

ПРОФИЛИ ДЕФЕКТОВ, РАСПРЕДЕЛЕНИЕ И МЕСТОПОЛОЖЕНИЕ ГЕЛИЯ, АРГОНА, КРИПТОНА И КСЕНОНА, ИОННО-ИМПЛАНТИРОВАННЫХ В НИКЕЛЬ

*Г.Д. Толстоуцкая, И.Е. Копанец, И.М. Неклюдов, И.Г. Марченко
НИЦ «Харьковский физико-технический институт», г. Харьков, Украина*

Методами каналирования и математического моделирования исследованы профили распределения нарушений, создаваемых в Ni при облучении ионами He⁺, Ar⁺, Kr⁺, Xe⁺ с энергией 0.2...1 МэВ в интервале доз $1 \cdot 10^{15} \dots 1 \cdot 10^{17}$ см⁻². Определены местоположение имплантированных атомов Хе в решетке монокристалла Ni, их взаимодействие с радиационными дефектами, кинетика образования примесных комплексов и их конфигурация.

Радиационная стойкость материалов определяется степенью дефектности кристаллической решетки и эволюцией дефектной структуры в процессе облучения. Основную роль во всех явлениях радиационной повреждаемости, создаваемой нейтронами, играют смещения атомов кристаллической решетки за счет процессов упругого или неупругого взаимодействия налетающих частиц с атомом мишени.

В 80-е годы, наряду с реакторными испытаниями, для понимания физической природы первичных процессов радиационной повреждаемости материалов получили распространение имитационные исследования с применением широкого спектра облучающих частиц, имеющих различные характеристики (массу, энергию и т. д.). Общепринятым считается, что облучение тяжелыми ионами создает повреждения, подобные тем, что наблюдаются при воздействии на материал нейтронов с энергией 14 МэВ [1]. Однако при таком облучении не учитывается роль гелия и водорода, возникающих при ядерных (n,α), (n,p)-реакциях. Моделирование одновременного воздействия создаваемых повреждений и трансмутантных газов гелия и водорода достигается при облучении на ускорителях с двойными и тройными пучками, а также на одиночных ускорителях с использованием тяжелых ионов металлов и инертных газов разной массы и заряда. Для адекватного отображения в имитационных экспериментах радиационной повреждаемости, создаваемой при нейтронном воздействии, необходимы знания о распределении по глубине повреждений, профилях распределения имплантированных частиц, местоположении примесных атомов и собственных дефектов в элементарной ячейке кристалла.

Резерфордовское обратное рассеяние в сочетании с каналированием (РОРКИ) обладает уникальными возможностями для изучения совершенства структуры кристаллов, дефектообразования, типов и количества дефектов, их пространственного распределения в приповерхностных слоях, локализации в элементарной ячейке атома примеси и дефектов.

В настоящей работе метод РОРКИ применен для исследования радиационных повреждений,

создаваемых в Ni при облучении ионами He⁺, Ar⁺, Kr⁺, Xe⁺ с энергией 0.2...1 МэВ. Целью работы являлось детальное исследование профилей распределения повреждений и внедренных примесей при облучении мишеней в широком интервале доз и энергий частиц. Интерес к таким исследованиям связан с потребностью в экспериментальных данных о поведении тяжелых легирующих примесей и продуктов реакции деления в решетке аустенитных нержавеющей сталей. Учитывая, что никель широко используется как модельный материал для изучения нержавеющей стали, система Ni+примесь (He, Ar, Kr, Xe) в первом приближении может служить представительным объектом исследований при решении указанной задачи.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Для исследования брали образцы монокристаллического никеля чистотой 99.999. Состав и концентрация примесей в образцах следующие, ат. %: К - $1 \cdot 10^{-5}$, Mg, As, Cu, Co, Mn, В - $<1 \cdot 10^{-5}$; Ca, Si - $<1 \cdot 10^{-4}$, Ba, Al, Cr, Bi, Fe - $<3 \cdot 10^{-5}$.

Образцы в виде дисков диаметром 7 мм, вырезанных электроискровым способом перпендикулярно направлению $\langle 110 \rangle$, после механической полировки подвергали электролитическому травлению по стандартной методике [2]. О совершенстве исходных кристаллов никеля свидетельствовал тот факт, что выход обратно рассеянных частиц при совпадении ориентации одной из кристаллографических осей с направлением зондирующего пучка составлял лишь 3% от выхода для неориентированного кристалла.

Облучение ионами He⁺, Ar⁺, Kr⁺, Xe⁺ и исследование образцов методом резерфордовского обратного рассеяния каналированных частиц проводили на электростатическом ускорителе ЭСУ-2 МэВ [3]. Для подавления эффекта каналирования при внедрении ионов He⁺, Ar⁺, Kr⁺, Xe⁺ образцы наклоняли под углом $\sim 7^\circ$ к оси $\langle 110 \rangle$. Температуру образца во время облучения поддерживали равной примерно 300 К. Плотность тока составляла 0,3...0,5 мкА/см². Обратное рассеяние измеряли поверхностно-барьерным детектором, находящимся

под углом 157° по отношению к направлению падающего пучка. Энергетическое разрешение спектрометрического тракта составляло 23 кэВ. Для калибровки энергии частиц, падающих в мишенную камеру, использовали ядерную реакцию $^{10}\text{B}(\alpha, p)$ с резонансом при энергии α -частиц 1507 кэВ. Вращение кристаллов в трех взаимно перпендикулярных направлениях производили гониометром при шаге сканирования 0.03° . Исследования энергетических и угловых зависимостей обратного рассеяния для кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ как в исходном, так и в облученном состоянии (для каждой дозы облучения), были выполнены на образцах, вырезанных из одного монокристалла. Для сканирования вдоль осей $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ гониометрический столик дополняли специальными подставками, обеспечивающими необходимый угол наклона мишени по отношению к пучку. Подробно методика эксперимента изложена в [2].

