

INIS DOCUMENT

TRN IL9204756

הדמיית נזקי קרינת נייטרונים בנתך אלומיניום A-5
באמצעות השתלה יונית

אברהם מוניץ, קרלוס קוטלר

תשרי תשנ"ב - ספטמבר 1991

English title and abstract included



LEGAL NOTICE

This publication is issued by the Nuclear Research Centre - Negev, Israel Atomic Energy Commission. Neither the Nuclear Research Centre - Negev, nor its contractors, nor any person acting on their behalf or on behalf of the Israel Atomic Energy Commission

make any warranty or representation, express or implied, with respect to the accuracy, completeness, or usefulness of the information contained in this publication, or that the use of any information, apparatus, method or process disclosed in this publication will not infringe upon privately owned rights, or

assume any liability with respect to the use of, or for damages resulting from the use of any information, apparatus, method or process disclosed in this publication.

Mention of commercial products, their manufacturers, or their suppliers in this publication does not imply or connote approval or disapproval of the products by the Nuclear Research Centre - Negev or by the Israel Atomic Energy Commission.

הודעה משפטית

פרסום זה מתא לאור עליידי הקריה למחקר גרעיני - נגב, הוועדה לאנרגיה אטומית של ישראל.

הקריה למחקר גרעיני - נגב והפעלים מטעמה או בשמה, או מטעם הוועדה לאנרגיה אטומית של ישראל או בשם

אינם אחראים או ערבים, אחריות או ערבות כלשהי, במפורש או שלא במפורש, לדיוק, לשלמות ולשימוש מושיות של המידע הכלול בפרסום זה או לכך שהשימוש בכל מידע, מכשיר, שיטת או תהליך הנתון בפרסום זה לא יפגע בזכויות פרטיות של אחרים,

ואינם מקבלים על עצמם כל התחייבות כגון ה- שימוש או נוקי השימוש בכל מידע, מכשיר, שיטת או תהליך הנתון בפרסום זה.

הציון של מוצרים מסחריים, של יצרניהם או של ספקיהם בפרסום זה אין משמעו אישור המוצרים עליידי הקריה למחקר גרעיני - נגב או עליידי הוועדה לאנרגיה אטומית של ישראל.

This publication and more information about its subject matter may be obtained at the following address:

Scientific and Technical Information Department
Nuclear Research Centre - Negev
P. O. Box 9007
84 180 Beer-Sheva, ISRAEL

ניתן להשיג את הפרסום הזה וכן מידע נוסף בנושא הפרסום עליידי מייח לכתובת:

יחידת המידע
הקריה למחקר גרעיני - נגב (ק"מ)
9007
הי"ד 84 180

הדמיית נזקי קרינת ניוטרונים בנתך אלומיניום A-5 באמצעות השתלה יונית

אברהם מוניץ, קרלוס קוטלר

תשרי תשנ"ב - ספטמבר 1991

תקציר

הדמיית נזקי קרינת ניוטרונים בנתך אלומיניום A-5 בוצעה באמצעות השתלה יונית. במחקר בוצעה השתלה יונית של פרוטונים (H^+) ושל הליום (He^+) עד למנה של $2 \times 10^4 \mu Ci$. נזקי ההשתלה נבדקו באמצעות מיקרוסקופ אלקטרוני סרוק. נמצא כי הפרוטונים גרמו להיווצרות blistering ולהופעת מורים בפני השטח; כמות ה-blisters והחורים תלויה בדוזה המושחלת. לעומת זאת, השחלת הדליום גרמה להסרה מקומית (sputtering) של שכבות חומר ולחופעת ה-flaking.

SIMULATION OF NEUTRON IRRADIATION DAMAGE IN Al-A5 ALLOY BY ION IMPLANTATION

Abraham MUNITZ and Karlos COTLER

September 1991

ABSTRACT

Ion implantation was used to simulate neutron irradiation damage in Al-A5 alloys. The damage was investigated by scanning electron microscopy. H^+ and He^+ ions were implanted up to a dose of $2 \times 10^4 \mu Ci$. It was found, that H^+ ions caused the appearance of blisters and holes on the surface. The density of the blisters and holes is a function of the implanted dose. The He^+ ions caused sputtering of the surface via flaking.

תוכן הענייניםעמוד

1	מבוא ומטרת העבודה	1
2	רקע ספרותי	2
2	נזקי קרינת ניוטרונים	2.1
2	נזקי קרינת ניוטרונים מהירים	2.1.1
4	תגובות גרעיניות של ניוטרונים איטיים עם אלומיניום	2.1.2
5	סיכום	2.1.3
5	נזקי השתלה יונית	2.2
5	כללי	2.2.1
7	השפעות השתלה יונית על המיקרו-מיבנה	2.2.2
8	השפעת ההליום על חומרי המיבנה	2.3
9	ניסויי	3
10	תוצאות ודיון	4
10	השתלת יוני H^+	4.1
12	השתלת יוני He	4.2
15	המלצות להמשך המחקר	5
15	הבעת תודה	
16	סימוכין	

1 מבוא ומטרת העבודה

לחומרי מיבנה הנמצאים בכור נגרמים נזקי קרינה כתוצאה מחשיפתם לקרינת ניוטרונים איטיים ומהירים. רמת הנזק תלויה במספר גורמים שאחד מהחשובים שבהם, הוא השטף האינטגרלי של הניוטונים האיטיים והמהירים. ככל ששטף זה גבוה יותר, כך נזקי הקרינה גבוהים יותר. בכדי להעריך את עמידות חומר המיבנה בהקרינה, יש לבצע ניסויים בהם החומר יוקרן בכור לשטפים גבוהים, המושגים בהקרנות למשך מספר רב של שנים.

