

НОВЫЕ ПРИБОРЫ И МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ

537.533.35.07:539.2

**ПРИМЕНЕНИЕ ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ
В ФИЗИКЕ ТВЕРДОГО ТЕЛА**

**Г. Г. Бондаренко, Л. Н. Быстров, Л. И. Иванов,
Ю. М. Платов**

Метод просвечивающей электронной микроскопии занимает одно из ведущих мест в исследованиях по физике твердого тела и материаловедению. При этом наряду с традиционными структурными исследованиями, этот метод находит применение и в новых областях таких, в частности, как изучение доменной структуры тонких магнитных пленок и электромагнитных свойств сверхпроводящих материалов ¹.

Многие успехи в исследованиях по физике твердого тела последних лет связаны с применением электронных микроскопов с ускоряющим напряжением до 100 кВ. Однако для получения достаточно качественных изображений при использовании таких микроскопов требуются весьма тонкие объекты, при приготовлении которых исследуемая структура может существенно изменяться под действием поверхностных сил.

Для улучшения качества изображения и избавления от нежелательных поверхностных эффектов в последние годы наметилась тенденция к использованию электронных микроскопов с ускоряющим напряжением > 100 кВ. В настоящее время электронные микроскопы с ускоряющим напряжением до 3 Мэв довольно широко применяются в Японии, Франции, Англии и США. Ведется разработка микроскопов с ускоряющим напряжением до 5 Мэв (Арагоннская национальная лаборатория, США) ¹ и 10 Мэв (фирма «JEOL», Япония) ².

Повышение ускоряющего напряжения приводит к улучшению качества электронномикроскопического изображения. Это связано с уменьшением длины волны электронов и уменьшением потерь энергии на единицу длины пробега. Изменение этих параметров электронов приводит к улучшению разрешения, уменьшению хроматической аберации, повышению контраста изображения и уменьшению нагрева объектов. Улучшается и ряд других параметров изображения, а также упрощается методика приготовления и техника просмотра объектов. Существенно расширяются возможности непосредственного исследования процессов, связанных с прохождением электронов в твердых телах ^{3, 4}.

Повышение ускоряющего напряжения приводит не только к улучшению электронномикроскопического изображения. При определенных напряжениях появляется качественно новый эффект взаимодействия электронного пучка с кристаллической решеткой — образование радиационных дефектов. На рис. 1 показаны энергетические зависимости сечений образования радиационных дефектов при электронном облучении для ряда металлов ⁵. Пересечение зависимостей $\sigma_d(E)$ с осью абсцисс рис. 1 дает значения пороговых энергий электронов, необходимых для образова-

ния радиационных дефектов в данных материалах. Величина пороговой энергии электронов (E_t) может быть оценена из уравнения

$$E_d = \frac{2E_t(E_t + 2m_0c^2)}{Mc^2}, \tag{1}$$

где E_d — пороговая энергия смещения атома массы M , m_0 — масса покоя электрона, c — скорость света.

Таблица I

Элемент	Пороговая энергия смещения E_d , эв	Пороговая энергия электронов E_t , кэв	Элемент	Пороговая энергия смещения E_d , эв	Пороговая энергия электронов E_t , кэв
Si	13 ⁶	150	Fe	24 ⁹	430
Al	16 ⁷	170	Ni	24 ⁹	440
Zn	13,5 ⁸	310	Mo	30 ¹⁰	740
Ge	15 ⁶	370	Ta	32 ¹¹	1200
Cu	19 ⁷	390	W	35 ⁷	1300
Ti	29 ⁹	430			

В табл. I приведены значения E_t для ряда элементов, вычисленные по уравнению (1). Из таблицы видно, что и за исключением Ta и W исследование подавляющего большинства материалов в электронных микроскопах при ускоряющем напряжении до 1 Мэ сопровождается образованием радиационных дефектов, а для легких элементов, таких как Si и Al радиационные дефекты образуются при напряжениях менее 200 кэ, которые реализуются во многих, широко распространенных в настоящее время микроскопах.

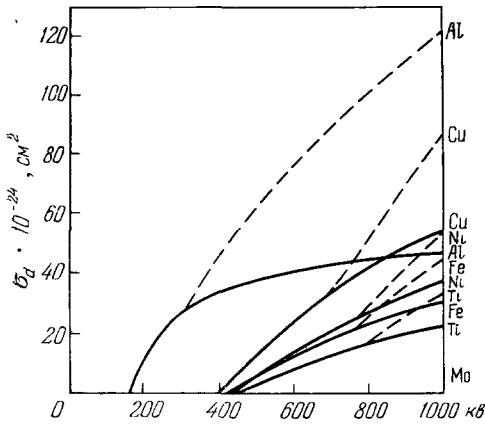


Рис. 1. Энергетические зависимости сечений смещения для электронов в ряде металлов⁵.

Сплошные кривые — без учета возможности вторичных смещений; пунктирные кривые — с учетом возможности вторичных смещений.