Микроструктура облученных образцов исследована на электронном микроскопе ЭМВ-100Л.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Количество, тип и пространственное распределение дефектов, создаваемых в Ni при облучении пучками ионов He^+ , Ar^+ , Kr^+ , Xe^+ с энергией 0.2...1 МэВ, исследованы в интервале доз облучения $1 \cdot 10^{15} \dots 2 \cdot 10^{17} \text{см}^{-2}$. Во всем изученном интервале для каждого из трех направлений ($\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$) получены энергетические зависимости выхода обратно рассеянных ионов гелия (спектры обратного рассеяния) (рис. 1). Переход от номера канала на спектрах ОР к шкале энергий осуществляли, используя градуировочную кривую энергетической шкалы анализатора импульсов.

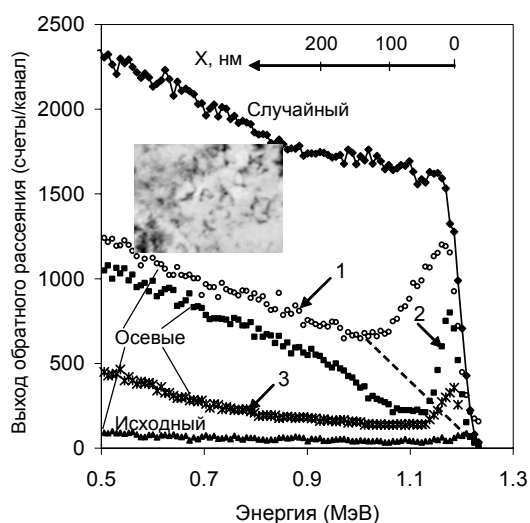


Рис. 1. Спектры (случайный и осевые) обратного рассеяния ионов He^+ с энергией 1,6 МэВ в кристалле Ni $\langle 110 \rangle$ исходном и имплантированном ионами Kr^+ (300 кэВ) (1) и Ar^+ (300 кэВ) (2) и 1 МэВ (3) до дозы $5 \cdot 10^{16} \text{см}^{-2}$ при комнатной температуре

Общей особенностью, характерной практически для всех спектров, измеренных в условиях осевого каналирования, является наличие пиков в приповерхностной области и повышение в несколько раз выхода обратного рассеяния по сравнению с исходным необлученным кристаллом (см. рис.1). При исследовании поврежденных структуры кристаллов методом РОРКИ рассматривают две группы дефектов: дефекты блокирующего типа (точечные дефекты, их скопления) и дефекты протяженного типа (дислокации, дефекты упаковки, пузырьки и т.д.), которые при взаимодействии с анализирующим пучком вызывают в основном деканалирование частиц.

Таким образом, пики на спектрах обусловлены прямым рассеянием ионов He^+ на атомах никеля, смещенных из узлов решетки, а повышение выхода обратного рассеяния во всем диапазоне энергий – деканалированием анализирующих ионов гелия на протяженных дефектах. Высота и ширина приповерхностного пика, величина выхода деканалирующих частиц и глубина, с которой они начинают деканалировать, зависят от массы и энергии бомбардирующих ионов. Так, наибольший поверхностный пик наблюдается при облучении ионами криптона, а наименьшее деканалирование – для ионов аргона с энергией 1 МэВ (см. рис. 1).

Для одного сорта частиц и при одинаковой энергии имплантации вид спектров обратного рассеяния зависит от дозы облучения. Для ионов ксенона при изменении дозы на порядок с $2.5 \cdot 10^{15}$ до $2.5 \cdot 10^{16} \text{см}^{-2}$ площадь под пиком вырастает в три раза, а деканалирование – в ~ 5 раз (рис. 2).

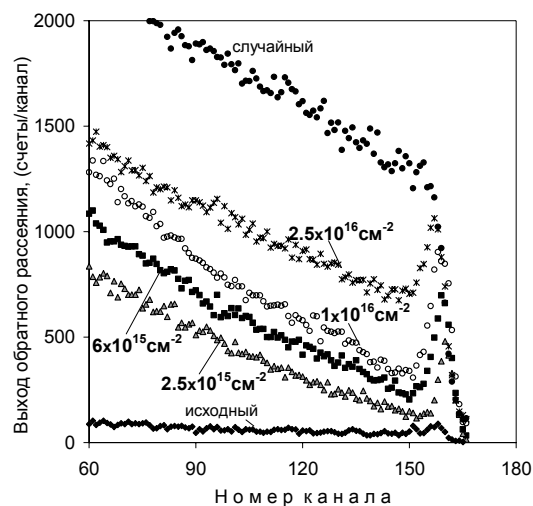


Рис. 2. Спектры обратного рассеяния в кристалле Ni $\langle 110 \rangle$, имплантированном ионами Xe^+ с энергией 630 кэВ при комнатной температуре

Скорость изменения деканалирования по мере удаления от поверхности остается примерно одинаковой для всего исследованного интервала доз облучения (выходы ОР практически параллельны друг другу), но существенно большей по сравнению с исходным кристаллом.

Аналогичная ситуация наблюдается при облучении ионами криптона с энергией 300 кэВ (рис. 3). При изменении дозы облучения от $1 \cdot 10^{15}$ до $5 \cdot 10^{16}$ см^{-2} наблюдается возрастание уровня деканалирования. Однако при дозе $\sim 5 \cdot 10^{16}$ см^{-2} и выше уровень деканалирования выходит на насыщение. В то же время высота и ширина поверхностного пика увеличиваются по мере роста дозы облучения. При дозе $9 \cdot 10^{16}$ см^{-2} выход ОР в приповерхностном пике достигает уровня сигнала, полученного для неориентированного кристалла, а в случайном спектре при этом происходит снижение выхода ОР в районе 130...150 каналов (см. рис. 3).

