

работе [1] при значительно большей энергии электронов, результаты работ [1, 2] по ПРИ из поликристалла, по-видимому, следует рассматривать как противоречивые. Поэтому возникает вопрос о более строгой идентификации происхождения спектральных пиков, наблюдавшихся в [2].

**3. Результаты и обсуждение.** 1. В настоящей работе предложено объяснение происхождения НП (unidentified peaks), наблюдавшихся в эксперименте [1], как результата дифракции Брэгга в поликристалле излучения в направлении вперед релятивистских электронов пучка в радиаторе.

2. В заключение обсуждения наблюдаемости ПРИ из поликристалла отметим, что с одной стороны пока нет прямого экспериментального подтверждения поликристаллической структуры молибденовой фольги в эксперименте [1], а с другой стороны в работе [2] нет экспериментального доказательства того, что наблюдаемые спектральные пики обусловлены ПРИ из поликристалла. В любом случае для решения вопроса о наблюдаемости ПРИ из поликристалла желательна постановка эксперимента с воз-

можностью более однозначной идентификации происхождения спектральных пиков в измеряемых рентгеновских спектрах. Для этого можно, например, провести измерения зависимости энергий спектральных пиков от угла наблюдения  $\Theta$  и сопоставить эту зависимость с вычисленной по закону Брэгга.

#### Библиографический список

1. Chouffani K., Andreyashkin M.Yu., Endo I., Masuda J., Takahashi T. and Takashima Y. // Nucl. Instrum. and Meth. B. – 2001. - V.173. - P. 241 - 252.
2. Блажевич С.В., Гришин В.К., Ишханов Б.С., Насонов Н.Н., Петухов В.П., Чепурнов А.С., Шведунов В.И. // Известия Высших Учебных Заведений, Физика, - 2001. - Т.44. - №3. - С. 66 - 70.
3. Shchagin A.V. and Khizhnyak N.A. // Nucl. Instr. and Meth. B. – 1996. - V.119. - P. 115 - 122.
4. Киттель Ч., Введение в физику твердого тела: Пер. с англ.– М.: Наука, 1978.
5. Shchagin A.V. // E-preprint. – 2001. - <http://arXiv.org/abs/physics/0105071>.

---

Работа выполнена при частичной поддержке гранта STCU №1031 от научно-технологического центра в Украине.

УДК 539.26

## ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ ИНЕРТНЫХ И АКТИВНЫХ ГАЗОВ НА СТРУКТУРУ ТОНКИХ ПЛЕНОК ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

**С.В. Блажевич, Н.В.Камышанченко, И.С. Мартынов**  
г. Белгород, Белгородский государственный университет

**И.М. Неклюдов, В.Ф. Рыбалко**  
г. Харьков, ННЦ “Харьковский физико-технический институт”

Представлены результаты экспериментального исследования воздействия облучения ионами инертных ( $He$ ,  $Ne$ ,  $Ar$ ,  $Kr$ ,  $Xe$ ) и активных ( $O$ ,  $N$ ) газов на структуру переходных металлов. В эксперименте использовались тонкие пленки никеля, хрома и железа высокой (99,999 at. %) чистоты. Облучение проводилось при комнатной температуре в условиях высокого вакуума ( $P < 1 \cdot 10^{-7}$  Pa) на сепарированном пучке ионов. Облучение проводилось в диапазоне энергий падающих частиц  $10 \div 10^3$  кэВ. В качестве основного результата проведенных исследований установлен факт полного отсутствия изменений кристаллической решетки переходных металлов, облученных ионами инертных газов. Установлено также, что наблюдаемые в эксперименте кристаллографические структурные изменения в переходных металлах облученных ионами активных газов определяются их химической природой ионов.

**1. Изменение микроструктуры пленок никеля при облучении ионами  $He^+$  средних энергий.** Исследование микро-

структурой металла включает в себя изучение зеренной структуры, преимущественной кристаллографической ориентации зе-

рен (т.е. текстуры), структуры межзеренных границ, образования вторичных фаз и их распределения, а также различных дефектов в структуре.

В данной работе изложены результаты экспериментов, в которых исследовалась взаимосвязь между размытием дифракционных рефлексов и изменением микроструктуры тонких металлических пленок. Основное внимание уделялось таким элементам микроструктуры металла, как размеры зерен в поликристаллических пленках или размеры блоков в монокристаллических.

В литературе имеется много данных о влиянии ионной бомбардировки на микроструктуру тонких металлических пленок [1, 2], в том числе никелевых [3]. К сожалению, имеющиеся в литературе данные различных авторов плохо согласуются или противоречат друг другу. Даже по вопросу о том, растет или уменьшается размер зерна в результате облучения, в литературе нет единого мнения. Причинами такого расхождения данных могут быть значительные различия в экспериментальных условиях, таких, как энергия ионов, плотность тока ионного пучка, температура образца во время облучения и т.д.

В настоящей работе для исследований использовались моно- и поликристаллические пленки Ni. Для экспериментов отбирались наиболее однородные, бездефектные пленки. Облучение велось хорошо сепарированными пучками ионов  $\text{He}^+$  с энергиями 20 и 100 кэВ. При облучении ионами с энергией 100 кэВ использовались пакеты пленок (6 пленок в пакете). При каждом из этих двух значений энергии ионов пленки были облучены до доз  $5 \cdot 10^{17}$  и  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{cm}^2$  соответственно.

