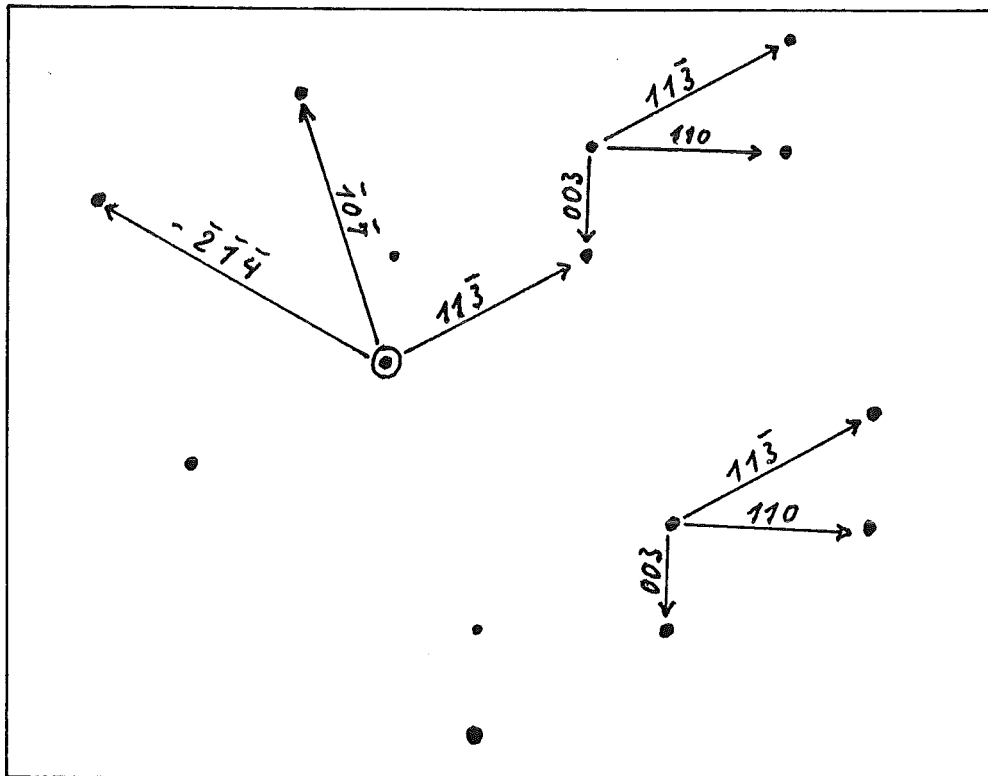


Abb. 6.42 Kombination der Analysen des obigen Beugungsbildes

Es treten Reflexe aus zwei Zonen auf, deren Zonenachsen dicht beieinander liegen, $(-1\ 1\ 0)$ (rechts unten und Mitte) und $(-7\ 10\ 1)$ (links oben).

Die folgende Abbildung 6.43 zeigt die typischen kleinen und mittelgroßen Loops in bei 800°C mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen/ m^2 implantiertem Al_2O_3 . Die nachfolgende Graphik stellt das temperaturunabhängige Anwachsen der Loops mit der Implantationsdosis dar.

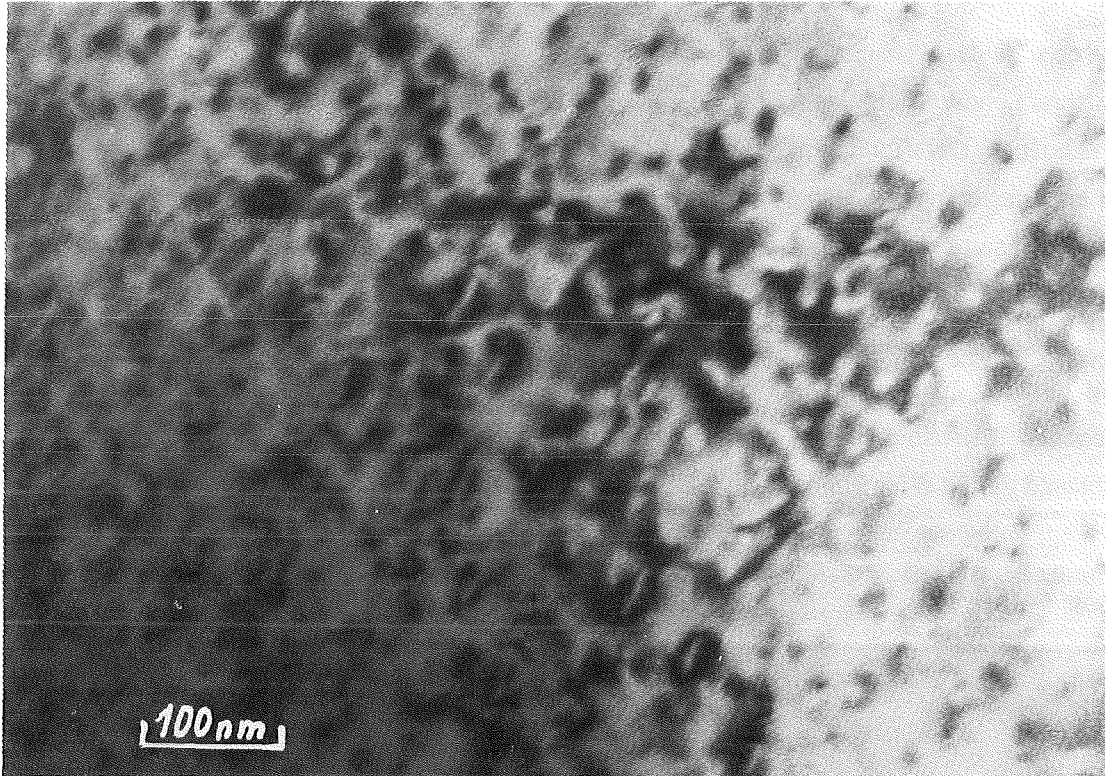


Abb. 6.43 Loops in Al_2O_3 ($3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 , 800°C)

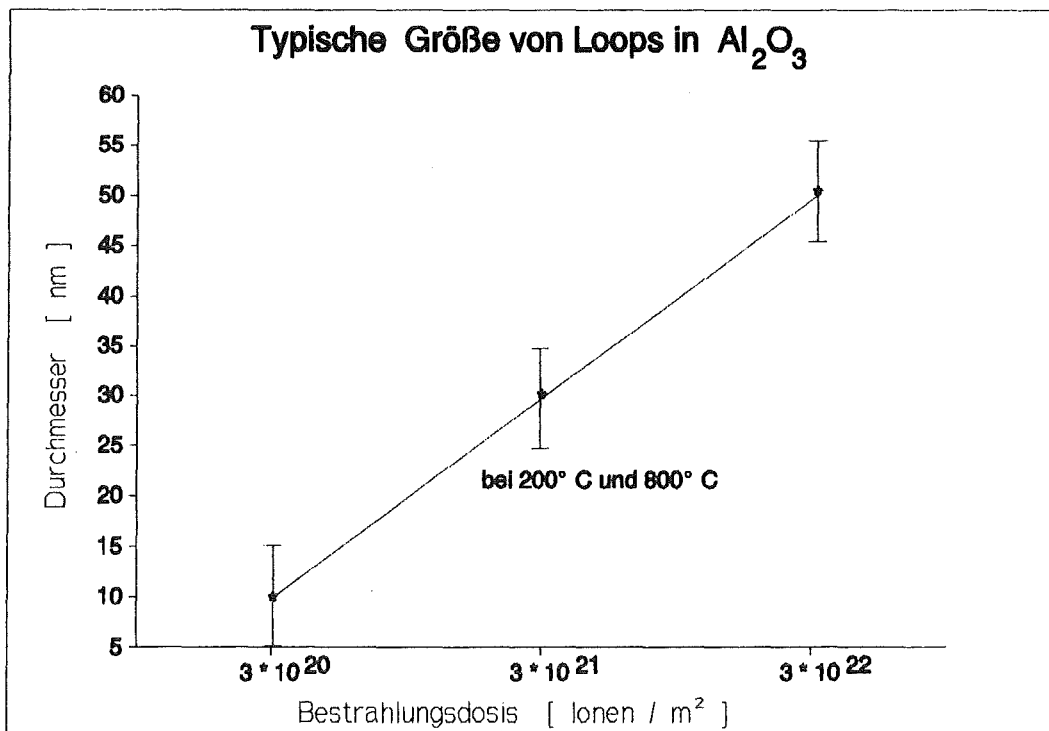


Abb. 6.44 Anwachsen der Loopgröße in Al_2O_3

Blasen:

In den Al_2O_3 -Flachproben sind nach Implantation von $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 in der entsprechenden Tiefenlage kleine (2 - 3 nm Durchmesser) Blasen als weiße Kontraste zu erkennen. (Der Hohlraumcharakter dieser Defekte ist auch hier durch Kontrastumkehr bei Überfokussierung darstellbar.)

Diese Blasen sind in manchen Körnern auch in regelmäßiger Anordnung parallel zur c-Achse des hexagonalen Kristalls zu finden. Die folgende Abbildung zeigt solche Reihen von Blasen; der Abstand der Reihen in c-Richtung liegt im Bereich von 5 nm, ist aber nicht überall konstant; ein direkter Zusammenhang mit dem c-Ebenen-Abstand von $13,04 \text{ \AA} = 1,3 \text{ nm}$ ist nicht gegeben. Ebenso ist keine einfache Korrelation mit dem a-Abstand von $3,07 \text{ \AA}$ oder dem Abstand der $\{ 1 0 0 \}$ -Ebenen von $3/2 a = 4,51 \text{ \AA}$ herstellbar.

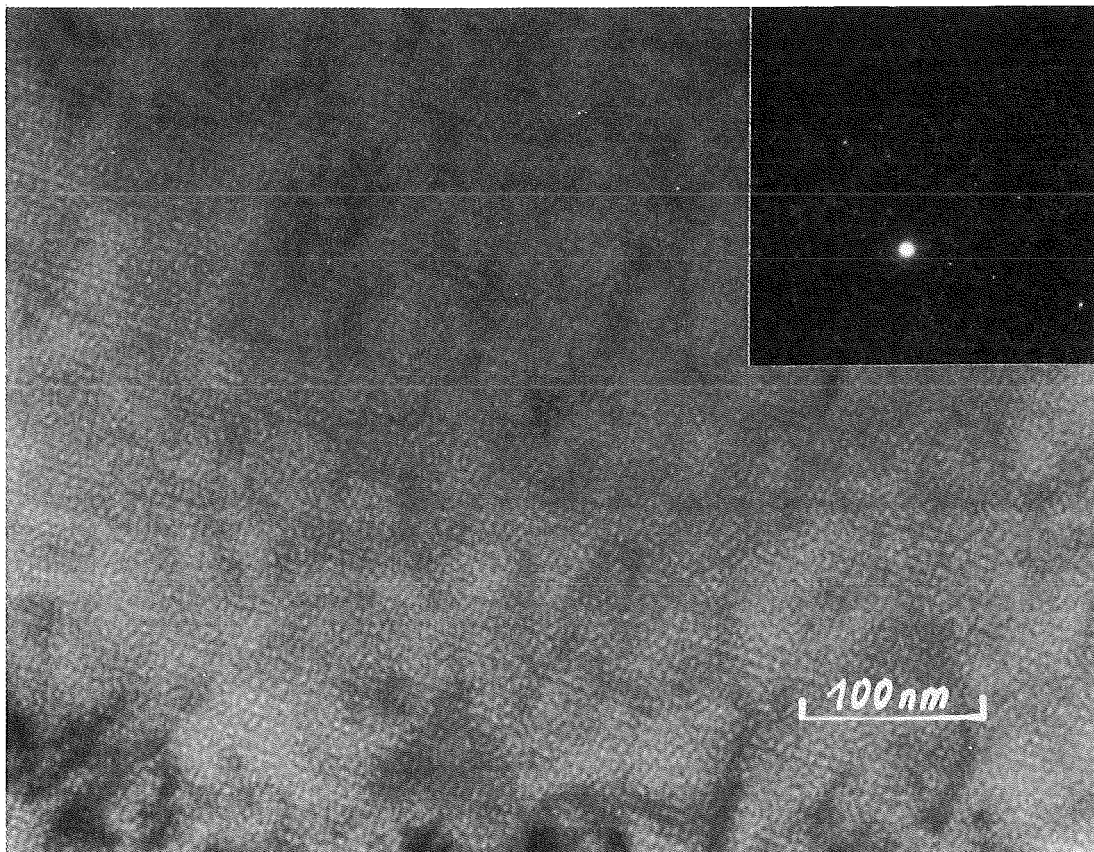


Abb. 6.45 Blasenalignment in Al_2O_3 ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2 , 800°C)

6.2.3 Spinell (MgAl_2O_4)

Loops:

Loops bzw. schwarze Defektagglomerate treten in dem hier untersuchten MgAl_2O_4 -Material bereits in den unbestrahlten Proben auf. Die Sandwichproben zeigen jedoch, daß die Dichte dieser Defekten in der implantierten Zone stark zunimmt. Ähnlich wie bei SiC läßt sich auch hier die Natur dieser Defektagglomerate mit dem Elektronenmikroskop nicht näher bestimmen, jedoch deutet das Kontrastverhalten bei Kippen der Probe auf Loops hin.

Das folgende Bild zeigt die typischen etwa 15 nm großen Defektagglomerate in der Schicht dicht vor der Hauptschadenszone einer mit $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei 200°C implantierten Spinell-Probe.

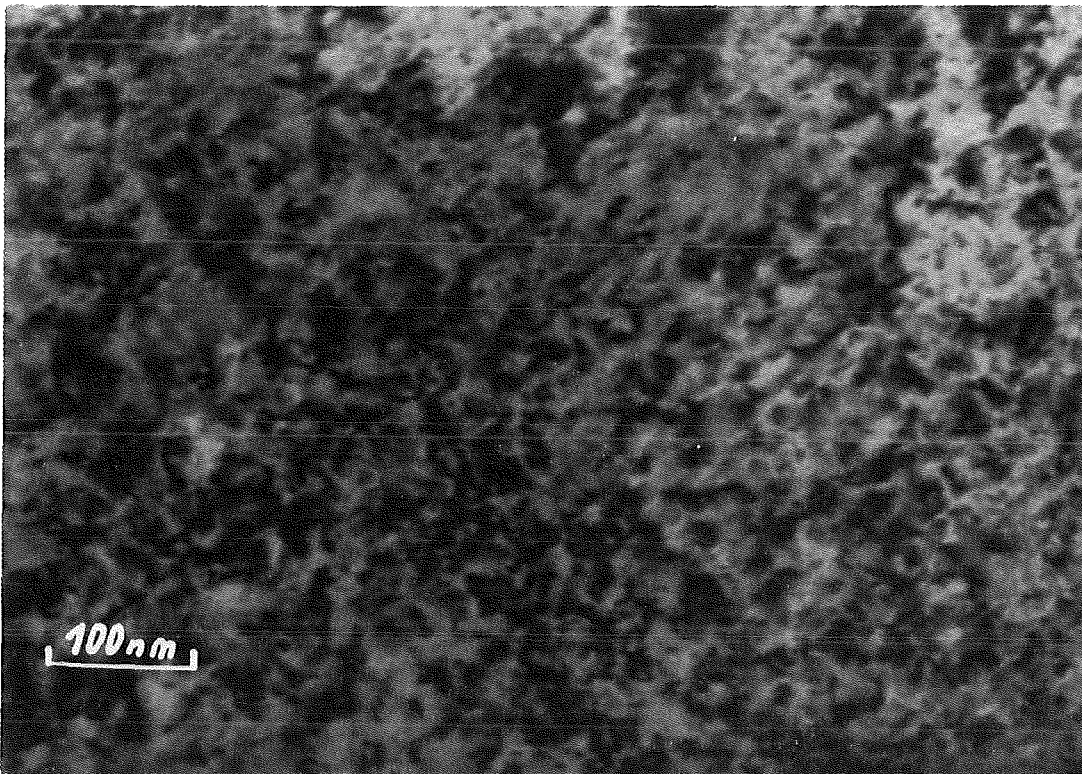


Abb. 6.46 Loops in MgAl_2O_4 ($3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 , 200°C)

Das folgende Schema zum Anwachsen der Loopgröße ist im wesentlichen zum Vergleich mit den anderen Materialien beigefügt; die geringe Zahl der dargestellten Parameter resultiert aus der geringeren Parametervariation bei diesem nachträglich mitaufgenommenen Material und dem Verhalten bei 800°C (s. o.) .

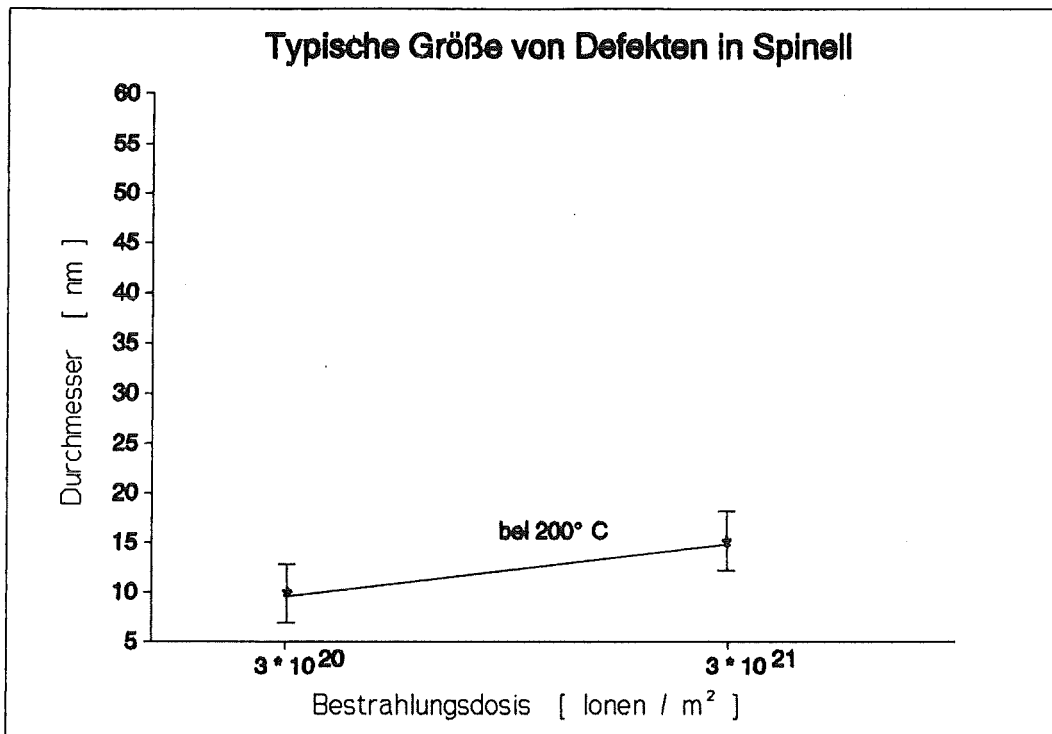


Abb. 6.46 Anwachsen der Loopgröße in MgAl_2O_4

Blasen:

Wie bei den anderen Materialien lassen sich die kleinen Blasen der Zone vor dem Hauptschadensbereich gut in den Flachproben darstellen. Die folgende Abbildung zeigt solche etwa 2 nm große Blasen. Auch hier besteht eine Tendenz zur Anlagerung an Korngrenzen. Die großen Blasenagglomerate, die in den Sandwichproben gut zu erkennen sind, bleiben in den Flachproben bei der Dünnung nur selten und nur ansatzweise erhalten, da das hier besonders geschwächte Material bevorzugt abgedünnt wird. Eine regelmäßige Anordnung der Blasen, vergleichbar der in Al_2O_3 , konnte nicht nachgewiesen werden.

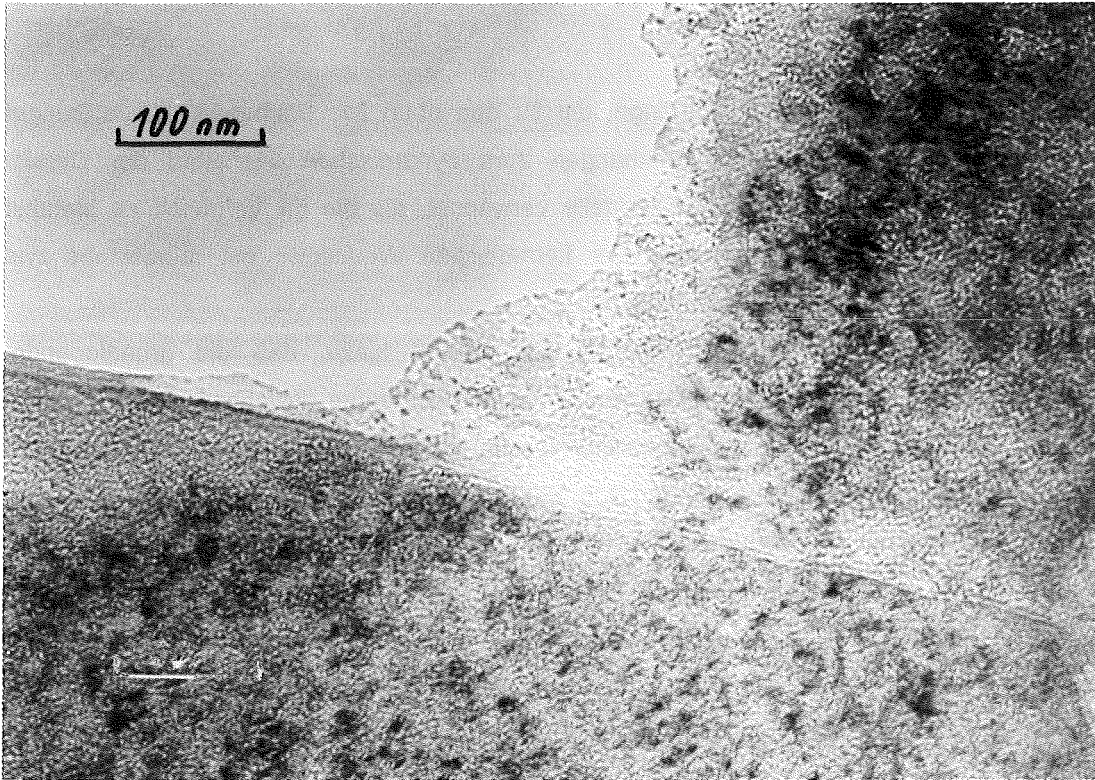


Abb. 6.47 Blasen und Korngrenze in MgAl_2O_4 ($3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 , 200°C)
Eine quantitative Auswertung ist hier wegen der irreführenden Oberflächen-
Kontraste aufgrund der Kohlebeschichtung unmöglich.

7 Diskussion

Zum besseren Verständnis der Vorgänge, die zu den oben beschriebenen Gitterstörungen führen, werden zunächst Modellrechnungen zum dynamischen Verhalten der Defekte durchgeführt. Dabei werden einfache Modelle verwendet, die die im Vergleich zu Metallen wesentlich kompliziertere Gitterstruktur der keramischen Werkstoffe mit mindestens zwei Unterstrukturen nicht berücksichtigen können.

Erschwerend für die Aussagekraft der Modelle kommt hinzu, daß die grundlegenden Diffusionsdaten für Keramiken mit Hilfe von Tracer-Experimenten gewonnen werden, die bei den hier betrachteten relativ tiefen Temperaturen keine verwendbaren Ergebnisse mehr liefern. Es stehen also nur Daten zum Verhalten von 1200°C aufwärts zur Verfügung und es muß zu tieferen Temperaturen extrapoliert werden.

Da jedoch zur Zeit noch keine feineren Modelle und weiterreichenden Daten zur Verfügung stehen (vgl. auch <BUC-86>, <ZIN-92d>), sind im folgenden diese einfachen Modellrechnungen aufgeführt, da sie zumindest einen begrenzten Rückschluß auf die tatsächlichen Vorgänge im Material zulassen und Anhaltspunkte für die Überprüfung der experimentellen Ergebnisse bieten.

7.1 Modelle für das dynamisches Verhalten der Defektkonzentrationen

Die Entstehung von Defektagglomeraten, insbesondere Loops, von Poren und Blasen, ist nur durch Clusterbildung bei der Bestrahlung (vgl. Kap. 4) und aufgrund der Beweglichkeit der Einzeldefekte möglich.

Das dynamische Verhalten der im Verlauf der Bestrahlung entstehenden Defektkonzentrationen wird im allgemeinen durch die chemischen Ratengleichungen beschrieben.

$$\frac{\delta c_V}{\delta t} = \nabla (D_V * \nabla c_V) + K_V - k^2_V * D_V * c_V - \alpha * c_V * c_i \quad (7.1)$$

$$\frac{\delta c_i}{\delta t} = \nabla (D_i * \nabla c_i) + K_i - k^2_i * D_i * c_i - \alpha * c_V * c_i \quad (7.2)$$

wobei die einzelnen Größen nach der Schreibweise von Brailsford und Bullough (<BRA-78>) die folgende Bedeutung haben:

c_v , bzw. c_i sind die Konzentrationen der Leerstellen bzw. Zwischengitteratome

Sie ergeben sich aus den Formeln:

$$c_v = \exp(S_v^f / k_B) * \exp(-E_v^f / (k_B * T)) \quad (7.3a)$$

$$c_i = \exp(S_i^f / k_B) * \exp(-E_i^f / (k_B * T)) \quad (7.3b)$$

wobei die E und S hier und in den nächsten Gleichungen die Bildungs- (f) oder Bewegungs- (m) -energien und -entropien der Leerstellen (v) und Zwischengitteratome (i) sind.