Плотность электронного потока в современных электронных микроскопах, работающих в нормальном режиме составляет 1 — 10 а/см² 12, что соответствует интенсивности облучения 6 · 10¹⁸ — 6 · 10¹⁹ см⁻² сек⁻¹. При таких интенсивностях облучения скорость введения радиационных дефектов при энергиях электронов 1 Мэв для большинства материалов, представленных в табл. I будет составлять величину 10⁻³ — 10⁻² ат. смещений в секунду, что на 4—5 порядков превышает скорость введения дефектов, реализуемую обычно в экспериментах по облучению материалов на электронных ускорителях с энергией несколько мегаэлектрон-вольт.

По мере уменьшения энергии электронов до величины близкой к пороговой, скорость введения радиационных дефектов хотя и будет уменьшаться за счет уменьшения сечения смещения $\sigma_d(E)$, однако даже вблизи пороговой энергии будет составлять достаточно большую величину.

Оценим, до каких температур радиационные эффекты при исследовании материалов в высоковольтном электронном микроскопе будут домини-

нирывать. Очевидно, что это будет определяться соотношением между термодинамически равновесной концентрацией точечных дефектов и концентрацией дефектов, вводимых при облучении в высоковольтном микроскопе.

Термодинамическая равновесная концентрация вакансий может быть рассчитана из уравнения

$$c_v = \exp \left(\frac{\Delta S_F^V}{k} \right) \exp \left(-\frac{E_F}{kT} \right), \quad (2)$$

где ΔS_F^V — изменение энтропии при образовании вакансии, E_F — энергия образования вакансии, k — постоянная Больцмана, T — абсолютная температура.

Поскольку скорости введения радиационных дефектов в высоковольтном микроскопе **очень высокие**, можно считать, что отжиг радиационных вакансий определяется, в основном, механизмом взаимной рекомбинации дефектов. Для динамического равновесия ¹³

$$c_v = \sqrt{\frac{k}{v_i}}; \quad (3)$$

$v_i = v_0 \exp(\Delta S_m^i/k) \exp(E_m^i/kT)$ — частота перескоков междоузельного атома, v_0 — частота атомных колебаний, ΔS_m^i — изменение энтропии при миграции междоузельного атома, E_m^i — энергия движения междоузельного атома.

На рис. 2 приведены концентрации вакансий, рассчитанные по уравнениям (2) и (3) для меди. Зависимость c_v при облучении соответствует скорости введения некоррелированных дефектов $3 \cdot 10^{-4} \text{ см}^{-2} \text{ сек}^{-1}$ при интенсивности облучения $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2} \text{ сек}^{-1}$ и энергии электронов 1 Мэв. Можно видеть, что вплоть до температуры $0,65 T_{\text{пл}}$ (точка встречи прямых на графике) концентрация радиационных дефектов будет существенно превышать термодинамически равновесную величину ($T_{\text{пл}}$ — температура плавления в °K). При температуре 770° K это превышение составляет 1,5 порядка, а при комнатной температуре — более 10 порядков.

Следует отметить, что в экспериментах по облучению твердых тел на электронных ускорителях концентрация радиационных дефектов превышает термодинамически равновесную концентрацию дефектов до температур не более $0,4 T_{\text{пл}}$.

Таким образом, при электронно-микроскопических исследованиях твердых тел в условиях, когда ускоряющее напряжение превышает пороговую величину, в широком интервале температур в исследуемые объекты вводится очень высокая концентрация радиационных дефектов. Очевидно, что в этих условиях исследуется не исходная структура материала, а результат взаимодействия этой структуры с радиационными дефектами и ее изменение при протекании радиационно-стимулированных процессов (таких, например, как радиационно-усиленная диффузия).

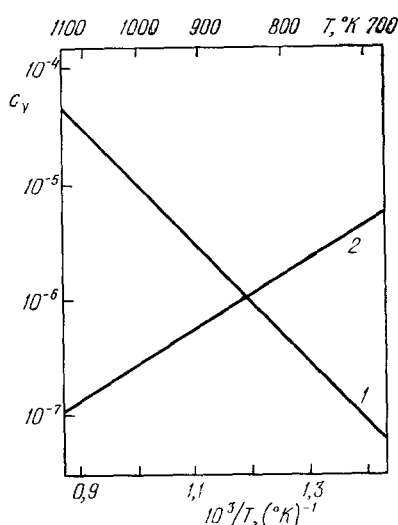


Рис. 2. Температурная зависимость равновесной концентрации вакансий в Cu (1) и динамически равновесной концентрации вакансий в Cu при облучении электронами с энергией 1 Мэв и интенсивности $5 \times 10^{19} \text{ см}^{-2} \text{ сек}^{-1}$ (2).

Поэтому при проведении нерадиационных электронно-микроскопических исследований необходимо использовать ускоряющее напряжение ниже соответствующих пороговых значений для данного материала. Однако, в этом случае в значительной степени теряются достоинства высоковольтной электронной микроскопии и, в первую очередь, преимущества просмотра массивных объектов. Другой путь, связанный со снижением интенсивности пучка, не эффективен, так как проигрыш в качестве изображения значительно превышает несущественный выигрыш в уменьшении радиационной повреждаемости.

