



KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH

Institut für Festkörperforschung

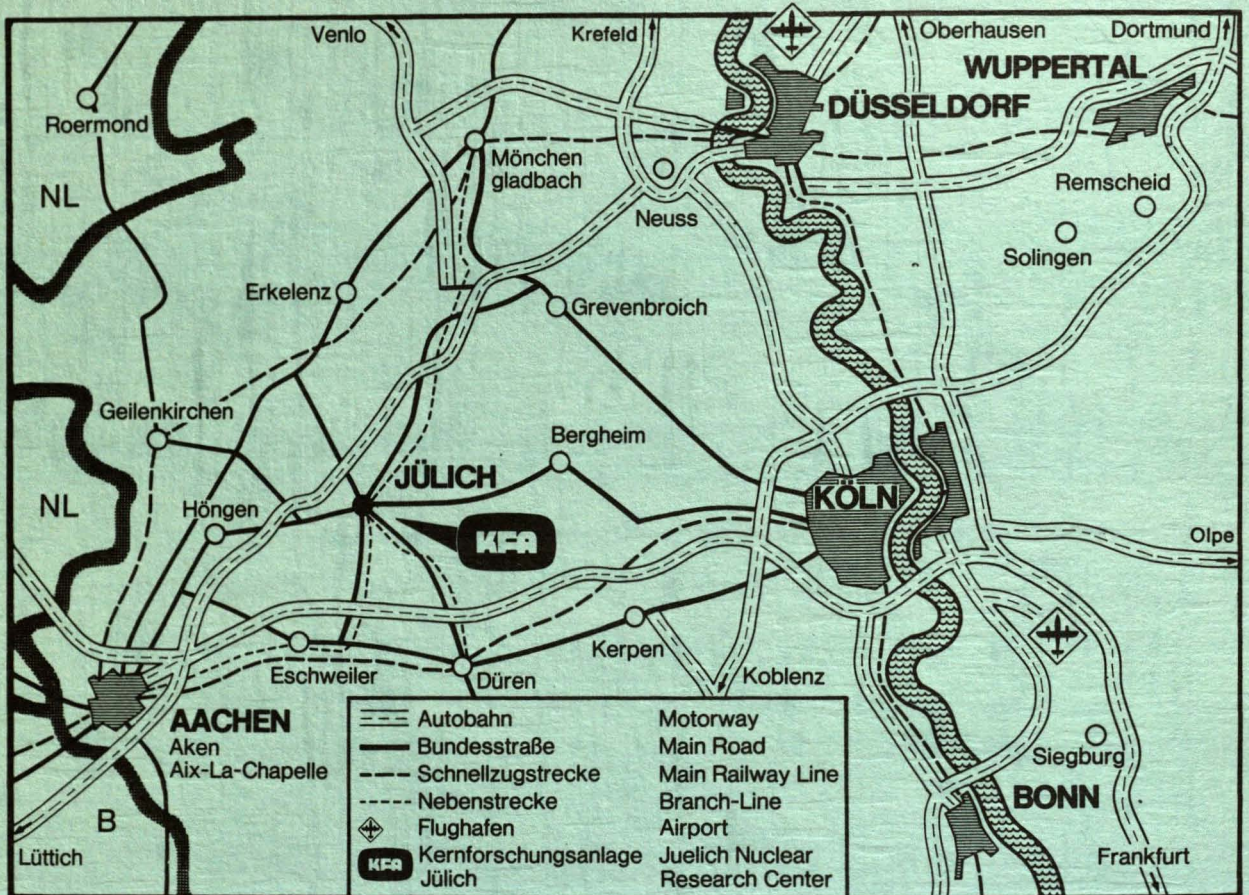
**Der Einfluß von Fehlstellenagglomeraten
auf die Erholung
von Frenkeldefekten in Kupfer
nach Elektronenbestrahlung bei 4.7 K**

von

P. Wienhold

**Jül - 1391
Februar 1977**

Als Manuskript gedruckt
ISSN 0366 - 0885



Berichte der Kernforschungsanlage Jülich - Nr. 1391
 Institut für Festkörperforschung Jül - 1391

Im Tausch zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH,
 Jülich, Bundesrepublik Deutschland

**Der Einfluß von Fehlstellenagglomeraten
auf die Erholung
von Frenkeldefekten in Kupfer
nach Elektronenbestrahlung bei 4.7 K**

von

P. Wienhold

Inhalt

	Seite
I. Einleitung	1
II. Probenpräparation und Meßtechnik	3
1. Proben und Probenhalter	3
2. Kryostat und Meßapparatur	5
3. Dotierung der Proben, Testbestrahlungen und Erholungsexperimente	6
III. Ergebnisse und Diskussion	13
Einleitung	13
1. Die Widerstandserholung in Stufe I	17
1.1 Die Unterdrückung der Unterstufe I_E	17
1.2 Die Restschädigung nach Stufe I	20
2. Die Widerstandserholung zwischen Stufe I und Stufe III	25
2.1 Die kontinuierliche Erholung	25
2.2 Die Erholungsstufe bei 200 K	27
3. Die Widerstandserholung in Stufe III	31
3.1 Beobachtungen an undotierten Proben	31
3.2 Beobachtungen an dotierten Proben	34
3.2.1 Herabsetzung des Restwiderstandes nach Stufe III	34
3.2.2 Verschiebung der Temperaturlage der Stufe III und Reduktion ihrer Halb- wertsbreite	35
3.2.3 Aktivierungsenergie in Stufe III	37
3.2.4 Einfluß der Bestrahlungsenergie	39
3.3 Diskussion der Beobachtungen	40
3.4 Leerstellenclustering in Stufe III	48
4. Die Widerstandserholung zwischen Stufe III und 420 K	54

5. Die Widerstandserholung in Stufe V	61
5.1 Experimentelle Beobachtungen	61
5.2 Diskussion der Beobachtungen	63
Zusammenfassung	65
IV. Literaturverzeichnis	68

I. Einleitung

Ziel der Arbeit ist die Untersuchung des Einflusses von Fehlstellenagglomeraten auf die Erholung von strahlungsinduzierten Frenkeldefekten in Kupfer. Zur Erholung der bei tiefen Temperaturen durch Elektronenbestrahlung gebildeten Zwischengitteratome und Leerstellen der Frenkeldefekte sind schon zahlreiche Beobachtungen gemacht worden (/22 - 26/, weitere Zitate in /14/). Die Interpretation dieser Beobachtungen ist jedoch erschwert, weil die Defekte neben ihren Erholungsreaktionen auch miteinander reagieren. Dies führt z.B. dazu, daß in Kupfer neben der Erholung frei wandernder Zwischengitteratome mit Leerstellen gleichzeitig Doppel- und Mehrfachzwischengitteratome entstehen, die zum Teil Sekundärreaktionen auslösen und zum Teil unbeweglich sind. Ebenso werden neben der Erholungsreaktion der frei wandernden Leerstellen mit festen Zwischengitteratomsenken als Sekundärdefekte Doppel- und Mehrfachleerstellen gebildet, die ihrerseits mit anderen Defekten reagieren können und unbeweglich sind.

Um die Zahl der möglichen Defektreaktionen einzuschränken, wodurch sich die Interpretation der Beobachtungen vereinfachen sollte, wurden von uns Proben mit definierter Senkenstruktur benutzt. Als Senken dienten stabile Zwischengitter- und Leerstellenagglomerate, die durch Teilchenbestrahlung und anschließendes Tempern im Material erzeugt worden waren. Erst danach wurden durch eine Elektronenbestrahlung bei 4.7 K isolierte Frenkeldefekte als Testdefekte in die dotierten Proben eingebracht. Bei der Ausheilung der Testzwischengitteratome und -leerstellen, die bei hinreichend hoher Dotierungskonzentration nur mit den Agglomeraten der Dotierung reagieren, treten charakteristische Unterschiede gegenüber der Erholung in undotierten Proben auf. Diese beruhen einerseits auf der beabsichtigten Unterdrückung von Sekundärreaktionen der Testzwischengitteratome und Testleerstellen bei ihren Reaktionen mit den Dotierungsagglomeraten, andererseits auf der Veränderung der Dotierungsagglomerate durch diese Reaktionen. Die Beobachtungen werden in den folgenden Kapiteln beschrieben und diskutiert.

Als Maß für die Defektkonzentration wurde der ihr annähernd proportionale spezifische elektrische Restwiderstand der Probe bei 4.7 K gemessen ($\rho_{4.7K}$). Die Defektkonzentrationen sind daher in $n\Omega\text{cm}$ angegeben (Dotierung $\rho_{\bar{d}}$, Testdefektkonzentration $\Delta\rho_{\circ}$). Im folgenden werden die Wörter "Zwischengitteratom" und "Leerstelle" durch die Buchstaben ZGA und LS abgekürzt.

II. Probenpräparation und Meßtechnik

1. Proben und Probenhalter

=====

Als Ausgangsmaterial für die Proben wurden 12.5 µm dicke Kupferfolien der Fa. Materials Research Corporation (MRC), USA, benutzt, deren nominelle Reinheit mit 99.999 % angegeben war. Um möglichst geringe Restwiderstände zu erzielen, wurde das mit Aceton gereinigte Material im Hochvakuum und anschließend in verdünnter Sauerstoffatmosphäre geglüht. Folgende Prozedur hat sich als die günstigste herausgestellt:

1. 20 min Glühen bei 780°C im Hochvakuum bei 10^{-7} Torr,
2. 20 min Glühen bei 780°C in strömendem Sauerstoff von $6 \cdot 10^{-5}$ Torr,
3. etwa 10 h Abkühlen bei Raumtemperatur in strömendem Sauerstoff von $6 \cdot 10^{-5}$ Torr.

Die Glühung in Sauerstoff führt zur Ausscheidung des vermutlich als Hauptverunreinigung vorhandenen und dispers verteilten Eisens in Form von Eisenoxid. Diese Oxidpartikel, die elektronenmikroskopisch nachweisbar sind, tragen zum elektrischen Widerstand weniger bei als dispers verteiltes Eisen /1/ gleicher Konzentration. Die erzielten spezifischen Restwiderstände bei 4.2 K lagen zwischen $\rho_{4.2} = 1.5-2 \text{ n}\Omega\text{cm}$ entsprechend Restwiderstandsverhältnissen $R_{300\text{K}}/R_{4.2\text{K}}$ zwischen 800 und 1100. (Nach der Size-Effekt-Korrektur erhöhen sich diese Verhältnisse auf 10 000 bis 50 000.)

Aus diesem Material wurden durch Bohren und Stanzen Proben wie in Abb. 1a hergestellt. Die Geometriefaktoren

$$G = \frac{\text{Probenquerschnitt}}{\text{Probenlänge}} = \frac{\rho_{\text{RT}}}{R_{\text{RT}}} \quad \text{bei Raumtemperatur lagen zwischen}$$

$G = 4$ und $8 \cdot 10^{-5}$ cm. Um die Aktivierungsenergie nach einer geringen Strahlenschädigung noch genau genug bestimmen zu können, waren einige Proben länger (Mäanderform, Abb. 1b). Die Geometriefaktoren dieser Proben betragen etwa $8 \cdot 10^{-6}$ cm.

2. Kryostat und Meßapparatur

=====

Die Bestrahlung der Proben mit Elektronen, die Temperungen und Widerstandsmessungen konnten im selben Kryostaten durchgeführt werden, den Abb. 3 schematisch darstellt und der in /2/ im einzelnen beschrieben ist. Seine wesentlichen Bauteile sind das Reservoir für flüssiges Helium, die Bestrahlungskammer und drei Temperöfen.

Zur Bestrahlung wurde der Kryostat an das Strahlrohr des 3 MeV Van-de-Graaff-Beschleunigers des Instituts für Festkörperfor-

schung der Kernforschungsanlage Jülich angekoppelt. Mit einer Vorblende unmittelbar vor der Bestrahlungskammer konnten einzelne oder mehrere Proben gleichzeitig zur Bestrahlung freigegeben werden. Mit Hilfe eines Faradaykäfigs auf der Rückseite der Bestrahlungskammer wurde die Bestrahlungsdosis bestimmt.

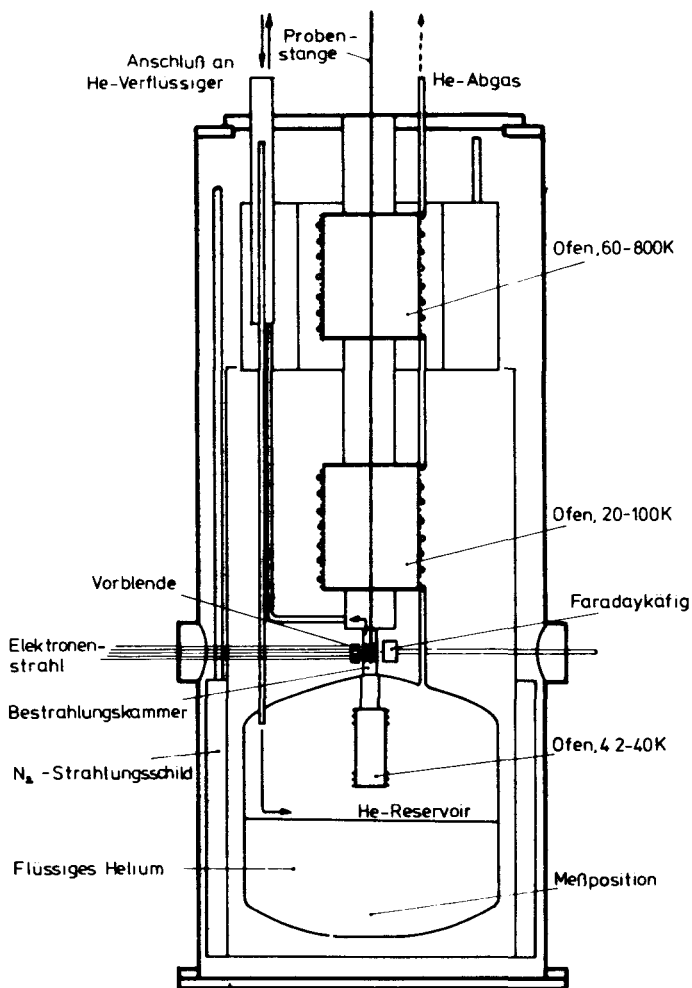


Abb. 3 Querschnitt durch den Bestrahlungs- und Temperkryostaten /2/

Während der Bestrahlung waren He-Reservoir und Bestrahlungskammer in den Flüssigkeitskreislauf einer Heliumverflüssigungsanlage eingekoppelt, so daß die Proben ständig von einem Flüssig-

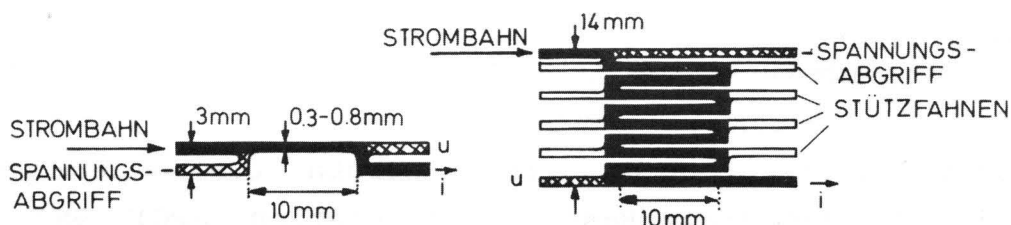


Abb. 1 Probenformen
a) Einfache Probe b) Mäanderförmige Probe

Die Proben wurden einzeln durch Punktschweißen auf einem Proben-träger befestigt und mit Zuleitungsdrähten verbunden /2/. Die Abb. 2 zeigt die Photographie eines Probenträgers, der mit 12 Kupferproben besetzt ist. Seine Masse und damit Wärmekapazi-

tät sind so gering, daß nach sei-ner Einführung in den Temperofen dessen Temperatur kaum geändert wird und die Proben schon nach wenigen Sekunden die Ofentempe-ratur bis auf etwa 0.01 K anneh-men. Alle Proben auf dem Halter werden dabei simultan getempert. Der Halter konnte in Heliumat-mosphäre bis etwa 700 K benutzt werden.

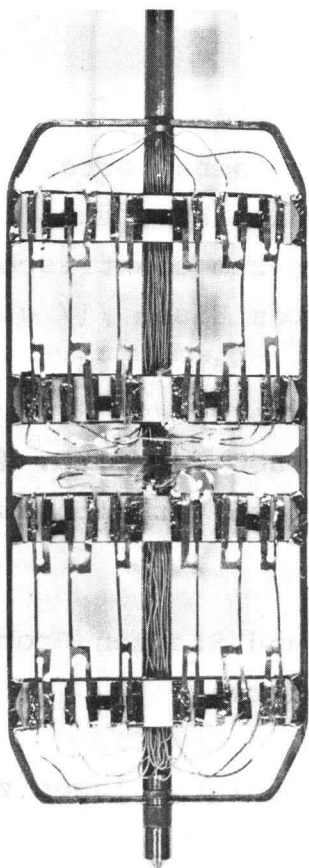


Abb. 2 Probenträger ohne Schutzfolie mit 12 einfachen Proben (Originalgröße)

keits-Gas-Gemisch aus Helium umspült und gekühlt wurden. Die Temperatur betrug während der Bestrahlung 4.7 K entsprechend einem Druck von 1100 - 1200 Torr im Kreislauf. Bau und Funktionsweise dieser Anlage sind in /3/ genauer beschrieben.

Nach der Bestrahlung wurde der Kryostat mit den bestrahlten Proben ins Meßlabor gebracht und an die Apparatur zur Durchführung der Temperungen und Widerstandsmessungen angeschlossen. Einzelheiten dieser Apparatur sind in /4, 2/ beschrieben. Zum Tempern wurde der Probenträger mit den Proben mit Hilfe einer Probenstange in einem der vorgewärmten Temperöfen gezogen. Die Ofentemperaturen, die mit geeichten Ge- und Pt-Widerständen gemessen wurden, konnten mittels elektrischer Heizung und Gegenkühlung durch das He-Abgas aus dem Reservoir geregelt werden. Die Temperaturkonstanz war besser als 1% über einen Zeitraum von einer Stunde. Bei der Restwiderstandsbestimmung, die nach der 4-Punkt-Methode erfolgte, befanden sich die Proben im flüssigen Helium des Reservoirs. Die Apparatur erlaubte die Bestimmung des Restwiderstandes auf etwa $10^{-8} \Omega$, was bei den mit $4-8 \times 10^{-5}$ cm angegebenen Geometriefaktoren der Proben einer Genauigkeit im spezifischen Widerstand von besser als $10^{-12} \Omega \text{cm}$ entspricht. Alle spezifischen Widerstände wurden vom Rechner nach den Tabellen in /5/ um den durch den Size-Effekt hervorgerufenen Widerstand vermindert.

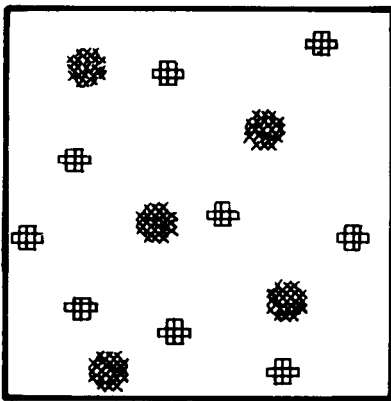
3. Dotierung der Proben, Testbestrahlungen und Erholungsexperi- =====

mente
=====

Ziel der Arbeit war es, die Proben mit Fehlstellenagglomeraten zu dotieren, um deren Einfluß auf die Reaktionen von Testdefekten zu studieren, die in einer auf die Dotierung folgenden Testbestrahlung eingebracht wurden. Die Proben wurden zunächst in folgender Weise unterschiedlich dotiert:

1. Bestrahlung der Proben mit 3 MeV-Elektronen bei 4.7 K und anschließend 30minütiges Tempern bei 420 K,
2. Bestrahlung mit Reaktorneutronen bei Raumtemperatur /6/ und Tempern bei 420 K,
3. Bestrahlung mit 20 MeV α -Teilchen bei Raumtemperatur /7/ und Tempern bei 420 K,
4. Teilchenbestrahlung wie in 1-3, jedoch anschließendes Tempern bei höheren Temperaturen (490 bis 580 K),
5. Abschrecken der Proben in reduzierender N_2+CO -Atmosphäre von $1000^{\circ}C$ auf $0^{\circ}C$ /8/ und Wiederanlassen auf 420 K,
6. Bestrahlung der Proben mit 3 MeV-Elektronen bei 4.7 K und anschließende Ausheilung der Dotierungsdefekte in isochronen Schritten von etwa 100 K an.

Nach Elektronenbestrahlung von Kupfer bei 4.7 K und Tempern bis 420 K liegen ZGA- und LS-Agglomerate als Versetzungsringe im Material vor, wie dies durch Beobachtungen im Elektronenmikroskop in /9/ nachgewiesen wurde. Abb. 4 zeigt schematisch eine solche Defektstruktur. Versetzungsringstruktur der Defekte wurde auch



● ZGA-Cluster
⊞ LS-Cluster

Abb. 4 Schematische Darstellung der Defektstruktur nach Dotierungsbestrahlung und Tempern bis 420 K.

Benverteilung der Ringdurchmesser, und zwar in elektronenbestrahlten Proben von etwa 35 \AA bei 420 K auf etwa 85 \AA bei 520 K. Dabei verringert sich die Zahl der Versetzungsringe auf etwa $1/6$ /9/. Ringwachstum und Verringerung ihrer Anzahl bei Erhöhung der Anlaßtemperatur wurden auch in neutronenbestrahlten Proben beobachtet /10/. Werden die Dotierungsdefekte von etwa 100 K an in isochronen Schritten ausgetempert, so ist ihre

nach Neutronenbestrahlung bei Raumtemperatur und Wiederanlassen bis 420 K mittels diffuser Röntgenstreuung /10/ nachgewiesen bzw. elektronenmikroskopisch nach der Bestrahlung mit α -Teilchen bei Raumtemperatur /11/. Bei höherer Anlaßtemperatur verschiebt sich der Schwerpunkt in der Grö-

Struktur solange durch ZGA-Cluster und einzelne LS bestimmt, bis die LS wanderungsfähig werden und ebenfalls Cluster bilden können. Beobachtungen mittels diffuser Röntgenstreuung zeigen /12, 13/, daß die ZGA-Cluster bei 60 K aus 5 - 10 ZGA bestehen, bei 200 K aus etwa 80 ZGA.

Nach dem Abschrecken und Wiederanlassen der Proben sind nur LS-Agglomerate als Dotierung vorhanden /35/.