D_v , bzw. D_i sind die Beweglichkeitsanteile der Diffusionsraten der Leerstellen bzw. Zwischengitteratome.

Sie ergeben sich aus den Formeln:

$$D_v = z / 6 * a_0^2 * \nu_D * \exp(S_v^m / k_B) * \exp(-E_v^m / k_B * T) \quad [m^2/s] \quad (7.4)$$

$$D_i = z / 6 * a_0^2 * \nu_D * \exp(S_i^m / k_B) * \exp(-E_i^m / k_B * T) \quad [m^2/s] \quad (7.5)$$

Dabei sind: $a_0 \cong 0.275$ nm (Sprungdistanz) (für Al_2O_3)
 $z = 3$ (Koordinationszahl für hexagonale Gitter, entspricht der Zahl der nächsten Nachbarn; 12 für kubisch flächenzentrierte Gitter)
 $\nu_D \cong 10^{13}$ 1/s (Debye Frequenz)
 k_B = Boltzmann-Konstante

Die Energie- und Entropieterme in den Exponenten dieser Gleichungen beruhen auf den Angaben der Veröffentlichungen von Dienes und Lagerlöf, <DIE-75>, <LAG-89>.

K_v und K_i sind die effektiven Produktionsraten der jeweiligen Punktdefekte. Es werden hier gleiche Produktionsraten für Leerstellen und Zwischengitteratome vorausgesetzt, d. h. im wesentlichen die Bildung von Frenkelpaaren angenommen. Ihre Berechnung erfolgt nach Kapitel 4 in folgender Weise:

$K = K_v = K_i = N_{coll} * \Phi / N_T = \sigma_D * \Phi = 6,2 * 10^{-3} \quad [1/s]$ (maximaler Wert für die meistbestrahlten Proben, vgl. Kap. 4.2.2; für die mit geringerem Fluß bestrahlten - Proben mit einer Implantation $\leq 3 * 10^{19}$ Ionen / m^2 - ist $K = 1,2 * 10^{-3} \quad [1/s]$) . (N_{coll} = Zahl der Kollisionen entsprechend den Berechnungen im TRIM - Code, N_T = Targetdichte)

k_v^2 und k_i^2 charakterisieren den Verlust von Punktdefekten an inneren Senken; sie sind von der Art der Senke abhängig. Die hier in Frage kommenden Senken (vgl. auch Kap. 5.1) sind im folgenden aufgezählt:

Versetzungen sind in den meisten unbestrahlten Körnern nicht zu beobachten. (vgl. Kap. 1.4.2) Die schwarzen Kontraste in bestrahlten Proben können auch Versetzungsnetzwerken entsprechen.

Korngrenzen sind bei der Größe der Körner unerheblich für das Geschehen im einzelnen Korn (vgl. Kap. 1, Auswertung der lichtmikroskopischen Untersuchungen; das typische Korn hat mit 2 µm Durchmesser etwa den tausendfachen Wert des mittleren Diffusionswegs eines Defekts, vgl. Kap. 7.1.4.)

Trappingzentren werden hier nicht berücksichtigt, da keine genauen Angaben über die Zahl gelöster Fremdatome vorliegen.

Ausscheidungen sind für einen global wirksamen Effekt zu selten (vgl. Kap. 1.4.2, elektronenmikroskopische Aufnahmen unbestrahlten Materials; Ausscheidungen wurden nur ganz vereinzelt festgestellt.)

Loops stellen die wichtigste Senkenart dar, sie entstehen im Lauf der Bestrahlung in großer Zahl.

Poren haben einen geringeren Einfluß, da sie später gebildet werden und weniger dicht auftreten.

Aus den obigen Bemerkungen geht hervor, daß für die Anfangsphase der Bestrahlung praktisch keine Senken existieren; jedoch werden mit zunehmender Bestrahlungsdosis Loops, d. h. Versetzungsringe produziert. Deren Senkenstärke errechnet sich nach <BRA-78> zu:

$$k_{vL}^2 = Z_v * 2 * \pi * N_{vL} * r_v \quad (7.6a)$$

$$k_{iL}^2 = Z_i * 2 * \pi * N_{iL} * r_i \quad (7.6b)$$

Die der Versetzungsnetzwerke entsprechend aus

$$k_{vN}^2 = Z_v * \rho_N \quad (7.6c)$$

$$k_{iN}^2 = Z_i * \rho_N \quad (7.6d)$$

Dabei ist $Z = 1 \pm 0,05$ Einfangsstärke der Loops für Leerstellen bzw. Zwischengitteratome, $N_{v,iL}$ die Loopedichte, ρ_N die Dichte der Versetzungsnetzwerke und $r_{v,i}$ der Loopradius. Mit den Zahlenwerten von $N = 10^{22}$ bis 10^{23} 1/m^3 (geschätzt, da Besetzung zu dicht zum Abzählen, vgl. Kap. 6.2.2, Kap. 7.2.1 und <KAT-88>) und einem Loopradius von 10 bis 30 nm (vgl. Kap. 6.2.2) ergibt sich eine Senkenstärke von $1 * 10^{14} \text{ 1/m}^2$ verursacht durch Loops. Die Senkenstärke der Versetzungsnetzwerke, soweit diese auftreten, kann hiervon

nicht differenziert werden, da bei dichter Besetzung mit Loops oder Versetzungen eine Unterscheidung nicht mehr möglich ist.

Da Versetzungen (und damit auch Loops, die im Prinzip auch Versetzungen sind - vgl. Kap. 5 -) bevorzugt Zwischengitteratome absorbieren (Dies wird durch den sogenannten "Bias - Faktor" $B = Z_i - Z_v$ beschrieben. Werte von B liegen zwischen 0,01 und 0,05), hat der dadurch verursachte Leerstellenüberschuß eine besondere Bedeutung für die Bildung von Poren bzw. Bläschen.

α ist der Rekombinationskoeffizient für die Punktdefekte.

$$= 4 \pi r_0 / \Omega * (D_i + D_v) = 1,45 * 10^{21} \text{ 1/m}^2 * D_v$$

(gerechnet für Al_2O_3 nach <BRA-78>, <EXE-85> mit dem Beweglichkeitsanteil der Diffusionsrate D_v (nach <Lag-89>, s.u.), mit $r_0 = 3/2$ bis 2 a (Gitterabstand) $\cong 12 \text{ \AA}$ und mit $\Omega = 1/N_T$ (Targetdichte) = $1,04 * 10^{-29} \text{ m}^3$.¹)

Wie bereits oben diskutiert, ist für das anfangs senkenfreie Material die Rekombination in Gleichung 7.1 bzw. 7.2 die wichtigste Reaktion zur Ausheilung von Leerstellen und Zwischengitteratomen. Eine Besonderheit tritt für das hier betrachtete Al_2O_3 dadurch ein, daß die Beweglichkeit von Leerstellen sehr viel größer als von Zwischengitteratomen ist, d. h. die Rekombination wird von D_v gesteuert.

7.1.1 Verhalten ohne Bestrahlung

Aus der Ausheilungs-Studie von Lagerlof <LAG-89> kann die Diffusionskonstante für die thermische Volumendiffusion (d. h. die Selbstdiffusion über Leerstellen) für den hier untersuchten Temperaturbereich extrapoliert werden (s. Abb. unten). Dabei ergibt sich für 800°C eine Diffusionskonstante D von maximal $10^{-31} \text{ m}^2/\text{s}$.

Aufgrund thermischer Diffusion können demzufolge bei den hier betrachteten Temperaturen theoretisch keine Diffusionsvorgänge stattfinden.

Diese Ergebnisse deuten darauf hin, daß die Beweglichkeit von Punktdefekten aufgrund der klassischen dynamischen Mechanismen (wie in den Arbeiten von Exel, Leister und Jahnke beschrieben) bei den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Implantationstemperaturen von 200°C bis 800°C sehr gering ist. Die Erklärung der Bildung von größeren Defektagglomeraten

¹ Bei Metallen wird die Rekombination normalerweise unter der Voraussetzung $D_i \gg D_v$, d. h. $E_i^m \ll E_v^m$ allein mit D_i gerechnet. Da hier die Voraussetzungen genau umgekehrt sind, geht in die Formel für α nur D_v ein.

muß daher bei der Verwendung der gebräuchlichen Modelle im wesentlichen von strahlungsbedingten Mechanismen ausgehen.

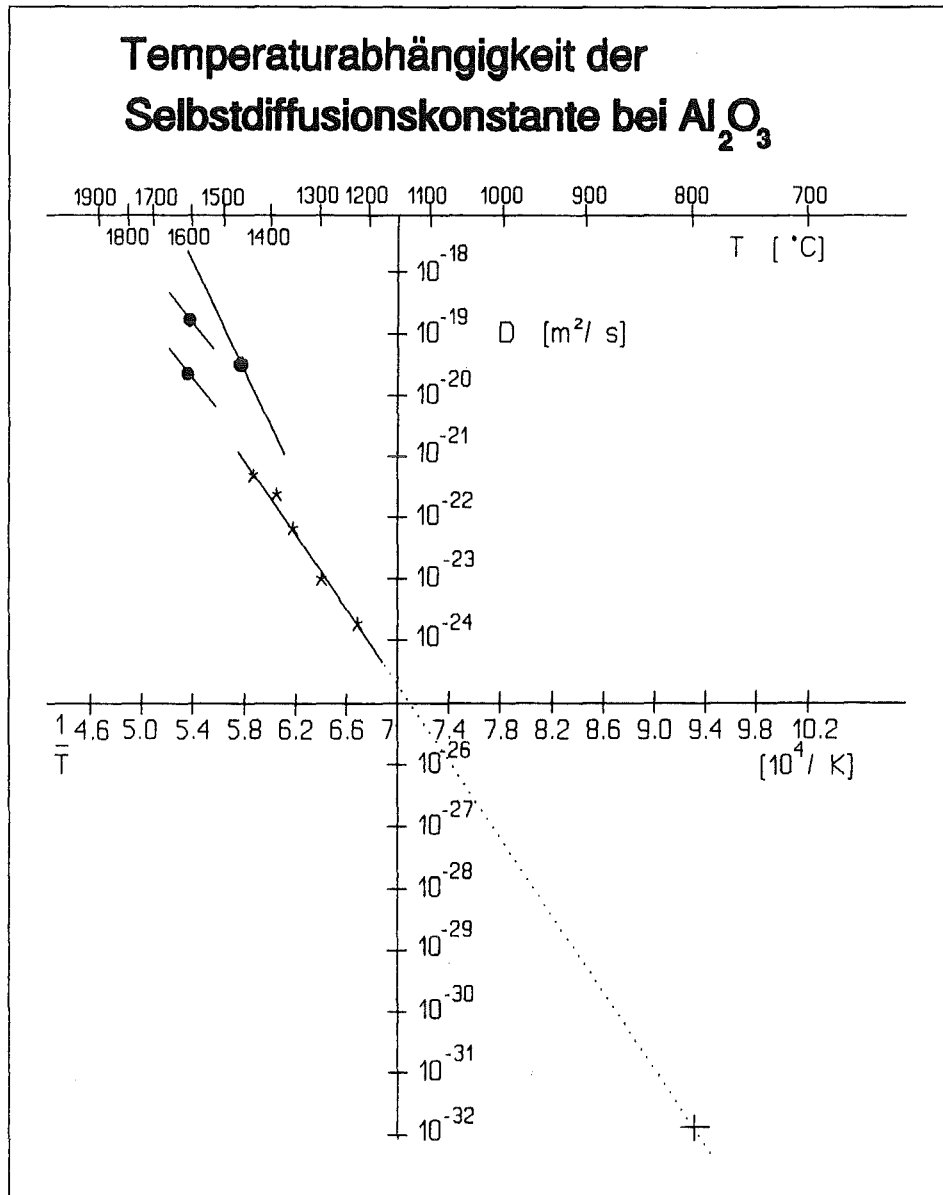


Abb. 7.1 Diffusionskonstante über der Temperatur bei Al_2O_3 (nach <LAG-89>). Die mit * bezeichneten Werte wurden durch Loop-Ausheil-Untersuchungen bestimmt, die o bezeichnen den Bereich von durch Tracer-Versuche ermittelten Daten. Die gestrichelte Linie zeigt die Extrapolation zu tieferen Temperaturen. Das untere Ende dieser Extrapolation muß angesichts des weiten Abstands zu den Stützstellen mit großer Vorsicht betrachtet werden (s. u.).

7.1.2 Verhalten unter Bestrahlung

Zur theoretischen Überprüfung des Diffusionsverhaltens unter Bestrahlung wurden drei einfache Modelle gerechnet. Zusätzlich wurden die Eingangsparameter (insbesondere die Aktivierungsenergien für Bildung und Bewegung von Defekten) variiert, da diese Werte bisher noch relativ unsicher und bei einzelnen Autoren unterschiedlich sind. Diese Modelle dienen allein zur abschätzenden Überprüfung der in den experimentellen Untersuchungen ermittelten Ergebnisse. Dabei werden auch die Modelle selbst auf ihre Anwendbarkeit geprüft; in einzelnen Fällen ergibt das Einsetzen der Parameter physikalisch unsinnige Werte; dies zeigt die Begrenzung des jeweiligen Modells auf bestimmte Materialvoraussetzungen bzw. Temperaturbereiche.

Rechnung von drei Modellen mit den Parametern von Dienes und Lagerlof

Da die ursprünglichen Ratengleichungen nicht geschlossen lösbar sind, sind, dem Vorschlag von Krishan <KRI-80> folgend, drei vereinfachte Ansätze gerechnet worden, um deren Ergebnisse zu vergleichen. Dabei werden jeweils einzelne Teile der Originalgleichungen weggelassen, bzw. durch vereinfachende Annahmen geschlossen lösbar gemacht. Die Diffusion durch äußere Oberflächen kann überall weggelassen werden, da bei der Tiefenlage der Defekte die mittleren Diffusionswege wesentlich kleiner als der Abstand zu einer Oberfläche sind.

Berechnung der thermischen Diffusionskonstanten und Defektkonzentrationen

Aus den nach Gl. (7.3) - 7.5) berechneten Beweglichkeitsanteilen D_V und D_i der jeweiligen Diffusionsraten läßt sich die Selbstdiffusion $D_S = D_V$ (thermisch) + D_i (thermisch) ableiten:

$$D_V \text{ (thermisch)} = D_V * c_V \quad (7.7a)$$

$$D_i \text{ (thermisch)} = D_i * c_i \quad (7.7b)$$

Da infolge der viel höheren Bildungsenergie der Zwischengitteratome die Konzentrationen c_i wesentlich kleiner als die c_V sind, wird für die Selbstdiffusion nur D_V wirksam, also $D_S = D_V$ (thermisch).

Für diese ersten Modellrechnungen wurden nach Lagerlof die S / k_B - Terme mit 7 abgeschätzt; die Aktivierungsenergie zur Leerstellenbildung E_V^f ist nach <DIE-75> 3,5 eV für die O_2^- -Leerstelle (E_i^f 10,2 eV) ; E_V^m ist 2,5 eV und E_i^m etwa 4,2 eV .

Mit diesen Zahlenwerten ergibt sich die folgende Tabelle:

T [°C]	c_V (th)	D_V (th) [m ² /s]
200	$6,0 \cdot 10^{-35}$	$6.1 \cdot 10^{-65}$
800	$4,1 \cdot 10^{-14}$	$3.2 \cdot 10^{-29}$
900	$1,0 \cdot 10^{-12}$	$8.0 \cdot 10^{-27}$
1000	$1,6 \cdot 10^{-11}$	$8.4 \cdot 10^{-25}$
1100	$1,6 \cdot 10^{-10}$	$4.5 \cdot 10^{-23}$
1200	$1,2 \cdot 10^{-9}$	$1.4 \cdot 10^{-22}$
1300	$6,9 \cdot 10^{-9}$	$2.8 \cdot 10^{-20}$
1400	$3,2 \cdot 10^{-8}$	$4.0 \cdot 10^{-19}$

Tabelle 7.1 Leerstellenkonzentration und thermische Diffusionskonstante ohne Bestrahlung

7.1.3 Berechnung von Defektkonzentrationen und Diffusionskonstanten unter Bestrahlung

Das folgende erste Modell entspricht einer Rechnung nur mit der Produktion von Defekten und deren Rekombination. Dies entspricht den Verhältnissen in der Startphase der Implantationsbestrahlung. Umgekehrt ausgedrückt bedeutet dies:

- keine Diffusionsverluste an äußeren Oberflächen, d.h. $\nabla (D_{V,j} * \nabla c_{V,j}) = 0$
- keine inneren Senken, d.h. $k_{V,j}^2 * D_{V,j} * c_{V,j} = 0$

Die so vereinfachten Ratengleichungen lauten:

$$\frac{\delta c_V}{\delta t} = K_V - \alpha * c_V * c_i \quad (7.8)$$

$$\frac{\delta c_i}{\delta t} = K_i - \alpha * c_V * c_i \quad (7.9)$$

Da bei der Annahme von Frenkelpaaren als dem wesentlichen Produktionsmechanismus für Defekte die Produktionsraten K_V und K_i gleich sind, folgt für den Zustand des dynamischen Gleichgewichts hieraus sofort:

$$c^*_V = c^*_i = (K / \alpha)^{1/2} \quad (7.10)$$

(mit * sind in der Folge die Werte unter Bestrahlung bezeichnet.)

Einsetzen der Parameter ergibt:

$$\begin{aligned} c^* &= c^*_V = c^*_i = (K * \Omega / (4 \pi r_0) / D_V)^{1/2} \\ &= (4,28 * 10^{-24} / D_V)^{1/2} \end{aligned}$$

Einsetzen der D_V - Werte nach der Rechnung mit den Parametern nach Dienes und Lagerlof ergibt die folgenden Werte für $c^* = c^*_V = c^*_i$ und $D^* = D_V * c^*$:

Es wird hier die Diffusion über den Leerstellenmechanismus gerechnet, da dies der geschwindigkeitsbestimmende Prozess ist.

Bestrahlungstemperatur [°C]	c^*	D^* [m ² /s]
200	$2,1 * 10^{+3}$	$2,1 * 10^{-27}$
800	$7,5 * 10^{-5}$	$5,7 * 10^{-20}$
900	$2,4 * 10^{-5}$	$1,8 * 10^{-19}$
1000	$8,9 * 10^{-6}$	$4,8 * 10^{-19}$
1100	$3,9 * 10^{-6}$	$1,1 * 10^{-18}$
1200	$1,9 * 10^{-6}$	$2,2 * 10^{-18}$
1300	$1,0 * 10^{-6}$	$4,2 * 10^{-18}$
1400	$5,9 * 10^{-7}$	$7,3 * 10^{-18}$

Tabelle 7.2 Leerstellenkonzentration und Diffusionskonstante nach Modell "1"

Der bei 200°C auftretende Wert für c^* größer als 1 und die extrem niedrigen Diffusionskonstanten zeigen die Grenzen der Anwendbarkeit dieses Modells auf den betrachteten Werkstoff. Dies ist ein Hinweis darauf, daß die verwendeten Eingangsdaten, insbesondere die verwendeten Aktivierungsenergien für die Defektbildung E^f_V bei diesen niedrigen Temperaturen nicht korrekt sind. Es wird daher später ein Modell mit niedrigerer Aktivierungsenergie gerechnet, wie sie auch experimentellen Ergebnissen nach <DIE-75> entspricht.

Im Gegensatz zu diesem Modell ist das nächste ohne Rekombination, dafür aber mit einem Verlustterm für Diffusionsverluste an inneren Senken gerechnet. Das heißt für die Behandlung der Diffusionsgleichungen, daß

- keine Diffusionsverluste an äußeren Oberflächen, d.h. $\nabla (D_V * \nabla c_V) = 0$ und
- keine Rekombination, d.h. $\alpha * c_V * c_i = 0$ stattfinden
- und die Verlustterme k^2_V und $k^2_i \neq 0$ sind.

Die so vereinfachten Ratengleichungen lauten:

$$\frac{\delta c_V}{\delta t} = K_V - k^2_V * D_V * c_V \quad (7.11)$$

$$\frac{\delta c_i}{\delta t} = K_i - k^2_i * D_i * c_i \quad (7.12)$$

Im dynamischen Gleichgewicht folgt hieraus bei gleichen Defektproduktionsraten $K_V = K_i$

$$c^*_V = K_V / (k^2_V * D_V) \quad \text{und} \quad c^*_i = K_i / (k^2_i * D_i)$$

wobei die D_V, D_i die Beweglichkeitsanteile der thermischen Diffusionskonstanten (s. o.) sind.

Für die Diffusionswerte von Leerstellen und Zwischengitteratomen ergibt sich damit bei Einsetzen der Zahlenwerte die folgende Tabelle: (Die immer konstanten Werte für die D^* resultieren dabei aus der Rechnung $D^* = D * c^*$, mit der sich die wechselnden D - Werte über und unter dem Bruchstrich immer herauskürzen.)

$T_{\text{Bestr.}} [^{\circ}\text{C}]$	c^*_V	c^*_i	$D^*_V [m^2/s]$	$D^*_i [m^2/s]$
200	$6,1 * 10^{13}$	$7.7 * 10^{31}$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
800	$8,1 * 10^{-2}$	$7.7 * 10^6$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
900	$8,1 * 10^{-3}$	$1.6 * 10^5$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
1000	$1,2 * 10^{-3}$	$6.1 * 10^3$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
1100	$2,2 * 10^{-4}$	$3.8 * 10^2$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
1200	$5,3 * 10^{-5}$	$3.4 * 10^1$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
1300	$1,5 * 10^{-5}$	$4.2 * 10^0$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$
1400	$5,0 * 10^{-6}$	$6.5 * 10^{-1}$	$6.2 * 10^{-16}$	$6.2 * 10^{-16}$

Tabelle 7.3 Leerstellenkonzentration und Diffusionskonstante nach Modell "2"

In noch höherem Maße als im ersten Modell ist auch dieses bei Betrachtung der C^* - Werte nicht mit diesen Ausgangsparametern anwendbar. Die Berechnung ohne Rekombination führt infolge der extrem hohen Aktivierungsenergien der Beweglichkeit von Zwischengitteratomen zu extremen Werten für deren Konzentration, da der Abfluß an innere Senken nur sehr langsam erfolgen kann. Dieses Verhalten entspricht den Erwartungen, da die Rekombinationsradien wesentlich kleiner als die Weglängen zwischen den Senken sind. Dementsprechend ist der Beitrag der Senken zum folgenden Modell auch gering.

Das dritte Modell ist aus den vorhergehenden kombiniert, d.h. es enthält Produktion von Defekten, deren Rekombination und Diffusionsverluste an Senken, geht aber von drei vereinfachenden Voraussetzungen aus, nämlich:

- keine Diffusionsverluste an äußeren Oberflächen, d.h. $\nabla (D_V * \nabla c_V) = 0$
- gleiche Senkenstärken für Leerstellen und Zwischengitteratome (s. o. , da nur Loops und Poren als Senken) d.h. $k_i^2 = k_V^2 = 1 * 10^{18} \text{ 1/m}^2$ berechnet entsprechend Gl. (7.6)
- gleiche Beweglichkeitsanteile der Diffusionsraten $D = D_V$
(nach dem Modell von Krishan <KRI-80>)

Die so vereinfachten Ratengleichungen lauten:

$$\frac{\delta c_V}{\delta t} = K_V - k_V^2 * D * c_V - \alpha * c_V * c_i \quad (7.13)$$

$$\frac{\delta c_i}{\delta t} = K_i - k_i^2 * D * c_i - \alpha * c_V * c_i \quad (7.14)$$

Hieraus folgt im dynamischen Gleichgewicht und bei - wie bei allen Modellen - gleichen Produktionsraten für Leerstellen und Zwischengitteratome sofort: $c_V = c_i = c$

$$\text{Mit } \beta = k^2 * D \text{ folgt daraus } -\alpha * c^2 - \beta * c + K = 0 \quad (7.15)$$

Von der folgenden Auflösung ist nur die positive Wurzel physikalisch sinnvoll:

$$c^* = -1/2 * \beta / \alpha \pm 1/2 * ((\beta / \alpha)^2 + 4 K / \alpha)^{1/2} \quad (7.16)$$

Einsetzen der Zahlenwerte ergibt die folgende Tabelle 7.4 :

Bestrahlungstemperatur [°C]	c*	D* [m ² /s]
200	2,1 * 10 ³	2.1 * 10 ⁻²⁷
800	7,5 * 10 ⁻⁵	5.7 * 10 ⁻¹⁸
900	2,4 * 10 ⁻⁵	1.8 * 10 ⁻¹⁷
1000	9,0 * 10 ⁻⁶	4.8 * 10 ⁻¹⁷
1100	3,9 * 10 ⁻⁶	1.1 * 10 ⁻¹⁶
1200	1,9 * 10 ⁻⁶	2.3 * 10 ⁻¹⁶
1300	1,1 * 10 ⁻⁶	4.3 * 10 ⁻¹⁶
1400	6,2 * 10 ⁻⁷	7.7 * 10 ⁻¹⁶

Tabelle 7.4 Leerstellenkonzentration und Diffusionskonstante nach Modell "3"

Offensichtlich trifft keines dieser Modelle für Aluminiumoxid bei den hier untersuchten Temperaturen in der Form zu, da Werte von c_V größer als Eins physikalisch unsinnig sind. Es muß daraus geschlossen werden, daß eine Extrapolation von bei hohen Temperaturen ($T > T_S/2$) gewonnenen Daten auf die hier betrachteten Temperaturen nicht ohne weiteres zulässig ist. Offenbar ist die Aktivierungsenergie der Defektbewegung E_V^m nicht einfach konstant über der Temperatur. Möglicherweise treten im komplizierten Gitter der Keramiken bei steigender Temperatur verschiedene Bewegungsmechanismen auf. Es wird daher im folgenden bei dem aufwendigsten und erfolgversprechendsten Modell dieser Eingangsparameter, der auch in der Literatur je nach Autor und untersuchtem Temperaturbereich verschieden angegeben wird, entsprechend variiert.