אחת הדרכים המקובלות להדמיית נזקי קרינה, היא בהפצצה יונית של החומר; כפי שיוצג בהמשך, הנזקים מצטברים בשכבה דקה של כ- 10 ± 30 (סימוכין 1 ± 3). כתוצאה מכך, נגרמים נזקים גדולים בחומר תוך מספר דקות. נזקים אלו הם שווי-ערך לנזק המצטבר במספר רב של שנות הקרינה של ניוטרונים בכור.

אחד מחומרי המיבנה החשובים בכור מים כברים (מכ"ר), הוא מיכל הכור הבנוי מאלומיניום-A5 (A1-A5). נזקי הקרינה במיכל זה, מצטברים וגדלים עם הזמן בעקבות חשיפתו לשטף האינטגרלי של הניוטונים האיטיים והמהירים, הגדל עם הזמן.

להלן מטרת המחקר:

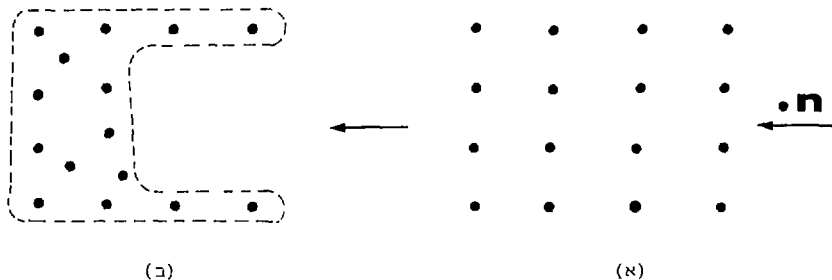
- (א) יצירת תשמית ידע שתאפשר הדמיית נזקי קרינה בחומרים בכלל, ובאלומיניום כפרט, באמצעות הפצצה יונית.
- (ב) השוואת נזקי הקרינה של A1-A5 הנוצרים בהקרנת ניוטרונים בכור, לנזקים הנוצרים בהפצצה יונית.

2 רקע ספרותי2.1 נזקי קרינת ניוטרונים2.1.1 נזקי קרינת ניוטרונים מהירים

אפשר לסווג את נזקי קרינת הניוטרונים המהירים לשני סוגים:

(א) נזק הנוצר כתוצאה מאנרגיית הפגיעה:

ניוטרון מהיר הינו ניוטרון בעל אנרגיה גבוהה ($E > 0.2 \text{ MeV}$), בפוגעו באלומיניום הוא יוצר במקום הפגיעה שני אזורים, איזור העשיר בעדרונים (vacancies) ואיזור העשיר בחירונים (interstitials), כמוצג בציור 1.



ציור 1 תיאור סכימתי של גביש לפני ואחרי תגיעת הניוטרון המהיר.

(א) לפני הפגיעה;

(ב) לאחר הפגיעה; נוצרים בגביש שני אזורים: איזור עשיר בחירונים ואיזור

עשיר בעדרונים.

כמות הנזק נמדדת בשיעור ההזזות לאטום - dpa (displacement per atom). לדוגמה, 4 dpa משמעותו, שכל אטום בגביש עבר 4 הזזות, שכל אחת מהן שוות-ערך למרחק של פרמטר השריג. כמות הנזק הנגרמת תלויה במספר גורמים:

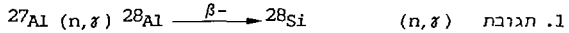
1. בפרופיל האנרגיה של שטף הניוטרונים. ככל שמספר הניוטרונים בעלי האנרגיות הגבוהות ($E > 0.2 \text{ MeV}$) גבוה יותר, הנזק רב יותר.
2. כשטף האינטגרלי של הניוטרונים. ככל שהשטף האינטגרלי גבוה יותר, כן הנזק רב יותר. לדוגמה, בכור (High Flux Isotope Reactor) HFIR בשטף אינטגרלי של $1.4 \times 10^{23} \text{ n/cm}^2$ ניוטרונים מהירים ($E > 0.1 \text{ MeV}$) מקבלים 200 dpa (סימוך 4).
3. באנרגית הסף שמחתתה אין יותר אפשרות ליצירת זוגות של עדרונים וחירוניים; מקובל שאנרגית הסף היא כערך 25 eV (סימוך 5).

בנוסף לנזק הישיר הנוצר בחומר עקב יצירת העדרונים והחירוניים, נוצרים נזקים מישניים החלויים באינטראקציה של העדרונים ושל החירוניים עם פגמים בחומר (סימוך 6), כגון נקעים ומתברלים. העדרונים והחירוניים מבצעים ריפזיה בתוך החומר. אולם, בעוד החירוניים עוברים ריפזיה מהירה גם בטמפרטורת החדר, הרי העדרונים עוברים דיפוזיה רק בטמפרטורות גבוהות. לכן בטמפרטורות נמוכות, החירוניים יבצעו דיפוזיה מהירה ויבצעו ריקומבינציה מלאה עם עדרונים או יתחברו עם נקעים ולכן אין גידול בועות. בטמפרטורות גבוהות, גם העדרונים וגם החירוניים מבצעים דיפוזיה מהירה ולכן הם עוברים ריקומבינציה מלאה. כמו-כן, נכנס מנגנון חדש לפעולה והוא מנגנון יציאת עדרונים מחללים (voids). לכן גם בטמפרטורות גבוהות אין גידול בועות.

