

**АВТОИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ РАДИАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ
В МОНОКРИСТАЛЛАХ***А. Л. Суворов*

1. ВВЕДЕНИЕ

Успешное развитие атомной энергетики, а также возможность проверки и выяснения важных аспектов теории твердого тела стимулируют все больший интерес к проблеме радиационных нарушений в твердых телах. Большое практическое значение имеет исследование закономерностей возникновения радиационных дефектов, их распределения и характера влияния на механические и физические свойства материалов, используемых в конструкциях ядерных установок.

Основные методы, применяемые для исследования радиационных нарушений в твердых телах, могут дать лишь статистические данные, получаемые путем измерения макроскопических физических свойств, чувствительных к существованию дефектов. К числу таких методов относятся электроно- и нейтронография, рентгенография, методы измерения электросопротивления, внутреннего трения, теплоемкости, модуля упругости, измерение объемных изменений и т. д. Однако указанные косвенные методы исследования весьма ограничены. Получаемые с их помощью данные крайне редко (исключение составляют лишь новые приемы в рентгенографии) могут позволить сделать заключение о связи физических свойств с определенной атомной конфигурацией.

Наиболее перспективным является прямое наблюдение возникающих при облучении дефектов, установление их кристаллографического распределения и атомной конфигурации. Разработанный в последние годы метод электронной микроскопии тонких фольг позволяет получать высокое разрешение, вплоть до 10 \AA . С его помощью стало возможным изучение многих дефектов, в том числе и наблюдение небольших комплексов точечных дефектов. Исследование двух наложенных друг на друга тонких фольг методом просвечивающей электронной микроскопии позволяет получить в определенных условиях картины муара, отражающие структуру искажений вокруг дефектов¹. Однако даже эти столь чувствительные методы не позволяют наблюдать отдельные точечные дефекты в кристаллах и конфигурации их небольших комплексов. И только предложенный Мюллером^{2, 3} ионный проектор (автоионный микроскоп) впервые дал в руки экспериментаторов метод, позволяющий непосредственно наблюдать кристаллическую решетку металлических образцов на атомарном уровне.

Обладая разрешением порядка $2-3 \text{ \AA}$, ионный проектор позволяет наблюдать отдельные точечные дефекты (вакансии, междоузельные атомы, атомы примесных элементов), линейные дефекты (дислокации) и объемные нарушения различных видов. Кроме того, использование ионного

проектора оказалось перспективным для изучения стимулированных полем химических реакций, процессов поверхностной миграции атомов, автоионизации и полевого испарения и т. д. С помощью ионного проектора исследуются структуры границ зерен, атомные конфигурации объемных дефектов и т. д.

Атомное разрешение ионного проектора делает исследование точечных дефектов и выяснение их кристаллографического распределения, а также изучение атомных конфигураций нарушений, охватывающих большие многоатомные области, наиболее обещающей областью применения. Изучению радиационных нарушений среди таких исследований в настоящее время уделяется наибольшее внимание.

Целью данной статьи является изложение существующих методов автоионномикроскопического изучения радиационных нарушений и обзор основных работ в этой области, опубликованных до мая 1969 г. Методика автоионной микроскопии и теория формирования автоионного изображения металлических образцов достаточно полно изложены в монографическом обзоре Мюллера³ и здесь не будут затронуты.

2. ДЕФЕКТЫ КРИСТАЛЛОВ И ИХ НАБЛЮДЕНИЕ С ПОМОЩЬЮ ИОННОГО ПРОЕКТОРА

2.1. Точечные дефекты и их комплексы

Пара вакансия — смещенный атом (а также атом примесного элемента)^{4, 5} — наиболее простые дефекты кристаллической решетки. Облучение

металлов различными энергичными частицами в первую очередь приводит к образованию в кристаллической решетке именно этих дефектов и в ряде случаев их комплексов.

Непосредственно наблюдать точечные дефекты впервые позволил ионный проектор Мюллера³. В качестве образцов в ионном проекторе используются металлические иглообразные острия с чрезвычайно малыми радиусами кривизны (100—1000 Å), которые помещаются на расстоянии нескольких сантиметров от флуоресцирующего экрана в откачиваемой колбе (рис. 1). После тщательной вакуумной откачки в систему проектора напускается какой-либо газ (обычно гелий или неон до давления порядка 10^{-3} — 10^{-4} тор), служащий для отображения атомных деталей полусферической поверхности образца. Образец во время работы охлаждается обычно до температуры жидких азота (78° К), водорода (21° К) или гелия (4,2° К). На образец подается высокий положительный потенциал (до 30 кВ),

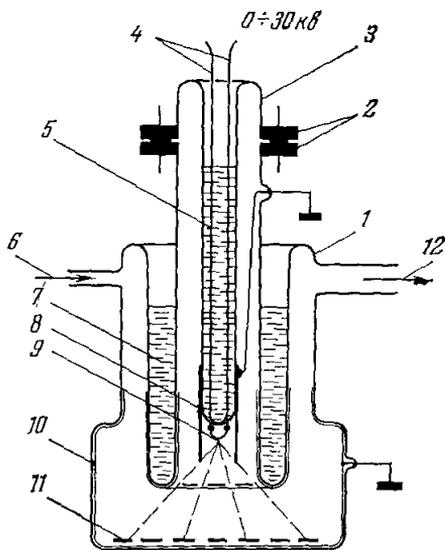


Рис. 1. Схема трубки разборного ионного проектора.

1 — колба, 2 — фланцевое соединение, 3 — охлаждаемая ножка, 4 — металлические вводы, 5, 7 — охлаждающая жидкость, 6 — напуск изображающего газа, 8 — металлический экран, 9 — образец, 10 — прозрачное проводящее покрытие, 11 — флуоресцирующий экран, 12 — к системе вакуумной откачки.

флуоресцирующий экран заземляется. Под действием сильного электрического поля электронный газ несколько оттесняется в глубь металла, и атомы на поверхности образца частично «обнажаются»⁵. Когда какой-либо

атом изображающего газа приближается к иону на поверхности образца, он может ионизоваться в сильном электрическом поле и туннельно освобождающийся электрон отдается металлу (явление автоионизации, открытое Оппенгеймером⁶). Образованный ион разгоняется высоким потенциалом в радиальном направлении и в месте своего падения на экран дает яркое пятно. Таким образом, на экране возникает ряд светлых пятен, каждое из которых создается ионами изображающего газа, образующимися в одном и том же центре ионизации на поверхности острия. Такими центрами ионизации являются атомы, наиболее выступающие над поверхностью, особенно те, которые лежат на кристаллических гранях с большими индексами и на ступеньках, образованных краями плоскостей кристалла.

При достаточно высоком напряжении происходит испарение поверхностных атомов образца под действием электрического поля^{7, 8}. Этот процесс особенно интенсивен на краях ступенек, образованных плоскостями кристалла, так как в этих местах локальное поле выше среднего. Путем испарения щепочек атомов, расположенных вдоль ступенек решетки, где локальное поле максимально, можно контролируемым образом удалять атомные слои. Использование процесса испарения поверхностных атомных слоев образца

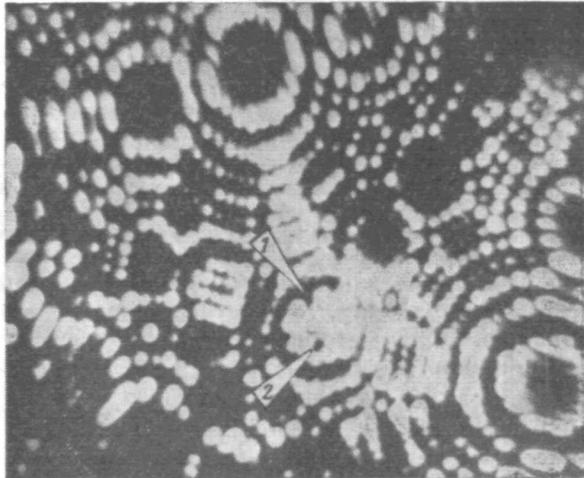


Рис. 2. Единичная вакансия (стрелка 2) и отсутствие атома в месте поворота на краю плоскости (стрелка 1) на гелиевом ионном изображении платины⁹.

электрическим полем позволяет производить исследование распределения дефектов по объему острия, а для дефектов, охватывающих большие многоатомные области, устанавливать их атомные конфигурации.

В настоящее время идентификация на ионных изображениях игольчатых металлических образцов единичных вакансий⁹ и их небольших комплексов представляется вполне решенной и однозначной задачей, хотя в этой области имеются некоторые трудности, которые связаны в основном с тем, что автоионная микроскопия изучает дефекты на поверхности кристалла, где они находятся в особом положении¹⁰.

Как известно, большая часть видимых на ионных изображениях атомов образует края плотноупакованных плоских сеток; другая же часть атомов составляет полностью застроенные разрешимые грани. Отсутствие атома на крае плоской сетки (например, указано стрелкой 1 на рис. 2) может быть обусловлено двумя факторами: либо в этом месте действительно имеется вакантный узел решетки, либо это есть просто место поворота. В таком случае узнать с определенностью, с чем мы имеем дело, не представляется возможным. Поэтому для исключения ошибок подсчет вакансий следует вести только на полностью застроенных гранях*). Наилуч-

*) Следует, однако, иметь в виду, что отсутствие светлого пятна на ионном изображении может быть иногда связано с «невидимостью» некоторых примесных атомов¹¹.

шими гранями для поисков вакансий являются наиболее выступающие грани с низкой работой выхода. И хотя грани с более высокими индексами разрешаются на ионных изображениях лучше, поиски на них вакансий более затруднительны из-за того, что такие грани содержат значительно меньше атомов.

Единичная вакансия выглядит на ионном изображении как темное пятно внутри полностью застроенной грани (указана стрелкой 2 на рис. 2), указывающее на отсутствие в данной плоскости решетки одного атома.

При наблюдении в ионном проекторе отожженных и закаленных образцов на их изображениях наблюдались чаще всего единичные вакансии и в редких случаях — дивакансии. Облучение образцов тяжелыми заряженными и нейтральными частицами вызывало в ряде случаев образование в кристаллической решетке тривакансий¹² и небольших групп вакансий (вакансионных кластеров), имеющих линейные размеры порядка 10—15 Å (см., например,¹³).

Определение концентрации единичных вакансий наиболее удобно проводить, последовательно испаряя полем один за другим и фотографируя многие поверхностные атомные слои и подсчитывая вакансии на какой-либо одной грани, т. е. анализируя некоторый произвольно выбранный призматический объем в решетке острия, содержащий известное число атомов. Если идентификация и подсчет по ионным изображениям образцов единичных вакансий и их небольших комплексов не представляет особых затруднений, то идентификация междоузельных атомов и особенно выявление причин их возникновения представляет до сих пор значительную трудность и по-разному представляется различными авторами¹³⁻¹⁸.

Напомним, что изображение в ионном проекторе создается за счет ионизации атомов и молекул изображающего газа над выступающими поверхностными атомами полусферического образца — острия, находящегося под высоким положительным потенциалом, и последующем радиальном ускорении образующихся ионов по направлению к флуоресцирующему экрану. Если какой-нибудь атом или группа атомов выступают на поверхности острия в большей степени, чем другие поверхностные атомы, то над ним (или над ними) за счет локального увеличения кривизны поверхности происходит локальное увеличение напряженности электрического поля. В результате в этом месте повышается вероятность ионизации атомов или молекул изображающего газа, а это приводит к тому, что в изображении указанного атома (или группы атомов) участвует относительно большее число ионов. Яркость же изображения каждого отдельного атома I_n возрастает при увеличении ионного тока i с него и энергии изображающих ионов $E_{и.и.}$, т. е. с увеличением положительного потенциала на острие: $I_n = k'iE_{и.и.}^2$, где k' — константа, определяемая типом люминофора и качеством его нанесения на стеклянный экран.

Если атом находится в узле решетки и при этом выступает над поверхностью острия, то он при испарении электрическим полем поверхностных атомных слоев будет испарен с большей вероятностью и, таким образом, на ионном изображении испаренного полем образца не будет наблюдаться. С другой стороны, атом, находящийся в междоузельном положении, оказывается более прочно связанным с поверхностью острия за счет поляризации, и на ионном изображении испаренной полем поверхности он наблюдается как пятно повышенной яркости. Кроме того, яркие пятна на ионных изображениях металлических образцов могут соответствовать атомам примеси, которые в случае образования твердого раствора внедрения также находятся в междоузельных положениях¹⁹⁻²¹.

