Zum Ausheilverfahren ionenbeschossener Metalloberflächen+

On the Recovery of Ion-bombarded Metal Surfaces

H. Vernickel

IPP 2/72 Oktober 1968

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

Zum Ausheilverfahren ionenbeschossener Metalloberflächen+

On the Recovery of Ion-bombarded Metal Surfaces

H. Vernickel

IPP 2/72 Oktober 1968

+ Auszugsweise vorgetragen auf dem 15th Field Emission Symposium, Bonn, September 1968

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

IPP 2/72 H. Vernickel

On the Recovery of Ion-bombarded Metal Surfaces

October 1968 (in German)

Abstract

Activation energies for the recovery of ion-bombarded surfaces of W and Mo have been measured using field emission. After bombardment at 100°K one finds extented range annealing. With W it occurs between 100 and 900°K with activation energies between 0.2 and 2 eV and with Mo between 100 and 750°K with activation energies of 0.2 and 1.5 eV. After small bombardment annealing of W-surfaces takes place mainly in two stages around 0.3 and 1.5 eV, a large dose blurs the structure of the annealing curves. It should be noted that annealing starts below room temperature.

I. Einleitung und Problemstellung

Ionenbeschuß einer Oberfläche führt zur Zerstäubung. Gleichzeitig wird die Oberfläche gestört. Sie wird aufgerauht, eingeschossene Fremdatome werden eingebaut, Kristallbaufehler erzeugt und u.U. Facetten veränderter Orientierung herausgearbeitet. Im Gegensatz zur Bestrahlung etwa mit Neutronen ist die Schädigung auf einen kleinen Oberflächenbereich beschränkt, dort aber bei den Stromdichten, bei denen merkliche Abtragung stattfindet, sehr intensiv. Der sich bei konstantem Beschuß ausbildende stationäre Zustand ist von Einfluß auf viele Eigenschaften der Oberfläche und wirkt z.B. auf die Zerstäubung selbst zurück /1-4, 18/.

Das Ausheilverfahren der durch Ionenbeschuß erzeugten Baufehler mag sich von dem der Strahlenschäden im Volumen unterscheiden, einmal, weil sie teilweise anderer Art sind, dann aber auch wegen der hohen Schädigungsdichte und der durch die Nähe der Oberfläche veränderten Bindungsverhältnisse /4a/.

Es ist das Ziel vorliegender Arbeit, das Ausheilen ionenbeschossener Wolfram- und Molybdänoberflächen zu untersuchen und insbesondere die für das Ausheilen benötigten Aktivierungsenergien zu messen.

II. Übersicht über vergleichbare Arbeiten

Systematische Untersuchungen der Aktivierungsenergien für das Ausheilen ionenbeschossener Oberflächen gibt es noch kaum. An Ge wurden von R.L. Jacobson und G.K. Wehner /5/ Ausheilisochronen gemessen. Die Autoren untersuchten die Verminderung der LEED-Intensitäten bei Ar-Beschuß von Ge-Oberflächen (bei Raumtemperatur) sowie nachfolgende Erholung dieser Intensitäten bei schrittweisem Aufheizen der Probe. Die Ausheilisochronen hängen deutlich von der Beschußenergie und Beschußdosis ab. Nach starker Schädigung beginnt das Ausheilen erst bei höherer Temperatur, die Isochronen haben keine Struktur. Nach kleiner Schädigung findet dagegen das Ausheilen in zwei Temperaturbereichen statt, deren erster bei Raumtemperatur beginnt. Bei 300 bis 350 °C ist die ursprüngliche Intensität wieder hergestellt. Während des Ausheilens wird eingeschossenes Edelgas freigesetzt. Beim Beschuß stark geschädigter Oberflächen mit Ionen niederer Energie wird bestrahlungsinduziertes Ausheilen beobachtet.

Eine ähnliche Untersuchung der Abnahme der LEED-Intensitäten bei Edelgasbeschuß von Mo führten H.E. Farnsworth und K. Hayek /6/ durch, ohne jedoch das Ausheilen zu verfolgen. Es wird lediglich berichtet, daß Erwärmung auf 600 bis 650 °C nötig ist, um die ursprünglichen Intensitäten wieder herzustellen.

I.N. Evdokimov et al. /7/ beobachten bei Ionenbeschuß von Ge und Si eine Abhängigkeit der Sekundärelektronenemission von der Targettemperatur. Sie wird durch Ausheilen der beim Beschuß erzeugten Fehler erklärt und zur Bestimmung der Ausheiltemperatur verwendet.

R.P. Lawson und G. Carter /8/ schließlich messen die Änderung der Austrittsarbeit von Wolfram und Gold bei Edelgasionenbeschuß und deren nachfolgende Erholung beim Aufheizen der Targets. Leider war das Vakuum (einige 10^{-9} Torr vornehmlich CO) bei diesen Messungen nicht sehr gut. Es ist schwer abzuschätzen, inwieweit die Ergebnisse durch Adsorption verfälscht sind.

III. Prinzip der Meßmethode

Um das Ausheilen oberflächennaher Fehler von dem der Fehler im Volumen zu unterscheiden, muß eine vom Oberflächenzustand abhängige Eigenschaft als Meßgröße verwendet werden. Einige solche Eigenschaften wurden in den Arbeiten /5-8/ benützt. Eine weitere ist der Feldemissionsstrom. Bei allen diesen Meßgrößen ist die quantitative Abhängigkeit von Fehlerart und Fehlerkonzentration nicht bekannt. Das gleiche gilt häufig für die zur Untersuchung von Strahlenschäden verwendeten Meßgrößen. Wir können daher auf die dort ausgearbeiteten Methoden zurückgreifen. Sie sind u.a. zusammengestellt in dem Buch von B.T. Kelly /9/, in dem auch weitere Zitate zu finden sind. Allen Methoden liegt die Annahme zugrunde, daß das Ausheilen der Fehler nach der allgemeinen Reaktionsgleichung erfolgt:

$$\frac{dn}{dt} = f(n)\exp(-\frac{E}{kT}) \tag{1}$$

wo n die Fehlerkonzentration und E die Aktivierungsenergie für das Ausheilen ist. f(n) soll nicht oder höchstens schwach von der Temperatur T abhängen. Zur Illustration sei die im folgenden mehrfach verwendete "Sprungmethode" skizziert, im übrigen wird auf die zitierte Literatur verwiesen. Sei P = P(n) eine von der Fehlerkonzentration abhängige Meßgröße, so gilt wegen (1) für ihre zeitliche Änderung (bei konstanter Temperatur):

$$\frac{dP}{dt} = \frac{dP}{dn}\cdot\frac{dn}{dt} = g(n)\exp(-\frac{E}{kT}) \tag{2}$$

wobei $g(n) = \frac{dP}{dn}\cdot f(n)$ nur von n abhängt. Erhöht man nun die Temperatur zur Zeit t_o sprungartig von T_1 auf T_2, so ist n unmittelbar vor und nach dem Temperatursprung gleich, bei Division der beiden T_1 und T_2 zugeordneten Gleichungen (2) kürzt sich die unbekannte Funktion g(n) weg und man erhält:

$$E = \frac{T_1\,T_2}{T_2-T_1}\,k\,\ln R \tag{3}$$

mit

$$R = \left.\frac{dP}{dt}\right|_{T_2,t_o} \Big/ \left.\frac{dP}{dt}\right|_{T_1,t_o} \tag{4}$$

Liegt nicht nur eine diskrete Aktivierungsenergie vor, so gibt (3) einen Mittelwert der Aktivierungsenergien der im jeweiligen Temperaturintervall ausheilenden Fehler /10/.

Ein Maß für die Ausheilgeschwindigkeit bei einer vorgegebenen Temperatur ist:

$$p = -\frac{t}{kT}\cdot\frac{dP}{dt} = -\frac{1}{kT}\frac{dP}{d\ln t} \tag{5}$$

Ist speziell n(E) die Verteilungsfunktion der Fehler bei kontinuierlicher Verteilung von E und f(E) die Gewichtsfunktion, mit der sie die Meßgröße beeinflussen, so ist:

$$P = \int_0^\infty f(E)\,n(E)\,dE = \int_0^\infty p(E)\,dE \tag{6}$$

Gleichung (5) liefert dann die Verteilungsfunktion p(E) mit:

$$E = kT\,\ln A\,t \tag{7}$$

wenn weiter die Reaktion 1. Ordnung mit A als Geschwindigkeitskonstante ist /9, 10, 11/.

Wir verwenden als Meßgröße P die relative Änderung des Feldemissionsstromes bei konstanter Spannung $\frac{i-i_o}{i_o}$ mit i_o .... FE-Strom nach dem Ende des Ausheilens. Wir ziehen sie den in der

Theorie der FE direkt vorkommenden Größen - vorexponentieller Faktor und Steigung der Fowler-Nordheim-Gleichung - vor, da sie sehr empfindlich auf alle Veränderungen der Oberfläche anspricht und leichter zu messen ist, ohne daß letztere mehr Information über Fehlerart und -Konzentration enthalten würden.

Der Feldemissionsstrom verändert sich bei Änderungen der elektronischen und der geometrischen Strüktur der Oberfläche. Wir erfassen daher alle mit dem Ausheilen verbundenen Veränderungen, können sie allerdings nicht in ihre einzelnen Anteile zerlegen.

Gemessen wurden Isochronen und Isothermen. Erstere werden nach der Stufenmethode ausgewertet, für letztere wurde eine Auswertung nach Gl. (5) versucht, beide zusammen können einer Analyse nach Meechan und Brinkman /9, 12/ unterworfen werden.

IV. Beschreibung der Apparatur, Durchführung der Messungen

Die Apparatur bestand aus einem Feldelektronenmikroskop üblicher Bauart /13/, verbunden mit einem gläsernen UHV-Pumpstand mit Hg-Diffusionspumpe (Abb. 1). Über ein ausheizbares Dosierventil konnte Ar ("reinst" der Fa.Linde) aus einer Glasflasche eingelassen werden. Zwischen FEM und Pumpstand war ein Mo-Getter angebracht, das nach jedem Ausheizen frisch aufgedampft wurde. FEM und Getter waren in fl. N_2 eingetaucht. Dadurch wurde die Spitze gekühlt und gleichzeitig der Partialdruck adsorbierbarer Gase erniedrigt. Die Druckanzeige des BA-Manometers (Veeco RG 75) war 1 bis $3 \cdot 10^{-10}$ Torr. Da sichergestellt sein mußte, daß die Messungen, die 1/2 bis 4 Stunden dauerten, nicht durch Adsorption verfälscht wurden, wurde vor jeder Meßreihe geprüft, ob meßbare Adsorption stattfand. Nur wenn der FE-Strom 1 h lang auf 1 bis 2% konstant war, wurde mit der Messung begonnen.+ Ähnlich wurde die Reinheit des eingelassenen Ar überprüft: Nach Ar-Einlaß bis 10^{-6} Torr (10min lang) und anschließendem Abpumpen durfte keine Änderung im FEM-Bild oder -Strom bemerkbar sein. Die Temperatur der Spitze wurde durch Gleichstromheizung mit einem Regelgerät nach Zimmerman und Gomer /14/ eingestellt. Zur Eichung wurde das tabellierte Warmwiderstandsverhältnis von Wolfram /15/ verwendet, die Eichung wurde bei höheren Temperaturen durch Vergleich mit Pyrometermessungen kontrolliert. Auch die Mo-Spitzen waren an Heizbügel aus W angepunktet.

Die Absolutgenauigkeit der Temperaturangaben ist 5%, die Reproduzierbarkeit einer Einstellung 1 bis 2 Grad. Das Blockschaltbild der Meßanordnung gibt Abb. 2.