Увеличение высоты пика вплоть до случайного спектра и его уширение при неизменном уровне деканалирования за поврежденным слоем свидетельствует о полном разрушении (или разупорядочении) структуры в приповерхностной области [4]. Для полупроводников это сопровождается аморфизацией, а для металлов чаще всего – переходом от монокристаллической структуры к поликристаллической, как это наблюдалось при электронографических исследованиях в настоящей работе. Снижение выхода ОР в районе 130...150 каналов (случайный спектр) связано с обеднением слоя атомами никеля при имплантации криптона до большой концентрации.

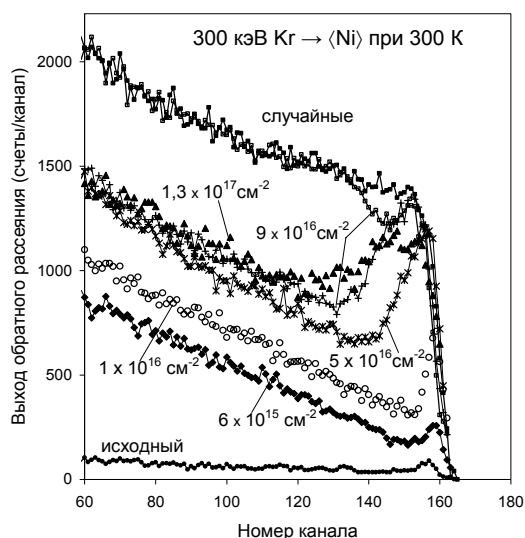


Рис. 3. Спектры обратного рассеяния (случайные и осевые) в кристалле Ni (110), имплантированном ионами Kr^+ с энергией 300 кэВ

Увеличение высоты пика на осевых спектрах связано определенным образом с количеством дефектов, а изменение энергетической ширины сигнала с величиной поврежденного слоя. Применение метода обратного рассеяния для определения пространственного распределения примесей и дефектов (профиль распределения дефектов и имплантированных частиц) основано на возможности регистрировать разницу в энергии частиц, рассеянных от атомов, которые находятся на поверхности и на некоторой глубине. Используя известные табличные данные по энергетическим потерям частиц с изменяющейся в общем случае

энергией в материале данной мишени, можно рассчитать глубину, которой соответствует разница в энергии сигналов на спектре обратного рассеяния. В [5] показано, что при анализе кристаллических мишеней с использованием каналирования следует иметь в виду, что потери энергии каналирующих частиц в совершенных кристаллах могут быть в 1,5-3 раза меньше, чем в неориентированных мишенях. Этот факт является весьма важным при конвертировании шкалы энергии в шкалу глубин. Вместе с тем при анализе слоев поврежденных кристаллов этот эффект ослабляется, так как значительная часть анализирующих ионов при прохождении поврежденной области приобретает достаточную поперечную энергию для того, чтобы деканалировать. В настоящей работе при переходе к шкале глубин использовали потери энергии анализирующих ионов, движущихся в неориентированных мишенях.

На рис. 4 в качестве примера приведены профили распределения повреждений, созданных в никеле при облучении ионами криптона с энергией 300 кэВ. Профили получены по методике [6] в приближении однократного рассеяния при анализе пиков в области 120...160 каналов на осевых спектрах (см. рис. 3). На рис. 4 для сравнения с экспериментально измеренными профилями приведен профиль повреждений, полученный с помощью программы SRIM 2003 [7].

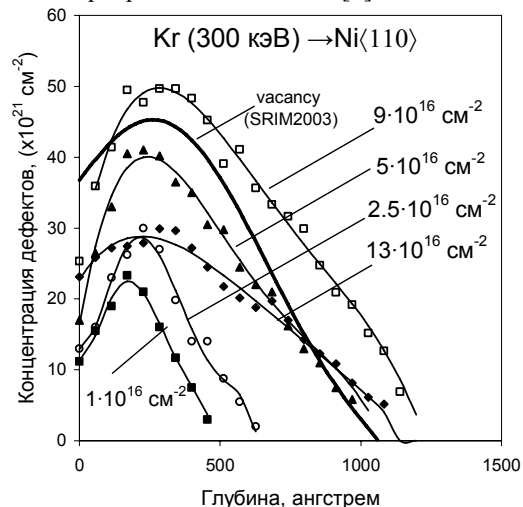


Рис. 4. Профили повреждений, созданных в никеле при облучении ионами криптона с энергией 300 кэВ до доз $1 \cdot 10^{16}$... $13 \cdot 10^{16}$ см^{-2} при комнатной температуре

Анализ данных, приведенных на этом рисунке, показывает, что при имплантации в никель ионов криптона с энергией 300 кэВ максимумы экспериментально измеренных профилей дефектов удовлетворительно совпадают с расчетным значением. Полуширина распределения значительно меньше теоретической при дозах облучения менее $5 \cdot 10^{16}$ см^{-2} , хорошо совпадает при дозах $(5 \dots 7) \cdot 10^{16}$ см^{-2} и становится больше при дозах превышающих $\sim 10^{17}$ см^{-2} . Необходимо отметить, что при температуре облучения ~ 300 К от рекомбинации с вакансиями выживают смещенные атомы никеля,

захваченные на примесях или образовавшие малые скопления типа “black dots” [1] (см. вставку на рис. 1).

При облучении ионами аргона и ксенона наблюдается такая же тенденция. Однако интервалы доз, при которых наблюдаются отмеченные выше особенности, имеют разные пределы в зависимости от массы и энергии налетающих частиц.