Die so dotierten Proben wurden zusammen mit einigen undotierten Referenzproben einer Testbestrahlung mit 3 MeV- bzw. 0.5 MeV-Elektronen bei 4.7 K ausgesetzt. Dabei entstehen isolierte Frenkeldefekte als Testdefekte, deren Ausheilung anschließend in einem isochronen Temperprogramm beobachtet wurde. Die relative Temperaturschrittweite $\frac{\Delta T}{T}$ war zuerst 10 %, bei späteren Experimenten 5 %. Ab 189.4 K wurde die Temperatur bei allen Erholungsversuchen nur noch in 3 %-Schritten erhöht und die Haltezeit von 5 auf 20 min ausgedehnt. Durch viermalige Rest-Widerstandsbestimmung innerhalb dieser längeren Haltezeit war es möglich, Teilisothermen aufzunehmen und die effektive Aktivierungsenergie nach der Sprungmethode /14/ zu bestimmen. Hierzu wurde aus der graphisch /2, 4/ bestimmten Differenz der Steigungen S_1 und S_2 am Ende bzw. am Anfang je zweier aufeinanderfolgender Teilisothermen zu T_1 und T_2 die effektive Aktivierungsenergie Q_{eff} nach folgender Gleichung bestimmt:

$$Q_{\text{eff}} = \frac{k}{1/T_1 - 1/T_2} \ln \frac{S_2}{S_1} \quad (k = \text{Boltzmannkonstante}) \quad G(1)$$

Insgesamt wurden sechs Testbestrahlungs- und Erholungsexperimente durchgeführt. Im ersten und zweiten Experiment wurde die Erholung der Testdefekte bis 420 K beobachtet, im dritten und fünften bis 675 K, wobei oberhalb von 420 K die Dotierungsdefekte mit ausheilen. Im vierten und sechsten Experiment wurde die Restschädigung der Testdefekte bei einer Erholungstemperatur von etwa 65 K in Abhängigkeit von der Struktur der Dotierung beobachtet. Die folgende Zusammenstellung enthält weitere Einzelheiten:

1. Experiment mit 12 Proben

- Ziel: Untersuchung des Einflusses verschieden hoher Dotierungen auf die Reaktionen der Testdefekte
- Dotierung: 5 Proben undotiert,
7 Proben dotiert durch Elektronenbestrahlung bei 4.7 K und Tempern bei 420 K, ρ_d abgestuft von 2.5 - 15 n Ω cm
- Testdefekte durch 3 MeV-Bestrahlung bei etwa 20 K. Anfangswiderstand $\Delta\rho_0$ abgestuft von 7.7 bis 54 n Ω cm
- Beobachtungen: isochrone Erholung der Testdefekte bis 420 K, Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie im Temperaturbereich von 220 - 278 K

2. Experiment mit 8 Proben

- Ziel: Erreichen eines möglichst hohen Konzentrationsverhältnisses $\rho_d/\Delta\rho_0$, um die Reaktionen der Testdefekte untereinander zu behindern
- Dotierung: 2 Proben undotiert,
6 Proben, davon 2 mäanderförmige, dotiert durch Elektronenbestrahlung bei 4.7 K und Tempern bei 420 K, $\rho_d = 11 - 13$ n Ω cm
- Testdefekte: durch 3 MeV-Elektronenbestrahlung bei 4.7 K, Anfangswiderstand $\Delta\rho_0$ abgestuft von 1.3 bis 7.2 n Ω cm
- Beobachtungen: isochrone Erholung der Testdefekte bis 420 K, Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie im Temperaturbereich 220 - 332 K

3. Experiment mit 8 Proben

- Ziel: Untersuchung des Einflusses herabgesetzter Bestrahlungsenergie bei der Testbestrahlung, Untersuchungen an abgeschreckten Proben
- Dotierung: 2 Proben undotiert,
2 Proben dotiert durch Abschrecken und Tempern bis 420 K, $\rho_d \approx 5 \text{ n}\Omega\text{cm}$,
4 Proben, davon 2 mäanderförmige, dotiert durch Elektronenbestrahlung bei 4.7 K und Tempern bei 420 K, $\rho_d = 10 - 12 \text{ n}\Omega\text{cm}$
- Testdefekte: durch 0.5 MeV-Elektronenbestrahlung bei 4.7 K, $\Delta\rho_0 \approx 1 \text{ n}\Omega\text{cm}$,
durch 3 MeV-Elektronenbestrahlung bei 4.7 K, $\Delta\rho_0 \approx 13 \text{ n}\Omega\text{cm}$
- Beobachtungen: a. isochrone Erholung der Testdefekte bis 420 K, Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie ab 226 K
b. isochrone Erholung der Dotierungs- und Testdefekte bis 675 K, Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie bis 636 K

4. Experiment mit 12 Proben

- Ziel: Untersuchung des Einflusses der Dotierungsstruktur auf die Reaktionen der Testdefekte
- Dotierung: durch Elektronenbestrahlung bei 4.7 K, $\rho_d = 50, 100, 180 \text{ und } 240 \text{ n}\Omega\text{cm}$
Die Dotierungsdefekte wurden dann in isochronen Schritten von etwa 100 K bis über 420 K ausgetempert, wobei sich die Struktur der Dotierung ändert.
- Testdefekte: durch 3 MeV-Elektronenbestrahlung bei 4.7 K nach jedem einzelnen Tempersschritt, $\Delta\rho_0 = 1, 2 \text{ und } 5 \text{ n}\Omega\text{cm}$
- Beobachtungen: Restwiderstand der Testdefekte bei 62 K nach jeder Testbestrahlung

5. Experiment mit 8 Proben

Ziel: Untersuchung des Einflusses von verschiedenen erzeug-

ten Dotierungen auf die Reaktionen der Testdefekte

Dotierung: 5 Proben durch Neutronenbestrahlung bei Raumtempera-
tur und Tempern bis 420, 490, 520, 550 und 580 K,

$$\rho_d = 12 - 20 \text{ n}\Omega\text{cm},$$

2 Proben durch Bestrahlung mit α -Teilchen bei Raum-
temperatur und Tempern bis 420 K und 550 K,

$$\rho_d \approx 5 \text{ n}\Omega\text{cm},$$

1 mäanderförmige Probe durch Elektronenbestrahlung
bei 4.7 K und Tempern bis 550 K, $\rho_d = 5.1 \text{ n}\Omega\text{cm}$

Test-

defekte:

durch 3 MeV-Elektronenbestrahlung bei 4.7 K

$$\Delta\rho_o = 9.7 - 12.2 \text{ n}\Omega\text{cm}$$

Beobach-

tungen:

a. isochrone Erholung der Testdefekte bis zum Er-
reichen der Anlaßtemperatur der Dotierung,
Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie
ab 220 K

b. isochrone Erholung der Dotierungs- und Testde-
fekte bis 675 K, Bestimmung der effektiven Ak-
tivierungsenergie bis 656 K

6. Experiment mit 6 Proben

Ziel: Reproduktion der Ergebnisse von Experiment 4

Dotierung: durch Elektronenbestrahlung bei 4.7 K, $\rho_d \approx 260 \text{ n}\Omega\text{cm}$

Die Dotierung wurde in isochronen Schritten von 100
bis über 420 K ausgetempert.

Test-

defekte:

durch 3 MeV-Elektronenbestrahlung nach jedem Tem-
perschritt, $\Delta\rho_o = 1$ und $2 \text{ n}\Omega\text{cm}$

Beobach-

tungen:

Restwiderstand der Testdefekte bei 67 K nach jeder
Testbestrahlung

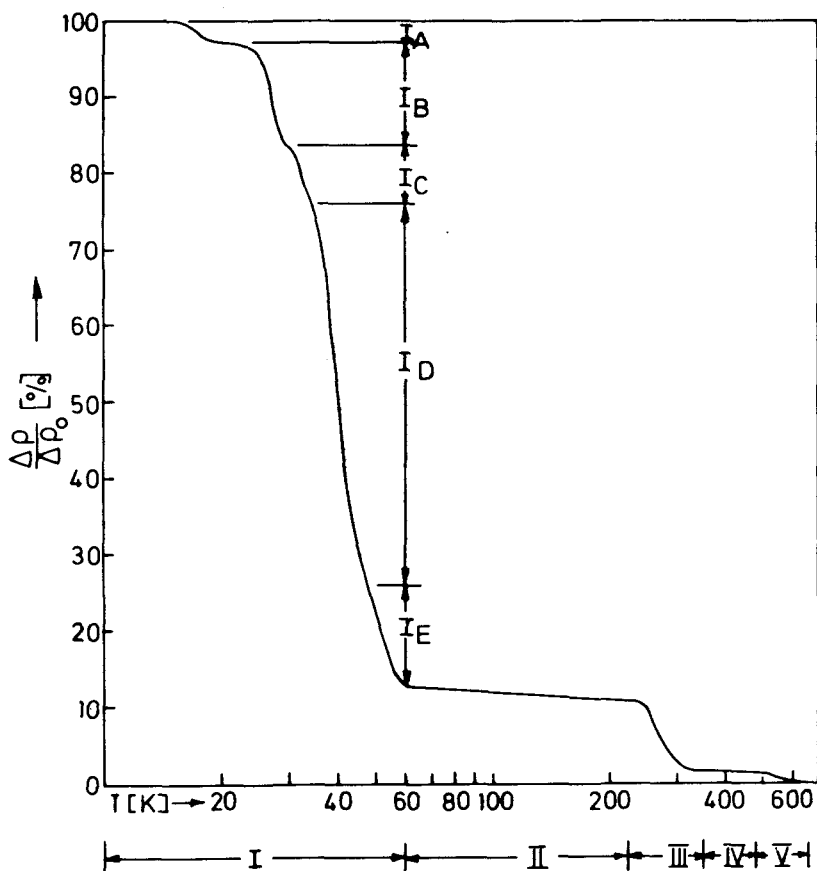
Bei den in den folgenden Abbildungen angegebenen Probennummern bezeichnet die erste Zahl die Platznummer auf dem Probenhalter, wobei mäanderförmige Proben durch römische Zahlen bezeichnet sind. Die zweite Zahl ist die Experimentnummer.

III. Ergebnisse und Diskussionen

Einleitung

Bei der Beobachtung der Ausheilung von Testdefekten in fehlstellendotierten Proben wurden in den Erholungsstufen I, III und IV Unterschiede zu dem Erholungsverlauf in undotierten Proben beobachtet. Einige Beobachtungen betreffen auch die Erholungsstufen II und V. Daher wurden die in den folgenden fünf Kapiteln dargestellten Ergebnisse und Diskussionen nach der Abfolge der Erholungsstufen I bis V in reinem Kupfer gegliedert.

Die Abb. 5 zeigt zunächst eine isochrone Erholungskurve von reinem Kupfer nach Elektronenbestrahlung. Die Ausheilung des Widerstandes erfolgt in drei charakteristischen Stufen, Stufe I, III und V. Die Zwischenbereiche, in denen nur geringe, mehr oder weniger kontinuierliche



Erholung beobachtet wird, heißen - historisch bedingt - Stufe II und IV. Aufgrund vieler früherer Experimente /15/ hat sich für die Erholungsstufen folgende Interpretation ergeben:

Mit steigender Temperatur werden zuerst die ZGA der Frenkeldefekte beweglich. Dabei treten folgende Erholungsreaktionen auf:

Abb. 5 Isochrone Erholungskurve in reinem Kupfer nach Elektronenbestrahlung bei 4.7 K (schematisch)

- (1) Erholung engbenachbarter Frenkelpaare, die die Unterstufen $I_A - I_C$ verursacht,
- (2) korrelierte Erholung der ZGA mit der eigenen LS in der Unterstufe I_D ,
- (3) unkorrelierte Erholung der ZGA mit fremden LS in der Unterstufe I_E ,
- (4) Agglomeration der ZGA.

Da im Bereich der unkorrelierten Erholung ein Teil der ZGA zusammentrifft und dabei unbewegliche Agglomerate bildet, die durch Röntgenstreuexperimente direkt nachgewiesen sind /12, 13/, bleibt nach Abschluß der Erholungsstufe I bei etwa 60 K eine Restschädigung im Material zurück, die aus ZGA-Agglomeraten und einzelnen LS besteht. Die ZGA-Agglomerate werden in der Stufe II größer, die Widerstandserholung ist jedoch nur geringfügig /12, 13/. Danach folgt die Erholungsstufe III, deren Lage sich mit steigender Defektkonzentration zu niedrigeren Temperaturen verschiebt. In ihr werden die LS beweglich und rekombinieren einerseits an ZGA-Agglomeraten, andererseits reagieren sie miteinander, wobei über die Bildung beweglicher Doppel-LS LS-Agglomerate entstehen:

- (5) Rekombination der LS an ZGA-Agglomeraten,
- (6) Agglomeration der LS.

Nach Stufe III bleiben ZGA- und LS-Agglomerate als Restschädigung im Material zurück. Diese Agglomerate wachsen in Stufe IV weiter, die Erholung ist aber nur geringfügig, ein Verhalten, das dem in der Stufe II analog ist.

In der Stufe V setzt der thermische Zerfall der LS-Agglomerate ein. Die freigesetzten LS annihilieren an den ZGA-Clustern, so daß nach Ablauf der Stufe V bei etwa 650 K die gesamte Schädigung ausgeheilt ist.

Diese Interpretation der Erholungsstufen ist jedoch nicht unumstritten, sondern entspricht den Vorstellungen des 1-ZGA-Modells. Eine andere Erklärung insbesondere für die Erholungsstufe III gibt das 2-ZGA-Modell. Danach wird die Erholung in Stufe III durch einen zweiten Typ von ZGA ausgelöst, der in Stufe II me-

tastabil ist und nach Konversion in der Stufe III beweglich wird. Diese konvertierten ZGA rekombinieren mit den LS. Die übrigbleibenden LS werden erst in der Stufe IV wanderungsfähig. Fast alle unsere Beobachtungen an dotierten Proben lassen sich nach dem 1-ZGA-Modell gut interpretieren. Aus gewissen Beobachtungen in Stufe III läßt sich das 2-ZGA-Modell sogar ausschließen.

Bevor nun in den folgenden Kapiteln die Ergebnisse im einzelnen geschildert werden, seien sie in einer kurzen Übersicht zusammengestellt:

- Stufe I
- a. Die Unterstufe I_E wird bei Anwesenheit einer Clusterdotierung auch bei kleinen Testdefektkonzentrationen unterdrückt.
 - b. Die Restschädigung der Testdefekte nach Stufe I wird durch die Dotierung beeinflusst.

- Stufe II
- a. Die kontinuierliche Erholung ist in dotierten Proben geringer als in undotierten.
 - b. Undotierte Proben zeigen nach Elektronenbestrahlung mit niedriger Dosis bei 200 K eine Unterstufe im Erholungsverlauf, die sich bei Herabsetzung der Bestrahlungsenergie auf 0.5 MeV besonders ausprägt.

- Stufe III
- a. Die Restschädigung nach Stufe III wird bei Anwesenheit einer Clusterdotierung abgesenkt.
 - b. Bei niedrigen Testdefektkonzentrationen wird die Temperaturlage der Stufe durch Anwesenheit einer Dotierung von etwa 300 K nach etwa 270 K verschoben. Dieser Verschiebung entspricht ein Übergang der Reaktion von der zweiten zur ersten Ordnung.
 - c. Die Halbwertsbreite der Stufe nimmt mit der Dotierung ab.
 - d. Die effektive Aktivierungsenergie ist in dotierten Proben gleich der in undotierten: 0.7 eV.
 - e. Die Bildung von LS-Agglomeraten in Stufe III läßt sich indirekt zeigen.

- Stufe IV
- a. Der Betrag der Erholung ist abhängig von dem Konzentrationsverhältnis der Testdefekte zur Dotierung und von der Art und Weise, wie die Dotierung erzeugt wurde.
 - b. Die effektive Aktivierungsenergie steigt kontinuierlich an.
- Stufe V
- a. Der Schwerpunkt verschiebt sich mit steigender Defektkonzentration zu höheren Temperaturen.
 - b. Die effektive Aktivierungsenergie erreicht in der Stufe mit 2.1 eV die Selbstdiffusionsenergie.

1. Die Widerstandserholung in Stufe I

1.1 Die Unterdrückung der Unterstufe I_E

Um den Einfluß einer Clusterdotierung auf den Ablauf der Erholung in Stufe I zu zeigen, sind in Abb. 6 die Beobachtungsergebnisse von einer undotierten und einer entsprechend $\rho_d = 13.1 \text{ n}\Omega\text{cm}$ clusterdotierten Probe gegenübergestellt. Dargestellt ist das differenzierte isochrone Erholungsspektrum von Testdefekten mit der Anfangs-Konzentration von etwa 5 ppm. Man sieht zunächst, daß die Unterstufen I_A - I_C fast nicht, die Unterstufe I_D wenig beeinflußt sind. Da in diesen Unterstufen die ZGA mit ihrer eigenen LS rekombinieren, sollte man einen Einfluß der Dotierung auch nicht erwarten, wenn die Konzentration der Dotierungs-

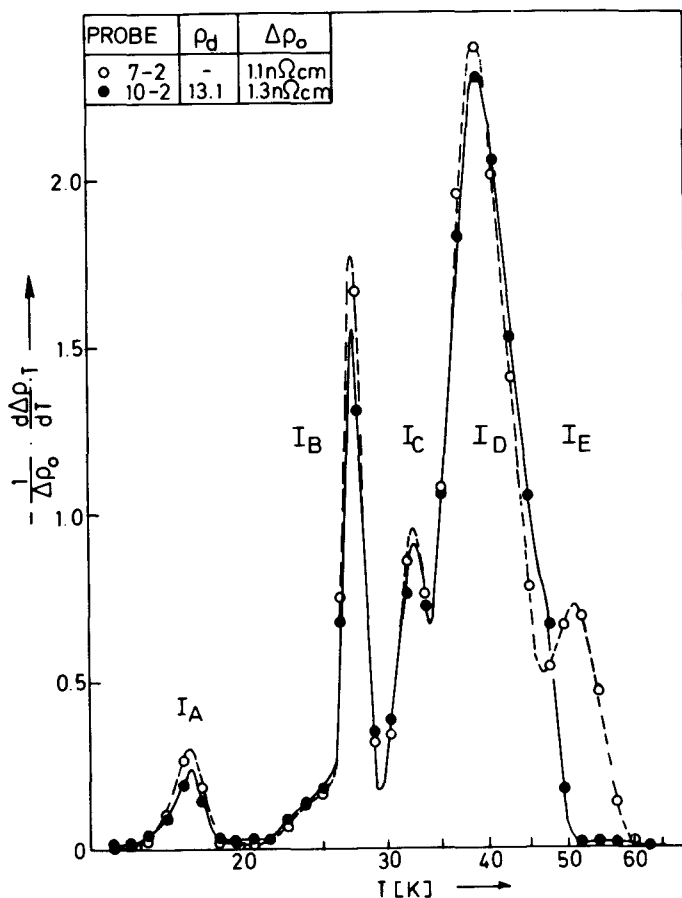


Abb. 6 Differenzierte isochrone Erholungskurven nach der Testbestrahlung mit Elektronen einer undotierten und einer clusterdotierten Probe

defekte nicht zu groß ist.⁺

Am auffallendsten ist jedoch das Verschwinden der Stufe I_E bei Anwesenheit einer Clusterdotierung, d.h. eine Unterdrückung der Rekombination frei wandernder ZGA an fremden LS. Dies bedeutet, daß in dotierten Proben die Test-ZGA, die der Erholung mit ihrer eigenen LS entkommen, mit den LS- und ZGA-Clustern der Dotierung reagieren, bevor sie fremde LS erreichen können. Die geringe Verbreiterung der Stufe I auf der Hochtemperaturseite bedeutet, daß die Schrittzahl der ZGA bis zur Rekombination mit LS-Clustern die gleiche Größenordnung hat wie die Schrittzahl bei der korrelierten Erholung am Ende der Stufe I_D in undotierten Proben (47 K, etwa einige 100 Schritte in der Haltezeit von 300 sec.). Da durch die Anwesenheit von Dotierungsclustern die unkorrelierte Erholung der Testdefekte verhindert wird, sollte auch ihre Agglomeratbildung weitgehend unterdrückt sein, die Schrittzahlen der gleichen Größenordnung erfordert wie die unkorrelierte Erholung. Das heißt, alle ZGA, die der Erholung mit der eigenen LS entkommen, reagieren in clusterdotierten Proben mit Dotierungsclustern. Die in dotierten Proben nach Stufe I trotzdem verbleibende Restschädigung der Testdefekte muß dann auf defekterhaltende Reaktionen von Test-ZGA mit den ZGA-Clustern zurückzuführen sein (s. nächster Abschnitt).

Die Beobachtungen in Stufe I, die nach einer Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen gemacht wurden, sind in Abb. 7 dargestellt. Die Abb. 7a zeigt differenzierte Erholungsspektren an undotierten, die Abb. 7b an clusterdotierten Proben, die nach 3 MeV- bzw. 0.5 MeV-Elektronen-Bestrahlung erhalten wurden.

Vergleicht man die gestrichelten Kurven, die den Erholungsverlauf nach der 0.5 MeV-Testbestrahlung darstellen, in beiden Abbildungen, so sieht man, daß die Unterstufe I_E bei Anwesenheit

⁺Bei Probe 7-2, der Probe mit dem niedrigsten Anfangsgesamtwiderstand ρ_0 nach der Bestrahlung, führte die Size-Effekt-Korrektur zu größeren Abweichungen von dem aus der Literatur bekannten Erholungsverlauf in Stufe I. Die Korrektur wurde daher in diesem Fall so durchgeführt, daß sich nach Ablauf der Stufe I_B ein Wert für die prozentuale Ausheilung ergab, wie er im Mittel an den anderen Proben beobachtet worden war.

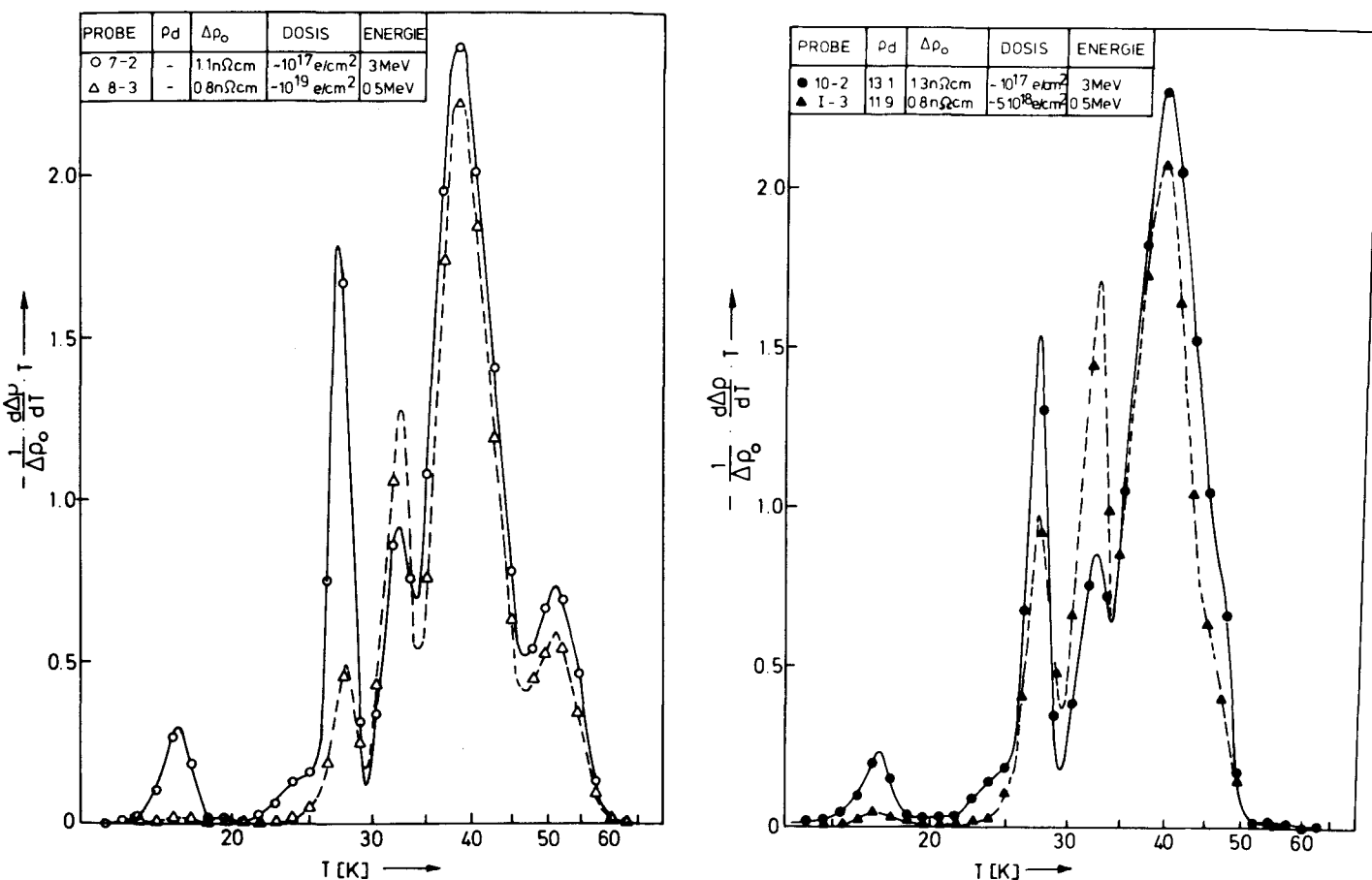


Abb. 7 Differenzierter isochroner Widerstandsverlauf in Stufe I nach Bestrahlung mit 0.5 und 3 MeV-Elektronen
 a) undotierte Proben b) clusterdotierte Proben

einer Clusterdotierung ebenso unterdrückt ist, wie dies für die Testbestrahlungen mit 3 MeV-Elektronen geschildert wurde.