Rechnung des Modells "3" mit den Parametern für den schnellsten Defekt nach Dienes (Parameter bei niedrigen Temperaturen)

Nach <DIE-75> ist auf der Basis experimenteller Ergebnisse eine Aktivierungsenergie für die Bewegung des am schnellsten beweglichen Defekts (d.i. die O²⁻-Leerstelle) von 1.2 bzw. 3.4 eV im Bereich niedriger Temperaturen (400° - 1400° C) vorgeschlagen worden. In der folgenden Gleichung wird dementsprechend $E_V^m = 1.6$ eV statt den bisherigen 2.5 eV gesetzt:

$$D_V = z / 6 * a^2_0 * \nu_D * \exp(S_V^m / k_B) * \exp(-E_V^m / k_B * T) \quad (7.4)$$

Setzt man die mit dem aus den obigen Angaben gemittelten niedrigeren Wert $E_V^m = 1.6$ eV errechneten Diffusionswerte in Gleichung (7.16) ein (s. dazu auch Kap. 7.1.4), so erhält man die folgenden, erstmals realistisch erscheinenden Werte für die Diffusion unter Bestrahlung (Tabelle 7.5):

Bestrahlungstemperatur [°C]	c^*	D^* [m ² /s]
200	$3,3 \cdot 10^{-2}$	$1,3 \cdot 10^{-22}$
800	$6,1 \cdot 10^{-7}$	$7,9 \cdot 10^{-18}$
900	$3,1 \cdot 10^{-7}$	$1,8 \cdot 10^{-17}$
1000	$1,9 \cdot 10^{-7}$	$3,6 \cdot 10^{-17}$
1100	$1,3 \cdot 10^{-7}$	$7,2 \cdot 10^{-17}$
1200	$9,9 \cdot 10^{-8}$	$1,4 \cdot 10^{-16}$
1300	$8,5 \cdot 10^{-8}$	$2,7 \cdot 10^{-16}$
1400	$7,8 \cdot 10^{-8}$	$4,9 \cdot 10^{-16}$

Tabelle 7.5 Leerstellenkonzentration und Diffusionskonstante nach Modell "3b"

Die folgenden Abbildungen zeigen den Verlauf der c_v -Kurven und der D_v -Kurven für die Rechnung ohne Bestrahlung ("thermisch") und das modifizierte Modell 3 ("Modell 3b") im Übergangsbereich zwischen 700 und 1400°C.

Leerstellenkonzentration / Temperatur

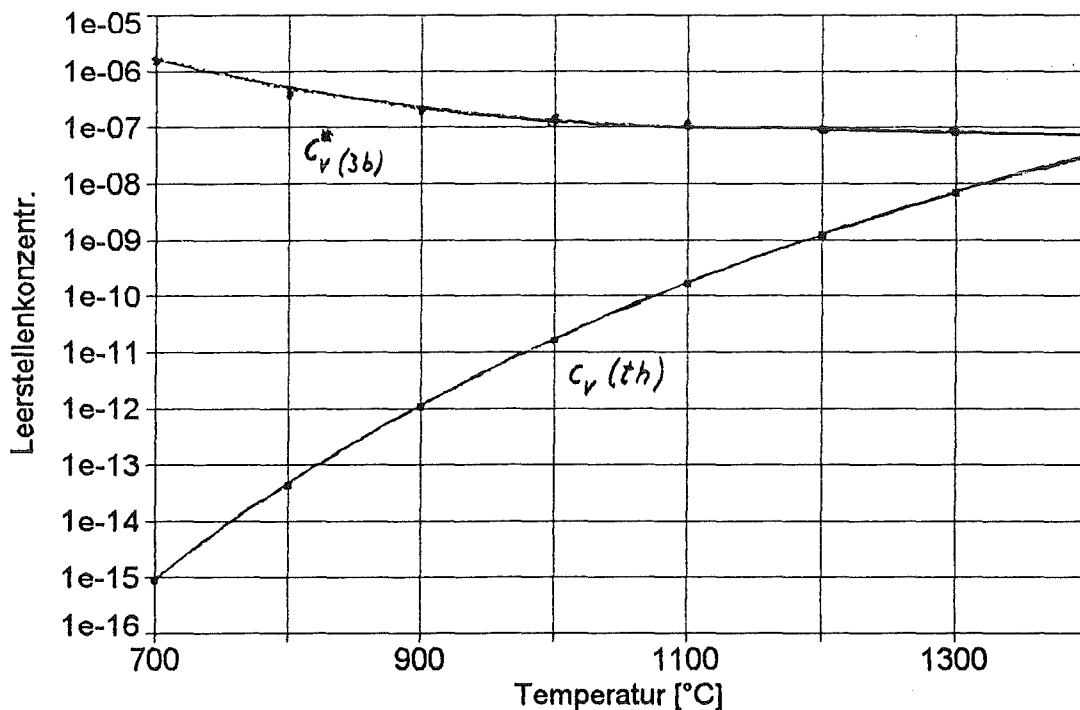


Abb. 7.2 Vergleich der Leerstellenkonzentration über der Temperatur

$c_{v,th}$ ist die thermische Leerstellenkonzentration nach Tabelle 7.1

$c_v^*(3b)$ ist die Leerstellenkonzentration unter Bestrahlung nach Tabelle 7.5

Diese letztere Kurve zeigt im dargestellten Bereich den Übergang von der Dominanz der thermischen Leerstellen (bei hohen Temperaturen) zur Dominanz der strahlungsbedingten Leerstellen (bei tiefen Temperaturen).

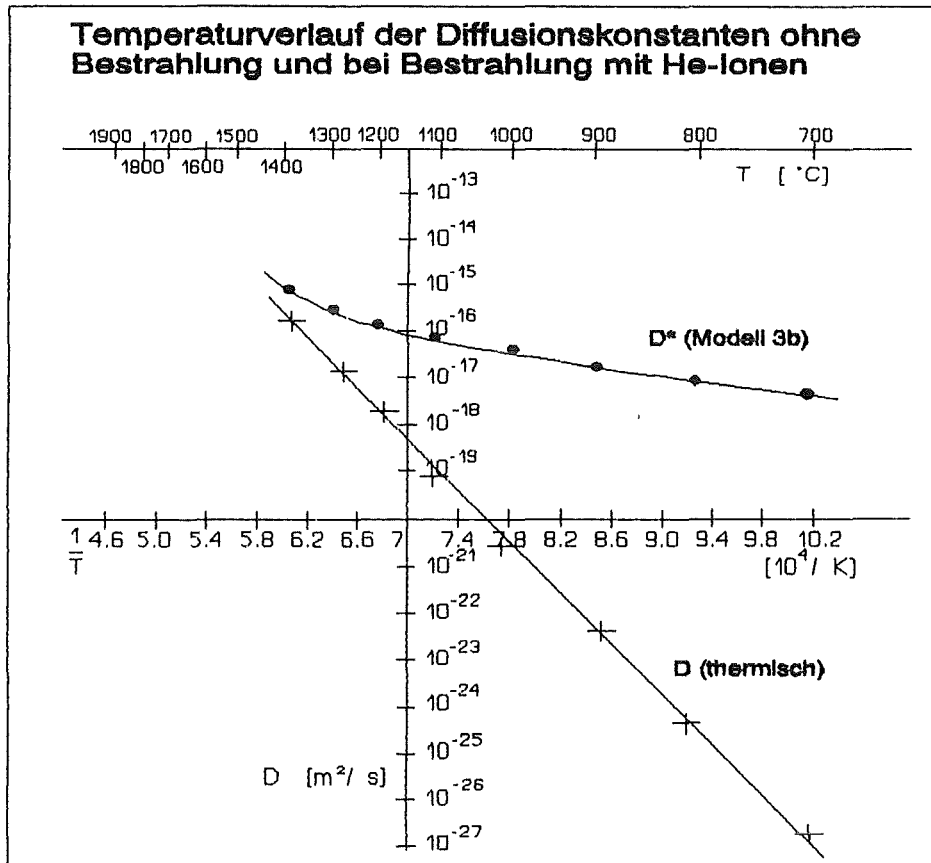


Abb. 7.3 Vergleich der Diffusionskonstanten über der Temperatur

$D(\text{thermisch})$ nach den Werten von Tabelle 7.1

$D^*(\text{Modell 3b})$ entsprechend Tabelle 7.5

Der in der oberen Kurve gezeigte Verlauf der Diffusionskonstante unter Bestrahlung weist sowohl höhere Werte als auch infolge der bei niedrigen Temperaturen wieder ansteigenden c_v^* -Kurve einen flacheren Abfall zu tiefen Temperaturen auf.

Dieser flache Verlauf erklärt die geringe Temperaturabhängigkeit der Bestrahlungseffekte im Bereich zwischen 200°C und 800°C, die in den Experimenten dieser Arbeit beobachtet wurde

7.1.4 Vergleich mit den experimentellen Ergebnissen

Betrachtet man die elektronenmikroskopischen Bilder von Defektansammlungen, so kann man erkennen, daß die Abstände zwischen einzelnen Defekten bei dichten Agglomeraten kleiner als 10 nm sind.

Dies ergibt für die Wanderung eines Defekts die Distanz von maximal 5 nm, die dieser während der Bestrahlungszeit von etwa $t = 1000$ Sekunden zurücklegen muß, falls die beobachteten Defekte auf Wanderungen zurückgehen.

Aus den Diffusionsdaten nach Modell 3b ergibt sich nach der Formel

$$\bar{x} = (D * t)^{1/2} \quad (7.17)$$

für 800 °C ein größtmöglicher mittlerer Weg von etwa 90 nm.

für 200 °C ein größtmöglicher mittlerer Weg von etwa 0,4 nm.

Das entspricht etwa der Größenordnung der beobachteten Defektabstände. Insbesondere bei 800 °C ist somit eine Defektagglomeration erklärbar. Der relativ geringe Unterschied trotz der großen Temperaturdifferenz entspricht dem flachen Verlauf der Diffusionskonstante in Abb. 7.3 und der geringen beobachteten Temperaturabhängigkeit der Bestrahlungseffekte.

Bei niedrigeren Bestrahlungstemperaturen, insbesondere bei 200 °C, ist dieser Vergleich nur noch begrenzt brauchbar. Es muß geschlossen werden, daß bei derart tiefen Temperaturen ($T_S / 10$!) die verwendeten Modelle eine nur annähernd zufriedenstellende theoretische Beschreibung der Diffusionsvorgänge in den hier betrachteten Materialien bieten.

Die Diffusionskonstanten keramischer Materialien bei Temperaturen unter 1000 °C sind sehr niedrig. Dies ist eine Folge der sehr hohen Aktivierungsenergien für die Beweglichkeit von Defekten. Bei niedrigen Temperaturen muß von einer Rechnung mit niedrigeren Aktivierungsenergien ausgegangen werden; dieser Ansatz bietet die einzige annähernd zufriedenstellende Modellkonstruktion für das Verhalten bei 200 °C. Aus dem Vergleich dieser Modellkonstruktion mit den experimentellen Ergebnissen kann umgekehrt geschlossen werden, daß die verwendeten Parameter annähernd richtig sind.

Diese kurze Betrachtung der Diffusionsvorgänge in Aluminiumoxid gibt einen deutlichen Hinweis darauf, daß für derartige Materialien die herkömmliche Modellrechnung nicht ausreicht. Die außerordentlich komplexen Vorgänge in der im Prinzip aus zwei ineinander liegenden Einzelgittern bestehenden Kristallstruktur lassen keine zuverlässige Beschreibung mit Hilfe einer mittleren Diffusionskonstante im gesamten Temperaturbereich zu. (Vgl. <BUC-86>, <ZIN-92d>, die betonen, daß die "Feinheiten der Aggregation von Punktdefekten in diesen

komplizierten Kristallstrukturen" bisher noch nicht berechenbar sind.) Eine mögliche Erklärung für das beobachtete Verhalten könnte im Zusammenwirken von Defekt- und Heliumdiffusion liegen (s.u.). Hierin liegt auch ein interessanter Ansatzpunkt für weitere Untersuchungen.

Für die anderen hier untersuchten Materialien liegen in der Literatur nicht so viele Daten vor. Die vorhandenen Daten erlauben aber doch einige Rückschlüsse auf das Verhalten im Vergleich zu Aluminiumoxid.

Für MgAl_2O_4 geben Coghlan und Clinard <COG-86> die folgenden Aktivierungsenergien für die Diffusion an:

4.6 eV für die Sauerstoffionen und 1.6 eV bis 2.8 eV für die Kationen.

Eine Rechnung mit der niedrigsten Aktivierungsenergie entsprechend dem obigen Vorgehen kommt hier also zu vergleichbaren Diffusionswerten.

In diesem Zusammenhang ist auch die Arbeit von Oishi und Ando <OIS-75> sehr interessant, die bei Spinell mit niedrigeren Temperaturen (<1200°C) ein Abflachen der Kurve der Diffusionskonstanten über der Temperatur festgestellt haben. Dies rechtfertigt auch die im obigen Kapitel getroffene Annahme von mit niedrigeren Temperaturen sinkender Aktivierungsenergien.

Für α - SiC geben Hong u.a. <HON-79a> dagegen Aktivierungsenergien von 7.2 eV bis 8.2 eV an. Da diese jedoch auf Tracer-Messungen bei über 1900° C beruhen, sind sie - entsprechend dem Verhalten der oben betrachteten Werkstoffe - wahrscheinlich für den Temperaturbereich von 200° bis 800° viel zu hoch.

7.1.5 Bildung und Verteilung von Heliumblasen

Die Mechanismen des Verhaltens von in Festkörpern eingelagerten Gasatomen, insbesondere bei relativ niedrigen Temperaturen, sind - auch aufgrund einer sehr spärlichen Datenbasis - bisher noch nicht eindeutig geklärt <SIN-92>.

Publikationen zum Verhalten in Metallen zeigen jedoch, daß es für verschiedene Temperaturbereiche deutlich unterschiedliche Aktivierungsenergien für die Heliumwanderung gibt. Im Bereich niedriger Temperaturen (kleiner als ein Drittel bis die Hälfte der Schmelzpunkttemperatur) ist die Aktivierungsenergie der Bewegung deutlich niedriger als bei höheren Temperaturen <SIN-92>. Dieses Verhalten entspricht dem oben geschilderten Verhalten des Modells für die Defektbeweglichkeit.

In diesem Bereich, der auch den hier untersuchten Temperaturbereich einschließt, wird die Heliumwanderung durch Diffusionsmechanismen kontrolliert, andere Mechanismen wie Dissoziation, thermische Lösung oder Ostwald-Reifung kommen bei den hier betrachteten niedrigen Temperaturen nicht in Frage.

Die "athermischen" Möglichkeiten der Heliumwanderung und des Anwachsens von Blasen sind in den zwei folgenden Abbildungen dargestellt.

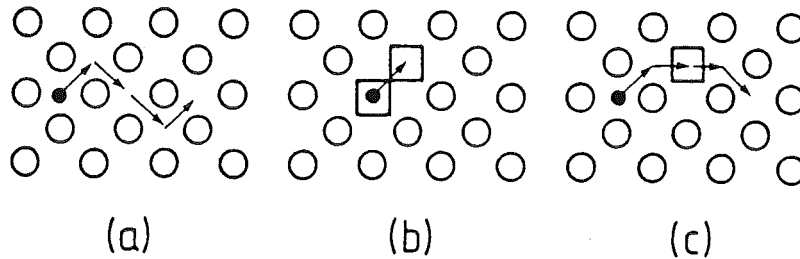


Abb. 7.4 Drei mögliche Mechanismen der Heliumdiffusion durch ein Kristallgitter:
 (a) interstitielle Wanderung, (b) Leerstellenmechanismus, (c) behinderte interstitielle Wanderung (aus <ULL-83>)

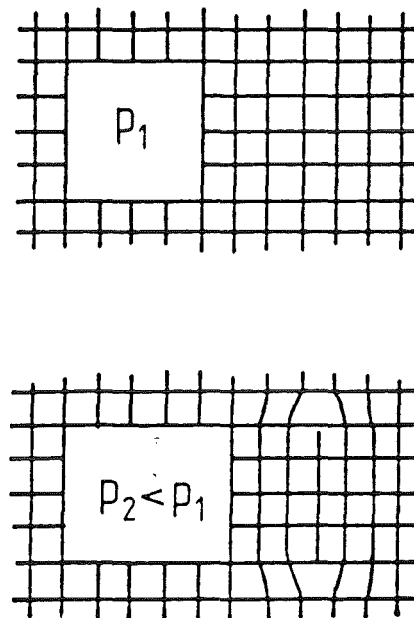


Abb. 7.5 Athermische Entspannung sehr hoher Heliumdrücke in kleinen Blasen durch das Herausdrücken von Versetzungs-Loops

Diese athermischen Prozesse, die bei niedrigen Temperaturen und insbesondere bei hoher Helium-Einbringung in das Strukturmaterial ablaufen können sind also für Einzelatome die spontane Bildung von Frenkelpaaren ("metal self interstitial emission" <TRI-83>), die Leerstellen zur Aufnahme von Heliumatomen schafft und deren Wanderung beeinflusst (dieser Prozeß läuft hier in Konkurrenz zu der gleichzeitigen Frenkelpaarbildung infolge der Bestrahlung; alle derartigen Gitterschäden haben naturgemäß einen ganz wesentlichen Einfluß auf das Wanderungsverhalten der eingelagerten Gasatome <SIN-83>) und für existierende und wachsende Blasen unter hohem Druck das "dislocation loop punching" bei dem der Druck in einer Blase entspannt wird (Abb. 7.5), indem ein ganzer Gitterbereich zu einem Zwischengitteratom-Loop weggeschoben wird. (Derartige Loops dicht bei Blasen sind von einzelnen Autoren auch in keramischen Materialien beobachtet worden; bei der Art der hier durchgeführten Bestrahlungen sind sie ebenfalls vorhanden, aber nicht zweifelfrei zu identifizieren, da nicht von bereits vorher existierenden bestrahlungsinduzierten Loops zu unterscheiden.)

Die Theorie des Verhaltens der so entstandenen Helium-Blasen hängt neben den Einflüssen der Matrixstruktur und deren Störungen auch von den bei der Betrachtung verwendeten Gasgesetzen ab (ideales Gas, Van der Waals Gas, modifiziertes Van der Waals Gas) deren Gültigkeit allerdings unter den herrschenden Bedingungen, vor allem dem extremen Druck, der bei hohem Heliumfluß und niedrigen Temperaturen herrscht, sehr eingeschränkt ist.

Eine auch nur abschätzende Berechnung dieser Vorgänge ist infolge dieser bisher noch nicht greifbaren Parameter und unsicheren Verfahren nicht sinnvoll; umgekehrt zeigt eine Betrachtung der Blasenabstände bei den höchsten Implantationen, das bei den so erzielten Heliummengen und -drücken die Diffusionsparameter etwa in der Größenordnung derjenigen für die oben durchgeführte Abschätzung der Defekt-Diffusion liegen müssen.

7.2 Strukturveränderungen

Die in Kapitel 6 dargestellten Ergebnisse und Meßwerte und die oben errechneten theoretischen Daten auf der Basis einfacher Modelle werden in diesem Kapitel den Ergebnissen anderer Untersuchungen gegenübergestellt. Dabei wird das Auftreten zwei- und dreidimensionaler Gitterstörungen und weiterer bestrahlungsinduzierter Strukturveränderungen mit der nach den theoretischen Überlegungen erwarteten Schädigung verglichen. In diesem Zusammenhang werden auch die möglichen Einflüsse der verschiedenen Präparationsmethoden auf die Handhabung einzelner Proben und die mit solchen Proben möglichen Untersuchungen und deren Ergebnisse diskutiert.

Es besteht dabei ein grundsätzlicher Unterschied zwischen keramischen Materialien aus Kristallen mit ionischer Bindung (hier Al_2O_3 und MgAl_2O_4) und solchen aus Kristallen kovalenter Bindung (hier SiC) in der Rekombination der durch die Bestrahlung erzeugten Frenkel-Paare. Dies hat besondere Bedeutung für das Auftreten von Amorphisation.

Ein weiterer grundsätzlicher Unterschied ist der zwischen Materialien prinzipiell kubischer und hexagonaler Kristallstruktur. Die Bedeutung des Schwellens polykristalliner Werkstoffe wird hiervon sehr beeinflusst.

Gegenüber vergleichbaren Untersuchungen an metallischen Werkstoffen muß - besonders bei der Betrachtung von Diffusionsvorgängen und damit zusammenhängenden Erscheinungen - beachtet werden, daß auch die höchsten im Verlauf dieser Untersuchung erreichten Temperaturen nur im Bereich von einem Drittel bis zur Hälfte der Schmelzpunkttemperatur der untersuchten Materialien liegen und gemessene Diffusionsdaten aus diesen Temperaturbereichen daher - wie bereits dargestellt - nicht bekannt sind.

7.2.1 Versetzungs- und Loopstruktur

Bei allen in dieser Arbeit mit Helium implantierten Proben wurden ab einer jeweils reproduzierbar ermittelten Schädigung Gitterstörungen in Form schwarzer Kontraste (sog. Black Dots) im TEM festgestellt, die schon bei den mittleren Implantationsdosen (10^{20} und 10^{21} Ionen / m^2) in nicht mehr abzählbar dichter Besetzung auftreten. (Das entspricht einer Dichte der Black Dots von mehr als 10^{22} / m^3)

Diese schwarzen Kontraste zeigen bei näherer elektronenmikroskopischer Untersuchung das Verhalten von Loops; bei einem Werkstoff (Al_2O_3) konnten sie nach Habitationsebene und Burgersvektor näher bestimmt werden.

Demnach handelt es sich bei den durch elektronenmikroskopische Kontrastuntersuchungen identifizierbaren Loops um Frank-Loops mit den Burgersvektoren $\mathbf{b} = 1/3 [1 \ -1 \ 0]$ und $\mathbf{b} = 1/3 \langle 0 \ 0 \ 1 \rangle$ in den Habitationsebenen $\{1 \ -1 \ 0\}$, $\{1 \ 1 \ 0\}$ und $(0 \ 0 \ 1)$. Ihr Durchmesser wächst in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis von weniger als 10 nm bis auf 50 nm (bei $3 \cdot 10^{20}$ bis $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2); eine Abhängigkeit von der Temperatur ist nicht festzustellen.

Die Schwelle für das Entstehen dieser Loops liegt bei $1 \cdot 10^{20}$ Ionen / m^2 entsprechend einer Schädigung von 0.2 dpa.

Demgegenüber findet Rehtin <REC-79> bei Implantation von bis zu $1,5 \cdot 10^{20}$ He-Ionen / m^2 4 bis 8 nm große Loops und nach Ausheilen bei bis zu 900°C Defektagglomerate in einer

Dichte von bis zu $10^{23} / \text{m}^3$. Von ihm beobachtete dichte Versetzungsnetzwerke (sic) haben den Burgersvektor $\mathbf{b} = 1/3 \langle 1 \ 1 \ 0 \rangle$ und Habitationsebenen $\{1 \ 1 \ 0\}$.

Dieselben Loops auf der Grundebene aber dazu auf den $\{1 \ -1 \ 0\}$ Ebenen mit den jeweils darauf senkrechten Burgersvektoren werden auch von Stathopoulos und Pells <STA-83> unter 1 MeV Elektronen-Bestrahlung und von Lee u. a. <LEE-84> unter Schwerionen-Bestrahlung beobachtet. Bei $1 * 10^{20}$ He-Ionen / m^2 finden Katano u. a. <KAT-88> eine $3-4 * 10^{22}/\text{m}^3$ dichte Besetzung mit 6-7 nm großen Zwischengitteratomloops, deren Größe mit der Temperatur anwächst. Auch sie identifizieren $\{1 \ -1 \ 0\}$ - Frank-Loops. Die von Zinkle <ZIN-89a> nach Implantation mit Al- und O-Ionen auf 6,9 bzw. $8,3 * 10^{20} / \text{m}^2$ festgestellten Loops der gleichen Orientierungen haben einen Durchmesser von 10 - 20 nm. Dieselben Beobachtungen finden sich auch bei <ABE-89> und <ALL-92>.