Еще до появления высоковольтных электронных микроскопов, просвечивающая электронная микроскопия широко использовалась (и используется в настоящее время) для исследования радиационных повреждений и фазовых превращений, связанных с радиационно-стимулированными процессами. В этом качестве она служила только методом фиксации предварительного радиационного воздействия или последствия, связанного с отжигом радиационных повреждений. Высоковольтная электронная микроскопия сочетает одновременно и метод воздействия и метод исследования, что открывает новые уникальные возможности ее применения в радиационной физике твердого тела. При этом, в радиационных исследованиях, в отличие от нерадиационных, практически в полной мере можно использовать все те преимущества в качестве электронно-микроскопического изображения, которые дает высокое ускоряющее напряжение.

Одна из наиболее важных сфер применения высоковольтной электронной микроскопии связана с возможностью моделирования воздействия на твердые тела тяжелых заряженных частиц и нейтронов.

Известно, что специфика радиационного повреждения твердых тел при облучении тяжелыми частицами и, в частности, нейтронами заключается в образовании, наряду с точечными дефектами, скопления радиационных дефектов, петель дислокаций и пор. При низких же интенсивностях электронных потоков в обычных ускорителях на энергии несколько Мэв, до недавнего времени в твердых телах не удавалось получить аналогичных дефектов, видимых в электронном микроскопе. Лишь в последнее время появился ряд работ, где скопления радиационных дефектов обнаружены в некоторых металлах (Al^{14} , Au^{15} , Ag^{16} , Ni^{17}) после облучения высокой интенсивностью на электронных ускорителях. На рис. 3 и 4 показаны скопления радиационных дефектов, обнаруженные в Al и Ag.

Однако при проведении подобных исследований с использованием ускорителей и микроскопов с невысоким ускоряющим напряжением имеют место большие потери радиационных дефектов либо при облучении, либо при последующем утонении объектов. Как показано в ряде исследований, поверхностный слой, в котором дефекты практически не наблюдаются, в зависимости от материала может составлять более нескольких сотен Å (см., например, ¹⁸). Очевидно, что обнаружить скопления радиационных дефектов, применяя обычные электронные микроскопы, задача весьма сложная.

При использовании высоковольтных электронных микроскопов условия для зарождения, роста и последующего исследования скоплений радиационных дефектов неизмеримо лучше. Прежде всего, высокие интенсивности облучения создают в очень короткие промежутки времени скопления и дислокационные петли достаточно большого размера. В этом случае даже очень высокая концентрация примесей — ловушек для радиационных дефектов — не может полностью подавить процесс образования скоплений, так как в условиях высоких концентраций радиационных дефектов скопления одновременно могут зарождаться как на примесях, так и при встрече идентичных дефектов. Более того, в этих условиях, варьируя

интенсивностью облучения или концентрацией примесей, можно проследить за доминирующим влиянием того или иного механизма образования скоплений. В самое последнее время с применением высоковольтных микроскопов и ускорителей выполнен ряд исследований, где показано, что

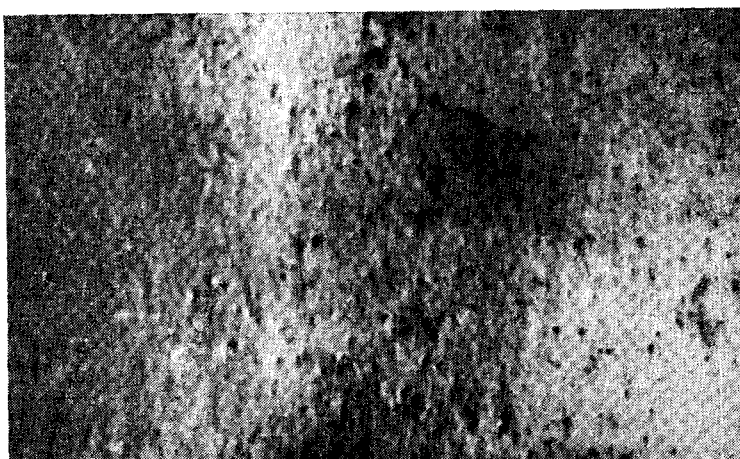


Рис. 3. Скопления радиационных дефектов в Al, облученном при комнатной температуре электронами с энергией 2,3 Мэв¹⁴.
Доза облучения — $7,2 \cdot 10^{18}$ см⁻².