Durchführung der Messungen: Die Spitze wurde durch kurzes Heizen bei 2000°K oder mehr gereinigt und geglättet. Anschließend wurde Ar eingelassen (Ar-Druck 10^{-8} Torr bis 10^{-5} Torr) und 10 min lang ein konstanter FE-Strom (10^{-8} bis 10^{-5} A) gezogen. Dabei war die Spannung ca. 4 kV bei den W-Spitzen und ca. 7 kV bei den Mo-Spitzen. Die durch Stoßionisation erzeugten Ar-Ionen beschossen die Spitze. Energieverteilung und Ionenstromdichte sind unbekannt (Integration der Bewegungsgleichungen auf der Rechenmaschine soll darüber Auskunft geben). Die Ionenstromdichte ist proportional zum Produkt pi_{FE} aus Druck und Feldemissionsstrom, pi_{FE} wird als relatives Maß der Ionenstromdichte verwendet. Nach dem Ende des Beschußes wurde das Ar bis unter $5 \cdot 10^{-9}$ Torr abgepumpt und mit der eigentlichen Ausheilmessung begonnen. Die Isochronen wurden in Schritten von o,5 bis 1 min und 30 bis 50 Grad aufgenommen, die Isothermen 30 bis 60 min lang verfolgt. Es wurden jeweils 4 Isothermen in Abständen von 200 Grad vermessen. Die Isochronen wurden bei anliegender Spannung gemessen, da nur so der zeitliche Verlauf innerhalb jeder Stufe erfaßt werden kann. Kontrollmessungen, bei denen ohne anliegendes Feld ausgeheilt wurde, nach jeder Stufe die Spitze gekühlt und dann erst der Strom gemessen wurde, zeigten keine Unterschiede außer in geringem Maße bei den höchsten verwendeten Temperaturen, bei denen auch im FEM-Bild der Beginn eines "build-up" sichtbar wurde. Hier war aber das Ausheilen nahezu abgeschlossen. Die Erhönung des FE-Stromes durch Temperaturerhöhung wurde gemessen und alle Stromwerte auf T = 100 °K umgerechnet.

+ Das Restgas im gekühlten FEM bestand vor dem Aufdampfen des Getters überwiegend aus H_2. Rechnet man mit Haftwahrscheinlichkeit 1, so läßt sich abschätzen, daß $p_{Ads.Gase} \leq 3 \cdot 10^{-12}$ Torr ist.

Die Meßgenauigkeit ist vor allem begrenzt durch das Rauschen des FE-Stromes. Es handelt sich dabei um ein Funkelrauschen, das durch das Ausheilen bewirkt wird und sich wegen der Kleinheit der Spitze nicht herausmittelt. Das Rauschen war bei Wolfram stärker als bei Molybdän (erkennbar auch an der gröberen Struktur der FEM-Bilder von beschossenem Wolfram - Abb. 15, 16). Bei den Stufenmessungen wurden daher 10 bis 20 Meßreihen durchgeführt und aus dem Schwankungsquadrat von E ein mittlerer statistischer Fehler bestimmt. Wegen des Rauschens ist es nicht sinnvoll, die Temperaturmessung zu verfeinern oder die Art der Mitteilung der Aktivierungsenergien genauer zu diskutieren.

V. Ergebnisse

Einen ersten Überblick über das Ausheilverhalten liefern die isochronen Ausheilkurven, die in Abb. 3 bis 6 wiedergegeben sind. Das Ausheilen erstreckt sich über einen so weiten Temperaturbereich, daß keine einheitliche Aktivierungsenergie vorliegen kann. Nach starkem Beschuß findet bei W gleichmäßiges Ausheilen im Temperaturbereich zwischen 100 °K (Beschußtemperatur) und 900 °K, bei Mo zwischen 100 °K und 750 °K statt. Nach kleinerem Beschuß findet man bei W zwei getrennte, aber breite Ausheilbereich, bei Mo deutet sich eine geringere Struktur an.

Abb. 7 zeigt die Ergebnisse der Stufenmessung, wie sie an W nach verschieden starkem Beschuß (bei 100 °K) erhalten wurden. Innerhalb der Meßgenauigkeit ist kein Einfluß der Dosis festzustellen.

In Abb. 8 sind die Aktivierungsenergien der Stufenmessungen (Mittel über alle Meßreihen) mit den Resultaten der Meechan-Brinkman-Messungen verglichen. Letztere liegen systematisch höher, aber unterhalb 800 °K sind die Abweichungen nicht signifikant. Über 800 °K sind Messungen nur nach starkem Beschuß möglich, auch dann sind aber die Signale so klein, daß die Messungen nicht mehr zuverlässig sind.

Jeder Meßpunkt der Meechan-Brinkman-Messungen ist das Mittel von 6 Einzelmessungen. Auch hier ist die Genauigkeit vor allem durch das Rauschen begrenzt.

Den Stufenmessungen kann ein systematischer Fehler anhaften: Zu Beginn einer Stufe nimmt die Steigung rasch ab, so daß sie u.U. zu klein abgelesen wird. Dies würde zu zu kleinen Werten von E führen. Variation des Temperatursprunges zwischen 30 und 50 ° und der Haltezeit zwischen 0,5 und 1 min ergab keine meßbare Veränderung von E. Wir schätzen daher, daß der zuletzt genannte systematische Fehler 10% nicht übersteigt.

Abb. 9 zeigt die aus Stufenmessungen gewonnenen Aktivierungsenergien für das Ausheilen der Mo-Oberflächen.

In den Abb. 10 und 11 schließlich sind die nach Gl. (5) ermittelten Verteilungsfunktionen p(E) für W bzw. Mo aufgezeichnet. Die Abszisse ist dabei nicht nach (7) ermittelt, sondern aus Abb. 8 bzw. 9 der jeweiligen Temperatur der Isotherme zugeordnet. Von jeder Isotherme wurde nur die Steigung zu mittleren Zeiten ausgewertet und so ein Meßpunkt p(E) gewonnen. Mit $A = 10^{10}$ bis 10^{11} würde Gl. (7) ähnliche Abszissenwerte liefern, während $A = 10^{13}$ deutlich zu hohe Werte von E ergeben würde (der Abfall der p(E)-Kurve läge dann bei ca. 2,5 eV). An dieser Darstellung der Resultate erkennt man besonders deutlich, daß das Ausheilen von W nach schwachem Beschuß in 2 Bereichen erfolgt, während bei Mo auch nach schwachem Beschuß nur eine breite Verteilung mit einer Schulter bei 1,2 eV vorliegt.

Es sei noch erwähnt, daß die genaue Höhe der p(E)-Kurven von Spitze zu Spitze variiert, d.h. wohl von Einzelheiten des Beschusses abhängt, die wir noch nicht beherrschen. Die allgemeine Form ist aber gut reproduzierbar. Bei beiden Metallen, besonders aber bei Mo, findet ein Teil des Ausheilens schon unter Raumtemperatur statt. p(E) wäre vermutlich auch bei kleinerer Energie von 0 verschieden, würden wir den Beschuß bei kleineren Temperaturen vornehmen.

Die während des Ausheilens aufgenommenen FEM-Bilder (Abb. 15 bis 17) zeigen nach starkem Beschuß im unteren Temperaturbereich zunächst gleichmäßiges Ausheilen auf der ganzen Spitze, bei höheren Temperaturen eine Anisotropie, wobei die [111]-Zone zuerst ausheilt. Letzteres würde man erwarten, wenn die Oberflächenwanderung für das Ausheilen von Bedeutung ist. Bei schwachem Beschuß (Isochrone a der Abb. 3) sind die Veränderungen im FEM-Bild so gering, daß sie keine Informationen darüber liefern, welche Prozesse in den einzelnen Ausheilbereichen ablaufen.

VI. Diskussion

Ausheilen von Strahlenschäden (z.B. nach n-Beschuß) findet bei W und Mo im ganzen uns interessierenden Temperaturbereich und darüberhinaus statt. Zum Vergleich werden in den Abb. 13 und 14 der Literatur entnommene Ausheilisochronen, wie sie für das Ausheilen der Strahlenschäden im Volumen gemessen wurden (nach /16/ für W und nach /17/ für Mo) mit unseren Oberflächenisochronen verglichen (die Ordinaten sind dabei jeweils so normiert, daß die Kurven etwa gleiche Höhe haben). Die Kurven für W verlaufen so ähnlich, daß man geneigt ist, das Wirken ähnlicher Prozesse anzunehmen. Im Fall des Mo ist die Übereinstimmung nicht gut. Da jedoch die Struktur in den Isochronen nur wenig ausgeprägt ist, scheint es uns gewagt. aus einem Vergleich zwischen Volumen- und Oberflächenausheilen Schlüsse auf die Ausheilmechanismen zu ziehen.

H.E. Farnsworth und K. Hayek /6/ berichten, daß nach Ar^+-Beschuß von Mo etwa 900 °K nötig sind, um bei LEED-Experimenten die Intensitäten des ungestörten Mo wiederherzustellen. Dagegen genügen bei uns etwa 700 °K zum Ausheilen. Das könnte daran liegen, daß in den beiden Experimenten verschiedene Arten von Störungen die Meßgrößen beinflussen.

Von einer genauen Kenntnis der beim Ausheilen ionenbeschossener Oberflächen beteiligten Prozesse sind wir offenbar noch weit entfernt. Die mitgeteilten Messungen geben einen ersten Überblick für W und Mo, detaillierte Messungen mit den verschiedensten Methoden wären erwünscht.

Alle Mitglieder der UHV-Oberflächengruppe haben durch Diskussionen zu dieser Arbeit beigetragen. Stete Förderung durch Dr. E.W. Blauth sei hervorgehoben. Den Herren H. Kukral und J. Volkenandt habe ich für ihre sorgfältige Arbeit beim Bau der Apparatur und bei den Messungen zu danken.

Literatur

/1/ J.B. Green, N.T. Olson, H.P. Smith, Jr.: J. Appl. Phys. 37, 4699 (1966)

/2/ G.S. Anderson: J. Appl. Phys. 38, 1607 (1967)

/3/ H. Vernickel: Z. Naturforschg. 21a, 1308 (1966)

/4/ R.J. MacDonald, D. Haneman: J. Appl. Phys. 37, 1609 (1966)

/4a/ J.R. Beeler, Jr.: Int. Conf. on Vacancies and Interstitials in Metals, Jülich 1968

/5/ R.L. Jacobson, G.K. Wehner : J. Appl. Phys. 36, 2674 (1965)

/6/ H.E. Farnsworth, K. Hayek: Surf. Sci. 8, 35 (1967)

/7/ I.N. Evdokimov, E.S. Mashkova, V.A. Molchanov: Phys. Letters 25A, 619 (1967) und Sov. Phys.-Solid State 9, 1434 (1967)

/8/ R.P. Lawson, G. Carter: Vacuum 18, 205 (1968)

/9/ B.T. Kelly: Irradiation Damage to Solids, Pergamon Press 1966

/10/ W. Primak: Phys. Rev. 100, 1677 (1955)

/11/ W. Primak: J. Appl. Phys. 31, 1524 (1960)

/12/ A. Franck, R. Sizmann:Chem. Ztg., Chem App. 86, 671 (1962) u, 87, 347 (1963)

/13/ H.A. Good, Jr., E.W. Müller: Handb. d. Physik 21, 176, Springer 1956

/14/ D. Zimmerman, R. Gomer: Rev. Sci. Instr. 36, 1046 (1965)

/15/ M.v.Ardenne: Tabellen der Elektronenphysik ..., Bd. II, Berlin 1956

/16/ H.H. Kuhlmann, H. Schultz: Acta met. 14, 798 (1966)

/17/ J. Nihoul: Phys. stat. sol. 2, 308 (1962)

/18/ M.K. Sinha: J. Appl. Phys. 39, 2150 (1968)

Bildunterschriften

Abb. 1 Schema der Vakuumapparatur

Abb. 2 Blockschaltbild der Meßanordnung

Abb. 3 Ausheilisochronen von W nach 4 keV-Ar^+-Beschuß bei 100 ^oK

Haltezeit t = 0,5 min a) Beschuß $2 \cdot 10^{-13}$ A · Torr · min
b) Beschuß $6 \cdot 10^{-13}$ A · Torr · min

Abb. 4 Wie Abb. 3, Beschuß $6 \cdot 10^{-11}$ A · Torr · min

Abb. 5 Ausheilisochronen von Mo nach 7 keV-Ar^+-Beschuß bei 100^oK

Haltezeit t = 0,5 min a) Beschuß $6 \cdot 10^{-12}$ A · Torr · min
b) Beschuß $6 \cdot 10^{-13}$ A · Torr · min

Abb. 6 Wie Abb. 5 a) Beschuß $6 \cdot 10^{-10}$ A · Torr · min
b) Beschuß $6 \cdot 10^{-11}$ A · Torr · min

Abb. 7 Aktivierungsenergien für das Ausheilen von W-Oberflächen nach verschieden starkem Beschuß. Messungen mit der Stufenmethode.