Данные, полученные для разных условий облучения, могут быть сведены вместе при расчете дозы в единицах смещения на атом (сна) с использованием программы SRIM2003 [7]. На рис. 5 показана дозовая зависимость слоевой концентрации дефектов, создаваемых в никеле при облучении ионами аргона, криптона и ксенона. Слойная концентрация дефектов была рассчитана из интегрального выхода (площадь под пиком) по методике [6]. Вклад деканалирования при этом аппроксимирован прямой линией (см. рис.1, пунктир).

До дозы ~ 40 сна наблюдается линейное нарастание концентрации дефектов. Выше этой дозы кривая выходит на насыщение. На поверхности кристаллов при этом образуются нарушения типа блистеров.

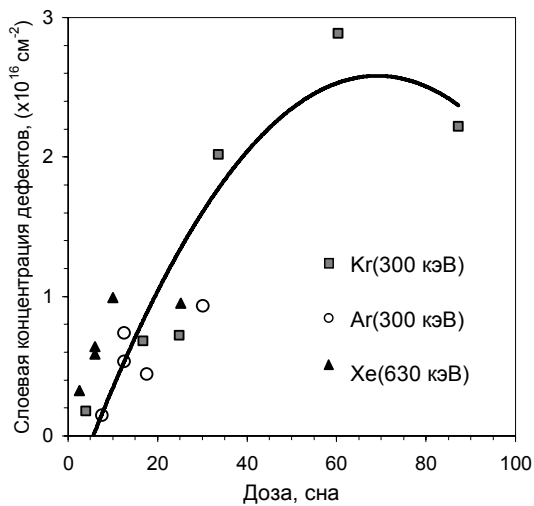


Рис. 5. Зависимость концентрации радиационных нарушений в кристалле Ni, имплантированном ионами Ar, Kr и Xe

Эволюция профилей распределения радиационных дефектов в процессе послеимплантационного отжига была исследована в интервале температур 300...1300 К с шагом 100 К.

На рис. 6 приведены энергетические спектры ионов He, обратно рассеянных от атомов Ni в кристаллах, облученных ионами Xe⁺ при комнатной температуре до дозы $1 \cdot 10^{16}$ см⁻² и отожженных в интервале температур 300...1200 К.

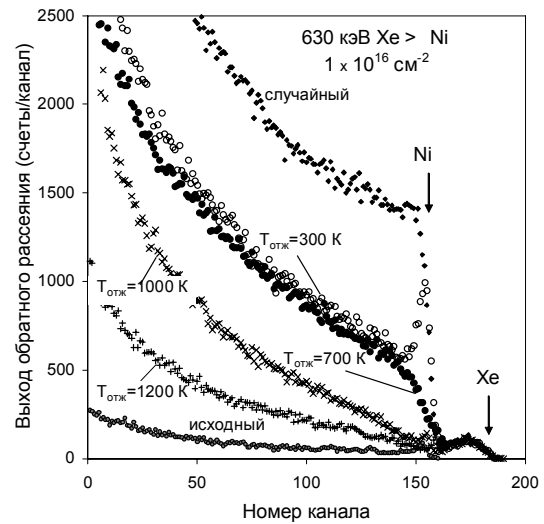


Рис. 6. Спектры обратного рассеяния в кристалле Ni (110), имплантированном ионами Xe⁺ с энергией 630 кэВ до дозы $1 \cdot 10^{16}$ см⁻² при $T_{комн}$ и при постимплантационных отжигах

После отжига облученных образцов начиная с $T_{отж} \sim 700$ К пик от смещенных атомов никеля исчезает, а уровень деканалирования практически не меняется. Снижение уровня деканалирования происходит при более высоких температурах отжига.

В [5, 8] приведена методология расчета спектров обратного рассеяния деканализирующих ионов с целью получения информации о количестве и пространственном распределении протяженных дефектов. Из экспериментальных осевых и случайных спектров извлекают данные о нормированном выходе обратного рассеяния для поврежденного (χ_d) и исходного (χ_v) кристаллов и строят зависимость от глубины параметра деканализирования $F_d = -\ln[1 - \chi_d(t)] / [1 - \chi_v(t)]$ [8].

Полученные в настоящей работе зависимости от глубины параметров деканализирования анализирующих частиц ⁴He на протяженных дефектах, созданных при облучении никеля ионами аргона, криптона и ксенона разной энергии, приведены на рис. 7. Температура облучения в этом случае была комнатная, доза облучения составляла $2,5 \cdot 10^{16}$ см⁻² для ионов ксенона и $5 \cdot 10^{16}$ см⁻² для ионов аргона и криптона.

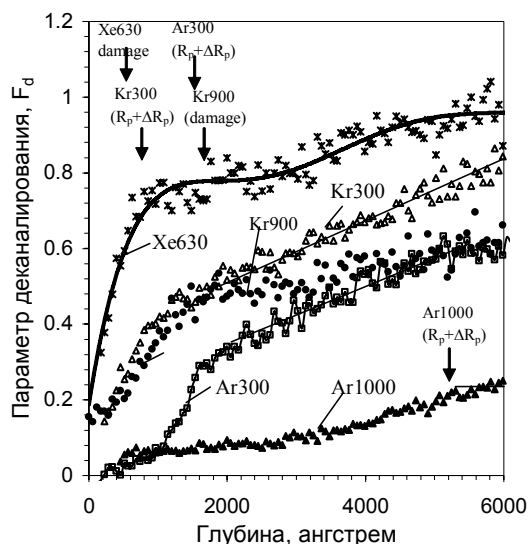


Рис. 7. Зависимость параметра деканализации от глубины

Стрелками на рис. 7 показаны расчетные значения максимумов профилей повреждений (вакансий) и $R_p + \Delta R_p$ (проективный пробег + полуширина распределения), полученные с помощью программы SRIM 2003 для ионов аргона, криптона и ксенона в исследованном интервале энергий.

