

MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

Über die Bildung und das Aufbrechen von
Gasblasen in Niob bei Beschuß mit 0,5 bis
9 keV Helium Ionen

On the formation of gas-bubbles and blisters
in Niobium during bombardment with 0.5 to
9 keV Helium ions

J. Roth

9/17

Juli 1974

*Die nachstehende Arbeit wurde im Rahmen des Vertrages zwischen dem
Max-Planck-Institut für Plasmaphysik und der Europäischen Atomgemeinschaft über die
Zusammenarbeit auf dem Gebiete der Plasmaphysik durchgeführt.*

ABSTRACT

Rutherford backscattering of energetic ions combined with the channelling and blocking effects is briefly discussed as a method of determining the depth distribution of lattice defects in single crystals. A calculation model for the dependence of the backscattering intensity on the lattice defect concentration for single alignment was extended to double alignment and applied to the investigation of radiation damage in Niobium single crystals due to Helium bombardment in the energy range 0.5 keV to 9 keV and in the temperature range 150 K to 1300 K. This method was used to determine the depth distribution of the lattice defects at low bombardment doses, the critical dose for blistering, the thickness of the blister covers and the distribution of the implanted Helium concentration.

In the range investigated the critical dose for blistering is between 1 and $2 \times 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$. The depth at which Helium atoms associate to form bubbles agrees with the thickness of the blister covers in all cases investigated. In random bombardment with increasing energy the depth increases from 150 Å at 1 keV to 1040 Å at 9 keV and is thus about three times as large as the calculated range of the Helium ions in amorphous material. In bombardment with 4 keV Helium ions in the $\langle 100 \rangle$ direction this depth decreases with increasing temperature from 720 Å at 150 K to 180 Å at 920 K. The long ranges of ions in single crystals implanted in random direction were confirmed in computer simulations. The temperature dependence of the depth at which Helium bubbles form can be explained in terms of diffusion of the Helium atoms, which come to rest in the undisturbed crystal lattice, and the binding of these atoms to lattice defects produced.

The shape and size of the blisters were investigated in the scanning electron microscope. Bombardment in the temperature range between 150 K and 1300 K produces various characteristic surface structures, some of which could not be attributed to blistering.

ZUSAMMENFASSUNG

Rutherford-Rückstreuung von energiereichen leichten Ionen verbunden mit dem Gitterführungs- und Schatteneffekt als Methode zur Bestimmung der Tiefenverteilung von Gitterstörungen in Einkristallen wird kurz dargestellt. Ein Rechenmodell für die Abhängigkeit der Rückstreuintensität von der Gitterfehlerkonzentration für einfach ausgerichtete Anordnung wurde auf doppelt ausgerichtete Anordnung erweitert und angewendet auf die Untersuchung der Strahlenschäden in Niobeinkristallen durch Heliumbeschuss im Energiebereich von 0,5 keV bis 9 keV und im Temperaturbereich von 150 K bis 1300 K. Die Tiefenverteilung der Gitterstörungen bei niedrigen Beschussdosen, die kritische Dosis für Blisterbildung, die Deckeldicke der entstandenen Blister und die Verteilung der eingeschossenen Heliumkonzentration wurden so bestimmt.

Die kritische Dosis für Blisterbildung liegt im untersuchten Bereich zwischen 1 und $2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$. Die Tiefe, in der sich Heliumatome zu Blasen zusammenlagern, und die Deckeldicke der Blister stimmen in allen untersuchten Fällen überein. Sie steigt mit zunehmender Beschussenergie bei random Beschuss von 150 \AA bei 1 keV auf 1040 \AA bei 9 keV und ist damit etwa dreimal so groß wie die berechnete Reichweite der Heliumionen in amorphem Material. Diese Tiefe nimmt bei Beschuss mit 4 keV Heliumionen in $\langle 100 \rangle$ -Richtung mit zunehmender Temperatur von 720 \AA bei 150 K auf 180 \AA bei 920 K ab. Die großen Reichweiten der Ionen in Einkristallen bei random Einschuss wurden in Computersimulationen bestätigt. Die Temperaturabhängigkeit der Tiefe, in der sich Heliumblasen bilden, kann erklärt werden durch die Diffusion der Heliumatome, die im ungestörten Kristallgitter zur Ruhe kommen, und ihre Bindung an erzeugte Gitterfehler.

Die Form und die Größe der Blister wurde im Raster-Elektronen-Mikroskop untersucht. Im Temperaturbereich zwischen 150 K und 1300 K wurden verschiedene charakteristische Oberflächenstrukturen gefunden, die zum Teil nicht durch Blisterbildung erklärt werden können.

A	EINLEITUNG	1
B	I. WECHSELWIRKUNG LEICHTER IONEN MIT METALLEN	3
	1. Bewegung in amorphen Festkörpern	3
	a) Energieverlust	3
	b) Reichweite	4
	2. Bewegung von Ionen in Einkristallen	4
	a) Gitterführung	4
	b) Energieverlust und Reichweite in Einkristallen	6
	3. Strahlenschäden	6
	II. RUTHERFORD-RÜCKSTREUUNG ALS METHODE ZUR BESTIMMUNG VON GITTERFEHLERN	9
	1. Rückstreuung an amorphen Festkörpern	9
	2. Rückstreuung an Einkristallen	10
	III. EXPERIMENTELLE ANORDNUNG	14
	1. Apparatur	14
	2. Verwendete Kristallorientierung	17
	IV. MESSERGEBNISSE	20
	1. Beobachtung der Blisterbildung durch Rutherford-Rückstreuung und im Raster-Elektronen-Mikroskop (REM)	20
	2. Energieabhängigkeit der Blisterbildung	21
	3. Richtungsabhängigkeit der Blisterbildung	23
	4. Temperaturabhängigkeit der Blisterbildung	24
	5. Ausheilverhalten der Strahlenschäden	27
	6. Messung der im Gitter festgehaltenen Heliumkonzentration aus dE/dx	28
	7. Bedeckungsgrad	29
	8. Wasserstoffbeschuß	29
	V. DISKUSSION	30
	1. Unterscheidung zwischen verschiedenen Modellen der Blisterbildung	30
	a) Art der Strahlenschäden in der Vorstufe der Blisterbildung	30
	b) Anwachsen der Strahlenschäden mit der Beschußdosis	31
	c) Übergang von Strahlenschäden zur Blisterbildung	32
	2. Energie- und Temperaturabhängigkeit der Deckeldicken	32
	a) Berechnung von Reichweiten- und Strahlenschädenverteilung	33
	b) Berechnung der Diffusion der Heliumatome im Festkörper	34
	3. Blistergröße und Oberflächenstruktur	36
	VI. ANHANG	38
	1. Berechnung der Heliumkonzentration nach Diffusion	38
	2. Iterationsverfahren zur Berechnung der Strahlenschädenverteilung	40
C	ZUSAMMENFASSENDER DISKUSSION	43
	LITERATURANGABEN	44

Wenn wirklich Kanalstrahlenteilchen in das Innere eines festen Körpers eindringen können, dann muß diese Erscheinung eine andere zur Folge haben, so daß aus dem Nachweis der einen auf die andere Erscheinung geschlossen werden kann. Es ist nämlich zu erwarten, daß die Kanalstrahlenteilchen, welche unter die Oberflächenschicht gedrungen und sich hier durch Heranholung negativer Elektronen neutralisiert haben, sich zunächst an einzelnen Stellen anhäufen, hier nach allen Seiten und so auch auf die über ihnen liegende Stelle der Oberflächenschicht einen Druck ausüben, diese Stelle nach außen schieben und sie entweder unter Bildung einer Kammer über sich wölben oder von innen her nach außen absprengen und so eine mikroskopische Vertiefung in die Oberfläche reißen werden.

Johannes Stark (1912)

A EINLEITUNG

In einem zukünftigen Fusionsreaktor soll durch Verschmelzung von Deuterium und Tritium in einem thermonuklearen Plasma Energie gewonnen werden. Dabei treten ganz besondere Materialprobleme auf. Eines dieser Probleme ist die Bestrahlung der dem Plasma gegenüberstehenden Wand mit energiereichen Teilchen. Dies sind Neutronen mit einer Energie von 14,1 MeV und Wasserstoff- und Heliumionen mit einer mittleren Energie zwischen etwa 1 und 20 keV. Die Neutronen durchlaufen die erste Wand nahezu ungeschwächt. In einzelnen Stößen mit Gitteratomen können sie jedoch genügend Energie übertragen, um Gitteratome von ihren Plätzen loszulösen und Stoßkaskaden zu erzeugen. Wasserstoff- und Heliumionen werden dagegen wegen ihrer geringen Reichweite in einer oberflächennahen Schicht abgebremst und aufgesammelt. Auch sie können Stoßkaskaden auslösen, die jedoch wesentlich kleiner sind als die im Mittel von den Neutronen ausgelösten Kaskaden.

In einer Stoßkaskade kann ein Teil der angestoßenen Gitteratome die Oberfläche verlassen. Dieser Vorgang, der als Zerstäubung bezeichnet wird, trägt wesentlich zur Wanderosion in einem zukünftigen Fusionsreaktor bei (Behrisch 1972). Ein anderer Teil der verlagerten Gitteratome lagert sich zu Zwischengitteratomclustern zusammen und hinterläßt Leerstellenclustern in einem Bereich hoher Gitterschädigung (Wilkens 1973). Die eingeschossenen Ionen kommen im allgemeinen auf Zwischengitterplätzen zur Ruhe. Ist die Löslichkeit des eingeschossenen Gases klein, wie es für Edelgase der Fall ist, lagert es sich schließlich in gasgefüllten Blasen zusammen (Sykes 1956). Nach einer bestimmten Beschußdosis (kritische Dosis) übersteigt der Gasdruck in den Blasen die Oberflächenspannung, und die Blasen wölben als sogenannte Blister[†] die Oberfläche auf.

Blisterbildung wurde erstmals von Primak (1963) an Spinell beobachtet, ist aber erst in den letzten Jahren ausführlich untersucht worden (Kaminsky 1964, Bauer u. Thomas 1972, Kaminsky u. Das 1973, Verbeek u. Eckstein 1973). Die Beobachtung der Blister nach Ionenbeschuß erfolgte im allgemeinen im optischen oder Raster-Elektronen-Mikroskop (REM). Daneben wurde als zusätzliche Beobachtungsmethode die Messung der Reemission des eingeschossenen Gases verwendet (Kaminsky 1964 und Bauer u. Thomas 1972). Nach bestimmten Beschußdosen wurde periodisch eine starke Gasemission gefunden, die dem Aufplatzen der Blister zugeschrieben wurde. Auf diese Weise konnten kritische Beschußdosen für Blisterbildung bestimmt werden. Eine Analyse des geschädigten Tiefenbereichs und der Tiefenverteilung des aufgesammelten Gases war jedoch nur indirekt über die Messung der Dicke der abgelösten Oberflächenschicht im REM möglich.

Für das Auftreten der Blister lassen sich zwei anschauliche Bedingungen angeben. Erstens müssen die Beweglichkeit und Löslichkeit der eingeschossenen Gasatome im Festkörper klein sein. Da die Diffusionsgeschwindigkeit und Löslichkeit des Gases von der Temperatur des Festkörpers sowie den vorhandenen Strahlenschäden- und Verunreinigungskonzentrationen abhängen, wird Blisterbildung von diesen Parametern beeinflußt werden. Für Beschuß mit Helium, das in Metallen schwer löslich ist, ist zwischen 7 keV und einigen MeV Beschußenergie Blisterbildung beobachtet worden (Erents u. Mc Cracken 1973, Kaminsky u. Das 1973). Für niedrigere Energien wurden bisher keine Messungen durchgeführt. Wilson, Bisson u. Amos (1974) erwarten bei diesen niedrigen Energien auf Grund ihrer Diffusionsrechnungen, daß die eingeschossenen Heliumionen wegen ihrer geringen Reichweite wieder durch die Oberfläche hindurchdiffundieren, bevor sich eine ausreichende Konzentration für Blisterbildung aufbauen kann.

Eine zweite Bedingung für Blisterbildung ist, daß die Reichweite der eingeschossenen Ionen im Festkörper größer sein muß als die Dicke der Oberflächenschicht, die durch Zerstäubung von der für Bli-

[†] Im folgenden werden gasgefüllte Hohlräume im Festkörper als Blasen, an der Oberfläche sichtbare Aufwölbungen als Blister bezeichnet.

sterbildung notwendigen Beschußdosis abgetragen wird (Erents und Mc Cracken 1973). Mit den bekannten Zerstäubungsausbeuten für Helium (Behrisch 1972) und den gemessenen kritischen Dosen für Blisterbildung (Erents u. Mc Cracken 1973) kann man abschätzen, daß die Tiefe der zerstäubten Oberflächenschicht etwa der nach Schiøtt (1966) berechneten Reichweite von 2 - 3 keV Heliumionen in Niob entspricht. Unterhalb dieser Energie sollte keine Blisterbildung mehr auftreten.

Aufgabenstellung

Das Ziel dieser Arbeit[†] war die Klärung der Frage, ob auch im Energiebereich zwischen 0,5 und 10 keV und im Temperaturbereich zwischen 150 K und 1300 K bei Heliumbeschuß von Niob Blisterbildung auftritt. Die Verteilung und die Art der Strahlenschäden im Kristallgitter, die zur Blisterbildung führt, sollte ebenfalls untersucht werden. Als Untersuchungsmethode sollte neben der Raster-Elektronen-Mikroskopie die Rutherford-Rückstreuung von Protonen an Einkristallen in Verbindung mit Gitterführungs- und Schatteneffekt verwendet werden. Diese Methode erlaubt die Analyse der Gitterfehlerverteilung bis zu Gitterfehlerkonzentrationen von 10^{-3} mit einer Tiefenauflösung von 50 Å. Ein weiterer Vorteil der Rutherford-Rückstreuung ist, daß die Kristalle in der gleichen Apparatur untersucht werden können, in der der Beschuß durchgeführt wurde, während die Beobachtung im REM meist einen Ausbau aus der Targetkammer erfordert. Als Targets wurden Einkristalle aus Niob verwendet, das zu Beginn dieser Arbeit als geeignetes Material für die erste Wand eines Fusionsreaktors angesehen wurde.

[†] Teilergebnisse dieser Arbeit sind von Roth, Behrisch und Scherzer (1973) und (1974) und Roth, Behrisch, Scherzer u. Pohl (1974) veröffentlicht worden.

B I. WECHSELWIRKUNG LEICHTER IONEN MIT METALLEN

1. Bewegung in amorphen Festkörpern

Bei der Beschreibung der Bewegung von leichten Ionen in Metallen kann in vielen Fällen die Wechselwirkung mit Elektronen getrennt werden von der Wechselwirkung mit Gitteratomen. Da ein Ion auf ein Elektron zwar Energie übertragen kann, wegen der kleinen Elektronenmasse aber keine wesentlichen Winkelablenkungen erfährt, führt die Wechselwirkung mit Elektronen zu einer Abbremsung der Ionen ohne starke Richtungsänderungen. Dagegen wird der Bahnverlauf der Ionen im Festkörper in erster Linie von Kernstößen bestimmt, daß heißt von Ablenkungen im abgeschirmten elektrischen Feld der Gitteratome. Die Bahn der Ionen läßt sich, wie Bohr (1948) gezeigt hat, klassisch beschreiben. Da die Wirkungsquerschnitte für größere Winkelablenkungen sehr klein sind gegenüber dem mittleren Abstandsquadrat der Gitteratome untereinander, können die Stoßprozesse in erster Näherung als einzelne Zweierstöße betrachtet werden.

a) Energieverlust

Der mittlere differentielle Energieverlust (Energieverlust/Weglänge) in Kernstößen ist gegeben durch die Summierung statistisch aufeinanderfolgender diskreter Streuprozesse der einfallenden Ionen mit Gitteratomen. Für Stöße mit großen Ablenkwinkeln ist der inelastische Energieverlust während des Stoßes im allgemeinen klein gegenüber der elastisch auf das Gitteratom übertragenen Energie. Die Stöße können daher als elastisch behandelt werden. Bei niedrigen Energien der einfallenden Ionen - für Heliumionen etwa bei $E \leq 2,5$ keV - ist der Wirkungsquerschnitt für Kernstöße so groß, daß der mittlere differentielle Energieverlust in Kernstößen und der Energieverlust an Elektronen in der gleichen Größenordnung liegen (Lindhard und Scharff 1961). Bei hohen Energien überwiegt dagegen der Energieverlust an Elektronen um mehrere Größenordnungen (Abb. 1).

Bei der Betrachtung des elektronischen Energieverlustes müssen die Beiträge gebundener und freier Elektronen in Metallen getrennt betrachtet werden. Bei hohen Teilchengeschwindigkeiten $v \gg v_0 = e^2/\hbar$ ist der wesentliche Beitrag zum elektronischen Energieverlust gegeben durch Anregung und Ionisation von Gitteratomen sowie kollektiven Anregungen der Elektronen. Für diesen Energiebereich ergibt sich nach Bethe (1930) und Bloch (1933) der differentielle Energieverlust $-dE/dx \sim \ln E/E$. Für niedrige Teilchengeschwindigkeiten beschrieben Lindhard und Scharff (1961) den elektronischen Energieverlust durch die Abbremsung der Ionen im freien Elektronengas. Sie zeigten, daß der differentielle Energieverlust proportional zur Teilchengeschwindigkeit ist. Abb. 1 zeigt den elektronischen Energieverlust für Wasserstoff- und Heliumionen in Niob. Im Übergangsbereich zwischen den Näherungen für hohe und niedrige Teilchengeschwindigkeiten zeigt der differentielle Energieverlust ein breites Maximum. In diesem Bereich sind die Werte den Tabellen von Northcliffe und Schilling (1970) entnommen, die aus experimentellen Werten zusammengestellt wurden.

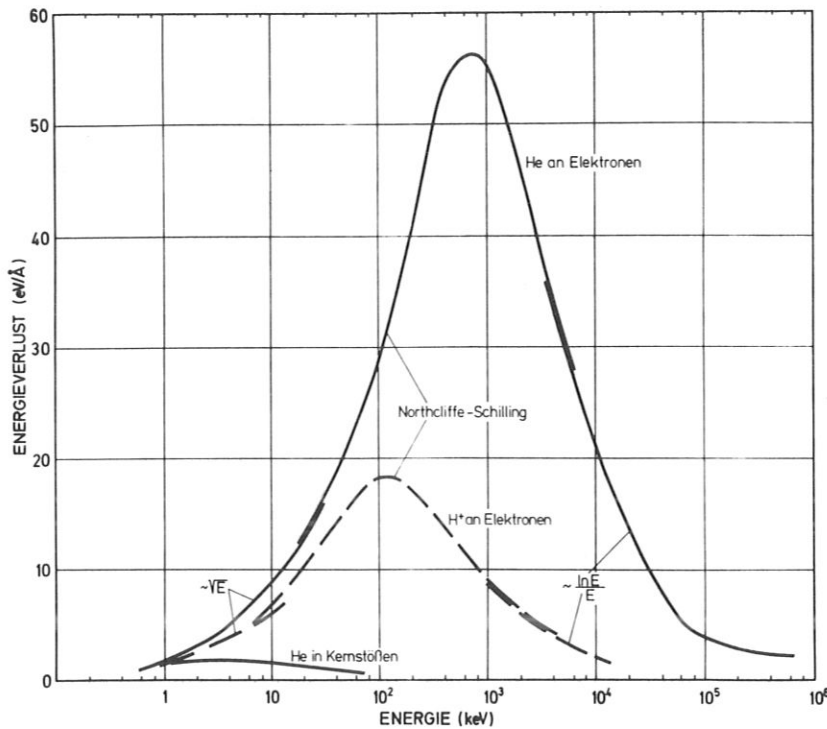


Abb. 1
Differentieller Energieverlust von H⁺ und He⁺ in Niob

b) Reichweite

Die gesamte Reichweite eines energiereichen leichten Teilchens im Festkörper ist im wesentlichen durch den elektronischen Energieverlust bestimmt. Die projizierte Reichweite, d.h. die Eindringtiefe, die in den meisten Experimenten gemessen wird, hängt dagegen auch von Richtungsänderungen durch Kernstöße ab, die eine Verkürzung der projizierten Reichweite gegenüber der gesamten Reichweite bewirken. Rechnungen für die projizierte Reichweite in amorphen Materialien sind für leichte Ionen von Schjøtt (1966) durchgeführt und von Weißmann und Sigmund (1973) erweitert worden. Abb. 2 zeigt die Reichweiteverteilungen für 1, 4 und 9 keV Heliumionen in amorphem Niob nach Weißmann (1973).