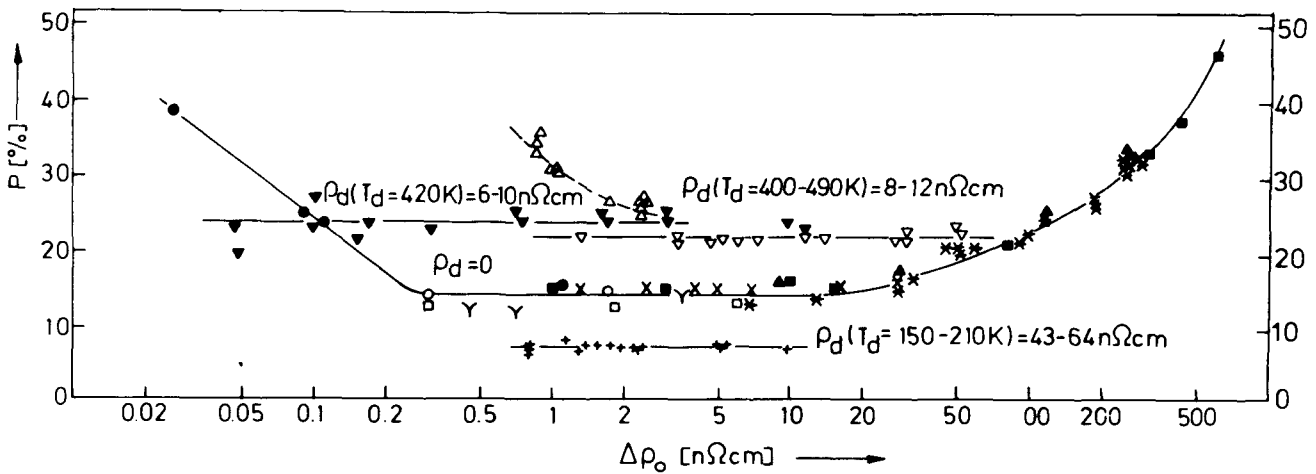
Bei der Herabsetzung der Bestrahlungsenergie von 3 auf 0.5 MeV treten jedoch noch Unterschiede in den übrigen Unterstufen auf. Besonders betroffen sind die Unterstufe I_A , die fast unterdrückt ist, und I_B , die stark reduziert ist. Die Unterstufe I_C hingegen ist angehoben. Die Erholung in der Unterstufe I_D bzw. I_E ist reduziert. Dabei wirkt sich die Herabsetzung der Energie in undotierten und dotierten Proben im gleichen Sinne aus. Solche Unterschiede, besonders in den Unterstufen $I_A - I_C$ sind entsprechend den schon früher gemachten Beobachtungen und Deutungen /16-20/ nach Elektronenbestrahlungen mit niedriger Energie zu erwarten:

- (i) einmal wegen der Abhängigkeit der Wirkungsquerschnitte für die Erzeugung der verschiedenen engbenachbarten Frenkel-paare von der Energie,
- (ii) zum anderen wegen der Verwendung einer höheren Bestrahlungsdosis, die zur Erzeugung einer vergleichbaren Schädigung benutzt wurde. Dies führt zu vermehrter Auslöschung der verschiedenen engbenachbarten Frenkel-paare durch unter-schwellige Stöße.

Unsere Beobachtungen unterscheiden sich etwas von denen in /17/, wo wesentlich stärkere Erholung in den Unterstufen I_B und I_C gefunden wurde. Dies könnte daran liegen, daß wir bei unseren Experimenten wesentlich höhere Bestrahlungsdosen verwendet haben. Dadurch könnte die Ausheilung der Defekte durch unter-schwellige Stöße während der Bestrahlung in unserem Experiment stärker sein. Einen Hinweis auf den Dosiseinfluß gibt ein von uns beobachtetes Beispiel, bei dem die Bestrahlungsdosis noch etwas höher lag. Dabei wurde die Erholung in den Unterstufen I_B und I_C noch stärker reduziert.

1.2 Die Restschädigung nach Stufe I

Die Restschädigung $p = \Delta\rho_I/\Delta\rho_0$, die nach Ablauf der Stufe I im Material bei 60 K übrigbleibt, ist prozentual in Abb. 8 für undotierte und dotierte Proben in Abhängigkeit von $\Delta\rho_0$ eingetragen. Die Werte für die undotierten Proben ($\rho_d = 0$) sind zum größten Teil der Literatur entnommen /14/. Für diese undotierten Proben wird im Bereich von $\Delta\rho_0 = 0.3$ bis 20 $n\Omega\text{cm}$ eine annähernd konstante Restschädigung von 13 bis 15 % beobachtet. Dies bedeutet /14/, daß etwa die Hälfte aller ZGA, die der Erholung mit der eigenen LS entkommen - das sind in Cu etwa 26 % - nicht mit fremden LS unkorreliert rekombinieren, sondern agglomerieren. Wenn die Defektdichte $\Delta\rho_0$ sehr klein wird, nimmt die Wahrscheinlichkeit für Einfangreaktionen an den in der Probe immer vorhandenen Fremdatomen zu, so daß ein größerer Anteil der ZGA die Erholung in Stufe I überleben kann. Dies könnte den Anstieg der Restschädigung im linken Teil des Diagramms plausibel machen /14/. Maximal können auf diese Weise jedoch nur die



Referenzen	Eigene Messungen
○ [22]	* Undotierte Proben
● [23]	▽ Dotierung durch Elektronenbestrahlung und Tempern bis Stufe IV
◐ [24a]	▽ Dotierung durch Neutronenbestrahlung und Tempern bis Stufe IV
■ [25]	△ Dotierung durch Elektronenbestrahlung und schrittweises Tempern bis Stufe IV
x [26]	+ Dotierung durch Elektronenbestrahlung und Tempern bis Stufe II
▲ [27]	
▼ [27a]	
Υ [28]	

Abb. 8 Restschädigung p nach Stufe I in undotierten und clusterdotierten Proben in Abhängigkeit von der Anfangsschädigung $\Delta\rho_0$

26 % der ZGA übrigbleiben, die der Erholung mit ihrer eigenen LS entkommen sind. Für die beobachteten höheren Restschädigungen gibt es noch keine plausible Erklärung.

Bei hohen Defektdichten wird die korrelierte Erholung beeinflusst. Die Defekte liegen so dicht, daß ein Teil der ZGA, die sonst korreliert erholen würden, mit anderen ZGA reagiert und nicht rekombiniert. Dies erklärt qualitativ den Anstieg der Kurve mit steigender Defektdichte im rechten Teil des Diagramms.

Die Restschädigungen, die wir an clusterdotierten Proben mit $\rho_d = 8 - 15 \text{ n}\Omega\text{cm}$ beobachtet haben, liegen höher als in undotierten, wobei es keinen Unterschied macht, ob die Clusterdotierungen durch Neutronen- oder durch Elektronenbestrahlung erzeugt worden ist. Die Anlaßtemperatur der Dotierung reicht von $T_d = 420 - 490 \text{ K}$. Wie man sieht, bleiben in solchen Proben von Testschädigungen zwischen $\Delta\rho_0 = 0.05$ bis $30 \text{ n}\Omega\text{cm}$ nach Stufe I etwa 20 - 25 % als Restschädigung zurück gegenüber nur 13 - 15 % in undotierten Proben. Dies kann nur durch die Anwesenheit der Dotierungscluster bewirkt werden. Der hohe Wert der prozentualen Restschädigung in clusterdotierten Proben deutet darauf hin, daß

die ZGA, die der korrelierten Erholung entkommen, häufiger an ZGA-Clustern eingefangen werden als sie an LS-Clustern ausheilen. Nimmt man an, daß durch die Anwesenheit der Dotierungscluster Reaktionen der Testdefekte untereinander vollständig unterdrückt sind, so sollte sich ihre Restschädigung nach Stufe I nach der Gleichung

$$p = (1-f_{ep})(1-f_{korr}) \frac{R_{ni}^i}{R_{ni}^i + R_{mv}^i} \quad G(2)$$

berechnen.

Der Anteil f_{ep} der ZGA heilt durch Erholung engbenachbarter Frenkelpaare aus, der Anteil f_{korr} durch korrelierte Erholung, so daß das Klammerprodukt den ZGA-Anteil ergibt, der der Erholung mit der eigenen LS entkommt. Das sind 26 % der Test-ZGA, die mit den ZGA- und LS-Clustern der Dotierung reagieren können. R_{ni}^i ist der mittlere Reaktionsradius eines in einem Cluster befindlichen ZGA für ein Test-ZGA, R_{mv}^i der mittlere Reaktionsradius einer in einem Cluster befindlichen LS.⁺

⁺Im folgenden werden Einfangradien gemäß der Tabelle bezeichnet:

	an ZGA	an Einzel-LS	an ZGA-Clustern	an LS-Clustern
Einfang von ZGA	R_i^i	R_v^i	R_{ni}^i	R_{mv}^i
Einfang von LS		R_v^v	R_{ni}^v	R_{mv}^v
Einfang von Doppel-LS			R_{ni}^{2v}	R_{mv}^{2v}

R ist dabei der mittlere Beitrag pro Einzeldefekt zum Einfangradius. Der Einfangradius eines ZGA-Clusters, bestehend aus n ZGA, ist dann $n \cdot R_{ni}^i$ für ZGA bzw. $n \cdot R_{ni}^v$ für LS. Analog sind die Einfangradien eines LS-Clusters, bestehend aus m LS, $m R_{mv}^i$ bzw. $m R_{mv}^v$.

Aus der gemessenen Restschädigung $p = 20 - 25 \%$ ergibt sich dann das Verhältnis $R_{mv}^i / R_{ni}^i \approx 0.2$. Das heißt, daß ein im Cluster befindliches ZGA etwa fünfmal effektiver Test-ZGA einfängt als eine im Cluster befindliche LS. Dies gilt jedoch nur unter der Voraussetzung, daß die Dotierungsdefekte keinen Einfluß auf die korrelierte Erholung und damit auf die Größe f_{korr} haben und daß sich bei den Reaktionen der ZGA mit den Clustern der Widerstand um den gleichen Betrag ändert wie bei Reaktionen mit Einzeldefekten.

Für Testschädigungen $\Delta\rho_o = 30 - 60 \text{ n}\Omega\text{cm}$ nähern sich die Verläufe der Restschädigung p für dotierte und undotierte Proben. Dies ist der Bereich, in dem die Konzentration der Testdefekte nach der korrelierten Erholung $\Delta\rho_o \cdot (1-f_{ep}) \cdot (1-f_{korr})$ vergleichbar wird mit der Dotierungskonzentration von $\rho_d = 8 - 15 \text{ n}\Omega\text{cm}$. Dieses Verhalten ist verständlich, weil mit steigender Testdefektdichte der relative Einfluß der Dotierung zurückgehen sollte, so daß dotierte von undotierten Proben nicht mehr zu unterscheiden sind.

Bei einigen clusterdotierten Proben (Zeichen Δ) steigt die Restschädigung p bei Testdefektkonzentrationen $\Delta\rho_o \lesssim 3 \text{ n}\Omega\text{cm}$ wieder an. Hierbei handelt es sich jedoch ausschließlich um Proben aus den Experimenten 4 und 6, die sich von den übrigen dadurch unterscheiden, daß sie nach der Dotierungsbestrahlung nicht in einem Schritt bis 420 K angelassen worden waren, sondern in vielen isochronen Zwischenschritten. Nach jedem Temperschritt wurden sie mit einer geringen Elektronendosis nachbestrahlt. Möglicherweise führten die häufig wiederholten Temperungen und Nachbestrahlungen, wobei auch Streustrahlung auftritt, zu zusätzlichen Verunreinigungen, die die Restschädigung nach Stufe I anwachsen lassen.

Die in Abb. 8 mit + gekennzeichnete Kurve gehört zu Proben, die nach der Dotierungsbestrahlung mit Elektronen nur bis 150 - 210 K angelassen worden waren. Die Dotierung, die dann aus ZGA-Clustern und einzelnen LS besteht, entsprach einem spezifischen Restwiderstand von 43 - 64 $\text{n}\Omega\text{cm}$. Die beobachteten Restschädigungen nach Testbestrahlungen entsprechend $\Delta\rho_o = 0.8$ bis 9.5 $\text{n}\Omega\text{cm}$

betragen etwa 7 %. Unter den gleichen vereinfachenden Annahmen, wie sie für Gleichung 2 gemacht wurden, sollte sich diese Restschädigung nach der Gleichung

$$p = (1-f_{ep})(1-f_{korr}) \frac{R_{ni}^i}{R_{ni}^i + R_v^i} \quad G(3)$$

berechnen. R_v^i ist der Reaktionsradius der noch einzeln vorliegenden LS der Dotierung mit einem Test-ZGA. Mit dem gemessenen Wert $p \approx 7\%$ erhält man dann $R_v^i/R_{ni}^i \approx 2.7$. D.h. die Einzel-LS der Dotierung fangen die Test-ZGA sehr viel effektiver ein als die geclusterten ZGA der Dotierung. Hierauf gibt es auch Hinweise aus Beobachtungen an strahlungsdotierten Pt-Proben /4/ und aus der Messung der Schädigungsrate bei 80 K in reinen Cu-Proben als Funktion der Dosis /29/.

Zusammenfassung der Ergebnisse:

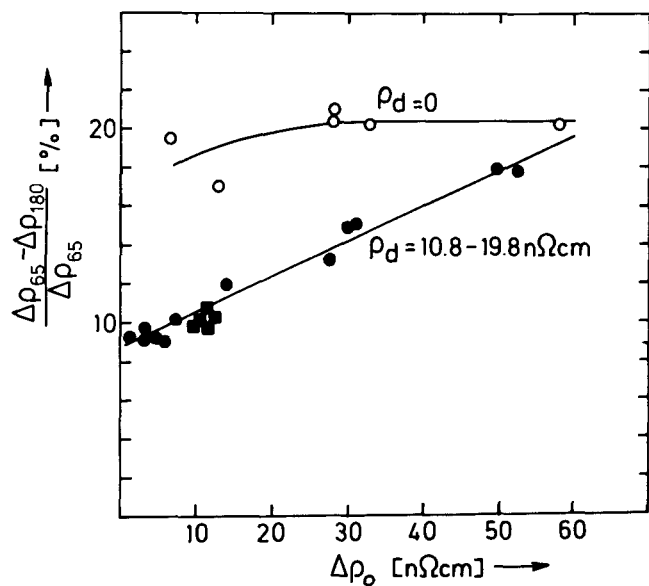
1. Test-ZGA, die der korrelierten Erholung entkommen sind, reagieren bereits dann vorwiegend mit den Clustern der Dotierung, wenn die Konzentration der Testdefekte nach der korrelierten Erholung etwa gleich der Konzentration ρ_d der Cluster ist.
2. Besteht die Dotierung aus ZGA- und LS-Clustern, so werden die Test-ZGA bevorzugt an den ZGA-Clustern eingefangen.
3. Besteht die Dotierung aus ZGA-Clustern und einzelnen LS, so rekombinieren die Test-ZGA bevorzugt mit den LS der Dotierung.

2. Die Widerstandserholung zwischen Stufe I und Stufe III

2.1 Die kontinuierliche Erholung

Im Temperaturbereich zwischen Stufe I und Stufe III heilt nur 2 - 4 % der Anfangsschädigung $\Delta\rho_0$ aus. Die Ausheilung erfolgt kontinuierlich. Lediglich bei undotierten Proben mit geringer Anfangsschädigung konnte eine kleine zusätzliche Erholungsstufe bei 200 K beobachtet werden. Die Beobachtungen zu dieser Stufe, die sich nach einer Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen noch stärker ausprägt, werden im nächsten Abschnitt geschildert.

Abb. 9 zeigt die beobachtete prozentuale Erholung zwischen 65 und 180 K, bezogen auf die Restschädigung der Testdefekte bei 65 K in Abhängigkeit von der Anfangsschädigung $\Delta\rho_0$. Man sieht, daß in undotierten Proben ($\rho_d = 0$) in der Stufe II etwa 20 % der nach Stufe I verbliebenen Restschädigung $\Delta\rho_{65}$ ausheilen. Aus Messungen der diffusen Röntgenstreuung ist bekannt, daß im Temperaturbereich von 65 bis 180 K die ZGA in Form von Frank-



schen Versetzungsringen vorliegen, deren Größe von 8 - 10 bei 65 K auf etwa 80 ZGA pro Ring bei 180 K anwachsen /12, 13/. Man könnte deshalb vermuten, daß die beobachtete kontinuierliche Erholung des elektrischen Restwiderstandes durch den beim Ringwachstum notwendigen ZGA-Transport verursacht wird. Es gibt jedoch

Abb. 9 Widerstandserholung in Stufe II undotierter und clusterdotierter Proben bezogen auf die Restschädigung $\Delta\rho_{65}$ nach Stufe I

noch keine befriedigende Vorstellung, welcher prozeß zu starkem Ring-

wachstum bei nur geringer Defekterholung führen könnte. Ein Oswaldtscher Reifungsprozeß scheidet als Erklärungsmöglichkeit aus, weil das Abdampfen der ZGA vom Ring, ihre freie Diffusion durchs Gitter und Wiederanlagerung an einen größeren Ring mit hoher Wahrscheinlichkeit auch zur Rekombination mit LS und damit zu starker Erholung führen müßte. Eventuell ist thermisch aktiviertes Gleiten oder Selbstklettern der Versetzungsringe möglich, die im gegenseitigen Spannungsfeld zu einer gerichteten Zueinanderbewegung führen. Dadurch würden sich die Ringe ohne freie ZGA-Diffusion vergrößern, und die Defekterholung bliebe gering.

In clusterdotierten Proben beobachtet man in Stufe II ebenfalls eine geringe Erholung der Testschädigung, wie die Abb. 9 zeigt. Die Clusterdotierung von $\rho_d = 10.8 - 19.8 \text{ n}\Omega\text{cm}$ wurde durch Elektronen (•)- bzw. Neutronenbestrahlung (■) und Wiederanlassen bis über Stufe III erzeugt. Man sieht, daß bei hoher Anfangsdichte der Testdefekte ($\Delta\rho_0 \approx 50 - 60 \text{ n}\Omega\text{cm}$) der in Stufe II ausheilende Anteil $+ \frac{\Delta\rho_{65} - \Delta\rho_{180}}{\Delta\rho_{65}}$ nur wenig kleiner ist als der in undotierten Proben. Dies ist verständlich, weil bei hohen Testdefektkonzentrationen der relative Einfluß der Dotierung klein sein sollte.

Bei niedrigerer Anfangsdefektkonzentration $\Delta\rho_0$ ist jedoch die prozentuale Erholung in Stufe II in dotierten Proben geringer als in undotierten Proben, da ein großer Teil der Test-ZGA in Stufe I mit den Dotierungsclustern reagiert und somit nur wenige neue ZGA-Ringe aus Test-ZGA gebildet werden können. Unter der Voraussetzung, daß nur diese Ringe in Stufe II Erholungsprozesse auslösen, sollte die relative Erholung geringer ausfallen. Bei sehr kleinen Testschädigungen, bei denen die Dotierung die Bildung neuer ZGA-Ringe aus Test-ZGA ganz unterdrückt, sollte dann auch die Erholung in Stufe II ausbleiben. Die beobachteten Werte von $+ \frac{\Delta\rho_{65} - \Delta\rho_{180}}{\Delta\rho_{65}} \approx 10 \%$ für Testschädigungen $\Delta\rho_0 \lesssim 10 \text{ n}\Omega\text{cm}$ sind daher nicht verständlich. Erneute Wachstumsprozesse der ZGA-Cluster der Dotierung während der Erholung in Stufe II sind wenig wahrscheinlich, da sie vorher bis über Stufe III ausgeheilt wurden. Andererseits wäre es prinzipiell vorstellbar, daß die Dotierungscluster während der Testbestrahlung

durch unterschwellige Stöße entsprechend verändert werden. Nach Testbestrahlungen mit 0.5 MeV-Elektronen und hoher Dosis, wodurch auch die Zahl der unterschweligen Stöße stark vermehrt wird, wurde jedoch in Stufe II keine verstärkte kontinuierliche Erholung beobachtet. Dies kann man an dem in Abb. 10 (nächster Abschnitt) gezeigten Erholungsverlauf für eine clusterdotierte Probe sehen. Da die kontinuierliche Erholung in der Stufe II ohnehin nur geringfügig ist, wurde auf eine weitere Diskussion der Beobachtungen verzichtet.

2.2 Die Erholungsstufe bei 200 K

Abb. 10 zeigt zwei Widerstandsisochochronen, die nach einer Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen hoher Dosis an einer undotierten und einer clusterdotierten Probe beobachtet wurden. Man sieht, daß die nach Stufe I verbleibende Restschädigung unabhängig von der Dotierung ist und etwa 33 % von $\Delta\rho_0$ beträgt. Sie ist höher als nach Testbestrahlungen mit 3 MeV-Elektronen, wo

nur 13 - 15 % von $\Delta\rho_0$ in undotierten bzw. 21 % in clusterdotierten Proben als Restschädigung nach Stufe I verbleiben (s. Abb. 8). Die sich an Stufe I anschließende Widerstandserholung ist geringfügig, bis am Ende der Stufe II bei 200 K in einer zusätzlichen Erholungsstufe etwa 20 % von $\Delta\rho_0$ ausheilen. Danach folgt bei etwa 270 K die Erholungsstufe III.

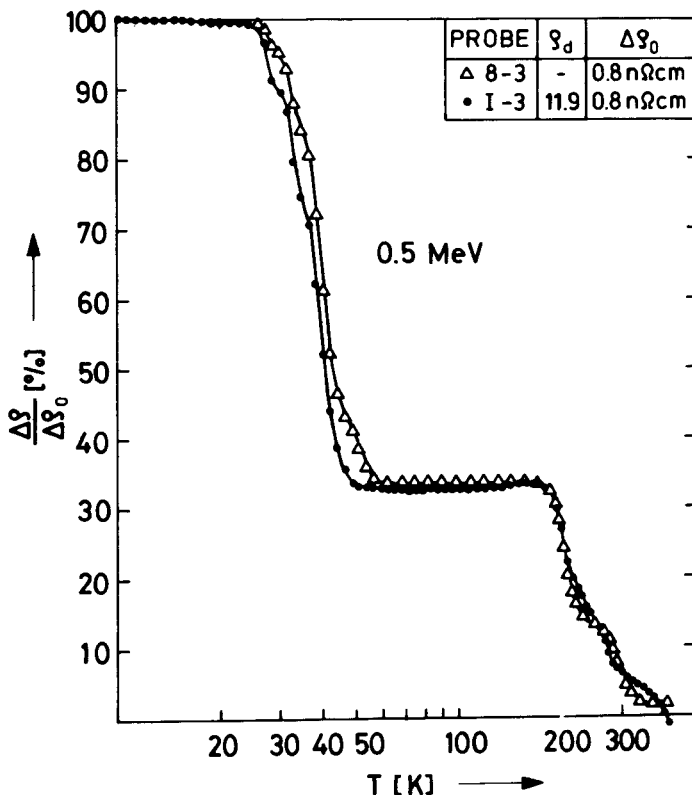


Abb. 10 Widerstandsisochochronen nach 0.5 MeV-Elektronen-Testbestrahlung einer undotierten und einer clusterdotierten Probe

Die beiden Isochronen sind in Abb. 11a und b zwischen 150 und

350 K differenziert dargestellt und im Temperaturbereich um 200 K mit Beispielkurven verglichen, die wir nach Testbestrahlungen mit 3 MeV Elektronen verschiedener Dosis erhielten. Man sieht, daß nach einer 3 MeV-Elektronen-Bestrahlung mit niedriger Dosis ($\approx 10^{17}$ e/cm²) ebenfalls eine kleine 200 K-Stufe getrennt werden kann, in der allerdings nur etwa 4 % von $\Delta\rho_0$ ausheilen (Abb. 11a). Nach höherer Bestrahlungsdosis ($\approx 5 \cdot 10^{18}$ e/cm²) bzw. in dotierten Proben (Abb. 11b) ist eine 200 K-Stufe nicht mehr eindeutig zu identifizieren. Eventuell wird sie von der Tieftemperaturflanke der Stufe III verdeckt, die sich sowohl bei hoher Bestrahlungsdosis als auch bei Anwesenheit einer Clusterdotierung zu niedrigeren Temperaturen verschiebt.

Zur Deutung der starken Erholungsstufe bei 200 K nach einer Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen sollen folgende Möglichkeiten diskutiert werden:

- (i) Während des Anlassens werden die frei wandernden Test-ZGA von den in der Probe immer vorhandenen Restverunreinigungen eingefangen und kommen erst bei 200 K wieder frei.