Монокристаллические пленки Ni были облучены такими же дозами. Для изучения микроструктуры пленок использовалась как светлопольная, так и темнопольная электронная микроскопия на просвет.

Для того чтобы убедиться в репрезентативности результатов, полученных для никеля, т.е. в том, что они характерны и для других переходных металлов, необходимо было распространить исследования на чис-

тые пленки других металлов. С этой целью мы провели исследование на чистых пленках Fe и Cr, которые обладают типичными для переходных металлов характеристиками и исследовались ранее [4, 5]. Основные выводы из результатов этих исследований приведены в конце настоящей работы.

1.1. *Влияние облучения ионами  $\text{He}^+$  с энергией 20 кэВ на микроструктуру поликристаллических пленок никеля.* Исследования микроструктуры проводились на поликристаллических пленках никеля толщиной 100 нм. Облучение пленок проводили при комнатной температуре хорошо сепарированным пучком ионов  $\text{He}^+$  с энергией 20 кэВ и плотностью тока (2...3) мкА/ $\text{cm}^2$ . Низкая плотность тока была выбрана с целью избежать сколько-нибудь заметного нагрева пленки ионным пучком. Энергия ионов 20 кэВ обеспечивала возможность полного торможения ионного пучка в одной никелевой пленке. При выбранном значении энергии средний проективный пробег ионов He в Ni составляет  $\bar{R}_p = 59,44$  нм при полуширине профиля  $\Delta R_p \approx 35.4$  нм [6].

Облучение высокочистых поликристаллических пленок никеля сепарированными ионами  $\text{He}^+$  – 20 кэВ хотя и не вызывает изменения ГЦК-решетки Ni, в то же время существенно влияет на микроструктуру и морфологию поверхности. Электронограммы и электронномикроскопические снимки пленок, полученные в светлопольном и темнопольном изображениях, приведены на рис.1. Темнопольные изображения были получены в свете отражений дифракционного кольца (111).

На рис. 2 приведены гистограммы распределения микрокристаллитов по размеру в вышеупомянутых пленках. Для исходной пленки в полидисперсном распределении размеров кристаллитов наблюдается широкий пик с максимумом вблизи 30...40 нм. Это распределение имеет сильно затянутый “хвост” в область больших размеров (встречаются кристаллиты размером до 600 нм). В результате облучения пленок до доз  $5 \cdot 10^{17}$  ион/ $\text{cm}^2$  максимальный размер кристаллитов снижается от ~ 600 до 200 нм, а максимум распределения смешается в область размеров кристаллитов ~15...20 нм.

Увеличение дозы имплантации до  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{см}^2$  приводит к дальнейшему дроблению кристаллитов, в результате которого их средний размер уменьшается до 10...15 нм, а максимальный размер не превышает 30 нм, то есть структура пленки становится высокодисперсной.

При бомбардировке ионами  $\text{He}^+$  с энергией 20 кэВ и 100 кэВ наблюдается отчетливо выраженная корреляция между дроблением зерен в пленках Ni и размытием дифракционных колец в электронограммах облученных пленок.

В работах [7, 8] авторы пытались объяснить размытие дифракционных колец на электронограммах аморфизацией материала, однако никаких данных в пользу такого предположения в этих работах не было приведено.

При аморфизации материала можно ожидать заметного изменения параметра решетки металла. Наши данные, приведенные в предыдущем параграфе, этого не подтверждают. В то же время эффект чрезвычайно сильного измельчения зерен позволяет объяснить наблюданное размытие рефлексов на электронограммах.