2. Bewegung von Ionen in Einkristallen

Bei diesen Rechnungen für Energieverlust und Reichweiten von Ionen in Festkörpern wurde die Struktur der Festkörpertargets nicht berücksichtigt. In einer frühen Veröffentlichung von Stark und Wendt (1912) wurde jedoch schon auf den starken Einfluß der Gitterordnung auf die Reichweite von energiereichen Ionen hingewiesen. Diese Effekte wurden aber erst anfangs der 60er Jahre wiederentdeckt (Robinson et al. 1961) und nach und nach experimentell bestätigt (Piercy et al. 1963, Nelson u. Thompson 1963).

a) Gitterführung[†]

Trifft ein Teilchenstrahl parallel zu einer dichtgepackten Gitterrichtung oder -ebene auf einen Kristall, so laufen die Teilchen je nach ihrer Ablenkung an Oberflächenatomen unter mehr oder weniger kleinen Winkeln zur dichtgepackten Richtung in den Kristall hinein. Ein kleiner Teil des Strahls wird an den Oberflächenatomen so stark abgelenkt, daß die regelmäßige Gitterstruktur keinen wesentlichen Einfluß

[†] In der englischen Literatur wird Gitterführung als channeling bezeichnet

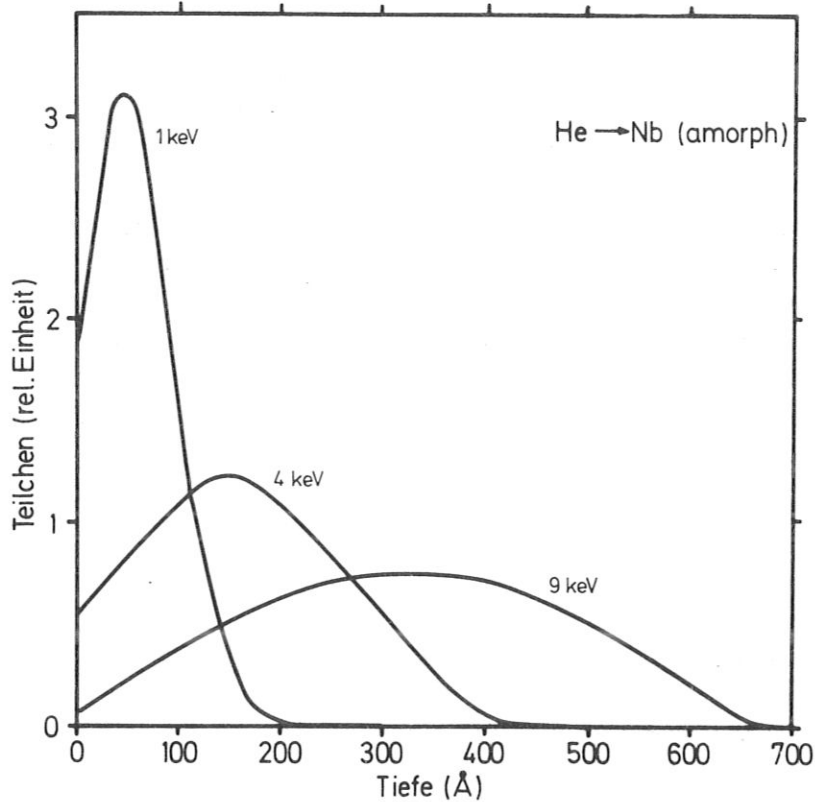


Abb. 2

Verteilung der projizierten Reichweiten von He⁺ in amorphem Niob für verschiedene Energien nach Weißmann u. Sigmund (1973)

auf die Bahn der Teilchen hat, die im weiteren als random Bahn bezeichnet wird. Der Anteil der Ionen auf random Bahnen wird abgebremst wie in amorphem Material. Nur auf random Bahnen laufende Ionen haben die Möglichkeit Gitteratome zentral oder fast zentral zu treffen und damit große Winkelablenkungen zu erleiden. Der geführte Anteil des Strahls läuft unter kleinen Winkeln zu Ketten und Ebenen und wird durch korrelierte Kleinwinkelstöße an dichtgepackten Atomketten und Ebenen reflektiert und dadurch tief in den Kristall geführt. Nach Lindhard (1965) kann für diese Ionen das Potential der Kettenatome durch ein kontinuierliches Zylinderpotential beschrieben werden, das nur vom senkrechten Abstand von der Kette abhängt und in Kettenrichtung konstant ist. Die Ionen werden an den Kettenpotentialen elastisch reflektiert. Dieses Modell wurde für Ionengeschwindigkeiten $E > 2 Z_1 Z_2 e^2 d/a_{TF}^2$ - für Protonen in Niob mit Energien $E > 166$ keV - abgeleitet. Für niedrigere Energien ist es nur näherungsweise anwendbar. Diese Gitterführung für langsame Ionen ist nach Lindhard (1965) nur möglich, wenn ihr Winkel zur Gitterkette kleiner als ein kritischer Grenzwinkel $\psi_{1/2}$ ist.

$$\psi < \psi_{1/2} = \left(\frac{C^2 a_{TF}^2 Z_1 Z_2 e^2}{E d^3} \right)^{1/4} \quad (1)$$

Z_1 und Z_2 sind die Kernladungen des bewegten Teilchens und der Gitteratome, a_{TF} der Thomas-Fermi-Abschirmradius $a_{TF} = a_0 \cdot 0.8853 (Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{-1/2}$, d der Atomabstand längs der Kette und E die Energie des stoßenden Teilchens. Der Faktor C ist nach Lindhard $\approx \sqrt{3}$. Der Grenzwinkel für Gitterführung steigt mit abnehmender Energie. Für 4 keV Heliumionen in Niob beträgt er etwa 9° für $\langle 100 \rangle$ Gitterketten. Bei so großen kritischen Winkeln überlappen die Winkelbereiche für Gitterführung der

verschiedenen dichtgepackten Gitterrichtungen und eine Trennung zwischen random und geführten Bahnen ist kaum noch möglich.

b) Energieverlust und Reichweite in Einkristallen

Der elektronische Energieverlust für Teilchen auf geführten Bahnen ist etwas niedriger als für Teilchen auf random Bahnen, da die Elektronendichte im Bereich der Gitterführung im Mittel niedriger ist als auf nichtgeführten Bahnen. Dagegen ist die projizierte Reichweite längs niedrig indizierter Gitterrichtungen oder -ebenen stark erhöht. Bei den sanften Stößen mit Atomketten nähern sich die Teilchen der Kette nur bis auf etwa den Abschirmradius $a_{TF} \approx 0,1 \text{ \AA}$. Die Annäherung auf etwa $0,1 \text{ \AA}$ an die Gitteratome erlaubt keine Stöße mit großen Ablenkwinkel, die Teilchen aus der Einschußrichtung längs dichtgepackter Gitterrichtungen herausstreuen. Besonders langsame Teilchen, deren elektronischer Energieverlust sehr niedrig ist, laufen auf geführten Bahnen weit in den Kristall hinein. Rechnungen (Robinson et al. 1961, 1963) und Messungen (Piercy et al. 1963, Nelson u. Thompson 1963 und Lutz u. Sizmann 1963) der Reichweiten haben diese Überreichweiten für geführte Teilchen gezeigt.

3. Strahlenschäden

Beim Stoß zwischen einem Festkörperatom und einem einfallenden Ion ist die maximale übertragene Energie nach der klassischen Mechanik gegeben durch

$$T_m = \frac{4M_1M_2}{(M_1+M_2)^2} E_1 \quad (2)$$

Dabei ist M_1 und M_2 die Masse des einfallenden Ions und des Gitteratoms und E_1 die Beschußenergie. Wird auf ein Gitteratom mehr Energie übertragen als eine Grenzenergie E_d , die Verlagerungsenergie, so kann es einen Zwischengitterplatz einnehmen und eine Leerstelle entstehen (Frenkeldefekt). Die mittlere übertragene Energie oberhalb der Verlagerungsenergie E_d beträgt für abgeschirmte Coulomb-potentiale (Leibfried 1965)

$$\bar{T}_d \approx E_d \ln \frac{T_m}{E_d} \quad (3)$$

Kleine übertragene Energien sind bevorzugt. Für 4 keV Heliumionen in Niob liegen T_m bei 640 eV und T_d bei 110 eV. Die Energie der angestoßenen Gitteratome liegt damit in einem Bereich, in dem der elektronische Energieverlust kleiner ist als der Energieverlust durch Kernstöße. Ein großer Teil der gesamten Energie eines primär angestoßenen Gitteratoms wird daher in sekundären Stößen auf weitere Gitteratome verteilt, es bildet sich eine Stoßkaskade aus. Solche Stoßkaskaden hinterlassen meist in ihrem Zentrum einen Bereich, in dem Leerstellen überwiegen, umgeben von einem Bereich mit erhöhtem Anteil an Zwischengitteratomen.

Für die Zahl der in einer Stoßkaskade verlagerten Atome ergibt die klassische Abschätzung von Kinchin und Pease (1955) für die hier interessierenden übertragenen Energien

$$n_d = \frac{T_p}{2E_d} \quad (4)$$

wobei T_p die Energie des primär angestoßenen Gitteratoms ist. Die Rechnungen von Bohr (1948) und Lindhard (1963) zeigen, daß diese Abschätzung die Zahl der verlagerten Teilchen in der Stoßkaskade überschätzt. Die verwendeten Harte-Kugel-Potentiale ergeben zu große Rückstoßenergien. Der inelastische Energieverlust wird gänzlich vernachlässigt. Aus diesen Überlegungen heraus hat Nelson et al. (1972)

ein modifiziertes Modell entwickelt. Er gibt die Zahl der verlagerten Atome innerhalb einer Stoßkaskade an mit

$$n_d = \frac{\alpha \cdot \beta(T_p) W(T_p) T_p}{\gamma(T_p) E_f} \quad (5)$$

Dabei berücksichtigt $\alpha \approx 0,75$ die Korrektur für abgeschirmte Coulombpotentiale gegenüber Harte-Kugel-Potentiale. $\beta(T_p)$ ist ein Rekombinationsfaktor der erzeugten Zwischengitteratome mit Leerstellen, der jedoch bisher zu 1 angenommen wurde. $W(T_p)$ ist der Bruchteil der Primärenergie, die an Gitteratome weitergegeben wird und $\gamma(T_p)$ berücksichtigt eventuelle Gittereffekte. Statt der Verlagerungsenergie E_d verwendet Nelson die Energie $E_f \approx 40$ eV. Unterhalb E_f wird Energie nur noch in Ersetzungsstoßfolgen in niedrig indizierte Gitterrichtungen verbraucht, so daß keine Leerstellen mehr erzeugt werden. Die Funktionen $W(T_p)$ und $\gamma(T_p)$ wurden von Nelson (1972) angegeben. Danach ergeben sich für 4 keV Heliumbeschuß von Niob kleine Stoßkaskaden mit 3 - 4 verlagerten Gitteratomen pro primär angestoßenes Gitteratom.

In Bestrahlungsversuchen bei Temperaturen, bei denen sowohl Zwischengitteratome wie Leerstellen beweglich sind - in Niob schon bei Zimmertemperatur (Dönitz et al. 1973) - rekombiniert ein großer Teil der Punktdefekte. Dadurch wird die Zahl der erzeugten Defekte reduziert. Durch die räumliche Trennung von Leerstellen und Zwischengitteratomen nach Auslaufen der Kaskade kann das an Leerstellen reiche Zentrum der Kaskade sich zu einem Defektcluster umordnen, der im Elektronen-Mikroskop beobachtet werden kann (Wilkens 1973). Die Struktur des Cluster (Packungsfehler, Versetzungsring, Void) hängt von vielen Parametern wie Packungsfehlerenergie und Oberflächenspannung ab. Bei Beschuß von Niob mit 4 keV Heliumionen ist wegen der kleinen Stoßkaskaden Clusterbildung nur bei hohen Beschußdosen und großer Kaskadendichte möglich.

Eine weitere Möglichkeit, genauere Auskunft über die Struktur von Stoßkaskaden und Defektcluster zu erhalten, ist die Computersimulation (Beeler 1963, Thorrens u. Robinson 1972). Hierbei wird für Primärenergien von 100 eV bis 10 keV der Verlauf der Stoßkaskade solange verfolgt, bis keine Energien $>E_d$ mehr übertragen werden können. Nach Auslaufen der Stoßkaskade ließen Thorrens u. Robinson (1972) Zwischengitteratome und Leerstellen, die näher als 1,5 Gitterabstände entfernt waren, spontan rekombinieren. Dann wurde die verbleibende räumliche Verteilung der Leerstellen und Zwischengitteratome analysiert nach Zahl und Größe von Leerstellen- und Zwischengittercluster. Dabei ergibt sich, daß die Zahl der Cluster mit $(i + 1)$ Leerstellen in einem konstanten Verhältnis steht zu der Zahl der Cluster mit i Leerstellen, unabhängig von der Primärenergie. Bei den untersuchten Metallen lag dies Verhältnis zwischen 0,2 und 0,4.

Bei diesen Rechnungen wurden die Einflüsse der eingeschossenen Ionen auf die Defektverteilung noch nicht berücksichtigt. Heliumionen, die soviel Energie verloren haben, daß sie keine weiteren Gitterdefekte mehr erzeugen können, laufen noch einige Atomlagen weiter, bis sie im allgemeinen im ungestörten Kristallgitter zur Ruhe kommen. Die Formationsenergie für Helium auf einem Zwischengitterplatz in kubisch raumzentrierten Metallen wurde von Wilson und Johnson (1972) zu etwa 5 eV berechnet. Dagegen erhielten sie für die Formationsenergie für Helium auf einer Gitterleerstelle nur etwa 1 eV. Da die Aktivierungsenergie für Zwischengitterdiffusion mit 0,2 eV sehr niedrig ist, wird ein Heliumatom, das im ungestörten Gitter auf einem Zwischengitterplatz zur Ruhe kommt, schnell weiterdiffundieren, bis es eine Leerstelle im Gitter findet und dort gebunden wird. Heliumbeschuß von kubisch raumzentrierten Metallen wird also schließlich in substitutionellem Helium resultieren.

Dies wurde von Kornelson (1970) an Wolfram experimentell bestätigt. Bei thermischer Desorption nach Heliumbeschuß fand er ein Maximum bei Temperaturen, die etwa 4,15 eV, der berechneten Bindungsenergie von Heliumatomen an Leerstellen entsprechen. Gleichzeitig fand er eine Reihe weiterer Desorp-

tionsmaxima, die er der Bindung von bis zu 4 Heliumatomen an einer einzigen Leerstelle zuordnete. Bei Temperaturen, bei denen ein Ausheilen der Leerstellen durch beginnende Leerstellenbeweglichkeit stattfindet, beobachtete er keine Desorption. Das heißt, Leerstellen, die von Heliumatomen besetzt sind, haben eine erheblich höhere Stabilität gegenüber Rekombination als unbesetzte Leerstellen. Die stabilisierende Wirkung des Heliums auf Leerstellen wurde von Keefer und Pard (1972) auch für dreidimensionale Leerstellencluster gefunden. Die Void-Dichte stieg bei Protonenbeschuß von Edelstahl bei vorangegangener Implantation von Helium stark an. Wiedersich et al. (1973) berechnete für Nickel, daß auch Leerstellencluster unter 5 Leerstellen, die bei Zimmertemperatur instabil sind, von wenigen Heliumatomen stabilisiert werden.

In Metallen werden also implantierte Heliumatome schließlich substitutionell in selbsterzeugten Gitterfehlern gebunden. Leerstellen, stabilisiert durch bis zu 4 Heliumatome, sind Keimzellen kleiner Gasblasen. Solche Blasen sind erstmals beobachtet worden von Sykes (1956) in Reaktormaterialien und sind für Heliumbeschuß von Niob von Aitken et al. (1973) bestätigt worden. Bei ausreichendem Angebot an Leerstellen, Zwischengitteratomen und Heliumatomen bildet sich ein Gleichgewicht aus, bei dem der Gasdruck p in den Blasen kompensiert wird durch die Oberflächenspannung γ der Blasen. Bei Annahme kugelförmiger Blasen ergibt sich

$$p = \frac{2\gamma}{r} \quad (6)$$

wobei r der Blasenradius ist. Bei der Oberflächenenergie von Niob von 2100 erg/cm^2 (Martin 1968) herrscht in Blasen mit 100 \AA Durchmesser ein Gasdruck von 1000 atm . Auf das Kristallgitter wirkt jedoch keine resultierende Kraft. Das Verzerrungsfeld des Gitters ist so klein, daß Blasen im Elektronenmikroskop nur im Phasenkontrast sichtbar sind.

Bei weiterem Beschuß mit Heliumatomen ist von Primak (1963) erstmals die Bildung kuppelförmiger Aufwölbungen der Oberflächen, sogenannter Blister, beobachtet worden. Kaminsky und Das (1973) und Bauer und Morse (1972) haben Blisterbildung in Niob nach Heliumbeschuß im Energiebereich von 300 bis 2000 keV untersucht. Kaminsky nimmt an, daß Heliumblasen die Vorstufe der Blister bilden. Welcher Mechanismus jedoch dazu führt, daß Gasblasen die Oberfläche deformieren, ist noch nicht geklärt worden. Bis heute haben sich mehrere Modelle entwickelt. Das u. Kaminsky (1973) vermuten, daß die Gasblasen bei weiterem Beschuß langsam anwachsen und daß an Stellen, an denen die Oberflächenenergie durch starke Gitterstörung herabgesetzt ist, die Oberfläche des Metalls aufgewölbt wird. Dagegen schlagen Erents u. McCracken (1973) vor, daß die Gasblasen nicht anwachsen, sondern die Konzentration der Blasen zunimmt. Überschreitet die Konzentration einen kritischen Wert, lagern sich kleine Blasen zusammen zu großen Blasen und drücken durch die Volumenvergrößerung die Oberfläche auf. Wilson, Bisson und Amos (1974) nehmen an, daß sich atomares Helium im Kristallgitter ohne Blasenbildung bis zu Konzentrationen von 24 at \% ansammelt, bevor es sich zusammenlagert und Blister bildet. Sie errechnen aufgrund einer Diffusionstheorie aus den Meßdaten von Bauer und Morse (1972), daß unterhalb 10 keV nur bei extrem hohen Beschußdosen $>10^{21} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ Blisterbildung auftreten sollte. Eine Entscheidung zwischen diesen Modellen wird an Hand eigener Messungen in Kapitel V versucht.

II. RUTHERFORD-RÜCKSTREUUNG ALS METHODE ZUR BESTIMMUNG VON GITTERFEHLERN

In dieser Arbeit wird die Rutherford-Rückstreuung zusammen mit dem Gitterführungseffekt und dem Schatteneffekt zur Bestimmung der Gitterstörung angewendet. Die Grundlagen dieser Meßmethode sind bereits öfters (Mayer, Eriksen u. Davies 1970, Schulze 1971 und Mayer u. Ziegler 1974) ausführlich dargestellt worden und sollen hier nur kurz erläutert werden.

1. Rückstreuung an amorphen Festkörpern

Wie in Kapitel I beschrieben, bewegen sich energiereiche leichte Ionen-Protonen mit Energien >25 keV- auf einer nahezu geraden Bahn durch den Festkörper. Ablenkungen um größere Winkel sind nur durch sehr zentrale Stöße - Stoßparameter kleiner etwa 10^{-2} \AA - möglich und treten daher selten auf. In erster Näherung kann man annehmen, daß die Rückstreuung schneller Protonen an Metalloberflächen in einem einzigen Stoß erfolgt. Die Bahn vor und nach dem Stoß kann als Gerade angesehen werden, auf der die Protonen nur gleichmäßig Energie an Elektronen verlieren. Abb. 3 zeigt schematisch das einfache Modell der Rückstreuung in einem Stoß.

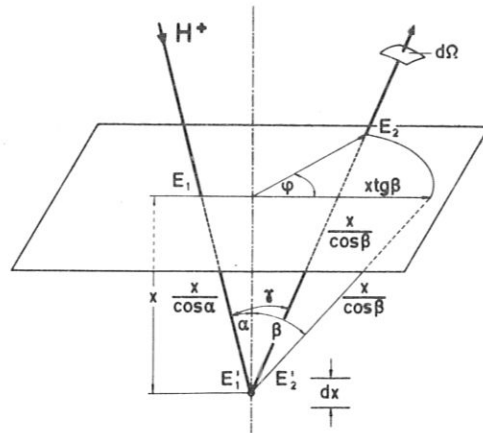


Abb. 3

Schema der Rückstreuung eines Ions in der Tiefe x

Nach Abb. 1 ist der differentielle Energieverlust S_e für Protonen zwischen 150 und 80 keV in Niob nahezu konstant - etwa gleich 18 eV/\AA -. Damit kann die Energie E_2 des aus dem Festkörper zurückgestreuten Teilchens in Abhängigkeit von der Beschußenergie E_1 und der Tiefe x , aus der es zurückgestreut wird, leicht berechnet werden. Für $\varphi = 0$ (Abb. 3) wird

$$E_2 = k^2 E_1 - S_e \frac{x}{\cos \alpha} \left(k^2 + \frac{\cos \alpha}{\cos \beta} \right),$$

wobei

$$k = \frac{M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2} + \left(\left(\frac{M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2} \right)^2 + \frac{M_1 - M_2}{M_1 + M_2} \right)^{1/2}, \quad \theta = \alpha + \beta. \quad (7)$$

Jeder Energie E_2 kann somit eindeutig eine Tiefe x zugeordnet werden, aus der das Teilchen zurückgestreut wurde.

Die Tiefenaufösung Δx ist durch die Energieauflösung ΔE_2 der Nachweisapparatur bestimmt.

$$\Delta x = \frac{dx}{dE_2} \Delta E_2 \quad (8)$$

Die Intensität der zurückgestreuten Ionen wird durch die Wahrscheinlichkeit $N_r(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega$ gegeben, daß ein Ion auf dem Wegstück $dx/\cos\alpha$ um einen Winkel θ in den Raumwinkel $d\Omega$ abgelenkt wird. Ist der Festkörper amorph, d. h. sind die Targetatome statistisch verteilt, so hängt diese Wahrscheinlichkeit von der Dichte N_V der Atome im Festkörper und dem differentiellen Wirkungsquerschnitt $d\sigma$ ab.

Für Protonen ist für große Ablenkungen und Energien oberhalb 50 keV der Rutherford-Streuquerschnitt eine gute Annäherung.

Damit wird

$$N_r(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega = \frac{N_V Z_1^2 Z_2^2 e^4 (k^2 + \frac{\cos\alpha}{\cos\beta})}{S_e 16 (E_2 + \frac{\cos\alpha}{\cos\beta} E_1)^2} f(\theta) dE_2 d\Omega, \quad (9)$$

mit

$$f(\theta) = \frac{4 (\cos\theta + \sqrt{1 - (\frac{M_1}{M_2} \sin\theta)^2})^2}{\sin^4\theta \sqrt{1 - (\frac{M_1}{M_2} \sin\theta)^2}}.$$

Die Intensität der zurückgestreuten Teilchen ist also umgekehrt proportional zum differentiellen Energieverlust der Teilchen im Festkörper.

2. Rückstreuung an Einkristallen

Die Rückstreuintensität ändert sich drastisch für einen Teilchenstrahl, der parallel zu einer dichtgepackten Gitterrichtung auf einen Kristall trifft. Hier läuft, wie in Kapitel I. 2 beschrieben, ein großer Teil der einfallenden Ionen auf geführten Bahnen in den Kristall. Damit wird die Wahrscheinlichkeit eines Stoßes mit kleinem Stoßparameter mit einem Gitteratom und damit auch die Rückstreuung um etwa den Faktor 30 reduziert.

Das gleiche gilt, wenn man die rückgestreuten Teilchen in einer dichtgepackten Gitterrichtung beobachtet. Lindhard (1965) hat gezeigt, daß Teilchen, die von einem Gitterplatz im Kristall aus unter kleinen Winkeln zu niedrig indizierten Gitterrichtungen starten, durch Stöße mit Gitteratomen von den Atomketten abgelenkt werden. Der minimale Ablenkwinkel dieser Teilchen entspricht etwa dem maximalen Einfallswinkel $\psi_{1/2}$ für geführte Teilchen. Dieser sogenannte Schatteneffekt reduziert die Rückstreuintensität an Gitteratomen bei Beobachtung in niedrig indizierten Gitterrichtungen um etwa den gleichen Faktor 30 wie der Gitterführungseffekt. Durch Einschluß in dichtgepackte Gitterrichtungen und Beobachtung in dichtgepackter Gitterrichtung (doppelt ausgerichtete Anordnung) kann die Rückstreuung zweimal, d. h. um etwa 3 Zehnerpotenzen reduziert werden (Bøgh 1968, Appleton u. Feldman 1969, Behrisch u. Scherzer 1969). Dagegen ist die Wahrscheinlichkeit zentraler Stöße und damit die Rückstreuung an verlagerten Gitteratomen oder Zwischengitterfremdatomen bei Einschluß in dichtgepackte Gitterrichtung gegenüber dem amorphen Fall erhöht, so daß die Rückstreuung sehr empfindlich von Gitterstörungen abhängt.

Im folgenden wird das von Lindhard (1965) für die Gitterführung (Kapitel I. 2) und den Schatteneffekt entwickelte Modell in etwas vereinfachter Form zur Berechnung der Rückstreuintensität aus Einkristallen verwendet.