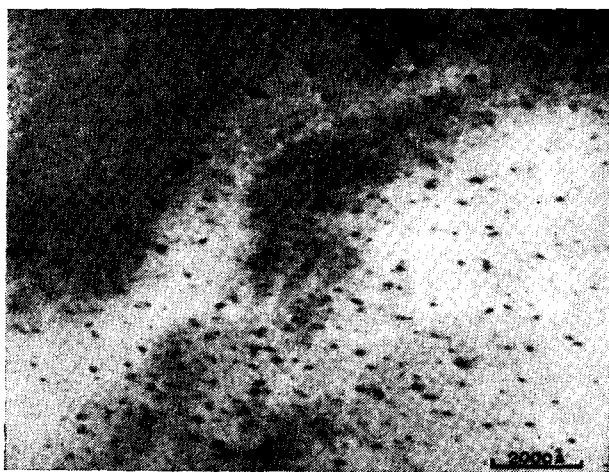


Рис. 4. Скопления радиационных дефектов в Ag, облученном (и исследованном) при температуре < 250 °К электронами с энергией 3,0 Мэв¹⁵.
Доза облучения — $6,7 \cdot 10^{18}$ см⁻².

роль примесей настолько велика, что даже незначительное изменение их концентрации оказывает существенное влияние на процессы зарождения и роста скоплений. Так для Au чистотой 99,9999% концентрация скоплений после облучения при 130° К электронами с энергией 3 Мэв при дозах $> 10^{18}$ см⁻² составляет $8 \cdot 10^{14}$ см⁻³, а для Au чистотой 99,99% — $2 \cdot 10^{16}$ см⁻³¹⁵. Для равных доз облучения средний размер скоплений в Au

чистотой 99,9999% был выше, чем в Au чистотой 99,999%. Аналогичные результаты получены для Ni^{19} .

Преимущества проведения подобных исследований непосредственно в высоковольтных электронных микроскопах по сравнению даже с высоко-точными ускорителями неоспоримы, поскольку отпадает необходимость предотвращения изменений структуры при подготовке и установке облученного объекта для исследования.

Возможность просмотра массивных объектов позволяет не только в значительной степени избавиться от нежелательных поверхностных

эффектов, но и исследовать распределение радиационных дефектов по глубине в достаточно широких пределах. На рис. 5 и 6 показаны радиационные дислокационные петли и их распределение в Si, облученной в высоковольтном электронном микроскопе электронами с энергией 600 кэв¹⁸. Как видно,

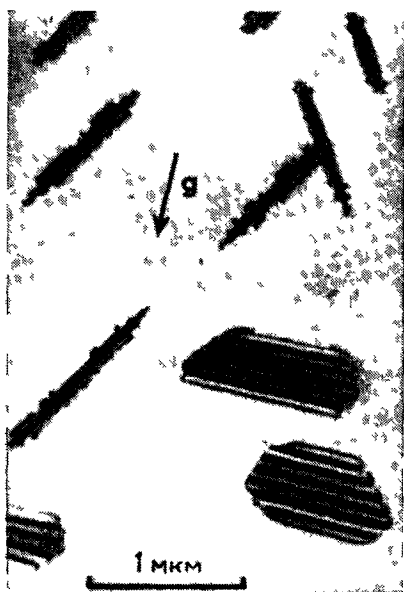


Рис. 5. Дислокационные петли в Si, облученной в высоковольтном микроскопе электронами с энергией 600 кэв¹⁸.

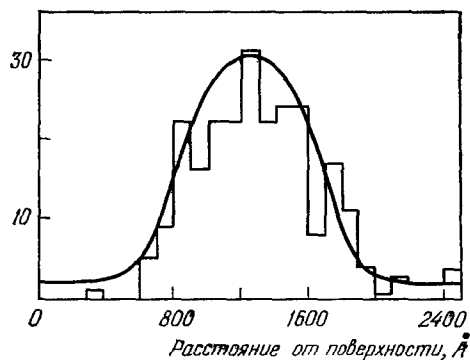


Рис. 6. Распределение дислокационных петель в фольге Si толщиной 2500 Å, облученной в высоковольтном микроскопе электронами с энергией 600 кэв¹⁸.

в этом случае глубина обедненного слоя, где дефекты практически не наблюдаются, составляет ~ 600 Å. Когда глубина обедненного слоя сравнима с толщиной образца, кинетика роста скоплений, как показано Норисом²⁰, полностью определяется уходом радиационных дефектов на поверхность. Таким образом, только на образцах толщиной значительно большей глубины обедненного слоя можно удовлетворительно моделировать процессы образования скоплений в массивных кристаллах.

Можно назвать целый ряд перспективных направлений, которые открываются при использовании высоковольтных электронных микроскопов для введения и изучения радиационных скоплений и дислокационных петель. К таким направлениям можно отнести исследование пространственного распределения радиационных дефектов при пробеге тяжелых частиц, ускоренных непосредственно в колонне электронного микроскопа, исследования совместного воздействия электронов и других частиц, изучение эффективности стоков различного типа, исследование геометрии и природы скоплений и дислокационных петель. В последнем случае уже сейчас достигнуты определенные успехи.

Введение скоплений и дислокационных петель при облучении в высоковольтном электронном микроскопе — это только одна из сторон моделирования радиационных повреждений в твердых телах при воздействии тяжелых частиц и нейтронов. Специфика изменения свойств при облучении тяжелыми частицами во многом определяется также образованием пор, оказывающим, пожалуй, доминирующее влияние на работоспособность материалов, применяемых в реакторостроении и ряде других областей техники.