Параметр деканализации F_d имеет вид функции, нарастающей с увеличением расстояния от поверхности, что свидетельствует о поврежденности кристалла [8]. Величина изменения параметра деканализации зависит от массы и энергии бомбардирующих ионов. Наибольшее изменение (~ в 4 раза) наблюдается для ионов ксенона, наименьшее – для ионов аргона с энергией 1 МэВ – на 25%.

Нарастание параметра деканализации происходит до определенной глубины, далее он или не меняется или наблюдается его слабый рост. Максимальные изменения в F_d происходят на глубинах, которые совпадают с максимумом в профиле повреждений (вакансии SRIM 2003) для ионов Хе с энергией 630 кэВ и Кг с энергией 900 кэВ (см. рис. 7). Для ионов аргона и криптона с энергией 300 кэВ максимальные изменения в параметре деканализации наблюдаются в области глубин соответствующих $R_p + \Delta R_p$. Для ионов аргона с энергией 1000 кэВ изменение F_d наблюдается на глубинах, начиная с 2500 Å (практически максимум профиля повреждений) и до ~5000 Å, что соответствует $R_p + \Delta R_p$.

Зависимость F_d от глубины должна выходить на плато при достижении неповрежденной области кристалла. Наблюдаемое в эксперименте слабое возрастание F_d на глубинах, существенно превышающих $R_p + \Delta R_p$ может означать, что разупорядочение вследствие облучения структуры монокристалла простирается до этих глубин.

Информацию о глубинном распределении протяженных дефектов получают, анализируя скорость изменения параметра деканализации (F_d).

Уровень деканализации в спектре обратного рассеяния и количество дефектов на пути анализирующих частиц связаны следующим образом [5]:

$$-\ln\left(\frac{1-\chi_d(t)}{1-\chi_v(t)}\right) = \lambda \int_0^t n(t) dt, \quad (1)$$

где λ – сечение деканализации дефектов данного типа; $n(t)$ – плотность дефектов на глубине t .

Дифференцируя уравнения (1), получаем распределение по глубине дефектов, приведших к искажению решетки и деканализации анализирующих частиц. Применив эту процедуру к спектрам обратного рассеяния, можно определить глубину поврежденного слоя.

На рис. 8 приведены экспериментальные данные по нормированному выходу ОР для исходного кристалла никеля (χ_v) и облученного ионами гелия с энергией 200 кэВ (χ_d) (фракции деканализации). В качестве анализирующих ионов в данном случае использовали протоны с энергией 1,4 МэВ, позволяющие анализировать образец на глубину до 6 мкм.

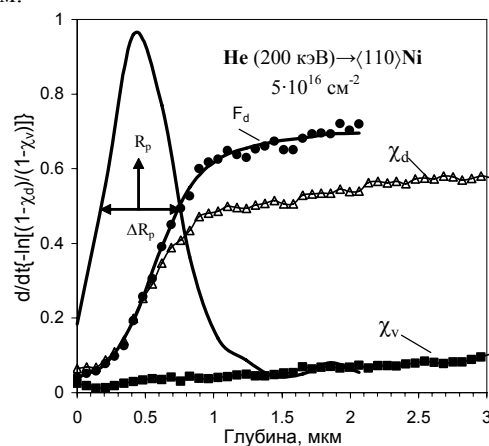


Рис. 8. Зависимость фракции деканализации для исходного кристалла никеля (χ_v) и облученного ионами гелия с энергией 200 кэВ (χ_d) параметра деканализации (F_d) от глубины и профиль повреждений

Выход ОР на глубине до 1 мкм для облученного кристалла увеличивается на порядок по сравнению с исходным образцом. На глубине более 1 мкм зависимости $\chi_v(t)$ и $\chi_d(t)$ идут параллельно друг другу, что свидетельствует об отсутствии радиационных повреждений на этой глубине. На рис. 8 приведены рассчитанный из экспериментальных данных параметр деканализации (F_d) и профиль повреждений, полученный при дифференцировании зависимости $F_d=f(t)$. Профиль повреждений хорошо совпадает с расчетным профилем пробегов для ионов гелия с энергией 200 кэВ в никеле.

Профили повреждений в никеле, облученном при комнатной температуре ионами криптона с энергией 900 кэВ, приведены на рис. 9, а ионами аргона с энергией 300 кэВ – на рис. 10. Для сравнения здесь же показаны рассчитанные с помощью программы SRIM 2003 профили вакансий и распределение пробегов.

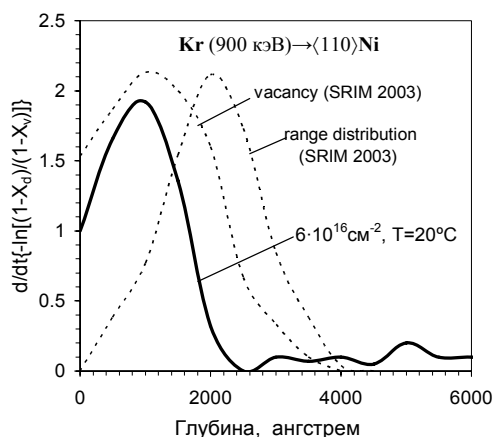


Рис. 9. Профили повреждений в никеле, экспериментальный и рассчитанный с помощью программы SRIM 2003 профиль вакансий и распределение пробегов для ионов криптона с энергией 900 кэВ

Поврежденный слой, созданный облучением ионами криптона с энергией 900 кэВ, распространяется на глубину до 2000 Å. Максимум распределения совпадает с максимумом в расчетном профиле вакансий, а полуширина – на ~30% меньше.