Nach diesem Modell kann man aus der Aufspaltung des einfallenden Ionenstrahls beim Durchlaufen der Oberfläche des Einkristalls in einer geführten und random Anteil je nach Einschlußrichtung zwei Fälle unterscheiden.

- i Der nicht ausgerichtete Fall, in dem der Einfallswinkel des Ionenstrahls zu einer dichtgepackten Gitterrichtung größer ist als der kritische Winkel für Gitterführung $\psi_{1/2}$. Dieser Fall wird im wei-

teren als random Beschuß bezeichnet. Der einfallende Strahl läuft im Kristall als nichtgeführter Strahl. Die Rückstreuung kann hier wie an amorphem Material behandelt werden.

- ii Der ausgerichtete Fall, in dem der Einfallswinkel des Ionenstrahls relativ zu einer dichtgepackten Gitterrichtung kleiner als der kritische Winkel $\psi_{1/2}$ ist. Hier wird der einfallende Strahl in eine geführte und eine im allgemeinen sehr kleinen random Komponente aufgespalten. Das Verhältnis χ_{\min} der Intensität des random Strahls zur Gesamtintensität und damit das Verhältnis der Rückstreuintensität bei random Einschuß zu Einschuß in niedrig indizierte Gitterrichtung ist abhängig von der Flächendichte der Oberflächenatome und dem mittleren Amplitudenquadrat der thermischen Schwingungen der Gitteratome.

Im ausgerichteten Fall können zusätzlich durch Gitterfehler in der Oberflächenschicht des Kristalls Ionen aus der Einfallsrichtung um Winkel $\psi > \psi_{1/2}$ abgelenkt werden. Das Verhältnis der Rückstreuintensität des ausgerichteten zum nicht ausgerichteten Fall gibt damit ein Maß für die Störung des Kristallgitters an der Oberfläche.

Teilchen auf geführten Bahnen können sich nach diesem Modell den Gitterketten nur bis zu einem Abstand von etwa $0,1 \text{ \AA}$ nähern und tragen daher nicht zur Rückstreuung bei.

Die Trennung zwischen geführtem und random-Anteil des Strahls ist jedoch nur in erster Näherung richtig. Auf Grund der thermischen Schwingungen der Gitteratome und durch Streuung an Elektronen erhöht sich beim Eindringen in den Kristall die Energie der Teilchen senkrecht zu den Gitterketten, und ein Übergang von geführter zu random Bahn wird möglich. Diese Streuung geführter Teilchen auf random Bahnen wird als "Dechanneling" bezeichnet. Damit wird χ_{\min} abhängig von der Eindringtiefe x , also von der Energie E_2 der zurückgestreuten Teilchen.

Die Winkel- und Energieverteilung der rückgestreuten Teilchen, die parallel zu einer dichtgepackten Gitterrichtung auf einen Kristall treffen, ist damit (Schulze 1971)

$$N_{g,r}(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega = (\chi_{\min}(E_2) + \lambda(1 - \chi_{\min}(E_2)) \frac{N_{GF}(x)}{N_v}) N_r(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega . \quad (10)$$

Der Faktor λ berücksichtigt die erhöhte Wahrscheinlichkeit eines geführten Ions, auf ein Zwischengitteratom zu treffen, im Verhältnis zu einem nichtgeführten Teilchen.

Gleichung 10 zeigt, daß die Gitterfehlerkonzentration N_{GF} aus der Messung von $N_{g,r}$, N_r und χ_{\min} bestimmt werden kann. Die Gitterfehler tragen jedoch auch zu einer Streuung eines Teils des geführten Strahls in den random Strahl bei. Damit wird χ_{\min} abhängig von der Konzentration der Gitterfehler. Bei hohen Gitterfehlerkonzentrationen ist daher die Auswertung der Rückstreuenspektren schwierig. Die Abhängigkeit von χ_{\min} von der Gitterfehlerkonzentration ist für verschiedene Streumechanismen von Bøgh (1968) und Feldman u. Rodgers (1970) berechnet worden. Die so erhaltenen komplizierten Beziehungen werden von Ziegler (1971) ersetzt durch eine Streufunktion, die die Streuung aus dem geführten Strahl proportional zu der Konzentration der Gitterfehler annimmt. Die Proportionalitätskonstante wird so bestimmt, daß die aus den Meßkurven über ein Iterationsverfahren berechnete Gitterfehlerkonzentration im ungestörten Bereich des Kristalls gegen Null geht. Die genaue Herleitung dieses Auswertungsverfahrens ist im Anhang dargestellt.

Der Fehler durch die ungenaue Kenntnis von χ_{\min} kann weiter reduziert werden durch die Anwendung der doppelt ausgerichteten Anordnung. Hier wird sowohl der Einschuß wie auch die Beobachtung der Rückstreuung in dichtgepackten Gitterrichtungen durchgeführt und damit die Rückstreuung an Gitteratomen um etwa einen Faktor 1000 reduziert. Dagegen wird die Rückstreuung an verlagerten oder Fremdatomen abermals leicht verstärkt. Die Rückstreuintensität in doppelt ausgerichteter Anordnung ist da-

mit in erster Näherung gegeben durch (Schulze 1971)

$$N_{g,g}(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega = \left((2 - \frac{1}{2} \sin^2(\pi - \theta)) \chi_{\min}^2(E_2) + \lambda^2 (1 - \chi_{\min}(E_2))^2 \frac{N_{GF}(x)}{N_V} \right) N_r(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega. \quad (11)$$

Da $\chi_{\min} < 1$, führt die ungenaue Kenntnis zu einem kleineren Fehler in doppelt ausgerichteter Anordnung als in einfach ausgerichteter Anordnung. Besonders für kleine Gitterfehlerkonzentrationen und damit kleine χ_{\min} kann Formel 11 oft durch die einfache Beziehung (Bøgh 1968)

$$N_{g,g}(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega = \lambda^2 \frac{N_{GF}(x)}{N_V} N_r(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega \quad (12)$$

ersetzt werden.

Dabei wurde angenommen, daß die Gitterfehler wie Zwischengitteratome rückstreuen. Defektcluster sind in dieser Gleichung nicht erfaßt. In den Formeln für die Rückstreuung in einfach und doppelt ausgerichteter Anordnung muß der geringere differentielle Energieverlust auf geführten Bahnen (siehe II, 2b) in N_r berücksichtigt werden. Da aber vorwiegend nur die Ionen zur Rückstreuung beitragen, die im Winkelbereich um $\psi_{1/2}$ zu den Ketten laufen, ist es möglich, daß sie auf großen Teilen ihrer Bahn sogar durch Gebiete höherer Elektronendichte laufen müssen als die mittlere Elektronendichte auf random Bahnen. Bei der Umrechnung der Energie der rückgestreuten Teilchen in die Tiefe, aus der sie zurückgestreut wurden, werden daher in doppelt ausgerichteter Technik allgemein die gleichen differentielle Energieverluste angenommen, wie für nicht geführte Teilchen bzw. wie in amorphem Material.

In doppelt ausgerichteter Meßanordnung wird die Rückstreuung aus dem Kristallinneren so stark reduziert, daß man die direkte Rückstreuung an Oberflächenatomen beobachten kann. Dabei verlieren die Ionen nur die Energie, die im Zweierstoß auf ein Oberflächenatom übertragen werden kann und haben daher alle die Energie $E_2 = k^2 E_1$. Die Breite des Energieintervalls, in das sie zurückgestreut werden, ist im allgemeinen bestimmt von der Energieauflösung ΔE_2 der Nachweisapparatur. Die Energie- und Winkelverteilung der an Oberflächenatomen rückgestreuten ist also

$$N_{ob}(E_2, \alpha, \beta, \gamma) dE_2 d\Omega = \gamma_{eff} N_V d \frac{d\sigma(\theta, E_1)}{d\Omega} d\Omega \delta(E_2 - k^2 E_1) dE_2. \quad (13)$$

Dabei ist $\gamma_{eff} = (\gamma_{therm} + \gamma_{GF})$, wobei γ_{therm} die thermischen Gitterschwingungen der Oberflächenatome und γ_{GF} die erhöhte Rückstreuung durch Gitterfehler in der Oberfläche berücksichtigt. γ_{eff} ist damit ein Maß für die Gitterordnung in der Oberfläche und kann durch gute mechanische und chemische Vorbehandlung und anschließendes Ausheizen bei Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt auf Werte nahe 1,5 reduziert werden.

Ionen, die an oberflächlich adsorbierten Fremdatomen zurückgestreut werden, erleiden im Zweierstoß einen von Kristallatomen verschiedenen Energieverlust. Ist die Masse der Fremdatome größer und damit der Energieverlust kleiner, so wird die Energieverteilung der an Fremdatomen zurückgestreuten Teilchen nicht überlagert von der Rückstreuung aus dem Kristall und ist leicht nachweisbar. In doppelt ausgerichteter Meßanordnung ist die Rückstreuung aus dem Kristall jedoch so niedrig, daß auch die Rückstreuung an leichten adsorbierten Fremdatomen, wie z. B. Kohlenstoff und Sauerstoff auf Niob, nachgewiesen und quantitativ ausgewertet werden kann.

Abb. 4 zeigt einen typischen Satz von Rückstreuspektren von 150 keV Protonen an einem Nb-Einkristall. Solche Spektren werden vor jedem Meßexperiment aufgenommen, um die Sauberkeit und Gitterordnung des Kristalls zu bestimmen.

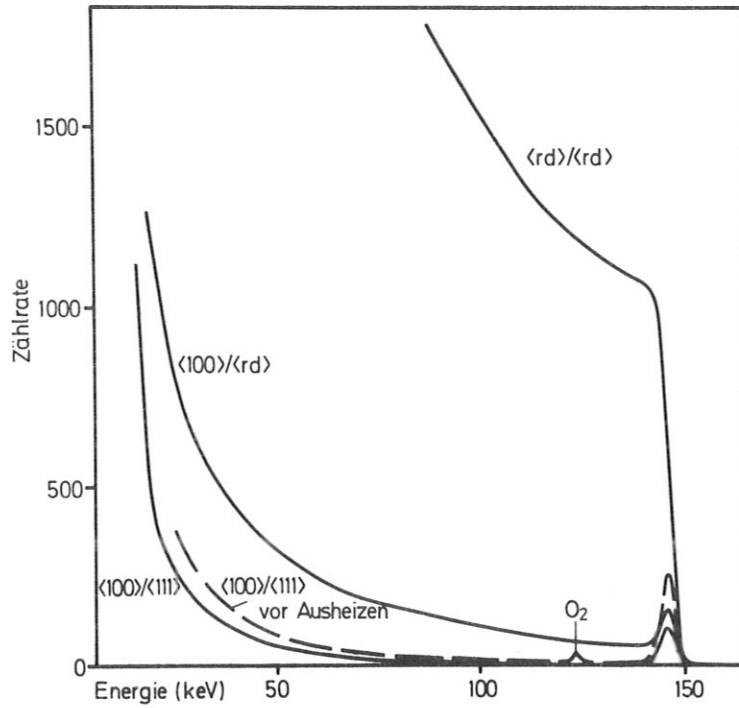


Abb. 4

Energieverteilung rückgestreuter 150 keV Protonen an Niobeinkristallen in nicht, einfach und doppelt ausgerichteter Anordnung

Die Intensität der rückgestreuten Teilchen ist beim Übergang von der nicht ausgerichteten zur einfach ausgerichteten Anordnung schon stark erniedrigt und zeigt im Oberflächenpeak die Rückstreuung an Oberflächenatomen. In doppelt ausgerichteter Anordnung kann daneben vor dem Ausheizen ein zweiter Peak aufgelöst werden, der der Rückstreuung von Protonen an adsorbiertem Sauerstoff entspricht.

III. EXPERIMENTELLE ANORDNUNG

1. Apparatur

Die schematische Darstellung der Bestrahlungsapparatur zeigt Abb. 5.

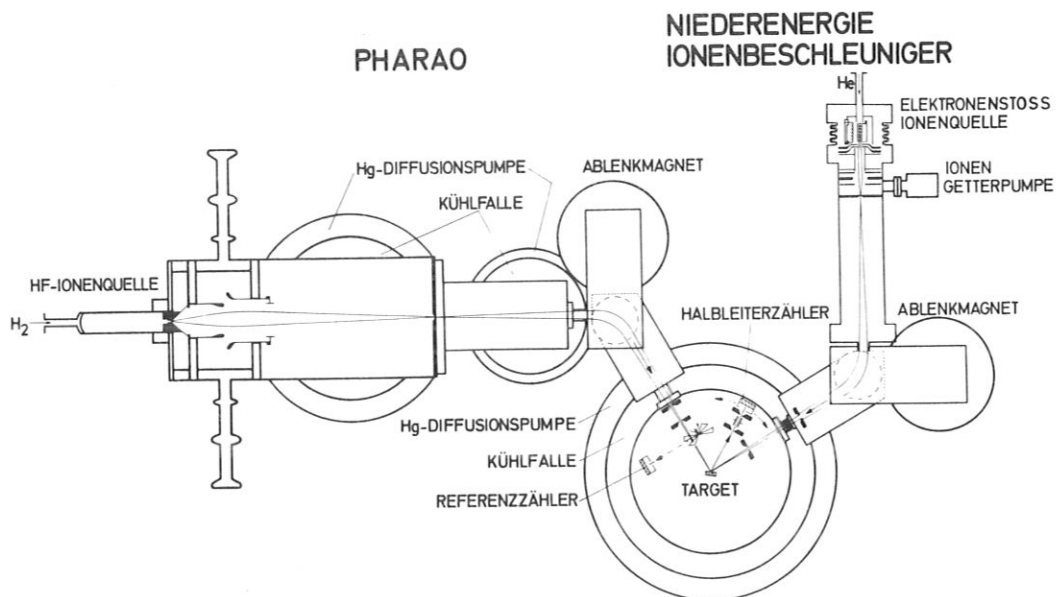


Abb. 5 Schematische Darstellung der Bestrahlungsapparatur

Sie besteht aus einer Kombination des kleinen Beschleunigers für leichte Ionen PHARAO (Behrisch 1967) mit einem Niederenergieionenbeschleuniger.

Abb. 6 zeigt den Aufbau der zur Erzeugung der Strahlenschäden verwendeten Niederenergie-Ionenquelle. Sie entspricht dem Aufbau eines Bayard-Alpert-Ionisationsmanometer, bei der der Ionenkollektor durch eine Absaugblende ersetzt wurde.

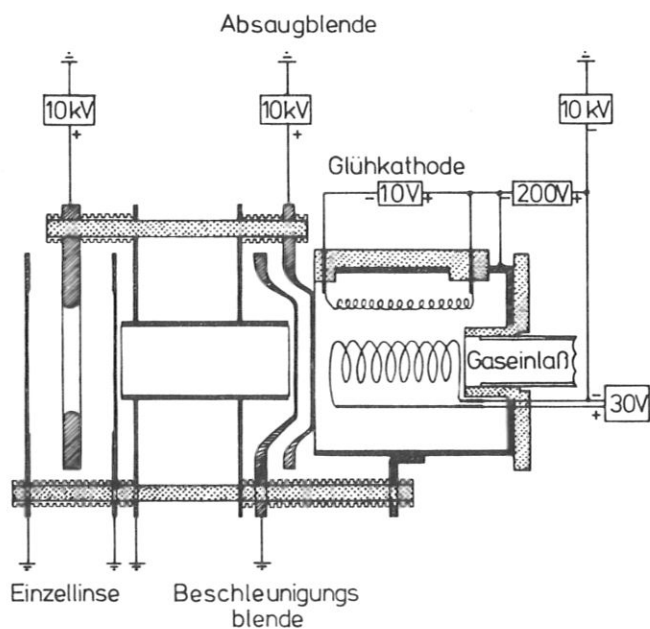


Abb. 6 Schematische Darstellung der Niederenergie-Ionenquelle

Dabei handelt es sich um eine Modifizierung der von Taglauer (1971) verwendeten Ionenquelle. Eine Einzellinse fokussiert den Ionenstrahl auf eine Blende von 2 mm Durchmesser, die die Ionenquelle vom Targetraum trennt. Die Blendenöffnung wird durch ein doppeltfokussierendes magnetisches Sektorfeld auf das Target abgebildet. Dadurch werden Molekül- und Fremdgasionen aus dem Strahl abgetrennt. Durch zwei Blenden wird der Strahldurchmesser auf 3 mm begrenzt. Innerhalb des Beschußflecks auf der Targetoberfläche wird dadurch die Inhomogenität der Stromdichte auf 10 % beschränkt. Abb. 7 zeigt das Strahlprofil am Ort der Targetoberfläche bei 4 keV Heliumionen. Der Ionenstrom wird zwischen der letzten Begrenzungsblende und dem Target durch einen schwenkbaren Faradaybecher gemessen und während des Beschusses in regelmäßigen Abständen kontrolliert.

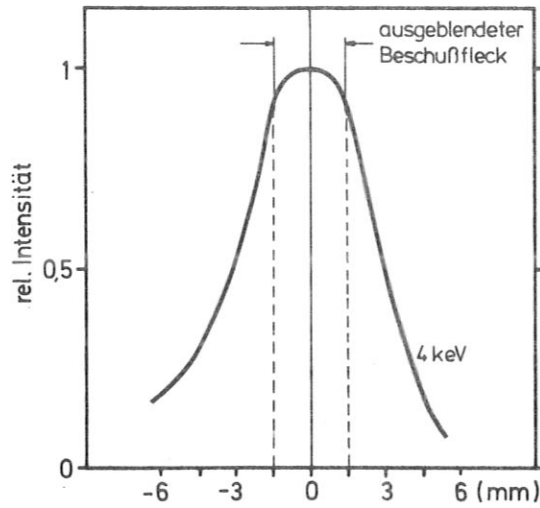


Abb. 7

Strahlprofil des Niederenergie-Ionenstrahl am Target

Abb. 8 zeigt die Strom-Spannungscharakteristik der verwendeten Ionenquelle mit Magnetfeld für Heliumionen. Die Energieunschärfe ist im verwendeten Energiebereich besser als 1 % (Grundner 1973). Der Druck in der Ionenquelle liegt im 10^{-5} Torr-Bereich.

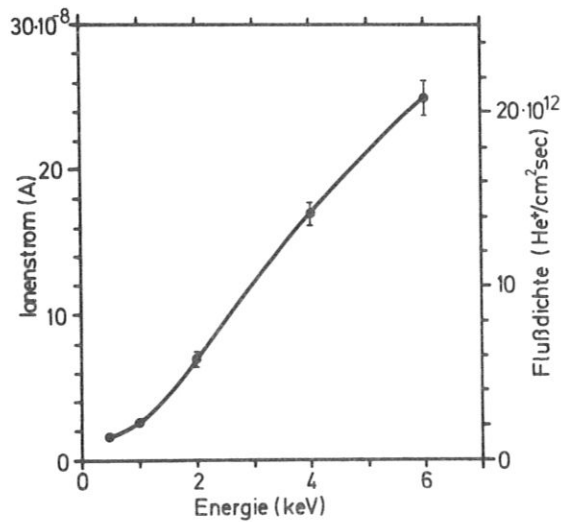


Abb. 8

Maximaler Gesamtstrom und maximale Stromdichte am Target für verschiedene Ionenenergien

Zur Analyse der Strahlenschäden wurde der 120 bzw. 150 keV Protonenstrahl des PHARAO⁺ (Behrisch 1967) verwendet. Der magnetisch analysierte Strahl wird durch zwei Blenden auf einen Strahldurchmesser von 0,3 mm und die Strahldivergenz auf einen Öffnungswinkel von $0,34^\circ$ begrenzt (Abb. 9). Zur Messung des Ionenstroms wird von einer rotierenden Blende ein konstanter Bruchteil des primär einfallenden Strahls in einen Referenzzähler gestreut. Der Referenzzähler wird mit Hilfe eines Faradaybeckers geeicht (Behrisch, Scherzer u. Schulze 1972). Der Nachweis der vom Target zurückgestreuten Ionen und Atome erfolgt durch einen auf -120°C gekühlten Oberflächensperrschichtzähler mit einer Energieauflösung von 2,7 keV und einer unteren Nachweisgrenze von 5 keV (Schmidl 1973). Die im Zähler entstehenden, der Energie der Teilchen proportionalen Ladungsimpulse werden verstärkt und in dem Vielkanalanalysator DIDAC 800 in 200 Kanäle nach Impulshöhen sortiert. So erhält man in einer einzigen Messung die Energieverteilung der Protonen für eine bestimmte Winkelanordnung.

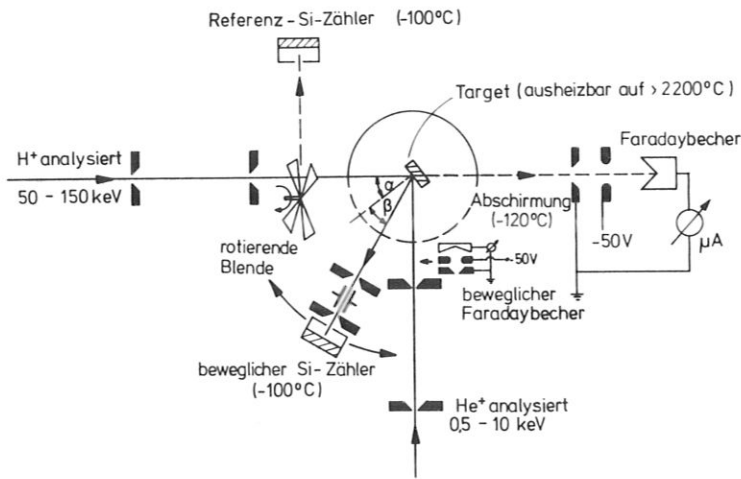


Abb. 9

Schematische Darstellung der Meßanordnung

Der Zähler erfährt einen Raumwinkel von $3 \cdot 10^{-5}$ sterad. Er kann auf einer Kugelfläche um das Target bewegt werden, wobei Ablenkwinkel ($\alpha + \beta$) (Abb. 3) zwischen Einschuß- und Beobachtungsrichtung im Bereich von 30° bis 180° gewählt werden können und γ zwischen $\pm 6^\circ$ variiert werden kann. Das Target ist elektrisch isoliert auf einen Goniometerkopf montiert, der eine kontinuierliche Einstellung des Einschußwinkels α zur Oberflächennormale von -45° bis $+90^\circ$ und eine Drehung des Targets um $\pm 8^\circ$ gestattet. Zur endgültigen Justierung besteht die Möglichkeit, den Kristall um $\pm 10^\circ$ zu kippen. Die drei Drehachsen schneiden sich dabei im Beschußfleck auf der Kristalloberfläche (Behrisch, Mühlbauer u. Scherzer 1969).