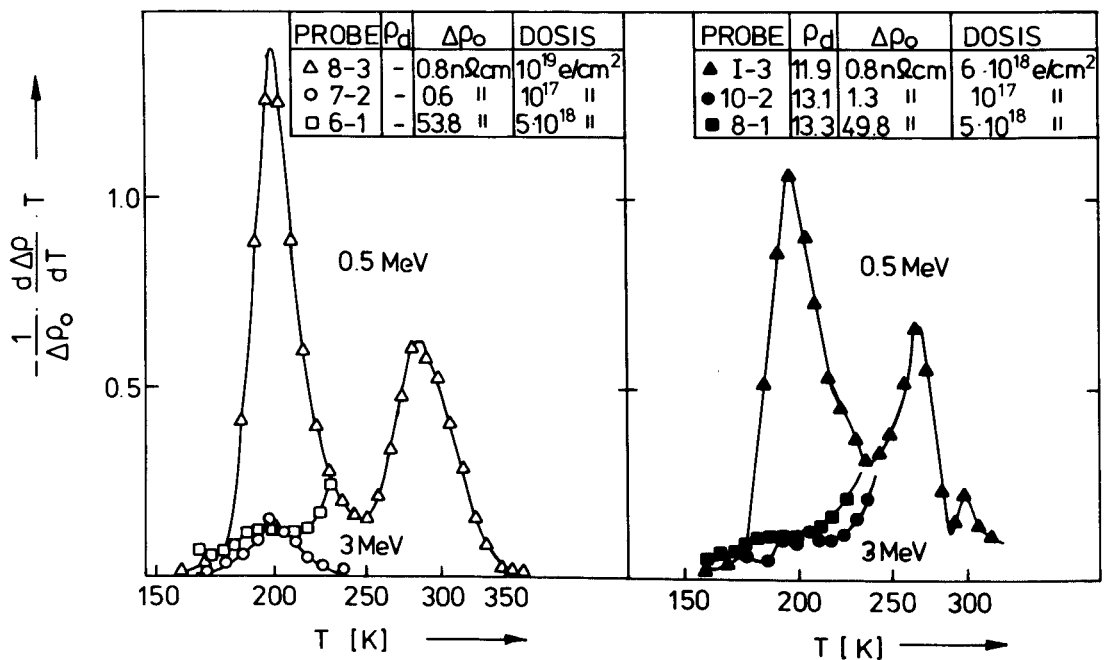


Abb. 11 Differenzierte Widerstandsisochnonen im Temperaturbereich um 200 K nach Testbestrahlung mit 0.5 bzw. 3 MeV-Elektronen

a) undotierte Proben

b) clusterdotierte Proben

Gegen diese Deutung spricht jedoch einmal das unterschiedliche Verhalten in undotierten Proben nach der Bestrahlung mit 0.5 MeV- und 3 MeV-Elektronen. ZGA, die der eigenen LS entkommen, sollten nämlich unabhängig von der Bestrahlungsenergie mit gleicher Wahrscheinlichkeit an Restverunreinigungen eingefangen werden, so daß sich oberhalb von Stufe I das Erholungsverhalten nach 0.5 MeV und 3 MeV-Elektronen-Bestrahlung nicht unterscheiden sollte. Zum andern spricht gegen diese Deutung der fehlende Unterschied im Verhalten dotierter und undotierter Proben. Bei Anwesenheit einer Clusterdotierung sollte der Einfang von ZGA an Fremdatomen unterdrückt sein (s. auch Kapitel 1) und damit auch die zusätzliche Erholungsstufe.

(ii) Die bei 200 K ausheilenden Defekte werden über indirekte Stoßfolgen gebildet.

Niederenergetische Elektronen, die nur mit geringer Wahrscheinlichkeit einen Frenkeldefekt durch direkten Stoß erzeugen, können die zur Produktion eines ZGA notwendige Verlagerungsenergie leichter durch einen indirekten Stoß über ein leichtes Fremdatom übertragen. Die so in der Nähe leichter Fremdatome produzierten ZGA könnten beim Anlassen von diesen eingefangen werden und erst bei 200 K wieder freikommen. Als leichte Fremdatome sind z.B. Sauerstoffatome im Material vorhanden, da die Proben zur Reinigung durch interne Oxidation in verdünnter Sauerstoffatmosphäre gegläht worden waren.

Da indirekte Stöße über leichte Fremdatome unbeeinflusst von anwesenden Dotierungsclustern erfolgen sollten, ließe sich damit zunächst der fehlende Unterschied in der 200 K-Erholung dotierter und undotierter Proben verstehen. Zum anderen entsteht bei einer 0.5 MeV-Elektronen-Bestrahlung wegen der niedrigen Defektproduktionsrate für direkt erzeugte Frenkelpaare ein relativ hoher Prozentsatz von Defekten durch indirekten Stoß über leichte Fremdatome. Dies führt zu einer relativ starken Erholung bei 200 K, bezogen auf die Anfangsschädigung $\Delta\rho_0$. In einer 3 MeV-Testbestrahlung mit ähnlich hoher Elektronendosis werden zwar vermutlich nicht weniger Defekte durch indirekten Stoß über leichte Fremdatome erzeugt, jedoch im Verhältnis dazu we-

sentlich mehr Frenkeldefekte durch direkten Stoß wegen der etwa 60-fachen Produktionsrate dafür. Die auf $\Delta\rho_0$ bezogene Erholung muß daher bei 200 K viel geringer ausfallen als nach 0.5 MeV-Elektronen-Bestrahlung. Dies zeigen die Abbildungen 11a und b. Einen Hinweis darauf, daß der Sauerstoff im Probenmaterial an der Produktion der Defekte, die bei 200 K ausheilen, beteiligt sein könnte, geben Beobachtungen an einer in reduzierender N_2 -CO-Atmosphäre abgeschreckten Probe. Nach der Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen zeigte sich keine 200 K-Stufe, sondern statt dessen Stufen bei 170 und 235 K. Dies ist in Abb. 12 durch den differenzierten isochronen Erholungsverlauf dargestellt, der an dieser Probe beobachtet wurde.

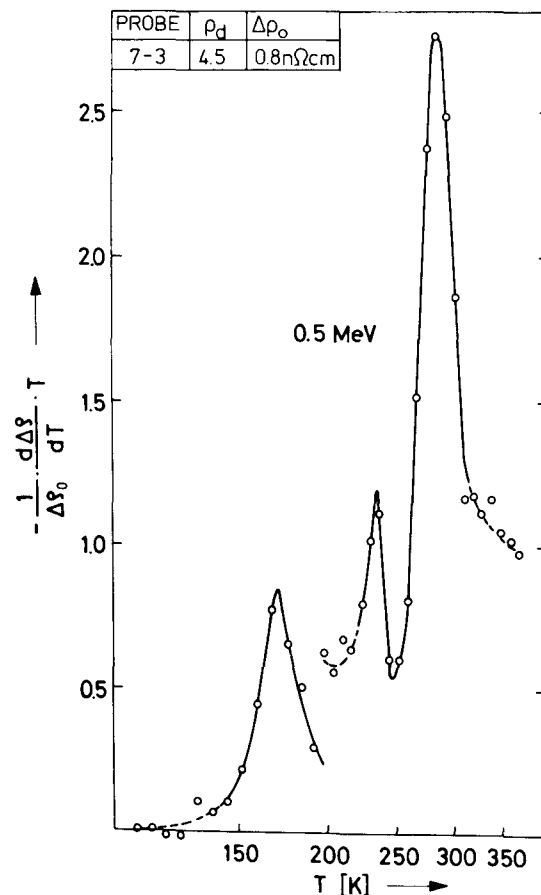


Abb. 12 Differenzierter isochroner Erholungsverlauf nach Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen einer in reduzierender Atmosphäre abgeschreckten und bis 420 K angelassenen Probe. (Die Unterbrechung des Verlaufs entstand durch die Änderung der Aufheizungsgeschwindigkeit bei 190 K.)

3. Die Widerstandserholung in Stufe III

3.1 Beobachtungen an undotierten Proben

Aus früheren Messungen und den Beobachtungen an den undotierten Referenzproben ist über die Erholung in Stufe III folgendes bekannt:

a. Die Defekterholung in Stufe III ist in Kupfer nicht vollständig.

Es heilen nur 80 - 90 % der am Beginn von Stufe III vorliegenden Schädigung aus (s. Abb. 13). Das bedeutet, daß ein Teil der in Stufe III beweglichen LS durch Clusterbildung überlebt. Clusterbildung aus LS in Stufe III ist neuerdings auch aus Beobachtungen mittels Positronenvernichtung /30/, Huang-Streuung /13/ und diffuser Röntgenstreuung /31/ nachgewiesen. Im Abschnitt 3.4 wird ein Experiment beschrieben, das ebenfalls die LS-Clusterung in Stufe III nachweist.

b. Die Temperaturlage der Stufe III verschiebt sich bei steigender Defektkonzentration zu niedrigeren Temperaturen. Aus der Verschiebung wurde die Reaktionsordnung $\gamma = 2$ bestimmt.

Abb. 13 zeigt die Verschiebung mit steigendem $\Delta\rho_0$. Diese Verschiebung der Erholungsstufe erklärt sich aus der Verringerung der bis zur Erholung notwendigen mittleren Schrittzahl der LS mit zunehmender Defektdichte. Quantitativ findet man, daß die beobachtete Temperaturverschiebung einer Reaktion 2. Ordnung entspricht. Setzt man für die zeitliche Abnahme der Defektkonzentration $-\dot{\Delta\rho} \propto (\Delta\rho)^\gamma \cdot e^{-Q/kT}$ an mit γ als der Reaktionsordnung, so erhält man für die Wendepunkte der Isochronen die Beziehung /32/:

$$\frac{Q}{k} \cdot \frac{T_j - T_i}{T_j T_i} + \ln \frac{T_j}{T_i} = (\gamma - 1) \ln \frac{\Delta\rho T_i}{\Delta\rho T_j} , \quad G(4)$$

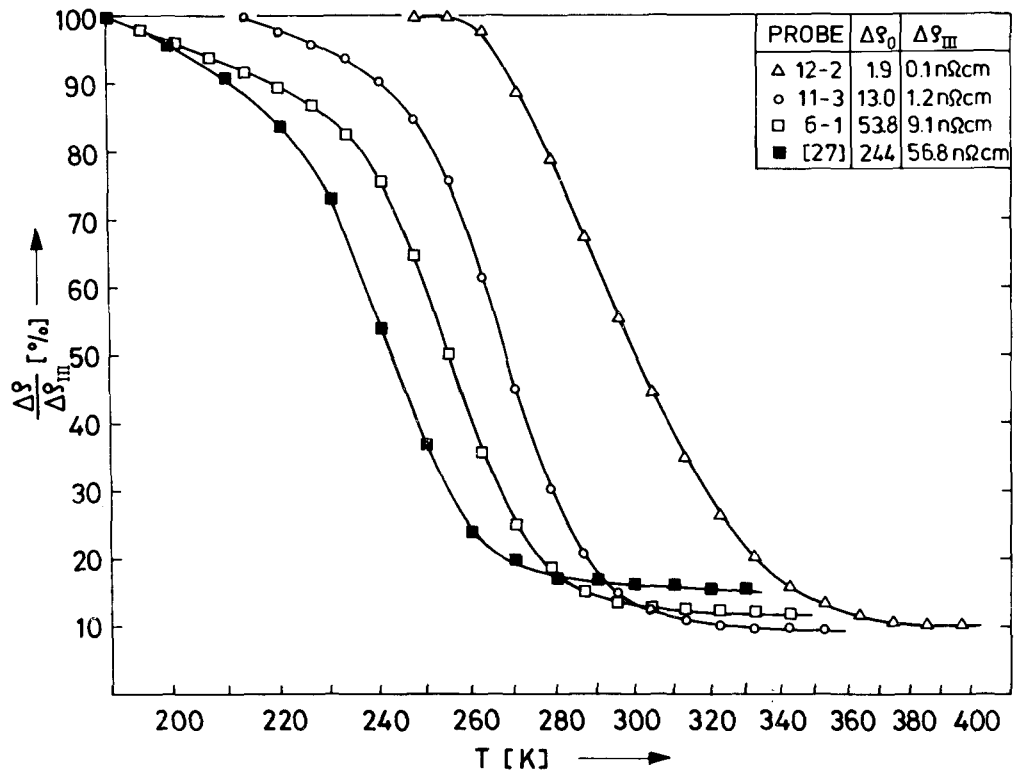


Abb. 13 Isochrone Widerstandsverlauf in Stufe III in Abhängigkeit von der Defektkonzentration nach Elektronenbestrahlung undotierter Proben

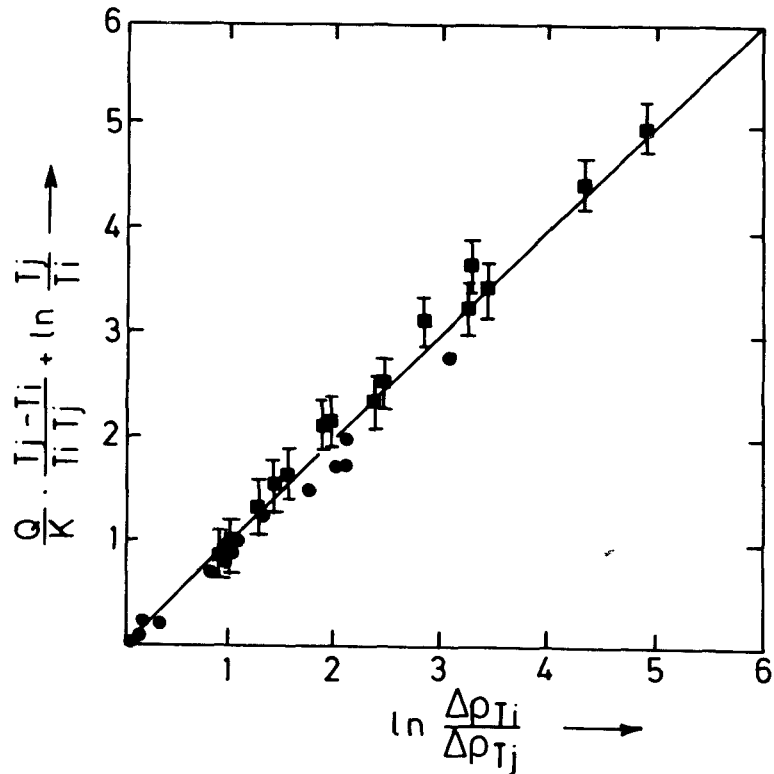


Abb. 14 Vergleich der Terme aus G(4) zur Ermittlung der Reaktionsordnung γ in der Stufe III undotierter Proben

mit der jeweils zwei gemessene Isochronen i und j verglichen werden können. T_i und T_j sind ihre Wendepunktstemperaturen, $\Delta\rho_{T_i}$ und $\Delta\rho_{T_j}$ die Widerstände am Wendepunkt. Mit der in Stufe III gemessenen Aktivierungsenergie $Q_{III} = 0.7$ eV (s. folgende Abschnitte) erhält man die in Abb. 14 gezeigten Ergebnisse. Die hier beobachteten Werte (Punkte) fallen in den Streubereich der in /27/ angegebenen (Vierecke mit Fehlerbalken) und folgen im Diagramm einer Geraden mit dem Anstieg $\gamma - 1 = 1$, was der Reaktionsordnung $\gamma = 2$ entspricht.

c. Die Aktivierungsenergie $Q_{III} = 0.7$ eV ist innerhalb der Stufe III konstant und unabhängig von der Anfangsdefektkonzentration.

Dies ist in Abb. 15 an zwei Beispielen gezeigt. Die Aktivierungsenergie wurde nach der Sprungmethode an 5 Proben 31mal bestimmt. Sie ergab sich unabhängig von der Defektkonzentration und in Übereinstimmung mit den Ergebnissen in /27/ zu $Q_{III} = (0.70 \pm 0.03)$ eV.

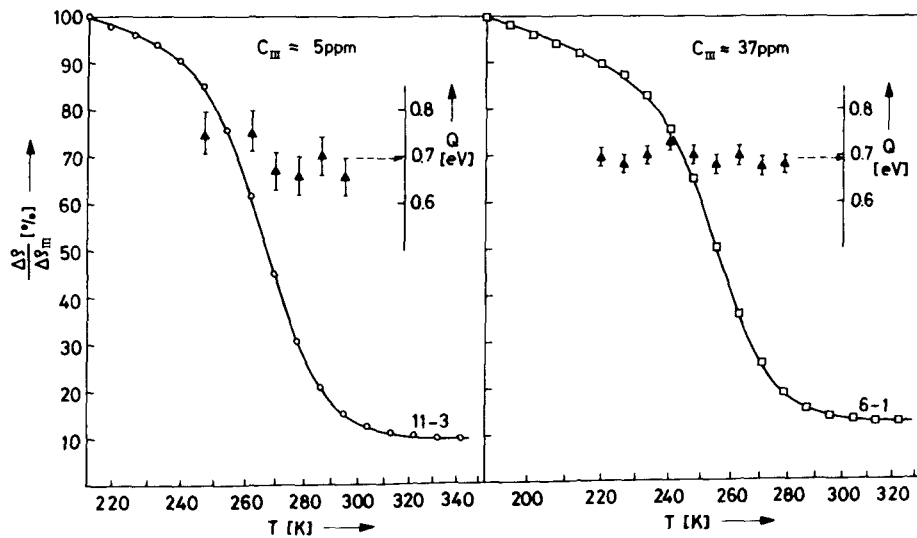


Abb. 15 Isochroner Widerstandsverlauf und effektive Aktivierungsenergie in Stufe III undotierter Proben nach Elektronenbestrahlung

3.2 Beobachtungen an dotierten Proben

Um die Agglomeration von LS in Stufe III und deren Einfluß auf die Erholungskinetik zu unterdrücken, wurde eine Reihe von Experimenten an dotierten Proben durchgeführt. Die Dotierung bestand aus ZGA- und LS-Clustern, die durch Bestrahlung mit Elektronen, Neutronen und α -Teilchen und Wiederanlassen bis 420 K und höher erzeugt worden waren. Es wurden folgende Beobachtungen gemacht:

3.2.1 Herabsetzung des Restwiderstandes nach Stufe III

Man sieht in Abb. 16, wie in clusterdotierten Proben der Restwiderstand in Stufe III mit zunehmender Dotierung ρ_d herabgesetzt wird. Das bedeutet, daß die Agglomeration der wandernden Einzel-LS durch die Clusterdotierung behindert wird. Außerdem tritt nach Stufe III verstärkte Erholung auf, in der z.T. mehr Defekte (gemessen in $\Delta\rho$) ausheilen als in der Nachbestrahlung erzeugt worden waren. Dies wird in Kapitel 4 eingehender untersucht.

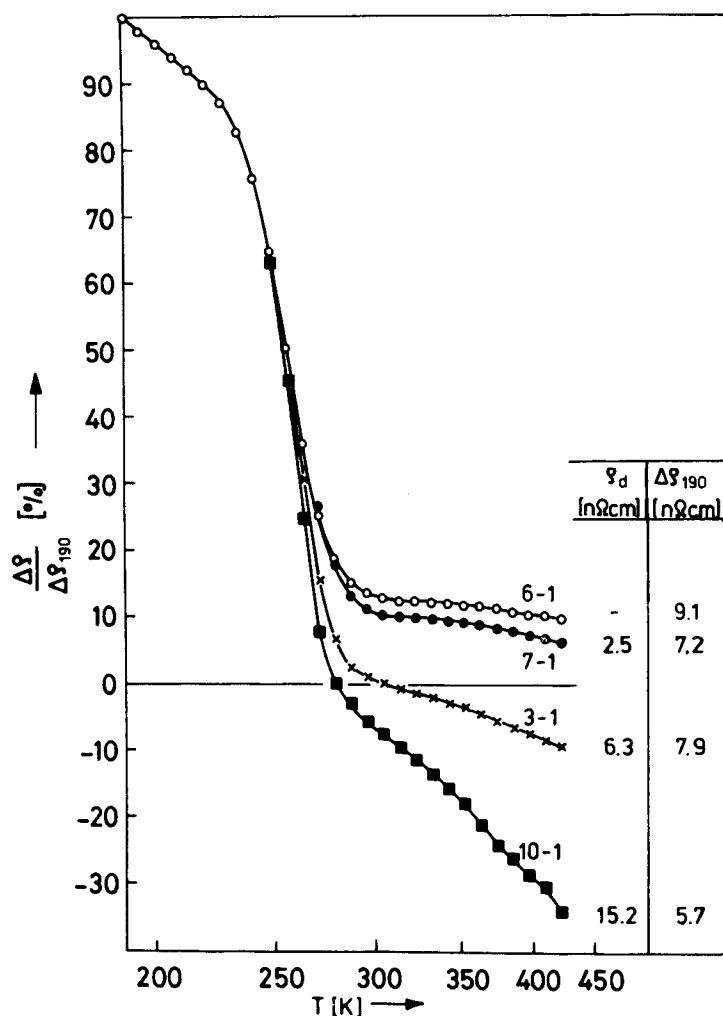


Abb. 16 Isochroner Widerstandsverlauf in und nach Stufe III nach Elektronenbestrahlung in Abhängigkeit von der Dotierungskonzentration

3.2.2 Verschiebung der Temperaturlage der Stufe III und Reduktion ihrer Halbwertsbreite

In Abb. 17 werden die differenzierten Isochronen einer undotierten und einer dotierten Probe ($\rho_d = 12.8 \text{ n}\Omega\text{cm}$) verglichen. Trotz gleicher Testdefektkonzentration $\Delta\rho_{190} = 0.6 \text{ n}\Omega\text{cm}$ am Beginn der Stufe III bewirkt die Clusterdotierung:

- (i) eine Verschiebung der Peaklage von 275 nach 267 K. Dies bedeutet, die mittlere Schrittzahl der Einzel-LS bis zu ihrer Annihilation wird durch die Anwesenheit von Dotierungsclustern herabgesetzt, d.h. die Dotierungscluster sind sehr effektive Senken für die Einzel-LS;

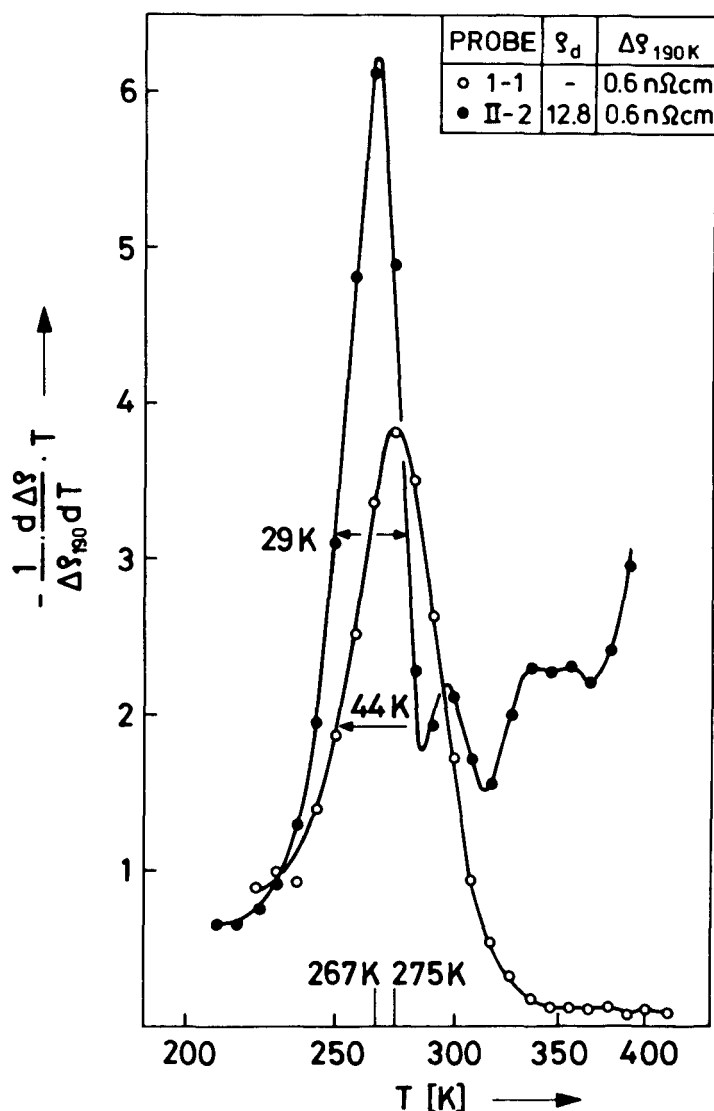


Abb. 17 Differenzierter isochroner Widerstandsverlauf in Stufe III nach Elektronenbestrahlung einer undotierten und einer clusterdotierten Probe

(ii) eine Konzentrierung des Erholungsprozesses auf einen engeren Temperaturbereich, sichtbar in der Herabsetzung der Halbwertsbreite von 44 auf 29 K bei gleichzeitiger Zunahme der Peakhöhe. Dies ist gleichbedeutend mit einer Minderung der Reaktionsordnung. Allerdings sind die beobachteten Halbwertsbreiten sowohl in der undotierten als auch in der dotierten Probe deutlich höher als die theoretisch für $\gamma = 2$ bzw. $\gamma = 1$ berechneten. Trotzdem kann die Reduktion der Halbwertsbreite als qualitativer Hinweis für die Wirksamkeit der Agglomerate als Reaktionspartner für die Einzel-LS gewertet werden.