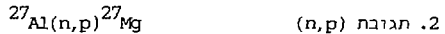
בטמפרטורות ביניים, גם לעדרונים יש מוביליות יחסית גבוהה. העדרונים והחירוניים מבצעים גם אינטראקציות עם החומר. הסתבר כי העדרונים נמשכים לפגמים יותר מהחירוניים ולכן יהיה שטף נטו של עדרונים לתוך פגמים, כגון נקעים, ויתקבל גידול בועות (voids).

נזכות He הנוצר בחגובה $Na (\alpha, n) Al$ מייצבת את עוברי החללים (סייכין 3 ו-7). Tyagi ושוחפיו (סימוך 7), טענו כי קיימת משיכה חזקה בין אטומי ה-He לבין העדרונים היכולה לגרום לקשירה של עד 6 עדרונים לכל אטום הליום. הקומפלקס (הליום שמסביבו 6 עדרונים) יכול לשמש כעובר ליצירת חללים. לכן בחומר המכיל אטומי He, נוצר גידול בועות מואץ. גם כמות קטנה של כמה ppm של אטומי He בנתך, גורמת לייצור בועות (סימוך 3).

(ב) נזקים הנוצרים כתוצאה מתגובות גרעיניות:
 הניוטרונים המהירים עוברים גם תגובות גרעיניות עם אטומי האלומיניום. ישנם
 3 סוגי תגובות:



כמות ה-Si הנוצרת מתגובת (n, γ) הניוטרונים המהירים, זניחה לעומת כמות
 ה-Si הנוצרת מתגובה (n, α) של הניוטרונים האיטיים.



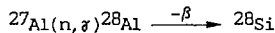
חתך הפעולה לבליעת ניוטרון מהיר הוא 4.8 mbarns.
 בתגובה זו נוצרים היסודות H ו-Mg.



חתך הפעולה לבליעה הוא 0.85 mbarns.
 בתגובה זו נוצרים היסודות Na ו-He.

2.1.2 תגובות גרעיניות של ניוטרונים איטיים עם אלומיניום

ניוטרונים איטיים מוגדרים כבעלי אנרגיה הקטנה מ-0.025 eV. התגובה הגרעינית העיקרית
 של ניוטרונים איטיים עם אטומי האלומיניום היא:



חתך הפעולה לבליעה הוא 235 mbarns. נמצא, כי באלומיניום השוהה בטמפרטורת אינטגרלי של
 ניוטרונים איטיים של 10^{22} n/cm^2 , נוצרים כ-1600+1900 appm של Si (סימוכין 8 ו-9).
 מאחר ובטמפרטורת ההקרנה ה-Si אינו מסיס באלומיניום, הוא מתבדל במטריצת האלומיניום
 בצורת Si נקי ו/או Mg_2Si . המתבדלים הללו מפולגים הומוגנית באלומיניום. נמצא כי
 המתבדלים הללו מונעים גידול בועות (סימוך 10). המתבדלים משמשים כמוקדים המאיצים את
 הריקומבינציה של העדרונים והחירוניים. בנוסף לכך, המתבדלים מעכבים תנועה וטיפוס של
 נקעים, ולכן הם מקטינים את גודל הבועות הנוצרות.

2.1.3 סיכום

עיקר נזקי הקרינה הנוצרים באלומיניום עקב קרינת ניוטרונים הם:

(א) יצירת נקעים ובועות כתוצאה מתגובות גרעיניות של הניוטונים המהירים והאלומיניום. פילוג הבועות וגודלם תלוי בהרכב החומר, בטמפרטורת ההקרנה, בשטפי הניוטונים, בשטפי הניוטונים האינטגרלים ובטיפולים התרמו-מיכניים של הנתך לפני ההקרנה (סימוכין 10 ו-11). בהיעדר נקעים רבים, יופיעו בועות רבות המפולגות הומוגנית בנתך. הופעת בועות מהווה גורם מחזק של החומר, שכן הם מונעים תנועת נקעים. גבול הגרעין מהווה מקום מועדף לגידול בועות (סימוך 12). בתנאים מסויימים, כאשר הבועות תופסות חלק ניכר מגבול הגרעין, מתרחש כשל עקב פריכות בין-גרעינית (סימוך 4).

(ב) יצירת מתבדלי Si ו/או Mg_2Si . מתבדלים אלו עשויים למנוע בתנאים מסויימים גידול בועות (תהליך הפוך לתהליך הקודם). כמו-כן, הם מחזקים את החומר מבלי לגרום לפריכוcho.

לכן, סכיר להניח, כי היחס בין שטף הניוטונים האיטי (קצב ייצור ה-Si ו/או Mg_2Si), לכין שטף הניוטונים המהירים (קצב ייצור חללים ונקעים), $(\dot{d}pa)$, ϕ_{th}/ϕ_f , מהווה פרמטר חשוב בנזקי קרינת ניוטרונים.