Abb. 8 Vergleich der für W nach der Stufenmethode und nach der Meechan-Brinkman-Methode gemessenen Aktivierungsenergien.

Abb. 9 Aktivierungsenergien für das Ausheilen von Mo-Oberflächen. Messungen mit der Stufenmethode.

Abb. 10 Verteilungsfunktion p (E) für W nach verschieden starkem Beschuß

a) Beschuß $6 \cdot 10^{-11}$ A · Torr · min bei 200 ^oK
b) Beschuß $6 \cdot 10^{-12}$ A · Torr · min bei 200 ^oK
c) Beschuß $6 \cdot 10^{-13}$ A · Torr · min bei 200 ^oK
d) Beschuß $1 \cdot 10^{-13}$ A · Torr · min bei 100 ^oK

Abb. 11 Verteilungsfunktion p (E) für Mo nach verschieden starkem Beschuß

a) Beschuß $6 \cdot 10^{-11}$ A · Torr · min bei 100 ^oK
b) Beschuß $6 \cdot 10^{-12}$ A · Torr · min bei 100 ^oK
c) Beschuß $6 \cdot 10^{-13}$ A · Torr · min bei 100 ^oK

Abb. 12 Vergleich der Ausheilisochronen von W-Oberflächen und massivem W.
Ausgezogene Kurve: Oberfläche, Isochrone b von Abb. 3
Gestrichelte Kurve: Isochrone nach Neutronenbestrahlung, nach /16/ (Ordinate in willk. Einheiten)

Abb. 13 Vergleich der Ausheilisochronen von Mo-Oberflächen und massivem Mo.
Ausgezogene Kurve: Oberfläche, Isochrone b von Abb. 5
Gestrichelte Kurve: Isochrone nach Neutronenbestrahlung nach /17/ (Ordinate in willk. Einheiten)

Abb. 14 FEM-Bilder zur W-Isochrone der Abb. 4

Abb. 15 FEM-Bilder zur Mo-Isochrone der Abb 6b

Abb. 16 FEM-Bilder zur W-Isochrone der Abb. 3b und zur Mo-Isochrone der Abb. 5b

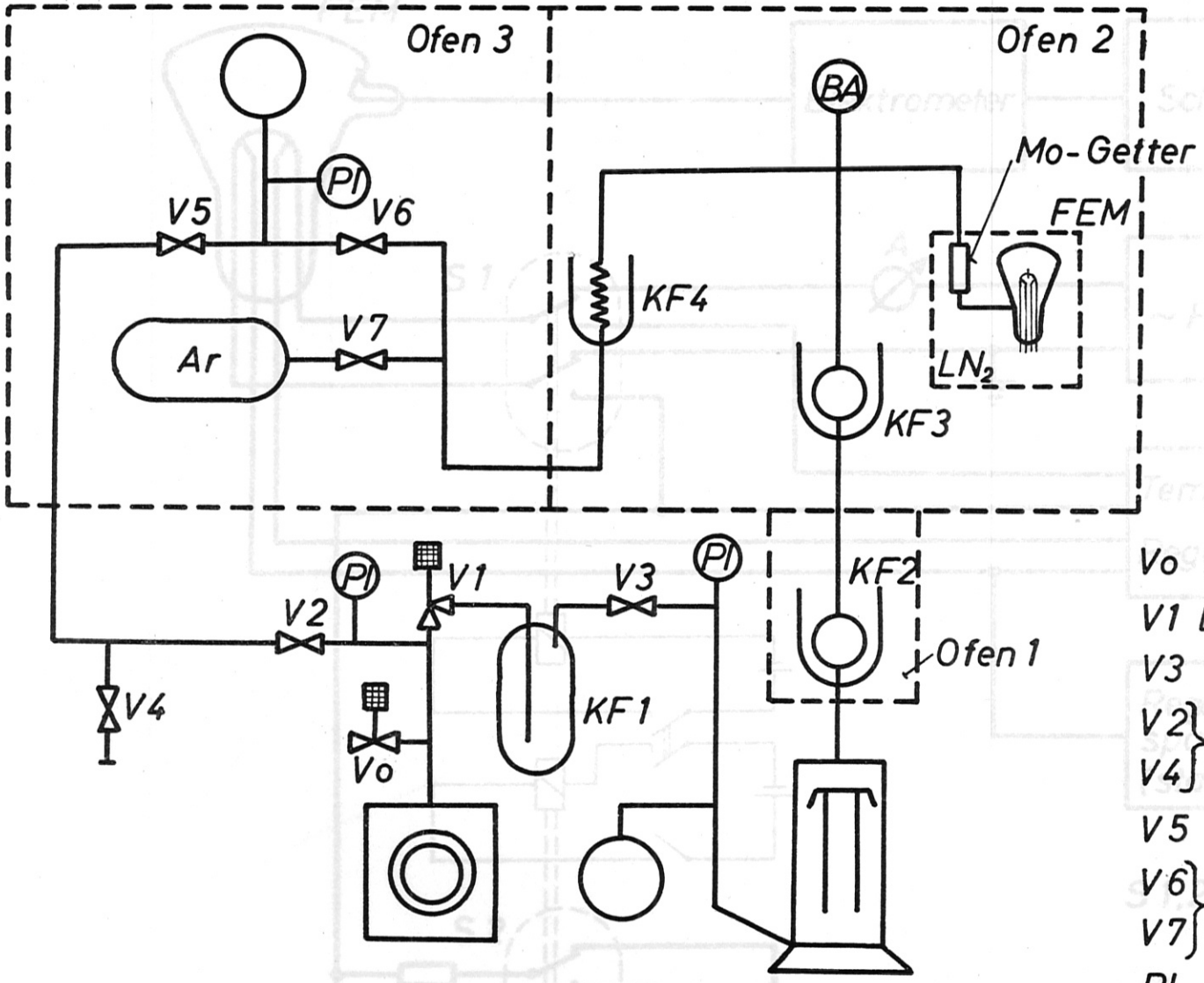


Abb. 1

Vo El.Magn. Belüftungsventil

V1 El.Magn. Eckventil

V3 "Atlas"- Ventil

V2, V4 } Eckventile (handbetätigt)

V5 Granville - Phillips Ventil

V6, V7 } — " — Dosierventile

PI Pirani - Manometer

BA BA - Manometer

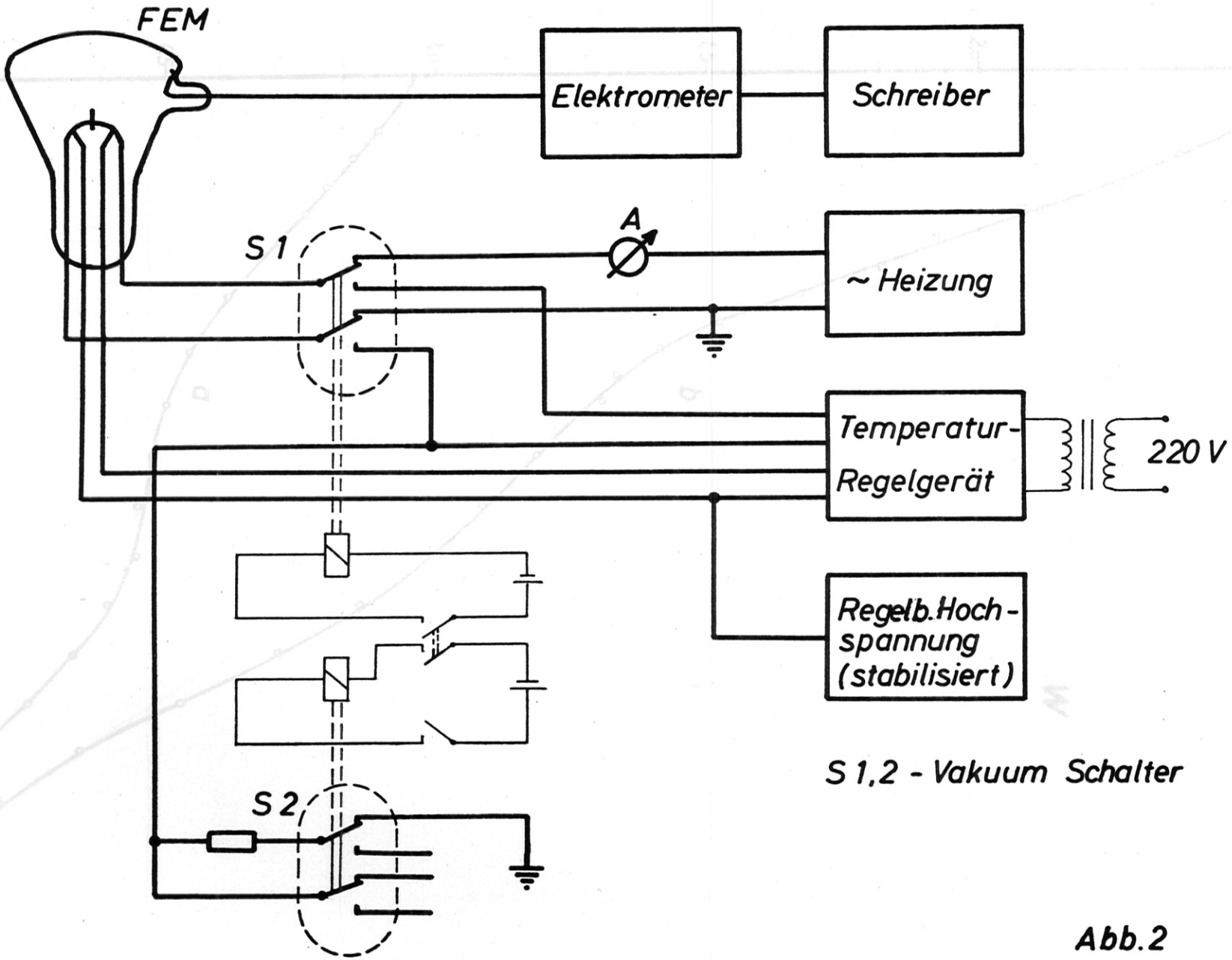

FEM
Elektrometer
Schreiber
S 1
A
~ Heizung
Temperatur-
Regelgerät
220 V
Regelb. Hoch-
spannung
(stabilisiert)
S 1,2 - Vakuum Schalter
S 2