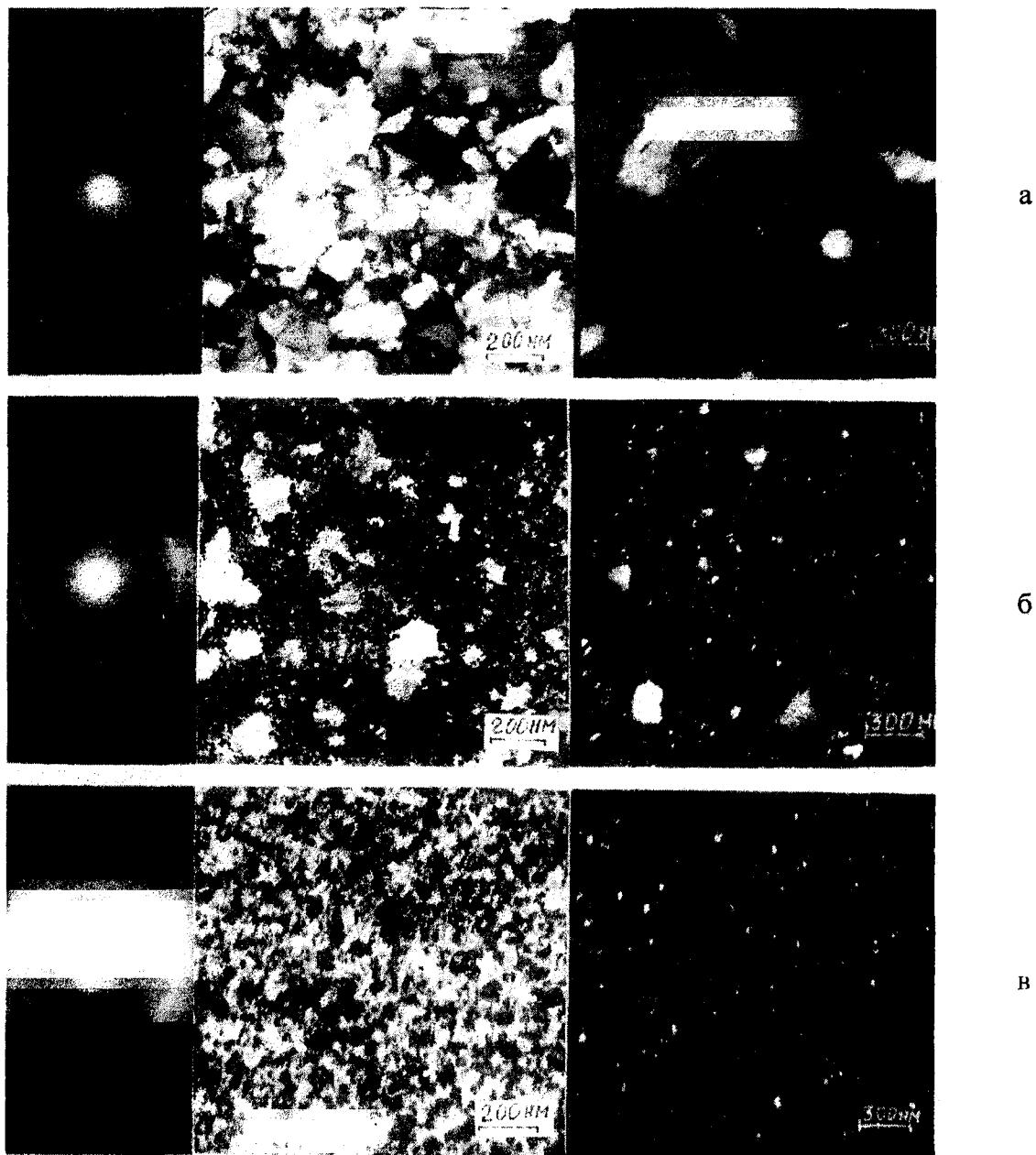


Рис. 1. Электронограммы (слева), светлопольное (посередине) и темнопольное (справа) изображения структуры в свете отражений (111) исходной поликристаллической пленки никеля (а) и пленок, облученных ионами  $\text{He}^+$  с энергией 20 кэВ до доз  $5 \cdot 10^{17}$  (б) и  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{см}^2$  (в).

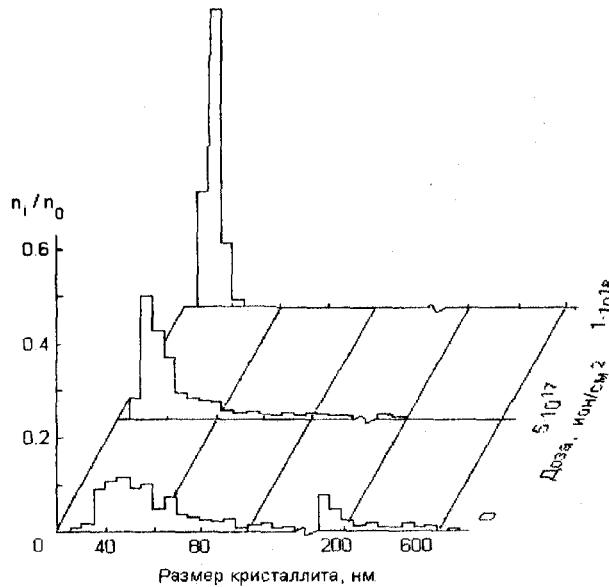


Рис. 2. Гистограммы распределения по размерам кристаллитов в поликристаллической пленке никеля исходной (доза 0) и после облучения ионами  $\text{He}^+$  с энергией 20 кэВ до доз  $5 \cdot 10^{17}$  и  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{см}^2$ .

Полученные нами данные свидетельствуют, что в результате облучения в металле полностью исчезают зерна с размерами, превышающими несколько десятков нм, а средний размер зерна уменьшается фактически до нескольких единиц нм, т.е. становится сравнимым с длиной волны дифрагирующих электронов с энергией 100 кэВ. Это обстоятельство и является причиной наблюдаемого размытия дифракционных рефлексов [9].

Следует отметить также, что при облучении пленок Ni ионами  $\text{He}^+$  как в условиях «на прострел», так и «имплантации» приводит к монотонному увеличению электросопротивления для исследованных пленок Ni при облучении до дозы  $\sim 1 \cdot 10^{17}$  ион/ $\text{см}^2$  с плотностью тока ( $0.1 \dots 0.5$ )  $\mu\text{A}/\text{см}^2$  при комнатной температуре соответственно на 3% и 10% [10].

**2. Возникновение и развитие пористости в пленках при облучении ионами  $\text{He}^+$ .** На рис. 3 приведен микроснимок поликристаллической пленки никеля, снятый в электронном микроскопе “на просвет”. На имплантированной поверхности мишени наблюдаются блистеры и деформационные полосы, а также вздутия и пустоты по всему объему образца. Образцы облученных при комнатной температуре

пленок «распухают» и разрушаются от внедрения атомов гелия.