Als Targets wurden Niob-Einkristalle⁺⁺ verwendet, die parallel zu einer $\{100\}$ -Fläche geschnitten waren. Sie wurden vor jeder Versuchsreihe in einer Mischung von 70 % HNO_3 (65 vol%) und 30 % HF (71 vol%) chemisch poliert (Reed 1971) und im Targetraum bei einem Vakuum von $4 \cdot 10^{-7}$ Torr zum Ausheilen und zur Reinigung durch Elektronenbeschuß von der Rückseite auf 2500 K geheizt. Der Grad der Gitterunordnung und der Verunreinigung läßt sich aus den Rückstreuenspektren vor und nach dem Ausheizen (Abb. 4) bestimmen.

Vor dem Ausheizen ist auf der Oberfläche als Verunreinigung nur Sauerstoff zu erkennen, der durch das Aufheizen bis unter die Nachweisgrenze von 10^{-2} Monolagen entfernt werden konnte. Bestimmt man die Oberflächenunordnung, die nach Formel 13 mit γ_{eff} zusammenhängt, so ergibt sich, daß nach dem

⁺ Protonen und Heliumionen Accelerator für Rückstreuung an Oberflächen

⁺⁺ Die Kristalle wurden freundlicherweise von Dr. R. E. Reed, Oak Ridge National Laboratory zur Verfügung gestellt.

Ausheizen nur etwa 1,8 Oberflächenschichten zur Rückstreuung in den Oberflächenpeak beitragen.

In der Meßkammer wurde während des Betriebs beider Ionenquellen mittels einer Quecksilberdiffusionspumpe QUICK 2004 mit Kühlfalle ein Endvakuum im 10^{-8} Torr Bereich erreicht. Die Analyse des Restgases (Abb. 10) zeigt, daß dieser Druck fast ausschließlich durch den Partialdruck von Quecksilber aus der Diffusionspumpe erzeugt wurde, während der Partialdruck von Kohlenwasserstoffen unter 10^{-10} Torr lag.

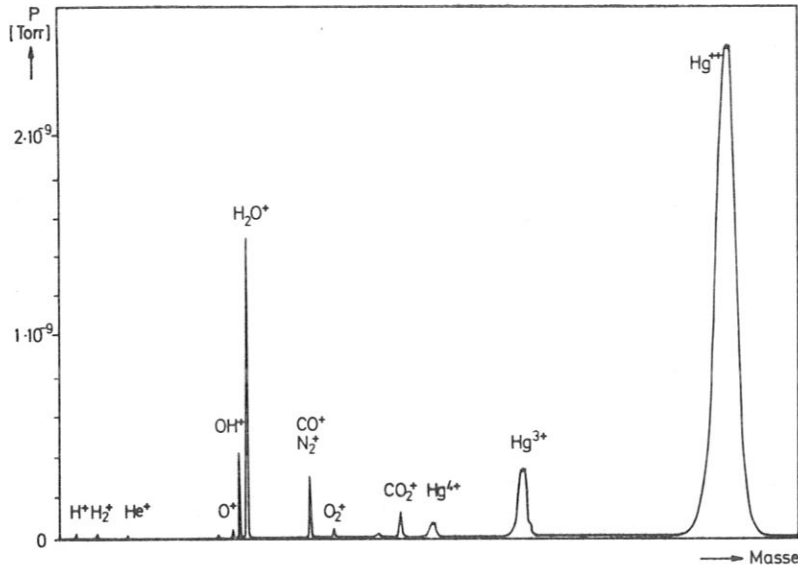


Abb. 10
Restgasspektrum in der Targetkammer

2. Verwendete Kristallorientierung

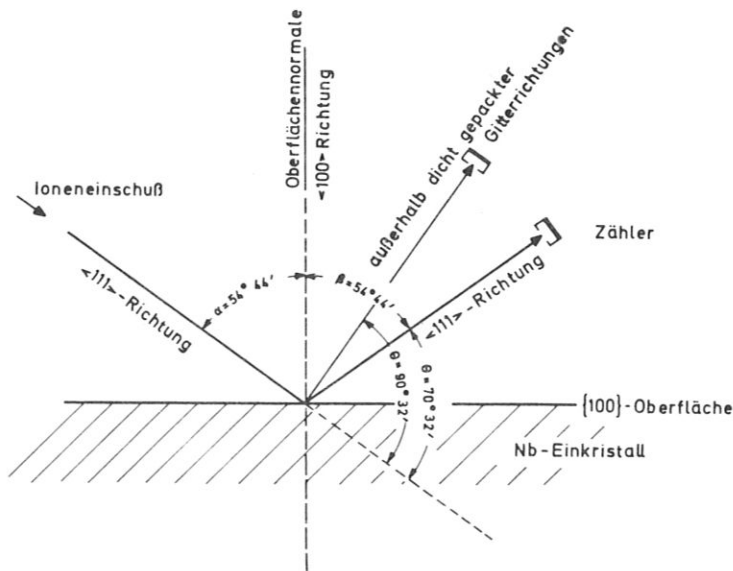


Abb. 11
{110}-Meßebe mit
Einschuß und Beobach-
tungsrichtung

Abb. 11 zeigt die verwendete geometrische Einstellung des Kristalls bei Heliumbeschuß und bei der Rutherford-Rückstreuungsmessung.

Im kubisch raumzentrierten Niob sind die am dichtest gepackten Gitterrichtungen die $\langle 111 \rangle$ -Richtungen, die am dichtest gepackten Gitterebenen die $\{100\}$ -Ebenen.

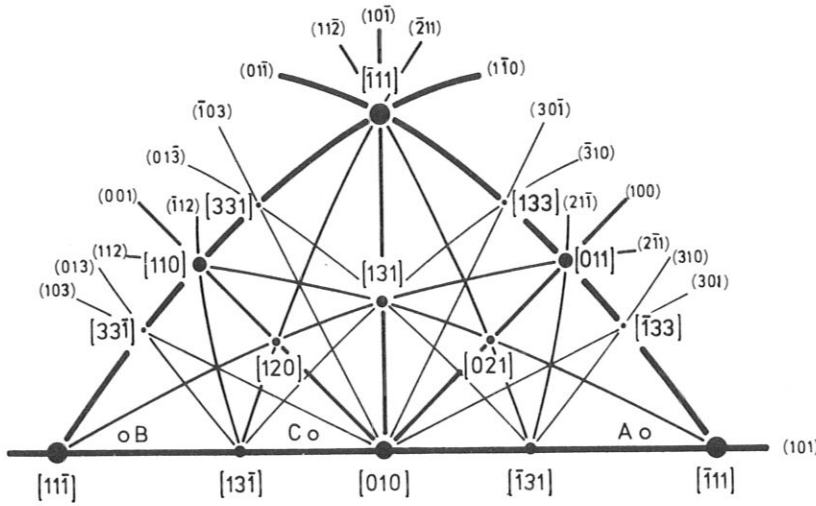


Abb. 12
Stereographische Projektion eines kubisch-raumzentrierten Kristalls

Abb. 12 zeigt die stereographische Projektion eines kubisch raumzentrierten Gitters. Der Beschuß mit Heliumionen zur Erzeugung der Strahlenschäden erfolgte entweder parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Richtung senkrecht zur Oberfläche oder außerhalb einer dichtgepackten Gitterrichtung (12° gedreht und $3,5^\circ$ gekippt). Dieser Richtung entspricht Punkt C in Abb. 12. Die Analyse der Strahlenschäden durch Rutherford-Rückstreuung erfolgte sowohl in einfacher als auch in doppelt ausgerichteter Anordnung. Es wurden jedoch vorwiegend die doppelt ausgerichteten Spektren ausgewertet. Wegen der besseren Tiefenauflösung wurden die meisten Rutherford-Rückstremessungen bei Einschuß in $\langle 111 \rangle$ -Richtung durchgeführt. Bei Heliumbeschuß mit Energien über 3 keV mußte wegen der größeren Reichweite der Strahlenschäden der Einschuß der 150 keV-Protonen senkrecht zur Oberfläche in $\langle 100 \rangle$ -Richtung gewählt werden. Die Beobachtung erfolgte immer in $\langle 111 \rangle$ -Richtung oder in random Richtung. Zur Simulation der Rückstreuung an amorphem Niob und zur Bestimmung des differentiellen Energieverlustes der Protonen im Festkörper wurde sowohl der Einschuß als auch die Beobachtungsrichtung außerhalb dichtgepackter Gitterrichtungen gelegt. Dabei betragen α und β je $44^\circ 44'$, der Kristall wurde um 4° gekippt (Punkte A und B in Abb. 12).

Die Beschußdosen, die für die Analyse der Strahlenschäden benötigt wurden, mußten möglichst niedrig gehalten werden, um die dabei erzeugten Strahlenschäden klein zu halten. Abb. 13 zeigt den Anstieg der Rückstreuung in $\langle 111 \rangle$ -Richtung aus einer Tiefe von 100 \AA bei Beschuß mit 150 keV Protonen in $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Gleichzeitig ist der Anstieg der Rückstreuung mit der Dosis von 4 keV Heliumionen in random Richtung angegeben. Die niedrigste Beschußdosis, nach der die Gitterstörung mittels Rutherford-Rückstreuung gemessen wurde, lag bei $5 \cdot 10^{15} \text{ He}^+/\text{cm}^2$. Man sieht, daß die für ein Rückstreuspektrum benötigte Dosis von $3 \cdot 10^{15} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ im Vergleich zum Heliumbeschuß vernachlässigbare Strahlenschäden erzeugt.

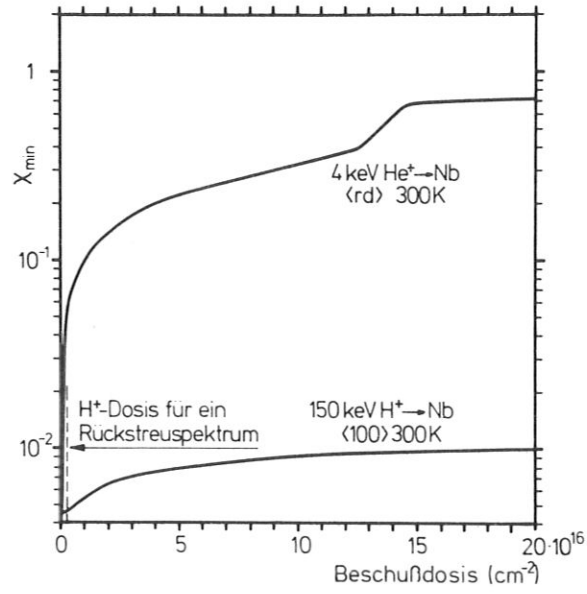


Abb. 13 Vergleich des Anstiegs der relativen Rückstreuungintensität durch Beschuß mit 4 keV Heliumionen und durch den analysierenden 150 keV Protonenstrahl

IV. MESSERGEBNISSE

1. Beobachtung der Blisterbildung durch Rutherford-Rückstreuung und im Raster-Elektronen-Mikroskop (REM)

Die Niobeinkristalle wurden in $\langle 100 \rangle$ -Richtung bzw. random Richtung mit Heliumionen zwischen 0,5 und 9 keV beschossen. Die Störung des Kristallgitters wurde nach Beschußdosen von jeweils etwa $2 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ durch Rutherford-Rückstreuung von 120 bzw. 150 keV Protonen in einfach und doppelt ausgerichteter Anordnung gemessen. Einen typischen Satz doppelt ausgerichteter Rückstreuspektren nach verschiedenen Beschußdosen mit 4 keV-Heliumionen in random Richtung bei Zimmertemperatur zeigt Abb. 14.

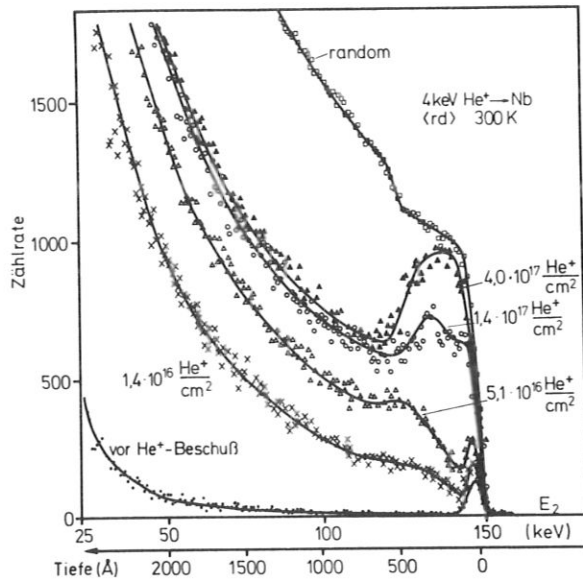


Abb. 14

Typischer Satz doppelt ausgerichteter Rückstreuspektren ($\langle 100 \rangle / \langle 111 \rangle$) nach verschiedenen Beschußdosen mit 4 keV He^+ in random Richtung bei Zimmertemperatur

Das Rückstreuspektrum des ausgeheilten Kristalls zeigt einen Oberflächenpeak, der der Rückstreuung an 1,8 Oberflächenschichten entspricht. Mit zunehmender Tiefe steigt die Rückstreuintensität durch Dechanneling sehr langsam an.

Die Schädigung des Kristalls entwickelt sich in zwei Stadien. Bis zu einer Dosis von etwa $1,4 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ zeigen die Spektren die Entwicklung eines breiten Peaks bei etwa 480 Å Tiefe. Gleichzeitig steigt die Rückstreuintensität mit der Tiefe durch Dechanneling stark an. Der Peak fällt bei 4 keV He^+ -Beschuß in den starken Anstieg der Rückstreuintensität durch Dechanneling und ist daher im wesentlichen nur als Schulter zu erkennen. Bei niedrigeren Beschußenergien ist er noch besser ausgeprägt. Das Auftreten des Peaks zeigt, daß in diesem Bereich die Gitterstörung zu direkter Rückstreuung aus dem geführten Strahl an verlagerten Atomen führt. Der Oberflächenpeak erhöht sich nur unwesentlich.

Zwischen $1,4 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ und $1,9 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ ändert sich die Form der Rückstreuspektren. Tatsächlich findet diese Änderung in einem engen Dosisintervall $< 1 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ statt, wie in Kap. V. 1. c näher ausgeführt wird. In einer Schicht, die von der Oberfläche bis in die Tiefe des vorher beschriebenen Peaks reicht, steigt die Rückstreuintensität stark an. Dieser Anstieg setzt sich bis $1,9 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ langsam fort und erreicht dann eine Sättigung nahe der random Intensität. Die Rückstreuung durch Dechanneling erreicht schon bei $1,2 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ ihre Sättigungsintensität.

Neben der Untersuchung durch Rutherford-Rückstreuung wurden die Oberflächen der Kristalle nach verschiedenen Beschußdosen im REM untersucht. Dabei zeigte sich, daß bis zum Einsetzen der starken Rückstreuung aus der Oberflächenschicht bei $1,4 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ die polierte Kristalloberfläche keine Veränderungen aufweist. Oberhalb dieser kritischen Dosis sind Blister sichtbar, die die Oberfläche kuppelförmig aufwölben (Abb. 15). Diese Aufwölbung einer Oberflächenschicht erlaubt eine einfache Erklärung für die beobachtete Änderung im Rückstreuspektrum. Das Kristallgitter in den Blisterdeckeln ist nicht mehr mit der Gitterstruktur des Grundmaterials ausgerichtet. Die Protonen durchlaufen den Deckel außerhalb niedrig indizierter Gitterrichtungen und werden zurückgestreut wie in amorphem Material. Das Grundmaterial bleibt weiterhin ausgerichtet zum einfallenden Protonenstrahl. Die Rückstreuung wird in dieser Tiefe wieder reduziert.

Die Tiefe der Schicht mit hoher Rückstreuung gibt also direkt die Deckeldicke der erzeugten Blister an.

2. Energieabhängigkeit der Blisterbildung

Um die Blisterentwicklung als Funktion der Eindringtiefe der Heliumionen zu untersuchen, wurde die Einschußenergie zwischen 0,5 und 9 keV variiert. Abb. 15 zeigt Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von Blister nach Beschuß mit 4 keV und 9 keV in random Richtung bei Zimmertemperatur zu Dosen von $3 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$.

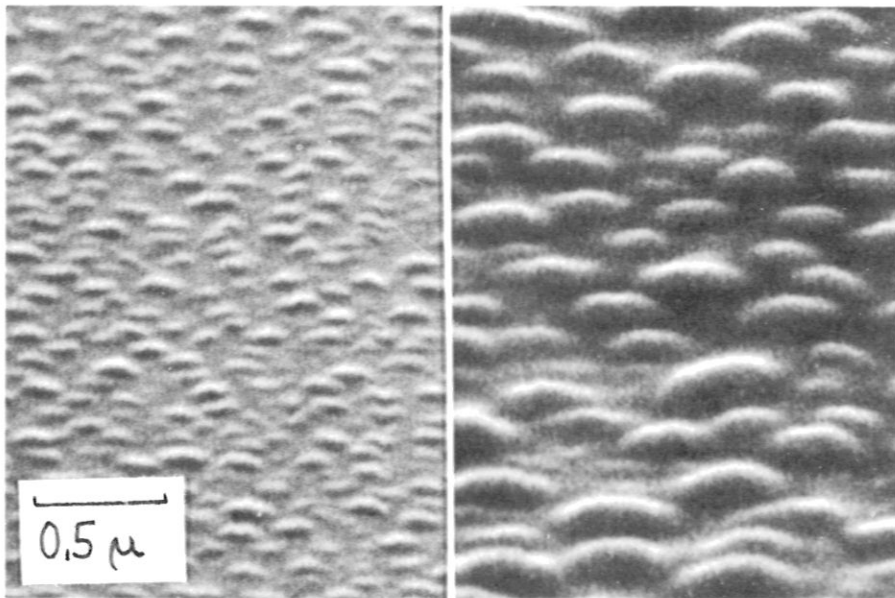


Abb. 15 Blister nach Beschuß mit 4 keV (links) und 9 keV (rechts) Heliumionen in random Richtung nach einer Beschußdosis von $3 \cdot 10^{17}/\text{cm}^2$ bei Zimmertemperatur

Abb. 16 zeigt die Abhängigkeit der Tiefe des Peaks bei niedrigeren Dosen, der Deckeldicke und des Blisterdurchmessers von der Einschußenergie bei Zimmertemperatur und Beschuß in random Richtung. Bei Beschuß mit 0,5 keV konnte keine Blisterbildung beobachtet werden.

Im untersuchten Energiebereich stimmt die Deckeldicke mit der Tiefe des Peaks bei niedrigeren Beschußdosen innerhalb der Meßgenauigkeit überein. Diese Tiefe steigt nahezu linear mit zunehmender Energie von 150 \AA bei 1 keV auf 1040 \AA bei 9 keV an. In Abb. 16 sind weiterhin die von Weißmann und Sigmund (1973) berechneten mittleren Eindringtiefen von Heliumionen in amorphem Niob eingetragen. Wie man sieht, sind diese etwa um den Faktor 3 kleiner als die gemessenen Deckeldicken bzw. die Tiefe des bei niedrigen Beschußdosen auftretenden Peaks.

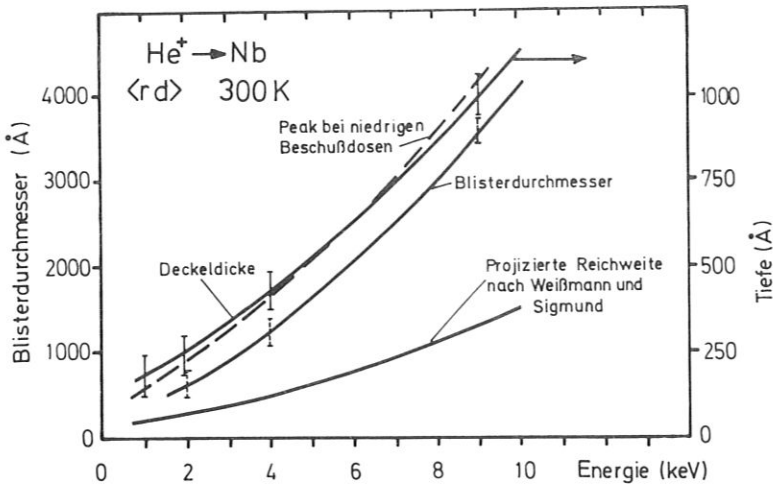


Abb. 16

Vergleich der Deckeldicke der Blister und der Tiefe des Peaks bei niedrigen Beschußdosen aus der Rutherford-Rückstreuung mit dem Blisterdurchmesser aus REM-Aufnahmen bei verschiedenen Energien

Der mittlere Durchmesser der Blister ist etwa viermal so groß wie die Deckeldicke. Er zeigt die gleiche Energieabhängigkeit und steigt von 600 Å bei 2 keV auf 4000 Å bei 9 keV Beschußenergie. Obwohl auch bei 1 keV Helium-Beschuß die gleichen charakteristischen Änderungen im Rückstreuungsspektrum auftreten, konnten im REM keine Blister mehr beobachtet werden, da die Größe der Blister schon unter dem Auflösungsvermögen des Mikroskopes lag.

Die Abhängigkeit der Form des Peaks bei niedrigeren Beschußdosen von der Beschußenergie zeigt Abb. 17.

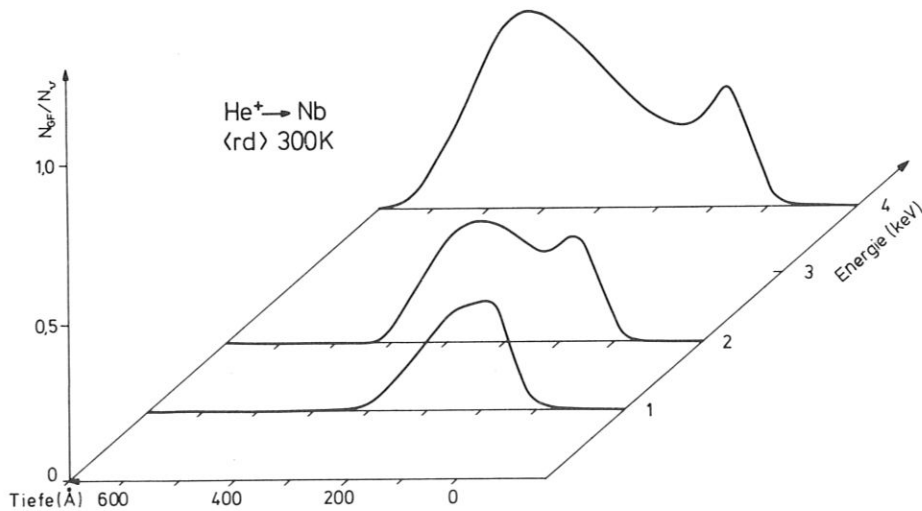


Abb. 17 Tiefenverteilung der Gitterunordnung durch Implantation von $5 \cdot 10^{16} \text{He}^+/\text{cm}^2$ bei verschiedenen Beschußenergien aus doppelt ausgerichteten Rückstreuungsspektren von 150 keV Protonen

Die Form des Peaks ist nach einem Iterationsverfahren, das im Anhang genauer beschrieben ist, aus den Rückstreuungsspektren in einfach und doppelt ausgerichteter Anordnung berechnet worden. Danach ergeben sich zwei Maxima in der Verteilung der Gitterstörungen, die zur direkten Rückstreuung aus dem geführten Strahl führen.