При идентификации ярких пятен на ионных изображениях облученных образцов необходимо учитывать три фактора. Во-первых, — concentra-

цию примесных атомов в матрице; во-вторых, процессы испарения полем поверхностных атомных слоев (и вообще действие сильного электрического поля у поверхности острия) и, в-третьих, действие непосредственно облучения.

К сожалению, в обычном ионном проекторе не представляется возможным отличить атом примесного элемента от междоузельного атома, и только сравнение ионных изображений облученных и необлученных образцов позволяет ввести поправку в оценки эффекта облучения. Для того чтобы точно определить, соответствует ли то или иное яркое пятно на ионном изображении примесному атому, необходимо создание сложного специального проектора, сочлененного с чувствительным масс-спектрометром, типа созданного Мюллером и др.²² проектора с атомным зондом.

Теперь рассмотрим второй фактор. При испарении полем атомов, расположенных в угловых местах краев плоских сеток (в случае о. ц. к. решеток атомы в таких местах имеют по четыре ближайших соседа) перемещение этих атомов на короткое расстояние приводит к тому, что они попадают в положение с координационным числом три (три ближайших соседа)²³. По-видимому²⁴, более глубокое проникновение поля в область этих метастабильных атомов приводит к возрастанию вероятности ионизации атомов и молекул изображающего газа, т. е. возрастает яркость соответствующих точек на ионных изображениях.

Именно этим можно объяснить появление цепочек ярких пятен на ионных изображениях некоторых металлов, например цепочки вдоль зон [001] на ионных изображениях подвергнутых испарению полем вольфрамовых образцов — указаны стрелкой 1 на рис. 3. В кристаллической решетке вольфрама метастабильные положения атомов могут встретиться в крайне малых количествах и в других областях (например, указаны стрелками 2 на рис. 3).

Необходимо отметить, что размеры пятен повышенной яркости на ионных изображениях образцов колеблются от размеров изображений атомов, не связанных с усилением интенсивности, до размеров в 2—3 раза большего диаметра. Мюллер³ предложил интерпретировать эти пятна следующим образом (рис. 4). Яркие пятна больших размеров соответствуют «горбам», вызванным присутствием междоузельного атома под первым поверхностным атомным слоем (*B* на рис. 4). Создаваемая атомом *B* выпуклость поверхностного слоя усиливает локальную напряженность

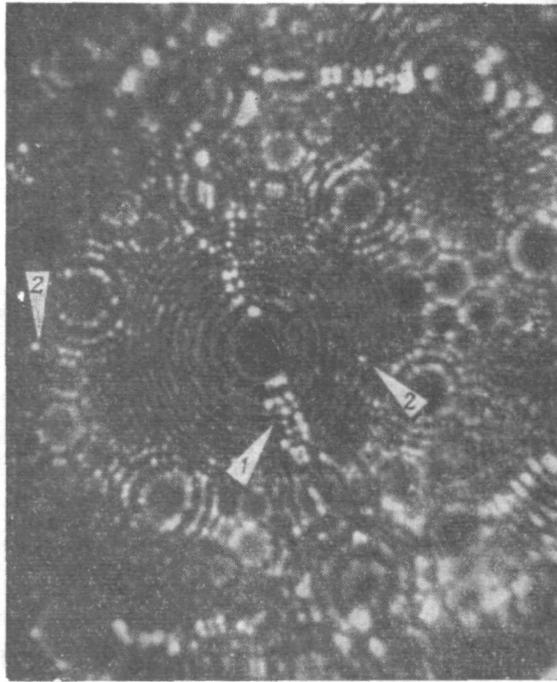


Рис. 3. Гелиевое ионное изображение острия из вольфрама ($T = 78^\circ \text{K}$)²⁰.

Стрелками указаны атомы, смещенные усилиями электрического поля в метастабильные положения.

поля в более широкой области, чем отдельный атом *A*, увеличивая таким образом приток атомов изображающего газа. Атомы, образующие выпуклость, связаны более сильно, чем отдельный атом *A*, расположенный на поверхности.



Рис. 4. Схематическое изображение одиночного атома (*A*) на поверхности плотноупакованной грани и междоузельного атома (*B*) под первым поверхностным атомным слоем³.

отсутствует, удаление смещенных атомов происходит при температуре порядка 100°C . Если же у поверхности образца действует электрическое поле напряженностью порядка нескольких сотен Mв/см , то за счет вызы-

ваемых полем механических напряжений междоузельные атомы, расположенные на глубине до нескольких атомных слоев, обладают существенной подвижностью при температуре вплоть до 21°K ^{14, 15, 18}. При этой температуре наблюдалось (рис. 5) внезапное появление ярких пятен на ионных изображениях подвергнутых бомбардировке нейтральными атомами гелия с энергией 20 кэв образцов из вольфрама¹⁴ во время увеличения электрического поля до значения, соответствующего условиям наилучшего изображения. Эти яркие пятна соответствовали смещенным атомам, лежащим под поверхностью острия на глубине в несколько атомных слоев и вытасканным на поверхность полевым усилием. Их плотность на изображениях увеличивалась только в первые секунды, а потом оставалась без изменения.

Когда температура острия поднималась до 50°K , на поверхности оставалось лишь³ несколько междоузельных атомов, в то время как основная их часть пропадала. При дальнейшем повышении температуры примерно до 95°K число ярких пятен на изображении вновь увеличивалось, а еще больший подъем температуры уже не приводил к изменению картины. Интенсивный приток смещенных атомов к поверхности в облученной ней-

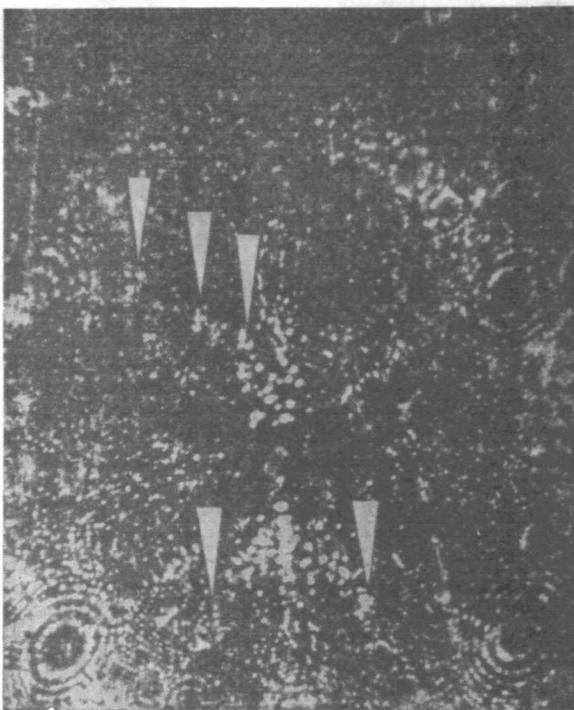


Рис. 5. Гелиевое ионное изображение вольфрамового острия после его бомбардировки 10 атомами ртути с энергией 20 кэв .

Наблюдается по крайней мере 5 клиньев смещения и ряд единичных смещенных атомов¹⁴.

тронами платине наблюдался и при температуре жидкого азота (78°K)¹⁶. Кроме того, при 78°K отдельные яркие пятна небольших размеров наблюдались на ионных изображениях, подвергнутых бомбардировке нейтральными атомами аргона острий из вольфрама¹³.

Таким образом, можно заключить, что для установления концентрации и кристаллографического распределения единичных смещенных атомов, возникающих при облучении в металлических образцах, необходимо охлаждать их (образцы) при исследовании в ионном проекторе до температуры ниже $\sim 20^\circ\text{K}$. Кроме того, при расчетах числа единичных смещенных атомов, образуемых в материале образца одной бомбардирующей частицей, необходимо учитывать неравномерность образования смещенных атомов по мере ее замедления, о чем будет сказано ниже.

Как показывают расчеты⁵ и экспериментальные данные¹⁸, подвижность простых комплексов точечных дефектов меньше, чем одиночных дефектов. Подвижность же более устойчивых конфигураций (содержащих более двух-трех точечных дефектов) ограничена, по-видимому, одним определенным направлением (подобно кроудиону — см. ниже) или отсутствует вообще.

Во всяком случае, можно сказать, что подвижность комплексов, содержащих 5—10 смещенных атомов в поверхностных слоях кристаллических решеток металлов в условиях сильного электрического поля, полностью отсутствует уже при 78°K . Это позволяет наблюдать в ионном проекторе такие комплексы именно в тех местах, где они первоначально (во время облучения) возникли, т. е. позволяет помимо определения концентрации устанавливать их кристаллографическое распределение.

2.2. Л и н е й н ы е д е ф е к т ы

Наиболее важным типом дефектов в кристаллической решетке являются дислокации. Их поведение²⁵⁻²⁷ во многом определяет механические свойства кристаллических тел. Они играют значительную роль при деформации, кристаллизации, фазовых превращениях в твердом состоянии и ряде других явлений. В изотропной сплошной среде дислокация полностью описывается ее вектором Бюргерса \mathbf{b} и направлением ее оси \mathbf{n} .

В реальном кристалле, как правило, независимо от тщательности его изготовления и осторожности обращения с ним, присутствует порядка 10^6 дислокаций/см².

Принято считать, что в недеформированном кристалле дислокации образуют сетки, поскольку линейное натяжение стремится насколько возможно сократить их общую длину. Кроме того, сетка, у которой в узлах встречаются три или более дислокаций, не только стабильна, исходя из соображений упругости, но во многих кристаллических структурах топологически допустима⁴.

На ионных изображениях почти полусферических поверхностей игольчатых образцов дислокации идентифицируются по появлению характерных эффектов контраста, формируемых в процессе испарения полем вблизи выхода дислокации на поверхность. Интерпретация контраста полных дислокаций основана на идеях Пэшли²⁸ и Ранганачана²⁹. Методы интерпретации контраста, вызванного наличием частичных дислокаций, подробно анализируются в работах³⁰⁻³⁵.

Определение вектора Бюргерса дислокации проводится путем анализа геликоидальных фигур, возникающих на поверхности образца в процессе его полевого испарения^{29, 36}. С помощью полевого испарения поверхностных атомов образца удается также легко определять направление \mathbf{n} дислокационной линии.

Полная дислокация преобразовывает начальный набор параллельных плоскостей (отображаемых на ионном изображении как серия концентрических колец) в геликоидальный скат (спираль на ионном изображении).

В о. ц. к. и г. ц. к. решетках полные дислокации, пересекающие полюс острия (hkl), всегда образуют спираль (за исключением случая, когда $nb = 0$), высота которой равна суммарному числу межплоскостных расстояний (hkl). Если p ($p = hu + kv + lw$) равно единице, ожидается появление простой спирали с высотой, равной межплоскостному расстоянию. Когда $p \neq 1$, высота спирали равна числу межплоскостных расстояний и полевое испарение приводит к развитию p смежных спиралей.

Другой тип дефектов, который условно можно также отнести к линейным, — так называемые фокусоны и кроудионы^{37, 38} — были обнаружены в облученных кристаллических образцах после того, как при создании теории радиационных нарушений стало обращаться серьезное внимание на кристаллическую структуру.

Как известно, кроудионные столкновения осуществляют транспортировку сгущения атомов, а фокусирующие столкновения позволяют транспортировать вдоль плотноупакованной цепочки атомов энергию удара, полученную одним из атомов этой цепочки.

Использование ионного проектора позволяет также косвенно наблюдать фокусировку атомных столкновений в кристаллах. Так, например, Синха и Мюллер¹⁴, бомбардируя вольфрамовые острия непосредственно в проекторе во время наблюдения их ионных изображений, обнаружили внезапное образование на поверхности образца единичных вакансий. Эти вакансии интерпретировались как результат испарения полем одного поверхностного атома в тот момент, когда пакет сфокусированной энергии достигает поверхности. Другими словами, при напряжении, соответствующем условиям наилучшего изображения, если сфокусированный пакет энергии доходит до поверхности, поверхностный атом испарится в виде иона (ему как бы облегчают испарение) и образуется поверхностная вакансия.

2.3. Поверхностные и объемные дефекты

По принятой классификации дефектов их разделение обычно проводят по числу измерений, в которых неупруго искаженная область имеет макроскопические размеры, в то время как в остальных измерениях ее размеры микроскопические (т. е. порядка нескольких межатомных расстояний). Тогда точечные дефекты — единичные вакансии, атомы в междоузлиях и атомы примесных элементов — нульмерны, линейные — дислокации и цепочки точечных дефектов — одномерны, поверхностные — границы кристаллических зерен, дефекты упаковки, границы двойников и т. д. — двумерны, а различные вакансионные кластеры, клинья, смещения и т. д. относятся к дефектам трехмерным и носят название объемных.