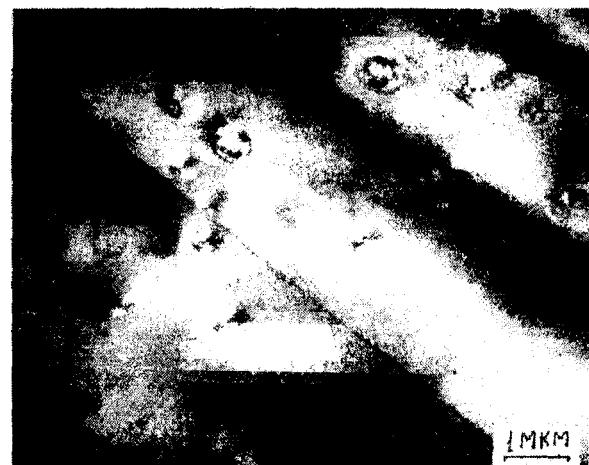


Рис. 3. Блистер на поликристаллической пленке никеля после облучения ионами гелия с энергией 20 кэВ до дозы  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{см}^2$  при  $T \approx 300$  К.

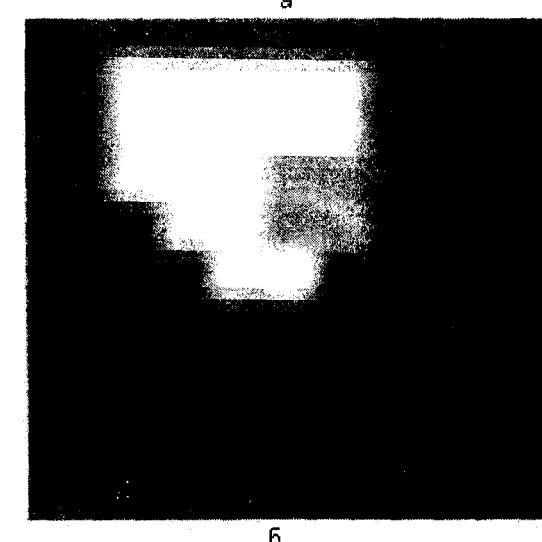
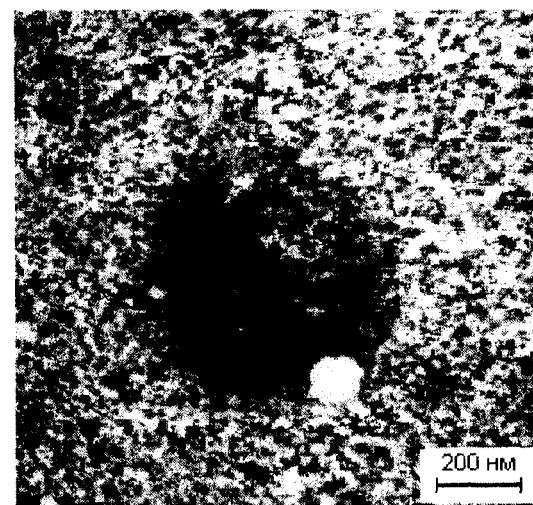


Рис. 4. Микрофотография взорванного блистера (а) на поверхности поликристаллической пленки Ni после облучения ионами  $\text{He}^+$  — 20 кэВ до дозы  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{см}^2$  и микродифракция (б) от крышки блистера.

На рис. 4 показана микрофотография одного из взорванных блистеров. Полученная микродифракционная картина от крышки блистера свидетельствует о том, что крышка блистера в данном случае остается поликристаллической. Кроме того, в облученных пленках до критической дозы  $\sim 1 \cdot 10^{18}$  ион/см<sup>2</sup> на некоторых участках образовывались микротрешины, возникающие вследствие релаксации механических напряжений, приводящие к разрывам поликристаллической пленки никеля [11].



Рис. 5. Микротрешины в поликристаллической пленке никеля, облученной ионами гелия с энергией 20 кэВ до дозы  $\geq 1 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup>.

На рис. 5 показаны микротрешины, предшествующие полному механическому разрушению пленок (при облучении до критической дозы).

**3. Структурные изменения в поликристаллических пленках никеля при облучении тяжелыми ионами  $\text{Ne}^+$ ,  $\text{Ar}^+$ ,  $\text{Kr}^+$ ,  $\text{Xe}^+$  и ионами  $\text{N}^+$ ,  $\text{O}^+$ .** Поведение моно- и поликристаллических пленок при ионной бомбардировке, в принципе, может отличаться. Если такое различие существует, важно его выявить. Для этого необходимо сравнить результаты облучения моно- и поликристаллических пленок.

Основные данные по пленкам никеля, имеющиеся в литературе, получены, в основном, для поликристаллических пленок. Поэтому для сравнения с литературными данными в эксперименте для нас было важно получить данные на поликристаллических пленках никеля.

В этом разделе изложены основные результаты исследования влияния бомбардировки ионами всех инертных газов (за исключением  $\text{Rn}$  – радона) и ионами химически активных газов  $\text{N}^+$ ,  $\text{O}^+$  на структуру высокочистых поликристаллических пленок никеля.