Впервые образование пор при электронном облучении в высоковольтном микроскопе наблюдали в Ni, содержащем примесь аргона, введенную предварительной ионной бомбардировкой²¹ (рис. 7²²). Впоследствии было установлено, что специальное введение газовых примесей не является обязательным условием для образования пор при облучении в высоковольтном электронном микроскопе. Концентрация газов, необходимая



Рис. 7. Дислокации и поры, обнаруженные в Ni с примесью аргона при облучении электронами в высоковольтном микроскопе²².

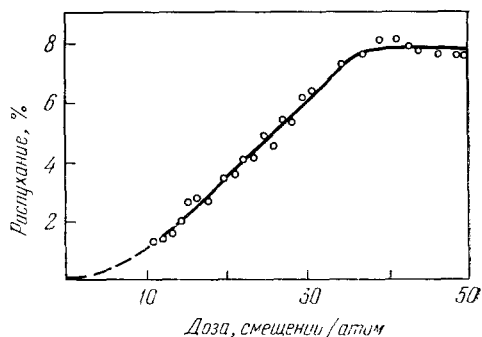


Рис. 8. Типичная зависимость распухания Ni при облучении в высоковольтном электронном микроскопе²⁴.

Скорость атомных смещений — $2 \cdot 10^{-3}$ сек⁻¹, температура — 450° C.

для стабилизации зародышей пор, по некоторым оценкам составляет $< 10^{-8}$ и вполне может присутствовать в виде естественных примесей, особенно в промышленных материалах, что было подтверждено при облучении нержавеющей сталей²³.

На рис. 8 показана типичная зависимость изменения объема никеля в результате образования пор (распухание) при облучении в высоковольтном электронном микроскопе при скорости атомных смещений $2 \cdot 10^{-3}$ сек⁻¹ и температуре 450° C²⁴.

За исключением небольшого начального периода, который связан с влиянием поверхности, как стока для радиационных дефектов, кинетика распухания как для Ni, так и для промышленных реакторных материалов, практически полностью соответствует кинетике распухания этих материалов при нейтронном облучении.

К настоящему времени выполнен большой комплекс исследований по влиянию температуры облучения, поверхности, дозы, примесей и дислокационной структуры на процессы образования пор в высоковольтных электронных микроскопах^{23, 25, 26}. В результате этих исследований получено, пожалуй, больше полезной информации о механизмах порообразо-

вания, чем было накоплено за все предыдущие годы, когда факты черпались, в основном, только из реакторных экспериментов.

С помощью высоковольтных электронных микроскопов удалось, в частности, показать, что процесс роста пор тесно связан с плотностью дислокаций, изменением дислокационной структуры при облучении и взаимодействием дислокаций с растущими порами. Установлено, что зарождение и рост пор при облучении наблюдается, как правило, вблизи дислокаций. Дислокации поглощают междоузельные атомы и обогащают зону вблизи поры вакансиями, способствуя тем самым ее росту. Важным результатом этих исследований можно считать также доказательство того, что механизм порообразования, связанный с наличием каскадов смещений, не является доминирующим, как это предполагалось ранее.

Возможность образования разрешимых дефектов непосредственно при облучении в электронном микроскопе позволяет использовать метод высоковольтной электронной микроскопии для определения пороговых энергий смещения и исследования энергетических зависимостей сечений смещения.

Обычно в радиационной физике твердого тела для определения этих величин при электронном облучении используется метод измерения электросопротивления. При измерении эффективных значений E_d и $\sigma_d(E)$ на поликристаллических образцах, метод электросопротивления позволяет получить достаточно надежные результаты. Однако, при определении этих величин для различных ориентаций монокристаллов достоверность полученных результатов существенно ухудшается. В первую очередь это связано с тем, что определение E_d и $\sigma_d(E)$ методом измерения электросопротивления проводится на достаточно толстых образцах (10—50 мкм), в которых расходимость первичного пучка из-за многократного рассеяния электронов весьма велика. Так, для Cu толщиной 12 мкм среднеквадратичная расходимость пучка электронов с энергией, близкой к пороговой, составляет 27° ²⁷. Углы же между направлениями $\langle 100 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ в ГЦК решетке равны соответственно 45; 35,3 и $54,7^\circ$. Поэтому смещения, возникающие из-за многократного рассеяния в других направлениях, в значительной степени смазывают ориентационные эффекты. Этим во многом объясняются практически равные величины E_d , определяемые методом измерения электросопротивления для различных направлений монокристаллов.

Для измерения E_d и $\sigma_d(E)$ в высоковольтном электронном микроскопе можно использовать образцы в сотни раз более тонкие, что существенно уменьшает ошибки, связанные с многократным рассеянием.