2.2 נזקי השחלה יונית2.2.1 כללי

השחלה יונית היא האצת יונים כלפי מטרה (כמיקרה שלנו A1-A5) בהפרש פוטנציאלים גבוה. כתוצאה מהתאוצה, היוניים מתנגשים במטרה ובתנאים מסויימים נכנסים לתוכה תוך-כדי יצירת אינטראקציות עם החומר. האנרגיות האופייניות של היוניים המפציצים, הן בין 20 keV לבין 800 MeV; אחד הפרמטרים למדידת הנזק היא מספר ההזזות האטומיות, dpa. חדירת היוניים מתבצעת תוך כדי יצירת נזק עקב ההזזות האטומיות.

בציור 2 מוצג תיאור סכימתי של ההזזות לאטום (dpa) כתלות במרחק מפני השטח המושחלים. בציור רואים כי ישנו איזור לינארי בו הנזק אחר ונמוך. לקראת סוף טווח החדירה, הנזק עולה בצורה אקספוננציאלית ובו מתרכז הנזק המרכזי. האטומים המושחלים מתפלגים בצורה גאוסיאנית בתחום של כ-30; מרכז הגאוסיאן נקרא טווח החדירה. טווח החדירה וכמות הנזק תלויים במספר פרמטרים:

(א) במרחק ההאצה של היון המפציץ - ככל שהיון כבד יותר, הנזק גדול יותר וטווח החדירה קטן יותר.

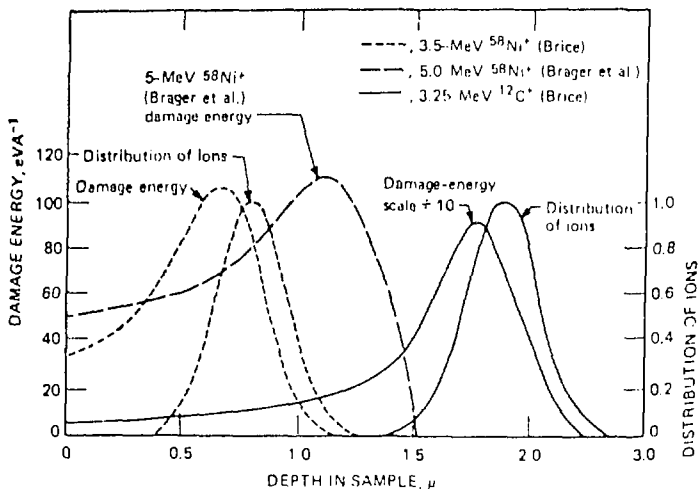
(ב) במאקל היון המפציץ - ככל שהיון כבד יותר, הנזק גדול יותר וטווח החדירה קטן יותר.

בנוסף לפרמטרים אלו, ישנם כמה פרמטרים נוספים המשפיעים על הנזקים הנוצרים במטרה המרשלת:

(א) בסוג היון המפציץ ובאינטראקציות שלו עם החומר: יון מתכתי יצור אינטראקציות שונות מאשר יון גזי, ולכן יתקבלו נזקים שונים.

(ב) בטמפרטורת ההשתלה: קיימת טמפרטורה קריטית לכל חומר אשר בה כמות ההתנפחות היא מרבית וקשורה לקינטיקה של גידול בוועות (סימוך 13).

(ג) בקצב ההשתלה: באופן כללי, ניתן לומר כי ככל שקצב ההשתלה נמוך יותר, כך ההתנפחות קטנה יותר (סימוך 13), שכן הרדיוס הקריטי לגידול בוועות גבוה יותר.



צור 2 תיאור סכימטי של ההזוות לאטום (dpa) ומספר האטומים שנעצרו בטווח מסויים כתלות במרחק מפני-השטח שעברו תהליך השתלה, (על-פי סימוך 5).

2.2.2 השפעות השחלה יונית על המיקרו-מיבנה

(א) השפעות של יונים מתכתיים.

1. גידול בועות והתנפחות: אחת ההשפעות החשובות היא יצירת נקעים וגידול בועות הגורמים להתנפחות החומר. השחלה סימונטאנית של יוני He ביחד עם היון המתכתי גורמת לגידול בועות מואץ (סימוך 13). תפקיד ה-He ירון בהמשך בהרחבה.
2. גרימת שינויי פאזות: הפצצה יונית גורמת לשינוי סדר ההתכלות הרגיל. לדוגמה, הפצצה יונית של נתך פלב"ם 316 משופר (מכיל Ti) ביוני Ni בטמפרטורה 675°C גורמת להתכלות פאזת G גדולה (סימוך 14). אולם אם במקביל שוחלים גם יוני He בקצב של 20 appm/dpa , נוצרת התכלות מאסיבית של קרבידי MC קטנים.

(ב) השפעות של יונים גזיים.

עיקר השפעת יוני גז, הוא בגידול בועות. האטומים המושחלים חודרים עד לטווח החרייה שלהם, ומתרכזים בשיכבה של כ-30 nm. כתוצאה מכך, מתרכזים בשיכבה של כ-30 nm כמיות גז הולכות וגדלות. באותו איזור נוצרים נזקים המתבטאים בגידול בועות בשלושה שלבים:

שלב א' - תחילת גידול הבועות:

נוכחות אטומי גז בחללים יוצרת אינטראקציה עם העדרונים שנוצרים בהפצצה גורמים להוררת הרדיוס הקריטי לגידול בועות, ולכן מתחיל שלב של גידול בועות מואץ.