Abb.2

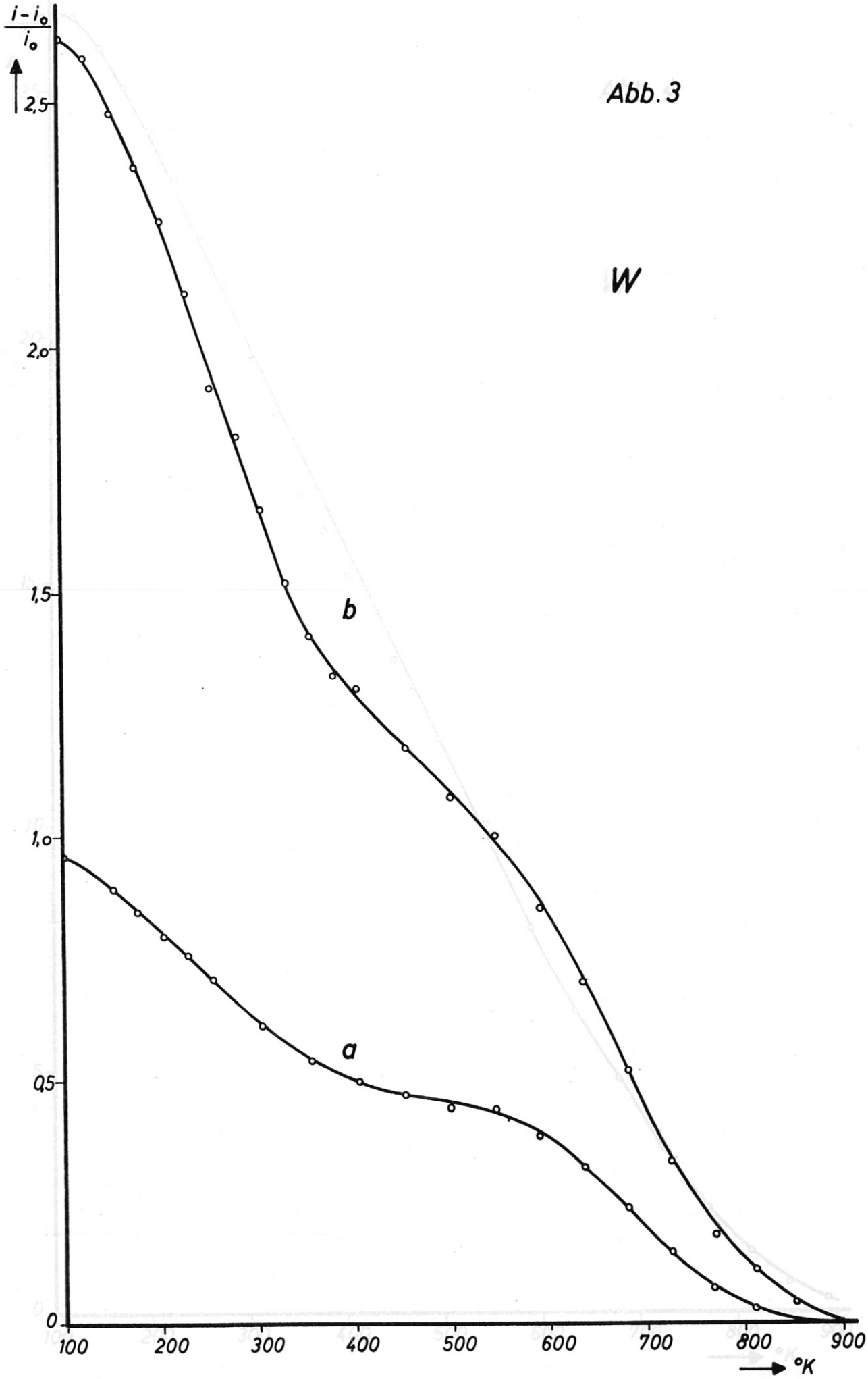


Abb. 3
W
$\frac{i - i_o}{i_o}$
2,5
2,0
1,5
1,0
0,5
0
b
a
100
200
300
400
500
600
700
800
900
°K

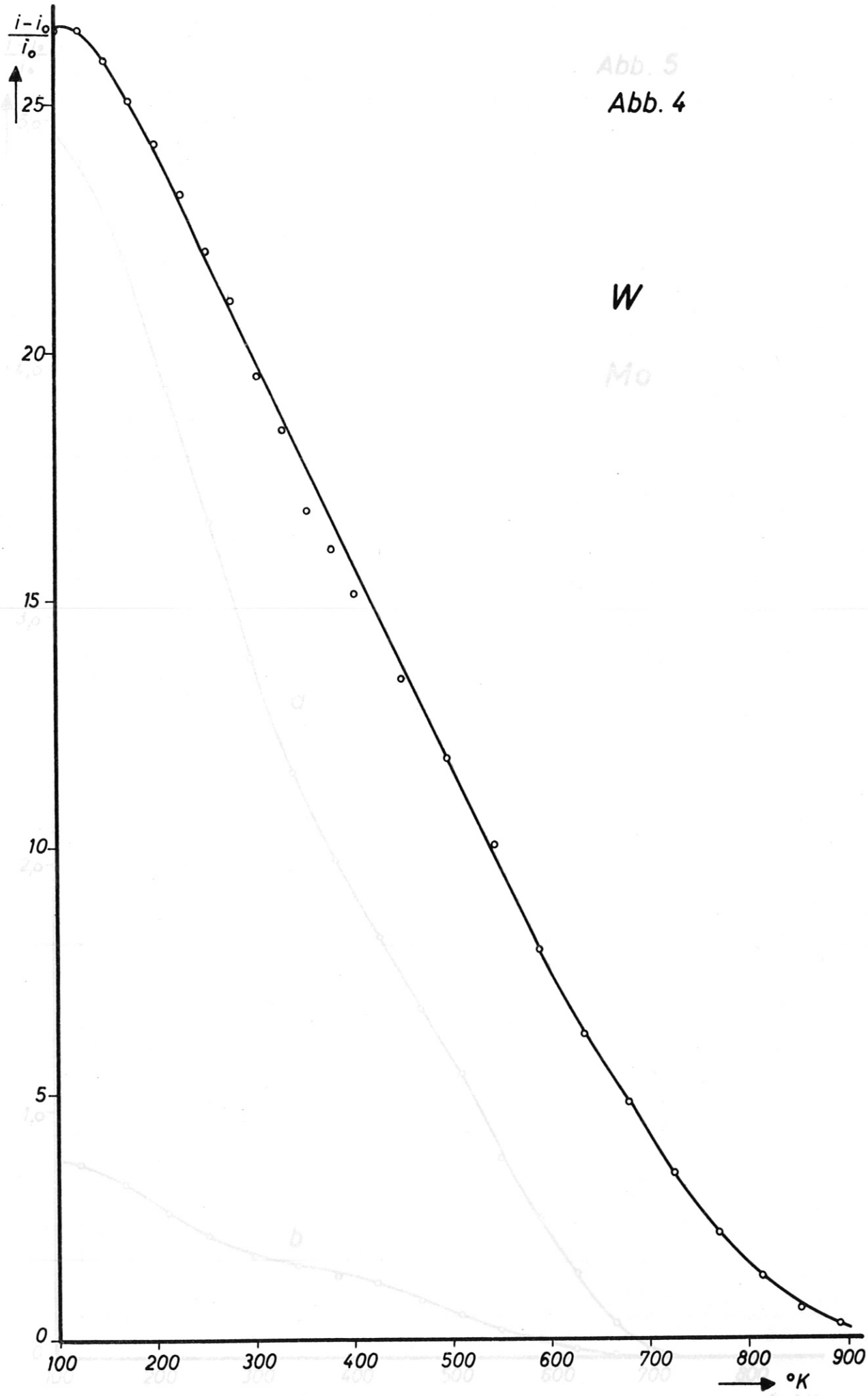


Abb. 4

W

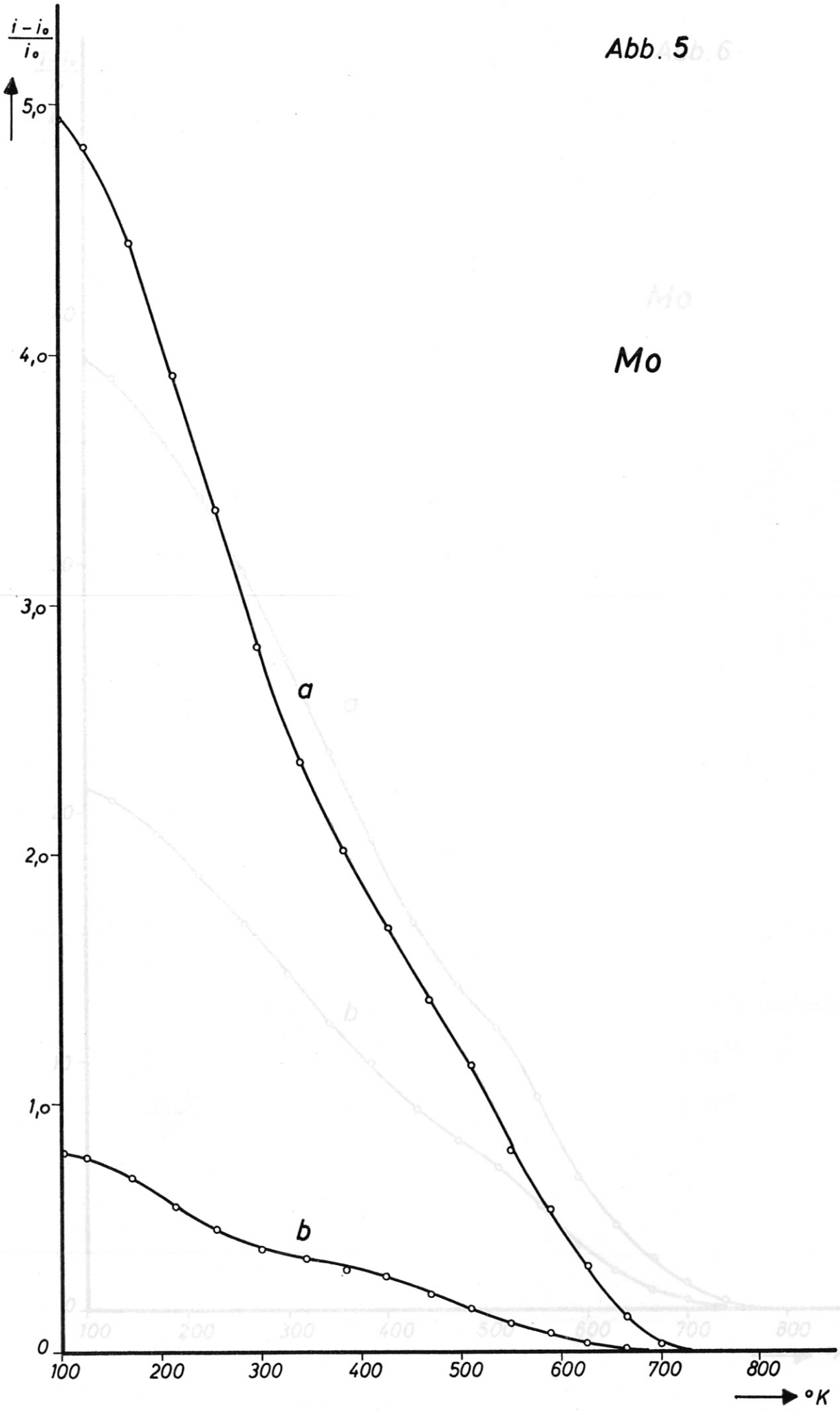


Abb. 5
Mo
$\frac{i - i_0}{i_0}$
5,0
4,0
3,0
2,0
1,0
0
a
b
100
200
300
400
500
600
700
800
°K