О небольших пустотах, включающих в себя несколько единичных вакансий, уже было сказано.

Форгес и Ральф³⁵, исследуя с помощью ионного проектора дефекты, возникающие при нейтронном облучении в кристаллической решетке придия, обнаружили три типа вакансионных кластеров, которые они классифицировали следующим образом. Большие кластеры первого типа содержали около 200 единичных вакансий, плотно расположенных в почти сферическом объеме. Поперечное сечение такого кластера видно на рис. 6. Второй тип кластеров представляет собой области, разрушенные дислокационными петлями и дающие за счет этого повышенный контраст изображе-

ния. Один из таких кластеров показан на рис. 7, а, а наблюдаемый вид контраста схематически показан на рис. 7, б. Авторы³⁵ качественно объясняют его (вид контраста) напряжениями в поле дислокационной петли.

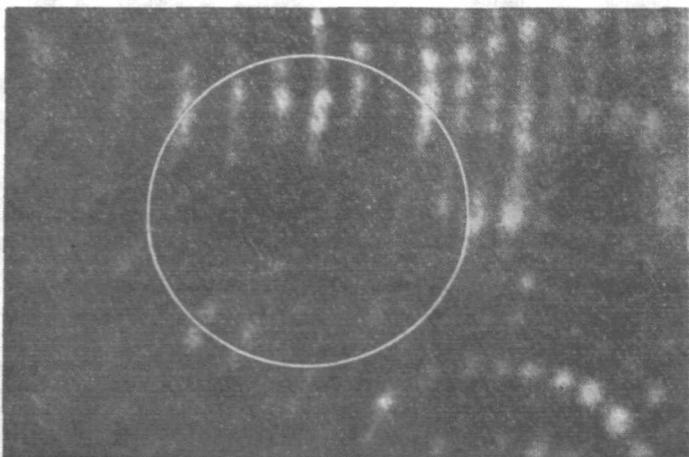


Рис. 6. Ионное изображение острия из облученного нейтронами иридия, содержащее сжатый вакансионный кластер из 200 единичных вакансий³⁵.

Искривление колец плоских сеток решетки максимально около точек *A* и *B*, где дислокация пересекает поверхность. К центру дислокационной петли это искривление уменьшается. Подобные петли были обнаружены

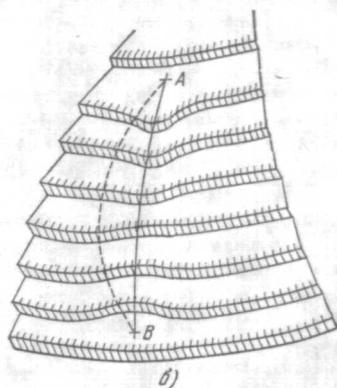
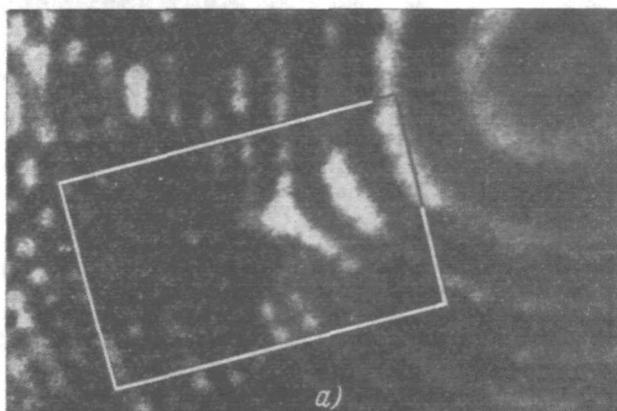


Рис. 7. а) Вид ионного изображения, обусловленный пересечением дислокационной петли диаметром приблизительно 30 Å с поверхностью иридиевого образца; б) схематическое изображение, иллюстрирующее искривление кристаллических плоскостей в результате присутствия дислокационной петли, пересекающей поверхность образца в точках *A* и *B*³⁵.

в иридии на плоскостях типа $\{111\}$, и предполагается, что они соответствуют «сидячим» дислокационным петлям Франка. Размеры петель наводят на мысль, что они возникают из разрушенных кластеров, содержащих около 250 единичных вакансий.

Пример первых двух типов кластеров в иридии приведен на рис. 8. Сечение кластера первого типа обведено прямоугольником *A*, а сечение

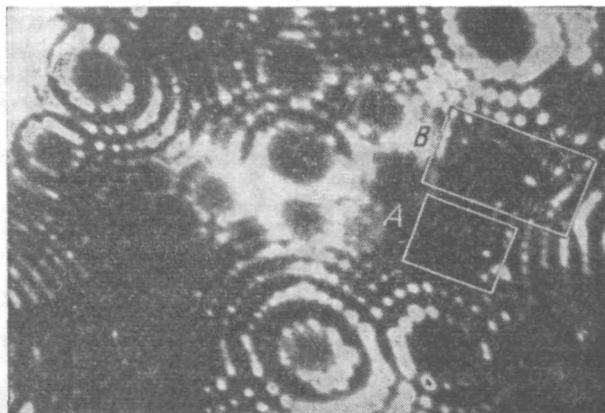


Рис. 8. Близко расположенные сжатый кластер (*A*) и дислокационная петля (*B*)³⁵.

дислокационной петли — *B*. Так как эти кластеры расположены на расстоянии 20 \AA друг от друга, представляется статистически маловероятным, что они происходят от

разных причин. По-видимому, более вероятно предположение, что первичное смещение было очень энергичным и образовалось значительное число вакантных мест, которые, будучи ответственны за самоотжиг в острие, изменяют форму двух отдельных кластеров.



Рис. 9. Гелиевое ионное изображение вольфрамового острия ($T = 78^\circ \text{ K}$). Нейтронное облучение привело к образованию большого дисперсионного кластера³⁹.

В третьей конфигурации вакансионных кластеров образующие его единичные вакансии рассеяны в небольшом объеме кристалла. В частном случае был обнаружен дисперсионный кластер, содержащий около 30–40% вакантных мест в цилиндрическом объеме длиной 20 \AA , расположенном вдоль оси $[100]$. Общее число вакантных мест в этом кластере составило около 100.

Кроме того, при исследовании с помощью ионного проектора нейтронного облучения вольфрама Кукавадзе и др.³⁹ обнаружили возникновение дисперсионных кластеров значительно больших размеров по сравнению с кластерами, наблюдавшимися Фортесом и Ральфом в облученном

приди³⁵. Линейные размеры обнаруженных кластеров достигали нескольких сотен ангстрем. Последовательное испарение острий полем позволяло выявить атомные конфигурации таких кластеров, причем было установлено, что они представляют из себя «рыхлые» области исследуемого материала, в которых отсутствует порядка 40% атомов решетки. Одно из ионных изображений, содержащее сечение большого дисперсионного кластера, приведено на рис. 9.

Ввиду того, что облучение поликристаллических образцов может приводить к появлению пограничной пористости материалов⁴⁰, представляет значительный интерес автоионномикроскопическое исследование структуры границ зерен. Так, с помощью ионного проектора Гарбером и др.⁴¹ наблюдались винтовые дислокации вблизи сопряжения идентичных плоскостей двух зерен, в области малоугольной границы. Автоионномикроскопическое исследование большеугольных границ зерен в вольфраме⁴² выявило ступенчатое строение границ, лежащих вдоль⁴ плотноупакованных плоскостей подрешетки, и позволило определить векторы Бюргера двойникующих дислокаций на границах.

Заметим также, что весьма существенным представляется и распространение методики ионного проектора на изучение расщепления дислокаций и дефектов упаковки в кристаллах^{43, 44}, так как степень расщепления дислокаций и энергия дефектов упаковки в значительной мере определяют кинетику протекания IV и V стадий отжига в материалах, подвергнутых облучению.

3. ПРОХОЖДЕНИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ ЧЕРЕЗ ВЕЩЕСТВО

Теоретическое рассмотрение процессов, имеющих место при прохождении различного рода излучений через вещество, а также сводка многочисленных данных экспериментальных исследований (отличными от автоионной микроскопии методами) этих процессов, не входит в задачу данной статьи, так как содержится в обширных обзорах и монографиях, например^{40, 45-52}.

4. ПОСТАНОВКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ВЫБОР НЕКОТОРЫХ ПАРАМЕТРОВ

4.1. Выбор материала для исследования

Пригодность того или иного чистого металла для исследования в ионном проекторе определяется в основном соотношением двух факторов.

Это, во-первых, значение напряженности электрического поля $F_{из}$, при котором происходит автоионизация атомов используемого изображающего газа над полусферической поверхностью образца. Оно зависит только от рода газа и может быть приблизительно оценено по формуле²³

$$F_{из} = 3,7 U_{и}^{3/2}, \quad (4,1)$$

где $F_{из}$ — в Me/cm , а потенциал ионизации $U_{и}$ — в эв.

Рассчитанные значения полей автоионизации для ряда газов, перспективных с точки зрения их использования в качестве изображающих в ионном проекторе, приведены в обзоре²³.

Вторым фактором является⁵ значение напряженности электрического поля у поверхности острия, при котором начинается испарение поверхностных атомов в виде ионов. Это поле характеризует лишь сам металл и достигается в том случае²³, когда энергия электрических сил, действующих на ион, плюс небольшая энергия термической активации начинают

превышать энергию связи, в которую следует включить также и поляризационный член. Теория испарения полем, использующая представления о силах изображения^{9, 53}, дает для напряженности испаряющего поля $D_{\text{исп}}$ выражение

$$D_{\text{исп}} = n^{-3} e^{-3} \left[\Lambda + \sum_n^n U_n - n\varphi + 1/2 (\alpha_0 - \alpha_i) D_{\text{исп}} - kT \ln (\tau/\tau_0) \right]^2, \quad (4,2)$$

где ne — единичный или кратный ему заряд иона ($n = 1$ или 2), Λ — энергия испарения атома металла, φ — работа выхода данной кристаллографической грани, α_0 — поляризуемость атома металла, находящегося в поверхностном узле решетки, α_i — поляризуемость свободного иона металла, τ — время, требуемое для испарения, и τ_0 — период колебания связанного атома поверхности.

В случае, если изображающий газ и металл выбраны такими, что

$$F_{\text{из}}^* \geq D_{\text{исп}},$$

наблюдение в ионном проекторе стабильного ионного изображения поверхности образца невозможно, так как испарение полем поверхностных атомных слоев острия начинается раньше (знак $>$) или одновременно с началом отображения этой поверхности. Для того чтобы исследование в ионном проекторе данного металла стало возможным, необходимо выполнение условия $F_{\text{из}} < D_{\text{исп}}$.

Как показал опыт (например,^{23 54}), использование различных газовых смесей для отображения поверхностей игольчатых образцов позволяет исследовать довольно широкий круг металлов и ряд их сплавов. Однако с точки зрения исследования точечных дефектов в облученных металлах удовлетворительные результаты пока могут дать лишь несколько тугоплавких металлов, среди которых, по-видимому, наиболее целесообразно выбирать: из металлов с о. ц. к. решеткой — вольфрам и тантал, из металлов с г. ц. к. решеткой — иридий и платину и из металлов с гексагональной плотной упаковкой — рений. Значения испаряющих полей для этих металлов существенно превышают поле, необходимое для автоионизации гелия (450 Мв/см), использование которого, как известно, позволяет достичь в ионном проекторе наилучшего разрешения.

4.2. Выбор рода облучения

Выбор рода частиц, которые предполагается использовать для облучения образцов при автоионномикроскопическом исследовании радиационных нарушений кристаллических решеток, в значительной степени определяется целью проводимого эксперимента.

Исследования с помощью ионного проектора радиационных эффектов нейтронного облучения представляют особый интерес для выяснения механизма изменения свойств конструкционных материалов в ядерных установках. В этом смысле чрезвычайно полезным представляется параллельное исследование различными методами воздействия нейтронов на материалы (автоионная микроскопия, рентгенография, методы измерения различных механических и физических свойств). Кроме того, большой интерес представляет изучение нарушений кристаллической решетки при прохождении сквозь нее осколков деления. Автоионномикроскопическое исследование дефектов электронной бомбардировки материалов и их облучения тяжелыми заряженными частицами, по-видимому, может дать полезную информацию при создании общей теории радиационных нарушений. Использование ионного проектора, вероятно, поможет также детально изучить процессы катодного распыления материалов⁵⁵.