Таблица II

Элемент	$\langle hkl \rangle$	E_d , эв	Элемент	$\langle hkl \rangle$	E_d , эв
Al		16 ²⁸	Co (гекс.)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	23±0,5 ³⁰
Au	$\langle 100 \rangle$	33 ²⁹	Co (гекс.)	$\langle 1010 \rangle$	30±1,0 ³⁰
Ni	$\langle 100 \rangle$	31±1,5 ¹⁹	Co (гекс.)	$\langle 0001 \rangle$	33±1,0 ³⁰
Ni	$\langle 110 \rangle$	23±2 ¹⁹	Cu	$\langle 100 \rangle$	21,6 ³¹
Ni	$\langle 111 \rangle$	28±1,5 ¹⁹	Cu	$\langle 110 \rangle$	19,2 ³¹
Co (ГЦК)	$\langle 110 \rangle$	23±0,5 ³⁰	Cu	$\langle 110 \rangle$	23,6 ³¹
Co (ГЦК)	$\langle 100 \rangle$	30±1,0 ³⁰			

В табл. II приведены значения пороговых энергий смещений для ряда металлов, измеренные с использованием электронной микроскопии, а на рис. 9 показаны энергетические зависимости сечений смещения для напри-

влений $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ в Ni, полученные также методом высоковольтной электронной микроскопии¹⁹.

Практически все работы по определению E_d и $\sigma_d(E)$ методом высоковольтной электронной микроскопии выполнены при температурах, где радиационные дефекты подвижны и могут образовывать скопления. Поэтому величины E_d и $\sigma_d(E)$ измеряемые в этих экспериментах, относятся в отличие от метода измерения электросопротивления не к образованию близких пар Френкеля, а к появлению подвижных дефектов. В последнее время однако появились работы, где метод высоковольтной электронной микроскопии используется и для исследования низкотемпературных радиационных повреждений. Так, в Ni скопления радиационных дефектов обнаружены после облучения в высоковольтном электронном микроскопе при 8 °K^{32, 33}. Диффузионным путем скопления радиационных дефектов при 8 °K образованы быть не могут. Поэтому их появление может быть связано с дефокусировкой последовательностей соударений, либо на примесях, либо на неподвижных междоузельных атомах. Возможно также, что эти скопления возникли в результате взаимодействия полей напряжений, идентичных дефектов.

Перспективность дальнейших работ в этой области несомненна, так как появляется возможность исследования как механизмов атомных смещений, так и специфических особенностей структуры низкотемпературных скоплений. Другие методы исследования вряд ли смогут в этой области достойно конкурировать с методом высоковольтной электронной микроскопии.

Изучение кинетики диффузионного роста скоплений, дислокационных петель и пор при облучении отожженных материалов непосредственно в высоковольтном электронном микроскопе позволяет определять диффузионные параметры радиационных точечных дефектов. Аналогичная информация может быть также получена, если использовать образцы, в которые предварительно введены дефекты вакансионного типа (тетраэдрические дефекты упаковки, вакансионные скопления и петли дислокаций). При облучении таких объектов в интервале температур, где диффузионные потоки междоузельных атомов к вакансионным стокам будут существенно превышать потоки вакансий, размер и концентрация предварительно введенных дефектов будет уменьшаться за счет аннигиляции на них подвижных междоузельных атомов. Примером подобных исследований может служить работа, где проводилось изучение кинетики отжига тетраэдрических дефектов упаковки в золоте при облучении ионами аргона, ускоренными в колонне просвечивающего электронного микроскопа в интервале температур от -130 до +70 °C³⁴. По данным этого исследования энергия активации движения междоузельных атомов в Au определена равной 0,75 эв.

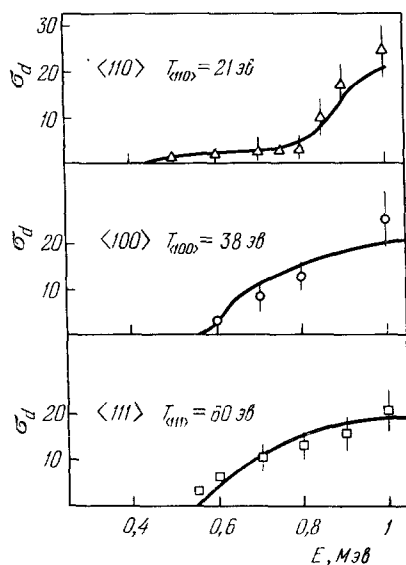


Рис. 9. Теоретические (сплошные линии) и экспериментальные зависимости сечений смещения для различных кристаллографических направлений в Ni, полученные методом высоковольтной электронной микроскопии¹⁹.

Метод просвечивающей электронной микроскопии может быть также с успехом применен и для исследования процессов отжига радиационных, деформационных и закалочных дефектов. В этом направлении уже выполнен ряд исследований для Au, Ag, Cu и Al, где изучалась кинетика отжига как радиационных междоузельных петель, так и пор, введенных предварительной закалкой. Величины энергий активации (1,75 эв для Au³⁵, 1,85 эв для Ag³⁵, 2,05 эв для Cu^{35,36} и 1,31 эв для Al³⁷ и температурные зависимости коэффициентов самодиффузии находятся в хорошем согласии с аналогичными данными, полученными методом радиоактивных изотопов.