Um festzustellen, wie hoch die Konzentration der Dotierungscluster sein muß, damit die Reaktionen der Testdefekte untereinander unterdrückt werden, ist in Abb. 18 die Temperaturlage der Stufe III in Abhängigkeit von der Anfangskonzentration der Testdefekte $\Delta\rho_0$ für undotierte (Kreise) und dotierte Proben ($\rho_d = 10 - 20 \text{ n}\Omega\text{cm}$) verglichen. Bei hohen Testdefektkonzentrationen entsprechend $\Delta\rho_0 \gtrsim 30 \text{ n}\Omega\text{cm}$ macht es keinen Unterschied, ob die Proben dotiert sind oder nicht: die beobachteten Temperaturlagen fallen zusammen. Mit abnehmender Konzentration der

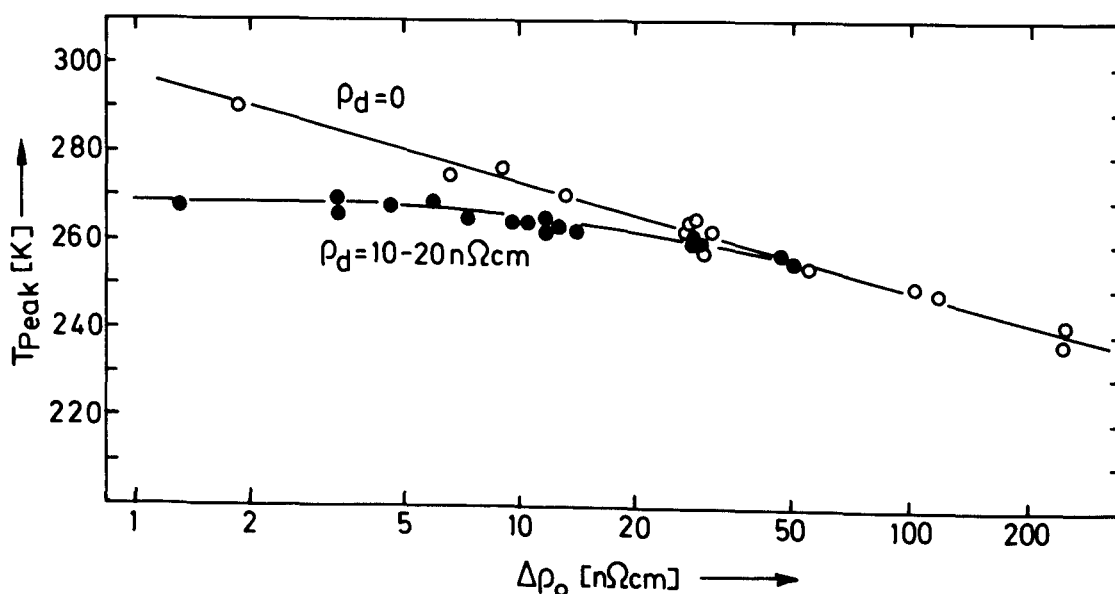


Abb. 18 Temperaturlage der Stufe III nach Elektronenbestrahlung undotierter und clusterdotierter Proben in Abhängigkeit von der Testschädigung $\Delta\rho_0$

Testdefekte jedoch klappt eine immer breiter werdende Lücke zwischen den Peaklagen dotierter und undotierter Proben. Während bei undotierten Proben die Peaklage immer höhere Temperaturen erreicht, wird bei dotierten Proben die Lage unabhängig von der Anfangskonzentration und pendelt sich ab $\Delta\rho_0 \lesssim 10 \text{ n}\Omega\text{cm}$ zwischen 265 und 270 K ein. D.h. die Ausheilung der LS erfolgt in dotierten Proben bei tieferen Temperaturen und folglich mit einer geringeren mittleren Schrittzahl als in undotierten Proben. Dem Konstantwerden der Temperaturlage der Stufe III in dotierten Proben im Bereich $\Delta\rho_0 \lesssim 10 \text{ n}\Omega\text{cm}$ entspricht nach Gleichung (4) der Übergang zur Reaktionsordnung $\gamma = 1$, wie man sie erwartet, wenn die Einzel-LS nur mit den Dotierungsclustern reagieren, deren Konzentration sich dabei nicht wesentlich ändert. In diesem Fall sollte auch das Zusammentreffen von beweglichen LS untereinander und damit die Bildung von Mehrfach-LS unterdrückt sein. Nach Abb. 18 ist dies für ein Verhältnis $\rho_d/\Delta\rho_0 \gtrsim 1$ bzw. $\rho_d/\Delta\rho_{190} \gtrsim 5$ der Fall.

3.2.3 Aktivierungsenergie in Stufe III

Die Abb. 19 zeigt die an einigen dotierten Proben in Stufe III gemessenen Aktivierungsenergien. Ein Einfluß der bei der Dotierungsbestrahlung verwendeten Teilchenart (Elektronen, Neutronen, α -Teilchen) bzw. der Anlaßtemperatur T_d der Dotierung ($T_d = 420 \text{ K}$ und 550 K) ist nicht erkennbar.

In der folgenden Tabelle ist die mittlere Aktivierungsenergie für Proben, die die Bedingung $\rho_d/\Delta\rho_{190} \gtrsim 5$ erfüllen, mit der Aktivierungsenergie undotierter Proben verglichen:

Proben	$\rho_d/\Delta\rho_{190\text{K}}$	Aktivierungsenergie (eV)	Temperaturbereich (K)	Anzahl der Einzelmessungen
5 undotierte	-	0.70 ± 0.03	226 - 280	31
11 cluster-dotierte	5 - 21	0.71 ± 0.03	226 - 270	49

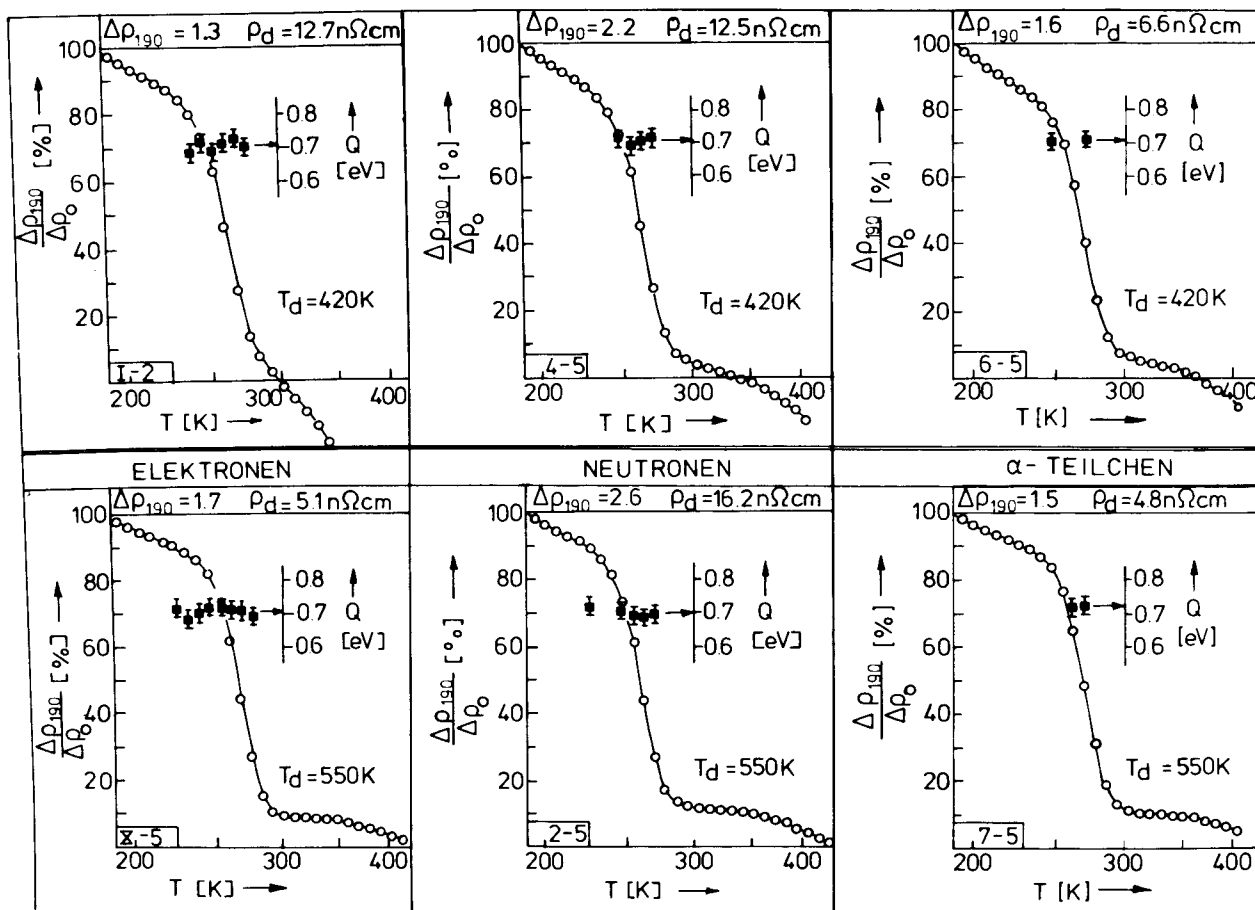


Abb. 19 Isochrone Widerstandsverläufe und Aktivierungsenergie in Stufe III nach Elektronenbestrahlung von verschieden clusterdotierten Proben

Wie man sieht, ist der Mittelwert für dotierte Proben mit 0.71 eV innerhalb der Fehlergrenzen gleich dem für undotierte Proben mit 0.70 eV. Die angegebenen Fehler sind die mittleren quadratischen Abweichungen der Einzelmessungen vom Mittelwert. Da in dotierten Proben die Bildung von Doppel-LS unterdrückt ist, stellt die an diesen Proben gemessene Aktivierungsenergie die Wanderungsenergie der Einzel-LS dar und ergibt sich somit zu $E_{1V}^m = 0.71 \pm 0.03$ eV.

Addiert man zu dieser Wanderungsenergie der Einzel-LS ihre Bildungsenergie E_{1V}^f , so sollte sich die Selbstdiffusionsenergie ergeben. Im Gegensatz zu früheren Angaben /33, 34/ liefern neuere Messungen für Cu wesentlich höhere Bildungsenergien. Aus Positronenvernichtung /30/ erhält man 1.29 ± 0.02 eV, aus Abschreckversuchen /35/ 1.27 ± 0.05 eV und aus Widerstandsmes-

sungen /36/ 1.29 ± 0.08 eV. Die Summe $E_{1V}^m + E_{1V}^f = 2.0$ eV ist also zu vergleichen mit dem besten experimentellen Wert der Selbstdiffusionsenergie von 2.1 eV /37/, der nicht auf einen möglichen Doppel-LS-Beitrag korrigiert ist. In Anbetracht der experimentellen Fehlergrenzen und möglicher systematischer Fehler ist der Unterschied zwischen 2.0 und 2.1 eV nicht groß genug, um als stichhaltiges Argument gegen die Interpretation der Aktivierungsenergie von 0.71 eV als der Wanderungsenergie der Einzel-LS in Stufe III verwendet werden zu können.

3.2.4 Einfluß der Bestrahlungsenergie

Abb. 20 zeigt für vergleichbare dotierte Proben differenzierte isochrone Erholungskurven nach einer 3 MeV- bzw. 0.5 MeV-Elektronen-Testbestrahlung. Peaklage und -form sind nach der 0.5 MeV-Bestrahlung innerhalb der Meßfehler gleich der nach einer 3 MeV-Bestrahlung. Diese Übereinstimmung läßt vermuten,

daß auch die Reaktionskinetik in beiden Fällen identisch ist. Da bei einer Bestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen die maximal übertragbare Energie nicht zur Bildung von Doppel-LS durch Mehrfachverlagerung ausreicht, folgt, daß die bei der 3 MeV-Bestrahlung durch Mehrfachverlagerung erzeugten Doppel-LS entweder

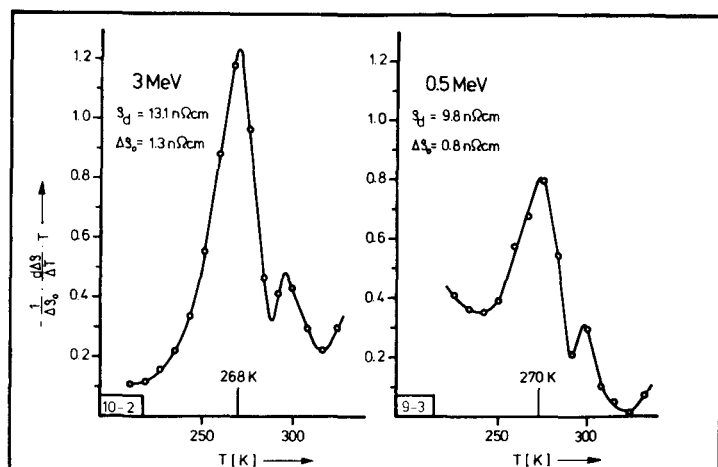


Abb. 20 Differenzierter isochroner Widerstandsverlauf in Stufe III nach 3- bzw. 0.5 MeV-Elektronenbestrahlung clusterdotierter Proben

keinen Einfluß auf die Erholungskinetik in Stufe III haben oder nur einen geringen Bruchteil der LS ausmachen.

3.3 Diskussion der Beobachtungen

In den vorigen beiden Abschnitten wurden im wesentlichen folgende Beobachtungen beschrieben:

- a. In clusterdotierten Proben erfolgt die Erholung in Stufe III mit einer Aktivierungsenergie von $Q_{III} = 0.71$ eV. Sie ist wegen der Unterdrückung der Doppel-LS-Bildung als Wanderungsenergie der Einzel-LS E_{1V}^m aufzufassen. Die Reaktionsordnung nähert sich $\gamma = 1$.
- b. In undotierten Proben beobachtet man in Stufe III ebenfalls eine Aktivierungsenergie von 0.7 eV, obwohl Doppel-LS gebildet werden. Die Bildung von Doppel-LS ist der erste Schritt zur Bildung von LS-Agglomeraten, die in Stufe III gleichzeitig mit der Rekombination erfolgt. Die Agglomeratbildung führt zum Auftreten der Restschädigung nach Stufe III. Die Reaktionsordnung beträgt $\gamma = 2$.

Die Bildung von Doppel-LS in Stufe III undotierter Proben wirkt sich also nicht auf die durch Einzel-LS-Wanderung bestimmte Aktivierungsenergie aus. Für dieses Verhalten sind zwei Erklärungen möglich:

- (i) Die Wanderungsenergien von Doppel- und Einzel-LS sind etwa gleich: $E_{2V}^m \approx E_{1V}^m$,
- (ii) Doppel-LS sind sehr viel schneller beweglich als Einzel-LS: $E_{2V}^m \ll E_{1V}^m$.

Hierzu betrachte man die folgenden Reaktionsgleichungen für die zeitliche Änderung der Einzel-LS-Konzentration c_1 in Stufe III

$$\dot{c}_1 = -8\pi D_1 R_V^V c_1^2 - 4\pi D_1 R_{ni}^V c_i c_1 + 2Kc_2 \quad G(5)$$

und für die Änderung der Doppel-LS-Konzentration c_2

$$\dot{c}_2 = +4\pi D_1 R_V^V c_1^2 - 4\pi D_2 R_{ni}^{2V} c_i c_2 - Kc_2 \quad G(6)$$

Hierbei sind die Diffusionskoeffizienten für Einzel- bzw. Doppel-LS-Wanderung

$$D_1 = a^2 \Gamma_1 \quad \text{und} \quad D_2 = \frac{1}{6} a^2 \Gamma_2$$

mit a als der Gitterkonstanten und

$$\Gamma_1 = \Gamma_0 e^{-E_{1v}^m/kT} \quad \text{und} \quad \Gamma_2 = \Gamma_0 e^{-E_{2v}^m/kT}$$

(k = Boltzmannkonstante).

Die Versuchsfrequenz $\Gamma_0 \approx 5 \cdot 10^{12} \text{ sec}^{-1}$ wird im folgenden für Einzel- und Doppel-LS als etwa gleich angenommen. R_V^V ist der Einfangradius einer Einzel-LS für eine andere in der Reaktion $v_1 + v_1 = v_2$, die zur Bildung von Doppel-LS v_2 führt. R_{ni}^V ist der mittlere Beitrag pro ZGA zum Einfangradius eines ZGA-Clusters i_n mit n ZGA bei der Annihilationsreaktion $v_1 + i_n = i_{n-1}$ mit LS. Entsprechend ist R_{ni}^{2V} der Beitrag pro ZGA zum Einfangradius eines ZGA-Clusters für Doppel-LS. c_i ist die Gesamt-Konzentration an ZGA in Clustern, K ist eine Dissoziationskonstante, in die die Bindungsenergie der Doppel-LS eingeht. Damit sind die Konzentrationsänderungen in G(5) und (6) beschrieben durch die Bildung von Doppel-LS aus Einzel-LS (1. Term), durch die Rekombination der Einzel- bzw. Doppel-LS und ZGA-Clustern (2. Term) und durch den Zerfall von Doppel-LS (3. Term).

Nicht berücksichtigt ist die Bildung von Agglomeraten $> v_2$. Diese Vereinfachung sollte zulässig sein, solange die Agglomerierung ohne Widerstandsänderung erfolgt und der Beitrag größerer Agglomerate zum LS-Transport zu den ZGA-Clustern klein ist gegen den der Einzel- und Doppel-LS. Für den größten Teil der Stufe III sollte diese Annahme gerechtfertigt sein, nicht mehr jedoch für den Reaktionsablauf am Ende der Stufe III, wo die LS hauptsächlich in der Form von Mehrfach-LS vorliegen.

Ferner wird in der folgenden Diskussion die Dissoziationskonstante $K \approx 0$ angenommen. Dies ist gleichbedeutend mit einer hohen Bindungsenergie der Doppel-LS, die eine notwendige Voraussetzung

für die Entstehung von Agglomeraten ist.

Unter diesen vereinfachenden Annahmen folgt dann für die Erholungsrate $\Delta \rho$ in undotierten Proben aus G(5) und (6)

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_F} = \dot{c}_1 + 2\dot{c}_2 = -4\pi c_i \left[D_1 R_{ni}^V c_1 + 2D_2 R_{ni}^{2V} c_2 \right] \quad G(7)$$

wobei als Umrechnungsfaktor der elektrischen Widerstandsänderung $\Delta \rho$ in Konzentration an Frenkeldefekten der spezifische Restwiderstand isolierter Frenkelpaare $\rho_F = 2 \cdot 10^{-4} \Omega \text{cm}$ pro Frenkel-paar angenommen wurde. Auf die Problematik bei der Verwendung dieses Wertes auch dann, wenn die ZGA oder ZGA und LS der Frenkelpaare geclustert vorliegen, soll am Schluß des Abschnittes näher eingegangen werden.

Die Annahme (i), daß Doppel-LS etwa gleich schnell beweglich sind wie Einzel-LS und die gleichbedeutend ist mit der Annahme $D_2 \approx D_1$, führt von G(7) zu

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_F} = -4\pi c_i D_1 \left[R_{ni}^V c_1 + 2R_{ni}^{2V} c_2 \right] \approx -4\pi D_0 e^{-E_{1V}^m/kT} (c_1 + 2c_2) \cdot R_{ni}^V \quad \text{bzw.} \quad G(8)$$

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_F} \approx -4\pi a^2 \Gamma_0 e^{-E_{1V}^m/kT} \cdot c_{LS}^2 \cdot R_{ni}^V ,$$

weil $c_1 + 2c_2 = c_{LS} = c_i$ in undotierten Proben ist und $R_{ni}^V \approx R_{ni}^{2V}$ angenommen werden kann. Die isotherme Widerstandsänderung folgt dann einer Reaktion 2. Ordnung mit $E_{1V}^m \approx E_{2V}^m$ als Aktivierungsenergie. Die Annahme (i) ist daher verträglich mit den Beobachtungen a. und b. Die Annahme (ii), daß Doppel-LS sehr viel schneller beweglich sind als Einzel-LS, ist gleichbedeutend mit der Annahme $D_2 \gg D_1$. Infolge der hohen Beweglichkeit der Doppel-LS ist ihre Konzentration c_2 stationär und klein gegenüber c_1 , d.h. $\dot{c}_2 \approx 0$ und $c_2 \ll c_1$.

Unter diesen Voraussetzungen läßt sich G(6) integrieren und in G(7) einsetzen (Rechnung im Anhang), und man erhält

$$\frac{\Delta \dot{\rho}}{\rho_F} \approx 4\pi D_1 c_1^2 \left[R_{ni}^V + 2R_V^V \right], \quad \text{bzw.}$$

G(9)

$$\frac{\Delta \dot{\rho}}{\rho_F} \approx -4\pi a^2 \Gamma_o e^{-E_{1V}^m/kT} \cdot c_1^2 \cdot R_{eff}^V \quad \text{mit} \quad R_{eff}^V = R_{ni}^V + 2R_V^V$$

Wie man sieht, folgt auch unter der Annahme (ii) die isotherme Widerstandsänderung einer Reaktion 2. Ordnung und wird beherrscht von der Wanderungsenergie E_{1V}^m der Einzel-LS als Aktivierungsenergie. Dies gilt auch noch für $R_V^V > R_{ni}^V$, wenn also der LS-Transport zu den ZGA-Clustern im wesentlichen über die Bildung und Wanderung von Doppel-LS erfolgt. Der Einfangradius läßt sich als ein effektiver Radius aus R_{ni}^V und R_V^V auffassen. Die Annahme (ii) ist damit ebenfalls mit den Beobachtungen a. und b. verträglich.

Aus den an undotierten Proben experimentell beobachteten Größen $\Delta \dot{\rho}$ und c_1 im Peakmaximum der Stufe III wurde nach G(9) der effektive Einfangradius R_{eff}^V ermittelt. Es ergab sich:

$$R_{eff}^V = R_{ni}^V + 2R_V^V = (5,7 \pm 1,0) \cdot a$$

Die Defektkonzentrationen am Beginn der Stufe III reichten dabei von $c_{III} = 6 - 400$ ppm.

An clusterdotierten Proben kann ferner aus den experimentell beobachteten Größen $\Delta \dot{\rho}$ und c_1 die Größe R_{ni}^V unabhängig von R_V^V ermittelt werden. Für dotierte Proben gilt eine zu G(8) und (9) analoge Gleichung,

$$\frac{\Delta \dot{\rho}}{\rho_F} \approx -4\pi a^2 \Gamma_o e^{-E_{1V}^m/kT} \cdot c_d \cdot c_1 \cdot R_{ni}^V, \quad \text{G(10)}$$

(c_d = Konzentration der Clusterdotierung) die für $c_d \gg c_1$ eine Reaktion 1. Ordnung beschreibt.

Für Proben, an denen eine Reaktion 1. Ordnung in Stufe III beobachtet worden war, ergab sich im Peakmaximum der Einfangradius zu $R_{ni}^V = (0.9 \pm 0.2)a$. Hierbei war die Defektkonzentration am Beginn der Stufe III $c_{III}^V = 3 - 11$ ppm. Als wesentliches Ergebnis erhält man damit $R_{eff}^V = R_{ni}^V + 2R_V^V \approx 6R_{ni}^V$ für dotierte Proben. Da die ZGA-Clustergrößen in den undotierten und dotierten Proben nicht sehr unterschiedlich sind, sollten sich auch die mittleren Einfangradien pro ZGA für eine Einzel-LS nicht sehr unterscheiden. Damit wäre $R_V^V \approx 2-3 R_{ni}^V$ die dominante Größe in R_{eff}^V . Dieses Ergebnis würde bedeuten, daß die Erholung in Stufe III in Kupfer im wesentlichen über die Bildung von sehr schnell beweglichen Doppel-LS und ihre Rekombination an ZGA-Agglomeraten erfolgt, und spricht daher für die Annahme (ii).