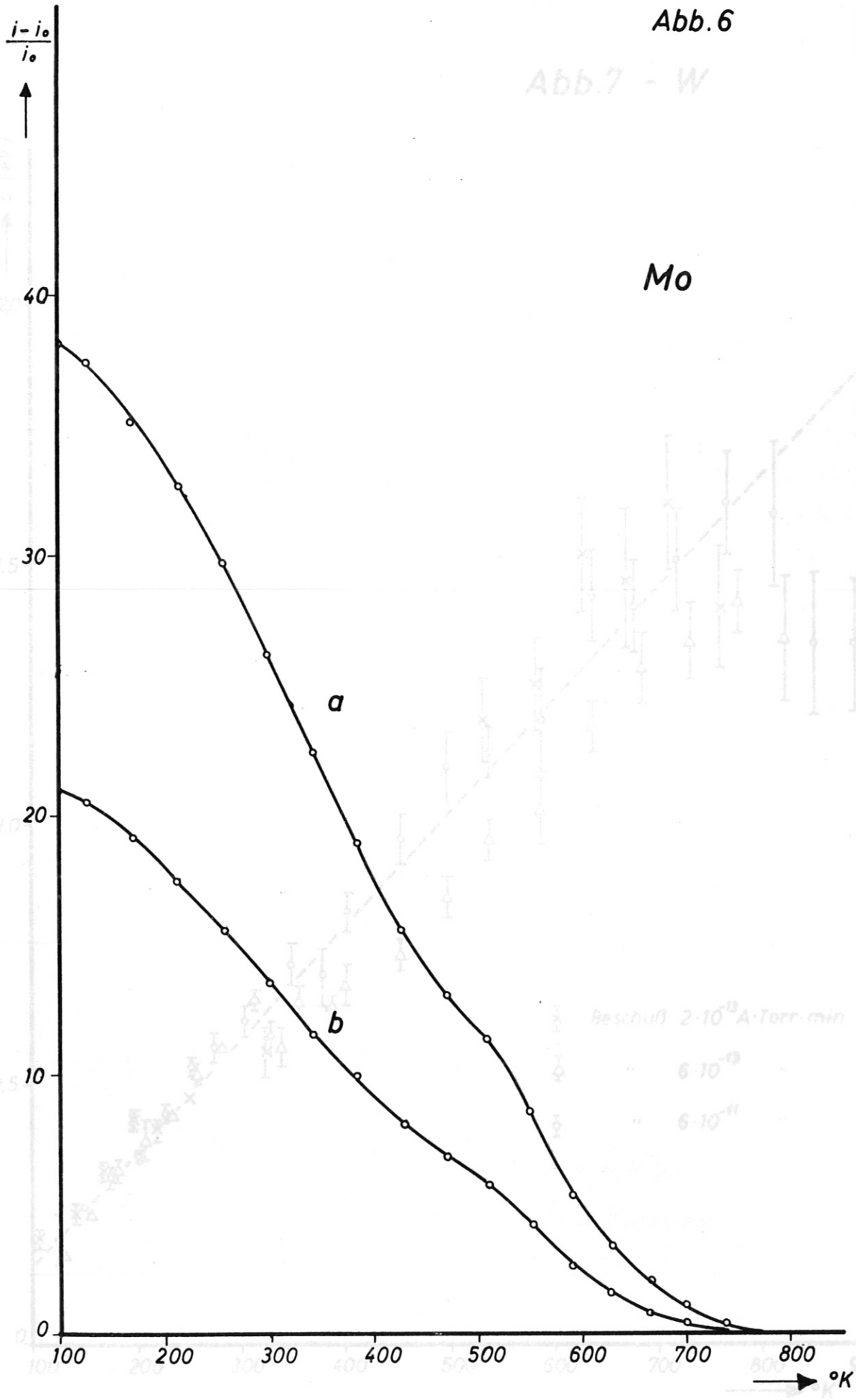


Abb. 6
Mo
$\frac{i - i_0}{i_0}$
40
30
20
10
0
a
b
100
200
300
400
500
600
700
800
°K

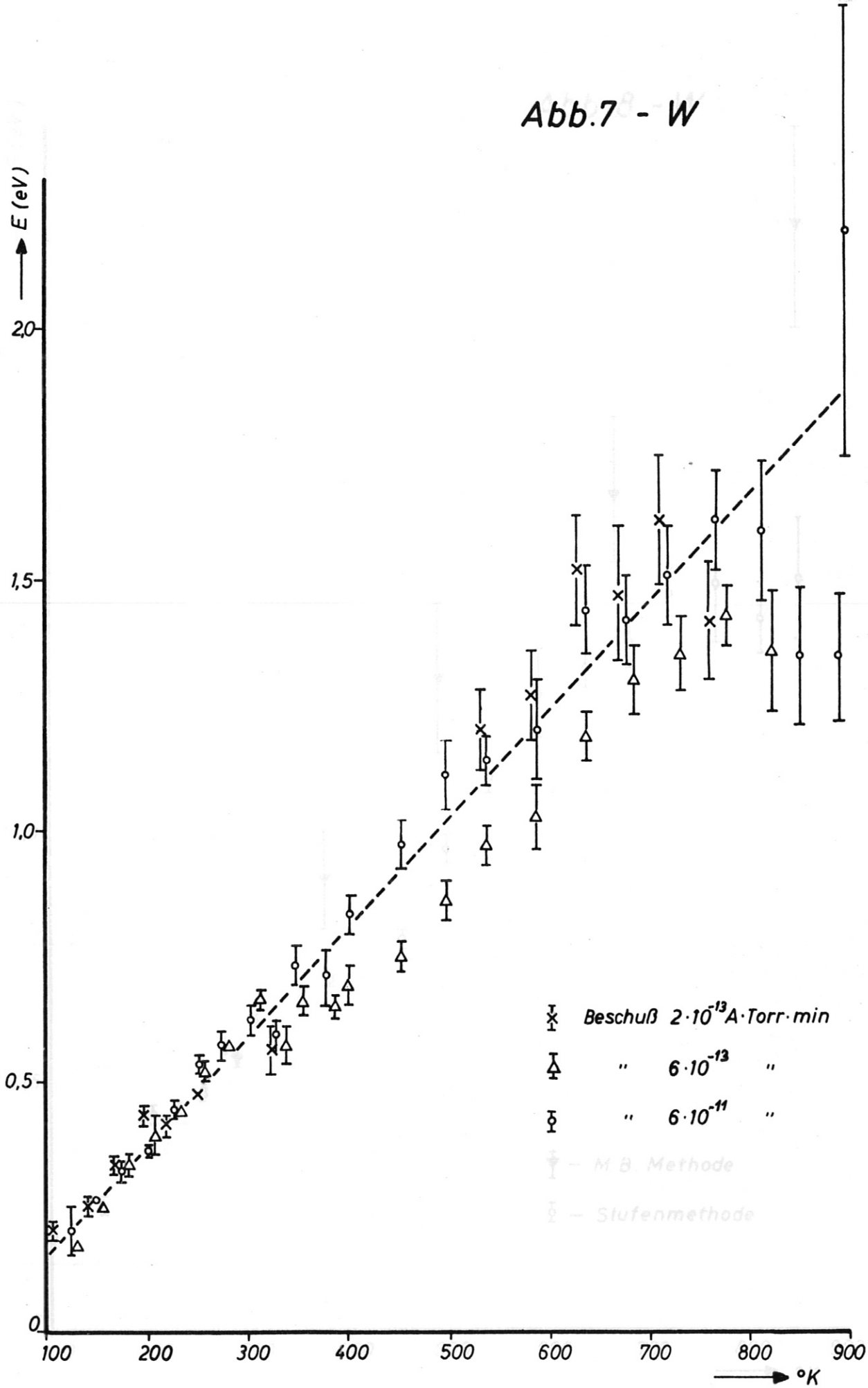


Abb.7 - W
E (eV)
2,0
1,5
1,0
0,5
0
100
200
300
400
500
600
700
800
900
°K
Beschuß 2·10⁻¹³ A·Torr·min
" 6·10⁻¹³ "
" 6·10⁻¹¹ "
– M.B. Methode
– Stufenmethode