Neben dem breiten Maximum, das auch schon in den Rückstreuungsspektren zu erkennen ist, läßt sich nahe der Oberfläche ein kleinerer Peak auflösen. Die absolute Höhe, die Tiefe und die Halbwertsbreite des breiten Maximums nimmt mit steigender Beschußenergie zu.

Die Verteilung der Blisterdurchmesser bei verschiedenen Beschußenergien für random Beschuß bei Zimmertemperatur ist in Abb. 18 dargestellt. Die Breite der Verteilung nimmt mit wachsender Beschußenergie zu, wobei bei allen untersuchten Beschußenergien ein scharfes Maximum zu erkennen ist.

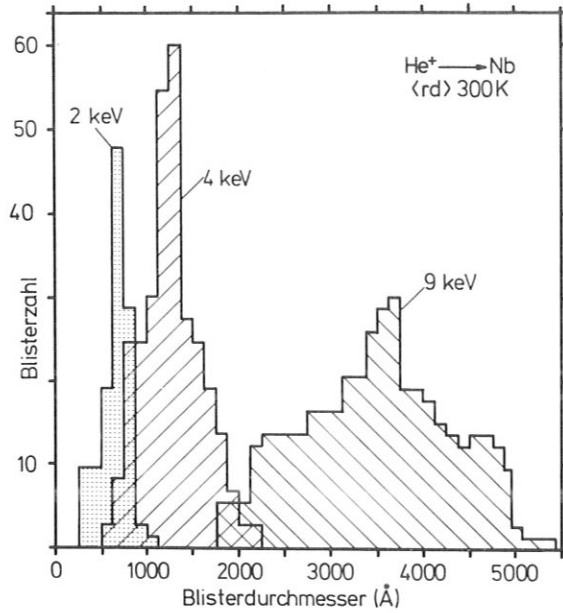


Abb. 18

Statistik der Blisterdurchmesser nach Heliumbeschuß in random Richtung bei verschiedenen Energien

Die Abhängigkeit der kritischen Dosis für Blisterbildung vor der Einschußenergie ist in Abb. 19 dargestellt. Sie liegt zwischen 1 und $2 \cdot 10^{17}$ He⁺/cm² und nimmt mit steigender Beschußenergie zu.

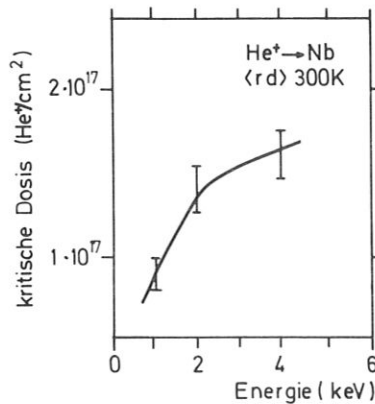


Abb. 19

Energieabhängigkeit der kritischen Dosis für Blisterbildung für random Beschuß bei Zimmertemperatur

3. Richtungsabhängigkeit der Blisterbildung

Da sich die Reichweite der Heliumionen bei Einschuß in dichtgepackte Gitterrichtung von der Reichweite bei random Einschuß wesentlich unterscheiden sollte (Kap. I. 2. b), wurde die Abhängigkeit der Deckeldicken und Blisterdurchmesser von der Orientierung des Kristalls zur Einschußrichtung für Beschuß mit 4 keV Heliumionen bei Zimmertemperatur und 150 K untersucht.

Besonders ausgeprägt war dabei die Abhängigkeit der Durchmesser der Blister von der Einfallsrichtung. Abb. 20 zeigt Blister bei Zimmertemperatur nach Beschuß in random und <100>-Richtung. Der Blisterdurchmesser ist bei Beschuß in <100>-Richtung etwa doppelt so groß wie bei random Beschuß.

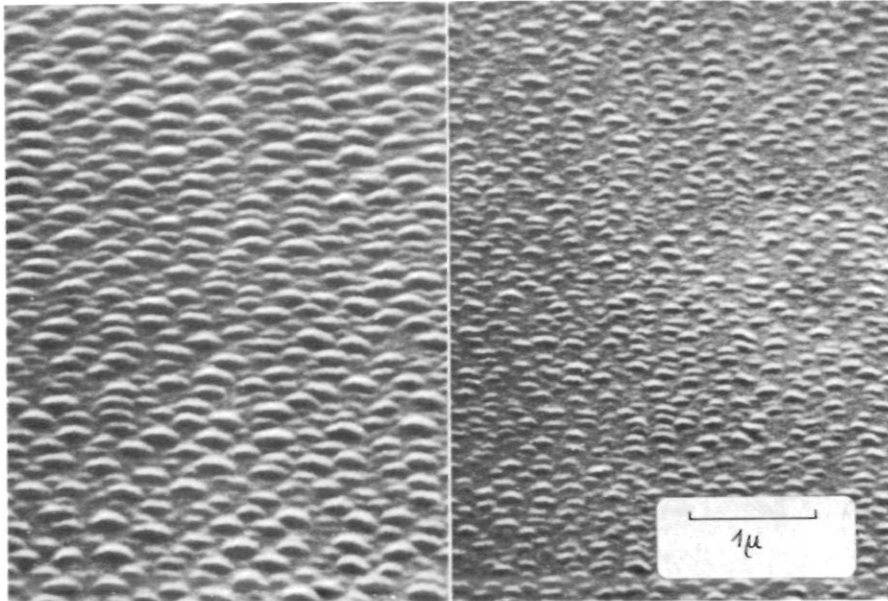


Abb. 20 Blister nach Beschuß mit 4 keV Heliumionen in $\langle 100 \rangle$ (links) und random Richtung (rechts) bei Zimmertemperatur

Demgegenüber zeigen die Deckeldicken bei Zimmertemperatur nur eine geringe Abhängigkeit von der Einschußrichtung. Bei Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung ist die Deckeldicke nur um etwa 5 % größer als bei Beschuß in random Richtung. Bei 150 K ist dagegen die Deckeldicke für $\langle 100 \rangle$ Beschuß mit 750 \AA etwa 50 % größer als bei Zimmertemperatur, während sie bei random Beschuß wie bei Zimmertemperatur 480 \AA beträgt.

Die kritische Dosis für Blisterbildung liegt bei Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung um etwa 30 % über der kritischen Dosis für random Beschuß.

4. Temperaturabhängigkeit der Blisterbildung

Die Temperaturabhängigkeit von Blistergröße und Deckeldicke wurde für Beschuß mit 4 keV Heliumionen in $\langle 100 \rangle$ -Richtung im Temperaturbereich von 150 K bis 1300 K noch eingehender untersucht. Dabei zeigte sich bei der Beobachtung im REM, daß vier verschiedene charakteristische Formen der Oberflächenstruktur auftreten (Abb. 21).

Zwischen 150 K und 750 K entstehen runde, kuppelförmige Blister, wie auch schon bei Zimmertemperatur und random Beschuß, deren Durchmesser mit steigender Temperatur leicht zunimmt. Bei 920 K ist die Zahl der Blister stark reduziert. Die Blisterdeckel sind größtenteils abgeplatzt und liegen zum Teil verstreut auf der Kristalloberfläche. Bei etwa 1200 K ordnen sich die Blister in niedrig-indizierte Gitterrichtungen um. Sie nehmen T-Form an mit den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen als Grundachsen und $\langle 111 \rangle$ -Flächen als Deckel.

Bei 1300 K können dann keine einzelnen Blister mehr gefunden werden. Die Oberfläche ist stark zerklüftet und übersät von scharfen Kratern und Gipfeln.

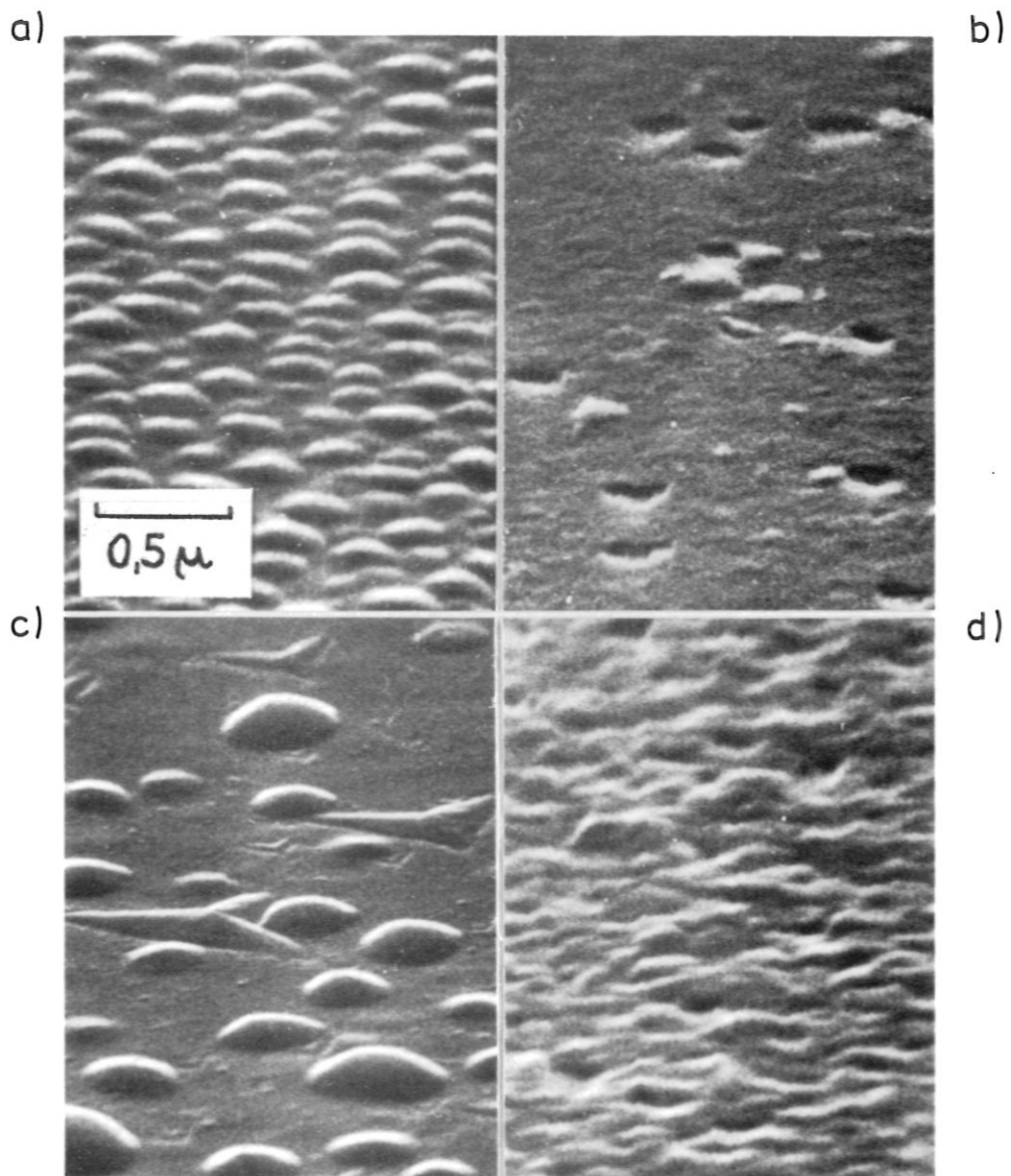


Abb. 21 Oberflächenstruktur nach 4 keV Heliumbeschuss in $\langle 100 \rangle$ -Richtung
für verschiedene Temperaturen
a) 150 K b) 750 K c) 1200 K d) 1300 K

Die Verteilung der Blisterdurchmesser ist für verschiedene Temperaturen nach 4 keV He⁺-Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung in Abb. 22 dargestellt.

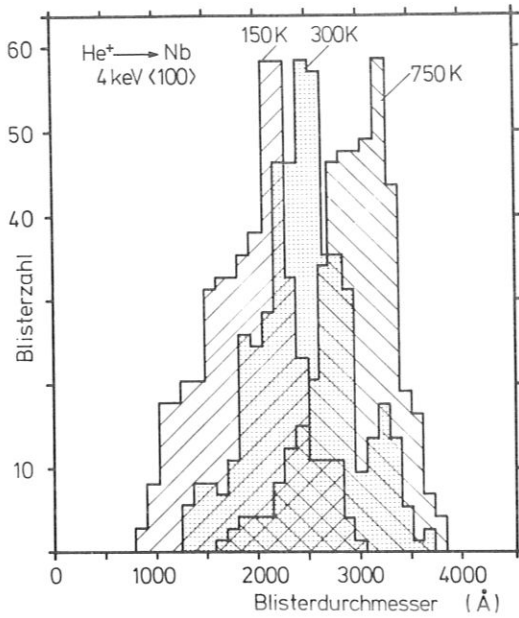


Abb. 22

Statistik der Blisterdurchmesser nach 4 keV Heliumbeschuß in $\langle 100 \rangle$ Richtung bei verschiedenen Temperaturen

Im untersuchten Temperaturbereich zeigt die Verteilung der Blisterdurchmesser ein ausgeprägtes Maximum, das mit zunehmender Temperatur leicht ansteigt. Nur bei Zimmertemperaturen treten zwei Maxima auf, wobei das kleinere Maximum dem häufigsten Durchmesser bei 750 K entspricht.

Das Anwachsen der mittleren Durchmesser mit der Temperatur bis 950 K ist in Abb. 23 zusammen mit der Temperaturabhängigkeit der Deckeldicke und der Tiefe des Peaks bei niedrigen Beschußdosen dargestellt.

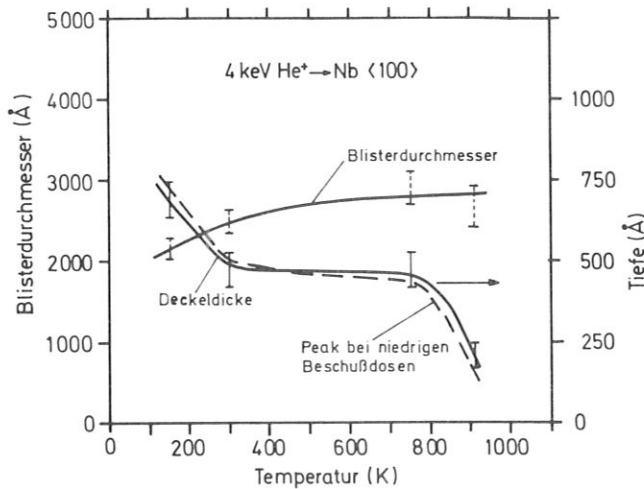


Abb. 23

Vergleich des Blisterdurchmessers mit der Deckeldicke und der Tiefe des Peaks bei niedrigen Beschußdosen für verschiedene Temperaturen

Die Tiefe des Peaks bei niedrigen Dosen stimmt über den gesamten Tiefenbereich wieder mit der Breite der Blisterschicht überein. Sie nimmt zwischen 150 K und 920 K in zwei Stufen von 720 Å auf 180 Å ab (Abb. 23). Bei 1300 K steigt sie wieder auf 400 Å an, jedoch kann hier nicht mehr von Blisterbildung gesprochen werden.

Oberhalb 920 K bilden sich im Beschußfleck im Lichtmikroskop sichtbare Korngrenzen aus, die auch in

den unbeschossenen Teil der Oberfläche auslaufen. Durch Abätzen mit einer Mischung aus 30 % HF und 70 % HNO_3 wurde festgestellt, daß diese Korngrenzen auch tief ins Kristallinnere hineinlaufen. Abb. 24 zeigt Korngrenzen im REM nach Abtragen von mehr als 0,2 mm, einer Tiefe, die etwa 10^3 Reichweiten der Heliumionen entspricht. Erst durch Glühen der Kristalle bei 2500 K in einem Vakuum von $4 \cdot 10^{-10}$ Torr für mehrere Stunden konnten diese Schädigungen wieder ausgeheilt werden.

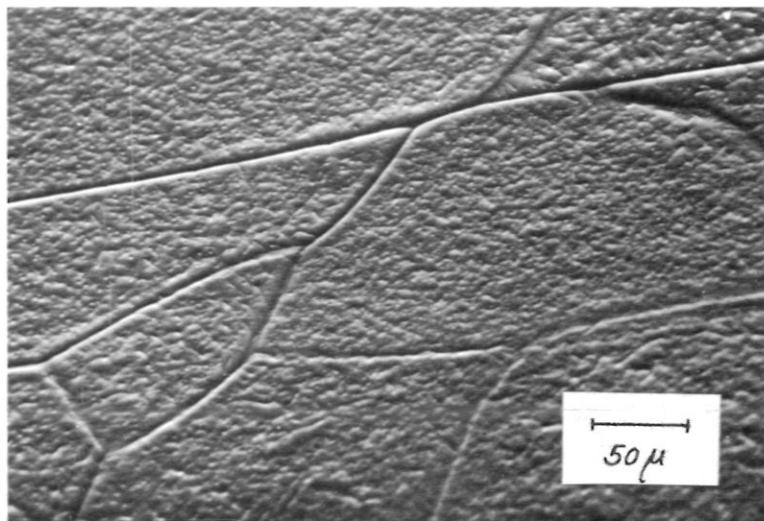


Abb. 24

Korngrenzen im Beschußfleck nach Implantation von $8 \cdot 10^{17} \text{He}^+/\text{cm}^2$ mit 4 keV Beschußenergie in $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei 920 K. Nach Beschuß wurde eine 0,2 mm dicke Oberflächenschicht abgeätzt

5. Ausheilverhalten der Strahlenschäden

Das Ausheilen der bei niedrigen Dosen induzierten Strahlenschäden wurde in einer weiteren Versuchsreihe für 4 keV Heliumbeschuß in random Richtung untersucht. Dabei wurde der Beschuß bei einer Dosis von $0,9 \cdot 10^{17} \text{He}^+/\text{cm}^2$ abgebrochen und die Änderungen im Rückstreuungsspektrum von 150 keV Protonen mit steigenden Ausheiltemperaturen gemessen. Der Kristall wurde jeweils 10 min bei einer bestimmten Temperaturstufe ausgeheilt und die Rückstreuungsspektren danach bei Zimmertemperatur aufgenommen. Abb. 25 zeigt den so entstandenen Satz Rückstreuungsspektren mit steigender Ausheiltemperatur.

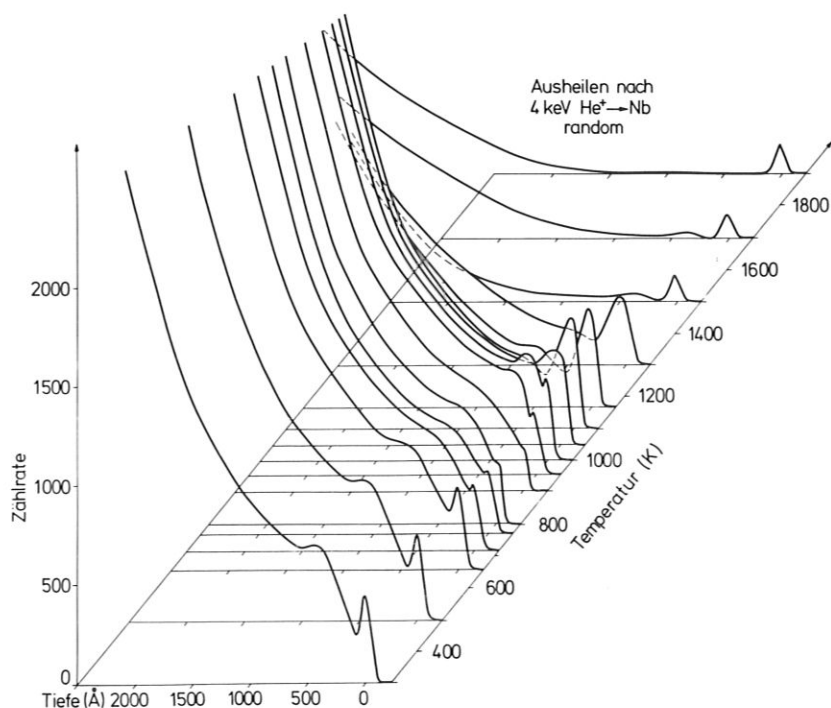


Abb. 25

Satz Rückstreuungsspektren nach Beschuß von $9 \cdot 10^{16} \text{He}^+/\text{cm}^2$ mit 4 keV Beschußenergie in random Richtung bei Zimmertemperatur und verschiedenen Ausheiltemperaturen

Schon bei 720 K beginnt der Peak bei etwa 480 \AA Tiefe abzuflachen und verschwindet bei 900 K völlig. Da die Rückstreuintensität in größeren Tiefen und damit das Dechanneling an Gitterstörungen in diesem Bereich nicht zurückgeht, kann man annehmen, daß die erzeugten Gitterstörungen nicht ausheilen sondern sich in einem größeren Tiefenbereich verteilen. Gleichzeitig erniedrigt sich der Oberflächenpeak, wahrscheinlich bedingt durch leichteres Ausheilen der obersten Atomlagen des Kristalls. Bei 1050 K entsteht wieder eine breite fehlorientierte Oberflächenschicht, deren Tiefe der Deckeldicke der Blister bei etwa 1000 K entspricht. Tatsächlich wurde auch bei Auftauchen dieser Schicht im Ausheilversuch ebenfalls Blisterbildung im REM festgestellt. Dabei erniedrigt sich auch die Rückstreuintensität in größeren Tiefen durch Dechanneling an Gitterstörungen. Bei weiter steigenden Temperaturen verschwindet die Oberflächenschicht mit erhöhter Rückstreuung und die Rückstreuung durch Dechanneling erniedrigt sich so stark, daß bei der Tiefe des Peaks bei niedrigen Beschußdosen wieder ein kleiner flacher Peak zu erkennen ist.

Nach Ausheilen bei 1700 K entspricht das Rückstreupektrum wieder dem Spektrum eines unbeschossenen, gut ausgeheilten Kristalls. Die Oberflächenstruktur im REM zeigt jetzt nur noch flache parallele Rippen, die in ihrer Gitterstruktur aber offensichtlich so gut mit dem Grundmaterial übereinstimmen, daß sie mittels Rutherford-Rückstreuung nicht mehr zu beobachten sind.

6. Messung der im Gitter festgehaltenen Heliumkonzentration aus dE/dx

Zur Bestimmung des differentiellen Energieverlustes von Protonen in Niob wie auch zur Messung der relativen Höhe des Blisterpeaks als Maß für den Bedeckungsgrad der Oberfläche wurden vor und nach den Meßreihen Rückstreupekturen in random Richtung aufgenommen. Dabei zeigte sich nach dem Beschuß eine Stufe im Rückstreupektrum etwa bei der Tiefe des Strahlenschädenpeaks bei niedrigen Dosen (Abb. 14). Bestimmt man aus diesen Spektren nach Gleichung 9 den differentiellen Energieverlust, so ergibt sich aus der Erniedrigung der Rückstreuintensität ein größerer differentieller Energieverlust in dem Bereich des Heliumbeschusses. Unter der Annahme, daß sich in diesem Bereich die Energieverluste der Protonen an Niob und an das implantierte Helium addieren (Whaling 1958), kann man mit den Tabellenwerten von Northcliffe und Schilling (1970) für den differentiellen Energieverlust die Konzentration des Heliums im Kristall abschätzen. Abb. 26 zeigt nach dieser Rechnung die Abhängigkeit des Heliumgehalts von der Tiefe bei 4 keV Heliumbeschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung für verschiedene Temperaturen nach Beschußdosen von $4 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$.