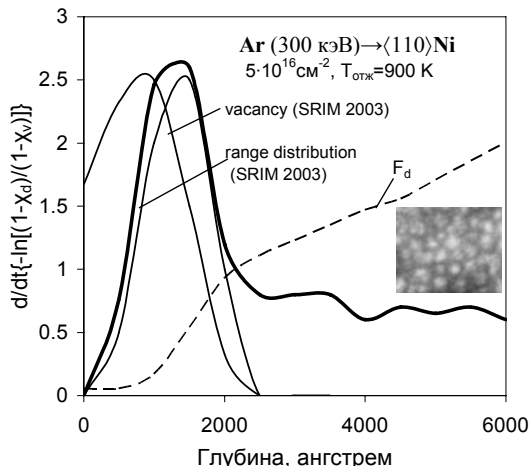


Рис. 10. Профили повреждений в никеле, экспериментальный и рассчитанный с помощью программы SRIM 2003 (вакансии и распределение пробегов) для ионов аргона с энергией 300 кэВ

В случае облучения ионами аргона так же, как при облучении ионами гелия с энергией 200 кэВ, профиль повреждения совпадает с расчетным профилем пробегов. Однако в случае аргона повреждения на глубине равной $R_p + \Delta R_p$ не уменьшаются до нуля, а имеется некоторый уровень нарушений, который простирается на глубину, в несколько раз превышающую пробег, т.е. наблюдается эффект дальнего действия.

Электронно-микроскопические исследования образцов, облученных ионами аргона до дозы $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и затем отожженных при температуре 900 К, показали образование газовых пузырьков (см. рис.10, вставка). При отжиге образцов, облученных ионами криптона с энергией 900 кэВ, также образуются газовые пузырьки. Однако дальнего действия в этом случае не наблюдается. В то

же время профиль повреждений, создаваемых в никеле при облучении ионами криптона с энергией 300 кэВ, имеет «хвост» в распределении. Возможной причиной наблюдаемых особенностей может быть различие в протекании процессов в каскадах, создаваемых частицами с разной массой и энергией. Тяжелые частицы аргон и криптон с энергией 300 кэВ, ксенон с энергией 630 кэВ создают каскады с большим выделением энергии, приводящим к повреждению структуры кристалла на глубину, превышающую пробег.

Метод резерфордовского обратного рассеяния позволяет помимо профилей повреждений измерять профили распределения внедренной примеси. На рис.6 в районе 160...190 каналов наблюдается пик, образованный частицами гелия, рассеянными на атомах ксенона.

На рис. 11 приведены профили распределения ксенона, внедренного в никель с энергией 630 кэВ ($T_{\text{обл}} \sim 300 \text{ K}$) до дозы $2.5 \cdot 10^{15} \dots 2.5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$.

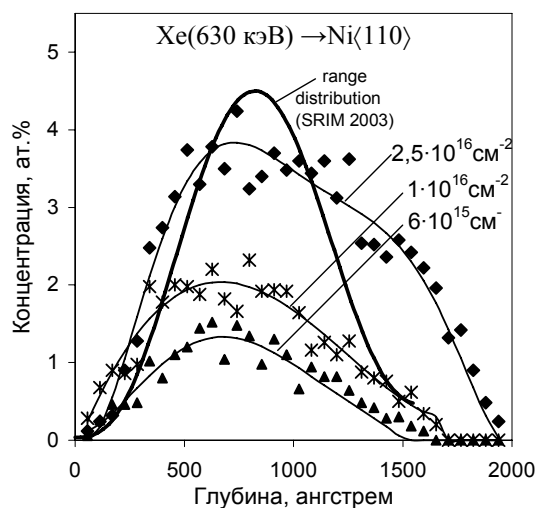


Рис. 11. Профили распределения ксенона, имплантированного с энергией 630 кэВ в никель: экспериментальные для доз облучения $(0,6 \dots 2,5) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и рассчитанный с помощью программы SRIM 2003 профиль распределения пробегов

Сравнение профилей распределения имплантированного ксенона, полученных из эксперимента и рассчитанных теоретически, показало совпадение расположения максимума и несоответствие формы профилей. Этот эффект зависит от дозы. Так, при $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ расчетный и экспериментальный профили совпадают, однако при $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ появляется ассиметричность, которая увеличивается с ростом дозы облучения. Наблюдаемые изменения указывают на то, что с ростом дозы облучения происходит перераспределение все большей доли имплантированных атомов ксенона в глубь образца на расстояние, заметно превышающее пробег ионов Xe^+ ($E = 630 \text{ кэВ}$) в никеле. Следует отметить, что облучение ионами Xe^+ проводили при наклоне образца по отношению к осевому каналу, для того чтобы устранить эффект каналирования при внедрении.

Концентрация имплантированного ксенона соответствует дозе облучения для всего исследованного интервала от 1 до $25 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Для ионов криптона с энергией 300 кэВ такое совпадение наблюдается до дозы $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. При облучении выше этой дозы концентрация практически не меняется. На поверхности образцов при этом начинают проявляться нарушения структуры в виде бугорков и ямок.

Анализ энергетических спектров, полученных при обратном рассеянии от атомов ксенона, показывает, что в интервале дозы $1 \cdot 10^{15} \dots 3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ высота пика в условиях осевого каналирования в $\sim 1,5$ раза ниже, чем при неориентированной мишени (рис. 12), а при $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ спектры совпадают.