Bei der Umrechnung der gemessenen spezifischen Widerstände in Defektkonzentrationen ist $\rho_F = 2 \cdot 10^{-4} \Omega \text{cm}$ pro Frenkeldefekt benutzt worden unabhängig davon, ob ZGA oder LS des Frenkelpaars geclustert vorlagen oder nicht. Implizit wurde damit angenommen:

- a) Jedes ZGA liefert unabhängig von der Größe der ZGA-Agglomerate denselben Widerstandsbeitrag.

Diese Annahme erscheint gerechtfertigt, da in den dotierten Proben sich die Größe der ZGA-Agglomerate nur relativ wenig ändern sollte und in den undotierten Proben aus Messungen der diffusen Röntgenstreuung /10/ bekannt ist, daß zwar die Zahl der ZGA-Agglomerate in Stufe III abnimmt, ihre mittlere Größe aber eher ansteigt.

- b) Der Widerstandsbeitrag pro LS ändert sich nicht wesentlich, wenn Einfach-LS zu Mehrfach-LS zusammentreten.

Abweichungen von dieser Annahme können den gefundenen Wert R_V^V/R_{ni}^V beeinflussen. Diese Annahme scheint für undotierte Proben ebenfalls gerechtfertigt zu sein, solange bei der Auswertung der Erholungsverlauf am Ende der Stufe III nicht herangezogen wird. In dotierten Proben könnte durch Anlagerung von Einzel-LS an die dort vorliegenden größeren LS-Agglomerate eine Reduktion des Widerstandsbeitrags pro LS eintreten /10/, was für

die Auswertung zur Folge hätte, daß die Erholungsrate in G(10) überschätzt ist. Außerdem ist dann die Senkenkonzentration c_d unterschätzt.

Bei Berücksichtigung dieser Folgen würde sich R_{ni}^V verkleinern. Die obige Schlußfolgerung ändert sich dadurch nicht, weil der dominante Beitrag der Doppel-LS dann als noch größer angenommen werden müßte.

Anhang zu 3.3

Ausgehend von G(6) ergibt sich mit $K = 0$ für die isotherme Konzentrationsänderung der Doppel-LS bei der Temperatur T_1

$$\dot{c}_2(t, T_1) = 4\pi D_1(T_1) \cdot R_V^V \cdot c_1^2(t) - 4 D_2(T_1) \cdot R_{ni}^V \cdot c_i(t) \cdot c_2(t) .$$

Mit den Abkürzungen

$$A(T_k) = 4\pi R_V^V D_1(T_k) \quad \text{und} \quad B(T_k) = 4\pi R_{ni}^{2V} D_2(T_k)$$

erhält man daraus

$$\dot{c}_2(t, T_1) + c_2(t) \cdot B(T_1) \cdot c_i(t) = A(T_1) \cdot c_1^2(t) \quad G(11)$$

oder

$$\frac{d}{dt} \left[c_2(t, T_1) e^{B(T_1) \int_0^t c_i(t') dt'} \right] = A(T_1) \cdot c_1^2(t) e^{B(T_1) \int_0^t c_i(t') dt'} \quad G(12)$$

Für die nun folgende zeitliche Integration wird als untere Integrationsgrenze der Zeitpunkt $t = \Delta t$ des Umschaltens von der Temperatur T_0 auf die Temperatur T_1 gewählt. Δt ist die Haltezeit bei der Temperatur $T_0 < T_1$. Die Ausgangskonzentrationen c_i , c_1 und c_2 für die isotherme Erholung bei der Temperatur T_1 sind dann identisch mit den Endkonzentrationen $c_i(\Delta t)$, $c_1(\Delta t)$ und $c_2(\Delta t)$ nach Ablauf der isothermen Erholung bei der Temperatur T_0 . Für diese Konzentrationen wird angenommen:

1. In undotierten Proben ist $c_i(t) \approx c_1(t)$.
2. Wegen der als hoch angenommenen Beweglichkeit der Doppel-LS (Annahme (ii)) ändert sich - im Vergleich zu $c_2(t) - c_1(t)$ - nur langsam mit t , so daß gilt

$$\int_{\Delta t}^{t+\Delta t} c_1(t') dt' \approx c_1 \cdot \Delta t \quad \text{und} \quad \dot{c}_2(\Delta t) \approx 0.$$

Mit Annahme 2. folgt aus G(11) für die Temperatur T_0 und den Zeitpunkt Δt :

$$\dot{c}_2(\Delta t, T_0) = 0 = A(T_0) c_1^2 - c_2(\Delta t) \cdot B(T_0) \cdot c_1$$

bzw.

$$c_2(\Delta t) = \frac{A(T_0)}{B(T_0)} \cdot c_1 = \frac{R_v^V \cdot D_1(T_0)}{R_{ni}^{2V} \cdot D_2(T_0)} \cdot c_1 \quad . \quad G(13)$$

Da sich R_v^V und R_{ni}^{2V} nicht um Größenordnungen unterscheiden, ist die Annahme (ii) $D_2 \gg D_1$ gleichbedeutend mit $D_2 R_{ni}^{2V} \gg D_1 R_v^V$. Daher folgt aus G(13) $c_2(\Delta t) \ll c_1$ sogar noch, wenn $R_v^V > R_{ni}^V$ ist.

Die Integration von G(12) ergibt formal

$$\int_{\Delta t}^{\Delta t+t} \frac{d}{dt} \left[c_2(t, T_1) e^{B(T_1) \int_{\Delta t}^{\Delta t+t} c_i(t') dt'} \right] dt = \quad G(14)$$

$$\int_{\Delta t}^{\Delta t+t} A(T_1) c_1^2 e^{B(T_1) \int_{\Delta t}^{\Delta t+t} c_i(t') dt'} dt \quad .$$

Mit den Annahmen 1 und 2 ergibt sich für die linke Seite von G(14)

$$\int_{\Delta t}^{\Delta t+t} \frac{d}{dt} \left[c_2(t, T_1) e^{B(T_1) \cdot c_1 \cdot t} \right] dt =$$

$$\left[c_2(\Delta t+t, T_1) e^{B(T_1) c_1 \cdot t} - c_2(\Delta t) \right] e^{B(T_1) c_1 \cdot \Delta t}$$

und für die rechte Seite von G(14)

$$\int_{\Delta t}^{\Delta t+t} A(T_1) c_1^2 e^{B(T_1) c_1 \cdot t} dt = \frac{A(T_1)}{B(T_1)} \cdot \frac{c_1^2}{c_1} \left[e^{B(T_1) c_1 \cdot t} - 1 \right] e^{B(T_1) c_1 \cdot \Delta t}$$

Unter Benutzung von G(13) folgt

$$c_2(\Delta t+t, T_1) e^{B(T_1) c_1 \cdot t} - \frac{A(T_0)}{B(T_0)} c_1 = \frac{A(T_1)}{B(T_1)} c_1 \left[e^{B(T_1) c_1 \cdot t} - 1 \right]$$

bzw.

$$c_2(\Delta t+t, T_1) = \frac{A(T_1)}{B(T_1)} \cdot c_1 \left[1 - e^{-B(T_1) c_1 \cdot t} \right] + \frac{A(T_0)}{B(T_0)} \cdot c_1 \cdot e^{-B(T_1) c_1 \cdot t}$$

Ersetzen der Abkürzungen A u. B und Umformen ergibt

$$c_2(\Delta t+t, T_1) = \frac{R_{ni}^V D_1(T_1)}{R_{ni}^{2V} D_2(T_1)} \cdot c_1 \left[1 + \left(\frac{D_2(T_1) \cdot D_1(T_0)}{D_1(T_1) \cdot D_2(T_0)} - 1 \right) e^{-R_{ni}^{2V} \cdot D_2(T_1) \cdot c_1 \cdot t} \right]$$

Für die von uns benutzten kleinen Temperaturschrittweiten ist $\frac{T_1 - T_0}{T_0} = 0.03 \ll 1$. Damit wird der Term

$$\frac{D_2(T_1) \cdot D_1(T_0)}{D_1(T_1) \cdot D_2(T_0)} - 1 = \frac{e^{-E_{2v}^m/kT_1} \cdot e^{-E_{1v}^m/kT_0}}{e^{-E_{1v}^m/kT_1} \cdot e^{-E_{2v}^m/kT_0}} - 1 =$$

$$e^{\frac{E_{1v}^m - E_{2v}^m}{kT_1} \cdot \frac{T_1 - T_0}{T_0}} - 1 \approx 0 \quad ,$$

so daß man erhält

$$c_2(\Delta t + t, T_1) = \frac{R_V^V \cdot D_1(T_1)}{R_{ni}^V \cdot D_2(T_1)} \cdot c_1 \quad G(15)$$

c_2 ist damit eine Funktion von c_1 . Setzt man G(15) für c_2 in G(7) ein, so erhält man für die isotherme Widerstandsänderung bei T_1

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_F} = 4\pi D_1(T_1) c_1^2 \left[R_{ni}^V + 2R_V^V \right] \quad ,$$

was identisch mit G(9) ist.

3.4 Leerstellenclusterung in Stufe III

LS-Clusterung in Stufe III ist aus Beobachtungen der Positronenvernichtung /30/, Huang-Streuung /13/ und diffuser Röntgenstreuung /31/ nachgewiesen. Um auch mit Hilfe elektrischer Restwiderstandsmessungen eventuell Hinweise auf LS-Agglomeration in Stufe III zu finden, wurde folgendes Vorgehen gewählt: Nach einer Dotierungsbestrahlung wurden die Proben nicht in einem Schritt auf 420 K aufgewärmt wie in den Experimenten 1, 2, 3 und 5, sondern in vielen isochronen Temperschritten von $T_d = 100$ K an. Nach jedem Temperschritt wurden die Proben mit

einer geringen Testdosis $\Delta\rho_0$ nachbestrahlt und nach Anlassen auf 65 K die darin verbleibende Testdefektkonzentration $\Delta\rho_I$ gemessen. Bei diesem Vorgehen erhält man die Restschädigung der Testdefekte bei 65 K, $\Delta\rho_I/\Delta\rho_0 = p$, als Funktion der Anlaßtemperatur T_d der Dotierung ρ_d . In Abb. 21 sind für $T_d \approx 100$ K und $T_d \approx 400$ K schematisch die Dotierungsstrukturen dargestellt, die schon in Kapitel II/3 diskutiert worden sind. Nur die LS unterscheiden sich in ihrer Konfiguration: Unterhalb von Stufe III liegen sie noch als Einzel-LS vor, bei 400 K jedoch schon als LS-Cluster /9/. Die isolierten Testdefekte, die ebenfalls schematisch eingezeichnet sind, reagieren beim Anlassen auf 65 K mit den Dotierungsdefekten. Solange $\rho_d \gg \Delta\rho_0$ ist, sollte p sich entsprechend G(2) in Kapitel 1.2 beschreiben lassen durch

$$p = (1-f_{ep})(1-f_{korr}) \frac{1}{1 + \frac{R_{mv}^i}{R_{ni}^i}} \quad G(18)$$

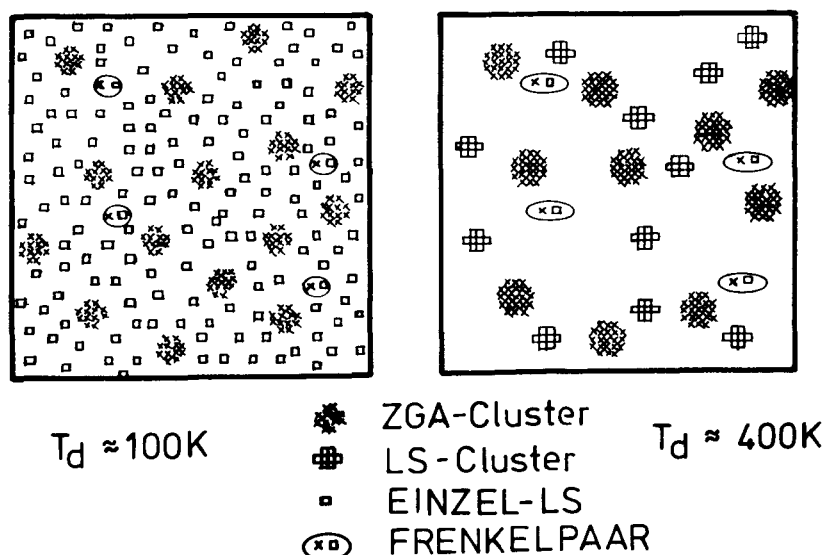


Abb. 21 Schematische Darstellung der Defektstruktur nach dem Anlassen auf $T_d = 100$ K bzw. 400 K und anschließender Testbestrahlung mit Elektronen.

Hierbei ist $(1-f_{ep}) \cdot (1-f_{korr})$ der nach der Erholung engbenachbarter Paare und der korrelierten Erholung verbleibende Anteil an ZGA, die entweder an den ZGA-Clustern der Dotierung eingefangen werden und überleben (Einfangradius R_{ni}^i) oder mit der LS-Dotierung rekombinieren (Einfangradius R_{mv}^i , $m = 1$ für Einfang an Einzel-LS, $m > 1$ für Einfang an LS-Agglomeraten).

Nach den Ergebnissen in Kapitel III/1.2 ist der mittlere Einfangradius pro ZGA in einem ZGA-Cluster R_{ni}^i für frei wandernde ZGA größer als der mittlere Einfangradius pro LS in einem LS-Cluster R_{mv}^i , jedoch kleiner als der Einfangradius einer Einzel-LS R_v^i : $R_{mv}^i < R_{ni}^i < R_v^i$.

Da damit das Verhältnis R_{ni}^i/R_{mv}^i in G(18) sehr empfindlich vom Agglomerationszustand der Dotierungsdefekte, nicht aber von deren Zahl abhängt, sollte sich der Übergang von Einzel-LS ($m = 1$) zu LS-Agglomeraten ($m = 2, 3, 4, \dots$) in einer deutlichen Stufe von p als Funktion der Anlaßtemperatur T_d widerspiegeln.

In Abb. 22 sind die an zwei Proben mit unterschiedlicher Dotierung gemachten Beobachtungen dargestellt. Die gestrichelten Kurven stellen die Abnahme der Dotierungskonzentration ρ_d mit der Anlaßtemperatur T_d dar. Die Konzentration ist in $n\Omega\text{cm}$ (linke Skala) angegeben. Die durchgehenden Linien verbinden die zugehörigen gemessenen Restschädigungen p der Testdefekte bei 65 K (rechte Skala). Die Testschädigungen betragen jeweils 5 $n\Omega\text{cm}$. Die beiden auffallendsten Beobachtungen sind:

1. Für $T_d = 100 - 200$ K ist $p = 5 - 9$ % in Übereinstimmung mit /38/. Im Temperaturbereich von 220 - 300 K, d.h. gerade im Bereich der Erholungsstufe III, steigt die Restschädigung sprunghaft an und erreicht bis $T_d = 420$ K 22 %. Dieser Wert stimmt etwa überein mit dem Wert für Proben, deren Dotierung ohne Zwischenschritte direkt bei 420 K getempert worden war (Abb. 8).

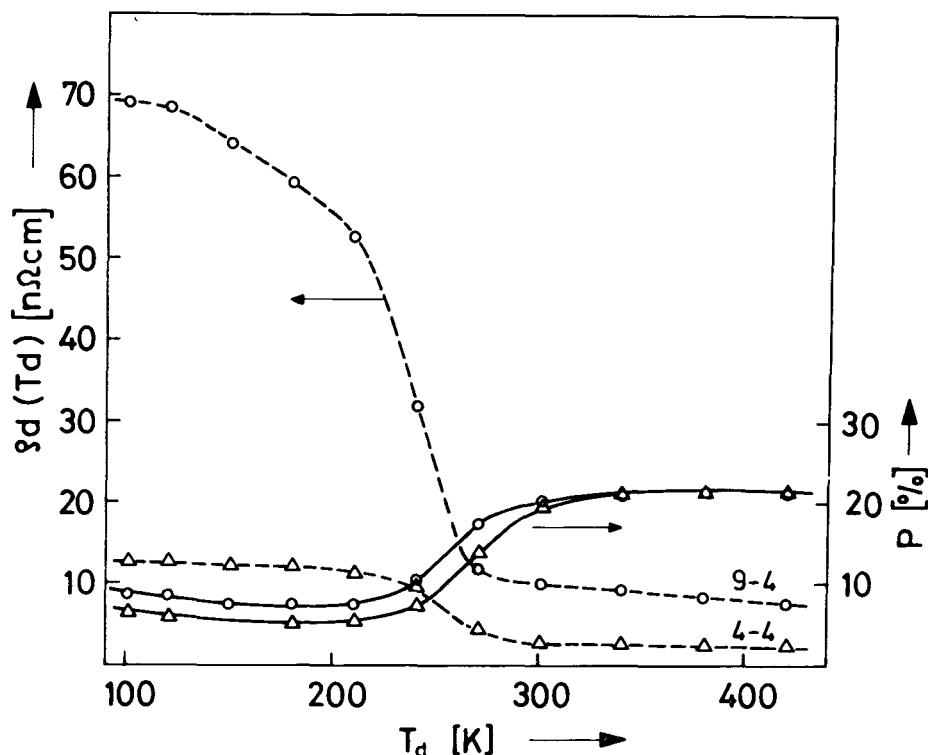


Abb. 22 Restschädigung p bei 65 K nach Elektrentestbestrahlung in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur der Dotierung (gestrichelt: isochroner Erholungsverlauf der Dotierung ρ_d)

2. Das sprunghafte Ansteigen von p erfolgt unabhängig von der Dotierungskonzentration ρ_d , die sich bei den beiden Beispielen um etwa den Faktor 7 unterscheidet. D.h. die Zahl der Dotierungsdefekte beeinflusst den Anstieg von p nicht.

Diese Beobachtungen zeigen, daß die Überlegungen zu G(18) qualitativ richtig sind und daß die starke Anhebung der Restschädigung in Stufe III auf den Rückgang des effektiven Einfangradius der LS bei ihrer Clusterung zurückgeführt werden muß. Das bedeutet aber, daß die LS-Clusterung in Stufe III erfolgt.

Mit Sicherheit kann ausgeschlossen werden, daß der starke Anstieg von p auf eine Zunahme der mittleren Größe der ZGA-Cluster in Stufe III - wie sie mittels diffuser Röntgenstreuung beobachtet wird - zurückzuführen ist. Einerseits wachsen die ZGA-Cluster bereits in Stufe II ohne sichtbaren Einfluß auf die Restschädigung der Testdefekte, zum anderen sollte man erwarten, daß der Einfangradius R_{ni}^i pro ZGA beim Clusterwachstum eher kleiner wird, was nach G(18) zu einer Abnahme und nicht zu einem Anstieg

von p führt.

Die Abnahme der Zahl der Dotierungsdefekte durch die Erholung in Stufe III kann ebenfalls nicht den Anstieg der Restschädigung bewirken, wie die Beobachtung 2 zeigt. Zwar hängen die experimentellen Werte für p vor und nach Stufe III etwas von ρ_d bzw. $\Delta\rho_0$ ab, doch konnte in allen Experimenten der deutliche Sprung von p im Temperaturbereich der Stufe III beobachtet werden.

Der Einfluß von ρ_d auf p vor Stufe III ist in Abb. 23 dargestellt. Man findet einen schwachen Anstieg von p mit ρ_d , was möglicherweise auf eine zunehmende Unterdrückung der korrelierten Rekombination der Testdefekte hindeutet (Verringerung von f_{korr} in G(18)).

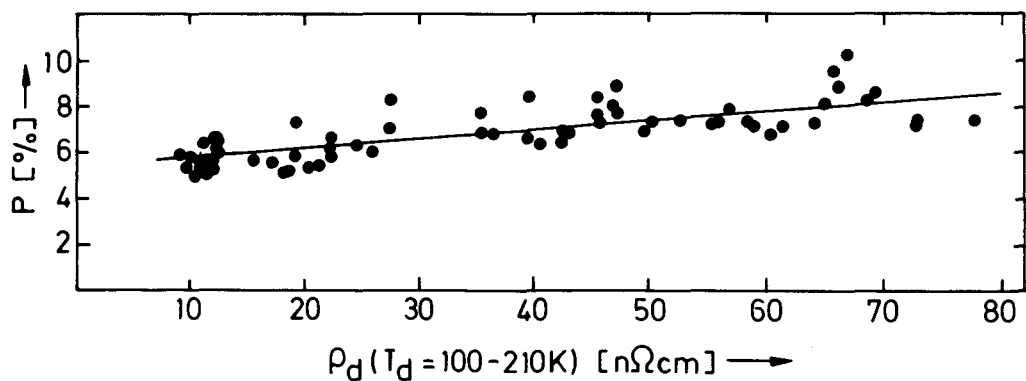


Abb. 23 Restschädigung p bei 65 K nach Elektronentestbestrahlung in Abhängigkeit von der Dotierungskonzentration ρ_d ($T_d = 100 - 210$ K)

Der Wert, auf den p oberhalb von Stufe III ansteigt, hängt aufgrund der experimentellen Beobachtungen deutlich von $\Delta\rho_0$ ab (Abb. 24). Obwohl die beobachteten höheren p -Werte bei kleinerem $\Delta\rho_0$ mit der einfachen Vorstellung, die zu G(18) führte, nicht in Einklang gebracht werden können, bleibt die Tatsache bestehen, daß p im Bereich der Stufe III sprunghaft ansteigt. Damit bleibt auch die Schlußfolgerung auf LS-Agglomeration in Stufe III richtig. Würden nämlich die nach Stufe III verbleibenden LS immer noch als Einzel-LS vorliegen - wie dies das 2-ZGA-Modell fordert - so dürfte p in Stufe III nicht ansteigen.

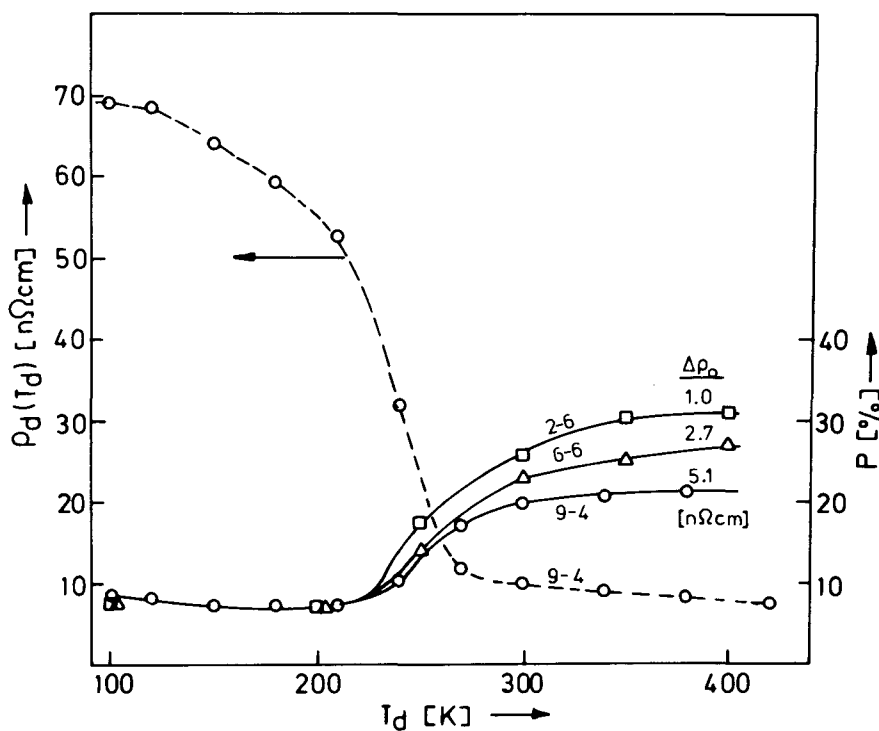


Abb. 24 Restschädigung p bei 65 K nach Elektronentestbestrahlung in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur T_d der Dotierung und von der Testdosis $\Delta\rho_0$ (gestrichelt: isochroner Widerstandsverlauf der Dotierung)

Die Ergebnisse für die Restschädigung p sind in völliger Übereinstimmung mit den in Abb. 25 dargestellten Ergebnissen von Schädigungsrate-messungen an dotierten Proben /39/. Die bei 70 K gemessene Defektproduktionsrate $d\rho/d\phi$ spiegelt genau wie p die Überlebenswahrscheinlichkeit der Testdefekte wider und zeigt ganz ähnlich wie p einen drastischen Anstieg, wenn die Dotierungsdefekte im Temperaturbereich der Stufe III erholt werden.