4.3. Способ облучения образцов

Способ облучения изучаемого материала может вносить существенные различия в результаты автоионномикроскопических исследований радиационных нарушений. Все эксперименты по исследованию с помощью ионного проектора радиационных нарушений могут быть в этом смысле разделены на две основные группы:

4.3.1. К первой группе относятся эксперименты, в которых изучаемый материал подвергается облучению в виде проволочек, после чего из него (путем электрохимического травления) изготавливаются острия. В этом случае эталоном может служить острие, изготовленное из необлученной проволочки или же из проволочки, подвергнутой тщательному отжигу.

4.3.2. Ко второй группе экспериментов относятся те, в которых облучению подвергаются заранее изготовленные острия. При этом возможно несколько вариантов:

4.3.2а. Заранее изготовленные острия ставятся в проектор, и после испарения полем загрязненных адсорбированными газами нескольких десятков поверхностных атомных слоев производится фотографирование ионных изображений очищенных поверхностей. Затем острия вынимаются из проектора, крепятся на экспериментальной мишени и помещаются под пучок используемого источника облучения, после чего производится их повторное исследование в проекторе. При этом чрезвычайно существенным является требование, чтобы время переноса острия под пучок облучающих частиц и обратно в проектор было минимальным. Кроме того, повторное исследование облученных острий в ионном проекторе может быть предпринято всякий раз только после удаления полем загрязненных поверхностных атомных слоев. При исследовании облученных острий в проекторе последовательное испарение полем одного за другим многих поверхностных атомных слоев и фотографирование их ионных изображений позволяет устанавливать объемное распределение возникших при облучении дефектов. Сравнение же ионных изображений одного и того же острия, полученных до и после облучения, позволяет отделить дефекты облучения от дефектов, присутствовавших в материале образца до облучения.

4.3.2б. Заранее изготовленные острия облучаются непосредственно в проекторе, причем электрическое поле на время облучения снимается. Несколько ионных изображений очищенной полем поверхности фотографируется до и целый ряд после облучения. Пучок облучающих частиц может быть введен в проектор непосредственно от ускорителя или же от другого источника. Формирование пучка бомбардирующих частиц, их введение в проектор и измерение интенсивности пучка представляет в каждом конкретном случае самостоятельную техническую задачу.

4.3.2в. В этом случае заранее изготовленные острия облучаются непосредственно в проекторе во время наблюдения их ионных изображений. При этом имеется возможность, используя компараторную технику^{56, 57}, получать трехцветные ионные изображения поверхности острия, на которых точки одного цвета соответствуют поверхностным атомам, исчезнувшим после облучения, точки другого цвета — атомам, не наблюдавшимся на ионном изображении данной поверхности до облучения и возникшим на ней в результате облучения. И, наконец, точки третьего цвета (представляющего собой сложение первого и второго цветов) соответствуют поверхностным атомам, оставшимся без изменений в результате облучения.

Кроме того, последовательное испарение поверхностных атомных слоев острия полем после его облучения позволяет устанавливать объемное распределение дефектов и в случае нарушений значительных размеров — их атомную конфигурацию.

Каждый из указанных способов имеет свои преимущества и недостатки в том или ином конкретном случае. Например, исследование с помощью ионного проектора нейтронного облучения практически невозможно проводить по способам 4.3.2б и 4.3.2в. Это объясняется тем, что заметный эффект в кристаллических решетках при облучении их нейтронами достигается в том случае, если интегральный поток нейтронов превышает $10^{12}—10^{13}$ нейтронов/см², а получить такие потоки с помощью естественных источников (причем за сравнительно короткое время) не представляется возможным. Поэтому во всех нейтронных экспериментах облучение образцов приходится проводить в экспериментальных каналах ядерных реакторов.

В случае исследования нарушений, возникающих в кристаллических решетках металлов при их облучении тяжелыми заряженными частицами с энергиями в несколько Мэв, облучение проволок, из которых затем изготавливаются острия, и облучение заранее заготовленных острий (по способу 4.3.2а) дает поразительно различные результаты. Так, Суворов и Кукавадзе⁵⁸ показали, что если облучение заранее приготовленных острий⁵⁹ (способ 4.3.2а) дейтронами с энергией 12 Мэв (суммарный поток $1,9 \cdot 10^{11}$ дейтронов/см²) приводит к возникновению в кристаллической решетке значительных (охватывающих большие многоатомные области) нарушений, то облучение тем же потоком проволок с последующим изготовлением из них острий позволяет обнаружить лишь отдельные точечные дефекты, дислокации и в редких случаях небольшие вакансионные кластеры диаметром до 10 Å. По-видимому, облучение проволок в этом случае дает результаты, наиболее правильно описывающие характер дефектов, возникающих в больших объемах материала. Однако в таких случаях целесообразно проводить параллельное облучение образцов двумя указанными способами и сопоставлять получаемые результаты. Ионные изображения острий, изготовленных из облученных проволок, дадут представление о характере возникающих дефектов, их распределении и количестве, тогда как изображения облученных острий, сравниваемые с их же изображениями, полученными до облучения, помогут исключить из первых оценок дефекты, вызванные отличными от облучения причинами (см. гл. 5).

Используя при автоионномикроскопическом исследовании радиационных нарушений способы 4.3.2б и 4.3.2в облучения образцов, следует иметь в виду следующее. Как показал Мюллер^{2а}, наличие у поверхности острия сильного электрического поля вызывает расширение решетки образца до 10%. Это может существенно влиять на характер нарушений у поверхности облучаемых образцов, а иногда и по их объему, что значительно затрудняет установление природы наблюдаемых на ионных изображениях дефектов.

Таким образом, для исключения неоднозначности при интерпретации ионных изображений облученных непосредственно в проекторе острий целесообразно проводить облучения без приложения к образцу сильного электрического поля. Однако при этом, для получения возможности прямого сравнения ионных изображений одной и той же поверхности острия до и после облучения, необходимо, чтобы на этой поверхности не происходило никаких изменений, кроме изменений, вызванных непосредственно бомбардировкой частицами, т. е. во время облучения (на которое у поверхности острия снимается сильное электрическое поле) недопустимы

загрязнение и коррозия поверхности. Это становится возможным при создании в ионном проекторе сверхвысокого вакуума и обеспечении интенсивного пучка бомбардирующих частиц (для максимального снижения времени облучения).

Такой вариант исследования был осуществлен Петровым и Уошберном^{60, 61} для изучения дефектов, возникающих в кристаллической решетке иридия при ее облучении протонами с энергией 10 Мэв. Перед облучением снималась кривая зависимости скорости загрязнения и коррозии поверхности образца от времени без приложения к образцу электрического поля. При вакууме 10^{-9} тор в камере проектора изменения на поверхности образца впервые наблюдались через 8 минут. Циклотрон же мог обеспечить импульс протонов с высокой плотностью частиц и временем, значительно меньшим времени, в течение которого поверхность острия в данных условиях оставалась без изменения.

Авторы^{60, 61} обнаружили, что при облучении острий в присутствии у их поверхности сильного электрического поля (необходимого для автоионизации изображающего газа) наблюдаемые поверхностные нарушения более значительны, чем при облучении образцов без поля.

4.4. Энергия бомбардирующих частиц и интегральные потоки облучения

При исследовании с помощью ионного проектора дефектов, возникающих в кристаллических решетках образцов при облучении, выбор энергии частиц и необходимого суммарного потока на единицу поверхности определяются в основном следующими факторами: а) родом бомбардирующих частиц; б) способом облучения образца; в) свойствами исследуемого материала; г) задачами исследования.

При облучении образцов тяжелыми заряженными частицами (протоны, дейтроны, α -частицы) использование высоких энергий может оказаться целесообразным лишь в случае облучения по способу 4.3.1. При этом интегральные потоки облучения должны быть достаточно высокими (10^{12} — 10^{15} частиц/см²), так как их частицы будут проходить облучаемые проволочки насквозь и только незначительная часть энергии, теряемой ими в материале образца, будет расходоваться на образование стабильных дефектов (вакансии, смещенные атомы и т. д.). Большая же часть энергии частицы будет расходоваться на ионизацию атомов кристаллической решетки образца, которая быстро нейтрализуется электронами проводимости и не может наблюдаться. При меньших суммарных потоках облучающих частиц концентрация возникающих дефектов оказывается настолько низкой, что ее установление становится крайне затруднительным.

С понижением энергии бомбардирующих частиц ее доля, растрачиваемая при прохождении в материале образца на образование стабильных дефектов решетки (на упругие взаимодействия) повышается и ощутимая (с помощью ионного проектора) концентрация дефектов достигается при меньших интегральных потоках.

Варьирование в определенных пределах энергии бомбардирующих частиц и интегральных потоков облучения может позволить установить зависимость характера дефектов, их распределения и концентрации от различных параметров пучка.

Однако при облучении образцов тяжелыми заряженными частицами (способ 4.3.1) их энергия не должна быть меньше некоторой энергии E_{\min} , которая соответствует пробегу частицы в материале образца, равному или несколько большему половине диаметра облучаемой проволочки.

Установлено, что при травлении острий их кончики приходится, с некоторым разбросом, на оси исходных проволочек.

При облучении образцов электронами энергия электронов должна быть выбрана соответствующей релятивистским скоростям, так как только в этом случае электроны способны вызывать смещения атомов решетки. Если облучению тяжелыми заряженными частицами подвергаются заранее изготовленные острия, то энергии частиц следует выбирать меньшими, чем в случае облучения проволочек, так как распыление материала острий в месте попадания пучка, а также возможный термический нагрев⁵⁹ могут привести к его затуплению, в результате чего его изучение в ионном проекторе станет невозможным.

Облучение образцов нейтронами наиболее удобно проводить в виде проволочек с последующим изготовлением острий. При этом энергии нейтронов могут быть выбраны любыми (тепловые, спектр деления), и необходимые интегральные потоки должны лежать в пределах 10^{13} — 10^{20} нейтронов/см². Как показали Фортес и Ральф³⁵, при нейтронном облучении иридия интегральными потоками 10^{13} и 10^{14} нейтронов/см² возникающие нарушения могли быть идентифицированы в ионном проекторе.

Облучение заранее приготовленных острий непосредственно в проекторе интересно проводить нейтральными атомами, выбирая их энергии в пределах 10 — 100 кэв^{13, 14}. В этом случае доля энергии, растрачиваемая в упругих столкновениях, настолько существенна, что даже попадание в острие отдельных атомов отражается изменениями на ионных изображениях. В то же время таких энергий достаточно, чтобы пройти острие насквозь, так что можно изучать нарушения (эффекты) в местах входа бомбардирующих атомов в кристаллическую решетку образца и в местах выхода из нее.

Отметим также, что при выборе интегральных потоков облучения необходимо руководствоваться родом и качеством исследуемого материала, т. е. необходимо учитывать возможное присутствие в материале образца дефектов до облучения, а также физические и особенно механические свойства материала образца в том смысле, чтобы возникшие при облучении дефекты не сделали образец непригодным для автоионномикроскопического анализа (см. ниже, п. 5.3).

Кроме того, способ облучения, в некотором роде определяющий энергию бомбардирующих частиц и их интегральный поток, зависит от задач исследования. Так, например, если целью исследования является изучение отдельных стадий отжига различного рода дефектов, то облучать необходимо проволочки, так как длительный прогрев облученных острий (с целью отжига возникших дефектов) неизбежно приводит к такому затуплению острия, что его последующий анализ в ионном проекторе становится невозможным.

5. ВЛИЯНИЕ ПОБОЧНЫХ ФАКТОРОВ НА ХАРАКТЕР НАРУШЕНИЙ, НАБЛЮДАЕМЫХ В ОБЛУЧЕННЫХ ОБРАЗЦАХ

Ионный проектор является идеальным прибором для исследования эффектов облучения, так как на получаемых с его помощью ионных изображениях облученных образцов могут быть на атомарном уровне идентифицированы почти все виды возможных изменений в кристаллической решетке образца. Однако интерпретировать наблюдаемые на ионных изображениях облученных образцов нарушения следует крайне осторожно, так как эти нарушения могут быть вызваны некоторыми другими, отличными от облучения причинами.

5.1. Дефекты, присутствующие в материале образца до облучения

Такие дефекты могут быть разделены на две группы:

а) дефекты, которые образовались во время изготовления проволочек (фольг или прутков), предназначенных для изготовления острий;

б) дефекты, которые образуются при изготовлении острий (например, за счет несимметричности процесса электрохимического травления), — в случае облучения заранее изготовленных острий.