Die im Laufe dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse zeigen demnach für Aluminiumoxid eine gute Übereinstimmung sowohl in der Art der beobachteten Defekte als auch in deren Zahl und Größe mit den auf vergleichbare Weise entstandenen Ergebnissen in der Literatur.

Bei der Implantation eines Materials mit Heliumionen laufen gleichzeitig auf demselben Raum zwei Prozesse ab. Zum einen werden laufend Frenkel-Paare, also Paare von je einer Leerstelle und einem Zwischengitteratom erzeugt, zum anderen werden gleichzeitig immer neue Heliumatome in das Material eingelagert.

Eine Erklärung für das vorwiegende Auftreten von Zwischengitteratomloops liegt wohl darin, daß die eingeschossenen Ionen bevorzugt von bestrahlungsinduzierten Leerstellen eingefangen werden, die dann nicht mehr für die Rekombination zur Verfügung stehen. Die dadurch frei zur Verfügung stehenden Zwischengitteratome agglomerieren zu den beobachteten Loops.

In die gleiche Richtung wirkt auch die Tendenz des Heliums bei der Bildung von Blasen Leerstellen aufzunehmen, um einen Gleichgewichtsdruck zu erreichen.

Bei SiC treten ab einer Bestrahlungsdosis von $2 * 10^{20}$ Ionen / m^2 - entsprechend einer Schädigung von 0.5 dpa, bzw einer Implantation von 1,5 At-% Helium - schwarze Kontraste von 10 bis 50 nm Durchmesser mit dem Verhalten von Loops auf. Insbesondere bei den mit $3 * 10^{21}$ Ionen / m^2 implantierten Proben ist eine deutliche Zunahme der Loops im Bereich der stärksten Heliumimplantation (und nicht der stärksten Schädigung) zu erkennen. Dies entspricht dem oben dargestellten Modell der Entstehung von Zwischengitteratomloops.

Die Größe der Loops wächst mit der Dosis und hier auch mit der Temperatur.

Ab $1 * 10^{20}$ He-Ionen / m^2 beobachten Nakata u. a. <NAK-91>, Hojou <HOJ-85> und Bacon <BAC-81> Agglomerate von Punktdefekten, die sie teilweise als Zwischengitteratomloops

identifizieren. Durchmesser sind 6 bis 7 nm bei $1 \cdot 10^{20}$ He-Ionen / m^2 ; ein Anwachsen mit der Temperatur wurde auch von Nakai registriert.

Dies ist in guter Übereinstimmung mit den hier gewonnenen Ergebnissen.

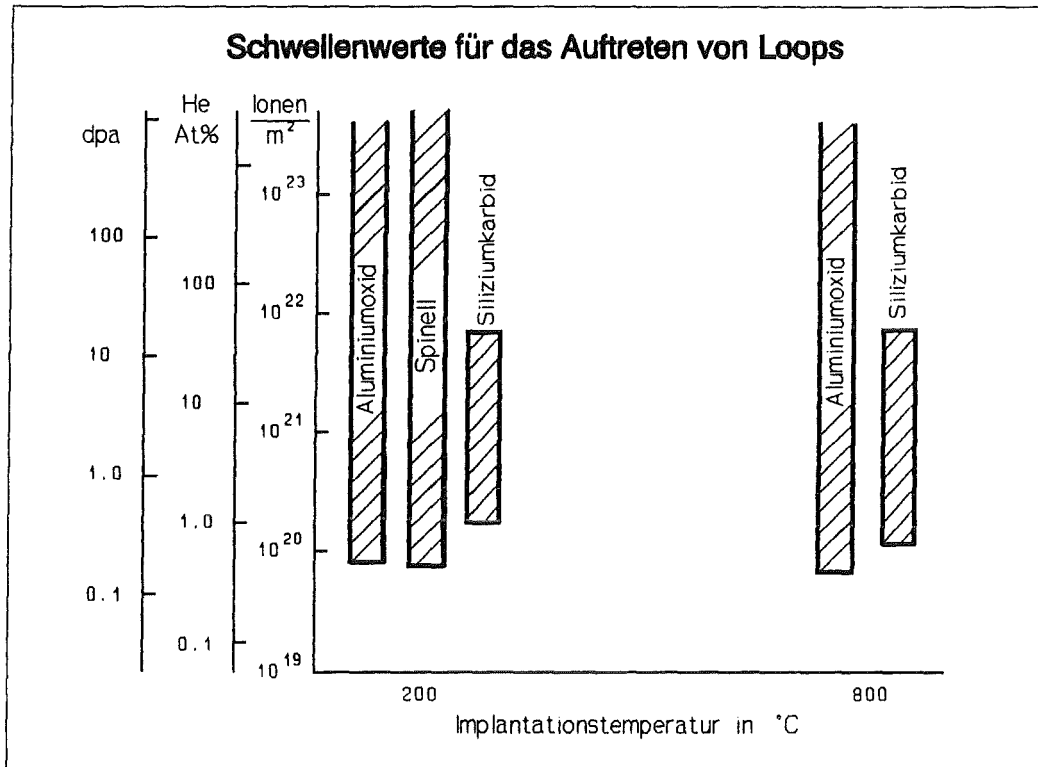


Abb. 7.6 Vergleich der Schwellenwerte für die Loopbildung

Auf der Ordinate sind - von innen nach außen - die Implantationsdosis, die entsprechende maximal implantierte Heliumdosis und die entsprechende maximale Schädigung angegeben. (Die einzelnen Skalen sind natürlich nur in Bezug auf die jeweiligen Maximalwerte in Übereinstimmung, da die Kurven verschieden verlaufen. Die Skala des implantierten Heliums und die der Schädigung in dpa sind für SiC im oberen Bereich ohne Berücksichtigung der Verschiebung durch das Sputtering dargestellt (vgl. Kap. 4). Die Übereinstimmung der Skalen ist nach den Werten für Aluminiumoxid und Spinell ausgerichtet; maßgeblich für die Lage der Balken ist immer die Ionen / m^2 - Skala. Der für SiC eingezeichnete Balken hat wegen des Auftretens von Amorphisation als einziger eine obere Begrenzung.)

Das Verhalten der Spinell (MgAl_2O_4) - Proben ist sicher am widersprüchlichsten. Einerseits zeigen die bei 200°C implantierten Proben bereits ab 0,3 dpa bzw. 0.2 At-% He eine dichte Besetzung von nur 10 bis 15 nm großen Black Dots, also vergleichbare bzw. eher niedrigere Schwellenwerte für die Loopbildung als die beiden anderen untersuchten Materialien. Andererseits war bei den bei 800°C implantierten Proben regelmäßig keine Schädigung feststellbar (vgl Kap. 6.1.3).

Im Vergleich dazu stellen Zinkle <ZIN-89> und Nakai <NAK-92> bei Bestrahlung mit Neutronen bis $9 \cdot 10^{25} \text{ n / m}^2$ und Magnesium-Ionen auf $1,4 \cdot 10^{21} \text{ Ionen / m}^2$ fest, daß nur ein Bruchteil der von ihnen erwarteten Defekte in Form von Loops sichtbar wird. Die von ihnen und weiteren Autoren identifizierten Loops sind vom Zwischengittertyp mit Burgersvektoren $1/6 \langle 1 \ 1 \ 1 \rangle$ und $1/4 \langle 1 \ 1 \ 0 \rangle$ in den $\{1 \ 1 \ 1\}$, $\{1 \ 0 \ 1\}$ und $\{1 \ 1 \ 0\}$ Ebenen.

Buckley <BUC-86> erkennt Spinell als wesentlich widerstandsfähiger gegen konventionelle Gitterstrukturschädigung im Vergleich zu Aluminiumoxid; er findet nach Elektronenbestrahlung auf bis zu 30 dpa bei 800 - 1300 K keine Loops oder Voids.

Nakai erklärt die hervorragende Widerstandskraft gegen Leerstellen-Schwellen unter Neutronenbestrahlung durch die reduzierte Bildung stabiler Zwischengitteratomloops innerhalb der von den eingeschossenen Neutronen ausgelösten Kaskaden. Dies kann bei Helium-Implantation wegen des oben beschriebenen Mechanismus der Leerstellenblockade aber kein Argument sein. Yamada <YAM-92> findet nach Bestrahlung mit Argonionen auf 3 dpa bei 630°C bis zu 15 nm breite defektfreie Zonen neben den Korngrenzen. Dieses Verhalten könnte sich bei 800° noch deutlicher zeigen, steht aber im Widerspruch zu den nach den theoretischen Berechnungen zu erwartenden Wanderungsdistanzen der Defekte. Bei all diesen Untersuchungen fehlt jedoch der oben beschriebene Effekt der bevorzugten Bindung von Leerstellen durch Helium, so daß die jeweiligen Ergebnisse nur bedingt mit den hier erhaltenen vergleichbar sind.

Ganz sicher bilden die Spinelle (MgAl_2O_4 und insbesondere auch ALON, d. i. Aluminiumoxinitrid-Spinell) noch ein Gebiet für weitere Untersuchungen mit präziseren Instrumenten und zusätzlichen Parametervariationen, zumal neben der immer wieder festgestellten Widerstandsfähigkeit gegen Defektbildung auch der Vorteil des kubischen Kristalls beim Schwellen beobachtet wird.

Die folgende Abbildung zeigt zur Verdeutlichung des oben beschriebenen Mechanismus der Begünstigung der Loop-Bildung durch die Heliumimplantation noch einmal beispielhaft die Implantations- und Schädigungskurven in Aluminiumoxid. Darunter ist deren Quotient dargestellt, der einen Eindruck des steilen Ansteigens des Verhältnisses der beiden Effekte ab einer Tiefe von etwa $0,6 \mu\text{m}$ gibt.

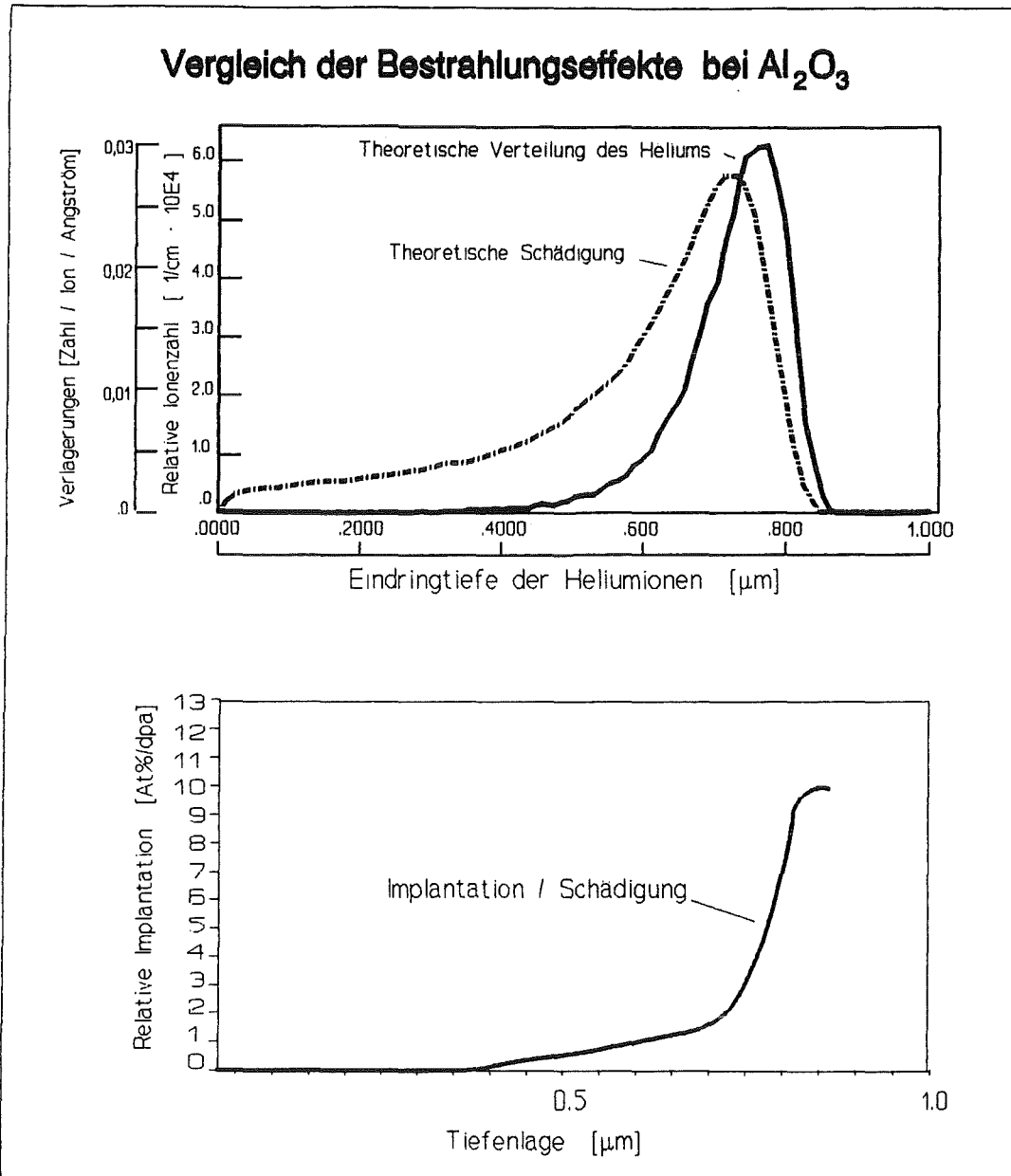


Abb. 7.7 Verlauf der Implantations- und Schädigungsverteilungen in Aluminiumoxid

Die sich aus diesen Kurven ergebende Verteilung der relativen Implantation, ausgedrückt in Helium-Atom% pro dpa¹ ist darunter eingezeichnet. Die Aussagekraft dieser Kurve ist allerdings durch ihren relativen Maßstab eingeschränkt; in der größten Tiefe ist zwar das Verhältnis maximal, die tatsächlichen Effekte allerdings sind, wie in den oberen Kurven dargestellt, fast bei Null.

¹ Der vergleichbare Wert bei Neutronenbestrahlung in einem Kernspaltungsreaktor liegt bei 0.0002 bis 0.02% <PEL-88>, <Sas-91>.

Angaben zur Einlagerung implantierten Heliums in Spinell finden sich bei Allen <ALL-93>. Demnach besetzen einzelne Heliumatome mit 95%er Wahrscheinlichkeit die Oktaeder-Zwischenräume des Spinell-Gitters. Aber auch dieser Mechanismus gibt keine Erklärung für das Verhalten bei den im Verlauf dieser Untersuchungen implantierten großen Heliummengen.

7.2.2 Blasen und Schwellverhalten

Die bei allen untersuchten Materialien festgestellten Hohlräume lassen sich aufgrund ihrer Lage im Material, nämlich im Bereich höchster Heliumimplantation, als Heliumblasen einordnen¹. Ab einer von Werkstoff zu Werkstoff unterschiedlichen Schwellendosis kann das eingebrachte Helium nicht mehr von bestrahlungsbedingten Leerstellen und den im jeweiligen Kristall bevorzugt besetzten Zwischengitterpositionen eingefangen werden und agglomeriert zu kleinen, diese dann bei zunehmender Implantation zu größeren Blasen.

Für die Diffusion von Helium in Aluminiumoxid und in Siliziumkarbid gibt es in der Literatur (<PEL-88> , <JUN-92>) Zahlenwerte für die Aktivierungsenergie der Wanderung. Diese liegen mit minimal etwa 1,1 eV (für Temperaturen über 800K) im gleichen Bereich wie die oben (Kap. 7.1) zugrundegelegten Wanderungsenergien für Gitterdefekte. Der zwischen einzelnen Blasen beobachtete Abstand liegt in den Bereichen, wo gut unterscheidbare kleine Blasen zu erkennen sind, mit ca. 10 bis 20 nm eher etwas höher als die zu erwartende maximale Wanderungsdistanz von ca. 5nm. Wahrscheinlich entsprechen jedoch die Wanderungsvorgänge in dem bei massiver Implantation mit Helium gesättigten Material nicht mehr vollständig den einfachen Modellen.

Die fast vollständige Überlagerung der Bereiche der höchsten Schädigungen und höchsten Implantationen (vgl. Abb. 6.1 für SiC u. w.) erschwert auch die Unterscheidung der Ursachen und der Behinderungen der Blasenbildung. Da die Scheitelpunkte der Schädigungs- und Implantationskurven nur etwa 100 nm auseinanderliegen, kann ein Bereich der Unterdrückung von Blasenbildung wegen eines Überangebots von Leerstellen nicht identifiziert werden. Um einen solchen Effekt einzeln darzustellen, bietet sich eine weiterführende Untersuchung der Strukturveränderungen nach einer Dual-Beam-Bestrahlung an, bei der gezielt Implantations- und Schädigungsparameter gegeneinander variiert werden könnten.

Die Schwellenwerte für das Auftreten von Blasenbildung variieren bei den untersuchten Werkstoffen um eine Größenordnung:

¹ Entsprechende Ausheilexperimente, die diese Einordnung noch untermauern könnten, wurden aus Zeit- und Ausrüstungsgründen im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt.

Bei Aluminiumoxid treten ab einer Implantation von 10 At-% (bei 800°C) bis 12 At-% (bei 200°C) Helium Bläschen von 2 bis 3 nm Durchmesser auf, die bei höherer Implantation ($3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m^2) im mit über 100 At-% meistimplantierten Bereich zu länglichen Agglomeraten zusammenwachsen.

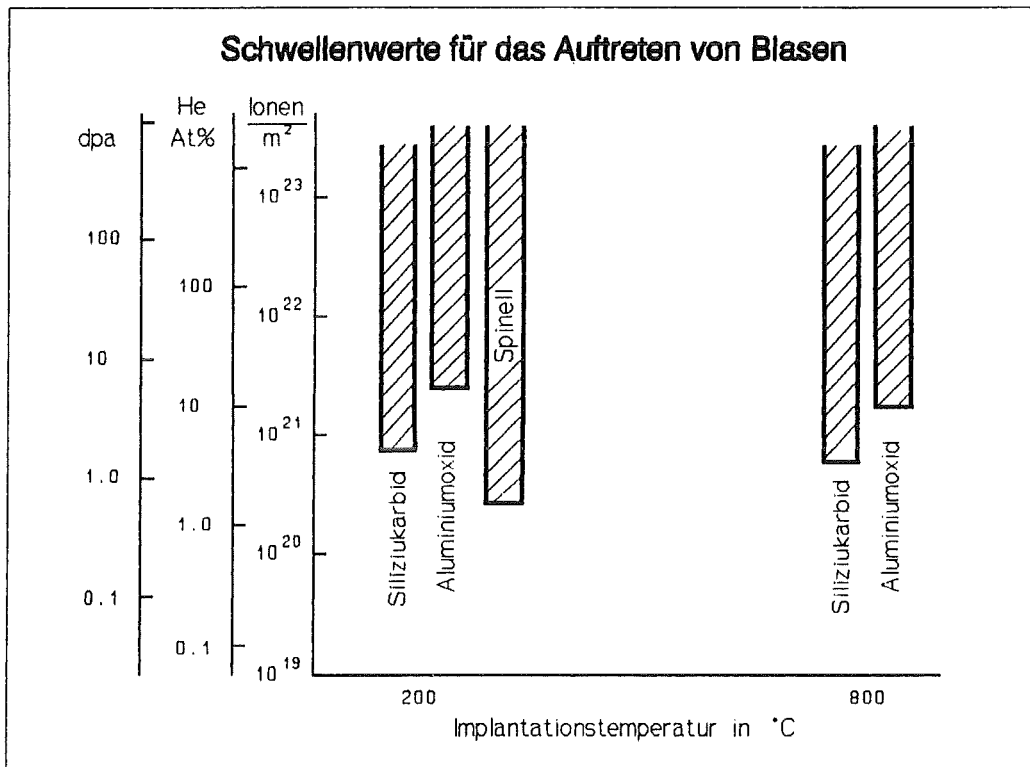


Abb. 7.8 Vergleich der Schwellenwerte für die Blasenbildung

Auf der Ordinate sind - von innen nach außen - die Implantationsdosis, die entsprechende maximal implantierte Heliumdosis und die entsprechende maximale Schädigung angegeben. (Die einzelnen Skalen sind natürlich nur in Bezug auf die jeweiligen Maximalwerte in Übereinstimmung, da die Kurven verschieden verlaufen. Die Skala des implantierten Heliums und die der Schädigung in dpa sind für SiC im oberen Bereich ohne Berücksichtigung der Verschiebung durch das Sputtering dargestellt (vgl. Kap. 4). Die Übereinstimmung der Skalen ist nach den Werten für Aluminiumoxid und Spinell ausgerichtet; maßgeblich für die Lage der Balken ist immer die Ionen / m² - Skala.

Die bei höheren Temperaturen bestrahlten Proben zeigen dabei wesentlich größere Blasenbildung. Die kleinen Blasen der mäßig implantierten Bereiche zeigen bei der Untersuchung von Flachproben eine starke Orientierung ("alignment") parallel zur c-Achse des hexagonalen

Gitters. Diese Art der Anordnung hängt eventuell mit dem Ausgehen der Blasen von in die oktaedrischen Zwischenräume des Al_2O_3 -Kristalls eingelagerten Helium-Atomen zusammen.

Eine derartige Ausrichtung von Blasen-Anordnungen parallel zur c-Achse wurde auch von Shikama <SHI-83>, Lee <LEE-84> und Zinkle <ZIN-91> beschrieben, die Blasen von 2 bis 5 nm Durchmesser in Konzentrationen bis zu $1 \cdot 10^{24} / \text{m}^3$ schon nach geringeren Heliumimplantationen (ab 22 dpa, 210 appm He bzw. 60 dpa 1000 appm He ,Versuche mit Vorimplantation von He und nachfolgendem Beschuß mit Ne und Ar) beobachten. Wie von Lee beschrieben zeigen auch hier diese "void arrays" keine Veränderungen im Elektronen-Beugungs-Diagramm.

Yamada <YAM-92> findet nach Beschuß mit Argon-Ionen auf 12 dpa bei 620°C Blasen entlang den Korngrenzen in etwa 5 nm Abstand (vgl. Wanderungsdistanz!) nur dann, wenn diese Korngrenzen parallel zur Basalebene verlaufen, was den Schluß nahelegt, das implantierte Edelgasionen bevorzugt entlang den c-Achsen wandern. Ein solcher Effekt der "Denudation" konnte jedoch hier bei Helium-Implantation nicht festgestellt werden.

Abgesehen davon zeigen die im Laufe dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse aber für Aluminiumoxid eine gute Übereinstimmung in Größe, Zahl und Verhalten der beobachteten Hohlräume bzw. Blasen mit den auf vergleichbare Weise entstandenen Ergebnissen in der Literatur.

Bei Siliziumkarbid treten Blasen ab einem Schwellenwert von 5 At-% Helium auf. Ihr Durchmesser steigt von 1,5 bis 3,5 nm bei 200°C auf 2 bis 4 nm bei 800°C an.

Bei den höchsten Implantationen agglomerieren sie zu Gebilden von bis zu 150 nm Durchmesser bis das bei diesen Dosen bereits amorphe Material eine schwammartige Struktur bekommt. In den geringer bestrahlten Bereichen von Flachproben ist die Anlagerung der kleinen Blasen an Korngrenzen zu beobachten.

Nicht beobachtet werden konnte bei SiC eine wie auch immer geartete Anordnung der Blasen nach der Gitterstruktur. Im Gegensatz dazu beschreibt Hojou <HOJ-88a> lineare Ausrichtungen entlang der $\{0\ 0\ 1\}$ Achse. Hojou findet 1 bis 2 nm große Blasen ab 10^{21} Ionen / m^2 , ab 10^{22} Ionen / m^2 auch in amorphem Material, Nakata <NAK-91> bereits ab 10^{20} Ionen / m^2 bei 800°C in kristallinem SiC.

Huang <HUA-92> erkennt nach Helium-Bestrahlung eine kritische Größe der Blasen von etwa 3 nm, bei deren Überschreiten ein "unbegrenztes Schwellen" infolge unbegrenzten Blasenwachstums eintritt. Dies entspricht ganz ausgezeichnet den bei der Untersuchung von Sandwichproben beobachteten Blasendurchmessern. Das Zusammenfließen kleinerer Blasen zu größeren schlauchförmigen Gebilden setzt beispielsweise in der auf Abb. 7.7 dargestellten

Probe im sechsten Rasterbereich mit einem mittleren Durchmesser von 2,7 nm ein. Ein derartiger "zweiter Schwellenwert" für die Heliumverträglichkeit von SiC bildet eine endgültige Grenze für die Verwendbarkeit dieses Materials in einer Reaktorumgebung.

Der Innendruck derartiger Blasen in SiC wurde von Hojou unter Benutzung von EELS¹ zu etwa 10^8 Pa bestimmt.