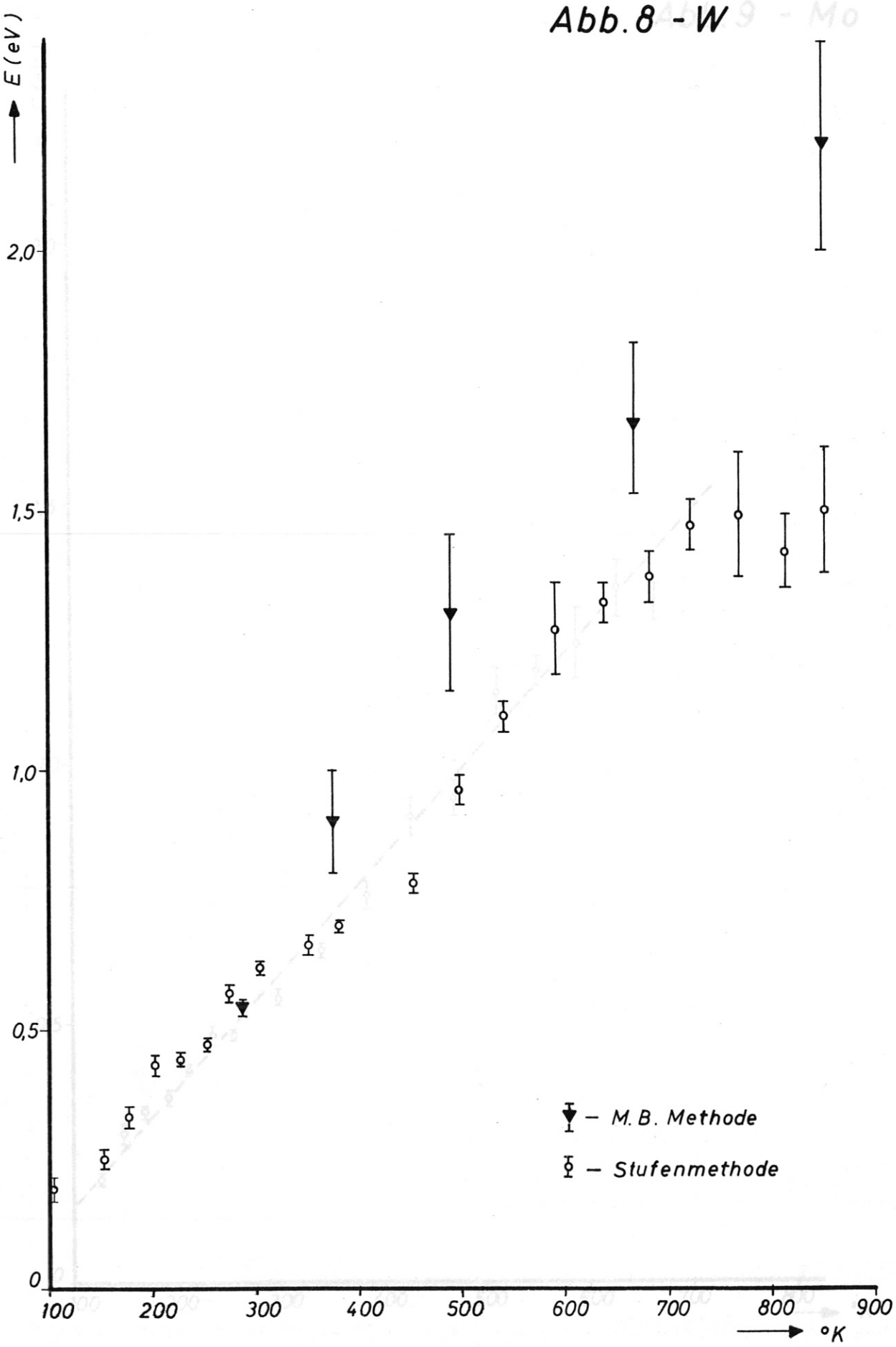
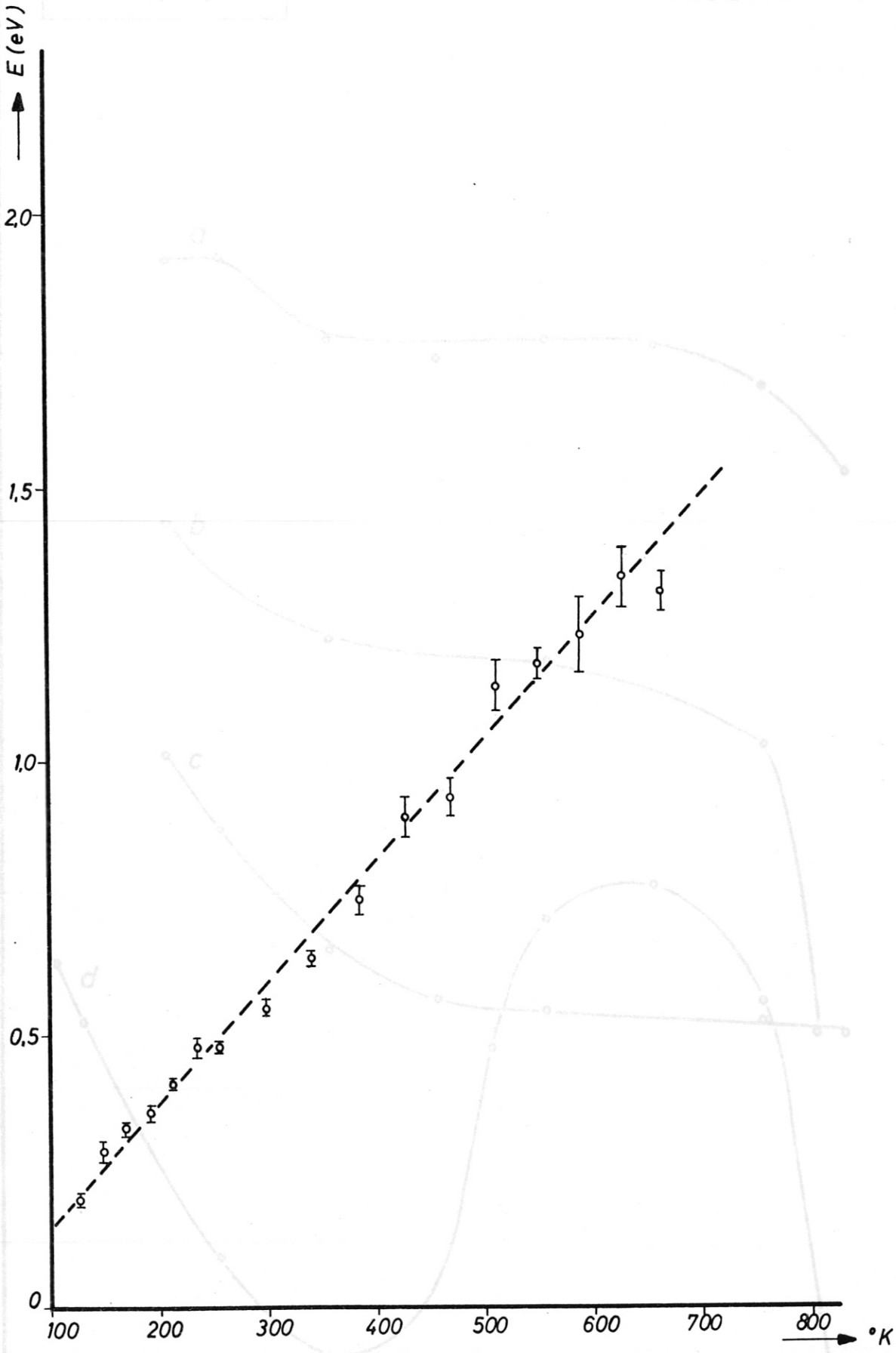
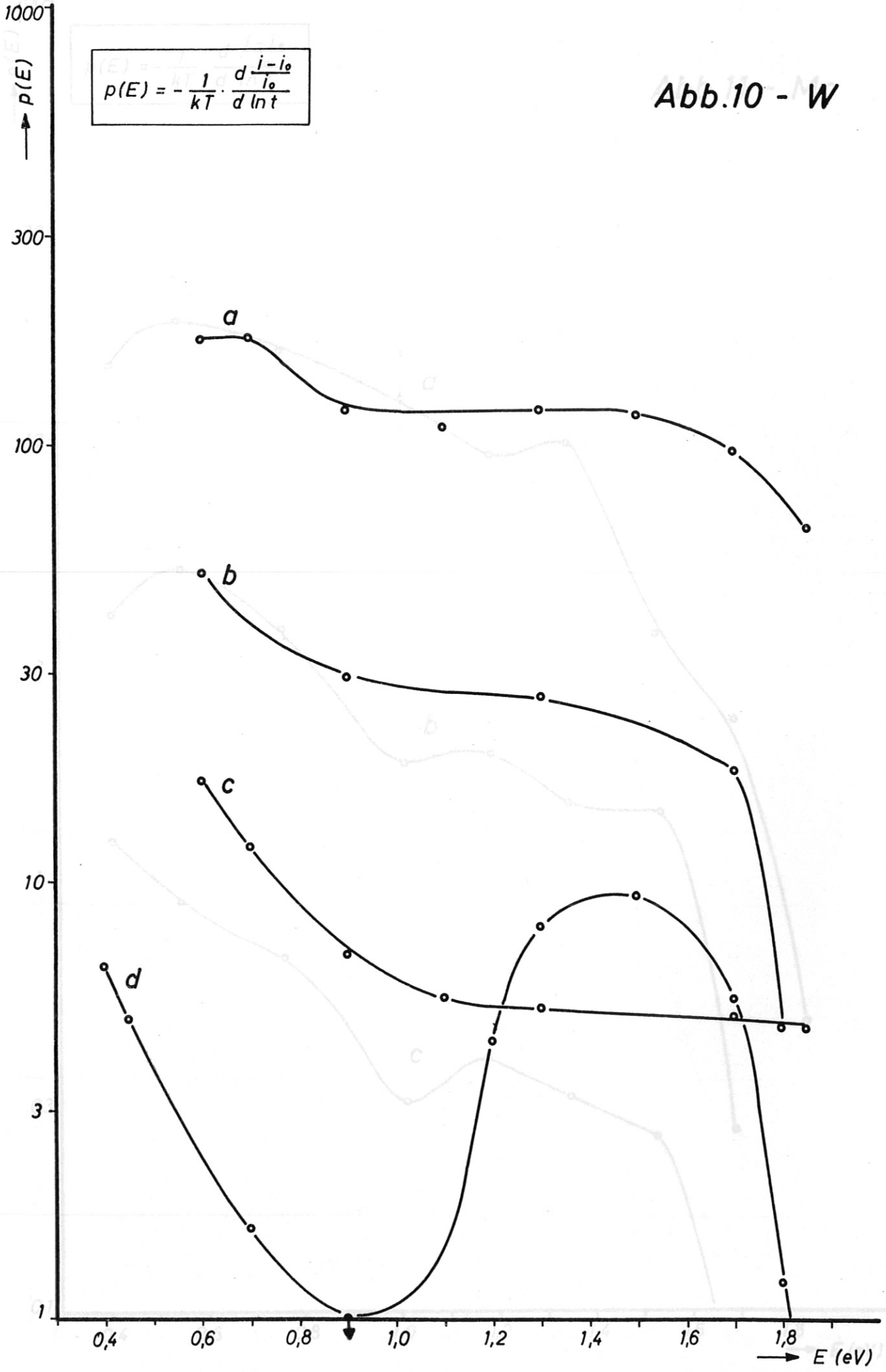
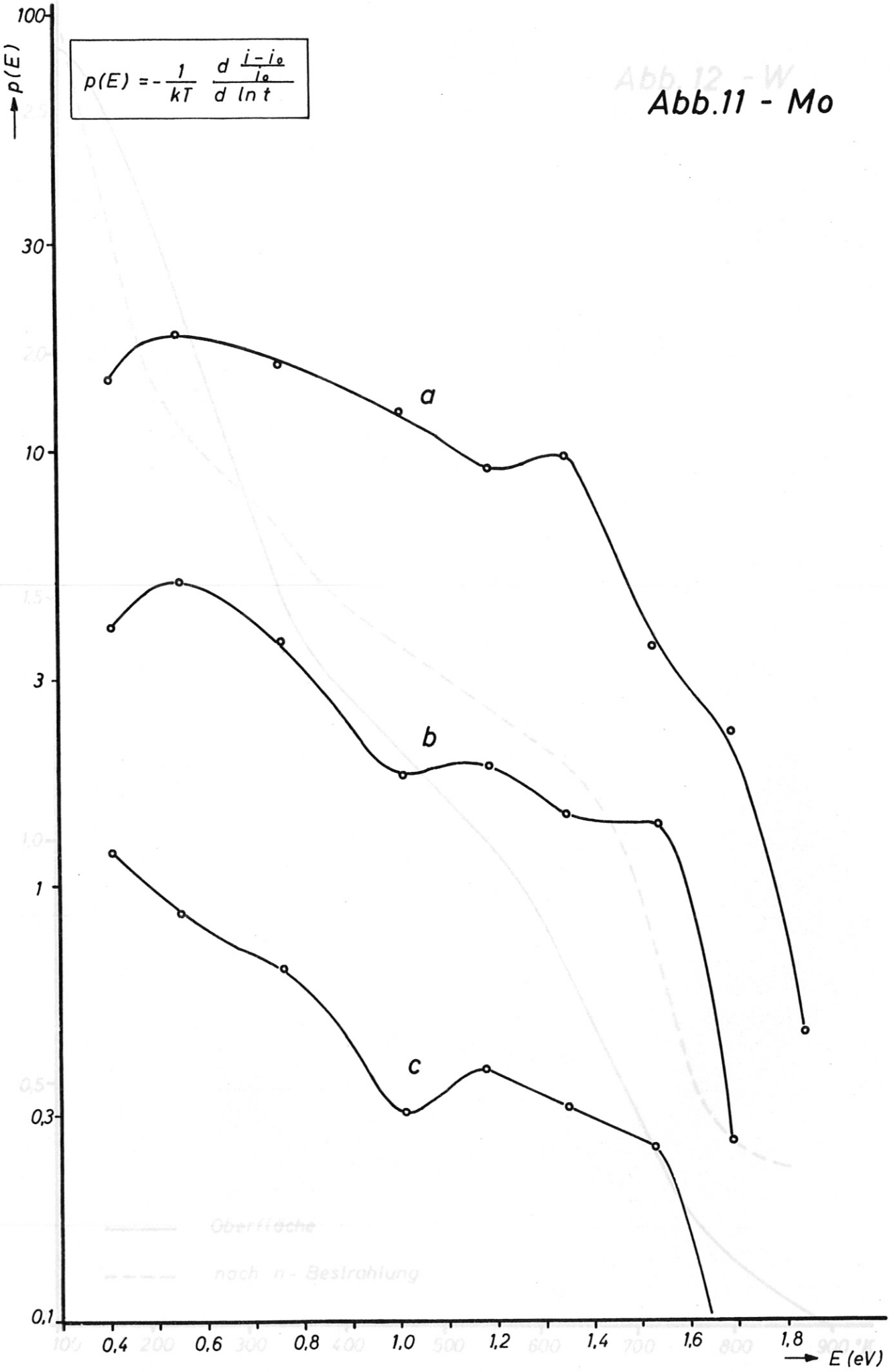