**3.1. Облучение пленок Ni ионами тяжелых инертных газов.** В работе [12] были выполнены теоретические оценки энергетических состояний атомов различных инертных газов в решетке никеля в положениях внедрения и замещения. Эти оценки показали, что внедренные атомы с малым и большим атомным радиусом по-разному влияют на решетку металла. Так, если атом  $\text{He}$  создает сравнительно малые упругие напряжения, находясь как в междоузлии, так и в вакансии, то атом  $\text{Ar}$  в междоузельном состоянии в  $\text{Ni}$  должен создавать настолько большие упругие напряжения в решетке, что энергетически выгодным оказывается процесс вытеснения в междоузельное положение атома матрицы и переход атома  $\text{Ar}$  в состояние замещения. Но в этом состоянии величина упругой составляющей энергии взаимодействия с кристаллической решеткой оказывается гораздо большей, чем в случае атома  $\text{He}^+$ . Атомы других тяжелых инертных газов по характеру взаимодействия с решеткой подобны атомам  $\text{Ar}$ ; неон ближе к гелию. Кроме того, тяжелые ионы более эффективны в отношении создания радиационных повреждений и связанных с последними напряжений в решетке металлов. По этой причине, на наш взгляд, отсутствие фазовых переходов при бомбардировке пленок  $\text{Ni}$  ионами  $\text{He}^+$  не исключало возможности их индуцирования при бомбардировке ионами тяжелых инертных газов.

В связи с этим нами были проведены исследования пленок  $\text{Ni}$ , облученных различными дозами ионов  $\text{Ne}^+$ ,  $\text{Ar}^+$ ,  $\text{Kr}^+$ ,  $\text{Xe}^+$ . Энергии ионов  $\text{Ne}^+$  и  $\text{Ar}^+$  выбирались таким образом, чтобы максимум профиля внедрения находился ближе к средине толщины пленки, и составили 60 кэВ и 100 кэВ соответственно. Выбор энергии ионов  $\text{Kr}^+$  – 50 кэВ и  $\text{Xe}^+$  – 35 кэВ определялся возможностями их поворота в камере облучения магнитным масс-сепаратором. Облучение ионами  $\text{Ne}^+$ ,  $\text{Ar}^+$ ,  $\text{Kr}^+$ ,  $\text{Xe}^+$  велось различными

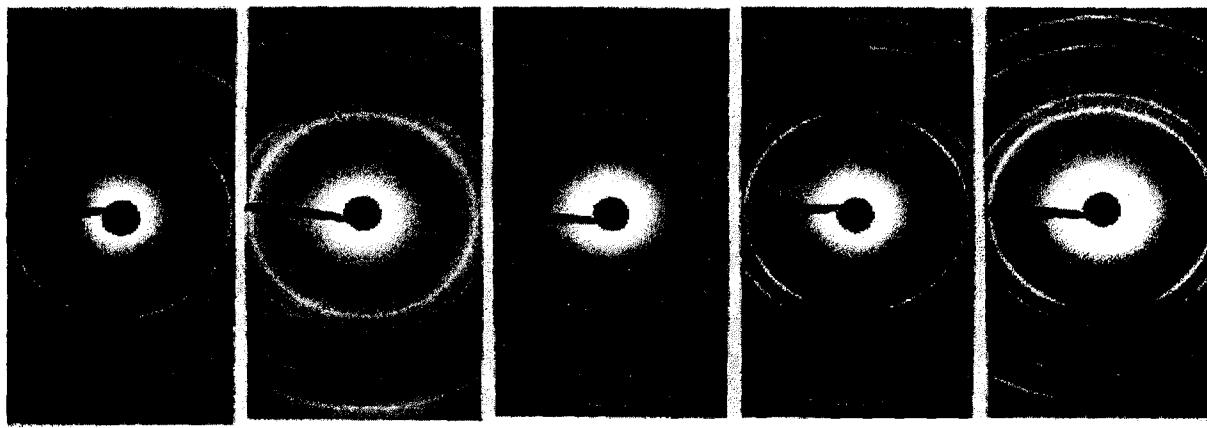


Рис. 6. Электронограммы пленок Ni, исходной (а) и облученных ионами инертных газов:  
б) 60 кэВ  $\text{Ne}^+$ , доза  $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ; в) 100 кэВ  $\text{Ar}^+$ , доза  $1,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ; г) 50 кэВ  $\text{Kr}^+$ , доза  $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ;  
д) 35 кэВ  $\text{Xe}^+$ , доза  $6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ .

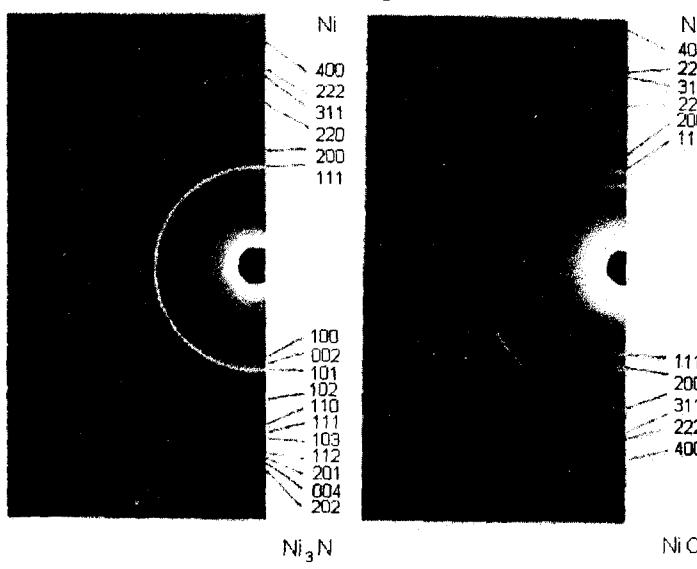
дозами, начиная с  $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  и до дозы полного разрушения пленки ионным пучком. Во всех случаях был получен одинаковый результат: полное отсутствие каких-либо признаков фазового перехода. Это обстоятельство иллюстрируется электронограммами пленок Ni, облученных ионами  $\text{Ne}^+$ ,  $\text{Ar}^+$ ,  $\text{Kr}^+$ ,  $\text{Xe}^+$ , приведенными на рис. 6. Из рисунка видно, что облучение приводит только к некоторому размытию линий (кольц) электронограмм, но не приводит к возникновению новых линий. Такой результат, в частности, противоречит выводам авторов [12] о возможности замещения атомов решетки Ni атомами Ar.

**3.2. Облучение поликристаллических пленок Ni химически активными ионами  $\text{N}^+$  и  $\text{O}^+$ .** Так же, как и в случае монокристаллических пленок, облучение ионами химически активных газов поликристаллических

пленок Ni приводило к возникновению новых фаз в этих пленках. При этом структура возникающей новой фазы в каждом случае определяется химической природой бомбардирующих ионов. На рис. 7 показаны электронограммы пленок никеля, облученных  $\text{N}^+$  с энергией 20 кэВ и  $\text{O}^+$  с энергией 20 кэВ.

Как видно из рис. 7, в результате облучения в пленках никеля наряду с рефлексами ГЦК-никеля наблюдаются и рефлексы новой фазы.

Электронограммы пленок Ni при облучении ионами  $\text{N}^+$  претерпевают совершенно другие изменения, нежели при облучении ионами  $\text{O}^+$ . В случае облучения ионами  $\text{N}^+$  в электронограмме (рис. 7а) наряду с линиями исходной ГЦК-решетки Ni появляется система колец гексагональной фазы. Расшифровка этой системы колец, результаты кото-



6

Рис. 7. Электронограммы пленок Ni, облученных ионами  $\text{N}^+$  и  $\text{O}^+$  с энергией 20 кэВ:  $\text{N}^+$ , доза  $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  (а);  $\text{O}^+$ , доза  $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  (б).

рой приведены в табл. 1, указывает на возникновение ГПУ-фазы с параметрами  $a = 0,26$  нм и  $c = 0,43$  нм, хорошо согласующимися с параметрами ГПУ-решетки химического соединения  $\text{NiN}_{0,33}$  [13, 14].

Таблица 1

**Межплоскостные расстояния никеля, облученного ионами  $\text{N}_i$ ,  
 $E = 20$  кэВ, доза  $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^2$**

Данные измерения $d$ , нм	Расчетные длины			
	Ni		$\text{NiN}_{0,33}$ [13, 14]	
	hkl	$d$ , нм	hkl	$d$ , нм
0,2304	—	—	100	0,2304
0,215	—	—	002	0,2152
0,203	111	0,2035	101	0,2031
0,180	002	0,1762	—	—
0,157	—	—	102	0,1573
0,133	—	—	110	0,1330
0,127	—	—	111	0,1271
0,122	022	0,1246	103	0,1218
0,1135	—	—	112	0,1131
0,111	—	—	201	0,1113
0,1075	113	0,1063	004	0,1076
0,1015	222	—	202	0,1015
0,0896	004	0,1017	—	—
$a_0 = 0,35$ нм; $a = 0,2656$ нм, $c = 0,4301$ нм	$a = 0,352$ нм		$a = 0,4607\sqrt{3} =$ $= 0,266$ нм; $c = 0,4304$ нм	

В случае облучения образцов пленок (001) Ni ионами  $\text{O}^+$  с энергией 20 кэВ до дозы  $3 \cdot 10^{17}$  ион/ $\text{cm}^2$  при комнатной температуре на электронограмме от пленки никеля, облученной ионами кислорода, наблюдаются две системы рефлексов от связанных ориентационно кубических кристаллов с несколько различными периодами:

$$\begin{aligned} a &= 0,3524(1) \text{ нм (для Ni),} \\ a &= 0,414(1) \text{ нм (для } \text{NiO}_x \text{).} \end{aligned}$$

При увеличении дозы облучения ионами кислорода до  $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^2$  кристаллическая структура пленки никеля переходит в структуру оксида никеля, соответствующую структуре фазы типа  $\text{NaCl}$ . В табл.2. приведены межплоскостные расстояния пленки никеля, облученной ионами кислорода с энергией 20 кэВ до дозы  $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^2$ .

При облучении ионами  $\text{O}^+$  поликристаллической пленки Ni до доз  $3 \cdot 10^{17}$  ион/ $\text{cm}^2$  на

фоне исходной системы колец матрицы Ni на электронограмме (рис. 7б) возникает дополнительная система колец, соответствующая решетке с параметром  $a = 0,414$  нм (см. табл. 2).