שלב ב' - הופעת ה-Blistering:

כאשר עולה כמות אטומי הגז המושחלת, הלחץ בבוועות שנוצרו בשלב א' עולה. כאשר הלחץ בבוועות מגיע לערך מספיק גבוה, הוא מסוגל לגרום להתנפחות מואצת של הבועה וליצירת חלל גדול. חללים אלו נראים כחצאי גבעות כרויות על פני-השטח החיצוניים של הנתך המושחל.

שלב ג' - הופעת flaking:

כאשר כמות הגז בחללים גבוהה מאוד, הלחץ המצטבר גורם לפיצוץ הבועה. כתוצאה מכך, השיכבה החיצונית של החומר מוסרת מפני-שטח הבועה. ברור אינטואיטיבית, שלאחר הסרת שיכבת החומר, עקב פיצוץ הבועה, נוצר חומר במולי. המשך ההפצצה גורם לגידול בועות קטנות, להופעת blistering, ולבסוף ל-flaking וחוזר חלילה.

2.3 השפעת הליום על חומרי המיבנה

- בכורי מחקר כדוגמת כור נק"ג, ובמיוחד ככורים מהירים, נוצרים עקב אינטראקציה (n, α) אטומי הליום. לרובמה, בפלדות אל-חלר הנמצאות בכור מהיר, נוצרים למעלה מ- 1000 appm של אטומי הליום. להליום יש השפעות שליליות על התכונות המכניות של חומרי המיבנה, ולכן נרחיב את נושא השפעתו על חומרי המיבנה.
- (א) חוקרים רבים סוברים שההליום מהווה גזם מייצב בועות בחומרים המוקרנים (סימוכין 3, 7 ו-13). Tyagi et al. טוענים כי קיימת אפיניות גדולה בין יוני ההליום לעדרונים. כל יון של הליום מסוגל לקשור אליו עד 6 עדרונים. קומפלקס כזה יכול להיות עובר לנוקליאציה של בועות.
- (ב) בועה שהרדיוס הקריטי שלה, גדול מרדיוס קריטי מסוים, גדלה ספונטאנית עקב מאזן חיובי של כניסה עדרונים לבועה (סימוך 13). במירה ורדיוס הבועה קטן מהרדיוס הקריטי, הבועה יכולה להיעלם כתוצאה מיציאת עדרונים ממנה. נוכחות גז בתוך הבועה מורידה את הרדיוס הקריטי לגידול בועות וגורמת לייצובן. ההליום בהיותו אחד הגזים שנוצרים בהקרנה, מייצב ומאריך את גידול הבועות. ואומנם, הקרנת פלב"ם 316 ונתכי אלומיניום ביונים (Ni או Al בהתאמה) אשר סימולטאנית הוקרנו גם ביוני הליום גררו גידול בועות מואץ ואף התנפחות.
- Kenik and Lee (סימוך 15) מצאו כשהשוו נזקי קרינה בין פלב"ם 316 משופר (מכיל Ti) שהופצץ באמצעות יוני Ni בטמפרטורה של 675°C עד לנזק מצטבר של 100 dpa , לבין הקרנה סימולטאנית של יוני Ni (באותם תנאים כמו קודם) כצירוף עם 0.4 appm/dpa של יוני הליום כי במיקרה הראשון, היתה היתברלות של פאזת G בלי כל בועות, ואילו במיקרה השני, נוספו בועות רבות שגרמו להתנפחות בנוסף להיתברלות. יתר על-כן, הם מדווחים (סימוך 16) שאפילו הפצת הפלב"ם ל- 600 dpa באמצעות יוני Ni בלבד (ללא הליום) לא גרמה לכל התנפחות.
- (ג) הליום נוטה ליצור בועות גז לאורך מישטחי הביניים מתבדלים/מטריצה (סימוך 17).
- (ד) מספר חוקרים (סימוך 18) טוענים כי קיימת תופעה הנקראת פריכות הליום. ההליום נוטה להתרכז בגבולות הגרעין ועל-ידי כך גורם לפריכות בין-גרעינית שמקטינה באופן משמעותי את משיכות החומר.
- ניתן לסכם, כי כתוצאה מההשפעות השליליות הללו של ההליום, רצוי מאוד להימנע מייצורו בעת הקרנת ניוטרונים, ולכן גם נמנעים מלהקרין נתכי אלומיניום מכילי Ni (בגלל קצב ייצור הליום מוגבר).

3 ניסויי

פרוסות A1-A5 לוטשו מיכנית עד לעובי של כ-0.3 mm. אחד מצידו הפרוסות לוטש בליטוש אלקטרוכימי (electropolish) באמצעות תמיסה המכילה 60 cc H₂O, 350 cc C₂H₅OH, 39 cc ו-50 cc H₂O₂ בוטיל סילוסולב, במתח של 35 V, בטמפרטורת החדר למשך 10+100 sec. ההשתלה היונית בוצעה באמצעות המאיץ של הטכניון (מסוג וון דר גרף) המסוגל להאיץ יונים גזיים מסוג H⁺, He⁺ ו-Ar⁺ באנרגיות של עד 2 MeV.