Abb. 8 - W
E (eV)
2,0
1,5
1,0
0,5
0
100
200
300
400
500
600
700
800
900
°K
– M. B. Methode
– Stufenmethode

Abb. 9 - Mo




$p(E) = -\frac{1}{kT} \cdot \frac{d\frac{i-i_0}{i_0}}{d\ln t}$
Abb.10 - W
p(E)
1000
300
100
30
10
3
1
a
b
c
d
0,4
0,6
0,8
1,0
1,2
1,4
1,6
1,8
E (eV)


$p(E) = -\frac{1}{kT} \frac{d \frac{i - i_0}{i_0}}{d \ln t}$
Abb.11 - Mo
p(E)
100
30
10
3
1
0,3
0,1
a
b
c
0,4
0,6
0,8
1,0
1,2
1,4
1,6
1,8
E (eV)

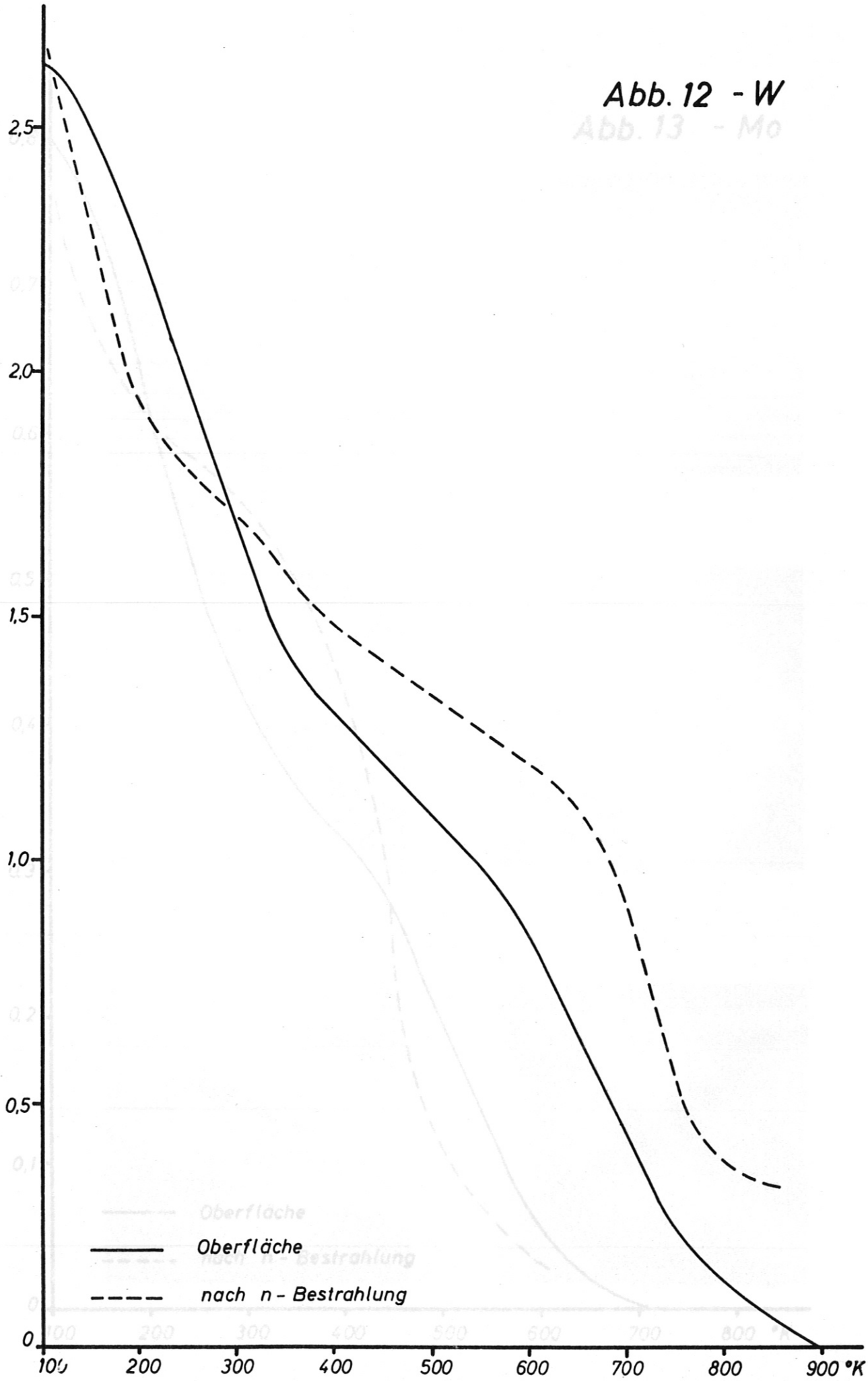


Abb. 12 - W
2,5
2,0
1,5
1,0
0,5
0
100
200
300
400
500
600
700
800
900 °K
Oberfläche
nach n - Bestrahlung

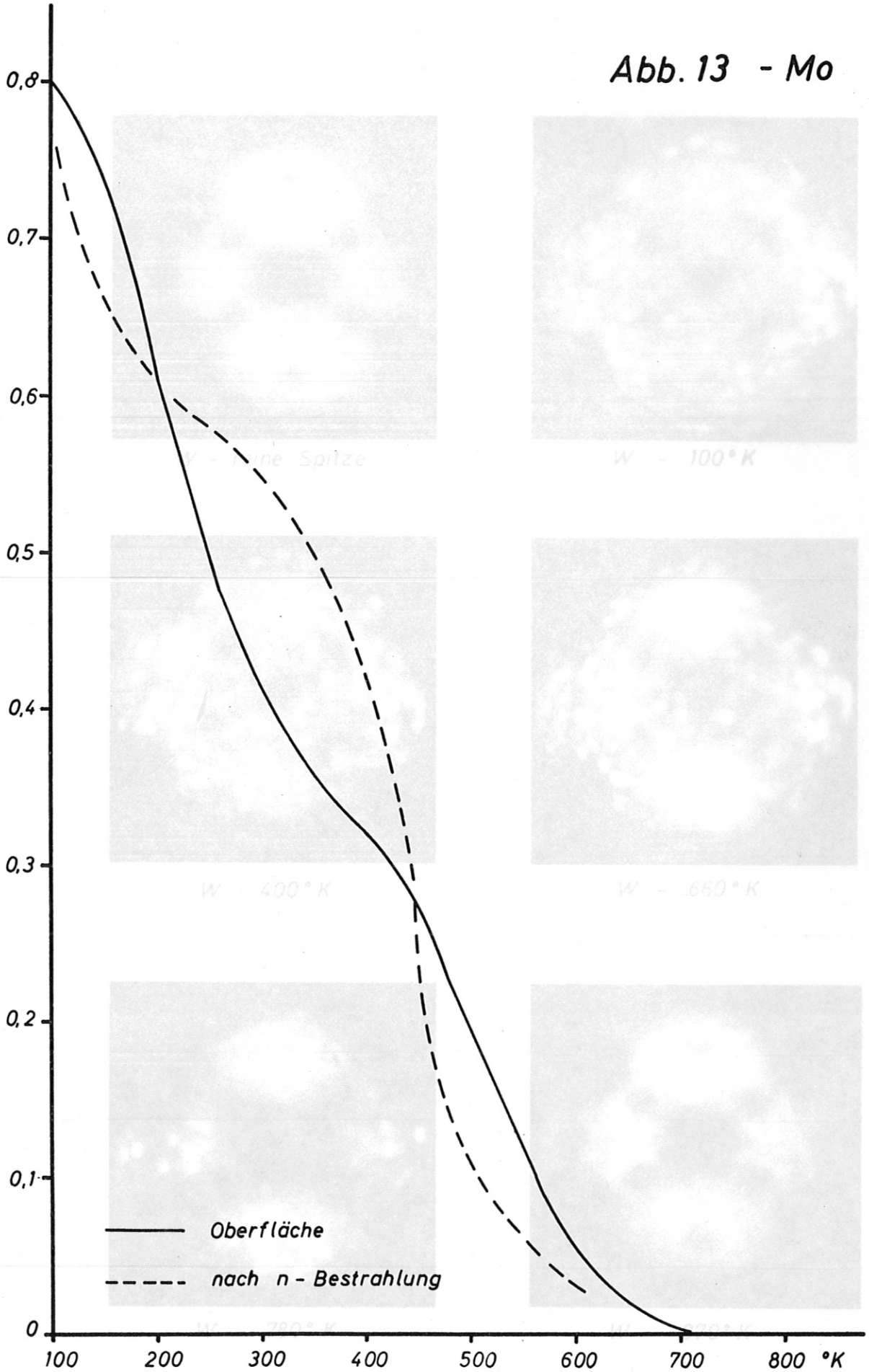
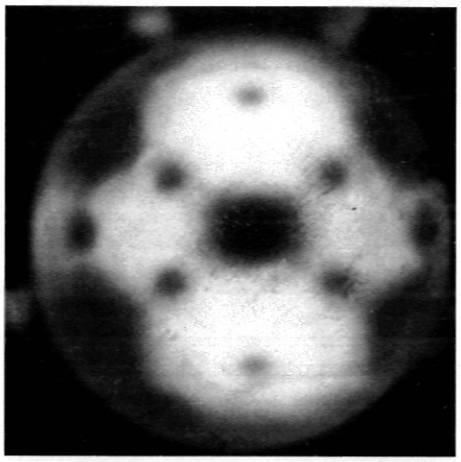
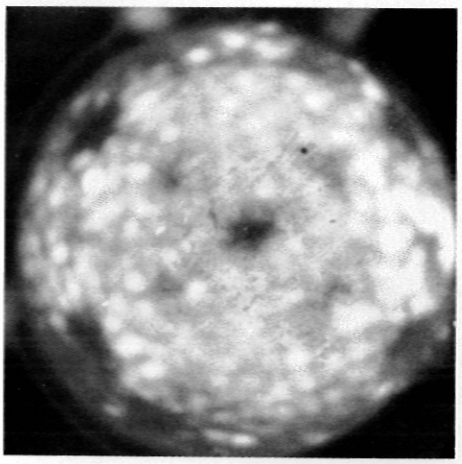

0,8
0,7
0,6
0,5
0,4
0,3
0,2
0,1
0
100
200
300
400
500
600
700
800 °K
Oberfläche
nach n - Bestrahlung