Для отделения дефектов, связанных с несимметричностью процесса травления, и дефектов, всегда присутствующих с некоторой равновесной концентрацией в необлученных и хорошо отожженных образцах, необходимо перед облучением просматривать ионные изображения всех образцов и тщательно сравнивать их с изображениями, полученными после облучения. В случае облучения образцов в виде проволочек эталон служат ионные изображения острий, изготовленных из исходных партий необлученных проволочек, а в случае облучения заранее изготовленных острий — ионные изображения этих острий, полученные до облучения.

5.2. Окислительные процессы

В случае облучения заранее изготовленных острий вне проектора при интерпретации их ионных изображений следует учитывать возможное окислительное действие атмосферы во время переноса острия из проектора в камеру для облучения и обратно⁶².

В качестве примера может быть приведено ионное изображение вольфрамового острия (рис. 10), облученного дейтронами с энергией 12 Мэв^{59, 62}. Облучение проводилось по способу 4.3.1.

Наблюдаемую, сильно разрушенную крестообразную область в районе граней типа {112} и центральной грани (011) было бы неверно, по-видимому, однозначно отнести к результату действия облучения. Наиболее вероятной причиной ее образования можно назвать окисление кончика острия, так как несколько похожие дефекты наблюдались иногда и в находившихся длительное время на воздухе необлученных остриях.

Проведенное Сугатой и др.⁶³ автоионномикроскопическое исследование взаимодействия кислорода с вольфрамом показало, что выдержка вольфрама при 550° К и давлении кислорода $4 \cdot 10^{-3}$ тор в течение 5 минут приводит к проникновению атомов кислорода в кристаллическую решетку вольфрама на глубину, равную 70 атомным слоям. Поэтому, с целью исключения влияния окислительных процессов, необходимо свести

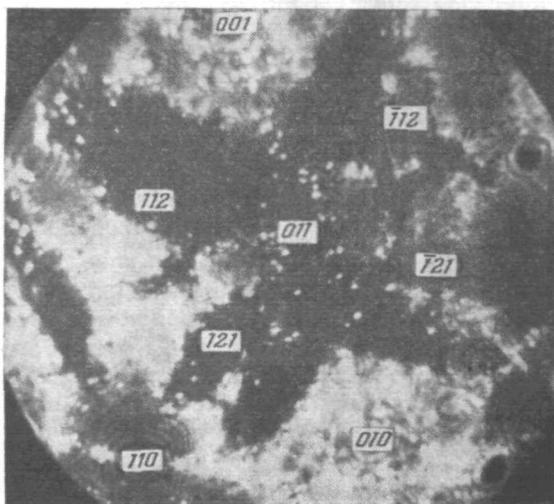


Рис. 10. Гелиевое ионное изображение поверхности вольфрамового острия, подвергшейся окислению⁶².

к минимуму время нахождения острий на воздухе и каждый анализ в ионном проекторе облученного острия начинать только после удаления полем нескольких десятков искаженных окислением и загрязненных адсорбированными газами поверхностных атомных слоев.

5.3. Механические напряжения (действие электрического поля)

За основные ошибки в идентификации нарушений на ионных изображениях облученных образцов ответствен тот факт, что острия в ионном проекторе как во время формирования их ионных изображений, так и во время испарения полем поверхностных атомных слоев испытывают со стороны приложенного электрического поля огромные механические напряжения ⁶⁴ (порядка 1000 кГ/мм^2). Эти напряжения сами по себе могут являться источниками различного рода дефектов, которые для облученных образцов складываются с радиационными эффектами.

Возникновение точечных дефектов под влиянием приложенного сильного электрического поля анализируется в работе ²³. Там же указывается возможность возникновения трещин в образцах.

Присутствие у поверхности острия сильного электрического поля может привести к прохождению в его материале пластической деформации и его частичному или полному разрушению ⁶⁵.

Следует заметить, что размеры и характер нарушений, вызванных полем, в значительной степени зависят от дефектов, возникших в результате облучения. Так, в определенных случаях, дефекты облучения могут как бы облегчить силам электрического поля разрушение острия. В нем могут проходить сдвиговые процессы ^{39, 59}, вырывание значительных областей материала острия ⁶¹. Поэтому по виду нарушений, образовавшихся во время наблюдения ионных изображений облученных образцов, можно качественно оценить характер дефектов облучения, способствующих разрушению острия силами электрического поля.

Для отделения нарушений, связанных с пластической деформацией, проходящей в материале острия под действием полевых усилий, от дефектов облучения следует непрерывно наблюдать ионные изображения и картины испарения полем поверхностных атомных слоев острия во время всей процедуры его исследования в ионном проекторе ⁶¹. Прохождение пластической деформации отмечается как скачкообразное изменение вида изображения. При испарении острия полем в результате пластической деформации резко изменяется распределение яркости размытых областей изображения.

6. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

6.1. Нейтронное облучение

К настоящему времени автоионная микроскопия уже дала некоторую прямую информацию о характере дефектов, возникающих в вольфраме ^{12, 13, 39, 66-70}, платине ^{16, 17, 71}, иридии ³⁵ и молибдене ¹⁵ при нейтронном облучении. Результаты этих исследований кратко сведены в табл. I. Некоторые результаты анализируются в обзоре Ральфа ⁷². Во всех этих исследованиях нейтронное облучение приводило к образованию единичных смещенных атомов, вакансий и небольших (10—15 Å в диаметре) вакансионных кластеров.

Аттардо и Галлиган ⁶⁷ исследовали накопление пустот на или вокруг дислокаций в облученных вольфрамовых образцах. Вообще накопление

Экспериментальные данные по автоионномикроскопическому исследованию дефектов облучения в металлах

Бомбардирующие частицы, их энергии	Интегральная доза облучения, частиц·см ⁻²	Исследуемый материал	Способ облучения	Температура исследования	Наблюдаемые дефекты	Дополнительные исследования, примечания	Температура
Нейтроны	2·10 ¹⁸	Вольфрам	Облучение проволок в реакторе с последующим изготовлением острий	78° К	Единичные вакансии — концентрация 10 ⁻⁴ , вакансионные кластеры — до 10 единичных вакансий в каждом — плотность 10 ¹⁵ — 10 ¹⁶ кластеров/см ³		13
»	5·10 ¹⁷	Вольфрам, вольфрам-15%	То же	78° К	Единичные вакансии — концентрация 1,2·10 ⁻³ , вакансионные кластеры диаметром до 10 Å — концентрация 10 ⁻⁴ , дивакансии — концентрация 10 ⁻⁴ ; вакансионные кластеры на границах зерен — до 50 единичных вакансий в объеме диаметром 15 Å	Дефекты на границах зерен	66
Нейтроны, E > 1 Мэв	10 ¹⁸	Вольфрам	» »	78° К	Единичные вакансии — концентрация 10 ⁻² , вакансионные кластеры диаметром до 15 Å	Отжиг дефектов	12
Нейтроны, E > 1,45 Мэв	10 ¹⁸	»	» »	78° К	Пустоты на дислокациях		67
Нейтроны	10 ¹⁷	»	» »		Единичные вакансии — концентрация 10 ⁻⁴ , вакансионные кластеры, содержащие до 100 единичных вакансий в сферическом объеме, — концентрация 10 ⁻⁵		69
Нейтроны спектра деления	1,5·10 ¹⁹	»	» »	78° К	Единичные вакансии, единичные смещенные атомы, дислокации, вакансионные кластеры диаметром до 15 Å, дисперсионные кластеры с линейными размерами до 500 Å		39

Бомбардирующие частицы, их энергия	Интегральная доза облучения, частиц·см ⁻²	Исследуемый материал	Способ облучения	Температура исследования	Наблюдаемые дефекты	Дополнительные исследования, примечания	Литература
Нейтроны		Вольфрам	Облучение проволочек в реакторе с последующим изготовлением острий	78° К	Единичные вакансии, цепочки атомов в области граней {016}	Релаксация микронапряжений, рентгеновские исследования	70
»	10 ¹⁸	Платина	То же		Комплексы нескольких междоузельных атомов, небольшие вакансионные кластеры		18
Нейтроны <i>E</i> > 1,4 Мэв	10 ¹⁸	»	» »		Области нарушения кристаллической структуры типа обедненных зон Зегера ⁷⁵ — концентрация 6·10 ¹⁵ областей/см ³		71
Нейтроны, <i>E</i> > 1,45 Мэв	10 ¹⁶ , 10 ¹⁷ , 10 ¹⁸ , 5·10 ¹⁹	»	» »		Дислокационные петли размером 40—60 Å, в плоскостях {110}, — концентрация 3·10 ¹⁴ петель/см ³ , обедненные зоны размером от 10 до 40 Å в диаметре, единичные междоузельные атомы, единичные вакансии	Отжиг дефектов в стадиях III и IV	17
Нейтроны	10 ¹³ , 10 ¹⁴	Иридий	» »		1) Кластеры, содержащие до 200 единичных вакансий, плотно расположенных в сферическом объеме. 2) Области, разрушенные дислокационными петлями. 3) Дисперсионные кластеры, содержащие 30—40 единичных вакансий в цилиндрическом объеме длиной 20 Å вдоль оси [100]		35

Бомбардирующие частицы, их энергия	Интегральная доза облучения, $\text{частиц} \cdot \text{см}^{-2}$	Исследуемый материал	Способ облучения	Температура исследования	Наблюдаемые дефекты	Дополнительные исследования, примечания	Литература
Дейтроны, 12 Мэв	$2 \cdot 10^{11}$	Вольфрам	Облучение заранее изготовленных острий вне проектора	$53-63^\circ \text{ К}$, 78° К	Удаление материала острия в местах входа дейтронов в образец, области с замороженной термической разупорядоченностью, единичные вакансии, единичные смещенные атомы, дисперсионные кластеры, зоны смещения, удаление материала острия в местах выхода частиц из образца		59, 76
α -частицы $5,4 \text{ Мэв}$	Единичные попадания в острие	»	Облучение заранее изготовленных острий в проекторе		От 15 до 30 единичных смещенных атомов, комплексы из 2—3 смещенных атомов		78
α -частицы, $5,0 \text{ Мэв}$	То же	»	То же	78° К	Единичные вакансии, единичные смещенные атомы		77, 80
α -частицы, $12,7$; $15,7$; $18,4$; $23,4 \text{ Мэв}$	$1,6 \cdot 10^{16}$, $1,4 \cdot 10^{16}$, $1,9 \cdot 10^{15}$, $1,7 \cdot 10^{15}$	»	Облучение проволочек с последующим изготовлением острий	78° К	Единичные вакансии, единичные смещенные атомы — плотность в пределах от $2 \cdot 10^{19}$ до $3 \cdot 10^{20}$ атомов/см ³ для энергий $18,4$ и $23,4 \text{ Мэв}$, комплексы смещенных атомов — плотность 10^{18} и $3 \cdot 10^{19}$ комплексов/см ³ соответственно, вакансионные кластеры диаметром $10-15 \text{ \AA}$		82
Дейтроны, 12 Мэв	$2 \cdot 10^{11}$	»	То же	78° К	Единичные вакансии, атомы в междоузлиях, дислокации и вакансионные кластеры диаметром до 10 \AA		58

Бомбардирующие частицы, их энергия	Интегральная доза облучения, частиц. см ⁻²	Исследуемый материал	Способ облучения	Температура исследования	Наблюдаемые дефекты	Дополнительные исследования, примечания	Литература
Дейтроны, 4; 5; 8; 10 и 12 Мэв	$2 \cdot 10^{11} - 10^{13}$	Вольфрам	Облучение проволочек с последующим изготовлением острий и облучение заранее изготовленных острий вне проектора	78° К	Единичные смещенные атомы, единичные вакансии, небольшие комплексы смещенных атомов, дислокации. в ряде случаев — вакансионные кластеры (см. текст).		18
Дейтроны, 0,1 Мэв	$1,2 \cdot 10^{12}$	»	Облучение заранее изготовленных острий вне проектора	78° К	Единичные смещенные атомы 6—8 смещенных атомов на один бомбардирующий дейтрон, единичные вакансии, комплексы из 5—8 смещенных атомов диаметром порядка 15 Å в области граней типа {112}, в редких случаях дислокации		62
Протоны, 10 Мэв	$3 \cdot 10^{13}$	Иридий	Облучение заранее изготовленных острий в проекторе без поля и во время наблюдения их ионных изображений	10° К, 78° К	Единичные вакансии и междоузельные атомы, напыление на некоторые плоскости атомных слоев		60, 61
Электроны, 1 Мэв		Вольфрам	То же	78° К	Единичные вакансии, единичные смещенные атомы		3
Электроны, 240 Мэв	10^{16}	»	Облучение проволочек с последующим изготовлением острий	78° К	Единичные смещенные атомы — плотность $5 \cdot 10^{17}$ атомов/см ³ , вакансионные кластеры диаметром до 10 Å		90

пустот может происходить двумя путями ⁷³. Во-первых, можно ожидать, что степень нарушений на дислокациях будет выше вследствие дефокусировки первично выбитого атома, и, во-вторых, при беспорядочной диффузии вакансий можно ожидать, что они будут «пойманы» дислокацией. Авторы ⁶⁷ показали, что при образовании наблюдаемых в облученных образцах пустот на дислокациях исключен механизм их накопления через термически активные процессы, так как вызванные нейтронной бомбардировкой вакансии удалялись при температуре 800° С ¹². Температура же облучения образцов в реакторе не превышала 70° С. Кроме того, доказательством радиационной природы наблюдаемых пустот является тот факт, что такие именно пустоты не наблюдались на дислокациях в отожженном вольфраме, использованном в указанном эксперименте.