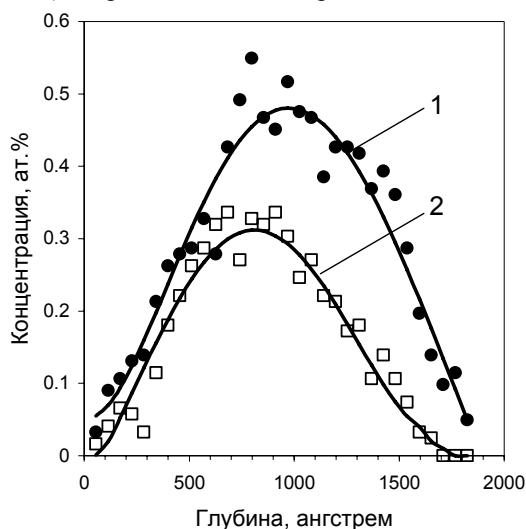


Рис. 12. Спектры обратного рассеяния: случайный (1) и осевой (2) в кристалле Ni (110), имплантированном ионами Xe^+ с энергией 630 кэВ до дозы $2,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ при комнатной температуре

Эти факты свидетельствуют, что при $1 \cdot 10^{15} \dots 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ некоторая часть атомов ксенона находится в замещающем положении.

Есть несколько способов определения локализации примесного атома или дефекта посредством обратного рассеяния каналированных ионов. Наиболее простым и информативным является исследование угловой зависимости выхода обратно рассеяния при аксиальном и угловом сканировании [6].

Местоположение атомов Хе в решетке Ni исследовано для доз облучения $1 \cdot 10^{15} \dots 1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. С этой целью снимались угловые зависимости выхода ОР. Установлено, что доля атомов Хе в регулярном замещающем положении в решетке Ni (фракция замещения f_s) зависит от дозы облучения. Так при дозе облучения ионами Xe^+ $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ f_s составляет $\sim 0,5$, а для ионов Кг в Ni ($D=5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$) $f_s \approx 0,8$. Для доз облучения $\geq 1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ фракция замещения приближается к нулю.

Снижение фракции замещения может быть связано с образованием комплексов ксенон-вакансия.

Концентрации различных ксенон-вакансионных комплексов, обуславливающих экспериментально

наблюдаемые угловые зависимости, были определены из сравнения экспериментальных и теоретически рассчитанных ориентационных зависимостей.

Теоретическое моделирование угловой зависимости выхода ОР с различными положениями примесного атома в комплексе Хе- v проводилось в рамках стандартной теории Линдхарда, в которой использовался статистический подход к движению частиц в канале. Предполагалось, что по мере движения пучка частиц в кристалле устанавливается статистическое равновесие, вследствие чего можно перейти к статистическому методу описания каналирования.

При расчете рассеяние падающих ионов в аморфной пленке угловой разброс пучка и другие рассеивающие факторы подбирались таким образом, чтобы достичь наилучшего совпадения вычисленной и экспериментальной угловой зависимости выхода обратного рассеяния ионов гелия для атомов Ni необлученного кристалла.

Вклад каждого примесного комплекса в нормированный выход обратно рассеянных альфа-частиц рассчитывался исходя из предположения, что различные кристаллографические эквивалентные конфигурации могут давать разный вклад в рассеяние. На рис. 13 приведены полученные экспериментально и рассчитанные угловые зависимости выхода обратного рассеяния от атомов Ni и Хе.

Наилучшее совпадение экспериментальных и вычисленных значений угловых зависимостей достигается в том случае, когда при дозе облучения $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ 85% атомов Хе находится в комплексах Хе+ v , 15% — в комплексах Хе+2 v . При дозе $6 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ 60% атомов Хе образуют комплексы Хе+2 v .

Следует отметить, что образующиеся Хе-вакансионные комплексы не расщепленные. Поскольку ни экспериментальные данные, ни результаты математического моделирования не показывают устойчивых комплексов с атомами Хе в междоузельном положении. В то же время, как следует из работы [9], расщепленный вакансионный комплекс состоит из 2-х вакансий и примеси большого радиуса в междоузельном положении. Такие расщепленные комплексы, так называемые центры рекомбинации переменной полярности, были обнаружены в системе NiSc [10]. В работе [9] были предложены механизмы их образования и влияние таких центров на радиационную стойкость материалов. При этом предполагалось, что решающую роль в образовании таких комплексов играет размерный фактор. На основании результатов, полученных в настоящей работе, можно утверждать, что помимо размерного фактора важную роль в процессе образования расщепленных комплексов играет химическая связь (вид межатомного потенциала).

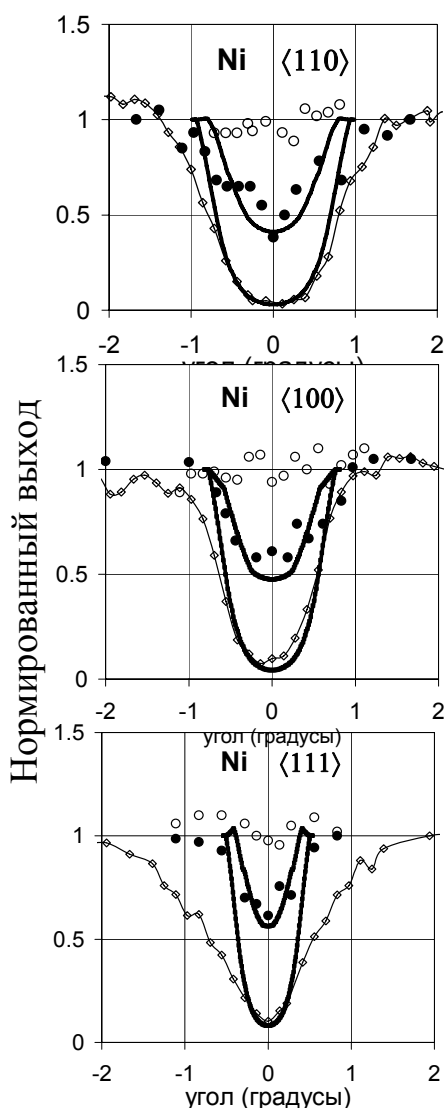


Рис. 13. Экспериментальные (\diamond – Ni, \circ, \bullet – He) и расчетные (сплошные кривые) угловые зависимости выхода обратного рассеяния при сканировании в оси $\langle 110 \rangle$ (а), $\langle 100 \rangle$ (б), $\langle 111 \rangle$ (в);
 \bullet – доза $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$; \circ – $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$

Полученные результаты не позволяют в полном объеме проследить кинетику преобразования комплексов Хе-V в пору (или пузырек). Однако при более подробном исследовании методом каналирования дозовой зависимости изменения концентрации Хе-вакансионных кластеров можно будет получить результаты, необходимые для понимания механизма инкубационного периода образования пор.