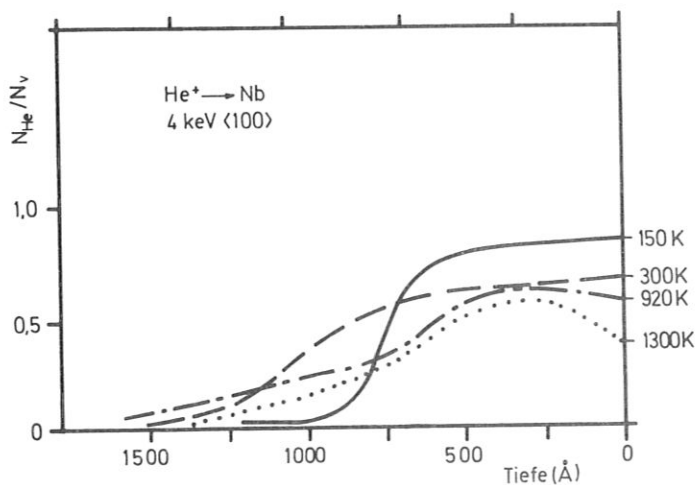


Abb. 26

Tiefenverteilung der Konzentration der eingeschossenen Heliumatome aus der Messung des differentiellen Energieverlustes von 150 keV Protonen in Niob

Bei tiefen Temperaturen wurden so bis zu 95 at % Helium in Niob gemessen. Die Schärfe der Stufe gibt daneben ein qualitatives Maß für die Schärfe der Heliumverteilung im Metall. Bei hohen Temperaturen verteilt sich das Helium in einem weiteren Tiefenbereich im Kristall als bei niedrigen Temperaturen. Bei 1300 K sinkt in den ersten Oberflächenlagen die Heliumkonzentration deutlich ab, wahrscheinlich durch Reemission des Heliums aus dem Metall.

Um zu prüfen, ob diese Erniedrigung der Rückstreurate in random Anordnung aus dem Oberflächenbereich kein Effekt der einkristallinen Struktur des Niobs ist, wurden gleiche Messungen an polykristal-
linem Material vorgenommen. Dabei wurde die gleiche Stufe im Rückstreupektrum gefunden.

7. Bedeckungsgrad

Die Höhe des Blisterpeaks im Rückstreupektrum erreicht bei niedrigen Temperaturen nahezu die Werte von random Spektren, während er bei 920 K nur etwa 1/3, bei 1300 K etwa 1/4 der Rückstreuung in nichtausgerichteter Anordnung erreicht. Die Höhe des Blisterpeaks ist ein Maß für den Anteil der Oberfläche, der durch die Aufwölbung nicht mehr mit der Gitterorientierung des Grundgitters übereinstimmt und damit für den Bedeckungsgrad der Oberfläche mit Blister. Dem entspricht die sehr dichte Bedeckung der Oberfläche mit Blister bei niedrigen Temperaturen bis 750 K und die geringe Zahl Blister bei 920 K. Bei 1300 K können auf der Oberfläche keine einzelnen Blister mehr aufgelöst werden und damit ist auch eine Zuordnung von Peakhöhe und Bedeckungsgrad nicht mehr möglich (Abb. 21).

8. Wasserstoffbeschuß

Zuletzt wurde versucht, entsprechende Messungen mit Beschuß durch 10 keV H_2^+ -Ionen durchzuführen. Es konnte jedoch bis zu Beschußdosen von $10^{19} H^+ / cm^2$ nur verstärktes Dechanneling durch eine Verzerrung des Kristallgitters gefunden werden, die sich mit zunehmender Stromdichte verstärkte, in kurzen Meßpausen spontan auch bei Zimmertemperatur wieder ausheilte. Die Messungen wurden bei Zimmertemperatur und 900 K durchgeführt. Blisterbildung konnte auch im REM nicht gefunden werden.

V. DISKUSSION

Die Modelle der Blisterbildung von Das u. Kaminsky (1973) und Erents u. McCracken (1973) gehen davon aus, daß sich als Vorstufe der Blister im Metall bereits kleine Gasblasen bilden. Tatsächlich sind solche Blasen auch bei 30 keV Heliumbeschuß bei $5 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ in Molybdän (Sass u. Eyre 1973, McCracken u. Mazey 1974) und in jüngster Zeit auch in Niob (Aitken et al. 1973) beobachtet worden. Dagegen nehmen Wilson, Bisson u. Amos (1974) an, daß sich Helium bis zu sehr hohen Konzentrationen von 24 at % im Kristallgitter atomar verteilt ansammelt, bis es sich zusammenlagert und dabei gleichzeitig Blister bildet. So soll hier zuerst die Natur der Gitterstörung im Stadium vor der Blisterbildung diskutiert werden. Anschließend werden die aus den Meßergebnissen erwachsenden Fragen der großen Deckeldicken der Blister in Niobeinkristallen behandelt. Im Zusammenhang damit wird die Abhängigkeit der Deckeldicken von Targettemperatur und Einschußrichtung aufgrund der Diffusion der Heliumatome und ihrer Bindung an Gitterfehler näher betrachtet.

1. Unterscheidung zwischen verschiedenen Modellen der Blisterbildung

a) Art der Strahlenschäden in der Vorstufe der Blisterbildung

In der Vorstufe der Blisterbildung zeigt sich bei niedriger Beschußdosis ein Peak im Rückstreupektrum. Wenn das Modell von Das und Erents für Blisterbildung zutrifft, könnte der Peak aus der Rückstreuung aus dem geführten Strahl an den inneren Oberflächen der Gasblasen ("Oberflächenpeak") erklärt werden. Trifft das Modell von Wilson und Bisson zu, kann direkte Rückstreuung aus dem geführten Strahl nur am Defektcluster stattfinden, die in diesem Temperaturbereich im allgemeinen aus Versetzungsringen bestehen.

Die Rückstreuung an Versetzungen wurde von Quéré (1970) und in Computersimulation von Morgan u. v. Vliet (1969) untersucht. Diese Rechnungen haben übereinstimmend gezeigt, daß die direkte Rückstreuung aus dem geführten Strahl an Versetzungen durch die Rückstreuung durch Dechanneling an Gitterverzerrungen bei weitem übertroffen wird. Verzerrungen der Gitterketten nahe der Versetzung sind die Hauptursache des starken Dechannelings. Für geradlinige Teilchenbahnen berechnet Quéré den Wirkungsquerschnitt für Dechanneling pro Längeneinheit der Versetzungslinie gemittelt über alle Winkel zwischen Teilchenbahn und der Versetzungslinie. Für 150 keV Protonen in Niob ergibt sich danach ein Wirkungsquerschnitt von $\approx 54 \text{ \AA}^2/\text{\AA}$. Möglicherweise überschätzen die Abschätzungen von Quéré das Dechanneling an Versetzungsringen, da sie nur für lineare Versetzungslinien hergeleitet wurden. Jedoch errechnen Morgan und v. Vliet aus Computersimulationen einen totalen Wirkungsquerschnitt für Dechanneling, der gut dem von Quéré angegebenen Wert entspricht.

Nimmt man nun an, daß sich die kleinen erzeugten Kaskaden zu großen Versetzungscluster zusammenlagern und berechnet aus den Rutherford-Rückstreupektren z. B. nach Beschuß mit $9 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ die Zahl der erzeugten Gitterfehler, so ergibt sich nach Gleichung 26 über einen Tiefenbereich von etwa 400 \AA eine mittlere Defektkonzentration für $N_{\text{GF}}/N_{\text{V}} \approx 0,5$ (Abb. 17). Bei einem mittleren Atomabstand von 3 \AA wird durch diese Defektkonzentration eine Versetzungsdichte von $5,1 \cdot 10^{14} \text{ cm/cm}^3$ erzeugt. Mit dem Wirkungsquerschnitt für Dechanneling von Quéré würde diese Dichte neben dem Peak durch direkte Rückstreuung einen Anstieg der Rückstreuung bei größeren Tiefen bis nahe den random Werten ergeben, während sie in den Messungen nur knapp 50 % erreicht. Das Verhältnis von direkter Rückstreuintensität zur Rückstreuintensität durch Dechanneling läßt sich demnach nicht durch Defektcluster als einzige Störung des Kristallgitters erklären.

Versucht man andererseits, die direkte Rückstreuung durch die Rückstreuung an den inneren Oberflä-

chen kleiner Gasblasen zu erklären, so ergibt sich für den betrachteten Fall nach Gleichung 13 die Zahl der zur Rückstreuung beitragenden Oberflächen γ_{eff} zu ≈ 90 . Jedes Teilchen muß im Mittel 90 Blasen durchlaufen, um den beobachteten Peak zu erklären. Diese Zahl erscheint sehr hoch für einen Tiefenbereich von etwa 400 \AA . Sass u. Eyre (1973) beobachteten in Molybdän nach Beschuß mit $5 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ Gasblasen von $\approx 10 \text{ \AA}$ Durchmesser mit einem mittleren Abstand von 37 \AA . Bei einer derartigen Blasendichte durchlaufen die Teilchen in einem Tiefenbereich von 400 \AA nur etwa 10mal eine Gasblase. Folgt man dem Modell der Blisterbildung von Erents u. McCracken (1973), so muß bei weiterem Beschuß mit Heliumionen die Blasendichte so weit zunehmen, bis sich mehrere Blasen spontan zu größeren Blasen zusammenlagern. Doch auch diese sehr hohe Blasendichte kurz vor der kritischen Dosis für Blisterbildung kann die hohe gemessene Gitterfehlerkonzentration nur schwer erklären.

Es kann daher angenommen werden, daß sowohl Versetzungsringe im Gitter vorliegen, die durch Gitterverzerrungen zum Dechanneling beitragen, als auch kleine Gasblasen in sehr hoher Konzentration entstehen, die Teilchen aus dem geführten Strahl direkt zurückstreuen. Die Annahme von Wilson, Bisson u. Amos (1974), daß sich die Heliumatome ohne Agglomerate zu bilden bis zu sehr hohen Konzentrationen im Gitter ansammeln, wird durch das Auftreten des Peaks bei niedrigen Beschußdosen widerlegt.

b) Anwachsen der Strahlenschäden mit der Beschußdosis

Das Anwachsen des Strahlenschädenpeaks mit zunehmender Beschußdosis für 4 keV Beschuß in random Richtung bei verschiedenen Temperaturen zeigt Abb. 27.

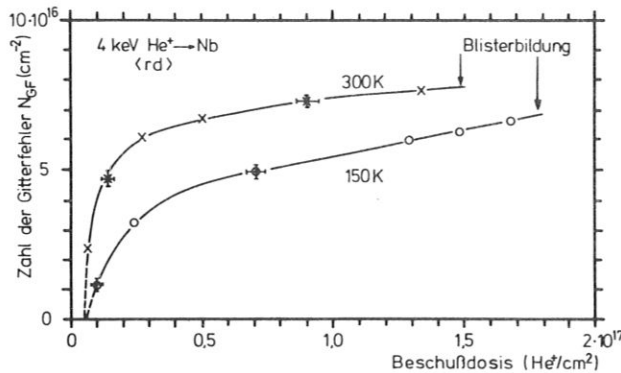


Abb. 27

Anstieg der Zahl der Gitterstörungen N_{GF} mit der Beschußdosis von 4 keV Heliumionen in random Richtung bei 150 K und 300 K

Der Anstieg bei sehr kleinen Beschußdosen verläuft linear zur eingeschossenen Dosis und erreicht kurz vor dem Auftreten der Blister eine Sättigungskonzentration. Bei höheren Temperaturen verläuft der Anstieg steiler als bei niedrigen Temperaturen.

Da man annehmen kann, daß bei höheren Temperaturen ein größerer Teil der erzeugten Gitterfehler durch Rekombination ausheilt als bei tiefen Temperaturen, würde man für Gitterverzerrungen durch Versetzungsringe einen langsameren Anstieg bei steigender Beschußtemperatur erwarten. Dagegen nimmt mit steigender Temperatur der Gasdruck in den Blasen zu. Im Gleichgewicht von Gasdruck und Oberflächenspannung müßten bei gleicher eingeschossener Heliumkonzentration mehr oder größere Blasen gebildet werden. Das stärkere Ansteigen der zur direkten Rückstreuung beitragenden Gitterstörungen ist also ein weiterer Hinweis auf die Existenz von Gasblasen. Extrapoliert man die Meßwerte zu sehr niedrigen Dosen, so sieht man in beiden Fällen, daß erst bei einer Dosis von $0,5 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ ein Strahlenschädenpeak auftritt. Für 4 keV random Beschuß scheint hier die Grenzkonzentration für Blasenbildung von Helium in Niob erreicht zu sein.

c) Übergang von Strahlenschäden zur Blisterbildung

Abb. 28 zeigt die Abhängigkeit der Rückstreuintensität aus einer Tiefe von 100 \AA von der Beschußdosis für 4 keV Heliumbeschuß in $\langle 100 \rangle$ und random Richtung.

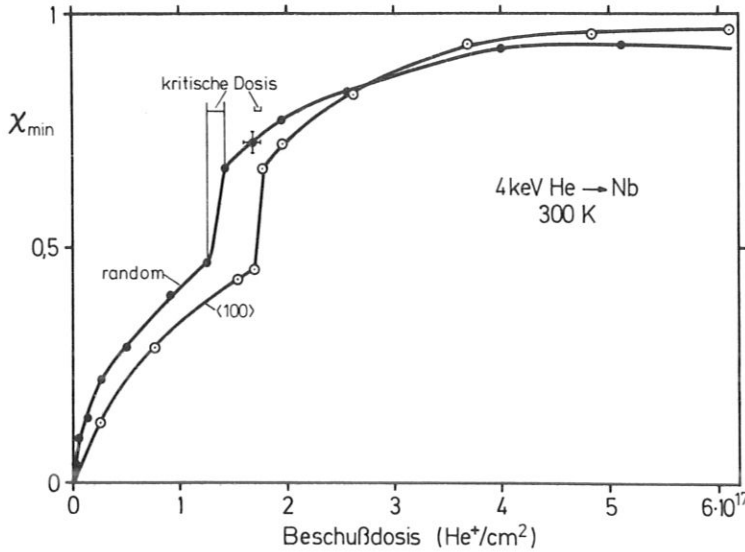


Abb. 28

Anstieg der relativen Rückstreuintensität aus einer Tiefe von 100 \AA mit der Beschußdosis von 4 keV Heliumionen in random und $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei Zimmertemperatur. Messung der kritischen Dosis für Blisterbildung

An dem starken Anstieg bei einer bestimmten Beschußdosis - $1,4 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ für random Beschuß, $1,8 \cdot 10^{17} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ für Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung - kann die kritische Dosis bestimmt werden. Die optische Beobachtung der Kristalloberfläche vor und nach der kritischen Dosis zeigt auch bei den kleinsten verwendeten Schritten von $1 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ ein schlagartiges Auftreten der Blisterbildung. Es konnten keine Zwischenstadien im Bedeckungsgrad der Oberfläche oder in der Blistergröße beobachtet werden. Diese Beobachtungen sind im Einklang mit der Annahme von Erents u. McCracken (1973), daß bei Erreichen einer kritischen Dosis sich im ganzen bestrahlten Bereich kleine Gasblasen spontan zusammenlagern. In den entstehenden großen Blasen herrscht kein Gleichgewicht mehr zwischen Gasdruck und Oberflächenspannung. Sie müssen ein größeres Volumen annehmen als mehrere kleine Blasen zusammen und wölben dadurch die Oberfläche auf. Die Annahme von Das u. Kaminsky (1973), daß die Gasblasen mit zunehmender Beschußdosis so lange wachsen bis sie die Oberfläche aufwölben, müßte zu einem Zwischenstadium führen, in dem einzelne Blister auf der Oberfläche erscheinen und der Bedeckungsgrad langsam zunimmt.

Die vorliegenden Meßergebnisse führen also zu einem Modell der Blisterbildung, daß übereinstimmt mit dem von Erents u. McCracken (1973) vorgeschlagenen Mechanismus.

2. Energie- und Temperaturabhängigkeit der Deckeldicken

Man kann annehmen, daß Blister in einer Tiefe entstehen, in der die Konzentration der Blasen und damit der eingeschossenen Heliumatome am größten ist. Die Konzentrationsverteilung der Heliumatome wird bestimmt durch ihre Reichweitenverteilung, die erzeugte Strahlenschädenverteilung und die Diffusion der Heliumatome und ihre Bindung an Gitterfehler. Aus diesen Überlegungen sollen die sehr großen Tiefen, in der sich Blister bilden (Kap. IV. 2) und die Temperaturabhängigkeit dieser Tiefe (Kap. IV. 4) erklärt werden.

a) Berechnung von Reichweiten- und Strahlenschädenverteilung

Um die Reichweiten von niederenergetischen Heliumionen in einkristallinem Niob zu ermitteln, wurden Computersimulations-Rechnungen mit einem existierenden Programm (Schäffler 1973) durchgeführt. Dabei wurden die Bahnen der Heliumionen von der Oberfläche bis zur Abbremsung unter Energien von 10 eV im Kristallgitter verfolgt. Für Stöße mit Gitteratomen wurden Thomas-Fermi-Potentiale verwendet. Der elektronische Energieverlust wurde nach Lindhard (1961) proportional zur Teilchengeschwindigkeit gewählt und die absolute Höhe experimentellen Werten bei höheren Energien angepaßt (Abb. 1). Auf diese Weise wurden die experimentellen Bedingungen - Einschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung und unter 12° zu $\langle 100 \rangle$ - für jeweils 1200 Heliumionen simuliert. Das Kristallgitter wurde als starr, d.h. ohne thermische Gitterschwingungen angenommen.

In Abb. 29 sind die so erhaltenen Reichweitenverteilungen für 4 keV Heliumionen in Niobeinkristallen bei Einschuß in $\langle 100 \rangle$ - und random Richtung dargestellt. Gleichzeitig sind die nach Weißmann und Sigmund (1973) berechneten Reichweitenverteilungen in amorphem Niob eingetragen.

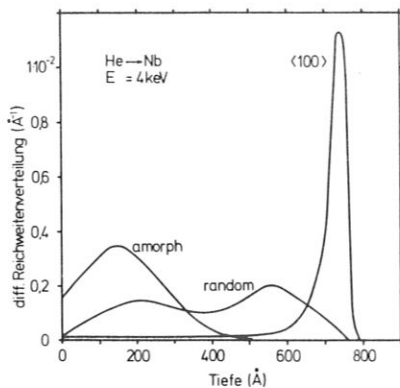


Abb. 29

Berechnete Reichweitenverteilung von 4 keV He^+ in Niobeinkristallen bei Einschuß in random und $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Die Reichweitenverteilung für amorphes Niob wurde den Rechnungen von Weißmann u. Sigmund (1973) entnommen

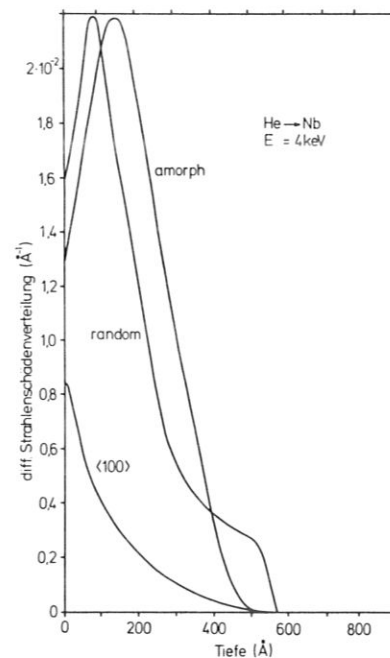


Abb. 30

Berechnete Strahlenschädenverteilung nach Beschuß von Niobeinkristallen mit 4 keV He^+ in random und $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Die Strahlenschädenverteilung für amorphes Niob wurde den Rechnungen von Weißmann u. Sigmund (1973) entnommen.

Sowohl bei Beschuß in $\langle 100 \rangle$ als auch in random Richtung liegt das Maximum der Reichweitenverteilung bei der dreifachen bis fünffachen Tiefe, die für amorphes Material berechnet wurde.

Die Rechnungen zeigen, daß auch bei Beschuß in random Richtung nach einigen Stößen ein großer Teil des Strahls auf geführte Bahnen gelangt und mit geringerer Wahrscheinlichkeit einer starken Richtungsänderung in Stößen mit Gitteratomen tief in den Kristall hinein läuft. Wie bereits in Kap. I, 2 gezeigt, werden die kritischen Winkel für Gitterführung für langsame Ionen sehr groß. Aus den Rechnungen geht hervor, daß das Modell der scharfen Trennung von random und geführtem Strahl für diese niedrigen Energien nicht mehr gilt.

Im gleichen Rechenprogramm wurde für 4 keV Heliumionen neben der Reichweitenverteilung auch die

Tiefenverteilung der auf die Gitteratome übertragenen Energien errechnet und dann nach der Theorie von Nelson et al. (1972) (Kap. I. 3) die Tiefenverteilung der verlagerten Atome berechnet. Die so erhaltene Verteilung der Strahlenschäden ist in Abb. 30 dargestellt. Während bei Einschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung nur geringe Strahlenschädenkonzentration in einem schmalen Oberflächenbereich erzeugt wird, ist die Strahlenschädenkonzentration für random Beschuß erheblich größer und erreicht Tiefen, die nahezu der Reichweite der eingeschossenen Heliumatome entsprechen. In Abb. 30 ist auch die von Weißmann und Sigmund (1973) berechnete Strahlenschädenverteilung in amorphem Material eingetragen.

In Abb. 31 ist die aus einfach und doppelt ausgerichteten Rückstreuspektren ermittelte Verteilung der Gitterfehler (Abb. 36) für 4 keV Heliumbeschuß in random Richtung verglichen mit der berechneten Reichweiten- und Strahlenschädenverteilung der Heliumatome.