Кукавадзе и др. ³⁹, помимо уже наблюдавшихся дефектов (в облученном нейтронами вольфраме), были обнаружены большие дисперсионные кластеры и с помощью испарения полем многих поверхностных атомных слоев построены их объемные модели. Следует, однако, заметить, что построенные по ионным изображениям схемы кластеров недостаточно точно отражают форму образующихся за счет нейтронного облучения нарушений. Некоторое влияние на форму дефекта оказывает процесс электрохимического травления, используемый для изготовления острий. Так, если проволочка перетравливается в месте, где располагается образовавшееся в результате облучения столь значительное нарушение, оно обязательно усугубляется (стравливаются края кластера, некоторое количество травителя проникает внутрь дефекта).

Еще более значительную роль играет действующее в ионном проекторе сильное электрическое поле. Выше было сказано о возможных сдвигах в кристаллической решетке. Кроме того, огромные механические напряжения, вызванные полем, способствуют удалению материала острия в случае образования «рыхлых» областей.

С помощью ионного проектора Аттардо и Галлиганом ¹⁶ было прямо доказано, что в платине, облученной нейтронами при температуре ниже стадии III отжига ⁷⁴, присутствуют комплексы междоузельных атомов и вакансионные кластеры (облучение проводилось при 75° С). Интересно, что единичные изолированные вакансии и дивакансии в данном эксперименте не наблюдались вообще. Комплексы смещенных атомов оказались связанными слабее, чем отдельные атомы поверхности, расположенные в нормальных узлах решетки. Наблюдавшиеся формы комплексов смещенных атомов — линии и треугольники — не обнаруживались ни на картинах полевого испарения отожженной платины, ни в сильно разрушенных областях, из которых полевым усилием удалены большие объемы материала.

В облученной платине наблюдались ⁷¹ нарушения, подобные обедненным зонам Зегера ⁷⁵. Одно из полученных ионных изображений облученной платины приведено на рис. 11. Кругом обведена возникшая в результате облучения область нарушений. В работе приводятся схемы пространственного распределения точечных дефектов — смещенных атомов и вакансий — в возникающих при облучении областях нарушений нормального порядка. Размеры таких областей колебались от 10 до 30 Å, причем наибольшее количество наблюдавшихся нарушенных областей имело размеры порядка 10 Å.

Аттардо и Галлиган изучали процессы восстановления при отжиге искаженных в результате облучения кристаллических решеток вольфрама и платины ¹⁷.

В случае вольфрама было показано, что образующиеся вакансионные кластеры, размеры которых достигали 15 Å в диаметре, могут увели-

чиваться за счет способности некоторых дефектов двигаться при температуре ниже 70°C . Концентрация единичных вакансий в отожженном

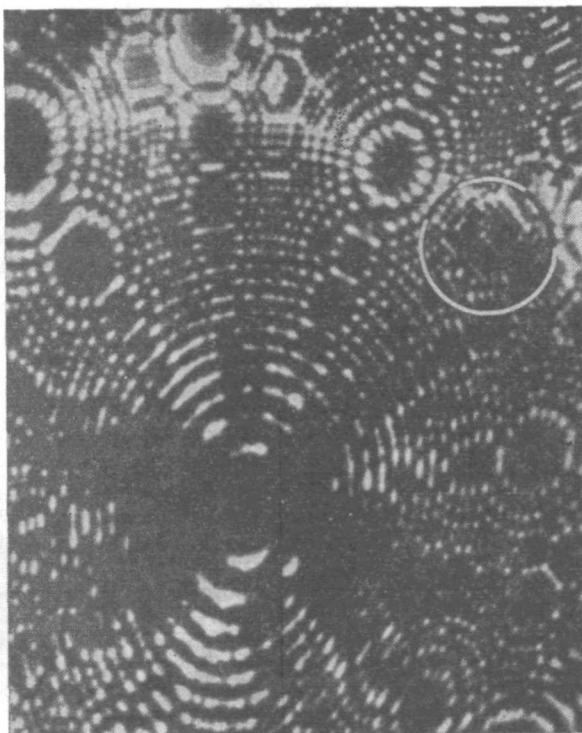


Рис. 11. Гелиевое полное изображение острия из облученной нейтронами платины. Кружком обведена возникающая разрушенная область ⁷¹.

(при 1500°C в течение трех часов) вольфраме была равна 10^{-5} , в то время как в облученных образцах она равнялась 10^{-2} . Восстановление правильной структуры при отжиге происходило за счет удалений вакансий, которое наиболее существенно при температурах выше 700°C .

При исследовании отжига дефектов в платине ¹⁷, облученной различными дозами нейтронов при температурах 100 и 340°K , было обнаружено возникновение значительного количества обедненных зон, размеры которых колебались от 10 до 40 \AA в диаметре. Отжиг при 280 и 373°K облученных при 100°K платиновых образцов позволил обнаружить сильные изменения в распределении размеров обедненных зон, причем новое распределение (рис. 12) совпало с распределением, имеющим место в образцах, облученных при 340°K . Отжиг же при

773°K приводил к увеличению числа обедненных зон с промежуточными размерами, в то время как зоны малых размеров удалялись совсем. Анализ изме-

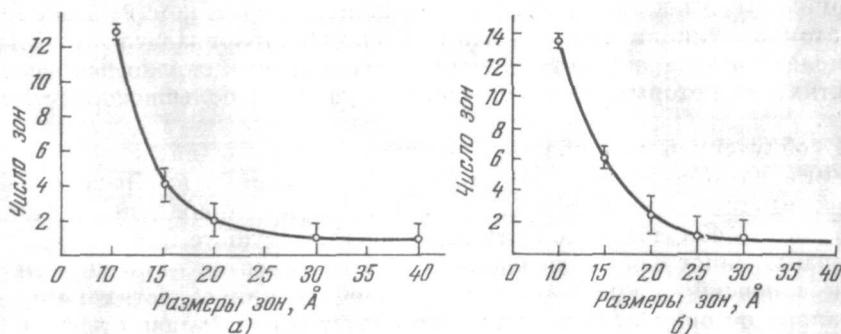


Рис. 12. а) Распределение размеров обедненных зон: образец из платины был облучен быстрыми нейтронами ($E > 1,45\text{ Mev}$) при 100°K и отожжен при 280°K ; б) распределение размеров обедненных зон после отжига при температуре, соответствующей стадии III ¹⁷.

нения характера распределения размеров обедненных зон в стадии IV отжига облученной платины позволяет сделать вывод, что за эти изме-

нения ответственны вакансии, обладающие при этом значительной подвижностью. Было показано, что число обедненных зон растет линейно с увеличением интегрального потока облучения (рис. 13).

Образующиеся в результате облучения образцов единичные междуузельные атомы удалялись из платины при температуре, соответствующей стадии III отжига.

Отжиг облученной платины при 873° К устранял все признаки нарушений, возникающих при более низких температурах.

Кириенко и Потаповым⁷⁰, для установления наличия частичной релаксации микронапряжений, в ионном проекте исследовался облученный нейтронами (при 27° С) вольфрам, подвергнутый отжигу при 200, 250 и 350° С. Помимо обычно наблюдаемых дефектов облучения (единичных вакансий, цепочек атомов), авторы⁷⁰ фотометрически установили изменение ширины интерференционной линии (по дебаеграммам, полученным в Си-излучении от одного и того же образца после ряда последовательных отжигов).

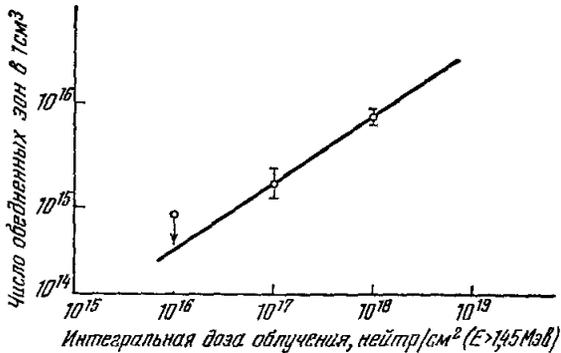


Рис. 13. Зависимость общего числа обедненных зон в облученной нейтронами ($E > 1,45 \text{ МэВ}$) платине от интегральной дозы облучения¹⁷.

6.2. Бомбардировка нейтральными атомами

Брэндон и др.¹³, видоизменив аргоновую ионную пушку, получили возможность вытягивать ионы аргона с энергией до 30 эв и, подвергая их перезарядке, образовывать пучок низкоэнергетичных нейтральных атомов. Пучок этих атомов вводился в ионный проектор (работающий при температуре острий 78° К) и бомбардировал вольфрамовые острия непосредственно во время наблюдения их ионных изображений. Перезарядка происходила в заметных размерах при давлении аргона 10^{-5} тор прямо в колбе проектора. Работа при давлении аргона 10^{-5} тор и гелия $5 \cdot 10^{-3} \text{ тор}$ не создавала никаких помех гелиевому ионному изображению.

При пятисекундной бомбардировке вольфрамового острия атомами аргона с энергией 150 эв на противоположной пучку поверхности появлялось несколько смещенных атомов, в то время как со стороны источника большое число атомов было удалено совсем.

Бомбардировка в течение пятнадцати секунд вызвала образование в кристаллической решетке острия нарушений, охватывающих более обширные области. Междуузельные атомы наблюдались в основном в районе центральной грани (011) и граней типа {112}. Предварительное изучение пороговой энергии для сквозного прохождения через образец показало, что она лежит между 120 и 140 эв, соответствуя порогу смещения атомов $70 \text{ эв} < E_d < 85 \text{ эв}$. Распыление атомов вольфрама со стороны источника нейтральных атомов аргона наблюдалось и при значительно меньших энергиях.

Синха и Мюллер¹⁴ бомбардировали установленные в ионном проекторе вольфрамовые острия нейтральными атомами гелия с энергией 20 кэв и атомами ртути. Атомный пучок образовывался путем получения пучка ионов (при тлеющем разряде) в боковом отростке проектора и ускорением

его в системе с двумя линзами. Затем ионы отклонялись магнитным полем, а образовавшиеся при перезарядке нейтральные атомы устремлялись к острию. Интенсивность пучка обеспечивала в среднем одно столкновение в секунду. Острия облучались как во время наблюдения их ионных изображений, так и при снятом электрическом поле. На поверхности облученных острий наблюдались три типа дефектов: единичные вакансии, единичные смещенные междуузельные положения атомы и их комплексы (см. рис. 5), разупорядоченные области диаметром от 50 до 100 Å.

Таблица II

Давление газобразного гелия, 10^{-3} тор	Число подсчитанных смещенных атомов на поверхности облученного острия	Теоретическое значение в объеме острия
1,5	4	8
1,8	5	11
2,5	22	16
3,0	44	31
3,5	52	72

Дефекты наблюдались на обеих сторонах облученных острий, однако их концентрация была различной.

В табл. II приведены полученные и расчетные значения для числа образующихся смещенных атомов при пятисекундной бомбардировке нейтральными атомами гелия и при различных давлениях изобrazяющего гелия. Следует отметить, что в случае облучения острий в присутствии сильного электрического поля у поверхности плотность образующихся дефектов выше, чем в случае отсутствия поля. Это может быть объяснено тем, что гелиевые ионы в пучке, дополняя нейтральные атомы,

также бомбардировали острие. При использовании в качестве бомбардирующих частиц атомов ртути их отделение от ионов не проводилось. Ртуть была сконденсирована в жидководородной ловушке ниже трубки тлеющего разряда и при облучении подогревалась. Сразу же после облучения на ионных изображениях наблюдались два основных типа дефектов. Это, во-первых, большое число вакансионных кластеров, в которых произошло полное разупорядочение структуры. Такие области были равномерно распределены по всему ионному изображению. И во-вторых, испарение полем удаляло целые куски с поверхности. Это объяснялось тем, что атомы ртути передают атомам вольфрама энергию, значительно превышающую энергию, передаваемую бомбардирующим атомам гелия. Наблюдалось испарение полем областей диаметром до 200 Å, содержащих приблизительно $5 \cdot 10^8$ атомов.