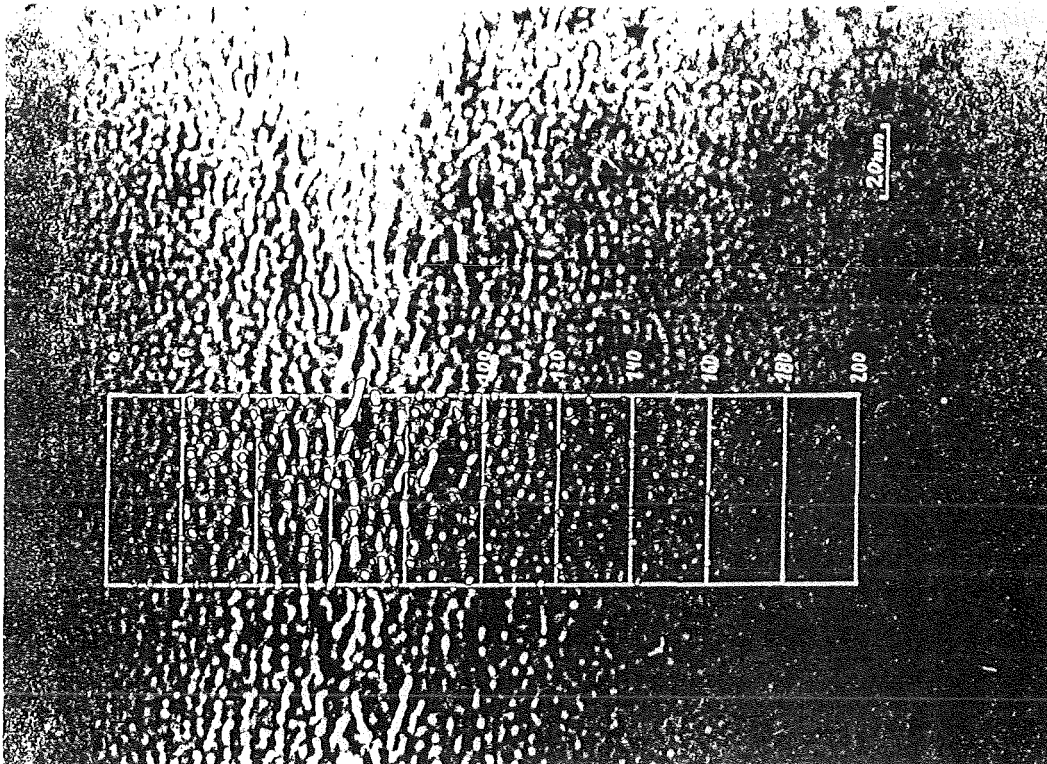


Abb. 7.9 Blasenverteilung in SiC nach Implantation von $3 \cdot 10^{21}$ Ionen / m^2 bei $200^\circ C$
Einstrahlrichtung ist von rechts.

Eine besondere Bedeutung des heliuminduzierten Schwellens von SiC ergibt sich aus mehreren Arbeiten (<KIN-92>, <SAS-91> und auch <LEE-82>), in denen unter Neutronenbestrahlung die Entstehung von Helium infolge der $^{10}B(n,\alpha)^7Li$ -Reaktion nahe der Korngrenzen aus dem als Sinterhilfsmittel verwendeten Bor beschrieben wird.

Den niedrigsten Schwellenwert für die Blasenbildung zeigt der Magnesium-Aluminium-Spinell. Bereits ab 1,6 At-% Helium entsprechend 1 dpa sind in diesem Material relativ kleine

¹ EELS ist die Abkürzung für die Elektronenenergieverlustspektroskopie, ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehalts leichter Elemente in einer transmissions-elektronenmikroskopischen Materialprobe.

(1,5 - 4 nm) Bläschen zu beobachten. In Flachproben ist eine Anlagerung an die Korngrenzen feststellbar.

Zinkle <ZIN-91> findet nach Bestrahlung auf 26 dpa bei Implantation von 3900 appm Helium Blasen von 3 nm Durchmesser. Er legt den Schwellenwert auf 20 dpa fest. An den Korngrenzen findet er nach dieser Bestrahlung "dramatische Schädigung" infolge der Verlagerungen. Er erkennt in seiner Zwei - bzw. Drei - Strahlstudie keinen Zusammenhang mit dem Einfluß des Heliums.

Diese Ergebnisse sind nicht direkt mit den hier erhaltenen zu vergleichen, da bei diesen Zwei- bzw. Dreistrahlimplantationen nicht dieselben Werte für das Verhältnis der Heliumimplantation zur Schädigung erreicht werden (vgl. Abb. 7.6). Die Schwellenwerte für die Schädigung liegen aber in der gleichen Größenordnung.

Aus Schwellberechnungen aufgrund der quantitativen Auswertung von Blasenbereichen ergibt sich aus der vorliegenden Untersuchung bei Aluminiumoxid ein maximales Schwellen von 1% bei Implantation von 16 At-% Helium bei 200°C. Dies setzt sich bei höheren Dosen offenbar überlinear fort, der Effekt ist jedoch dann nicht mehr in dieser Weise quantitativ zu erfassen, da bei den meistimplantierten Proben wegen der ungleichmäßigen Dünnung infolge der Materialschwächung saubere Bezugsgrößen fehlen (vgl. Kap. 2 und 7).

Makroskopische Untersuchungen von neutronenbestrahlten Proben (<DIE-92>, <BLU-88>) berichten von 2 bis 4% Schwellen bei Fluenzen bis 10^{26} n / m². Bei diesen hohen Werten werden dann in polykristallinen Materialien Mikrorisse als Folge des anisotropen Schwellens der hexagonalen Kristalle beobachtet. Eine Anisotropie des Schwellens konnte aufgrund der hier verwendeten mikroskopischen Methodik nicht festgestellt werden; auch beim heliumbedingten Schwellen ist ein solcher Mechanismus jedoch zu erwarten.

Bei SiC wird unter Neutronenbestrahlung eine starke Temperaturabhängigkeit des Schwellverhaltens beobachtet <DIE-92>. bei 200°C findet ein makroskopisches Schwellen um 2% bei 10^{24} n / m² statt; bei 600°C gibt es offenbar infolge von Ausheilvorgängen einen Höchstwert von 1% der auch bei stärkerer Bestrahlung nicht überschritten wird.

Unter Helium-Ionen-Bestrahlung findet Nakata <NAK-91> ein Schwellen von 0,03% bei 10^{20} Ionen / m².

Die Berechnungen aus der Blasen-Auswertung hier ergeben ein Schwellen von 1,8% bei Implantation von 20 At-% He im Maximum (3×10^{21} Ionen / m² bei 200 bzw 800°C). Auch bei SiC ließen sich noch stärker bestrahlte Proben nicht mehr quantitativ auswerten.

Ein Ausheilen des Schwellens vergleichbar dem von Dienes beschriebenen ist hier nicht zu beobachten und ist bei Heliumimplantation auch nicht zu erwarten, da das hier festgestellte

Schwellen ja auf zusätzlich in das Material eingelagertes Gas zurückgeht. Abgesehen davon passen die Schwellenergebnisse aller Materialien gut in das sich in der Literatur ergebende Bild.

Unter Neutronenbestrahlung zeigt Spinell nur ein sehr geringes <COG-86> bzw. als einkristallines Material gar kein <BLU-88> Schwellen. Coghlan findet eine Sättigung des Schwellens bei $2 \cdot 10^{22}$ n / m² bei nur 0,05 Vol% Schwellen. Dienst und Blumhofer berichten von bis zu 1 Vol% Schwellen bei polykristallinem Material bei $2 \cdot 10^{26}$ n / m² und sie führen das auf ein Abwandern der Zwischengitteratome zu Korngrenzen zurück.

Die hier durchgeführte Heliumimplantation erbringt bei 11% implantiertem Helium ein Schwellen von 2,2%; das ist von allen hier untersuchten Werkstoffen der höchste Wert. Dennoch ist das Schwellen bei der kubischen Kristallstruktur des Spinells weniger kritisch zu beurteilen, da hier die Einzelkristalle isotrop schwellen und damit nicht zur Ursache von Korngrenzenrissen werden. (vgl. auch <PAR-85>)

7.2.3 Weitere Veränderungen

Der größte Unterschied zwischen den mikrostrukturellen Veränderungen der hier untersuchten Keramiken liegt im Auftreten von Amorphisierung.

Nur bei SiC kann ab einer Implantation von $1 \cdot 10^{22}$ He-Ionen / m² (d. h. ab 30 At-% He bzw. 10 dpa) die Amorphisierung des betroffenen Materials festgestellt werden. (Dieser Schwellenwert ist eventuell etwas zu hoch angesetzt, da die für die Amorphisierung typischen Beugungsdiagramme in sehr schmalen betroffenen Zonen in Ermangelung einer wirklich kleinen Blende nicht identifiziert werden konnten.) Die anderen Werkstoffe weisen auch nach intensivster Bestrahlung und in schwerstbeschädigtem Zustand keine Spur von Amorphisierung auf.

Die Korrelation mit dem Bindungszustand ist offensichtlich: SiC ist ein kovalenter Kristall, die Oxide sind ionische Kristalle.

Abe u. a. <ABE-89> sehen die Ursache für das Fehlen von Amorphisierung in ionischen Kristallen in der dominierenden Rekombination der entstehenden Frenkelpaare¹, im Gegensatz dazu entsteht in SiC und auch in anderen kovalent gebundenen Kristallen (HOP-Graphit <MAT-91>) beim Überlappen von Kaskaden eine hohe Konzentration von Punktdefekten, die zu amorphen Phasen führt. Dies wird unterstützt durch die Untersuchung von Bacon

¹ Offenbar ist dieser Effekt auch noch stärker als der oben beschriebene Mechanismus der Behinderung der Rekombination durch Heliumatome, denn keine bisher durchgeführte Untersuchung, auch unter Heliumbeschuß, hat Amorphisierung in ionischen Kristallen gefunden.

<BAC-81>, der unter Elektronenbeschuß keine Amorphisierung findet und feststellt, daß dafür eine hohe Rate mehrfacher Verschiebungen notwendig ist. Unterhalb von 300 K entsteht dann allerdings auch bei e⁻-Beschuß ab $2 \cdot 10^{27}$ e⁻ / m² Amorphisierung <MAT-91>; offenbar muß eine Schwelle in einem Gleichgewichtsprozeß zwischen Defekterzeugung und Ausheilen überschritten sein. Bei sehr niedrigen Temperaturen geschieht das dann durch die Behinderung des Ausheilens.

Die Amorphisierung auch bei relativ hohen Temperaturen, wie hier bei 800°C hängt ursächlich mit der Anwesenheit einer hohen Zahl von Heliumatomen und der dadurch behinderten Rekombination zusammen. Wie in den hier untersuchten Proben findet auch Nakata <NAK-91> die amorphe Zone *hinter* dem Gipfel der berechneten Schädigungskurve, aber im Gipfel der Kurve der Heliumimplantation.

Die Schwellenwerte variieren zwischen den einzelnen Experimenten. Hojou <HOJ-85> findet schon ab $3 \cdot 10^{20}$ He-Ionen / m² Amorphisierung und bei 1000 K schon ab $3 \cdot 10^{21}$ He-Ionen / m² wieder eine Rekristallisation¹, während Snead, Zinkle u. a. <SNE-92> in Korrelation ihrer Experimente mit der mit dem EDEP-Code berechneten Schädigung einen Schwellenwert von 15 dpa feststellen.

Dies entspricht dem hier festgestellten Wert von etwa 10 dpa; dieser ist wohl in Folge des oben beschriebenen Heliumeinflusses auf die Defektbildung etwas niedriger.

Eine andere interessante Beobachtung des Temperaturverhaltens von SiC findet sich bei <Bac-81>. Auch bei seinen Heliumimplantationen bei 700°C, nicht jedoch bei 20°C, tritt ein Ablättern der Oberfläche auf, das seinen Ursprung in der Tiefenlage der eingeschossenen Ionen findet, also von deren Gasblasenbildung ausgelöst wird. Dieses Verhalten zeigt sich auch hier bei SiC am stärksten, bei den Oxydkeramiken ist es ansatzweise zu beobachten, hat aber nicht so große Bedeutung. Dieser Unterschied kann auch mit der Schwächung der am stärksten implantierten Zone durch die Amorphisierung zusammenhängen, die dann unter dem Druck der Gasbildung zur Ablösung der ganzen Vorderschicht führt.

¹ Die Beobachtungen von Hojou können nicht ohne weiteres mit dem Verhalten von massivem keramischem Material korreliert werden, da sie beim Beschuß von bereits auf im Elektronenmikroskop durchstrahlbare Dicke gedünnten Plättchen erfolgen. Eine Rekristallisation ist in keinem anderen Experiment festgestellt worden. Dieselben Vorbehalte gelten für den sehr niedrigen Schwellenwert der Amorphisierung.

8 Bewertung

Bei dem Vergleich der hier gewonnenen Ergebnisse mit den in Kapitel 1 aufgeführten Anforderungen an Bauteile eines Fusionsreaktors muß stets das prinzipiell unterschiedliche Verhältnis von Heliumbelastung zu Schädigung berücksichtigt werden. Während dieses bei der Bestrahlung mit 14 MeV Neutronen im Fusionsreaktor zwischen etwa 0,0001 und 0,002 liegt, ist es hier bei der Implantation von Heliumionen im Bereich des Schädigungsmaximums ungefähr 2. Das bedeutet, daß Vergleiche auf der Basis der Heliumimplantation vorsichtig betrachtet werden sollten, da dieselbe Implantation im Reaktor von der tausend- bis zehntausendfachen Verlagerungsschädigung begleitet wird.

Sieht man von dieser Beeinträchtigung der Vergleichbarkeit ab, so zeigt die Auswertung der Ergebnisse, wie in den untenstehenden Tabellen aufgeführt, daß die Verwendung von SiC als Schutz der ersten Wand vom Gesichtspunkt der strukturellen Schädigung infolge des Schwellens durch Gasblasenbildung bei NET / ITER problemlos und selbst beim hochbelasteten kommerziellen Fusionsreaktor "CFR" gerade noch möglich ist. Einer voraussichtlichen Belastung mit maximal 3 At-% Helium steht ein Beginn des mikroskopisch wahrnehmbaren Schwellens bei 5 At-% Helium gegenüber. Dabei ist jedoch nicht das gleichzeitige Entstehen weiterer Transmutationsprodukte, wie z. B. Wasserstoff, und deren Wirkung berücksichtigt. Eine durch die Forderung nach Dimensionsstabilität gegebene Grenze von 1% Volumenschwellen wird erst bei einem Heliumgehalt von 15 At-% (in SiC) erreicht.

Reaktor			SiC		
NET /ITER	DEMO	CFR			
Belastung 1. Wand	Belastung 1. Wand	Belastung 1. Wand	Auftreten von BD ¹	Auftreten von Blasen	1% Volumen- schwellen
10 dpa	200 dpa	300 dpa	0,5 dpa		
0,1 % He	2 % He	3 % He	1,5 % He	5 % He	15 % He

Tab. 8.1 Gegenüberstellung der maximalen Belastung der 1. Wand verschiedener Fusionsreaktoren (vgl. Kap. 1) und der Schwellenwerte für das Auftreten mikrostruktureller Veränderungen bei SiC. Es sind keine Schwellenwerte in dpa für das Auftreten von Blasen und das Volumenschwellen genannt, da solche Werte bei dem hohen Helium / dpa - Verhältnis irreführend wären.

Sehr viel schwieriger ist die Beurteilung der Black - Dot - Schädigung als Grenzwert für die Verwendung, da die Schädigung infolge der Anzahl der Verlagerungen pro Atom (dpa) in die-

¹ "Black Dots" d.h. schwarze Kontraste, also Loops und ähnliche Defekttagglomerate.

sem Simulationsexperiment wegen des hohen Helium / dpa - Verhältnisses im Schädigungsmaximum nicht richtig wiedergegeben wird (vgl. Kap. 7.2.1 zum Einfluß der Gaseinlagerung auf die Schädigung). Da jedoch bei SiC bereits bei 10 bis 20 dpa und hoher Heliumimplantation Amorphisation auftritt, die die Stoffeigenschaften grundlegend verändert, sind die in der Tabelle 8.1 genannten 300 dpa an der Ersten Wand des CFR mit Sicherheit eine für diesen Werkstoff zu hohe Belastung. Zur Beurteilung der Belastung bei geringerer Heliumimplantation kann der Bereich der Vorderkanten hochimplantierter Proben zu Rate gezogen werden. Vergleicht man die Abbildungen 7.7 und 4.12 / 4.14 , so ist zu erkennen, daß bei mit $3 \cdot 10^{22}$ Ionen / m² implantierten Proben in diesem Bereich 10 dpa überschritten werden. Die Querschnittsbilder dieser Proben zeigen hier aber noch keine Amorphisation. Dementsprechend liegt die Belastung im NET / ITER noch im Bereich des Zulässigen. Beachtet werden muß auch die unterschiedliche Defektrate, die hier etwa $6 \cdot 10^{-3}$, bei den Reaktoren zwischen 10^{-6} und 10^{-7} beträgt. Die langsamere Defekterzeugung begünstigt Ausheilprozesse. Diese werden auch von der mit 1200°C - 2000°C (beim "Liner" der Ersten Wand) gegenüber den hier erreichten 800°C höheren Temperatur unterstützt.

Reaktor			Al ₂ O ₃		MgAl ₂ O ₄	
NET /ITER	DEMO	CFR	Auftreten	Auftreten v.	Auftreten	Auftreten v.
Belastung RF - Fenster	Belastung RF - Fenster	Belastung RF - Fenster	von BD	Blasen	von BD	Blasen
0,1 dpa	2 dpa	3 dpa	0,2 dpa		0,3 dpa	
0,001 % He	0,02 % He	0,03 % He	0,2 % He	10 % He	0,2 % He	4 % He

Tab. 8.2 Gegenüberstellung der maximalen Belastungen der Radiofrequenzfenster verschiedener Fusionsreaktoren (vgl. Kap. 1) und der Schwellenwerte für das Auftreten mikrostruktureller Veränderungen der Oxidkeramiken. Es sind keine Schwellen in dpa für das Auftreten von Blasen genannt, da solche Werte bei dem hohen Helium / dpa - Verhältnis irreführend wären.

Für die Verwendung der Oxidkeramiken als Radiofrequenzfenster bilden entsprechend der wesentlich geringeren Belastung die mikrostrukturellen Veränderungen keine Grenze für die Einsatzmöglichkeit. Hier sind elektrische und thermophysikalische Parameter von weit höherer Bedeutung, deren Veränderungen jedoch nicht mit den hier verwendeten Bestrahlungs- und Untersuchungstechniken beurteilt werden können.

Die Einsatztemperatur von 300°C liegt im hier untersuchten Temperaturbereich.

9 Zusammenfassung

Grundlegend für die Verwendbarkeit eines Werkstoffs in einem Fusionsreaktor ist das Verständnis für die Vorgänge im Material unter Bestrahlung. Ausgangspunkt dieser Untersuchung war die Frage nach den mikrostrukturellen Veränderungen von drei keramischen Werkstoffen unter Bedingungen, die wesentliche Vorgänge unter Belastung in einem Reaktor nachbilden.

Mit Simulationsexperimenten bei Temperaturen zwischen 200°C und 800°C gelang es durch Implantation von $3 \cdot 10^{19}$ bis $3 \cdot 10^{22}$ He⁺-Ionen / m² die Bestrahlungsverhältnisse im Bereich der Ersten Wand und im Bereich der Radiofrequenzfenster eines Fusionsreaktors annähernd nachzubilden und dann derart bestrahlte Proben zu untersuchen.

Dazu mußten zuerst experimentelle Voraussetzungen geschaffen und Verfahren gefunden werden, mit deren Hilfe dann aussagekräftige Ergebnisse erreicht werden konnten.

Die verschiedenen Materialien wurden im Lichtmikroskop untersucht und nach ihren Korngrößen charakterisiert. Für die Präparation der keramischen Werkstoffe zum Zweck der elektronenmikroskopischen Untersuchung wurde eine Ionendünnanlage konstruiert und gebaut. Zur Untersuchung der Implantation wurde eine neuartige Form der Probenpräparation nach dem Sandwichprinzip entwickelt, die in der Folge sehr aussagekräftige Ergebnisse lieferte. Es wurden im Verlauf der Untersuchungen sowohl aus Flachproben als auch und insbesondere aus Sandwichproben quantitative Daten gewonnen.

Das Eindring- und Schädigungsverhaltens der verwendeten Ionen wurde mit Hilfe von Monte Carlo - Rechnungen ermittelt. Die aus der Simulationsrechnung erhaltenen Daten zur Ionenverteilung und Schädigungsverteilung im Material wurden anhand theoretisch und praktisch ermittelter Sputterabtragsdaten korrigiert. Dabei wurde festgestellt, daß bei dem Material mit der stärksten Sputterwirkung (SiC) im Bereich der hier verwendeten Ionendosen bereits aus der Sicht des Sputterings nahezu die Grenze der maximal möglichen Implantation bei 200 keV erreicht ist.

Die elektronenmikroskopische Analyse des Schädigungsbilds insbesondere der Sandwichproben zeigt die entstehenden Strukturschäden:

Loops treten ab Schädigungsdosen von 0,2 dpa bis 0,5 dpa auf. Der Mechanismus des Einfangs von Leerstellen durch die gleichzeitig implantierten Heliumatome und der dadurch begünstigten Bildung von Zwischengitteratomloops erklärt den erkennbaren Einfluß des He / dpa - Verhältnisses auf die Loopbildung. Der Bereich niedriger He / dpa - Werte an der Vorderkante von Sandwichproben ermöglicht die von der Heliumimplantation weitgehend unbeeinflusste Untersuchung der Defektagglomeration.

Amorphisation tritt nur bei SiC auf. Sie ist sowohl von der Schädigung als auch vom He / dpa - Verhältnis abhängig; der Schwellenwert liegt bei hoher Heliumimplantation bei 10 bis 20 dpa. Blasen entstehen ab 4% (Spinell), 5% (SiC) bzw. 10% (Al₂O₃) implantierten Heliums im Bereich hoher He / dpa - Werte und agglomerieren bei höherem Heliumgehalt zu größeren Hohlgebilden.

Das Schwellverhalten der untersuchten keramischen Materialien wurde anhand der Blasenverteilung in der Schadenszone von Sandwichproben beobachtet. Die Berechnungen zeigen eine leicht überproportionale Zunahme des Schwellens mit dem implantierten Heliumgehalt.

Der Einfluß der Temperatur auf die beobachtbaren Ergebnisse ist zwischen 200°C und 800°C sehr gering; dies entspricht den durchgeführten Modellrechnungen, die in diesem Bereich nahezu athermisches Verhalten der Diffusionseigenschaften postulieren.

Insgesamt hat sich im Lauf der Untersuchungen erwiesen, daß bei diesen ionengedünnten keramischen Materialien die Auswertung von Sandwichproben weitaus sicherere Darstellungen von Beziehungen zwischen der Schädigung eines Materials durch die Implantation von Heliumionen und den dabei auftretenden Materialschäden ermöglicht, als dies bei den herkömmlichen Flachproben der Fall ist. Flachproben sind dagegen unerlässlich zur Quantifizierung und Charakterisierung der einzelnen Defekte.

Die durchgeführten Untersuchungen zur Veränderung der Mikrostruktur und zum Schwellverhalten keramischer Materialien unter Heliumimplantation haben gezeigt, daß dadurch eine Grenze der Verwendbarkeit in Fusionsreaktoren gegeben ist. Während in der Funktion als Fenstermaterial diese strukturellen Kriterien auch bei hochbelasteten Reaktoren noch keine Rolle spielen, ist eine Verwendung als Schutz der ersten Wand nur für die nächste Reaktorgeneration wie NET / ITER denkbar. Bei der vorgesehenen Beanspruchung in künftigen kommerziellen Reaktoren wird hier die Grenze der Belastbarkeit im Laufe der vorgesehenen Betriebsdauer überschritten. Ein Ausweg liegt in der mehrmaligen Auswechslung von Komponenten.

Für den Einsatz keramischer Werkstoffe in der Fusionstechnik bietet sich die Familie der Spinelle (außer MgAl₂O₄ insbesondere auch ALON) für weitere Untersuchungen besonders an; vieles am Verhalten dieser Materialien unter Bestrahlung ist noch ungeklärt; die vorhandenen Ergebnisse lassen jedoch eine besonders hohe Resistenz gegenüber Strahlenschädigungen erwarten. Eine Verbesserung der Untersuchungsmethoden ergäbe sich aus dem umfangreichen Einsatz von Zweistrahlbestrahlungen zur weiteren Variation des Helium / dpa - Verhältnisses. Auf diese Weise ist eine genauere Beurteilung des Defektagglomerationsmechanismus durch den Einfang von Leerstellen möglich.