Таблица 2

**Межплоскостные расстояния никеля, облученного ионами  $\text{O}^+$ ,  
 $E = 20$  кэВ, доза  $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^2$**

Данные измерения $d$ , нм	Расчетные данные			
	Ni		$\text{NiO}$ [13, 14]	
	hkl	$d$ , нм	hkl	$d$ , нм
0,239	—	—	111	0,245
0,207	—	—	002	0,210
0,203	111	0,2035	—	—
0,180	002	0,1762	0,1762	—
0,146	—	—	—	0,148
0,127	—	—	022	0,127
0,125	022	0,1246	113	—
0,120	—	—	—	0,121
0,1075	113	0,1063	222	—
0,1015	222	0,1017	0,1017	—
$a_1 = 0,35$ нм; $a_2 = 0,414$ нм;	$a = 0,352$ нм	$a = 0,4607\sqrt{3} =$ $= 0,266$ нм; $c = 0,4304$ нм	$a = 0,419$ нм;	

Появление этой фазы хорошо согласуется с возникновением окисла  $\text{NiO}_x$  [13, 14], имеющего кубическую решетку типа  $\text{NaCl}$ .

**Выводы.** Результаты исследований, выполненных в данной работе на поликристаллических пленках никеля, впервые показали, что облучение ионами различной природы приводит к совершенно различным результатам в отношении структурно-фазовых изменений в облученной пленке. А именно, бомбардировка ионами гелия не вызывает изменений кристаллографической структуры пленок Ni, в то же время облучение ионами химически активных элементов приводит к изменению кристаллографической структуры пленок, т.е. к возникновению новых фаз. Однако и в этом случае возникающие фазы имеют структуру, зависящую от химической природы бомбардирующих ионов.

Полученный результат опровергает традиционную концепцию о независимости кристаллографических изменений, вызванных ионной бомбардировкой, от природы бомбардирующих ионов. Основным аргу-

ментом, на котором базировалась концепция относительно природы структурных изменений, вызванных ионной бомбардировкой, являлся экспериментально установленный факт независимости вновь образующейся фазы от природы бомбардирующих ионов. Однако, как показывает весь дальнейший опыт, результаты экспериментов, на которых базировалась эта концепция, были обусловлены не природой бомбардирующих ионов, а чистотой материала мишени, степенью сепарированности ионного пучка, составом и давлением остаточной атмосферы в мишенной камере и т.п. Реально все названные причины, естественно, оказывались практически одинаковыми в различных экспериментах, что и приводило к стандартным условиям образования новых фаз.

Таким образом, результаты, полученные нами на чистых Ni-пленках и хорошо сепарированных ионных пучках, отличаются от имеющихся в литературе данных, полученных в обычных условиях, и ломают сложившиеся представления о природе ионно-индукционных фазовых превращений.

Все измерения, проведенные на пленках никеля, были повторены также и на тонких пленках железа и хрома, что позволяет сделать следующие обобщения:

1. Бомбардировка высоко чистых пленок переходных металлов при комнатной температуре хорошо сепарированными ионами инертных газов в условиях высокого вакуума в широком диапазоне энергий ионов ( $20 \div 1000$  кэВ) и доз (вплоть до приводящих к распылению или механическому разрушению пленок) не вызывает изменения кристаллографической структуры пленок.

2. Облучение пленок переходных металлов (Ni, Fe, Cr) ионами инертных газов ( $\text{He}^+$ ,  $\text{Ne}^+$ ,  $\text{Ar}^+$ ,  $\text{Kr}^+$ ,  $\text{Xe}^+$ ) при температурах, близких к комнатной, приводит к уменьшению размеров зерна (кристаллитов) в случае поликристаллических пленок и к дроблению на блоки монокристаллических пленок. Причем степень разориентации блоков при дозе  $1 \cdot 10^{18}$  ион/ $\text{cm}^2$  достигает  $\pm 3,5^\circ$ . Степень дробления исходных элементов структуры в результате облучения слабо зависит от энергии бомбардирующих ионов в пределах

20...100 кэВ, но существенно зависит от дозы облучения и массы иона.

3. Бомбардировка пленок переходных металлов ионами химически активных элементов ( $\text{N}^+$ ,  $\text{O}^+$ ) при дозах облучения  $(2 \div 3) \cdot 10^{17}$  ион/ $\text{cm}^2$  во всех исследованных случаях приводит к изменению кристаллографической структуры пленки и появлению новых фаз в исходной решетке металла. Данные, полученные нами при бомбардировке пленок хрома, железа и никеля ионами  $\text{N}^+$  и  $\text{O}^+$ , приводят к выводу, что наблюдаемые изменения кристаллической решетки обусловлены образованием химических соединений металла с ионами, имплантируемыми в металл. Таким образом, наблюдаемые изменения кристаллической структуры имеют чисто химическую природу.