6.3. Облучение тяжелыми заряженными частицами

Автоионномикроскопическое исследование результата бомбардировки металлических образцов тяжелыми заряженными частицами (протонами ⁶⁰⁻⁶¹, дейтронами ^{18, 58, 59, 62, 76} и α -частицами ⁷⁷⁻⁸²) проводилось для разных материалов при различных способах облучения образцов и разных энергиях частиц. Основные результаты этих исследований собраны в табл. I.

Мюллер ⁷⁸ и вскоре Брэндон и Вальд ^{77, 80} опубликовали результаты наблюдения точечных дефектов в структуре вольфрамовых острий, облученных α -частицами с энергией 5,4 Мэв. В обоих случаях для облучения использовались полониевые источники α -частиц интенсивностью от 0,5 до 1,0 мкюри, которые крепились в медном цилиндре на расстоянии 1 см от острия. В среднем каждые три часа в острие попадала одна α -частица ⁷⁸ и каждое попадание было видно, причем повреждение решетки наблюдалось только со стороны выхода частицы из материала образца.

Имели место смещения 15—30 атомов внутри области диаметром около 50 Å. Две трети смещенных атомов напоминали атомы в междоузлиях непосредственно под поверхностью (см. п. 2.1), в то время как одна треть смещенных атомов исчезала с поверхности. Это могло представлять собой конец клина смещения на поверхности⁸⁵. В половине случаев в области выхода частицы были видны меньшие дефекты, например от одного до трех, расположенных тесной группой атомов в междоузлиях, которые возникали в стороне от места основного разрушения на расстоянии до половины радиуса острия.

Исследование зависимости характера дефектов в монокристаллах вольфрама от энергии бомбардирующих частиц и способа облучения было проведено Суворовым и Кукавадзе¹⁸. При энергиях дейтронов 4; 5; 8; 10 и 12 Мэв и интегральных потоках облучения, лежащих в пределах $2 \cdot 10^{11}$ — 10^{13} дейтронов/см², единичные вакансии (концентрация $5 \cdot 10^{-5}$ для энергий 4, 5, 8 и 10 Мэв) и отдельные междоузельные атомы были обнаружены во всех образцах независимо от того, облучались ли проволочки или же заранее изготовленные острия.

На ионных изображениях образцов, облученных дейтронами с энергией 8; 10 и 12 Мэв наблюдались небольшие вакансионные кластеры диаметром до 10 Å. В случае непосредственного облучения острий вакансионные кластеры малых размеров наблюдались и в образцах, облученных дейтронами с энергией 4 и 5 Мэв, а при энергиях 8; 10 и 12 Мэв наблюдалось образование значительных охватывающих большие многоатомные области вакансионных кластеров, в которых была удалена почти половина атомов решетки.

Небольшие комплексы, включающие в себя до 10 смещенных атомов, наблюдались на ионных изображениях поверхностей острий, облученных дейтронами всех энергий. Обычно они располагались в районе граней типа {112} и наблюдались так редко при использованных потоках, что оказалось невозможным сделать никаких заключений о том, как зависит их концентрация и размеры от энергии бомбардирующих частиц.

Кроме того, на ионных изображениях облученных дейтронами образцов наблюдались дислокации. Полученные же изображения необлученных образцов вообще не показывали присутствия спиральных краев плоскостей, и лишь в редких случаях удавалось обнаружить край полу-плоскости. Чаще всего дислокации удавалось обнаружить на гранях или в районе граней типа {112}.

6.4. Ионная бомбардировка

Стэйер и др.⁸³ провели предварительное исследование поверхностных дефектов очищенного испарением полем вольфрама при его бомбардировке низкоэнергетичными ионами ксенона (Xe⁺). Энергии ионов лежали в пределах от 100 до 1300 эв, и установленные в проекторе острия облучались без приложения к ним сильного электрического поля. Для уменьшения загрязнения поверхности проектор во время облучения откачивался до ультравысокого вакуума.

Хадсон и др.⁸⁴ изучали характер нарушений, возникающих в кристаллической решетке иридия при ее бомбардировке ионами Ag⁺ с энергией 60 кэв и ионами Хе⁺ с энергией 100 кэв. Использованные потоки ионов лежали в пределах 10^{11} — 10^{16} ионов/см², и облучение проводилось при комнатной температуре и при температуре жидкого водорода (21° К) непосредственно в проекторе как в условиях высокого вакуума без приложения электрического поля, так и в условиях, соответствующих автоионизации изображающего газа.

В случае, когда облучение производилось при 21°K низкими дозами (порядка 10^{11} ионов/см²), ионные изображения показывали образование лишь изолированных единичных вакансий. Применяя разработанную авторами технику трехмерного моделирования, им удалось выяснить, что наблюдаемые единичные вакансии составляют области типа дисперсионных кластеров.

При облучении образцов ионами аргона (60 кэВ) при комнатной температуре более высокими дозами (интегральный поток $5 \cdot 10^{13}$ ионов/см²)

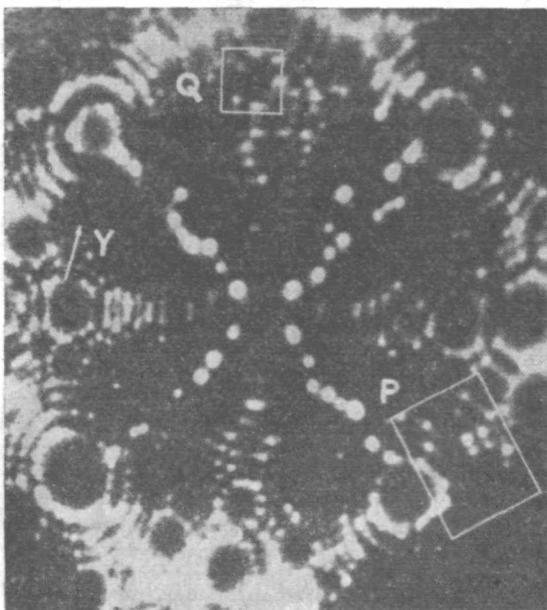


Рис. 14. Гелиевое ионное изображение придиевого острья после его бомбардировки ионами Ar^+ с энергией 60 кэВ (интегральная доза облучения $5 \cdot 10^{13}$ ионов/см²) при комнатной температуре ⁸⁴.

концентрация изолированных вакансий оказалась ниже. Большинство же нарушений представляло собой вакансионные кластеры и дислокационные петли (рис. 14). Проведенный параллельно электронномикроскопический анализ придиевой фольги, облученной в тех же условиях, что и острья в ионном проекторе, показал плотность «черных точек» на электронных микрофотографиях, приблизительно равную плотности кластеров плюс плотность дислокационных петель, наблюдаемых на ионных изображениях.

6.5. Бомбардировка осколками деления

Бокетт и др. ^{86, 87} исследовали нарушения в вольфрам, вызванные прохождением сквозь его кристаллическую решетку осколков деления. Заранее изготовленные

осстря крепились в специальной откачиваемой алюминиевой капсуле на расстоянии 6 мм от кусочка обогащенной урановой фольги ($90\% \text{ U}^{235}$) и помещались в канал ядерного реактора. Использование довольно толстой урановой фольги (ее толщина значительно превышала средний свободный пробег осколков в уране) определяло, что энергетический спектр имел единственный пик около 30 МэВ ⁸⁸. Полный нейтронный поток на образец составлял $5 \cdot 10^{14}$ нейтронов/см². Поток осколков деления регистрировался с помощью техники, описанной в ⁸⁹, и за время облучения соответствовал попаданию одного осколка деления в каждое острие. Геометрия облучения была такова ⁸⁷, что отклонение осколков от оси образцов (1011) составляло $20 \pm 7^\circ$.

Первые ионные изображения облученных таким образом образцов показывали довольно нормальную структуру с темной областью в центре, которая указывала на присутствие поверхностной впадины. Испарение полем нескольких поверхностных атомных слоев позволяло обнаружить под поверхностью каверну диаметром порядка 50 \AA . Дальнейшее испарение острья полем выявляло тонкий след нарушений, и при неаксиальной бомбардировке след от осколка появлялся на боковой

поверхности острия, где происходило удаление части материала (рис. 15). В действительности это не должно иметь место в основной массе материала, где атомы, бомбардирующие решетку, должны располагаться в междоузлиях, собираясь или эффективно уничтожая себя на других дефектах решетки. Отдельное исследование нейтронного облучения вольфрамовой проволоки сравнимыми дозами ⁶⁶ показало, что за образование наблюдаемых больших нарушений ответственно именно прохождение в материале образца осколков деления.

6.6. Облучение электронами. Катодное распыление

Первое наблюдение нарушений кристаллической решетки под действием электронной бомбардировки было проведено Мюллером³ в гелиевом ионном проекторе. Электроны с энергией порядка 1 Мэв получались за счет ионизации атомов газа в пространстве над острием и, ускоренные электрическим полем, бомбардировали поверхность вольфрамового острия. В результате было подтверждено, что электроны таких энергий производят в кристаллической решетке единичные вакансии и междоузельные атомы.

Гарбер и др.⁹⁰ провели автоионномикроскопическое исследование дефектов в вольфраме, подвергнутом облучению электронами с энергией 240 Мэв. Интегральный поток облучения составлял 10^{16} электронов/см², и температура облучения не превышала 40° С. Ионные изображения облученного материала показали образование единичных смещенных в междоузельные положения атомов (плотность $5 \cdot 10^{17}$ атомов/см³) и небольших вакансионных кластеров диаметром до 10 Å.

Одним из перспективных применений ионного проектора является исследование с его помощью процесса катодного распыления поверхности иглообразных образцов. Простым вариантом эксперимента по катодному распылению является бомбардировка поверхности острия ионами изображающего газа непосредственно в проекторе. С этой целью после предварительной очистки поверхности острия полем меняется полярность высокого напряжения, в результате чего острие начинает работать как автоэлектронный эмиттер. Ускоряемые в направлении флуоресцирующего экрана автоэлектроны производят ионизацию изображающего газа, и образующиеся ионы, ускоряясь в обратном поле, бомбардируют острие. Подобная техника была впервые использована Мюллером^{1, 78} для заострения образцов в ионном проекторе путем удаления поверхностных атомных слоев. Полученные в⁷⁸ результаты по катодному распылению вольфрама ионами гелия находились в хорошем соответствии с известными из других экспериментов данными. По-видимому, неон и другие более тяжелые газовые ионы будут производить больше нарушений структуры поверхности за счет эффективной передачи энергии.

Вацлавский и Мюллер⁹¹, работая с гелиевым ионным проектором, обнаружили, что поверхность острия во время наблюдения его ионного изображения, претерпевает заметные изменения. Наблюдались комплексы междоузельных атомов и другие нарушения структуры (рис. 16), похожие на эффект катодного распыления. В работе был использован проектор с динамической подачей изображающего газа, для чего образец

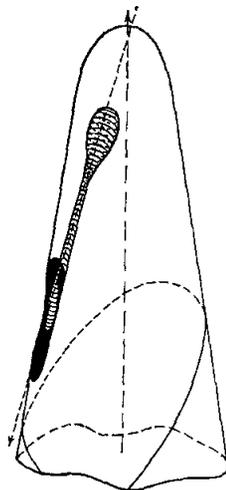


Рис. 15. Схематическое изображение следа нарушений, вызванных прохождением сквозь вольфрамовое острие одного осколка деления⁸⁷.

окружался цилиндрическим ускоряющим электродом из алюминия или нержавеющей стали, в дне которого, напротив кончика острия, имелось малое отверстие (радиусом 0,15 мм).