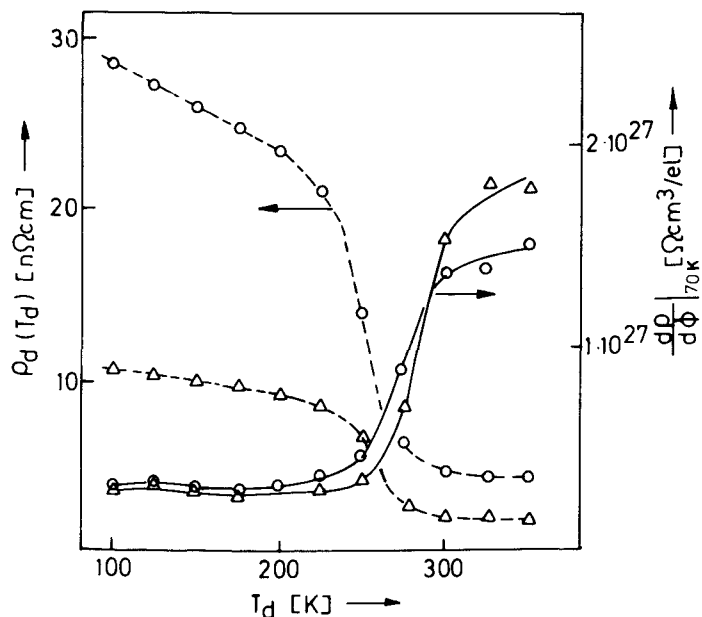
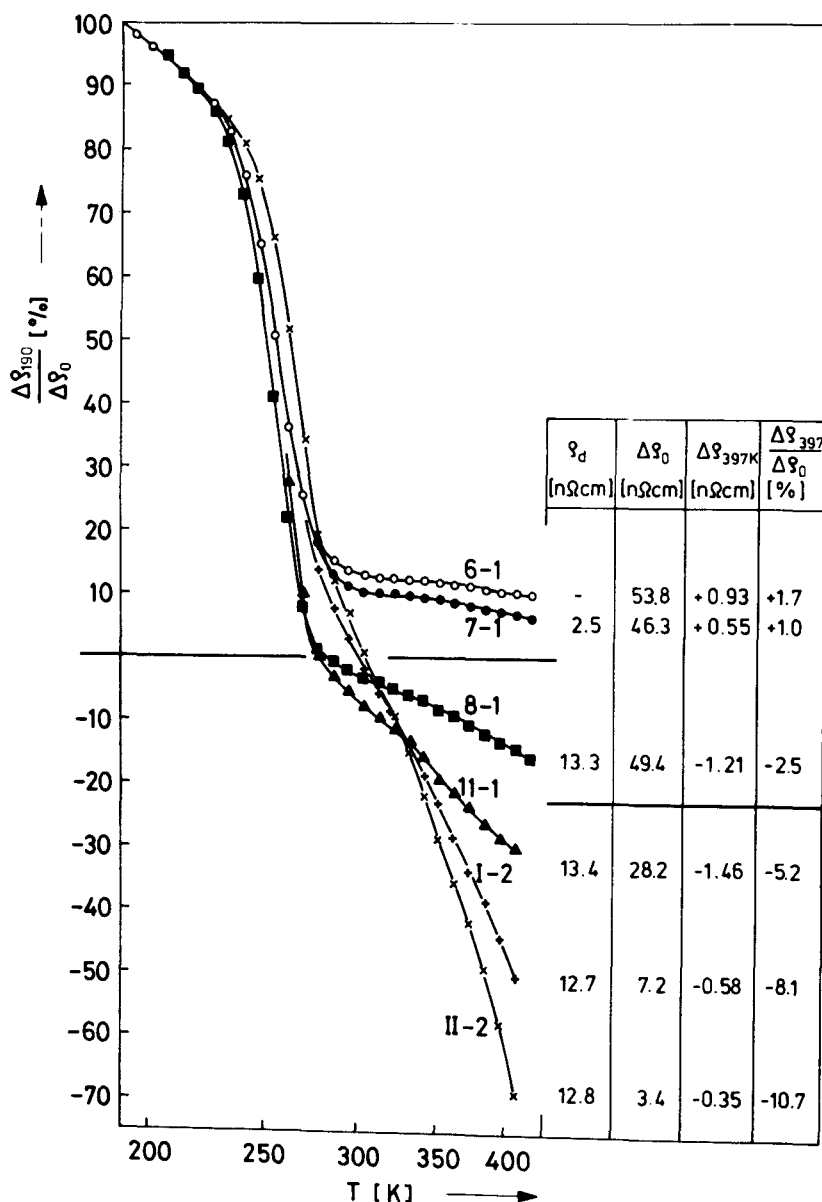


Abb. 25 Schädigungsrate von Elektronen bei 70 K in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur T_d der Dotierung (gestrichelt: isochroner Widerstandsverlauf der Dotierung) /39/

4. Die Widerstandserholung zwischen Stufe III und 420 K

Im Temperaturbereich zwischen Stufe III und V wurde ein deutlicher Unterschied der Widerstandserholung in undotierten und dotierten Proben beobachtet. Undotierte Proben aus dem von uns benutzten hochreinem Kupfer zeigen in diesem Temperaturbereich nur eine geringe und mehr oder weniger kontinuierliche Erholung des Restwiderstandes. Dies ist in der Abb. 26 an den oberen Widerstandsisochronen gezeigt. Elektronenmikroskopische Beobachtungen /9/ und Untersuchungen mittels diffuser Röntgenstreuung



/10, 12, 13, 31/ und Positronenvernichtung /30/ haben gezeigt, daß in diesem Bereich die ZGA-Agglomerate kontinuierlich wachsen.

Nur bei sehr kleinen Defektkonzentrationen, wo der Einfluß der Verunreinigungen relativ stärker ist, wurde von uns bei etwa 380 K eine kleine Unterstufe beobachtet /27/. Unsere Ergebnisse stehen somit im Gegensatz zu früheren Untersuchungen an bestrahlten wie auch abgeschreckten Proben aus weniger reinem Material, wo im selben Temperaturbereich eine größere

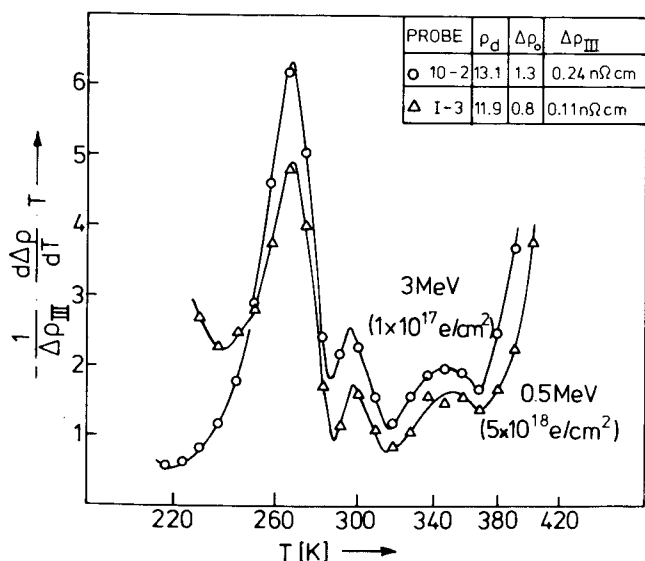
Abb. 26 Widerstandsisochronen in Stufe III und danach nach Elektronenbestrahlung in Abhängigkeit vom Verhältnis $\rho_d/\Delta\rho_0$

Erholungsstufe gefunden wurde /22/, die zeitweilig als LS-Wanderungsstufe interpretiert worden ist (Stufe IV). Diese Stufe ist offensichtlich der Verzögerung der LS-Agglomeration durch Restverunreinigungen zuzuschreiben.

Zum Unterschied zu undotierten Proben beobachteten wir in clusterdotierten Proben wesentlich stärkere Erholung zwischen Stufe III und V. Wie die Abb. 26 zeigt, steigt die auf die Testdefektkonzentration bezogene Erholung an, wenn die Dotierungskonzentration ρ_d im Verhältnis zu $\Delta\rho_0$ immer größer wird. Hierbei kann sogar der Anfangswiderstand vor Einbringen der Testdefekte unterschritten werden (sog. "superannealing"). Beispielsweise beträgt für $\rho_d/\Delta\rho_0 \approx 4$ und $T = 397$ K das "superannealing" fast 11 % von $\Delta\rho_0$.

Die Abb. 27 zeigt zwei differenzierte Isochronen von dotierten Proben, aus denen ersichtlich ist, daß der kontinuierlichen Erholung zwei kleine Maxima zwischen 295 - 300 K und 340 - 360 K überlagert sind.

Abb. 27 zeigt ferner, daß die Erholung nach Stufe III unabhängig von der Elektronenenergie ist, mit der die Testbestrahlung durchgeführt wurde.



Da ohne nachfolgende Testbestrahlung an einer normal dotierten Probe (die bis 420 K ausgeheilt worden war) bis 380 K keine meßbare Widerstandserholung gefunden wurde /27a/, muß geschlossen werden, daß die zusätzliche Erholung im wesentlichen auf Veränderungen der Dotierungscluster durch die Testbestrahlung und die anschließende Erholung zurückzuführen ist.

Abb. 27 Differenzierte Widerstands-isochronen in Stufe III und danach nach Testbestrahlung von clusterdotierten Proben mit 0.5 und 3 MeV-Elektronen

Eine prinzipiell denkbare Veränderung der Cluster durch unterschwellige Stöße kann ausgeschlossen werden, da - wie Abb. 27 zeigt - nach der Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen, bei der wegen der höheren Dosis auch die Zahl der unterschwelligen Stöße stark vermehrt ist, die Erholung nach Stufe III nicht stärker ist als nach einer Testbestrahlung mit einer niedrigeren Dosis von 3 MeV-Elektronen.

Im folgenden werden Ergebnisse beschrieben, die darauf hindeuten, daß die Erholung zwischen Stufe III und V vermutlich darauf zurückzuführen ist, daß LS-Cluster der Dotierung durch die unvermeidlichen Reaktionen mit den Testdefekten unterhalb von 420 K wieder teilweise erholungsfähig geworden sind.

a. Abb. 28 zeigt, daß die Erholungsrate in Proben, deren Clusterdotierung durch Neutronenbestrahlung bei Raumtemperatur und Tempern bis 420 K erzeugt wurde, geringer ist als in einer durch Elektronenbestrahlung dotierten Probe. Daraus folgt, daß die Erholung zwischen Stufe III und V von der Struktur der Dotierungscluster abhängt. Wegen der für Neutronenbestrahlung typischen Kaskadeneffekte (verdünnte Zonen) ist zu erwarten, daß die mittlere Größe der LS-Cluster in den neutronenbestrahlten Proben wesentlich größer ist als in den durch Elektronenbestrahlung dotierten Proben. Offensichtlich können die in den neutronenbestrahlten Proben vorliegenden größeren LS-Cluster weniger stark durch die Reaktionen mit den Testdefekten beeinflusst werden und tragen daher weniger zur Erholung im Temperaturbereich zwischen Stufe III und V bei.

b. Abb. 29 und 30 zeigen den Einfluß der Auslagerungstemperatur T_d der Dotierungscluster auf die Erholung nach der Testbestrahlung. Man findet, daß mit steigender Auslagerungstemperatur T_d von 420 bis 580 K die Erholung zwischen Stufe III und V zurückgeht. Die Beobachtungen in Stufe V, in der sich die LS-Agglomerate auflösen (Kapitel 5), legen nahe, daß bei der Erhöhung der Auslagerungstemperatur T_d zuerst die kleinen LS-Agglomerate ausheilen, wodurch die mittlere Größe der verbleibenden LS-Cluster wächst. Die systematische Abnahme der Erholung zwischen Stufe III und V deutet damit wiederum darauf hin, daß die grö-

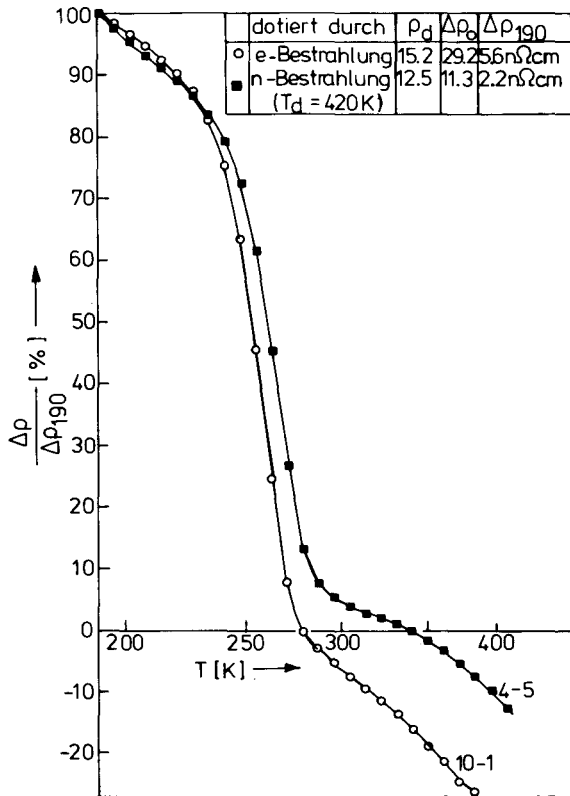


Abb. 28 Widerstandsisochnonen nach Elektronentestbestrahlung von Proben, die durch Elektronen- bzw. Neutronenbestrahlung und Tempnern bis $T_d = 420\text{ K}$ clusterdotiert worden waren

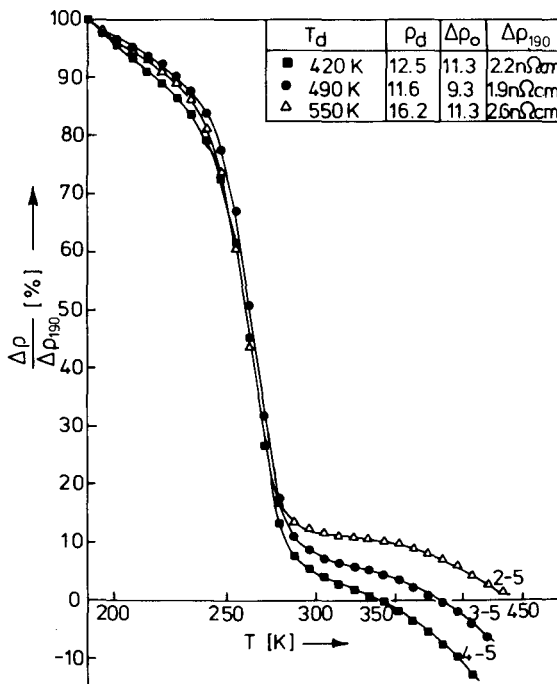


Abb. 29 Widerstandsisochnonen nach Elektronentestbestrahlung von Proben, die durch Neutronenbestrahlung und Tempnern bis 420, 490 und 550 K clusterdotiert worden waren

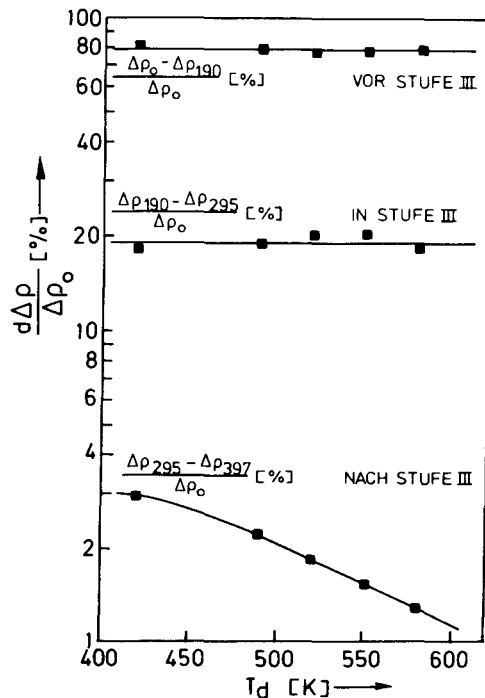


Abb. 30 Erholung einer Testschädigung durch Elektronenbestrahlung vor, in und nach Stufe III in Proben, deren Dotierung durch Neutronenbestrahlung und Tempnern bis 420 - 580 K erzeugt worden war. Vor und in Stufe III ist die Erholung unabhängig von T_d , nach Stufe III abhängig von T_d

Beren LS-Agglomerate weniger stark durch Reaktionen mit den Testdefekten beeinflusst werden.

c. Bei wiederholtem Nachbestrahlen und anschließendem Tempern verringert sich die Erholungsrate nach Stufe III. Abb. 31 zeigt dazu zwei Beispiele, an denen die Erholung nach ein- und zweimaliger Testbestrahlung verglichen wird. Die gleiche Beobachtung konnte nach Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen an Proben gemacht werden, die schon ein- bzw. zweimal mit 3 MeV-Elektronen testbestrahlt worden waren (Abb. 32). Diese Beobachtungen zeigen, daß bei wiederholtem Testbestrahlen und Tempern unterhalb T_d durch die Reaktionen mit den Testdefekten die LS-Cluster in einer Weise "formiert" werden, daß ihre Fähigkeit, nach Stufe III Erholungsprozesse auszulösen, zurückgeht.

Wiederholte Testbestrahlungen von Proben, die durch Neutronenbestrahlung bei Raumtemperatur dotiert worden waren /27b/, führen zum gleichen Ergebnis: Bei diesen Versuchen, die im Zusammenhang mit Schädigungsrate-messungen gemacht worden sind, wurden bis zu 15 Testbestrahlungen und -erholungen durchgeführt. Nach jeder Testbestrahlung verringerte sich dabei das bei 445 K beobachtete "superannealing".

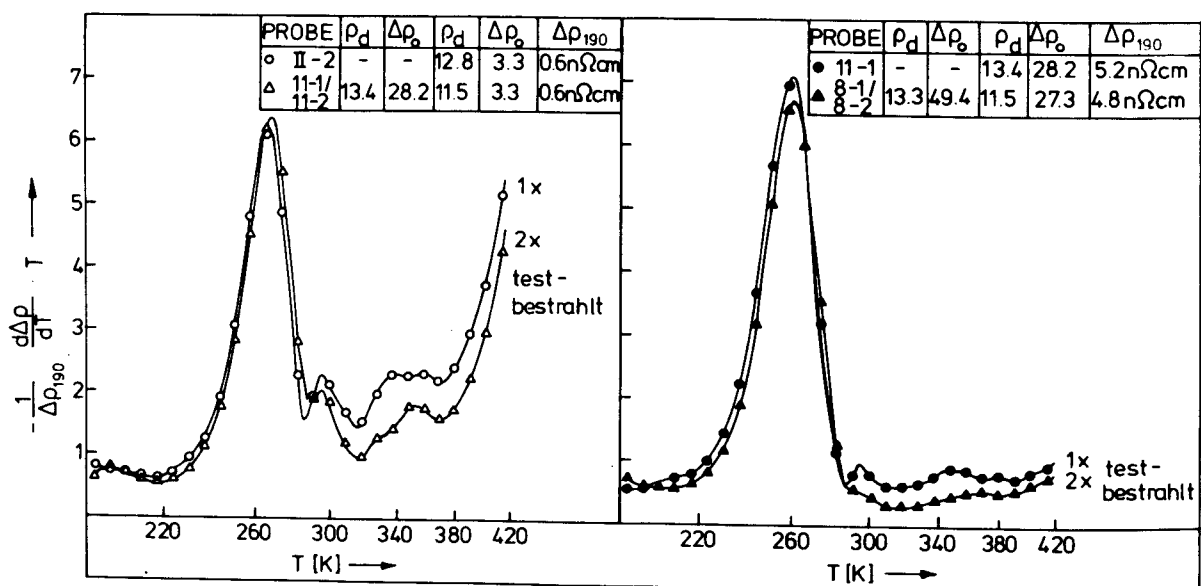


Abb. 31 Differenzierte Widerstands-isochronen nach ein- und zweimaliger Elektronentestbestrahlung clusterdotierter Proben

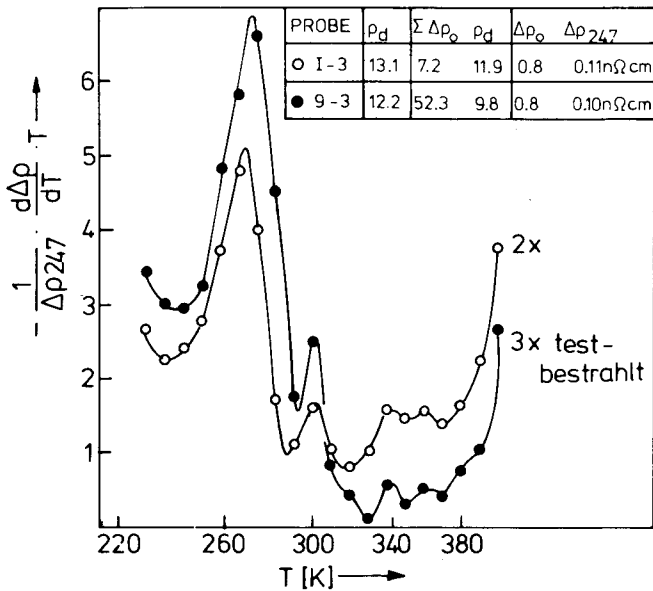


Abb. 32 Differenzierte Widerstands-isochronen nach Testbestrahlung mit 0.5 MeV-Elektronen von clusterdotierten Proben, die schon ein- bzw. zweimal mit 3 MeV-Elektronen testbestrahlt worden waren

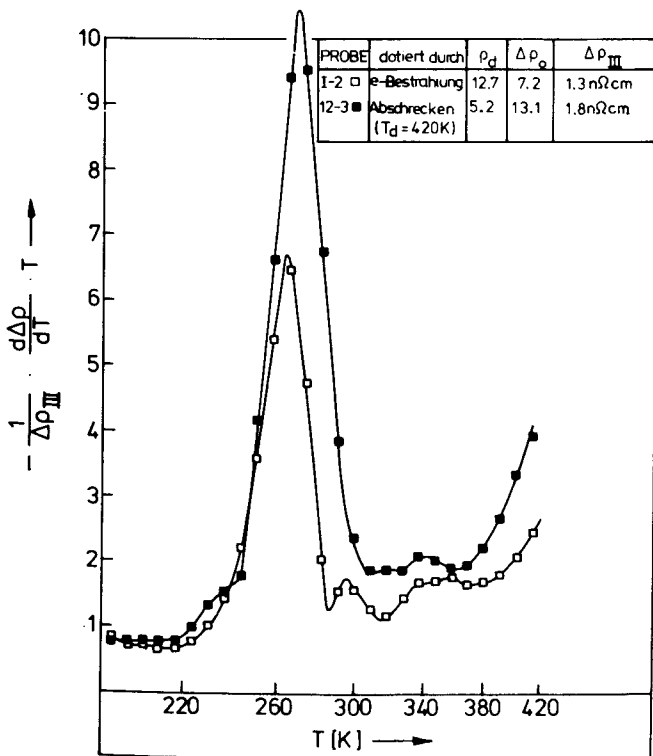


Abb. 33 Differenzierte Widerstands-isochronen nach Elektronentestbestrahlung einer abgeschreckten und einer durch Elektronenbestrahlung und Tempern dotierten Probe

d. Die Vermutung, daß es vor allem die LS-Cluster der Dotierung sind, die nach Reaktionen mit den Testdefekten die Erholung nach Stufe III bewirken, wird bestärkt durch die Beobachtung an einer abgeschreckten Probe. Nach dem Abschrecken von 1000 auf 0°C und anschließendem Tempern bis 420 K kann die Dotierung nur aus LS-Clustern bestehen. Wie Abb. 33 zeigt, wird nach der Testbestrahlung einer solchen Probe eine ähnlich starke Erholung nach Stufe III mit ähnlichem Verlauf wie an einer mit LS- und ZGA-Clustern dotierten Probe beobachtet. In diesem Zusammenhang sei erwähnt, daß "superannealing" auch schon früher an Proben beobachtet worden ist /22/, in die vor der Elektronenbestrahlung Fehlstellen durch plastische Verformung eingebracht worden waren.