Literatur

- <ABE-89> H. Abe, C. Kinoshita und K. Nakai
Accumulation Process of Cascades in Ceramics Under Ion and/or Electron
Irradiation
Journal of Nuclear Materials 179 - 181 (1991) 917
- <ALL-92> W.R. Allen und S.J. Zinkle
Lattice Location and Clustering of Helium in Ceramic Oxides
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 625-629
- <ALL-93> W.R. Allen
Lattice Site of Helium Implanted in Magnesium Aluminate Spinel
Journal of Nuclear Materials 199 (1993) 121-131
- <ANL-85> ANL/FPP/TM-197, Jan. 1985, ANL, SPECTER
- <BAC-81> D.J. Bacon, I. Dümler und A.S. Rao
The Structure of Graphite and Silicone Carbide Resulting from
Helium-Ion Bombardment
Journal of Nuclear Materials 103&104(1981) 427-432
- <BAN-84> U. Bangert, C. Jeynes, P. Goodhew und I.H. Wilson
Damage Effects in Silicone and MNOS Structures Caused by Beams of
Ionized and Neutral Argon Atoms With Energies Below 5 keV
Vakuum / volume 34 / numbers 1-2 / 1984 / 163-166
- <BER-89> J. Bernholc et. al.
Self Diffusion Mechanism in Diamond, SiC, Si and Ge
Material Science Forum 38-41(1989) 713-718
- <BIE-87> J.P. Biersack
Three-Dimensional Distributions of Ion Range and Damage Including
Recoil Transport
Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B19/20 (1987) 32-39

- <BIE-88> J.P. Biersack
 Basic Physical Aspects of High Energy Implantation
 Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B35 (1988) 205-214
- <BOH-41> N. Bohr
 Velocity-Range Relation for Fission Fragments
 Physical Review 59 (1941) 270-275
- <BLU-88> M. Blumhofer, W. Dienst, G.Gausmann, G.Haase, R. Heidinger, B. Schulz,
 H. Zimmermann
 Persönliche Mitteilung
- <BRA-78> A.D. Brailsford, R. Bullough
 Void Growth and its Relation to Intrinsic Point Defect Properties
 Journal of Nuclear Materials 69-70(1978) 434-450
- <BUC-86> S.N. Buckley
 Structural Damage in $MgAl_2O_4$ Spinel After High Dose Electron Irradiation at
 Elevated Temperatures
 Journal of Nuclear Materials 141-143(1986) 387-391
- <COG-84> W.A. Coghlan und L.K. Mansur
 Critical Radius and Critical Number of Gas Atoms for Cavities Containing a Van
 Der Waals Gas
 Journal of Nuclear Materials 122-123(1984) 495-501
- <COG-86> W.A. Coghlan und F.W. Clinard, Jr.
 Swelling of Spinel After Low-Dose Neutron Irradiation
 Journal of Nuclear Materials 141-143(1986) 382-386
- <DAM-84> Damage Cross Section Library DAMSIG 84
 ECN - 159 , Okt. 84 , Petten
- <DHA-78> R.S. Dhariwal, P.C. Ball, E.A. Marsland und R.K. Fitch
 In Situ Ion Etching in a Scanning Electron Microscope and its Application to
 the Study of Dental Restorations
 Inst. Phys. Conf. Ser. No. 38, 1978 Chapter 3 151-155

- <DIE-75> G.J Dienes, D.O Welch, C.R. Fischer, R.D. Hatcher, O. Lazareth und
M. Samberg
Shell-Model Calculation of Some Point-Defect Properties in α - Al_2O_3
Physical Review B Vol. 11 Nr. 8 1975
- <DIE-92> W. Dienst
Reduction of the Mechanical Strength of Al_2O_3 , AlN and SiC Under
Neutron Irradiation
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 555-559
- <EDI-75> J.W. Edington
Monographs in Practical Electron Microscopy in Materials Science 1-4
Philips Technical Library 1975
- <ELA-92> A. El-Azab und N.M. Ghoniem
Molecular Dynamics Study of the Displacement Threshold Surfaces and the
Stability of Frenkel Pairs in β - SiC
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 1110-1113
- <EHR-90> K. Ehrlich, K.Anderko, D. Munz
Metallische Werkstoffe als Erste-Wand Materialien für zukünftige
Fusionsreaktoren
Journal of Nuclear Materials 171 (1990) 139-149
- <EHR-92> K. Ehrlich Persönliche Mitteilung
- <EXE-85> K. Exel
Simulationsbestrahlungen mit 200 keV Ni-Ionen zur Untersuchung des
Schwellverhaltens von Eisen und Nickel sowie der technischen Legierungen
1.4914 und 1.4970
Dissertation, Darmstadt 1985
KfK-Bericht 4083

- <FIS-85> A.T. Fisher und P. Angelini
Preparation of Backthinned Ceramic Specimens
Proceedings of the 43rd Annual Meeting of the Electron Microscopy Society
of America, 1985, S. 182
- <FIT-81> R.K. Fitch, S.N. Ghafouri und E.A. Mahmood
Temperature Limitation of a Saddle Field Ion Source
Vacuum / volume 31 / 1981 / 19-21
- <FRA-78> J. Franks
Properties and Applications of Saddle-Field Ion Sources
J. Vac. Sci. Technol.,16(2),Mar./Apr. 1979 181-183
- <FRA-78a> J. Franks
Ion Beam Technology Applied to Electron Microscopy
Advances in Electronics and Electron Physics Vol 47 1-50
- <FRA-79> J. Franks, P.R. Stuart und R.B. Withers
Ion Enhanced Film Bonding
Thin Solid Films,60 (1979) 231-236
- <FRA-80> J. Franks, C.S. Clay und G.W. Peace
Ion Beam Thin Film Deposition
Scanning Electron Microscopy / 1980 / I 155-162
- <FRE-78> G.H.C. Freeman und Y. Guern
The Behaviour of the Saddle-Field Ion Source With Different Gases and its
Possible Use as a Source of Ions For Atomic Spectroscopy
National Physical Laboratory Report QU 49 May 1978
- <FRE-91> H.Frei und I.Liebl
Präparation und Sichtbarmachung von Poren und Korngrenzen
Structure 23, Januar 91, 11
- <GAU-91> G. Gausmann Persönliche Mitteilung

- <GOL-80> G.F. Goldspink und P.J. Revell
The Use of Saddle-Field Ion Sources For Etching Semikonduktor Materials
Microelectronics Journal Vol. 11 No. 6 1980 13-17
- <HAV-72> Y. Haven
General Aspects of Diffusion in Solids
in: W. v. Gool: Fast Ion Transport in Solids
North-Holland 1972
- <HEI-70> M. v. Heimendal
Einführung in die Elektronenmikroskopie
Vieweg 1970
- <HEI-88> R. Heidinger und F. Königer
Investigations on Advanced Ceramics for Window Applications in
Radiofrequency Heating Concepts
Journal of Nuclear Materials 155-157(1988) 344-347
- <HEI-90> R. Heidinger und W. Dienst
Keramische Werkstoffe für Kernfusionsreaktoren
Jahrbuch Technische Keramik 2 1990 S. 164-172
- <HOJ-85> K. Hojou und K. Izui
Structural Changes Induced by Helium Ion Irradiation in Silicone Carbide
Crystals
Journal of Nuclear Materials 133&134(1985) 709-713
- <HOJ-88> K. Hojou und K. Izui
In-Situ Observation System of the Dynamic Process of Structural Changes
During Ion Irradiation and its Application
Journal of Nuclear Materials 155-157(1988) 298-302
- <HOJ-88a> K. Hojou und K. Izui
Bubbles in SiC Crystals Formed by Helium Ion Irradiation at High
Temperatures
Journal of Nuclear Materials 160 (1988) 147-152

- <HOJ-91> K. Hojou, S. Furuno, T. Soga und K. Izui
New In-Situ Parallel-Detection Electron Energy-Loss Spectroscopy of SiC
Crystals Irradiated with Hydrogen Ions
Journal of Nuclear Materials 179-181(1991) 411-414
- <HON-79> M.H. Hon und R.F. Davis
Self-Diffusion of ^{14}C in Polycrystalline β -SiC
J. Mater. Sci. 14 (1979) 2411-2421
- <HON-79a> J. D. Hong, M.H. Hon und R.F. Davis
Self-Diffusion in Alpha and Beta Silicon Carbide
Ceramurgia International Vol 5 No 4 (1979) 155-160
- <HON-81> J.D. Hong und R.F. Davis
Self-Diffusion of Silicon-30 in α - SiC single crystals
J. Mater. Sci. 16 (1981) 2485-2494
- <HUA-92> H. Huang und N. Ghoniem
Linear Stability Analysis of Helium-filled Cavities in SiC
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 607-610
- <ISE-90> T. Iseki, T. Maruyama, T. Yano und T. Suzuki
Effects of Neutron Irradiation and Subsequent Annealing on Strength and
Toughness of SiC Ceramics
Journal of Nuclear Materials 170 (1990) 113-116
- <ISE-92> T. Iseki, T. Yano und H. Miazaki
X-ray Line Broadening in Neutron Irradiated Silicon Carbide
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 588-591
- <ITO-89> N. Itoh und K. Morita
Radiation Damage in Ceramic Plasma-Facing Materials
Journal of Nuclear Materials 155 - 157 (1988) 58
- <JUN-92> P. Jung
Diffusion and Retention of Helium in Graphite and Silicon Carbide
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 377-381

- <KAT-88> Y. Katano, H. Ohno und H. Katsuta
 Damage Structure in Al₂O₃ Single Crystal Irradiated with He-Ions
 Journal of Nuclear Materials 155-157(1988) 366-371
- <KIN-92> C. Kinoshita
 Radiation-induced Microstructural Changes in Ceramic Materials
 Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 67-74
- <KHO-76> M. Khorossany und R.K. Fitch
 Energy Distribution of the Ions Produced by Saddle Field Ion Sources
 Vacuum / volume 27 / number 3 159-162
- <KRI-80> K. Krishan
 Exact Solutions of Models for Continuous and Pulsed Irradiation and
 Implications for Stability and Fluctuations
 Radiation Effects, 1980, Vol. 45 pp. 169-184
- <LAG-89> K. Lagerlof, T. Mitchell und A. Heuer
 Lattice Diffusion Kinetics in Undoped and Impurity-Doped Sapphire
 (α - Al₂O₃): A Dislocation Loop Annealing Study
 J. Am. Ceram. Soc. , 72[11] 2159-71 (1989)
- <LAN-55> Landolt - Börnstein 6. Aufl. Berlin 1955
- <LEE-82> C.W. Lee, F.J. Pineau, J.C. Corelli
 Thermal Properties of Neutron-Irradiated SiC; Effects of Boron Doping
 Journal of Nuclear Materials 108&109 (1982) 678-684
- <LEE-84> W.E. Lee, G.P. Pells und M.L. Jenkins
 A TEM Study of Heavy-Ion Irradiation Damage in α - Al₂O₃, With and Without
 Helium Doping
 Journal of Nuclear Materials 122&123 (1984) 1393-1397
- <LEI-65> G. Leibfried
 Bestrahlungseffekte in Festkörpern
 B. G. Teubner, Stuttgart 1965

- <LEI-73> Leitz Liste 520-32 Auflicht-Interferenzmikroskop
Ernst Leitz GmbH 1973
- <LEI-79> Leister K.-H.
Bestrahlungsinduzierte Diffusion in Metallen
Institutsbericht rtda 46-79, T H Darmstadt
- <LEI-83> Leister K.-H.
Simulationsbestrahlungen binärer Kupferlegierungen zur Untersuchung des
Einflusses von Fremdelementen auf das Schwellen
Dissertation, T H Darmstadt
KfK-Bericht Nr. 3499
- <LEW-80> G.W. Lewis, J.S. Colligon, M.J. Nobes
Dynamic Study of Ion Etching in a High Resolution SEM
Journal of Materials Science 15(1980) 681-684
- <MAS-73> J.S. Masaryk und R.M. Fulrath
Diffusivity of Helium in Fused Silica
The Journal of Chemical Physics Vol. 59 Nr. 3 1973
- <MAT-91> A. Matsunaga, C. Kinoshita, K. Nakai und Y. Tomokyo
Radiation-Induced Amorphization and Swelling in Ceramics
Journal of Nuclear Materials 179-181(1991) 457-460
- <MÜL-91> G. Müller, W.-U. Kopp
Metallographische Präparation keramischer Werkstoffe für den Maschinenbau
Structure 23, Januar 1991
- <NAK-91> K. Nakata, S. Kasahara, S. Shimanuki, Y. Katano, H. Ohno und J. Kuniya
Damage Structure Obtained by Cross-Sectional Observation in Silicon
Carbide Irradiated with Helium Ions
Journal of Nuclear Materials 179-181(1991) 403-406

- <NAK-92> K. Nakai, K. Fukumoto und C. Kinoshita
 Characteristics of the Loop Formation Process in the MgO-Al₂O₃ System
 Irradiated with Fission Neutrons
 Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 630-634
- <NIE-86> I.Nielsen
 TEM-Untersuchungen zum Neutronenbestrahlungsverhalten von Borkarbid
 GKSS 86/E/48 (Geesthacht)
- <NIW-90> K. Niwase, K. Nakamura, T. Shikama und T. Tanabe
 On the Amorphization of Neutron-Irradiated Graphite
 Journal of Nuclear Materials 170 (1990) 106-108
- <NUC-82> ENDF / B - V , Nuclear Data Files , Guidebook
 BNL - NCS - 31451 , 1982
- <OIS-60> Y. Oishi und W.D. Kingery
 Self-Diffusion of Oxygen in Single Crystal and Polycrystalline Aluminium Oxide
 J. Chem. Phys. 63 (1) (1975)
- <OIS-75> Y. Oishi und K. Ando
 Self-Diffusion of Oxygen in Polycrystalline MgAl₂O₄
 J. Chem. Phys. 63 (1) (1975)
- <Par-85> C.A. Parker, L.W. Hobbs, K.C. Russell und F.W. Clinard, Jr.
 Damage Structures in Fast Neutron Irradiated Magnesium Aluminate and
 Electron Irradiated Aluminium Oxynitride Spinels
 Journal of Nuclear Materials 133&134(1985) 741-744
- <PEL-88> G.P. Pells
 Radiation Effects and Damage Mechanisms in Ceramic Insulators and
 Window Materials
 Journal of Nuclear Materials 155-157(1988) 67-76
- <PEL-88b> G.P. Pells, S.N. Buckley, P. Agnew, A.J.E. Foreman u. S.A.B Staunton-Lambert
 Radiation Effects in Electrically Insulating Ceramics
 AERE Publication R 13222 UKAEA Harwell

- <PEL-92> G.P. Pells und M.J. Murphy
Radiation-Induced Swelling of Polycrystalline Alumina over the Temperature
Range 200 - 890 K
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 621-624
- <PIN-63> D. Pines
Elementary Excitations in Solids
W.A. Benjamin Inc., New York 1963
- <POH-64> R.W. Pohl
Elektrizitätslehre
Springer-Verlag 1964
- <QUI-84> George Quinn e. a.
Thermomechanical Properties of Oxinitride Spinel
Ceramic Bulletin, Vol. 63, No 5 (84), S. 723
- <REC-79> M.D. Rehtin
A Transmission Electron Microscopy Study of the Defect Microstructure of
 Al_2O_3 Subjected to Ion Bombardment
Radiation Effects, 1979, Vol. 42 pp. 129-144
- <REV-81> P.J. Revell und A.C. Evans
Ion Beam Etching Using Saddle Field Sources
Thin Solid Films, 86(1981) 117-123
- <ROC-92> P. Rocco, H.W. Scholz und M. Zucchetti
Silicon Carbide and the New Low Activation Requirements for a Fusion
Reactor First Wall
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 1474-1479
- <ROH-91> M. Rohde
Reduction of Thermal Conductivity of SiC by Radiation Damage
Journal of Nuclear Materials 182(1991) 87-92

- <SAS-91> K. Sasaki, T. Yano, T. Maruyama und T. Iseki
Helium Release and Microstructure of Neutron-Irradiated SiC Ceramics
Journal of Nuclear Materials 179-181(1991) 407-410
- <SAT-90> Y. Satoh Persönliche Mitteilung
- <SAT-91> Y. Satoh, C. Kinoshita und K. Nakai
Kinetic Study of Defect Clusters in the MgO-Al₂O₃ System Under Electron-
and/or Ion-Irradiation
Journal of Nuclear Materials 179-181(1991) 399-402
- <SHI-83> T. Shikama und G.P. Pells
Radiation Damage in Pure and Helium-doped α -Al₂O₃ in the HVEM
Qualitative Aspects of Void and Aluminium Colloid Formation
Phil. Mag. A, 1983, Vol. 47, No. 3, 369-379
- <SIG-69> P. Sigmund
Theory of Sputtering. I. Sputtering Yield of Amorphous and
Polycrystalline Targets
Physical Review 184 (2) 383-415
- <SIN-83> B.N. Singh und H. Trinkaus
An Analysis of the Bubble Formation Behaviour Under Different Experimental
Conditions
Radiation Effects, 1983, Vol 78, 189-211
- <SKL-85> P.S. Sklad
Analytical Electron Microscopy of Surface-Modified Ceramics
Proceedings of the 43rd Annual Meeting of the Electron Microscopy Society
of America, 1985
- <SNE-92> L.L. Snead, S.J. Zinkle und D. Steiner
Radiation Induced Microstructure and Mechanical Property Evolution of
SiC/C/SiC Composite Materials
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 560-565

- <STA-83> A.Y. Stathopoulos und G.P. Pells
 Damage in the Cation Sublattice of α - Al_2O_3 irradiated in a HVEM
 Phil. Mag. A, 1983, Vol. 47, No. 3, 381-394
- <SUZ-90> T. Suzuki, T. Iseki, T. Mori, J.H. Evans
 The Influence of Thermal Vacancies on Helium-Induced Volume Swelling in
 Silicone Carbide
 Journal of Nuclear Materials 170 (1990) 113-116
- <SUZ-90b> T. Suzuki, T. Yano, T. Iseki
 Effects of External Stress on Defect Annihilation and Bubble Swelling
 During Annealing of Neutron-Irradiated Silicon Carbide
 J. Am. Ceram. Soc. , 73[8] 2435-40 (1990)
- <THO-65> M.W. Thompson und S.B. Wright
 A New Damage Function for Predicting the Effect of Reactor Irradiation on
 Graphite in Different Neutron Spectra
 Journal of Nuclear Materials 16(1965) 146-154
- <TRI-83> H. Trinkaus
 Energetics and Formation Kinetics of Helium Bubbles in Metals
 Radiation Effects, 1983, Vol 78, 189-211
- <TUC-86> D.S. Tucker, T. Zocco, C.D. Kise und J.C. Kennedy
 Effects of Neutron-Irradiation on MgAl_2O_3 and Al_2O_3
 Journal of Nuclear Materials 141-143(1986) 401-404
- <ULL-83> H. Ullmaier
 Helium in Metals
 Radiation Effects 1983, Vol 78, 1-10
- <VLA-59> L. v. Vlaack
 Elements of Materials Science
 Addison-Wesley 1959, S. 468

- <VLA-64> L. v. Vlaack
Physical Ceramics for Engineers
Addison-Wesley 1964
- <WAN-83> H. A. Wang, C.H. Lee und F.A. Kröger
Point Defects in α - $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Mg}$ Studied by Electrical Conductivity, Optical
Absorption, and ESR
Physical Review B 27 (6) 3821-3841
- <WEI-83> E. Weidmann
Die Präparation von keramischen Proben für die Lichtmikroskopie
Structure 7, Dez. 1983, 18-24
- <WEL-76> D.O. Welch, O. Lazareth und G.J. Dienes
Theory of Helium Migration and Trapping in α - Al_2O_3
Radiation Effects 1976, Vol. 28 pp. 195-198
- <WIE-79> H. Wiedersich, P.R. Okamoto und N.Q. Lam
A Theorie of Radiation-Induced Segregation in Concentrated Alloys
Journal of Nuclear Materials 83(1979) 98-108
- <YAN-88> T. Yano, T. Suzuki, T. Marayuma and T. Iseki
Microstructure and Annealing Behaviour of Heavily Neutron-Irradiated β -SiC
Journal of Nuclear Materials 155-157(1988) 311-314
- <YAM-92> R. Yamada, S.J. Zinkle, G.P. Pells
Defect Formation in Ion-Irradiated Al_2O_3 and MgAl_2O_4 :
Effects of Grain Boundaries and Fusion Transmutation Products
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 640-644
- <ZIE-85> J.F.Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark
The Stopping and Range of Ions in Solids
Pergamon Press 1985

- <ZIN-89> S.J. Zinkle
Hardness and Depth-Dependent Microstructure of Ion-Irradiated
Magnesium Aluminate Spinel
J. Am. Ceram. Soc. 72 [8] 1343-51 (1989)
- <ZIN-89a> S.J. Zinkle
Ion Irradiation Studies of Oxide Ceramics
Structure-Property Relationships in Surface-Modified Ceramics, 219-229
- <ZIN-91> S.J. Zinkle und S. Kojima
Helium-Assisted Cavity Formation in Ion-Irradiated Ceramics
Journal of Nuclear Materials 179-181(1991) 395-398
- <ZIN-91a> S.J. Zinkle C.P. Haltom, L.C. Jenkins und C.K.H. DuBoise
Technique for Preparing Cross-Section Transmission Electron Microscope
Specimens from Ion-Irradiated Ceramics
Journal of Electron Microscopy Technique 19:452-460 (1991)
- <ZIN-92a> S.J. Zinkle
Microstructural Changes in Oxide Ceramics Following Light Ion Irradiation
Journal of Nuclear Materials (erscheint demnächst)
- <ZIN-92b> S.J. Zinkle und E.R. Hodgson
Radiation-Induced Changes in the Physical Properties of Ceramic Materials
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 58-66
- <ZIN-92c> S.J. Zinkle
Anisotropic Dislocation Loop Nucleation in Ion-Irradiated $MgAl_2O_4$
Journal of Nuclear Materials 191 - 194 (1992) 645-649
- <ZIN-92d> S.J. Zinkle
persönliche Mitteilung

Anhang A Ionendünnungsanlage

In diesem Anhang wird das Prinzip, die Konstruktion, der Aufbau und die Erprobung einer für die Präparation keramischer Proben besonders geeigneten Ionendünnungsanlage beschrieben.

A.a Mechanischer Aufbau

Eine Ionendünnungsanlage besteht aus einem motorgetriebenen Targethalter, einer oder meist zwei sich gegenüberstehenden Ionenquellen, einem Hochvakuumzustand und -behälter, einer Argongasversorgung mit Nadelventilen, einer Hochspannungsversorgung, Motor- und Lichtstromversorgung, Wasserkühlung und den dazugehörigen Meßgeräten zur Strom-, Spannungs- und Vakuumüberwachung.

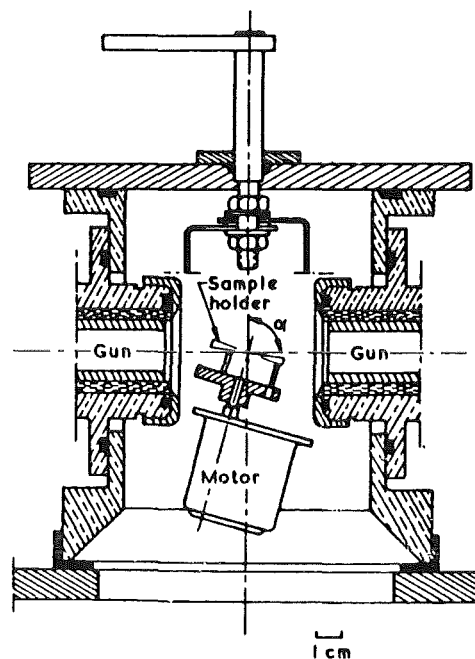


Abb. A.1 Ionen-Dünnungs Vorrichtung mit rotierendem Probenhalter (<FRA-78a>)
(Die Probe wird von zwei Seiten unter flachem Winkel beschossen.)

Targethalter und Quellen sind im Vakuumbehälter (zylindrischer Stahl- oder Glasflansch oder Glasglocke) so angeordnet, daß die Ionenstrahlen von beiden Seiten unter flachem Winkel (typischerweise $10 - 20^\circ$) auf die zu dünnende Probe auftreffen. Dabei dreht sich bei den

meisten Konstruktionen das Target in der Halterebene, um einen gleichmäßigeren Abtrag zu gewährleisten.

Im Laufe der Entwicklung der Ionendünnung seit 1953 sind viele verschiedene konstruktive Lösungen für einen derartigen Aufbau vorgestellt worden (<FRA-78a>); die obenstehende Skizze zeigt eine typische Maschine.