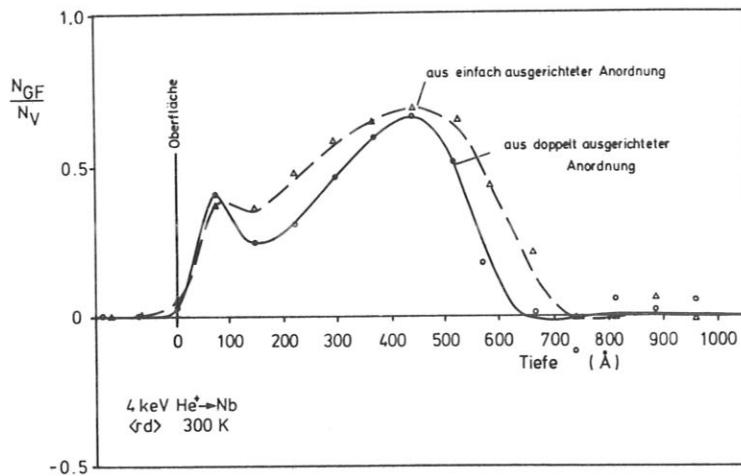


Abb. 31

Vergleich der in doppelt und einfach ausgerichteter Anordnung gemessenen Verteilung der Gitterstörungen mit berechneten Reichweiten- und Strahlenschädenverteilungen für 4 keV He^+ in random Richtung bei Zimmertemperatur

Die berechnete Verteilung der Strahlenschäden stimmt sehr gut überein mit dem Strahlenschädenpeak nahe der Oberfläche. Dagegen kann das breite Maximum der gemessenen Verteilung der Gitterstörungen mit berechneten Reichweitenverteilung der Heliumatome zugeordnet werden. Dadurch wird die Annahme bestätigt, daß sowohl durch die Bestrahlung erzeugte Gitterschäden als auch in Blasen zusammengelagerte Heliumatome zur direkten Rückstreuung beitragen.

Diese Rechnungen für Reichweiten- und Strahlenschädenverteilung erklären qualitativ schon die großen Tiefen, in denen sich bei random Beschuß die Blasen bilden. Wie die Diffusion der Heliumatome die Konzentrationsverteilung beeinflusst, wurde für Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung näher untersucht, bei dem sich Reichweitenverteilung und Strahlenschädenverteilung am stärksten unterscheiden.

b) Berechnung der Diffusion der Heliumatome im Festkörper

Ausgehend von der Reichweite als Quelltherm und der Strahlenschädenverteilung als Senktherm wurde die Diffusionsgleichung für Heliumatome in Niob aufgestellt und numerisch gelöst. Dabei wurden die von Wilson u. Johnson (1972) angegebenen Bindungs- und Aktivierungsenergien verwendet (s. Kap. I. 3). Es wurde angenommen, daß bei einer lokalen Konzentration von $\approx 10^{-3}$ die Heliumatome sich zu kleinen Gasblasen zusammenlagern. Dieser Wert wurde aus der Grenzdosis für Blasenbildung von $\approx 0,5 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ (Kap. V. 1 und Abb. 27) berechnet. Die Einzelheiten der Behandlung des Diffusionsproblems sind im Anhang genauer dargestellt. Das Ergebnis dieser Rechnungen für 4 keV Heliumbeschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung zeigt Abb. 32.

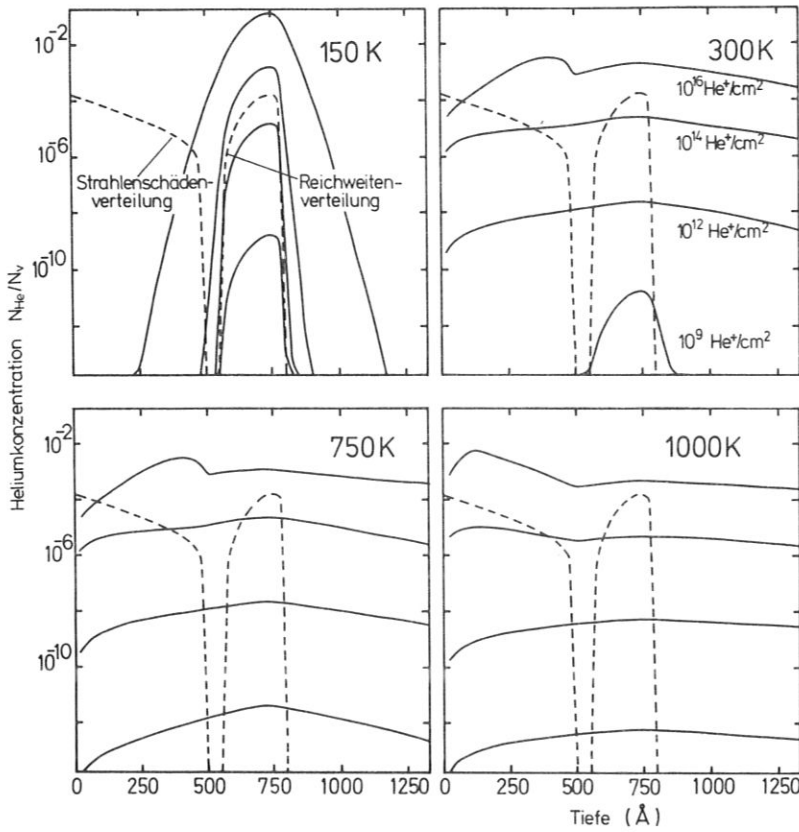


Abb. 32

Entwicklung der Tiefenverteilung der Heliumkonzentration mit zunehmenden Beschußdosen von 4 keV He⁺ in $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei verschiedenen Temperaturen

Bei niedrigen Temperaturen ist die Diffusionsgeschwindigkeit noch gering, und die Heliumatome sammeln sich am Ende ihrer Reichweite an. Bei Zimmertemperatur diffundieren die Heliumatome leicht und verteilen sich im ganzen Kristall. Nur im Bereich der erzeugten Gitterschädigung werden sie an Leerstellen gebunden und erreichen hohe Konzentrationen. Mit weiter zunehmenden Temperaturen dringen sie immer tiefer in den Bereich der Strahlenschädigung ein, und das Maximum der Konzentration verschiebt sich immer weiter zur Oberfläche. Diese Konzentrationsverteilungen stimmen überein mit den Messungen der Konzentrationsverteilung der Heliumatome aus dem differentiellen Energieverlust (Kap. IV. 6, Abb. 26). Die beobachtete breite Tiefenverteilung bei hohen Temperaturen auch über die mittlere Reichweite hinaus wird in den Rechnungen gut wiedergegeben.

Abb. 33 zeigt die Abhängigkeit der Tiefe, in der die kritische Konzentration für Blasenbildung von $1 \cdot 10^{-3}$ zuerst erreicht wird, von der Temperatur im Bereich zwischen 150 K bis 1000 K für Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Gleichzeitig ist die gemessene Temperaturabhängigkeit der Deckeldicken aus Abb. 33 ersichtlich. Die Rechnungen geben qualitativ gut die gemessene Abhängigkeit der Deckeldicken von der Temperatur wieder. Die Temperaturabhängigkeit der Deckeldicken läßt sich daher erklären durch die Diffusion der Heliumatome, nachdem sie im Gitter zur Ruhe gekommen sind, verbunden mit der Bindung an erzeugte Leerstellen und Gitterfehler.

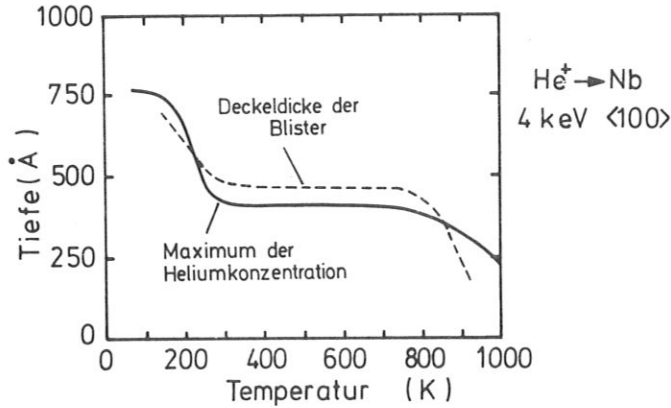


Abb. 33

Abhängigkeit der gemessenen Deckeldicke der Blister und der berechneten Tiefe, in der sich erstmals Heliumblasen bilden, von der Targettemperatur bei Beschuss mit 4 keV He⁺ in <100>-Richtung

3. Blistergröße und Oberflächenstruktur

Die vier charakteristischen Stadien der Oberflächenstruktur nach Beschuss in verschiedenen Temperaturbereichen sind in Abb. 21 dargestellt. Unterhalb 900 K findet man runde, kuppelförmige Aufwölbungen, die sich nur durch ihren Durchmesser unterscheiden. Ein einfaches Modell (McCracken 1972) gibt eine Beziehung zwischen der Deckeldicke und dem Durchmesser der Blister. Nach Zusammenlagern mehrerer Blasen herrscht kein Gleichgewicht, der Gasdruck übersteigt die Oberflächenspannung. Der Deckel der Blister wird plastisch verformt und an seinem Umfang sind oft Risse zu erkennen (Verbeek u. Eckstein 1973, Erents u. McCracken 1972). Im Moment der plastischen Verformung ist die Kraft des Gases auf den Deckel gleich der Schubspannung an den Umfangsflächen der Blister

$$\pi r^2 \cdot p = 2\pi r D \cdot Y$$

oder

$$r = \frac{2DY}{p} \quad (14)$$

wobei r der Blisterradius, D die Deckeldicke und Y die Schubspannung ist.

Dieses einfache Modell beschreibt gut die Abhängigkeit der Blisterdurchmesser bei random Beschuss von der Energie der eingeschossenen Ionen, deren Reichweite die Deckeldicke bestimmt (Abb. 16). Dagegen kann die Abhängigkeit der Blisterdurchmesser bei Beschuss in <100>-Richtung von der Temperatur mit diesem Modell nicht einfach erklärt werden (Abb. 22). Nach Gleichung 14 würde man wegen der beobachteten Abnahme der Deckeldicken einen kleineren Blisterdurchmesser erwarten. Die Abnahme des Schubmoduls mit steigender Temperatur und der steigende Gasdruck in den Blasen verstärken diesen Effekt.

Auch die beobachtete Verdoppelung der Blisterdurchmesser bei Beschuss in <100>-Richtung gegenüber Beschuss in random Richtung bei Zimmertemperatur bei nahezu gleichbleibender Deckeldicke kann nur durch eine Änderung des Schubmoduls erklärt werden. In Einkristallen ist der Schubmodul in der Regel niedriger als in polykristallinem Material. Durch Erzeugung von Strahlenschäden erwartet man daher eine Zunahme des Schubmoduls. Da bei random Beschuss in der Oberfläche viel größere Strahlenschädenkonzentrationen erzeugt werden (Abb. 30) als bei Beschuss in <100>-Richtung, ist für random Beschuss ein höherer Schubmodul und damit, entgegen den Beobachtungen, ein größerer Blisterdurchmesser zu erwarten.

Die drei weiteren charakteristischen Stadien der Oberflächenstruktur sind zwar zum Teil von Das u. Kaminsky (1973) in Niob bei Beschuss mit hohen Energien und zum Teil von Erents u. McCracken bei

Wolfram bei jeweils etwas höheren Temperaturen gefunden worden, können aber theoretisch noch nicht erklärt werden.

Das einfache Modell von McCracken ist also bei der Erklärung der Temperatur- und Richtungsabhängigkeit nicht ausreichend. Die Temperaturabhängigkeit von Schubspannung und Oberflächenenergie, die Abhängigkeit der plastischen Eigenschaften von Gitterschädigung und Heliumimplantation sind bei Niob zu wenig bekannt, um genauere Aussagen zu machen. Zur Erklärung der beobachteten Oberflächenstrukturen sind noch weitere Messungen vor allem zur Klärung der Strahlenschäden in der Vorstufe der Blisterbildung notwendig. Untersuchungen im Elektronenmikroskop könnten hier gute Aufschlüsse bringen.

Zusätzliche Erosion des Materials durch Blisterbildung neben der Zerstäubung bei Ionenbeschuß tritt dann auf, wenn die Deckel der Blister abplatzen. Nach unseren Messungen tritt dieser Effekt nur im Temperaturbereich zwischen 800 und 1100 K im untersuchten Energiebereich auf. Von diesem Aspekt her ist Niob für die erste Wand eines Fusionsreaktors interessant, wenn dabei höhere Temperaturen verwendet werden.

VI. ANHANG

1. Berechnung der Heliumkonzentration nach Diffusion

Ausgehend von berechneten Reichweiteverteilungen von eingeschossenem Helium in Niobeinkristallen (Schäffler 1973) wurde berechnet, wie sich diese durch Diffusion der Heliumatome verändert. Dabei wurde die unterschiedlich starke Bindung der Heliumatome an Leerstellen und Zwischengitterplätze berücksichtigt. Vereinfacht wurde angenommen, daß nur Heliumatome auf Zwischengitterplätzen zur Diffusion beitragen, da hier die Bindungsenergien mit 0,2 eV gegenüber 4 eV für Bindung an Leerstellen wesentlich kleiner ist (Wilson u. Johnson 1972). Neben der Bindung an Leerstellen, die durch den Heliumbeschuß erzeugt werden, konnte auch die Bindung an gleichmäßig im Kristall verteilte Gitterfehler wie z. B. thermische Versetzungen berücksichtigt werden. Auch in gut ausgeheilten Kristallen beträgt die Versetzungsdichte noch etwa 10^{+8} cm^{-2} (Nelson 1973). Die Bindungsenergie und der Einfangquerschnitt für Leerstellen und Versetzungslinien wurde als gleich angenommen. Sowohl Leerstellen wie Bindungsplätze an Versetzungslinien konnten mit mehreren Heliumatomen besetzt werden. Da die Reichweite der Ionen im Festkörper klein ist gegenüber den Dimensionen der beschossenen Fläche, konnten die Komponenten der Konzentration parallel zur Oberfläche in y- und z-Richtung als konstant betrachtet werden. Durch Beschränkung auf die Berechnung der x-Komponente senkrecht zur Oberfläche wurde das Diffusionsproblem eindimensional. Damit ergeben sich folgende Differentialgleichungen für die an Leerstellen gebundene Heliumkonzentration C_B , für an Versetzung gebundene Heliumatome C_S und die auf Zwischengitterplätzen diffundierenden Heliumatome C:

$$\frac{\partial C_B}{\partial t} = Q \cdot \sigma \cdot v \cdot C \quad (17)$$

$$\frac{\partial C_S}{\partial t} = \sigma N_{\text{disl}} v \cdot C \quad (18)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -\sigma N_{\text{disl}} v \cdot C - Q \cdot \sigma \cdot v \cdot C + NF + D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (19)$$

Dabei gibt (17) die Konzentrationsänderung der Heliumatome in erzeugten Leerstellen an, welche von den einfallenden Ionen während ihrer Abbremsung erzeugt wurden. Q ist die Leerstellendichte, σ der Wirkungsquerschnitt für Heliumeinfang und v die Wandergeschwindigkeit der Heliumatome auf Zwischengitterplätzen. Gleichung (18) berücksichtigt solche Heliumatome, die an einer gleichmäßig im Kristall verteilten Versetzungsdichte N_{disl} gebunden werden. Gleichung (19) ist die Diffusionsgleichung für Heliumatome auf Zwischengitterplätzen. Die verschiedenen Bindungsmöglichkeiten an Leerstellen und Versetzungslinien gehen als Senkterme, der Heliumeinschuß als Quellterm in die Diffusionsgleichung ein. NF ist die Anzahl der pro Raum und Zeiteinheit im Kristallgitter zur Ruhe kommenden Heliumatome, N die Bestrahlungsdichte und F die Verteilungsfunktion der eingeschossenen Teilchen. Der Diffusionskoeffizient D ergibt sich aus der random-walk-Theorie für Einzelsprung-Diffusion zu $D = 1/4 Gv$, wobei G der mittlere Abstand der Zwischengitterplätze ist. Der Faktor $1/4$ rührt davon her, daß von der Zahl der möglichen Sprünge nur Sprünge in x-Richtung berücksichtigt wurden. Die Wandergeschwindigkeit $v = Gv e^{-H/kT}$ ist temperaturabhängig, wobei v die Schwingungsfrequenz eines Heliumatoms an seinem Zwischengitterplatz ist.

Der Einfangquerschnitt σ , die Schwingungsfrequenz v , und der mittlere Abstand der Zwischengitterplätze G wurden aus Literaturwerten (Wilson u. Johnson 1972, Wilson u. Bisson 1973) für krz Wolfram errechnet und auf die bekannte Gitterkonstante von Niob umgerechnet. Damit ergab sich σ zu 40 \AA^2 , G zu $\approx 2 \text{ \AA}$ und v zu $7 \cdot 10^{12} \text{ sec}^{-1}$. Daraus errechnet sich ein Diffusionskoeffizient der Heliumatome

im ungestörten Kristallgitter bei Zimmertemperatur zu $D \approx 3,5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{sec}$. Messungen des Diffusionskoeffizienten von Helium in polykristallinem Niob (Blow 1972, Martin 1969), in denen jedoch nicht getrennt werden konnte zwischen leicht diffundierenden Heliumatomen auf Zwischengitterplätzen und der Bindung an Korngrenzen und Versetzungen ergaben Werte zwischen 10^{-13} und $10^{-19} \text{ cm}^2/\text{sec}$. Der Vorschlag verschiedener Autoren (Biersack 1973, Norgett u. Lidiard 1969, Robinson 1959), auch in Diffusionsrechnungen die Bindung an Gitterdefekte lediglich in einem erniedrigten Diffusionskoeffizienten zu berücksichtigen, erwies sich in den vorliegenden Rechnungen als unzureichend. Der Ansatz getrennter Differentialgleichungen für gebundene und diffundierende Atome wurde von Hurst (1962) und Gaus (1965) verwendet, eine inhomogene Verteilung der Bindungsplätze wurde jedoch nicht berücksichtigt.

Zur Lösung der Differentialgleichungen wurden folgende Randbedingungen angenommen:

$$C(0, t) = 0, \quad (20)$$

$$C(x, 0) = 0, \quad (21)$$

$$C(\infty, t) = 0. \quad (22)$$

Die Randbedingung (22) konnte im Fall der Berechnung mit einer gleichmäßigen Versetzungsdichte im Kristall ersetzt werden durch

$$\left(\frac{\partial C}{\partial x}\right)_{x \gg \tilde{x}} = \sqrt{\frac{\sigma N_{\text{disl}} \cdot v}{D}} \cdot C, \quad (23)$$

mit

$$C = \text{const.} \cdot e^{-\sqrt{\sigma N_{\text{disl}} v / D} (x - \tilde{x})}$$

\tilde{x} ist dabei die mittlere Reichweite der eingeschossenen Heliumionen. Dies entspricht der Lösung der Differentialgleichung (19) für $x > x$, wenn zeitliche Veränderungen vernachlässigt werden können. Dies ist gerechtfertigt für Zeiten $t \gg \tilde{t} = \frac{\tilde{x}^2}{D}$. Für kleinere Zeiten ist der Fehler klein, da $C(x, t)_{x \gg \tilde{x}}$ klein ist verglichen mit der Konzentration bei $x = \tilde{x}$.

Die Verteilung der Reichweiten der eingeschossenen Heliumionen F und die dadurch erzeugte Strahlenschädenverteilung Q wurden den Computersimulations-Rechnungen entnommen (Abb. 29 und 30). Mit diesen Quell- und Senktermen für 4 keV Heliumbeschuss in random und $\langle 100 \rangle$ -Richtung wurden die gekoppelten Differentialgleichungen für verschiedene Temperaturen numerisch gelöst. Die Rechnung für 4 keV random Beschuss wurde durchgeführt bis zu einer Beschussdosis von $1 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$, bei der nach Abb. 27 Blasenbildung eingetreten ist. Die in diesem Fall erreichte maximale lokale Konzentration wurde auch für die anderen berechneten Fälle als obere Grenze angesehen. Abb. 34 zeigt die Entwicklung der Konzentration mit Beschussdauer für den Fall von 4 keV Beschuss in random und $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei 150 K und 1000 K und einer Beschussdichte der Oberfläche mit $10^{15} \text{ He}^+/\text{cm}^2 \text{ sec}$. Die Abhängigkeit von der Beschussdichte in Gleichung (19) führt zu einer Blasenbildung der Heliumatome im Kristallgitter bei geringeren Beschussdosen bei höherer Beschussdichte. Diese Abhängigkeit der Blisterbildung von der Beschussdichte ist experimentell für Wasserstoffbeschuss bestätigt worden (Verbeek u. Eckstein 1973).

Die Abhängigkeit der Tiefe, bei der die lokale Konzentration für Blasenbildung erreicht wird von der Temperatur, ist in Abb. 33 dargestellt.