Die geschilderten Beobachtungen führen zu folgendem Bild:

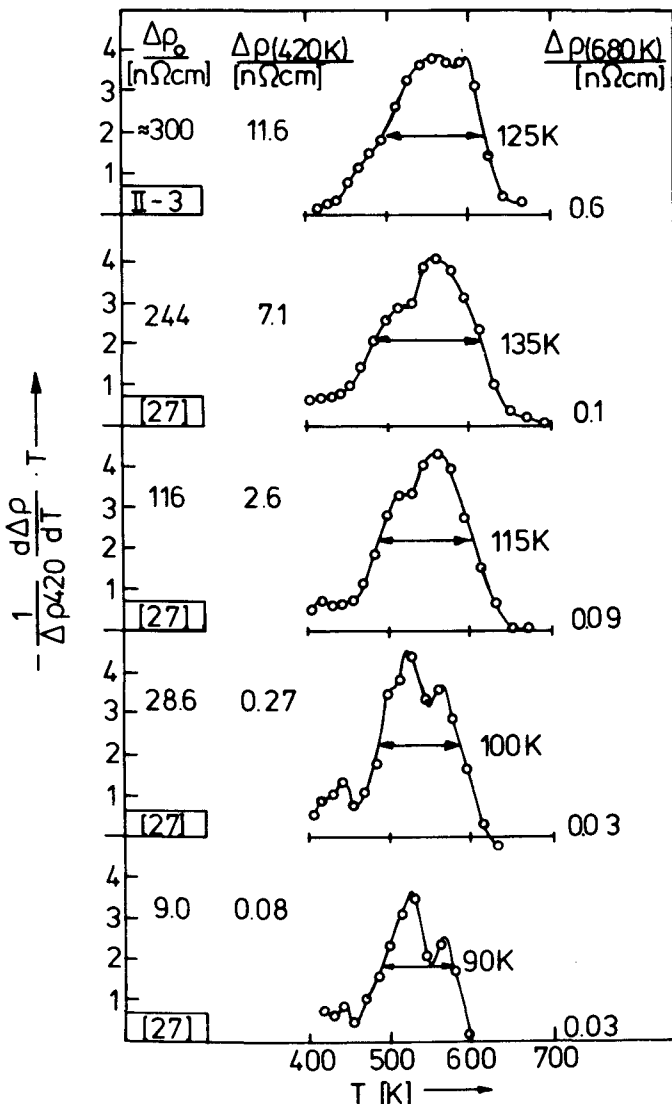
Die Dotierungsagglomerate, die vorher bis 420 K und höher getempert worden waren, sind bei tieferen

Temperaturen zunächst stabil. Nachdem die Test-ZGA und -LS mit den Dotierungsclustern in den Stufen I - III reagiert haben, kann nun ein kleiner Bruchteil der Cluster bei Temperaturen zwischen Stufe III und V zu erneuter Erholung befähigt werden. Die beobachteten Abhängigkeiten der Erholungsrate zwischen Stufe III und V von der Struktur der Dotierung (a - d) deuten darauf hin, daß es im wesentlichen die kleinen LS-Agglomerate sind, die zu dieser erneuten Erholung Anlaß geben. Der genaue Mechanismus, wie die kleinen LS-Agglomerate wieder erholungsfähig werden, ist nicht verstanden. Man könnte spekulieren, daß durch die Reaktionen mit den ZGA in Stufe I ein Teil der kleinen LS-Agglomerate zu Mehrfach-LS abgebaut wird, die dann oberhalb von Stufe III beweglich werden.

5. Die Widerstandserholung in Stufe V

5.1 Experimentelle Beobachtungen

In allen bestrahlten Proben wurde zwischen 450 - 650 K eine deutliche Erholungsstufe beobachtet (Stufe V), in der die verbliebene Restschädigung fast völlig ausheilt. Aus elektronenmikroskopischen Beobachtungen ist bekannt, daß in dieser Stufe die ZGA- und LS-Agglomerate ausheilen. Abb. 34 zeigt differenzierte Isochronen nach einer Elektronenbestrahlung /27/. Man sieht, daß sich mit steigender Anfangsdosis der Schwerpunkt der Stufe V zu höheren Temperaturen verschiebt. Die Stufe wird dabei insgesamt auch etwas breiter.⁺



⁺Die Probe II-3 (Kurve oben in Abb. 34) hatte nach Elektronenbestrahlung und Tempern bis 420 K in zwei nachfolgenden Testbestrahlungen eine zusätzliche geringe Schädigung von $\approx 8 \text{ n}\Omega\text{cm}$ erhalten, ehe sie in Stufe V ausgeheilt wurde. Die mit Neutronen und α -Teilchen bestrahlten Proben zu der Abb. 35 waren ebenfalls noch mit einer kleinen Elektronendosis nachbestrahlt worden. Da die Zahl der nachträglich eingebrachten Testdefekte jedoch relativ klein ist, ist ein wesentlicher Einfluß auf den Erholungsablauf in Stufe V nicht zu erwarten.

Abb. 34 Differenzierte Isochronen in Stufe V nach Elektronenbestrahlung in Abhängigkeit von der Anfangsschädigung $\Delta\rho_0$

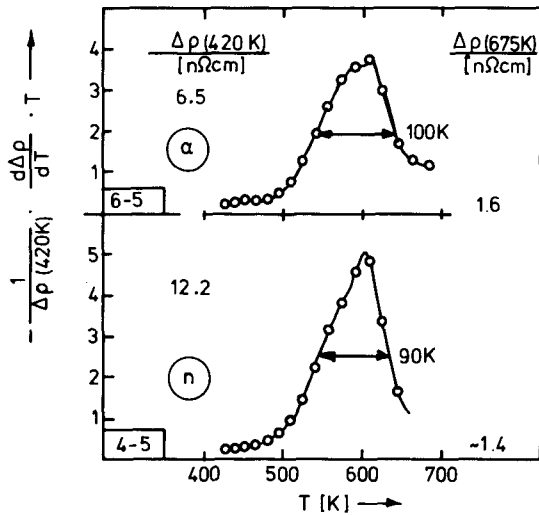


Abb. 35 Differenzierte Isochronen in Stufe V nach Bestrahlung mit α -Teilchen bzw. Neutronen

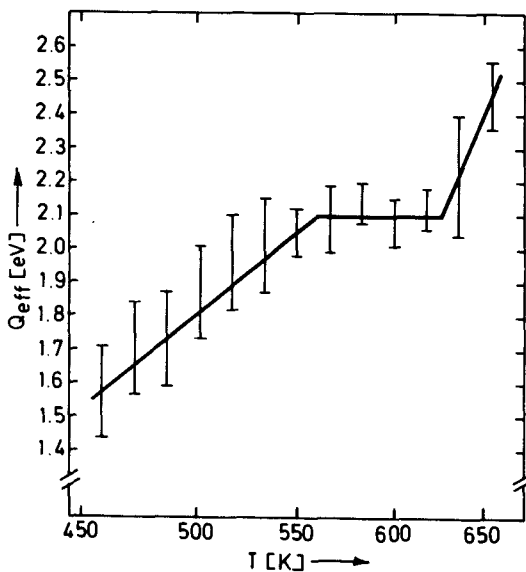


Abb. 36 Mittlere effektive Aktivierungsenergien im Temperaturbereich der Stufe V

Zum Vergleich sind in Abb. 35 Erholungskurven nach α -Teilchen- und Neutronenbestrahlung dargestellt. Die Stufe V liegt im selben Temperaturbereich, ihr Schwerpunkt ist im Vergleich zu elektronenbestrahlten Proben ähnlicher Defektdichte zu etwas höheren Temperaturen verschoben.

Abb. 36 zeigt den Verlauf der mit Hilfe der Sprungmethode gemessenen effektiven Aktivierungsenergie Q_{eff} im Bereich der Stufe V. Nach einem (in der Abbildung nicht gezeigten) kontinuierlichen Anstieg von $Q_{\text{eff}} = 0.7$ eV in Stufe III scheint sich im Zentrum der Stufe V ein Plateau anzudeuten. In diesem Bereich erhielten wir aus 48 Meßwerten ein $Q_{\text{eff}} = 2.10 \pm 0.08$ eV. Am Ende der Stufe V steigt die effektive Aktivierungsenergie weiter an. Nach Ablauf der Stufe V bei etwa 650 K ist in den elektronenbestrahlten Proben der strahlungsinduzierte Widerstand bis auf wenige % des Anfangswertes $\Delta\rho_0$ ausgeheilt.

5.2 Diskussion der Beobachtungen

In der folgenden Diskussion wird von der Modellvorstellung ausgegangen, daß LS-Cluster dissoziieren und die dabei frei werdenden Einzel-LS an den ZGA-Clustern rekombinieren /40, 41/. Dieses Modell erklärt qualitativ,

- a. daß die in Stufe V gefundene effektive Aktivierungsenergie ungefähr gleich der Selbstdiffusionsenergie ist,
- b. daß der Schwerpunkt der Stufe V mit zunehmender Dosis sich zu höheren Temperaturen verschiebt und
- c. daß Stufe V nach Neutronen- und α -Teilchenbestrahlung bei höheren Temperaturen liegt als bei elektronenbestrahlten Proben mit vergleichbarer Defektdichte.

Nach dieser Modellvorstellung sollte sich die Schrumpfrate eines LS-Agglomerates, bestehend aus m LS beschreiben lassen, durch den Ausdruck

$$-\dot{m} = A(m) \cdot D_1 \cdot \Delta c \quad . \quad G(19)$$

Der Faktor $A(m)$ hängt im wesentlichen von der Geometrie der Agglomerate ab und ist etwa proportional zum Durchmesser des Agglomerates. Im LS-Diffusionskoeffizienten $D_1 \propto \exp(-E_{1V}^m/kT)$ ist die Wanderungsenergie E_{1V}^m der LS bestimmend.

$\Delta c = c_o \exp(\Delta E/kT) - \bar{c}$ ist der Unterschied der LS-Konzentration in der Nähe des Agglomerates zur mittleren Konzentration \bar{c} in großer Entfernung. Dabei ergibt sich \bar{c} durch das Zusammenwirken aller in der Probe vorhandenen LS-Quellen und -Senken. In der Nähe des Agglomerates ist die LS-Konzentration um den Faktor $\exp(\Delta E(m)/kT)$ höher als die Gleichgewichts-Konzentration $c_o = \exp(-E_{1V}^f/kT)$ für LS, wobei $\Delta E(m)$ der Unterschied in der Bildungsenergie von LS aus dem Agglomerat zu der aus Quellen im thermischen Gleichgewicht darstellt. Für Hohlräume bzw. Ver-
setzungsloops ist ΔE der Gewinn an Oberflächenenergie bzw. elastische Linienenergie pro emittierte LS. ΔE hängt von der Größe des Agglomerates ab. Für sehr große Agglomerate geht $\Delta E \rightarrow 0$, für kleine Agglomerate steigt ΔE an; z.B. für Loops und

Poren ist ΔE umgekehrt proportional zu deren Durchmessern /42/. Gemäß G(19) ist damit zu erwarten, daß die kleinen Agglomerate sich schneller auflösen als die großen.

Zu Beginn der Stufe V ist für die kleinen LS-Agglomerate einerseits ΔE und damit der Term $\exp(\Delta E/kT)$ relativ groß, andererseits ist \bar{c} sehr klein. Daher ist die beobachtete effektive Aktivierungsenergie, die gegeben ist durch $E_{1V}^m + E_{1V}^f - \Delta E$, kleiner als die Selbstdiffusionsenergie $E_s = E_{1V}^m + E_{1V}^f$. Mit zunehmender Erholung in Stufe V verschwinden somit bevorzugt die kleinen LS-Cluster, wodurch der mittlere Radius r der verbleibenden Cluster wächst. ΔE wird daher kleiner, und die beobachtete effektive Aktivierungsenergie nähert sich der Selbstdiffusionsenergie $E_s = 2.1$ eV. Das experimentell beobachtete weitere Ansteigen der effektiven Aktivierungsenergie am Ende der Stufe V ist in diesem Modell nicht verständlich.

Die Verschiebung der Stufe V zu höheren Temperaturen nach Elektronenbestrahlung mit hoher Dosis und Bestrahlung mit schweren Teilchen (Neutronen, α -Teilchen) ist in diesem Modell verständlich, weil nach diesen Bestrahlungen im Mittel größere LS-Cluster entstehen als nach Elektronenbestrahlung mit niedriger Dosis und weil die Auflösung der größeren LS-Cluster erst bei höheren Temperaturen beginnt.

Zusammenfassung

Proben aus hochreinem Kupfer wurden durch Teilchenbestrahlung und Tempern mit Fehlstellenagglomeraten der Dichte ρ_d dotiert und danach durch Elektronenbestrahlung bei 4.7 K mit isolierten Frenkeldefekten (Dichte $\Delta\rho_o$) als Testdefekte versehen. Durch isochrones Tempern wurde die Ausheilung der Testdefekte bei Anwesenheit der Agglomeratdotierung im Vergleich mit undotierten Proben beobachtet. Die beobachteten Unterschiede führen zu folgenden Ergebnissen:

Stufe I:

- a. Test-ZGA, die der Erholung mit ihrer eigenen LS entkommen sind, reagieren bevorzugt mit den Clustern der Dotierung, wenn $\Delta\rho_o \leq 4\rho_d$ ist.
- b. Besteht die Dotierung aus ZGA- und LS-Clustern, so werden die Test-ZGA bevorzugt von den ZGA-Clustern eingefangen.
- c. Besteht die Dotierung aus ZGA-Clustern und einzelnen LS, so rekombinieren die Test-ZGA bevorzugt mit den LS der Dotierung.

Stufe II:

- a. Die kontinuierliche Erholung ist in dotierten Proben geringer als in undotierten.
- b. Eine bei 200 K beobachtete Unterstufe wird auf die Ausheilung von Defekten zurückgeführt, die durch indirekte Stöße über leichte Fremdatome in deren Nähe gebildet und eingefangen werden.

Stufe III:

- a. Test-LS reagieren in Stufe III bevorzugt mit den Clustern der Dotierung ρ_d , wenn $\Delta\rho_o \lesssim \rho_d$ ist. Die Bildung von Doppel-LS aus beweglichen Einzel-LS ist in diesem Falle unterdrückt.
- b. Die in solchen Proben bestimmte Aktivierungsenergie ist die Wanderungsenergie der Einzel-LS: $E_{1v}^m = 0.71 \pm 0.03$ eV. Die aus der Dosisabhängigkeit der Temperaturlage der Stufe bestimmte Reaktionsordnung nähert sich $\gamma = 1$.

- c. In undotierten Proben werden Doppel-LS in Stufe III gebildet. Dies beeinflusst nicht die effektive Aktivierungsenergie, die mit 0.7 eV gleich der Wanderungsenergie der Einzel-LS ist. Die Reaktionsordnung ist $\gamma = 2$. Dieses Verhalten kann verstanden werden unter der Annahme, daß in Stufe III der Transport von LS zu den ZGA-Agglomeraten über die Bildung hochbeweglicher Doppel-LS aus Einzel-LS erfolgt.
- d. Unter Ausnutzung der in Stufe I gemachten Beobachtungen, daß der Einfangradius agglomerierter LS kleiner ist als der Einfangradius von Einzel-LS für Test-ZGA, $R_{mv}^i < R_v^i$, wurde durch schrittweises Tempern der Temperaturbereich festgestellt, in dem die Agglomeration der LS stattfindet. Dies ist der Bereich der Stufe III, was nur verstanden werden kann, wenn in Stufe III LS wandern.

Stufe IV:

Gegenüber der geringen Erholung in undotierten Proben ist die Erholung zwischen Stufe III und V in dotierten Proben erhöht. Die beobachteten Abhängigkeiten der Erholungsrate von der Struktur der Dotierung deuten darauf hin, daß es im wesentlichen kleine stabile LS-Agglomerate der Dotierung sind, die nach vorangehenden Reaktionen mit Testdefekten zu erneuter Erholung Anlaß geben.

Stufe V:

- a. Die effektive Aktivierungsenergie erreicht in der Stufe V mit 2.1 eV die Selbstdiffusionsenergie.
- b. Ihr Schwerpunkt verschiebt sich mit zunehmender Bestrahlungsdosis und bei Verwendung schwerer Bestrahlungsteilchen zu höheren Temperaturen.

Die Beobachtungen zeigen, daß in Stufe V LS-Cluster dissoziieren und die dabei frei werdenden Einzel-LS an den ZGA-Clustern rekombinieren.

Durch die Beobachtungen wurde gezeigt, daß durch eine Dotierung der Proben mit Fehlstellenagglomeraten die Reaktionen von beweglichen Test-ZGA und -LS untereinander und mit Verunreinigungen unterdrückt werden können. Dies war das ursprüngliche Ziel der Arbeit. Insbesondere kann in so dotierten Proben direkt die Wan-

derungsenergie von Einzel-LS in Stufe III unbeeinflusst durch die Bildung von Doppel-LS gemessen werden. In undotierten Proben scheint der LS-Transport zu den ZGA-Clustern im wesentlichen über die Bildung hochbeweglicher Doppel-LS zu erfolgen.

Trotz der in dotierten Proben vorliegenden einfacheren Verhältnisse in den Stufen I und III werden in diesen Proben in den Zwischenbereichen (Stufe II und IV) auch Erholungseffekte beobachtet, die darauf hindeuten, daß ein kleiner Teil der vorher stabilen Cluster nach Reaktionen mit Testdefekten wieder erholungsfähig wird.

IV. Literaturverzeichnis

- /1/ F.R. FICKET, Oxygen Annealing in Copper: A Review, Material Science and Engineering, 14 (1974), 199-210
- /2/ H. SCHROEDER, Dissertation T.H. Aachen, Report der KFA Jülich, Jül-1166, Febr. 75
- /3/ J. HEMMERICH, Report der KFA Jülich, Jül-579-FN, März 69
- /4/ K. SONNENBERG, Dissertation T.H. Aachen, Report der KFA Jülich, Jül-859-FF, Mai 72
- /5/ F. DWORSCHAK, W. SASSIN, J. WICK, J. WURM, Report der KFA Jülich, Jül-575-FN, Febr. 69
- /6/ Die Bestrahlungen wurden vom Oak Ridge National Laboratory, USA, durchgeführt
- /7/ Die Bestrahlung wurde von G. ANTESBERGER, KFA Jülich, am Zyklotron des I. Institutes für Experimentalphysik der Universität Hamburg durchgeführt
- /8/ Zum Abschrecken diente eine Apparatur von B. LENGELER, Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich
- /9/ S.M. OHR, The Nature of Defect Clusters in Electron Irradiated Copper, in Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals, Herausg. M.T. Robinson u. F.W. Young, USA, ERDA Konf.-751006, 6.-10. Okt. 75, Gatlinburg, USA
- /10/ B.C. LARSON, X-ray Studies of Irradiation Induced Dislocation Loops in Metals, in Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals, Herausg. M.T. Robinson und F.W. Young, USA, ERDA-Konf. 751006, 6.-10. Okt. 75, Gatlinburg, USA
- /11/ G. ANTESBERGER, private Mitteilung 1975
- /12/ P. EHRHART, H.G. HAUBOLD, W. SCHILLING, Festkörperprobleme XIV, 87, 1974

- /13/ P. EHRHART, U. SCHLAGHECK, J. Phys. F: Metal Phys., Vol. 4, Okt. 74, 1589-1598
- /14/ W. SCHILLING, G. BURGER, K. ISEBECK, H. WENZL in: Vacancies and Interstitials in Metals (Hersg. J. Diel, W. Schilling, D. Schumacher, A. Seeger), North Holland Publ. Co (1969), S. 256
- /15/ W. SCHILLING, P. EHRHART, K. SONNENBERG, Interpretation of Defect Reactions in Irradiated Metals by the one Interstitial Model in: Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals, herausgeg. von M.T. Robinson und F.W. Young, USA, ERDA Konf.-751006, 6.-10. Okt. 75, Gatlinburg, USA
- /16/ R.L. CHAPLIN, P.E. SHEARIN, Phys. Rev. 125, 4, 1061, Nov. 61
- /17/ A. SOSIN, Phys. Rev. 126, 5, 1698, Juni 62
- /18/ C.E. KENNEDY, R.L. CHAPLIN, Bull. Am. Phys. Soc. 13, 1393, 1968
- /19/ H.M. SIMPSON, R.L. CHAPLIN, Phys. Rev. 178, 3, 1166, Febr. 69
- /20/ A.B. PRUITT, R.L. CHAPLIN, Radiation effects, 10, 235, 1971
- /21/ A.B. PRUITT, R.L. CHAPLIN, Radiation effects, 11, 119, 1971
- /22/ C.J. MEECHAN, A. SOSIN, J.A. BRINKMAN, Phys. Rev. 120, 411, 1960
- /23/ C.L. SNEAD, F.W. WIFFEN, J.W. KAUFFMANN, Phys. Rev. 164, 900, 1967
- /24a/ J.W. CORBETT, R.B. SMITH, R.M. WALKER, Phys. Rev. 114, 1460, 1959
- /24b/ J.W. CORBETT, R.M. WALKER, Phys. Rev. 110, 767, 1958
- /25/ W. SASSIN, Dissertation TH Aachen (1969)
- /26/ J.A. TESK, E.C. JONES, J.W. KAUFFMANN, Phys. Rev. 133, A 288 (1964)

- /27/ K. SONNENBERG, H. SCHROEDER, private Mitteilung, nicht veröffentlichte Ergebnisse (1972)
- /27a/ K. SONNENBERG, private Mitteilung, unveröffentlichte Ergebnisse (1976)
- /27b/ K. SONNENBERG, private Mitteilung, 1975
- /28/ G.W. ISELER, H.I. DAWSON, J.W. KAUFFMANN, Lattice Defects and Their Interactions, Herausg. R.R. Hasiguti (Gordon and Breach, New York, 1967), S. 681
- /29/ F. DWORSCHAK, H. SCHUSTER, H. WOLLENBERGER, J. WURM, Phys. stat. sol. 29, 81, 1968
- /30/ W. TRIFTSHÄUSER, J.D. McGERVEY, Appl. Phys. 6, 177, 1975
- /31/ G. HAUBOLD in: Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals, Herausg. M.T. Robinson und F.W. Young, USA, ERDA Konf.-751006, 6.-10. Okt. 75, Gatlinburg, USA
- /32/ G. DUESING, Dissertation TH Aachen, Report der KFA Jülich 577-FN, Febr. 69
- /33/ A. SEEGER, H. MEHRER in: Vacancies and Interstitials in Metals, Herausg. A. Seeger, D. Schumacher, W. Schilling, J. Diehl, North Holland Publ. Co. 1970
- /34/ A. SEEGER, Fundamental Aspects of Radiation Damage in Metals, Herausg. M.T. Robinson and F.W. Young, USA Erda Konf.-751006, 6.-10. Okt. 75, Gatlinburg, USA
- /35/ R.R. BOURASSA, B. LENGELER, J. Phys. F: Metal Phys., Vol. 6, 1976 (in Druck)
- /36/ L. SANDER, Vortrag auf der Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft 1976 in Freudenstadt
- /37/ K. MAIER, C. BASSANI, W. SCHÜLE, Phys. Letters 44A, 539, 1973

/38/ R.W. WALKER, Proc. of the Internat. School of Physics
"E. Fermi", Herausg. B.S. Billington (Acad. Press, New
York 1962)

/39/ G. ANTESBERGER, K. SONNENBERG, P. WIENHOLD, R.R. COLTMAN,
C.E. KLABUNDE, J.M. WILLIAMS in: Fundamental Aspects of Ra-
diation Damage in Metals, Herausg. von M.T. Robinson und
F.W. Young, USA, ERDA Konf.-751006, 6.-10. Okt. 75, Gatlin-
burg, USA

/40/ D.N. SEIDMAN, R.W. BALLUFFI, Phil. Mag. 13, 123, 649 (1966)

/41/ H.G. BOWDEN, R.W. BALLUFFI, Phil. Mag. 19, 160, 1001 (1969)

/42/ H.O.K. KIRCHNER, Acta Metallurgica 21, 85, Febr. 1973

Diese Arbeit wurde im Institut IX (Gitterfehlordnung) des Instituts für Festkörperforschung der Kernforschungsanlage Jülich GmbH durchgeführt. Das Thema stellte Herr Prof. Dr. W. Schilling. Ihm und Herrn Dr. K. Sonnenberg möchte ich für ihre stete Diskussionsbereitschaft und die zahlreichen Gespräche besonders danken.

Bei den Bestrahlungen waren das Bedienungspersonal des Elektronenbeschleunigers und der Heliumverflüssigungsanlage immer beteiligt. Bei allen Experimenten haben Frau K. Ketels, Herr Dr. G. Antesberger, Herr U. Dedek, Herr Dr. H. Schroeder und Herr Dr. K. Sonnenberg kameradschaftlich mitgeholfen. Frau Franken schrieb das Manuskript und Herr K.H. Stange fertigte die Zeichnungen an.

Ihnen allen möchte ich ganz herzlich danken, sowie auch allen anderen, die zu dieser Arbeit beigetragen haben.