Возможность получать в высоковольтном электронном микроскопе очень высокие концентрации радиационных точечных дефектов позволяет в достаточно широком диапазоне температур проводить исследования радиационно-стимулированных процессов. Действительно, если при использовании электронных ускорителей и реакторов эти исследования были ограничены температурами до $0,4 T_{пл}$, то использование высоковольтных электронных микроскопов дает возможность расширить температурный интервал, где радиационно-стимулированные процессы будут доминировать до $0,65 T_{пл}$. В настоящее время выполнены исследования по интенсификации распада пересыщенных твердых растворов на основе Si^{38,39} и рекристаллизации в Cu и нержавеющей сталях⁴⁰.

Особенно перспективны в этой области, на наш взгляд, исследования, связанные с использованием высоковольтных электронных микроскопов для получения и исследования фаз, которые в условиях термодинамического равновесия не образуются из-за низких коэффициентов термической диффузии. Такие примеры в радиационной физике твердого тела уже известны — здесь имеется в виду появление упорядоченной фазы типа AuCu после облучения сплава Fe — Ni в результате радиационного усиления диффузии⁴¹.

Если процессы радиационно-усиленной диффузии способствуют приближению облучаемых систем к термодинамическому равновесию, то последовательности замещающих соударений приводят к обратному эффекту — разупорядочению исходной структуры. И в этом направлении использование высоковольтных электронных микроскопов может дать полезную информацию о динамике радиационных повреждений. Такие исследования уже ведутся в плане изучения ориентационной зависимости разупорядочения упорядочивающихся сплавов при облучении в высоковольтном электронном микроскопе⁴².

Большие возможности открываются при использовании высоковольтной электронной микроскопии для исследования взаимодействия радиационных дефектов с дислокационной структурой. Как показано нами и в ряде других исследований (см., например,⁴³), уже на ранних стадиях облучения, когда скопления радиационных дефектов еще не наблюдаются, дислокационная структура претерпевает заметные изменения. Характерные особенности такой структуры заключаются в появлении большого числа порогов и перегибов на дислокационных линиях (рис. 10). При увеличении дозы облучения первоначальная дислокационная структура может претерпевать существенные изменения за счет процессов неконсервативного движения в условиях большого пересыщения точечными дефектами. При движении дислокации взаимодействуют друг с другом, скоплениями радиационных дефектов и исчезают на поверхности кристалла.

Возможность в процессе исследования прикладывать к образцу механические напряжения делает перспективным применение высоковольтных электронных микроскопов для исследования таких практически важных явлений, как радиационная ползучесть и релаксация напряжений. В этом случае по изменению дислокационной структуры можно более корректно

анализировать механизмы этих явлений. Кроме того, такие исследования позволят практически в полной мере моделировать условия работы материалов в ядерных энергетических установках.

В настоящее время ведутся большие исследования, связанные с разработкой радиационно-стойких материалов. Роль высоковольтных электронных микроскопов, которые за короткий промежуток времени могут создавать в материалах огромные концентрации радиационных дефектов

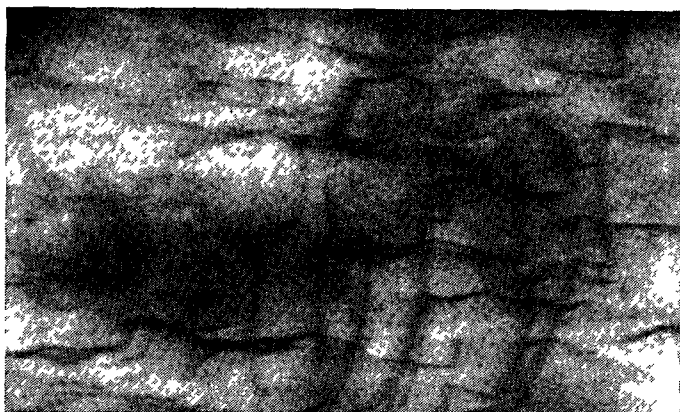


Рис. 10. Дислокационная структура деформированного растяжением Al, облученного электронами дозой $7,2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$.

при одновременном исследовании их поведения трудно переоценить, особенно учитывая перспективность использования реакторов на быстрых нейтронах. Не случайно сейчас значительная часть исследований, проводимых с использованием высоковольтных электронных микроскопов, связана именно с этой проблемой ⁴⁴. Преимущества моделирования радиационных повреждений с помощью высоковольтных электронных микроскопов по сравнению с непосредственными реакторными экспериментами связаны с экспрессностью, наглядностью и экономичностью. Основными проблемами при таком моделировании пока остаются: проблема корректного расчета эквивалентного числа смещений при электронном облучении и облучении тяжелыми частицами и возможность достоверного соответствия результатов, получаемых на тонких и массивных кристаллах. Вторая проблема, по-видимому, не является критичной в связи с перспективами повышения ускоряющего напряжения высоковольтных электронных микроскопов.

Проведенный анализ применения высоковольтных электронных микроскопов в физике твердого тела показывает, что они, прежде всего, являются чрезвычайно эффективным инструментом для изучения механизма радиационных воздействий. Их использование для обычных структурных исследований, учитывая сопутствующие радиационные повреждения, весьма ограничено и, следовательно, неэффективно.