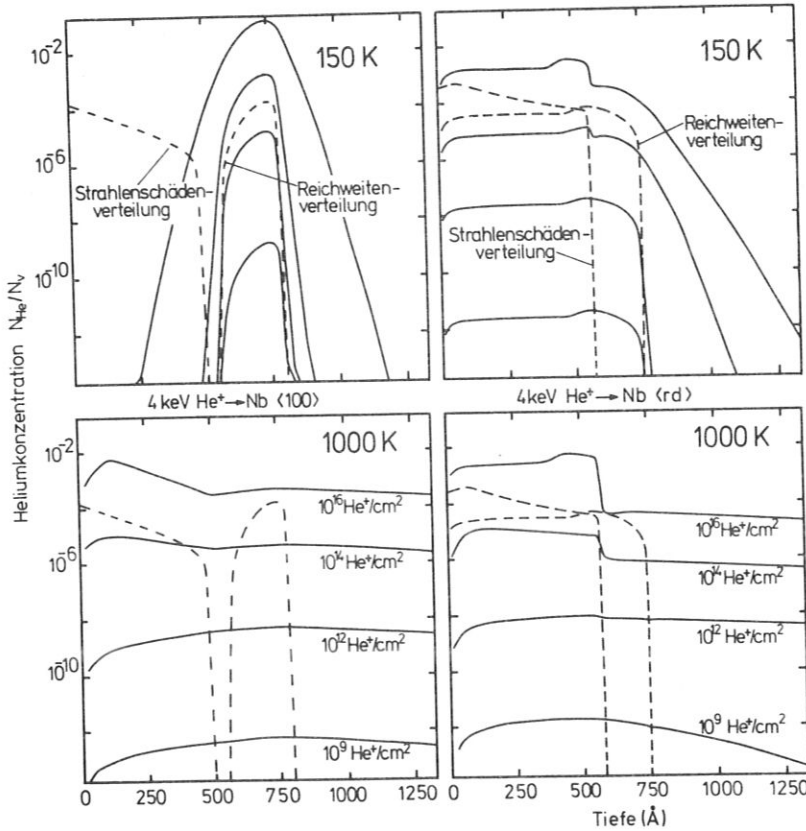


Abb. 34

Entwicklung der Tiefenverteilung der Heliumkonzentration mit zunehmenden Beschußdosen von 4 keV He⁺ in <100> - und random Richtung bei 150 K und 1000 K

2. Iterationsverfahren zur Berechnung der Strahlenschädenverteilung

Die Berechnung der Strahlenschädenverteilung aus den Rückstreuungsintensitäten in einfach ausgerichteter Anordnung geht davon aus, daß Teilchen im geführten Strahl nur an verlagerten Gitteratomen, Teilchen auf random Bahnen sowohl an verlagerten als auch an nicht verlagerten Gitteratomen zurückgestreut werden können. Bei Durchlaufen des Kristalls werden Teilchen aus dem geführten Strahl in den random Strahl gestreut (Dechanneling). Dies geschieht im ungestörten Kristall nur auf Grund der thermischen Schwingungen der Gitteratome und der Streuung an Elektronen. Im gestörten Kristall erfolgt zusätzliches Dechanneling an Gitterfehlern. Der Anteil des random Strahles und seine Zunahme mit der Tiefe durch Dechanneling läßt sich im ausgeheilten Kristall bestimmen aus dem Verhältnis der Rückstreuintensität bei ausgerichtetem zur Rückstreuintensität bei random Einschuß N_{ga}/N_r . Dagegen trägt im gestörten Kristall auch die direkte Rückstreuung an Gitterfehlern aus dem geführten Strahl zur gemessenen Rückstreuintensität bei. Aus Formel (10) kann die Gitterfehlerkonzentration berechnet werden zu

$$\frac{N_{GF}(x)}{N_v} = \frac{N_{g,r}(E_2) - N_r(E_2)\chi_{\min}(x)}{\lambda N_r(E_2)(1 - \chi_{\min}(x))}, \quad (24)$$

wobei N_{GF} die Anzahl der Gitteratome ist, welche soweit von ihrem Gitterplatz ausgelenkt sind, daß sie zur Rückstreuung aus dem geführten Strahl beitragen können. $N_{g,r}$ ist die gemessene Rückstreuintensität aus dem geschädigten Kristall bei ausgerichtetem Einschuß. Die Schwierigkeit der Berechnung der Gitterfehlerkonzentration liegt in der Annahme von χ_{\min} . Hierzu sind bis heute von verschiedenen Autoren verschiedene Annahmen gemacht worden. Den Fall, daß das geführte Teilchen in einem einzigen Stoß auf random Bahnen abgelenkt wird, hat Bøgh (1968) berechnet. Findet das Dechanneling in vielen Stößen mit Gitterfehlern statt, kann χ_{\min} nach Lindhard (1965) berechnet werden. Diese Grenzfälle

erlauben eine analytische Behandlung. Sie beschreiben die Streuung geführter Teilchen in random Bahnen jedoch meist nicht sehr gut. Daher hat Ziegler (1972) die einfache Annahme gemacht, daß der Anteil geführter Teilchen, der durch Gitterfehler in random Bahnen gestreut wird, in einer Tiefe x direkt proportional ist zur Summe der Gitterfehler-Konzentration in der bereits durchlaufenen Schicht. Damit wird

$$\chi_{\min}(x) = \frac{N_{g,a}(E_2)}{N_r(E_2)} + \beta \int_0^x \frac{N_{GF}(x)}{N_v} dx. \quad (25)$$

Der Proportionalitätsfaktor λ kann so angepaßt werden, daß die berechnete Strahlenschädenkonzentration in Tiefen, in denen keine Gitterfehler mehr vorhanden sind, gleichmäßig auf Null zurückgeht. Die Strahlenschädenkonzentration läßt sich dann durch ein Iterationsverfahren berechnen, wobei die Konzentration der Gitterfehler in Schichten von etwa 30 \AA von der Oberfläche an berechnet wird.

Der Fehler durch die ungenaue Kenntnis des Anteils des random Strahls kann noch kleiner gemacht werden, wenn sowohl der Einschuß als auch die Beobachtung in dichtgepackter Gitterrichtung erfolgen. Daher wurde das Modell von Ziegler für einfach ausgerichtete Anordnung auf doppelt ausgerichtete Anordnung erweitert. Hier gilt nach Gleichung (11) für die Gitterfehlerkonzentration

$$\frac{N_{GF}(x)}{N_v} = \frac{N_{g,g}(E_2) - (2-1/2\sin^2(\pi-\theta))N_r\chi_{\min}^2(x)}{\lambda^2 N_r(E_2) (1-\chi_{\min}(x))^2}, \quad (26)$$

wobei $N_{g,g}$ die gemessene Rückstreuintensität aus dem geschädigten Kristall in doppelt ausgerichteter Anordnung ist. Das Dechanneling läßt sich am ausgeheilten Kristall in doppelt ausgerichteter Anordnung bestimmen aus

$$\chi_{\min}^2(x) (2-1/2\sin^2(\pi-\theta)) = \frac{N_{g,g,a}(E_2)}{N_r(E_2)}, \quad (27)$$

wobei $N_{g,g,a}$ die Rückstreuintensität in doppelt ausgerichteter Anordnung aus dem ausgeheilten Kristall ist. Die Streuung geführter Teilchen in random Bahnen im gestörten Kristall läßt sich mit dem hier verwendeten Ansatz wieder so berechnen, daß sie proportional zur Anzahl der Defekte in der durchlaufenen Schicht x zunimmt. Damit wird

$$\chi_{\min}(x) = \sqrt{\frac{N_{g,g,a}(E_2)}{N_r(E_2)} \frac{1}{(2-1/2\sin^2(\pi-\theta))}} + \beta \int_0^x \frac{N_{GF}(x)}{N_v} dx. \quad (28)$$

Das Iterationsverfahren zur Berechnung der Strahlenschädenverteilung ist dann analog zur Berechnung im einfach ausgerichteten Fall. Zur Lösung des Verfahrens wurde ein Computerprogramm aufgestellt. Die möglicherweise verschiedenen differentiellen Energieverluste der Teilchen auf geführten und random Bahnen wurde nicht berücksichtigt.

Abb. 35 zeigt einen Satz Rückstreuenspektren, aus dem die Strahlenschädenverteilung nach Beschuß mit 4 keV Heliumionen in random Richtung zu einer Beschußdosis von $5 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ berechnet wurde. Die daraus errechnete Strahlenschädenverteilung aus doppelt und einfach ausgerichteter Anordnung zeigt Abb. 36.

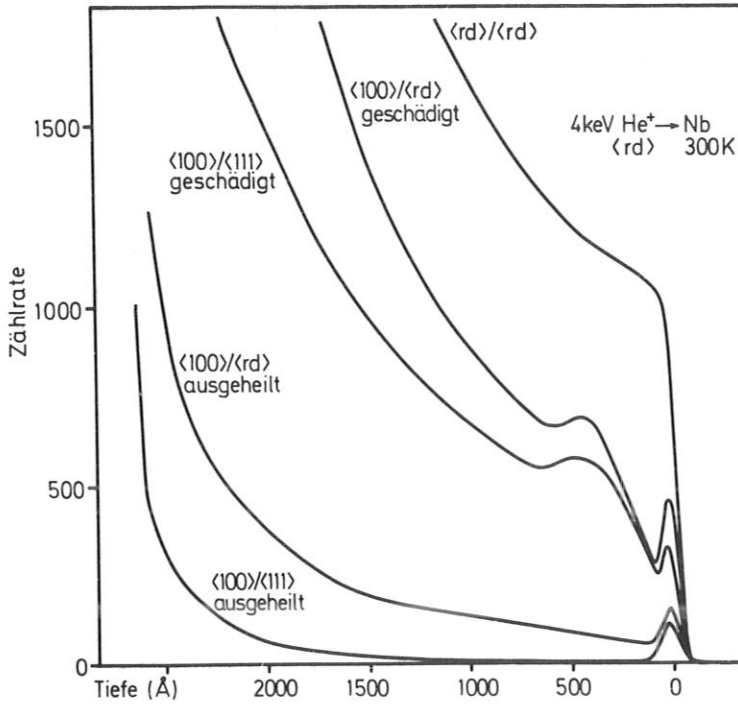


Abb. 35

Satz Rückstreuenspektren zur Bestimmung der Tiefenverteilung der Gitterstörungen in einfach und doppelt ausgerichteter Anordnung nach 4 keV He⁺-Beschuß in random Richtung

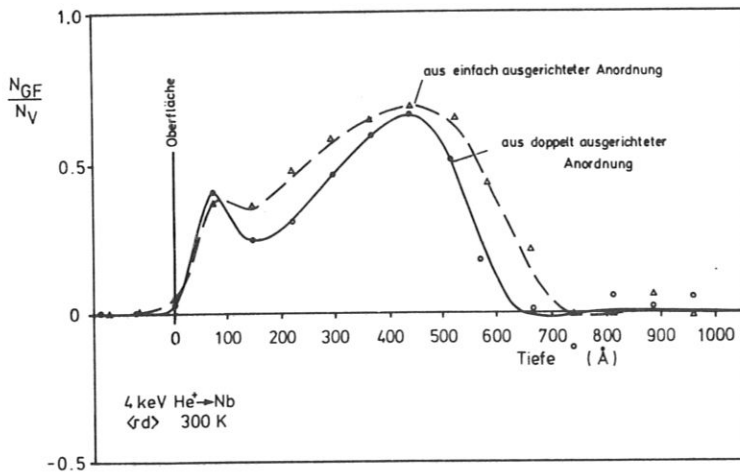


Abb. 36

Tiefenverteilung der relativen Gitterfehlerkonzentration nach 4 keV He⁺-Beschuß in random Richtung bei Zimmertemperatur, gemessen in einfach und doppelt ausgerichteter Anordnung

Der Dechannelingfaktor β , der zu einem gleichmäßigen Rückgang der Strahlenschäden auf Null in großer Tiefe führt, liegt bei 14 %. Der Faktor λ , der die unterschiedliche Wahrscheinlichkeit der Rückstreuung an Gitterfehler für geführte Teilchen und Teilchen auf random Bahnen berücksichtigt, konnte 1 gesetzt werden. In beiden Fällen sieht man, daß sich die Strahlenschäden in einem Tiefenbereich von der Oberfläche bis 600 Å Tiefe mit einem Maximum bei 480 Å verteilen. Die Tiefe des Maximums, die Halbwertsbreite der Verteilung und die absolute Höhe der Strahlenschädenkonzentration stimmen in beiden Fällen gut überein. Gleichzeitig ist ein zusätzliches kleines Maximum der Schädigung des Kristallgitters nahe der Oberfläche bei etwa 100 Å Tiefe zu erkennen. Dieser Peak ist in doppelt ausgerichteter Anordnung besser aufgelöst als in einfacher Ausrichtung.

C ZUSAMMENFASSENDER DISKUSSION

In gut ausgeheilten Niobeinkristallen wurde die Strahlenschädigung und Blisterbildung bei He^+ -Einschuß im Energiebereich von 0,5 bis 9 keV und im Temperaturbereich von 150 K bis 1300 K untersucht. Erstmals wurde dazu neben der Beobachtung im Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) die Rutherford-Rückstreuung von 150 keV Protonen verbunden mit dem Gitterführungs- und Schatteneffekt verwendet. Diese Methode erlaubt eine Tiefenanalyse der Oberflächenschicht des Kristalls. Ein Iterationsverfahren zur Ermittlung der Tiefenverteilung der Gitterstörungen aus der Energieverteilung der rückgestreuten Protonen in einfach ausgerichteter Anordnung wurde erweitert und auf doppelt ausgerichteter Anordnung angewendet. So konnten die Tiefenverteilungen der Strahlenschäden und des eingeschossenen Gases sowie die Deckdicken der entstandenen Blister untersucht werden. Da die Analyse in situ erfolgt, ist sie gut geeignet zur Bestimmung der kritischen Beschußdosen für Blisterbildung. Die Form und Größe der Blister wurde im REM bestimmt.

Im untersuchten Temperaturbereich wurde für alle Energien oberhalb 1 keV Blisterbildung gefunden. Die kritische Dosis, bei der erstmals Blister auftreten, liegt zwischen 1 und $2 \cdot 10^{17}$ Heliumionen pro cm^2 . Sie steigt leicht mit zunehmender Energie und sinkender Temperatur. Der Durchmesser der Blister ist stark abhängig von der Kristallorientierung zur Einschußrichtung. Bei Beschuß in random Richtung steigt der mittlere Durchmesser der Blister von 600 Å bei 2 keV auf 3600 Å bei 9 keV. Bei Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung wurden nahezu doppelt so große Durchmesser gefunden. Die Deckdicke der Blister und damit die Tiefe, in der sich die Blister bilden, steigt bei random Beschuß bei Zimmertemperatur von etwa 150 Å bei 1 keV auf 1040 Å bei 9 keV. Sie ist damit dreimal so groß wie die theoretische mittlere Reichweite der Ionen in amorphem Material. Bei Beschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung ist die Deckdicke stark temperaturabhängig. Mit steigender Temperatur fällt die Deckdicke in zwei Stufen von 720 Å bei 150 K auf 180 Å bei 920 K. Bei höheren Beschußtemperaturen werden verschiedene charakteristische Oberflächenstrukturen gefunden. Bei 900 K platzen bei dem größten Teil der Blister die Deckel ab. Bei 1200 K ordnen sich runde Blister in niedrig indizierte Gitterrichtungen um (T-Form). Bei 1300 K ist die Oberfläche unregelmäßig zerklüftet und von Spitzen und Kratern übersät.

Neben der Tatsache, daß Blisterbildung bei niedrigen Energien bis zu 1 keV gefunden wurde, waren die überraschendsten Ergebnisse der Untersuchungen die große Tiefe, in der die Blister entstehen, im Vergleich zu der Reichweite der Ionen in amorphem Material und die Temperaturabhängigkeit dieser Tiefe bei Einschuß parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Richtung.

Die großen Tiefen, in denen sich die Blister bilden, verglichen mit den theoretischen Reichweiten der Ionen in amorphem Material, konnten in Computersimulationen der Reichweite der Heliumionen im Kristall qualitativ gut erklärt werden. Bei diesen niedrigen Energien gelangen auch in random Richtung eingeschossene Ionen auf geführte Bahnen und haben im Gitter wesentlich größere Reichweiten als in amorphem Material. Die Temperaturabhängigkeit der Tiefe, in der sich bei Einschuß in $\langle 100 \rangle$ -Richtung Blister bilden, konnte aufgrund einer Diffusionstheorie für die im Gitter zur Ruhe gekommenen Heliumatome zufriedenstellend erklärt werden. Es zeigte sich, daß bei tiefen Temperaturen die höchste lokale Konzentration am Ende der Reichweite erreicht wurde. Dagegen werden die bei höheren Temperaturen diffundierenden Heliumatome in den nahe der Oberfläche erzeugten Strahlenschäden festgehalten und erreichen hier die höchsten Konzentrationen. Die so berechnete Temperaturabhängigkeit der Tiefe, in der sich Heliumblasen bilden, stimmt gut mit der gemessenen Temperaturabhängigkeit der Deckdicke der Blister überein.

LITERATURANGABEN

- D. Aitken, P. J. Goodhew, M. B. Waldron, Nat. Phys. Science 244, 15 (1973)
- B. R. Appleton, L. C. Feldman, Atomic collision phenomena in Solids 417 (1969) North Holland
- W. Bauer, D. Morse, J. Nucl. Mater. 44, 337 (1972)
- W. Bauer, G. J. Thomas, J. Nucl. Mater. 42, 96 (1972)
- J. R. Beeler, D. G. Besco, Phys. Rev. 134, A 530 (1964)
- R. Behrisch, Vak. Technik 10, 250 (1967)
- R. Behrisch, G. Mühlbauer, B. M. U. Scherzer, J. Phys. E 2, 2, 381 (1969)
- R. Behrisch, B. M. U. Scherzer, Verhandl. DPG (VI) 4, 25 (1969)
- R. Behrisch, Nucl. Fusion 12, 695 (1972)
- R. Behrisch, B. M. U. Scherzer, H. Schulze, rad. eff. 13, 33 (1972)
- H. A. Bethe, Ann. Physik 5, 325 (1930)
- J. P. Biersack, rad. eff. 19, 249 (1973)
- F. Bloch, Ann. Physik 16, 285 (1933)
- S. Blow, J. Br. Nucl. Energy Soc. 11, 371 (1972)
- E. Bøgh, Can. J. Phys. 46, 653 (1968)
- N. Bohr, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 18, no. 8 (1948)
- S. K. Das, M. Kaminsky, J. Appl. Phys. 44, 25 (1973)
- S. K. Das, M. Kaminsky, J. Appl. Phys. 44, 2520 (1973)
- W. Dönitz, W. Hertz, W. Waiderlich, H. Peisl, K. Böning (1973) to be published
- S. K. Erents, G. M. McCracken, rad. eff. 18, 191 (1973)
- L. C. Feldman, J. W. Rodgers, J. Appl. Phys. 41, 3776 (1970)
- H. Gaus, Z. Naturforschung 20a, 1298 (1965)
- M. Grundner, W. Heiland, E. Taglauer, IPP-Report 9/8 (1973)
- D. G. Hurst, AECL-report 1550 (1962)
- M. Kaminsky, Adv. Mass. Spectrom. 3, 69 (1964)
- M. Kaminsky, S. K. Das, rad. eff. 18, 245 (1973)
- D. W. Keefer, A. G. Pard, J. Nucl. Mater. 45, 55 (1972)
- H. G. Kinchin, R. S. Pease, J. Nucl. Energy 1, 200 (1955)
- E. V. Kornelson, rad. eff. 13, 227 (1972)
- G. Leibfried, Bestrahlungseffekte in Festkörpern (1965), Teubner Verlag, Stuttgart
- J. Lindhard, M. Scharff, Phys. Rev. 124, 128 (1961)
- J. Lindhard, M. Scharff, H. E. Schiøtt, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 33, no. 14 (1963)
- J. Lindhard, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 34, no. 14 (1965)
- H. Lutz, R. Sizmann, Phys. Rev. Letters 5, 113 (1963)
- D. G. Martin, B. N. L. S. Nuclear Fusion Reactor Conference, Culham (1969) Paper 4.5
- J. W. Mayer, L. Eriksen, J. A. Davies, Ion implantation in semiconductors (1970) Academic Press
- J. W. Mayer, J. F. Ziegler, Ion beam surface layer analysis (1974), Elsevier
- G. M. McCracken, D. J. Mazey, private communication (1974)
- D. V. Morgan, D. van Vliet, Atomic collision phenomena in solids 473 (1969) North-Holland
- R. S. Nelson, M. W. Thompson, Phil. Mg. 8, 1677 (1963)
- R. S. Nelson, E. W. Etherington, M. F. Smith, U.K. A. E. A. report TRG 2152 (D) (1972)
- R. S. Nelson, private communication (1973)
- L. C. Northcliffe, R. F. Schilling, Nucl. Data Tables 7, 233 (1970)
- M. L. Norgett, A. B. Lidiard, Radiation damage in reactor materials, 1, IAEA-SM-120/A- 4, 61 (1969)

- G.R. Piercy, F. Brown, J.A. Davies, M. McCargo, Phys. Rev. Letters 10, 399 (1963)
- W. Primak, J. Appl. Phys. 34, 3630 (1963)
- Y. Quéré, Ann. Phys. 5, 105 (1970)
- R.E. Reed, private communication (1971)
- M.T. Robinson, O.K. Holmes, O.S. Oen, Coll. int. le bombardement ionique (1961) Paris Bellevue
- M.T. Robinson, O.S. Oen, Appl. Phys. Letters 2, 30 (1963)
- M.T. Robinson, A.L. Southern, W.R. Willis, ORNL-report 2829, 97 (1959)
- J. Roth, R. Behrisch, B.M.U. Scherzer, Proc. of the Int. Conf. on Application of ion beams to metals, Albuquerque 1973 Plenum Press
- J. Roth, R. Behrisch, B.M.U. Scherzer, J. Nucl. Mater. 53 (1974)
- J. Roth, R. Behrisch, B.M.U. Scherzer, Verhandl. DPG (VI) 9, 713 (1974)
- J. Roth, R. Behrisch, B.M.U. Scherzer, F. Pohl, Proc. of the 8th Symposium on Fusion Technology, Nordwijkerhout 1974
- S.L. Sass, B.L. Eyre, Phil. Mag. 27, 1447 (1973)
- H.-G. Schäffler, private communication (1973) to be published
- H.E. Schiøtt, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 35, no. 9 (1966)
- H. Schmidl, IPP-Report 9/3 (1971)
- H. Schulze, Dissertation TU München (1971)
- J. Stark, G. Wendt, Ann. Physik 38, 921 (1912)
- J. Stark, G. Wendt, Ann. Physik 38, 941 (1912)
- E.C. Sykes et al., Harwell (UK) report, AERE M/R 2002 (1956)
- E. Taglauer, W. Heiland, Verhandl. DPG (IV) 3, 202 (1970)
- I.M. Thorrens, M.T. Robinson, U.S.A.E.C. report CONF-710601, 739 (1972)
- H. Verbeek, W. Eckstein, Proc. of the Int. Conf. on Application of ion beams to metals, Albuquerque 1973, Plenum Press
- R. Weißmann, P. Sigmund, rad. eff. 19, 7 (1973)
- W. Whaling, Handbuch der Physik 34, 193, Springer Verlag (1958), Berlin
- H. Wiedersich, J.J. Burton, J.L. Katz, to be published in J. Nucl. Mater.
- M. Wilkens, Proc. of the Int. Conf. on Application of ion beams to metals, Albuquerque 1973, Plenum Press
- W.D. Wilson, R.A. Johnson, Interatomic potentials and Simulation of lattice defects ed. P.C. Gehlen, Plenum Press (1972) N.Y.
- W.D. Wilson, C.L. Bisson, rad. eff. 19, 53 (1973)
- W.D. Wilson, C.L. Bisson, D.E. Amos, J. Nucl. Mater 53 (1974)
- J.F. Ziegler, J. Appl. Phys. 43, 2973 (1972)

Herrn Priv. Doz. Dr. E. W. Blauth, der unerwartet verstorben ist, danke ich für die Anregung dieser Arbeit. Herrn Dr. H. Vernickel danke ich für sein stetig förderndes Interesse, Herrn Prof. E. Lüscher für die wohlwollende Übernahme dieser Arbeit.

Mein besonderer Dank gilt den Herren Dr. R. Behrisch und Dr. B. M. U. Scherzer für viele wertvolle Diskussionen zur Interpretation der Meßergebnisse sowie für ihre Hilfe bei der Vorbereitung und Durchführung der Experimente. Herr H. Wacker und Herr Schmidl waren mit ihrem technischen Können wesentlich am Zustandekommen der Arbeit beteiligt. Herrn Dr. H.-G. Schäffler, Herrn F. Pohl und Frau C. Lagally danke ich für ihre Hilfe bei numerischen Rechnungen zur Auswertung der Meßergebnisse. Darüber hinaus gilt mein Dank allen Mitarbeitern der Abteilung Oberflächenphysik für viele Diskussionen und Anregungen.

Vor allem danken möchte ich meiner Frau für ihre stete Unterstützung und geduldige Rücksichtnahme.

This IPP report is intended for internal use.

IPP reports express the views of the authors at the time of writing and do not necessarily reflect the opinions of the Max-Planck-Institut für Plasmaphysik or the final opinion of the authors on the subject.

Neither the Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, nor the Euratom Commission, nor any person acting on behalf of either of these:

1. Gives any guarantee as to the accuracy and completeness of the information contained in this report, or that the use of any information, apparatus, method or process disclosed therein may not constitute an infringement of privately owned rights; or
2. Assumes any liability for damage resulting from the use of any information, apparatus, method or process disclosed in this report.