בעת ההשתלה הפרוסה היחה מונחת על בסיס של פלדת אל-חלד מקוררת בחנקו נוזלי, במטרה לספוג את החום הנוצר בעת ההשתלה. ההשתלה בוצעה בפני השטח שלוטשו אלקטרוכימית. הושטלו שני סוגי יונים: H⁺ (פרוטונים) ו-He⁺ (חלקיקי α). תנאי ההשתלה מסוכמים בטבלה 1. כדי לאפשר מהלך חופשי גדול של היונים, וכדי למנוע חדרת הזיהומים שבאוויר לתוך המטרה, ההשתלה בוצעה בלחץ של Pa 10⁻⁴ Torr (10⁻⁶ Torr).

טבלה 1 תנאי השתלת היונים בנתך A1-A5.
E - אנרגיית ההאצה; Q - הכמות המושלת; R_p - עומק החדירה.

הערות	R _p (μm)	Q (μCi)	E (keV)	היון המושל
	1.8	2.10 ⁴	200	H ⁺
	1.5	2.10 ⁴	400	He ⁺
מקום ההשתלה לא זורה.	1.8	10 ⁴	200	H ⁺
בגלל קשיים בקביעת מקום פגיעת קרן הפרוטונים, הם הושטלו מחוץ לפני-השטח שהוכנו מראש.	0.8	10 ⁴	100	H ₂ ⁺
	0.3	10 ⁴	100	H ₃ ⁺
	1.8	10 ⁴	200	H ⁺
	1.5	10 ⁴	400	He ⁺
הושטלו 3 פעמים ב-3 אזורים שונים, כל פעם 2×10 ³ μCi לא נמצאו מקומות ההשתלה.	1.8	3×2.10 ³	200	H ⁺

4 תוצאות ודין

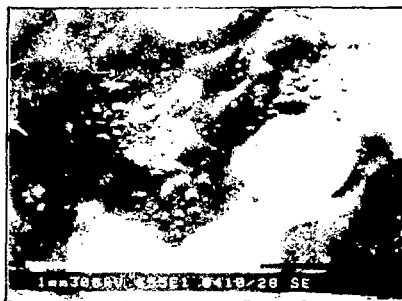
כאמור, בוצעה השתלה של יוני H^+ (פרוטונים) ושל הליום (He^+ - חלקיקי α) באמצעות מאיץ.

4.1 השתלת יוני H^+

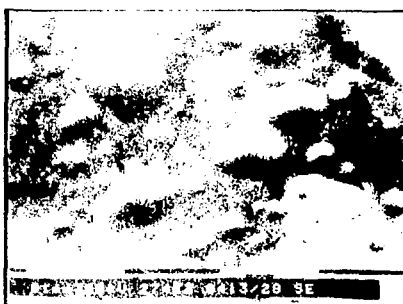
בציור 3 נתונה סדרת תמונות של אלקטרונים מישניים המדגימה את נזקי השתלת פרוטונים (H^+) באנרגייה של 200 keV בכמות של $2 \times 10^4 \mu Ci$, כפי שמתגלים בהתבוננות על פני-השטח של נתך אלומיניום A5. מתוך התמונות ניתן לראות שעיקר הנזקים הם בהופעת ה-blistering (א+ג בציור 3).

במיספר מקומות ברגם, הופיעו בנוסף ל-blistering חורים קטנים יותר בפני-השטח, שלא היו קיימים לפני ההשתלה היונית (ד בציור 3).

בציור 4 נתונה סדרת תמונות של אלקטרונים מישניים המדגימה את נזקי השתלת פרוטונים (H^+) באנרגייה של 200 keV בכמות של $10^4 \mu Ci$ בנתך A1-A5 במיספר הגדלות. בתמונות ניתן להבחין בכירור בשני סוגים של תופעות: הופעת ה-blistering ובמקביל אליהם הופיעו גם חורים קטנים מאוד על-פני כל השטח המופצץ. השוואת ציורים 3 ו-4 מראה כי קיימת חלוח של תופעת ה-blistering בנתך A1-A5 לבין הרוזה המושלמת. ברוזה של $10^4 \mu Ci$ הופיעו blistering הומוגניים אשר כיניהם הופיעו חורים קטנים; בעוד שברוזה של $2 \times 10^4 \mu Ci$ הופיעו blistering בצורה לא הומוגנית, (נמצאו קטנים וגם גדולים מאוד), כמו-כן, הופיעו חורים המפולגים אקראית. החורים היו גדולים בסדר גודל אחר מאלו שהופיעו ברוזה הנמוכה.



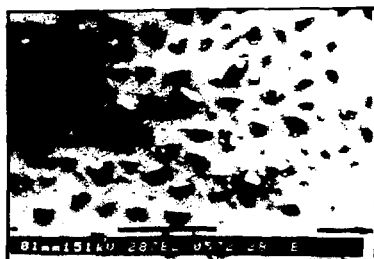
(11)



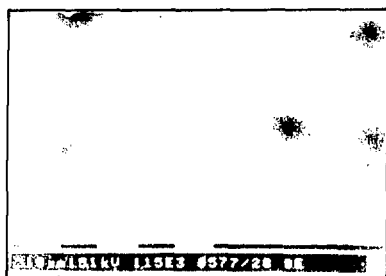
Micrographs showing surface morphology of various samples. The images display granular textures and specific features, with scale bars and technical parameters provided for each.



(א)



(ב)



(ג)

צילון 4 סדרת תמונות של אלקטרונים מישניים (SEMs) המדגימה את חופעת ה-blistering בגיוון חורים בנתון A1-A5, אשר הושלכו בו כמות של $10^4 \mu\text{Ci}$ של יוני He^+ באנרגיה של 200 keV.