A. b Funktionsweise verschiedener Ionenquellen

Es gibt eine Reihe physikalischer Prinzipien, mit deren Hilfe einem Gasatom oder -molekül zur Ionisation ausreichende Energie mitgeteilt werden kann. Das Gas kann thermisch, durch eine Hochspannungsentladung, durch Hochfrequenz oder durch Elektronenstoß entweder mit Elektronen von einer Heizwendel oder durch Sekundäremission von einer kalten Kathode ionisiert werden. Daraus sind je nach Zweck und Anwendung Ionenquellen der verschiedensten Typen entstanden. Auf Grund ihrer kompakten Bauweise und ihrer Wartungsfreundlichkeit haben sich bei der Präparation elektronenmikroskopischer Proben, wo die Breite des Energiespektrums von untergeordneter Bedeutung ist, die Kaltkathodenquellen durchgesetzt. Bei den heute hergestellten Ionen-Dünnungs- und -Ätzgeräten finden sich im wesentlichen Ionenquellen zweier Typen:

a) Glimmentladungsquelle:

Die folgende Skizze zeigt eine solche sehr kompakte Quelle, bei der der Abstand zwischen Kathode und Anode kürzer als die freie Weglänge der zur Ionisation verwendeten Elektronen

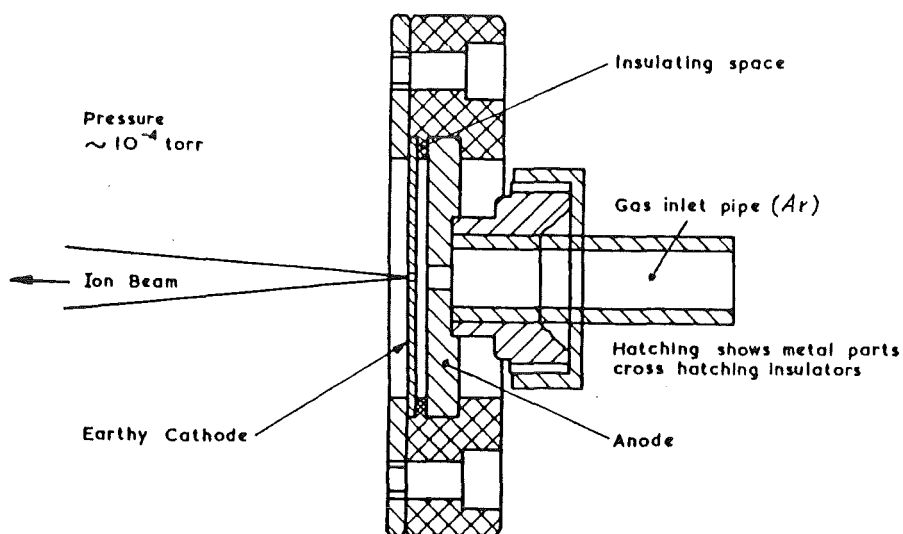


Abb. A.2 Glimmentladungsquelle (<FRA-78a>)

ist. Die meisten Elektronen werden in der Nähe der Kathodenbohrung durch den Beschuß von Ionen und Neutralteilchen freigesetzt. Sie werden dann zur Anode beschleunigt. Insbesondere die Elektronen, die durch die wesentlich größere Anodenbohrung in das sehr schwache Feld dahinter gelangen, können mehrere ionisierende Stöße erleiden, bevor sie zur Anode zurückkehren.

Argonionen haben bei den in dieser Quelle herrschenden Bedingungen eine mittlere freie Weglänge von etwa 0.2 mm. Sie erleiden daher auf dem Weg zur Kathode mit hoher Wahrscheinlichkeit Stöße, die ihre Geschwindigkeit herabsetzen. Das nächste Diagramm zeigt die relative Energieverteilung im Ionenstrom dieser Quelle. Der Gipfel bei hoher Energie resultiert aus Ionen, die die Anode ohne Stoß erreichen.

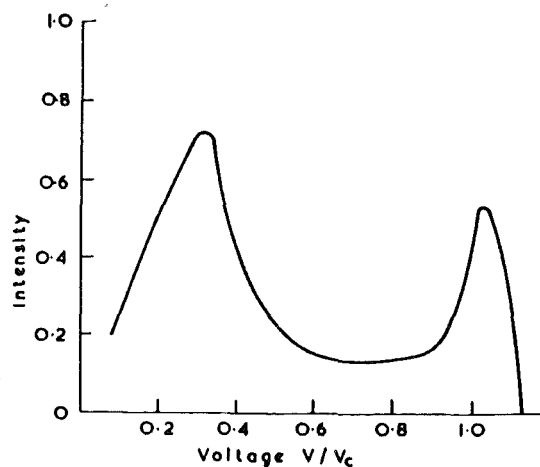


Abb. A.3 Energie-Intensitätsspektrum einer Glimmentladungsquelle (<FRA-78a>)
 (V/V_C entspricht der Ionenenergie relativ zur Energie bei Betriebsspannung)

Der Nachteil dieser Konstruktion liegt in der Notwendigkeit, wegen der kurzen Elektrodenlaufbahnen einen im Vergleich zum Vakuumbehälterdruck sehr hohen Quelleninnendruck aufrechterhalten zu müssen, um eine ausreichende Zahl von ionisierenden Stößen zu erreichen. Da es im Lauf des Betriebs zu einer zunehmenden Aufweitung der Kathodenbohrung durch Sputterprozesse kommt, muß zur Beibehaltung des Druckes und damit der Leistung die Gaszufuhr immer weiter vermehrt werden. Dieser Ausweg findet dann sein Ende, wenn die Vakuumpumpen nicht mehr in der Lage sind, den Differenzdruck zwischen Quelle und Behälter aufrechtzuerhalten.

b) Sattelfeldquelle:

Um eine Ionenquelle im Bereich des Vakuumbehälterdrucks von etwa 10^{-4} mbar betreiben zu können, müssen die Elektronenbahnen entsprechend verlängert werden, so daß die gleiche

Zahl von ionisierenden Stößen zustande kommt. Dies kann mit Hilfe einer ringförmigen Anode erreicht werden, durch die hindurch die Elektronen auf langen dreidimensional schwingenden Bahnen laufen. Die Ionenquelle kann dann, wie auf der folgenden Prinzipskizze dargestellt, symmetrisch gestaltet werden, indem die Gasionen durch eine vordere und eine hintere Kathodenbohrung austreten. Der hintere Strahl kann hier zur Beurteilung des Betriebsverhaltens der Quelle als Monitor verwendet werden. Damit fällt auch die Notwendigkeit eines Shutters zu Meßzwecken zwischen Quelle und Probe weg.

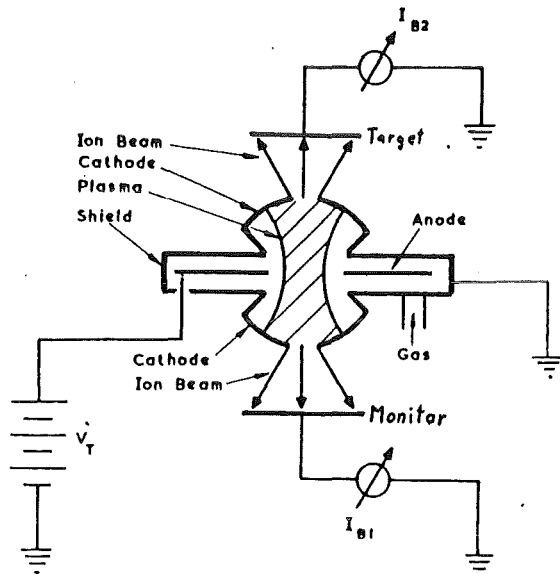


Abb. A.4 Schematische Darstellung einer Sattelfeldquelle (<FRA-78a>)
 (U_T ist die Betriebsspannung, $I_{B1,2}$ sind die Ionen-Strahlströme)

Der geringe Innendruck der Quelle bringt zwei Vorteile. Einmal entfallen die aus der Druckdifferenz zwischen Quelle und Behälter entstehenden Probleme mit nachlassender Leistung bei verschlissenen Kathoden, zum anderen ist die mittlere freie Weglänge der Gasatome bei dem geringen Druck größer als die Abmessungen der Quelle, was zur Folge hat, daß die Wahrscheinlichkeit der Erzeugung langsamer Ionen durch Stoßprozesse auf dem Weg zur Kathode gering ist und fast alle Ionen die Quelle mit sehr einheitlicher Energie verlassen. Die Abbildung A.5 zeigt das daraus resultierende schmale Energiespektrum dieses Quellentyps. Die Quelle wurde dabei mit Argon bei 6 KV und einem Ionenstrom von 100 μ A betrieben.

Nachteilig für manche Anwendungen sind die im Vergleich zur Glimmentladungsquelle etwas größeren äußeren Abmessungen dieser Konstruktion.

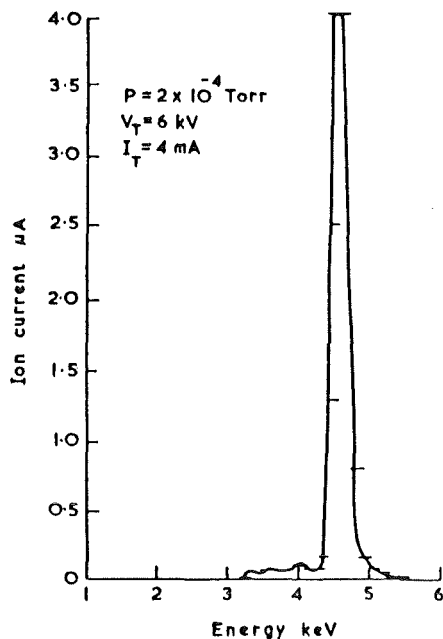


Abb. A.5 Energie-Intensitätsspektrum einer Sattelfeldquelle (Argon), (<FRA-78a>)

A. c Konstruktion einer Ionendünnungsanlage mit zwei Sattelfeldquellen

Die Hilfestellung anderer Institute und die damit verbundene Möglichkeit Ionendünnungsanlagen der verschiedensten Konstruktionen zu benutzen und mit den Benutzern über deren Vorteile und Unzulänglichkeiten zu diskutieren, hat die Entscheidung für das Prinzip der Sattelfeldquelle stark beeinflusst. Die Konstruktion wurde von vornherein darauf ausgelegt, die erprobten Ionenquellen eines englischen Herstellers (Ion Tech) einbauen zu können, so daß der Aufbau der Anlage aus vorhandenen bzw. selbstgefertigten Teilen und gekauften Fertigteilen möglich war. Am Ende wurden zwei der Ion Tech-Konstruktion sehr ähnliche Quellen verwendet.

Der Aufbau wurde so einfach wie möglich gehalten. Innerhalb des vorhandenen Vakuumrezipienten war ausreichender Bauraum, um die Anlage aus in ihrer Funktion sauber getrennten Einzelteilen zusammensetzen. Auf einer Grundplatte sind links und rechts die einander entgegengerichteten Ionenquellen fest in Messingblöcken eingebaut. Diese haben Bohrungen und Anschlußstutzen für die Kühlwasserleitung. In der Mitte der Grundplatte ist ein schwenkbarer Arm mit dem Motor und dem Targethalter so angebracht, daß ein Auftreffen der Ionenstrahlen auf beide Seiten der zu dünnenden Probe unter Winkeln von 15° bis etwa 45°

einstellbar ist. Der Targethalter kann zum Wechseln der Proben und zur Demontage der Quellen nach Lösen einer Schraube abgenommen werden. Die Probe wird zwischen zwei runden Platten mit stark konischer Mittelbohrung durch Anziehen dreier Rändelmutter eingeklemmt. Bei drehendem Probenhalter wird der Strahl sowohl der linken wie auch der rechten Quelle alle 120° durch die Verbindungsstifte bzw. die Rändelmutter unterbrochen. Das hat eine Abschattung der Probe für etwa zehn Prozent der Drehung und eine entsprechende Verlängerung der Dünnungszeit zur Folge. Dieser Nachteil wurde in Kauf genommen um den Bauaufwand für einen prinzipiell möglichen aber wesentlich komplizierteren radialen Antrieb über Zahnräder zu vermeiden. Außerdem ermöglicht dieser Aufbau ein einfaches Auswechseln des Probenhalters etwa gegen ein Sputtertarget für Beschichtungszwecke oder einen Halter für rasterelektronenmikroskopische Proben.

Der verwendete Motor ist ein 1V-Gleichstrom-Getriebemotor aus der Solarzellenspielzeugtechnik. Der Targethalter dreht sich mit etwa 3 U/min. Schräg hinter der Drehanordnung ist eine kleine Glühbirne angebracht, die die Beobachtung des Dünnungsvorgangs und das Erkennen von Löchern erleichtert. Da die ganze Vorrichtung unter einer Glasglocke steht, ist die Beobachtung einfach und die Verwendung eines Teleskops/Mikroskops nicht unbedingt notwendig. Der Rezipiententeller hat für die Dünnungsanlage drei Durchführungen: Hochspannung, Motor-, Licht- und Meßstrom und Gas- und Wasserleitungen. Die Stromzuführungen sind lackisolierte Kupferleitungen; die Hochspannungsleitung ist zusätzlich mit Aluminiumoxidröllchen gegen Berührung bzw. Kurzschluß gesichert. Gas- und Wasserzuführungen sind innerhalb des Rezipienten aus Silikongummischlauch. Die beiden Quellen sind parallel an eine Hochspannungsleitung angeschlossen; die Kühlwasserführung geht durch beide Quellen in Reihe, um die gleichmäßige Kühlung sicherzustellen und Verstopfungen in einer einzelnen Leitung am Stillstand der gesamten Kühlung erkennen zu können.

Hochspannungsquelle ist ein strom- und spannungsgeregeltes 6KV/5mA-Netzgerät der Firma Heinzinger (HNC 6000-5pos). Die Argongasversorgung erfolgt über Gasflasche, Druckminderer zu den Nadelventilen, von dort zur Gasdurchführung in den Rezipienten. Alle Leitungen sind als Edelstahlrohre ausgeführt. Die Wasserkühlung besteht aus einem geschlossenen Kreislauf mit einer Tauchpumpe in einem offenen Kühlwasserbehälter. Zur Kontrolle des Dünnungsvorgangs dienen Volt- und Amperemeter der Hochspannungsquelle sowie Amperemeter in der Erdleitung der Monitore 1 und 2. Der Vakuumpumpstand besteht aus einer Drehschieber-Vorvakuumpumpe und einer Turbomolekularpumpe mit einer Leistung von 500 l/s (Pfeiffer TPU 510); bei Betrieb beider Quellen wird noch ein Vakuum von etwa 10^{-4} mbar aufrechterhalten. Das Vakuummeßgerät (Balzers PKG 020) hat einen Schaltausgang beim Übergang von Vor- zu Feinvakuummessung; mit Hilfe dieser Informationsquelle wurde eine automatische Abschaltung für den Fall von Vakuumverlust

gebaut um ein unbeaufsichtigtes Betreiben der Anlage zu ermöglichen; außerdem wurde zur optimalen Ausnützung auch der Nachtzeiten auch noch eine Zeitschaltung eingebaut.

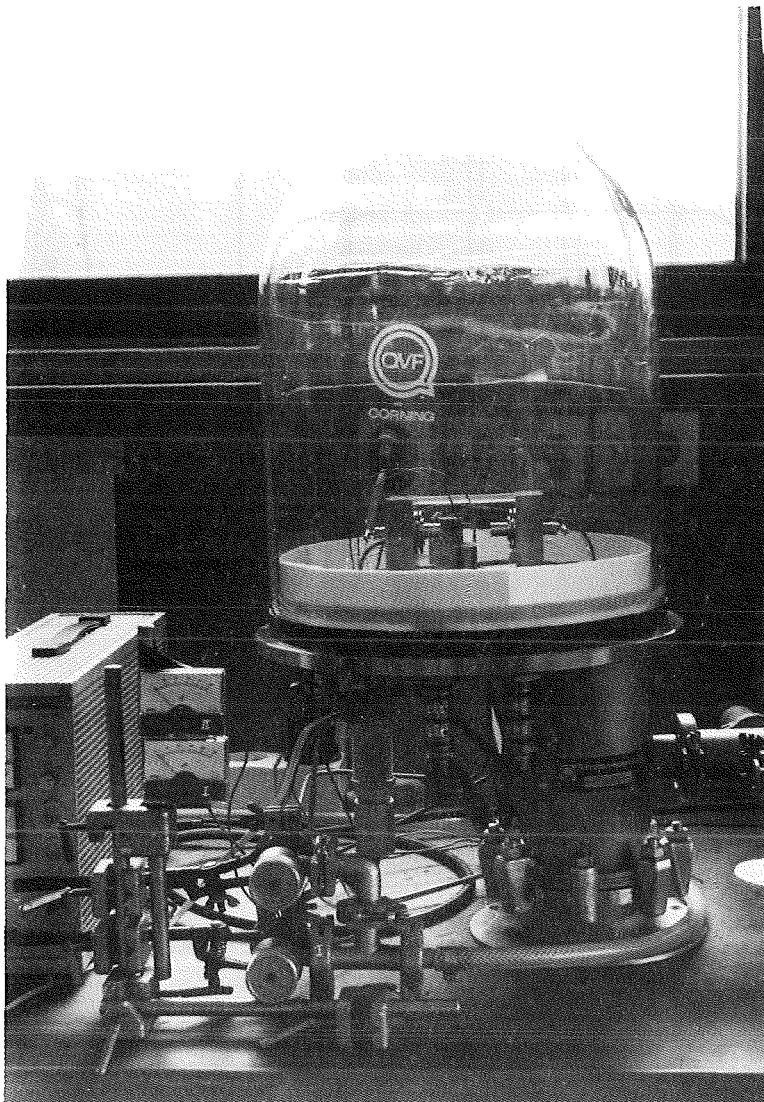


Abb. A.6 Vorderansicht des Vakuumbehälters. Die Glasglocke auf dem Rezipiententeller ist innen mit einem Kunststoffstreifen gegen Beschädigung beim Abnehmen geschützt. Im Vordergrund sind die Regelventile der Gaszufuhr und die Monitor-Amperemeter zu erkennen. Im Betrieb ist die Glasglocke noch von einem Metallgitterzylinder umgeben, der im Fall einer Implosion als Splitterschutz dienen soll. (Das Bild zeigt noch die erste Ausführung der Zuleitungen mit Druckluftschläuchen.)

Zur Verdeutlichung des prinzipiellen Aufbaus und der Zusammenhänge der verschiedenen Versorgungsleitungen in den Vakuumbehälter dient das folgende Leitungsschema. Der Vakuumbehälter ist durch das dickgezeichnete Quadrat dargestellt. (Der Rezipiententeller liegt an Masse.)

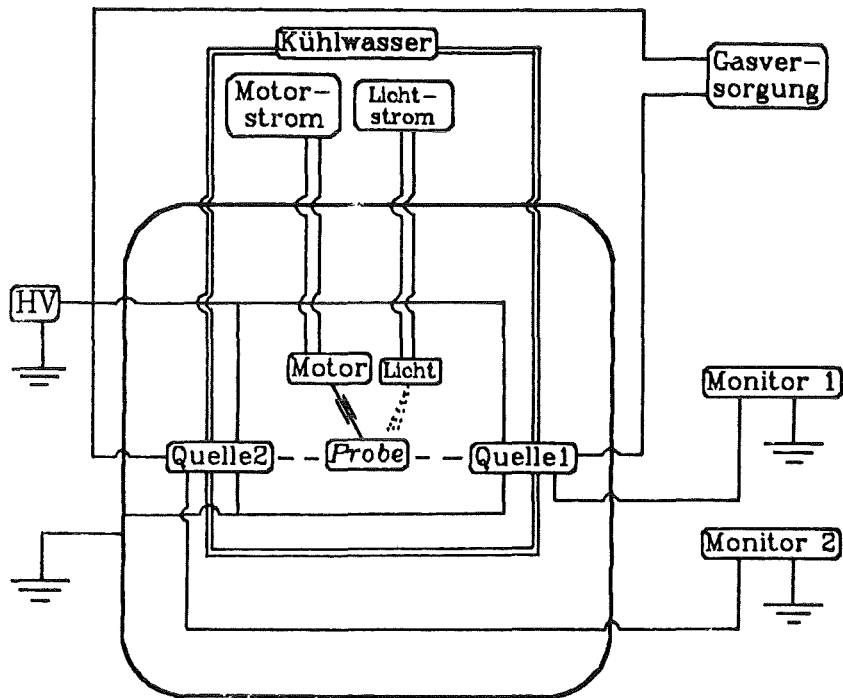


Abb. A.7 Leitungsschema der Anlage

A. d Aufbau der Ionenquelle

Das folgende Bild zeigt einen Schnitt durch die Sattelfeld-Ionenquelle. Die Betriebsspannung liegt über eine im Bild nicht gezeigte isolierte Schraube an der in keramischen Isolatoren montierten Mittelanode. Im Zusammenhang mit den Ergebnissen der Erprobung (Kap. 4.1) ist der unterschiedliche Abstand von Frontkathode (in der Zeichnung oben) und Monitorkathode sowie die unterschiedlichen Bohrungsdurchmesser interessant. Daraus ist der Unterschied zwischen Monitor- und Targetstrom zu erklären.

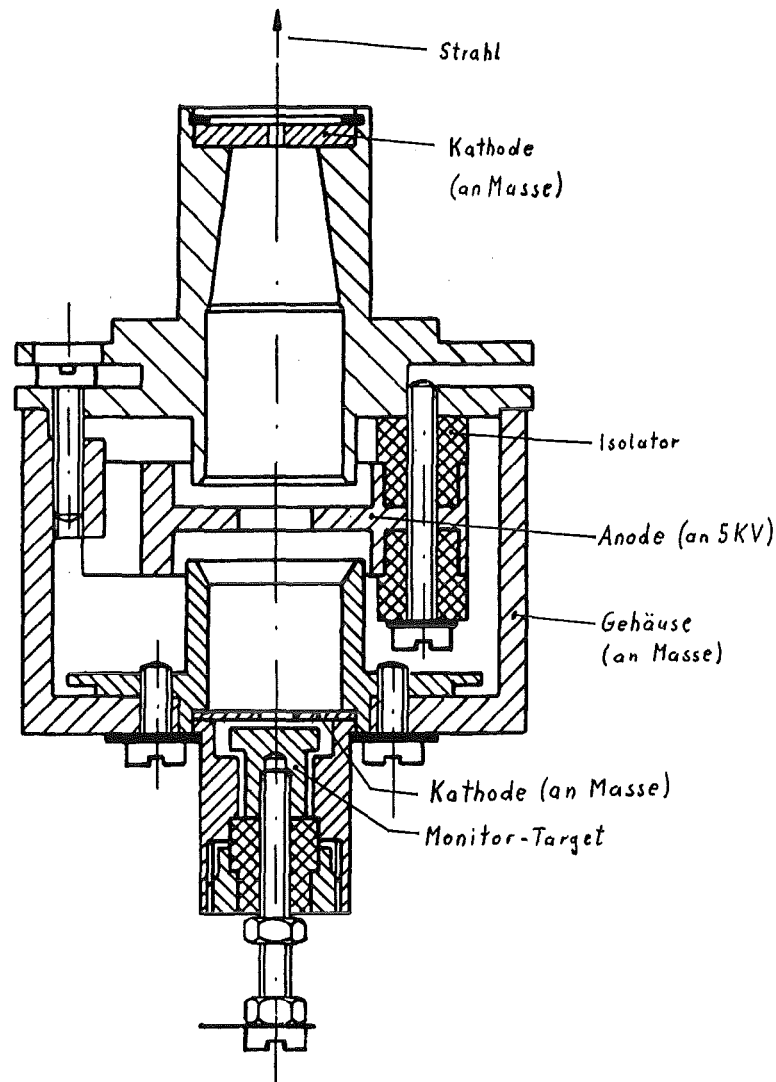


Abb. A.8 Schnittbild der Sattelfeldquelle (Maßstab 2:1). Gas- und Hochspannungsanschlüsse sind außerhalb der Schnittebene; Strahlrichtung nach oben; an der unteren isolierten Schraube wird der Monitorstrom abgenommen.

A. e Funktionsparameter und Betriebsverhalten der verwendeten Quellen

Die hier verwendeten Ionenquellen können im Bereich von 3 - 6 KV Beschleunigungsspannung betrieben werden. Die untere Grenze wird durch den Übergangspunkt vom Normalmodus in den 'wide mode' bestimmt. Versucht man bei weniger als 3 KV einen Ionenstrom von 2 μA zu erreichen, so muß der Gasdruck in der Quelle dermaßen erhöht werden, daß die Quelle in eine ungerichtete Glimmentladung mit kurzschlußähnlichem Stromfluß übergeht. Dieser Zustand ist aus Verschleißgründen unbedingt zu vermeiden. Bei kleineren Ionenströmen ist ein Betrieb auch noch bei 2 KV möglich; in die folgende Untersuchung wurden jedoch keine Spannungen

unter 3 KV eingeschlossen, da bei geringeren Ionenströmen die Dünnungsraten entsprechend sinken und diese Betriebszustände demgemäß wenig praxisgerecht sind. Die obere Grenze der Betriebsspannung wird vom verwendeten Netzgerät diktiert; oberhalb 5 - 6 KV wächst auch die Gefahr der Implantation von Argonionen (vgl. <SAT-89> <FRA-78a>).

Es ist sehr vorteilhaft und ab einer Leistung von etwa 10 W pro Quelle absolut notwendig, die Quellen mit Wasser zu kühlen, da bei steigender Temperatur der dem auf das Target einfallenden Ionenstrom proportionale Monitorstrom sinkt, was auf eine nachlassende Dünnungsrate schließen läßt, und der Verschleiß sowie die Gefahr eines Ausfalls durch Kurzschluß an den keramischen Isolatoren steigt (vgl. <FIT-81>).