Появление на поверхности острий наблюдавшихся нарушений объяснялось освобождением отрицательных ионов из ускоряющего электрода в результате его бомбардировки ионами изображающего газа. Образующиеся таким образом отрицательные ионы ускорялись по направлению

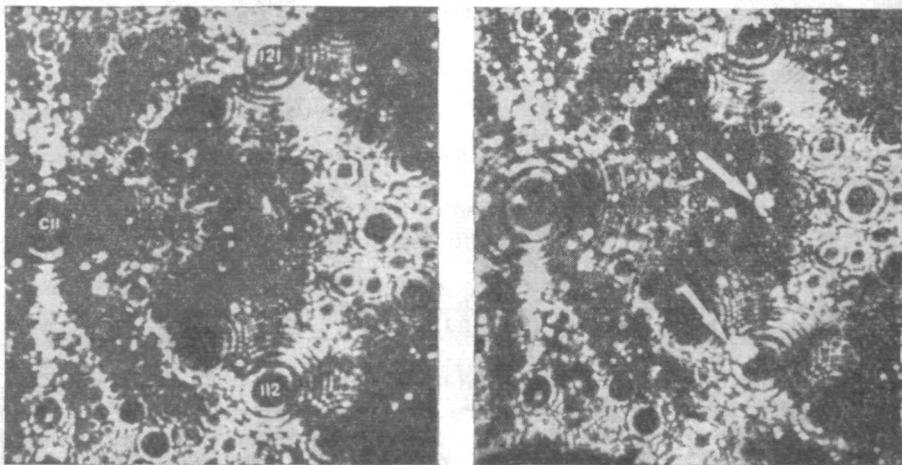


Рис. 16. Гелиевое ионное изображение очищенной полевым испарением вольфрамовой поверхности после ее бомбардировки ионами алюминия.

Стрелками указаны комплексы междоузельных атомов на поверхности *1.

к острию, почти достигая энергии, соответствующей приложенному высокому напряжению. Приближаясь к острию, эти ионы нейтрализовались туннелированными электронами, после чего в сильном электрическом поле имела место их положительная ионизация. Однако за счет инерции частицы все же продолжали движение к острию, бомбардируя его поверхность.

7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Использование методики ионного проектора для исследования дефектов облучения в твердых телах — крайне молодое направление автоионной микроскопии. Тем не менее не будет преувеличением сказать, что информация о дефектах кристаллических структур, их характере и распределении, которую сможет дать и уже частично дало это направление, позволит сделать целый ряд интересных заключений о природе происходящих при облучении твердых тел явлений и, возможно, заставит по-другому взглянуть на некоторые, принятые в настоящее время, теоретические представления.

Автоионномикроскопическое же изучение процессов восстановления правильной структуры в облученных образцах при различных стадиях отжига может иметь, кроме того, практическое значение для улучшения качества и свойств конструкционных материалов.

Институт теоретической
и экспериментальной физики,
Москва

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. «Прямое наблюдение несовершенств в кристаллах», под редакцией Д. Б. Ньюкирка, Д. Х. Верника, М., Metallurgizdat, 1964.
2. E. W. Müller, Zs. Phys. **131**, 136 (1951).
3. Э. В. Мюллер, УФН **77**, 481 (1962).
4. Ван Бюрен, Дефекты в кристаллах, М., ИЛ, 1962.
5. А. Дамаск, Дж. Динс, Точечные дефекты в металлах, М., «Мир», 1966.
6. J. R. Orpenheimer, Phys. Rev. **31**, 67 (1928).
7. E. W. Müller, Phys. Rev. **102**, 618 (1956).
8. D. G. Brandon, Phil. Mag. **14**, 803 (1966).
9. E. W. Müller, Zs. Phys. **156**, 399 (1959).
10. E. W. Müller, Intern. Conference on Vacancies and Interstit. Metals (Jülich, September 23, 1968). Preprint, vol. 2, Jülich (1968), стр. 482.
11. B. Ralph, в сб. Field-ion Microscopy (J. J. Hren, S. Ranganathan, Eds.), Plenum Press, New York, 1968, стр. 157.
12. M. J. Attardo, J. M. Galligan, Phys. Status Solidi **16**, 449 (1966).
13. D. G. Brandon, M. Wald, M. J. Southon, B. Ralph, J. Phys. Soc. Japan **18**, Suppl. 2, 324 (1963).
14. M. K. Sinha, E. W. Müller, J. Appl. Phys. **35**, 1256 (1964).
15. E. W. Müller, J. Phys. Soc. Japan **18**, Suppl. 2, 1 (1963).
16. M. J. Attardo, J. M. Galligan, Phys. Rev. Lett. **14**, 641 (1965).
17. M. J. Attardo, J. M. Galligan, Phys. Rev. **161**, 558 (1967).
18. А. Л. Суворов, Г. М. Кукавадзе, ФММ **28**, 238 (1969).
19. M. J. Attardo, Phys. Lett. **25A**, 184 (1967).
20. А. Л. Суворов, В. А. Кузнецов, ФММ **87**, 566 (1969).
21. В. А. Кузнецов, Г. М. Кукавадзе, А. Л. Суворов, в сб. «Ренни в новой технике», М., «Наука», 1969.
22. E. W. Müller, J. A. Panits, S. B. McLane, Rev. Sci. Instrum. **39**, 83 (1968).
23. Э. В. Мюллер, УФН **92**, 291 (1967).
24. E. W. Müller, Surface Sci. **2**, 484 (1964).
25. В. Т. Рид, Дислокации в кристаллах, М., Metallurgizdat, 1957.
26. А. Х. Коттрелл, Дислокации и пластическое течение в кристаллах, М., Metallurgizdat, 1958.
27. Ж. Фридель, Дислокации, М., «Мир», 1967.
28. D. W. Rashley, Rept. Prog. Phys. **28**, 291 (1965).
29. S. Ranganathan, J. Appl. Phys. **37**, 4346 (1966).
30. D. A. Smith, M. A. Fortes, A. Kelly, B. Ralph, Phil. Mag. **17**, 1065 (1968).
31. S. B. Ranganathan, в сб. Field-ion Microscopy (J. J. Hren, S. Ranganathan, Eds.), Plenum Press, New York, 1968, стр. 1120.
32. M. A. Fortes, D. A. Smith, B. Ralph, Phil. Mag. **16**, 169 (1968).
33. M. A. Fortes, B. Ralph, Phil. Mag. **19**, 181 (1969).
34. J. J. Hren, в сб. Field-ion Microscopy (J. J. Hren, S. Ranganathan, Eds.), Plenum Press, New York, 1968, стр. 102.
35. M. A. Fortes, B. Ralph, Phil. Mag. **14**, 189 (1966).
36. М. И. Михайловский, Кандидатская диссертация (Киев, 1969).
37. Р. И. Гарбер, А. И. Федоренко, УФН **83**, 385 (1964).
38. R. H. Silsbee, J. Appl. Phys. **28**, 1346 (1957).
39. Г. М. Кукавадзе, А. Л. Суворов, Б. В. Шаров, ФММ **27**, 797 (1969).
40. С. Т. Конобеовский, Действие ионизирующих излучений на металлы и сплавы, М., Атомиздат, 1967.
41. Р. И. Гарбер, И. М. Михайловский, Ж. И. Дранова, В. И. Афанасьев, ФММ **23**, 345 (1967).
42. Р. И. Гарбер, Д. И. Дранова, И. М. Михайловский, ЖЭТФ **54**, 714 (1968).
43. H. F. Ryan, J. Suiter, J. Less-common Metals **9**, 258 (1965).
44. Р. И. Гарбер, Ж. И. Дранова, И. М. Михайловский, ФТТ **10**, 1012 (1968).
45. Г. Бете, Ю. Ашкин, в сб. «Экспериментальная ядерная физика» (под редакцией Э. Сегре), т. 1, М., ИЛ, 1955, стр. 241.
46. Н. Бор, Прохождение атомных частиц через вещество, М., ИЛ, 1950.
47. Дж. Динс, Дж. Виньярд, Радиационные эффекты в твердых телах, М., ИЛ, 1960.
48. Г. Кинчин, Р. Пиз, УФН **60**, 590 (1956).
49. Дж. Глен, УФН **60**, 445 (1956).
50. Дж. Слэтер, УФН **47**, 51 (1952).
51. Р. Штернхеймер, в сб. «Принципы и методы регистрации элементарных частиц», М., ИЛ, 1963, стр. 9.

52. А. М. Шалаев, Действие ионизирующих излучений на металлы и сплавы, М., Атомиздат, 1967.
53. R. Gomer, L. W. Swanson, J. Chem. Phys. 38, 1613 (1963).
54. E. W. Müller, в сб. Field-ion Microscopy (J. J. Hren, S. Ranganathan, Eds.), Plenum Press, New York, 1968, стр. 88.
55. Н. Д. Моргулис, УФН 28, 202 (1946).
56. E. W. Müller, Umschau 57, 579 (1957).
57. G. Ehrlich, F. G. Hudda, J. Chem. Phys. 44, 1039 (1966).
58. А. Л. Суворов, Г. М. Кукавадзе, ФММ 27, 347 (1969).
59. В. А. Кузнецов, Г. М. Кукавадзе, Б. М. Стасевич, А. Л. Суворов, Атомная энергия 26, 22 (1969).
60. P. Petroff, J. Washburn, Rev. Sci. Instrum. 39, 317 (1968).
61. P. Petroff, J. A. Washburn, Phys. Status Solidi 32 (1), 427 (1969).
62. А. Л. Суворов, Г. М. Кукавадзе, ФММ 27, 72 (1969).
63. E. Sugata, H. Kim, K. Kasagi, K. Izeiki, S. Kobiyama, Sixth International Congress of Electron Microscopy, Kyoto, 1966, стр. 247.
64. D. G. Brandon, в сб. Field-ion Microscopy (J. J. Hren, S. Ranganathan, Eds.), Plenum Press, New York, 1968, стр. 53.
65. А. Л. Суворов, Г. М. Кукавадзе, ФММ 27, 345 (1969).
66. K. M. Bowkett, J. Hren, B. Ralph, 5th European Conference on Electron Microscopy, Prague, vol. A, 1965, стр. 191.
67. M. J. Attardo, J. M. Galligan, J. Appl. Phys. 38, 418 (1967).
68. M. Wald, Ph. D. Thesis (Cambridge University, 1963).
69. K. M. Bowkett, Ph. D. Thesis (Cambridge University, 1963).
70. В. И. Кирьянко, Л. П. Потапов, ДАН СССР 186 (6), 1309 (1969).
71. M. J. Attardo, J. M. Galligan, Phys. Rev. Lett. 17, 191 (1966).
72. B. Ralph, в сб. Field-ion Microscopy (J. J. Hren, S. Ranganathan, Eds.), Plenum Press, New York, 1968, стр. 171.
73. G. Leifbried, The Interaction of Radiation with Solids, North-Holland Publ. Co., Amsterdam, 1964.
74. G. R. Piercy, Phil. Mag. 5, 201 (1960).
75. A. K. Seeger, Proc. of the 2nd UN Intern. Conference on Peaceful Uses of Atomic Energy, vol. 6, UN Geneva, Switzerland, 1958, стр. 250.
76. В. А. Кузнецов, Г. М. Кукавадзе, Б. М. Стасевич, А. Л. Суворов, в сб. «Монокристаллы тугоплавких и редких металлов», вып. 1, М., «Наука», 1969, стр. 71.
77. D. C. Brandon, N. Wald, Phil. Mag. 6, 1035 (1961).
78. E. W. Müller, Proc. 4th Intern. Symposium on Reactivity Solids (1960), Elsevier Publ. Co., Amsterdam, 1960.
79. D. G. Brandon, M. J. Southon, M. Wald, Intern. Conference on Radiation Damage and Properties of Reactor Materials (Berkeley, 1961), Butterworths, 1962, стр. 113.
80. D. G. Brandon, M. Wald, Disc. Farad. Soc. 31, 73 (1961).
81. A. H. Cottrell, Mem. Sci. Rev. Metallurge 63, 237 (1966).
82. А. Л. Суворов, Г. М. Кукавадзе, А. Ф. Бобков, ЖЭТФ 58 (1), 85 (1970).
83. R. W. Stayer, E. C. Cooper, L. W. Swanson, 12th Field-emission Symposium, Pennsylvania State University, University Park, Pa., 1965.
84. J. A. Hudson, R. S. Nelson, B. Ralph, Phil. Mag. 18, 836 (1968).
85. J. Brinkman, J. Appl. Phys. 25, 961 (1954).
86. K. M. Bowkett, L. T. Chadderton, H. Norden, B. Ralph, Phil. Mag. 11, 651 (1965).
87. K. M. Bowkett, L. T. Chadderton, H. Norden, B. Ralph, Phil. Mag. 15, 415 (1967).
88. R. F. Redmond, R. W. Klingensmith, J. N. Anro, J. Appl. Phys. 33, 3383 (1962).
89. F. P. Bowden, L. T. Chadderton, Proc. Roy. Soc. A-269, 143 (1962).
90. Р. И. Гарбер, Ж. И. Дранова, И. М. Михайловский, В. А. Стратниенко, ЖЭТФ 54, 1025 (1968).
91. B. J. Wacławski, E. W. Müller, J. Appl. Phys. 32, 1472 (1961).