4.2 השלת יוני He

בצורה 5 מובאת סדרת תמונות אלקטרונים מישניים המדגימה תוצאות תיעובות של נתון A1-A5 שהושלכו ביוני He באנרגיה של 400 keV ובדומה של $2 \cdot 10^4 \mu\text{Ci}$ הנדקו לתן זה שונים לחלוטין.

(א) הובחנה בהירור הורדת He^+ ובפני השטח המושלך (sputtering) (צילום של 15-10). הורדת השכבות היא תוצאה של תגובה ותלונה כנראה בכיוונים בין המולדורפיים. בכיוונים קריסטלוגרפיים מסוימים, נוצרה כנראה הורדת שכבות מואצת.

(ב) בנוסף להורדת השכבות, נוצרו חורים בפני השטח במספר מיומות (צילון של 15). התווים גדלו סלקטיבית ליו גבולות הגרעינים (צילום של 15-5) ונתן תמונות שגובלות הגרעינים 'יאסנו', ובוו יתרה.

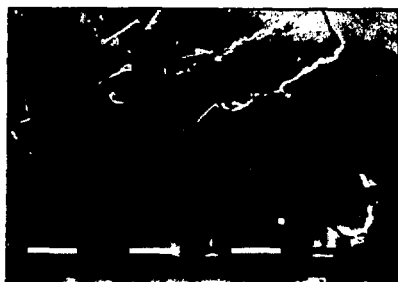
מטרת הניסוי הראשון הייתה בדיקה אפשרות ביצוע ההשלה, ואכן ניתנה העלמה במימיה זו, אולם בתהליך ההשלה, הועלו ניסוי קשים:

(א) פילוג עוצמת הקרן והיחלשות אינו אחיד. ישנם אזורים בהם הנדקוים נעדרים יותר מאשר ביתרת השטח. בצורה 6 ניתן לראות שגודל השטח המושלך הוא כ- 1 cm^2 , אולם,

- ישנו איזור של כ- 3 mm^2 (האיזור הבהיר בציור 6), בו הנזק רב יותר. בהמשך המחקר כשתעשה קורלצייה בין כמות היונים המושטלת לבין הנזקים הנוצרים, צריך יהיה לקחת עובדה זאת בחשבון.
- (ב) קשה לקבוע מראש את מקום ההשתלה, ולכן יש לקחת דגמים גדולים יותר, כך שלא ייווצרו בעיות במירה וההשתלה תסטה מהמקום המיועד.
- (ג) התגלו קשיים באיתור המקום המושטל. ניתן להתגבר על-כך על-ידי העלאת הלחץ במאיץ לקראת סוף ההשתלה. בצורה זו, תיווצר שיכבת פזמן דקיכה על-פני השטח שתסמן את האיזור המושטל.
- (ד) אנו מתכווננים לבדוק שכבות אלו באמצעות מיקרוסקופ אלקטרוני חודר (TEM). הכנת הדגמים במיקרה זה קשה ומסובכת, שכן עובי הדגם שניתן לבדוק באמצעות TEM של 100 keV הוא בערך $0.1 \mu\text{m}$. עובי הדגם התחלתי לפני העיבוד הסופי הוא $200 \mu\text{m}$ כאשר השיכבה שסבלה נזקים ומזורים ביותר, שהיא השיכבה המעניינת, נמצאת בעומק של $1.5 \mu\text{m}$ מצד אחר. אחת הדרכים המוצעות בספרות להתגבר על בעיה זו, היא ליטוש מצד אחד, ורק לקראת סוף התהליך, ליטוש שני הצדדים. תהליך בזה הוא מסובך ונמצא בשלבי לימוד.



(א)



(ב)

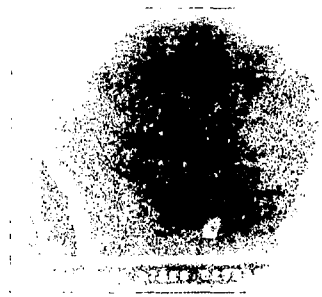
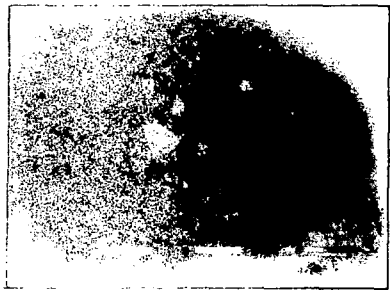
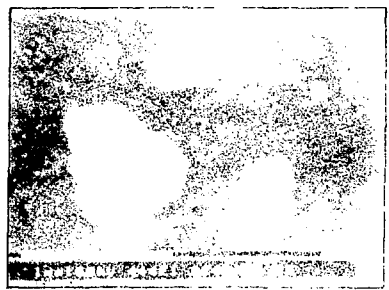


(ג)



(ד)

ציור 5 סידרת תמונות של אלקטרוניים מישניים (SEMs), המדגימה את הנזקים המתרחשים בנתך A1-A5 בהשתלה של יוני He^+ בכמות של $2 \times 10^4 \mu\text{Ci}$ ובאנרגיה של 400 keV .