Abb. 13 - Mo

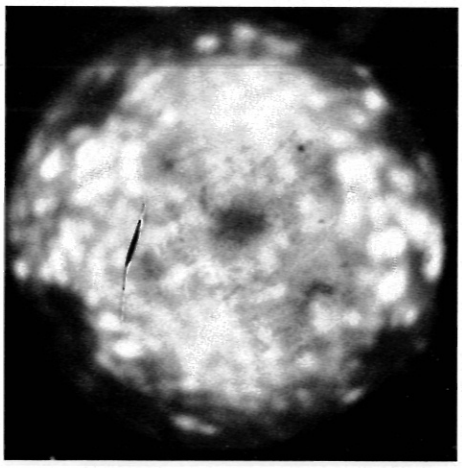
Abb. 14



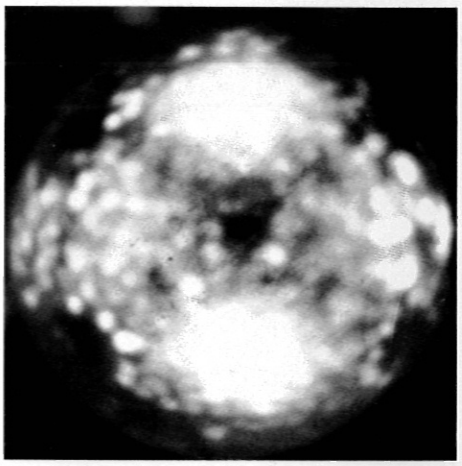
W - reine Spitze



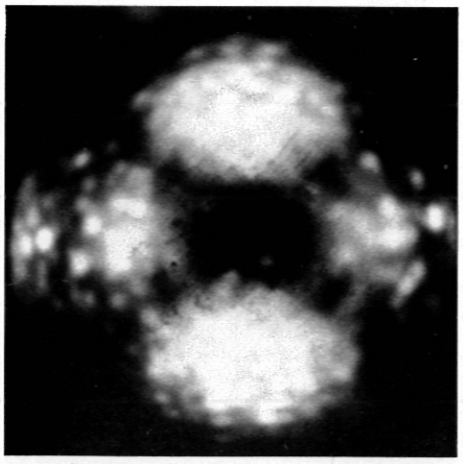
W - 100° K



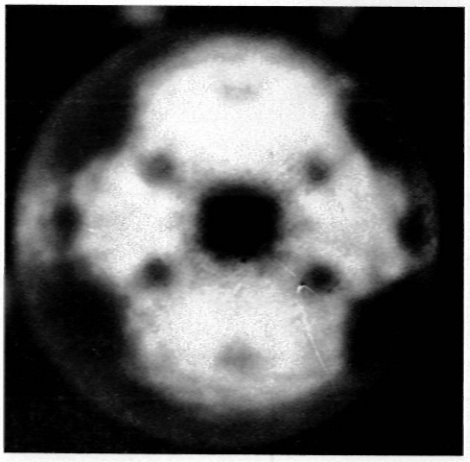
W - 400° K



W - 660° K

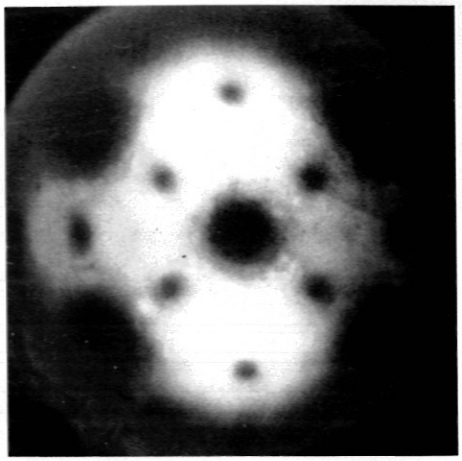


W - 780° K

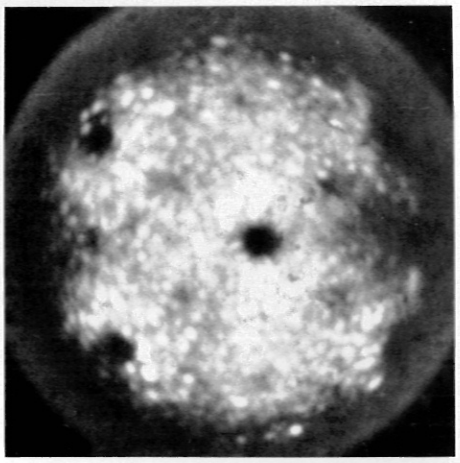


W - 970° K

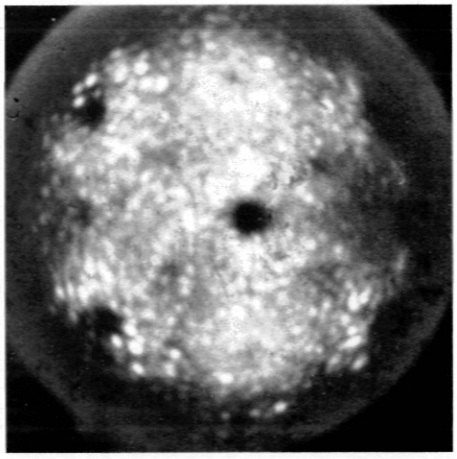
Abb. 15



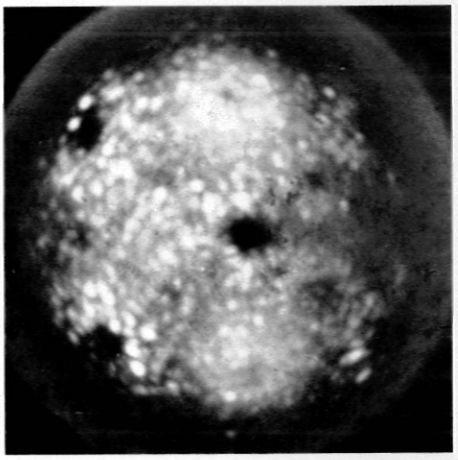
Mo - reine Spitze



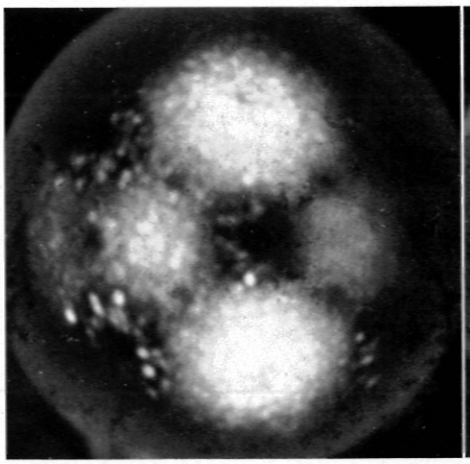
Mo - 100°K



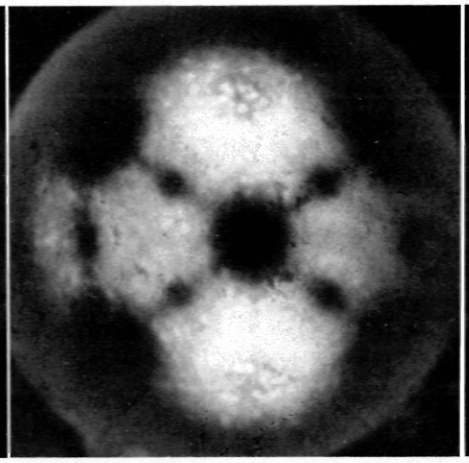
Mo - 340°K



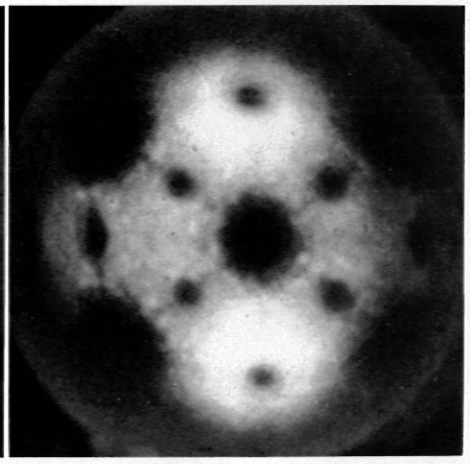
Mo - 470°K



Mo - 590°K

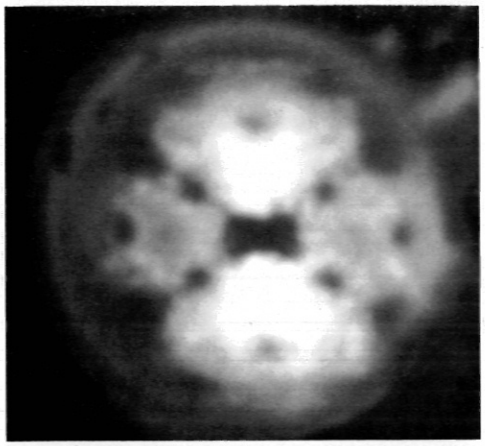


Mo - 700°K

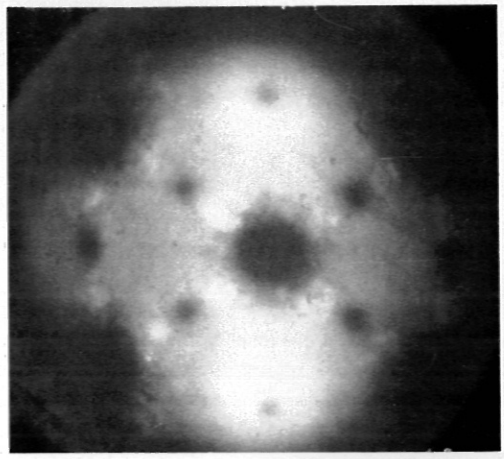


Mo - 770°K

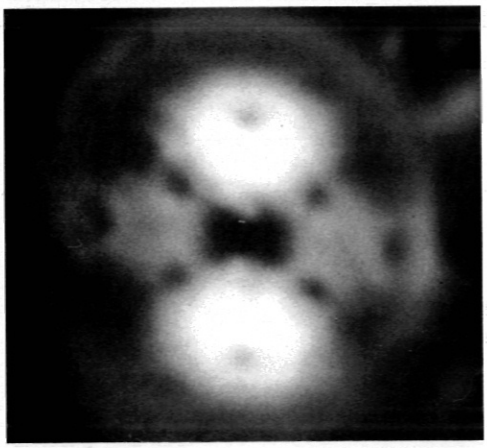
Abb. 16



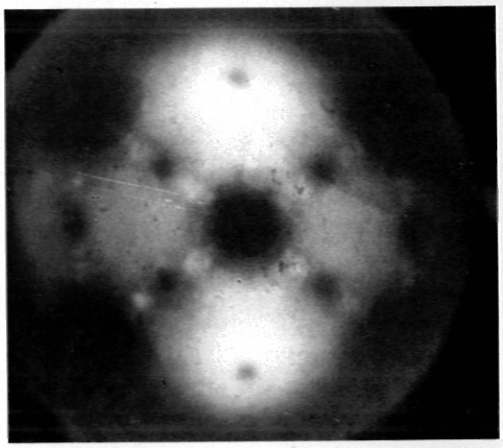
W - 100°K



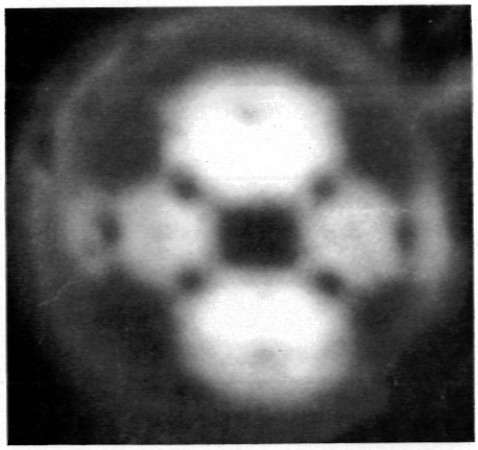
Mo - 100°K



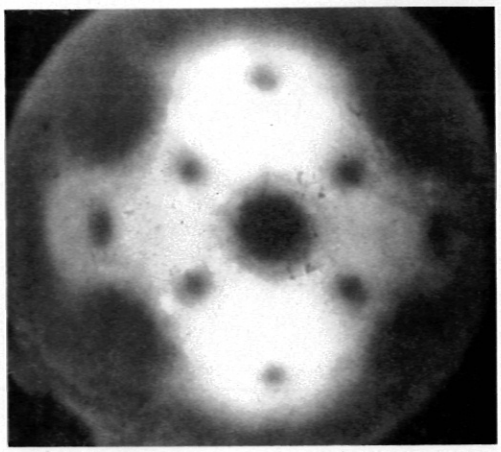
W - 550°K



Mo - 470°K



W - 810°K



Mo - 700°K