#### Библиографический список

- Гусев В. А., Мартынов И. С., Серюгин А. Л. Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – Харьков, 1976. – Вып. 1 (3), 29.
- Hasegawa Y., Fujimoto Y., Okuyama F. Surf. Sci. 1985, vol. 163. P. L781-L787.
- Joyce C. Liu and Mayer J. M. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. 1987, Vol. B 19/20, P. 538-542.
- Быков В. Н., Здоровцева Г. Г., Троян В. А., Хаймович В. С. Фазовые переходы в тонких пленках железа и никеля при бомбардировке ионами гелия // Кристаллография.– 1971. – Т. 16. – Вып. 4. – С. 810-812.
- Гольцов В. П., Даргай А. М., Комаров Ф. Ф. и др. Фазовые превращения в тонких пленках никеля и хрома при облучении ионами аргона // Изв. АН БССР, сер.: физ.-энерг. наук. – 1982. – № 2. – С. 25-28.
- Буренков А. Ф., Комаров Ф. Ф., Кумахов М. А., Темкин М. М. Таблицы параметров пространственного распределения ионно-имплантированных примесей. – Минск: Изд-во БГУ, 1980.
- Павлов П. В., Тетельбаум Д. И., Курильчик Е. В. и др. // Труды XII Всесоюзной конф. по физике взаимодействия атомных частиц с кристаллами. – М.: Изд-во МГУ, 1982. – С. 114.
- Павлов П. В., Тетельбаум Д. И., Курильчик Е. В. и др. О природе структурных превращений в пленках переходных металлов при ионной бомбардировке // ФХОМ. – 1987. – № 4. – С. 16-19.
- Ванштейн Б. К. Структурная электронография. – М.: Изд-во АН СССР, 1956.
- Голанд А. Современное изучение точечных дефектов в металлах // Точечные дефекты в твердых телах. – М., 1979. – С. 351-366.
- Бериша Р. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. – Вып. 2. – М.: Мир, 1986.
- Maziasz P. J. Nucl. Mater. 1993, vol. 205, 118.

13. Миркин Л. И. Справочник по рентгено-структурному анализу поликристаллов. – М.: Гос. изд-во физ.-мат. лит., 1961.
14. ASTM card No 3-0925, No. 35-803, No 19-629.

---

Данная работа частично поддержана грантами РФФИ №00-02-17523 и №00-02-17734.

УДК 539

## ТЕРМОДЕСОРБЦИЯ ИОННО-ИМПЛАНТИРОВАННОГО ДЕЙТЕРИЯ ИЗ КОРПУСНОЙ СТАЛИ 15Х2НМФА

*А.Н. Морозов, И.М. Неклюдов, Б.В. Борц*

г. Харьков, ИФТТМТ ННЦ «Харьковский физико-технический институт»

*Проведено изучение термодесорбции ионно-имплантированного дейтерия из корпусной стали реакторов типа ВВЭР-1000 (15Х2НМФА). В результате этих исследований получены данные о предельных концентрациях дейтерия в этой стали, достижимых при низких температурах его имплантации в материал. Проведены оценки влияния температуры облучения в диапазоне от 140 до 570К на эффективность удержания водорода в этой стали. Установлен верхний температурный предел удержания водорода в исследуемой стали. В спектрах термодесорбции зарегистрированы две области газовыделения ~140-700К и ~800-1300К. Хотя основная часть дейтерия (водорода) десорбируется в интервале температур 140-700К и при этом выделяется ~ 99,9% дейтерия, наличие высокотемпературных компонент, удерживаемых при температурах выше 750К, в принципе может оказаться серьезным препятствием в корректной оценке эффективности восстановительного отжига с целью продления ресурса работы материала корпуса реактора.*

**Введение.** Сейчас хорошо известно, что степень влияния водородного охрупчивания на материал тесно связана с концентрацией водорода (~1-5аррт) и усиливается с дальнейшим ростом его концентрации. Таким образом, диагностика содержания водорода в металлах служит одним из методов оценки степени изменения механических характеристик металла и прогнозирования его остаточного ресурса. С другой стороны, такая диагностика позволяет оценить эффективность отжига, который используется для восстановления первичных свойств материала.

Сталь 15Х2НМФА, служащая материалом корпуса реактора в процессе эксплуатации последнего, подвергается нейтронному облучению, приводящему к накапливанию в материале радиационных дефектов. В результате этого происходит непрерывное повышение хрупко-вязкого перехода материала. При повышении температуры хрупко-вязкого перехода на 100-150° возникает угроза для безопасной эксплуатации реактора. Срок эксплуатации реактора определяется

ресурсом работы корпуса, не подлежащего замене, поэтому потеря эксплуатационных характеристик материала корпуса означает выход из строя реактора в целом.

На характеристику хрупко-вязкого состояния материала корпуса помимо радиационных дефектов оказывает влияние водород, нарабатываемый в материале в результате (n,p) реакций. Причем присутствие водорода существенно усиливает неблагоприятный эффект, создаваемый радиационными дефектами. Поэтому данные о накоплении водорода в корпусной стали в процессе эксплуатации реактора и сведения о поведении водорода в этой стали имеют важное значение для прогнозирования срока жизни корпуса реактора.

Известно, что остаточный ресурс и, соответственно, срок жизни реактора может быть продлен с помощью отжига его корпуса при повышенных температурах. В результате отжига происходит частичное или полное устранение радиационных дефектов и накопленного водорода из объема материала. Параметры режимов восстановительного