5 המלצות להמשך המחקר

המשך ניסויי ההשתלה יתבצעו במספר שלבים:

(א) מתוכננים להיבדק כמה פרמטרים:

השתלות פרוטונים (H^+) לגירול בועות, בשני נתיבים:

- A1-A5 ממנו עשוי מיכל הכור - במצב שלאחר טיפול הרפיה.

- בנתך A1-6061 במצב T6. טיפול T6 גורם לקבלת מתברלי Mg_2Si .

המטרה חוקרן דרך חזר בקוטר של 1 cm על-מנת לקבל שטח הקרנה והומוגניות מרביים.

אנרגיית ההשתלה תהיה 200 keV עבה טווח ההשתלה המוערך (R_p) הוא $1.5 \pm 1.8 \mu m$

הכמויות המושגות תהיינה: $3 \times 10^4 \mu Ci$; $2 \times 10^4 \mu Ci$; $1 \times 10^4 \mu Ci$; $0.5 \times 10^3 \mu Ci$.

כהתאם לתוצאות, יוחלט בעתיד אם יהיה צורך לצמצם בדוזה. לאיתור מקום ההשתלה,

הוואקום יקולקל, לקראת סוף ההשתלה.

(ב) השוואת ה-dpa בין He^+ לבין Ar^+ : באנרגיה של 400 keV ו-300 keV עם מיטען של

$10^4 \mu Ci$. הניסוי יבוצע על נתך A1-A5.

(ג) חיברק האפשרות לשתול יוניס מתכיים כגון Al ו-Si, ובמקביל אליהם גם יוני He.

הבעת תודה

אנו מודים לר"ר י' גרטנר ול-י' סבן מהפקולטה לפיזיקה בטכניון חיפה על ביצוע ההשתלה היונית. כמו-כן, אנו מודים לזוהר ברקאי על עזרתו בביצוע העבודות ב-SEM.

References

סימוכין

1. K. Farrell and N.H. Packan, "Comparison of neutron and heavy-ion damage in a single phase austenite", **EFFECTS OF RADIATION ON MATERIALS**, 11th Conf. ASTM, STP 782, H.R. Brager and J.S. Perrin eds. American Society for Testing and Materials, 1982 pp 953-962.
2. N.H. Packan, K. Farrel and J.O. Stiegler, *J. Nucl. Mater.* 78 (1978) P. 143.
3. W.F. Sommer, D.S. Phillips, W.V. Green, L.W. Hobbs and C.A. Wert, "Proton irradiation damage in cyclically stressed aluminum", *J. Nucl. Mater.* 114, 267-276 (1983).
4. K. Farrell and M.E. Richt, "Microstructure and tensile properties in heavily irradiated 1100-0 aluminum, Effects of radiation on structural materials", ASTM STP 683, J.A. Sprage and D. Kramer Eds, American Society for Testing and Materials 1979 PP. 427-439.
5. J.P. Biersack and L.G. Haggmark, "A Monte Carlo Computer Program for the Transport of Energetic Ions in Amorphous Targets", 1987.
6. W.V. Green and J. Weertman, "Dislocation vibrations a possible cure for high temperature void formation in metals under fast neutron irradiation", *Nature* 243, 159-160 (1973).
7. A.K. Tyagi, R.V. Nandedkar and K. Krishan, "Blistering, Flaking, and bubble formation in metal - metalloid metallic glasses bombarded with helium ions", *J. Nucl. Mater.* 116, 29-39 (1983).
8. R.W. Hendricks, J. Schelten and W. Schmatz, "Studies of voids in neutron - irradiated aluminium single crystals: II) small-angle neutron scattering" *Phil. Mag.* (1974) P. 816.
9. K. Farrel, E.L. Jr. Wolkenden, R.T. King and A. Jostsons, "Oak Ridge National Laboratory Report ORNAL-TM-4183", 1973, Oak Ridge, Tennessee.
10. K. Farrell, "Microstructure and Tensile properties of Heavily Irradiated 5052-0 Aluminum Alloy", *J.Nucl. Mat.* 97, 33-43 (1981).
11. J.O. Stiegler, Proc., "Radiation-induced voids in metals", State University of New York at Albany, 9-11 June 1971, P. 292.
12. S. Tani, S. Ishino and Y. Mishig, "Behavior of helium bubbles in cold worked aluminium-lithium alloys:", *J. Nucl. Sci. Tech.* 13, 722-730 (1976).

13. L.K. Mansur and W.A. Coghlan, "Mechanisms of helium interaction with irradiation effects in metals and alloys: A review", J. Nucl. Mat. 119, 1-25 (1983).
14. A.F. Rowcliffe and E.H. Lee, J. Nucl. Mater. 108-109, p. 359 (1982).
15. E.A. Kenik and E.H. Lee, in: "Phase stability during irradiation", eds, J.R. Holland, L.K. Mansur and D.J. Potter, Proc. Symp. (October 1980) Pittsburgh, Pa. (The Metallurgical Society of AIME) P 493.
16. E.A. Kenik and E.H. Lee, Proc. Electron Microscopy Society of America 41st Annual Meeting (1983), ed. G.W. Baily, Claitor's Publishing Division.
17. E.H. Lee, A.F. Rowcliffe and L.K. Mansur, J. Nucl. Mater. 103-104, P. 867 (1981).
18. H. Yoshida, T. Kosuka and T. Sagane, "The 24th Japan, Cong. on Materials Research Metallic Materials", 1981 P. 1.