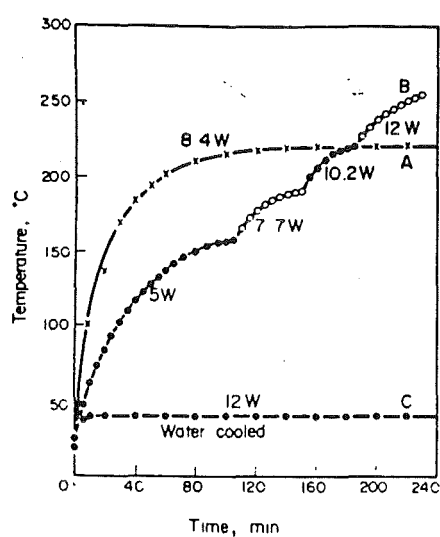


Abb. A.9 Kathodentemperatur über der Zeit: (a) bei konstant 8 W, (b) bei Leistungssteigerung von 5 bis 12 W, (c) bei konstant 12 W mit Wasserkühlung

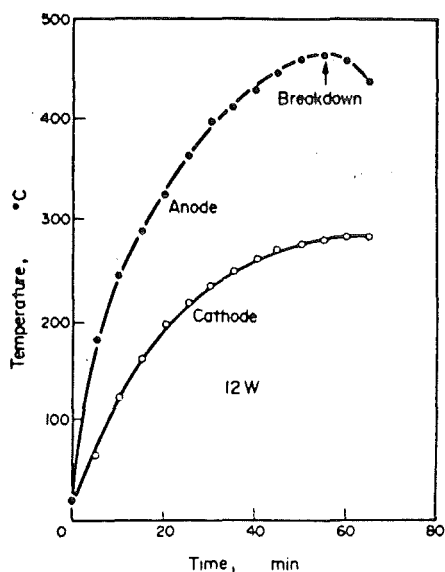


Abb. A.10 Kathoden- und Anodentemperatur bei 12 W Leistung und schlechter Wärmeableitung (<FIT-81>)

Um die beiden Ionenquellen der Vorrichtung im Betrieb mit gleicher Leistung fahren zu können, ist es wichtig, das Verhältnis zwischen dem Quellenstrom, dem Monitorstrom und dem tatsächlich am Target ankommenden Ionenstrom zu kennen. Dazu wurden einige einfache Versuche durchgeführt, bei denen zwei statt des Targets mitten zwischen den Quellen aufgehängte Kupferbleche mit zwei weiteren Amperemetern verbunden waren. Die auf den nächsten Seiten folgenden Graphiken zeigen den Zusammenhang zwischen Betriebsspannung und -strom und den Monitor- und Targetströmen sowie das Anfahrverhalten für eine Quelle mit 12 und eine Quelle mit etwa 45 Betriebsstunden zu Beginn der Versuche und entsprechend abgenutzten Kathoden und Monitorplättchen.

Der Targetstrom ist dabei immer um mehr als eine Größenordnung kleiner als der Monitorstrom. Das liegt einerseits an der kleineren Öffnung der Frontkathode (vgl Kap. 3.2), hängt aber auch mit dem größeren Neutralteilchenanteil im Strahl zusammen. (Franks <FRA-78> schlägt eine Rekombination der Ionen auf dem (längeren!) Weg zur Frontkathode mit Sekundärelektronen von den Seiten der Blende als Mechanismus der Bildung von Neutralteilchen vor.) Die folgende Darstellung aus <FRA-78> zeigt diesen Anteil in Abhängigkeit von der Betriebsspannung für eine vergleichbare Sattelfeldquelle. Der äquivalente Neutralteilchenstrom wurde über die Erzeugung von Sekundärelektronen am Target bestimmt. Der Neutralteilchenanteil sinkt mit wachsender Betriebsspannung.

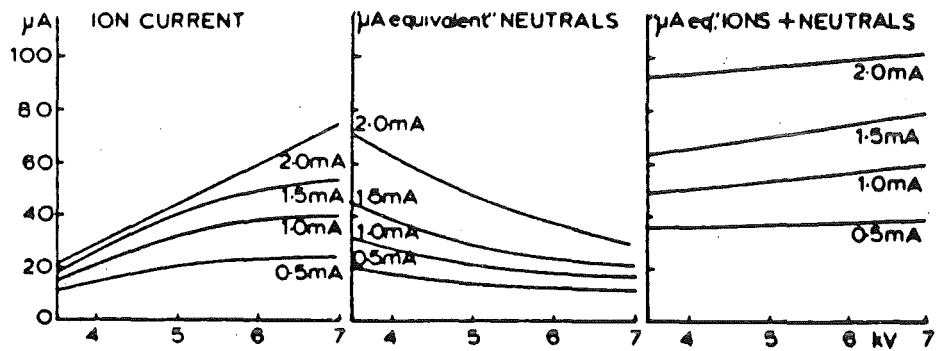


Abb. A.11 Ionen- und Neutralteilchenanteil im Strahl bei verschiedenen Quellenströmen und -spannungen (<FRA-78>)

Grundsätzlich ist bei allen drei der folgenden Vergleiche zu erkennen, daß die neuere Quelle bei gleichem Leistungseingang höhere Ausgangsströme sowohl am Monitor wie auch am Target bringt. Das hängt wahrscheinlich damit zusammen, daß die Anode der älteren Quelle bereits eine Überholung nach der anfänglich besonders starken Abnutzung durch Sputtereffekte hinter sich hat.

Die erste Graphik zeigt den Verlauf von Monitor- und Targetstrom für die beiden Quellen bei Betriebsspannungen von 3 - 6 kV und konstant 2 mA Stromaufnahme. Während der Targetstrom in etwa linear ansteigt, erreicht der Monitorstrom bei 5,5 kV ein Maximum.

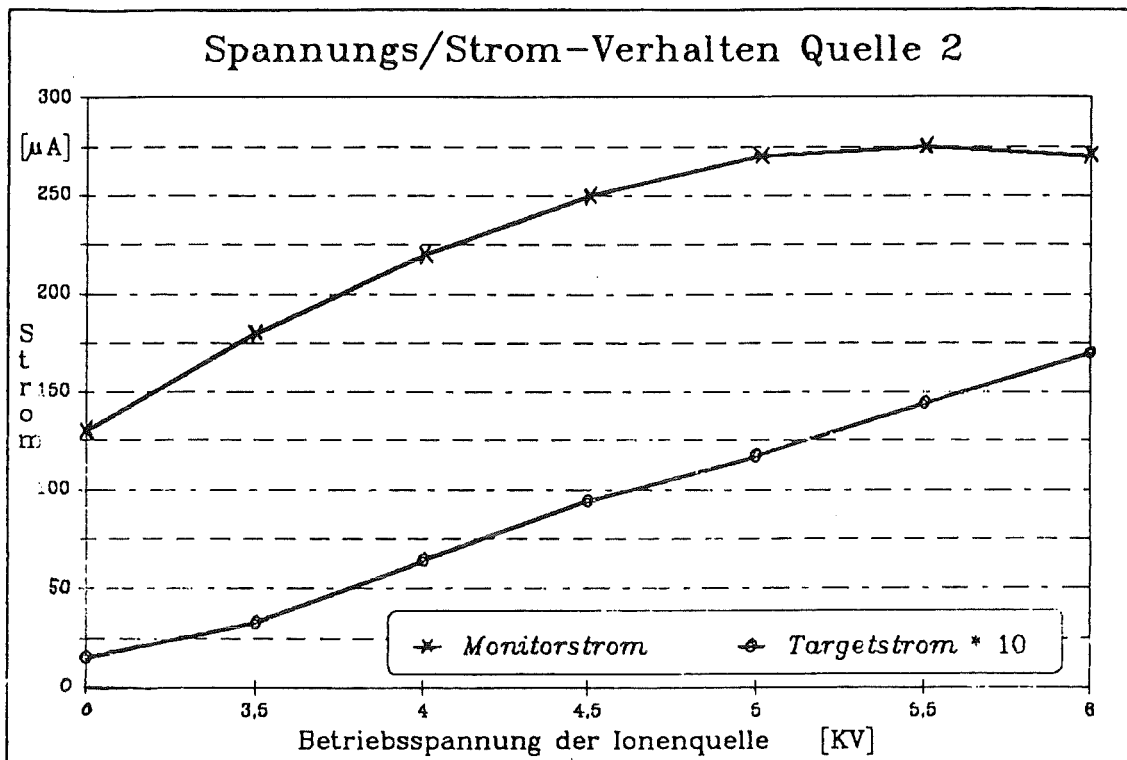


Abb. A.12 Ionenströme über der Betriebsspannung der Quelle 2 bei 2mA Quellenstrom

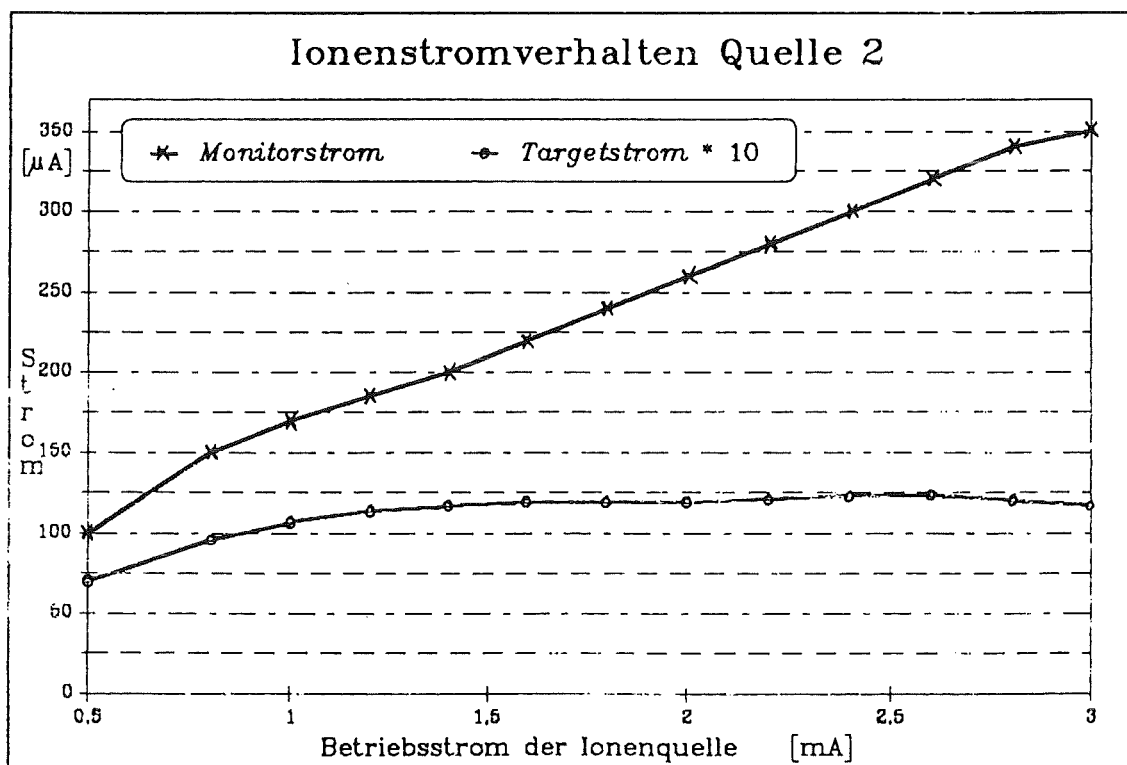


Abb. A.13 Ionenströme über dem Quellenstrom der Quelle 2 bei 5 KV

Beim nächsten Versuch wurde bei konstanter Betriebsspannung von 5 KV der Quellenstrom zwischen 0,5 und 3 mA variiert. Während hierbei der Monitorstrom proportional ansteigt, zeigt der Targetstrom ein Maximum zwischen 2 und 2,5 mA. Eine Erhöhung der Stromaufnahme über 2 mA bringt demnach, wie auch Abb. 4.3 zeigt, nur noch einen Zuwachs an Neutralteilchen im Strahl; am Monitor kommen dagegen immer noch mehr Ionen an.

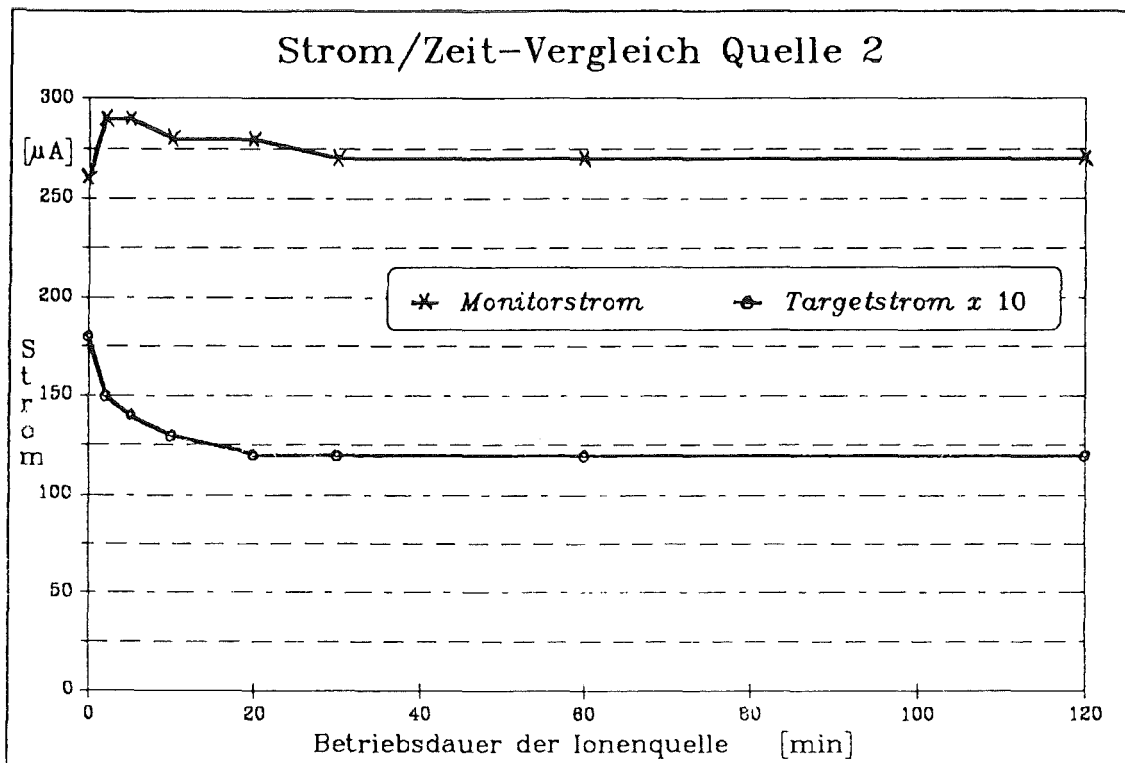


Abb. A.14 Ionenströme über der Zeit bei konstant 5 KV, 2 mA, Quelle 2

Der dritte Vergleich zeigt den Verlauf von Monitor- und Targetstrom beim Anfahren der Apparatur. Es ist ein Einschwingvorgang wohl aufgrund der ansteigenden Temperatur zu erkennen, der nach spätestens einer Stunde abgeschlossen ist.

Anhang B Berechnung der Sputterrate

Nach Sigmund <SIG-69> ist die Sputterrate

$$S(E) = \Gamma * \alpha * N_T * S_n(E) \quad (B.1)$$

Dabei sind

$$\Gamma = 0,042 / (N_T * U_0 * \text{\AA}^2) \quad (\text{Materialfaktor}) \quad (B.2)$$

$$\alpha = 0,9 \quad (\text{Massenfaktor})$$

$$N_T = 10,9 * 10^{22} \text{ cm}^{-3} \quad (\text{Targetdichte von Al}_2\text{O}_3)$$

$$U_0 = 3 \text{ eV} \quad (\text{durchschnittliche Bindungsenergie})$$

$$E = 200 \text{ KeV} \quad (\text{Ionenenergie})$$

und

$$S_n(E) = [1 / (1-m)] * C * \delta^{1-m} * E^{1-2m} \quad (B.3)$$

mit

$$m = 0,5 \quad (\text{Potentialfaktor})$$

$$\delta = 4 * M_1 * M_2 / (M_1 + M_2)^2 \quad (\text{elastischer Stoß, maximale übertragbare Energie}) \quad (B.4)$$

$$C = \frac{1}{2} * \pi * \lambda_m * a_{12}^2 * (M_1 / M_2)^m * (2 * Z_1 * Z_2 * e^2 / a_{12})^{2m} \quad (B.5)$$

mit

$$\lambda_m = \lambda_{1/2} = 0,327 \quad (\text{dimensionslose Konstante})$$

$$a_{12} = a_0 / (Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{1/2} \quad (\text{Thomas-Fermi-Radius nach <BOH-41>, <ZIE-85>}) \quad (B.6)$$

$$a_0 = 0,59 \text{ \AA} \quad (\text{Bohr-Radius})$$

$$Z_2 = 10 \quad (\text{Target-Ordnungszahl})$$

$$(\text{=} 1/2 * (14+6) \text{ f\u00fcr SiC bzw. } 1/5 * (2 * 13+3 * 8) \text{ f\u00fcr Al}_2\text{O}_3$$

$$\text{bzw. } 1/7 * (12+2 * 13+4 * 8) \text{ f\u00fcr MgAl}_2\text{O}_4)$$

$$e = 1,602 * 10^{-19} \text{ C} \quad (\text{Elementarladung})$$

Einsetzen der Zahlenwerte ergibt:

$$\text{aus (B.6) : } a_{12} = 0,236 \text{ \AA} = 2,36 * 10^{-11} \text{ m ,}$$

$$\text{aus (B.5) : } C = \pi * \lambda_m * a_{12} * 0,445 * Z_1 * Z_2 * e^2 = 5,01 * 10^{-38} \text{ Jm}^2 \text{ (}^1\text{) ,}$$

$$\text{aus (B.4) : } \delta = 0,55 \text{ (mit } M_1 = 4 \text{ , } M_2 = 20 \text{ f\u00fcr SiC bzw. } M_2 = 20,4 \text{ f\u00fcr Al}_2\text{O}_3$$

$$\text{bzw. } M_2 = 20,3 \text{ f\u00fcr MgAl}_2\text{O}_4)$$

$$\text{aus (B.3) : } S_n = 2 * C * \delta^{1/2} = 7,42 * 10^{-38} \text{ Jm}^2 \text{ ,}$$

und schlie\u00dflich aus (B.1) und (B.2):

die Sputterraten f\u00fcr Al₂O₃ und 200 KeV He⁺-Ionen:

$$S_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 0,58 \text{ .}$$

Dies entspricht in etwa den gemessenen Werten (s. u.). Vergleichbare Literaturwerte mit der selben Ionenenergie liegen nicht vor.

Die Sputterraten von SiC und MgAl₂O₄ werden entsprechend berechnet; da (s. o.) die Ordnungszahlen gleich und die Massenzahlen fast gleich sind, liegt der einzige Unterschied in der Bindungsenergie; die Targetdichte k\u00fcrzt sich zwischen (B.1) und (B.2) raus. Da jedoch keine Literaturwerte f\u00fcr die Oberfl\u00e4chenbindungsenergien von SiC bzw. MgAl₂O₄ zu finden sind, wurden deren Sputterraten nicht berechnet.

¹ Da der Autor dieser Ver\u00f6ffentlichung seine Gleichungen im elektrostatischen (Gauss'schen) Ma\u00dfsystem notiert hat, das in der Quantenmechanik nach wie vor gebraucht wird, mu\u00df \u00fcberall e² durch e² / (4 * \pi * \epsilon₀) mit \epsilon₀ = 8,8 * 10⁻¹² As/Vm ersetzt werden. (siehe <POH-64>)

Anhang C Abtragsraten der Ionendünnung

Die Abtragsrate der Ionendünnung ist leider in großem Maß vom Zustand und der Betriebsdauer der verwendeten Ionenquelle abhängig (vgl. auch Kap.2, Anhang A). Sowohl mit zunehmender Zeit seit der jeweils letzten Wartung als auch mit zunehmender Gesamtbetriebsdauer nimmt die Abtragsrate - gemessen in μm / Stunde Dünnzeit - ab. Dabei sind Schwankungen der Abtragsleistung bis zu 300% beobachtet worden. Es ist daher sehr empfehlenswert, die Abtragsrate regelmäßig zu überprüfen.

Eine weitere mögliche Fehlerursache ist die Abschattung der schräg einfallenden Ionen der Dünnung durch das Kupfernetzchen. Es ergeben sich dadurch in einer theoretisch bis auf die geschädigte Zone gedünnten Probe Partien mit geringerem Abtrag bis hin zu beinahe Null dicht neben den Netzchenstegen.

Die Kontrollen der Abtragsrate wurden anfangs mit besonders glatt polierten Flachproben vorgenommen; der Schatten des Rands des Probenhalters bildet hierbei eine auswertbare Kante für die Interferenzmikroskopie. Später wurde vor die Proben noch ein Kupfernetzchen derselben Maschenweite wie auf der Vorderseite der bestrahlten Proben (100 Maschen / Zoll) eingelegt. In dieser realistischeren Untersuchung wird die Abschattung auch der meistgedünnten Fläche durch die Stege des Kupfernetzchens berücksichtigt. Die ungedünnte Fläche direkt unter den Stegen dient als Normal für die Interferenzmikroskopie. Die folgende Abbildung C.1 zeigt eine solche Kontrollprobe. Die Auswertung der Interferenzstreifen ergibt hier einen Abtrag von maximal etwa $1,2 \mu\text{m}$.

Eine Schädigung der Proben durch die Ionendünnung, also zusätzliche Strahlenschäden in Form von Einzeldefekten oder Amorphisation konnte nicht beobachtet werden. Unbestrahlte Kontrollproben zeigten keine systematischen Bestrahlungseffekte.

Anfangs aufgetretene Artefakte infolge aufgesputterten Kupfers (vgl. Kap. 2) aus den Halte-netzchen konnten durch sorgfältige Prozeßführung vermieden werden.

Exemplarische Ergebnisse von Abtragsversuchen sind in Tabelle C.1 zusammengefaßt:

Die Abtragskontrollen wurden anfangs mit verschiedenen Keramiken, später nur noch mit SiC durchgeführt; der Abtrag von Al_2O_3 wurde hochgerechnet. Alle Zieldünnungen und Kontrollen wurden mit derselben Ionenquelle (Nr. 1) durchgeführt.

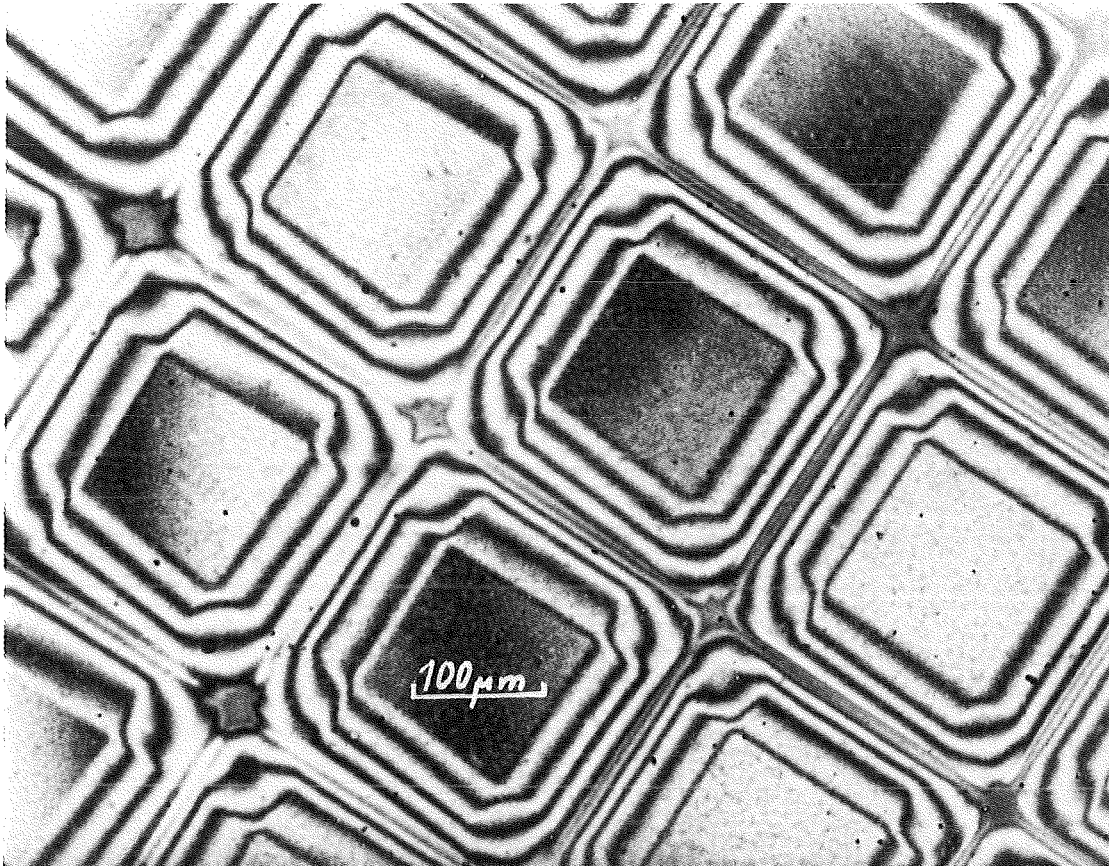


Abb. C.1 Interferenzmikroskopische Aufnahme einer SiC-Probe nach 30 min Dünnung mit Kupfernetzchen

Material	Dünnzeit	Quellenzustand	Abtrag	Abtrag/h
SiC	1h	vor Wartung	0,6μm	0,6μm
SiC	30'	vor Wartung	0,4μm	0,8μm
SiC	30'	nach Wartung	1,2μm	2,4μm
Al ₂ O ₃	2h	vor Wartung	1,0μm	0,5μm
Al ₂ O ₃	1h	vor Wartung	0,4μm	0,4μm

Tabelle C.1 Abtragsraten der Ionendünnung