Авторы выражают признательность директору лаборатории электронной оптики Национального центра научных исследований проф. Б. Жуфре (Франция) за предоставление материалов, которые были использованы при подготовке данной статьи.

Институт металлургии им. А. А. Байкова
АН СССР

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. A. Pande, C. S. Pande, *Lab. Practice* **19**, 1127 (1970).
2. H. Hashimoto, *Jernkont. Ann.* **155**, 479 (1971).
3. B. Jouffrey, *Spectra* **9**, 23 (1974).
4. H. Hiroshi, *J. Phys. Soc. Japan* **35**, 224 (1973).
5. M. I. Makin, *Jernkont. Ann.* **155**, 509 (1971).
6. I. Loferski, P. Rappaport, *Phys. Rev.* **98**, 1630 (1955).
7. G. W. Iseler, H. I. Dawson, A. C. Mehner, J. W. Kauffman, *ibid.* **146**, 468 (1966).
8. F. Maury, A. Lucasson, P. Lucasson, *Cryst. Lattice Defects* **2**, 47 (1971).
9. P. G. Lucasson, R. M. Walker, *Phys. Rev.* **127**, 485 (1962).
10. R. Rizk, P. Vajda, F. Maury, A. Lucasson, P. Lucasson, *Phys. Stat. Sol.* **a14**, 135 (1972).
11. G. Youngblood, S. Myrha, J. Deford, *Phys. Rev.* **188**, 1101 (1969).
12. M. I. Makin, in: *Septieme Congres international de microscopie electronique, Grenoble, 1970*, p. 213.
13. J. G. Dienes, A. C. Damask, *J. Appl. Phys.* **29**, 1713 (1958).
14. Г. Г. Бондаренко, Л. И. Иванов, *Физ. и хим. обраб. материалов* **6**, 7 (1972).
15. Y. Schimomura, *Phil. Mag.* **19**, 773 (1969).
16. Y. Schimomura, *J. Appl. Phys.* **41**, 749 (1970).
17. A. Bourret, D. Dautreppe, *Phys. Stat. Sol.* **29**, 283 (1968).
18. M. Itohorski, M. S. Spring, *Phil. Mag.* **20**, 167, 937 (1969).
19. A. Bourret, *Phys. Stat. Sol.* **4**, 813 (1971).
20. D. I. R. Norris, *Phil. Mag.* **22**, 180, 1273 (1970).
21. D. I. R. Norris, *Nature* **227**, 830 (1970).
22. D. I. R. Norris, *Phil. Mag.*, **23**, 181, 135 (1971).
23. I. T. Buswell, S. B. Fisher, J. E. Harbottle, D. I. R. Norris, K. R. Williams, in: *Conference on Radiation-induced voids in Metals, Albany, 1971*.
24. D. I. R. Norris, *Phys. Stat. Sol.* **a4**, K5 (1971).
25. D. I. R. Norris, *Rad. Effects* **14**, 1 (1972).
26. D. I. R. Norris, *ibid.* **15**, 1.
27. A. Sosin, K. Carr, *Phys. Stat. Sol.* **8**, 481 (1965).
28. A. Wolfenden, *Rad. Effects* **14**, 225 (1972).
29. M. O. Ruault, B. Jouffrey, *C. R. Ac. Sci.* **B275**, 451 (1972).
30. L. M. Howe, *Phil. Mag.* **22**, 965 (1970).
31. M. J. Makin, in: *Atomic Collision Phenomena in Solids, 1969, Amsterdam, North-Holland, 1970*, p. 205.
32. K. Urban, in: *Proc. of 5th European Congress on Electron Microscopy, London — Bristol, 1972*, p. 568.
33. K. Urban, *J. Microscopy*, **97**, 121 (1973).
34. J. A. Venables, R. W. Balluffi, *Phil. Mag.* **11**, 113, 1021 (1965).
35. J. M. Rojo, L. Бру, цит. в ¹² сборник, п. 235.
36. H. G. Bowden, R. W. Balluffi, *Phil. Mag.* **20**, 1001 (1969).
37. T. E. Volin, R. W. Balluffi, *Phys. Stat. Sol.* **25**, 163 (1968).
38. E. Nes, J. Washburn, *Jernkont. Ann.* **155**, 527 (1971).
39. E. Nes, J. Washburn, *J. Appl. Phys.* **42**, 3559 (1971).
40. K. R. Williams, S. B. Fisher, I. R. McLaughlin, *Rad. Effects* **7**, 203 (1971).
41. L. Necl, in: *Third United Nations International Conference on Peaceful Uses of Atomic Energy, v. 92, Geneva, 1964*, p. 2.
42. A. Cordier, A. Degeilh, F. Reynaud, *C. R. Ac. Sci.* **B271**, 988 (1970).
43. M. J. Coringe, U. Valdre, *Rad. Effects*, **1**, 133 (1969).
44. M. Goringe, *J. de Microscopie* **16**, 169 (1973).