ВЫВОДЫ

1. Выполнено сравнение экспериментально измеренных профилей распределения внедренных ионов Хе, Кг и радиационных дефектов с теоретически рассчитанными профилями повреждений и пробегов. Определены концентрации и дозы облучения, при которых

наблюдается совпадение экспериментальных данных и расчета.

2. Экспериментально получены угловые зависимости выхода рассеянных ионов от атомов матрицы (Ni) и примеси при сканировании кристалла никеля в окрестности осевых каналов. Исследовано изменение этих зависимостей с увеличением дозы облучения.

3. Методом математического моделирования рассчитаны атомные конфигурации комплексов Хе с точечными дефектами. В рамках теории Линдхарда проведено сопоставление экспериментальных данных с результатами математического моделирования.

4. Хорошее согласие экспериментальных данных с теоретически рассчитанными показало:

- внедренные в никель атомы Хе при концентрациях Хе $< 1 \text{ ат.}\%$ находятся в положении замещения;

- с увеличением дозы облучения образуются Хе-вакансионные комплексы;

- важную роль в образовании расщепленных конфигураций вакансионно-примесных комплексов играет помимо размерного фактора вид межатомного потенциала (химическая связь);

- атомы Хе служат центрами зарождения вакансионных кластеров (возможно пор), так как с ростом дозы облучения наблюдается сдвиг концентрации Хе-V комплексов в сторону комплексов с большим числом вакансий;

- термически стабильные комплексы Хе с междоузельными атомами в никеле при выбранных условиях отсутствуют.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Ф. Зеленский, И.М. Неклюдов, Т.П. Черняева. *Радиационные дефекты и набухание металлов*. Киев: «Наукова думка», 1988, 296 с.
2. И.М. Неклюдов, Г.Д. Толстолуцкая, И.Г. Марченко, В.Ф. Рыбалко, И.Е. Копанец. *Методические аспекты исследования процессов взаимодействия точечных дефектов с имплантированными примесными атомами методом каналирования*: Препринт. Харьков: ННЦ ХФТИ, 1997, 19 с.
3. Г.Д. Толстолуцкая. Исследование радиационной повреждаемости материалов методами обратного рассеяния, каналирования и ядерных реакций // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»* (75). 1999, № 3, с. 53–59.
4. J.W. Mayer, L. Eriksson, and J.A. Davies. *Ion implantation in semiconductors* (Academic, New York, 1971), Chap. 3.
5. E. Bogh. Defect studies in crystals by means of channeling // *Can. J. Phys.* 1968, v. 46, p. 653–662.
6. Ф.Ф. Комаров, М.А. Кумахов, И.С. Ташлыков. *Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками*. Минск: изд. «Университетское», 1987, 256 с.

7. J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark. *The stopping and ranges of ions in solids*. Pergamon, New York, 1985.
8. S.T. Picraux, E. Rimini, G. Foti, S.U. Campisano. Dechanneling by dislocations in ion-implanted Al // *Phys. Rev. B*. 1978, v. 18, N5, p. 2078–2096.
9. А.С. Бакай, В.Ф. Зеленский, И.М. Неклюдов. Центры рекомбинации точечных дефектов переменной полярности // *ЖТФ*. 1987, т. 57, N12, с. 2371–2374.
10. В.В. Ганн, И.Г. Марченко, И.М. Неклюдов, Ю.Т. Петрусенко, А.Н. Слепцов. Вакансионно-примесные комплексы в системе Ni-Sc и их влияние на процессы радиационного набухания // *Труды Международной конференции по радиационному материаловедению (Крым, Алушта)*. 1990, т. 5, с. 202–209.

ПРОФІЛІ ДЕФЕКТІВ, РОЗПОДІЛ І МІСЦЕ РОЗТАШУВАННЯ ГЕЛІУ, АРГОНУ, КРИПТОНУ Й КСЕНОНУ, ІОННО-ІМПЛАНТИРОВАННИХ У НІКЕЛЬ

Г.Д. Толстолуцька, І.Є. Копанець, І.М. Неклюдов, І.Г. Марченко

Методами каналювання й математичного моделювання досліджені профілі розподілу пошкоджень, створюваних в Ni при опроміненні іонами He⁺, Ar⁺, Kr⁺, Xe⁺ з енергією 0.2...1 МэВ в інтервалі доз 1·10¹⁵...1·10¹⁷ см⁻². Визначено місце розташування імплантованих атомів Хе в ґратах монокристалла Ni, їхня взаємодія з радіаційними дефектами, кінетика утворення примесних комплексів і їхня конфігурація.

RADIATION DAMAGE, RANGE DISTRIBUTION AND SITE LOCATION MEASUREMENTS OF HELIUM, ARGON, KRYPTON AND XENON IN NICKEL AFTER IMPLANTATION

G.D. Tolstolutskaia, I.E. Kopanets, I.M. Neklyudov, I.G. Marchenko

By the methods of channeling and mathematical simulation the distribution profiles of damage produced in Ni under irradiation by ions of He⁺, Ar⁺, Kr⁺, Xe⁺ with energy 0.2...1 MeV in the range of doses 1·10¹⁵...1·10¹⁷cm⁻² are investigated. Location of implanted atoms of Xe in Ni monocystal lattice is determined, their interaction with radiation defects, kinetics of impurity complexes formation and their configuration are defined.