

PACS: 61.80.-x, 61.80.Jh

HYDROGEN ISOTOPE RETENTION AND LATTICE DAMAGE IN THE CONSTRUCTIVE MATERIALS IRRADIATED WITH H^+/D^+ IONS

V.V. Bobkov, L.P. Tishchenko, T.I. Peregon, Yu.I. Kovtunenکو

V.N. Karazin Kharkov National University

Svobody Sq. 4, 61022, Kharkiv, Ukraine

e-mail: ybobkov@mail.ru, plipfff@mail.ru

Received April 12, 2016

The paper is the result of the authors' investigations of initial stages of hydrogen isotope retention and migration, formation of radiation damages of lattice in the constructive materials irradiated with H^+/D^+ ions. The studies methods were thermal desorption spectroscopy (TDS) combined with electron microscopy (TEM and SEM) and electrical resistance measurements. Deuterium retention was studied as a function of ion fluence, implantation temperature, incident ions energy and pre-implantation by He^+ ions. Special attention was given to the investigation of thin films of constructive metals irradiated with D^+ ions with the range greater than the film thickness. Also the trapping of deuterium in thin metallic films was investigated at D^+ ions implantation (the range was comparable with the film thickness). Possible mechanisms are proposed to describe the observed processes.

KEYWORDS: defects; deuterium, hydrogen; retention; implantation; desorption; plasma-facing materials

НАКОПИЧЕННЯ ІЗОТОПІВ ВОДНЮ ТА ДЕФЕКТІВ РЕШІТКИ В КОНСТРУКЦІЙНИХ МАТЕРІАЛАХ, ОПРОМІНЕНИХ ІОНАМИ H^+/D^+

В.В. Бобков, Л.П. Тищенко, Т.І. Перегон, Ю.І. Ковтуненко

Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна

м. Свободи, 4, Харків, 61022, Україна

Стаття є підсумком досліджень авторів статті початкових етапів накопичення та міграції ізоотопів водню, утворення радіаційних пошкоджень кристалічної решітки в конструкційних матеріалах, що опромінені іонами H^+/D^+ . Дослідження проводилися за допомогою термодесорбційної спектрометрії в комбінації з електронною мікроскопією (ПЕМ і РЕМ) і вимірюванням електричного опору. Утримання дейтерію вивчалось в залежності від дози опромінення, температури імплантації, енергії падаючих іонів і попереднього опромінення іонами He^+ . Особливу увагу приділено дослідженню тонких плівок конструкційних металів, що опромінені іонами D^+ з пробігом, більшим за товщину плівки («прострел»), а також дослідженню тонких металевих плівок з імпантованими іонами D^+ (пробіг іонів був порівняний з товщиною плівки). Запропоновано можливі механізми процесів, що спостерігаються.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: дефекти, дейтерій, водень, накопичення, імплантація, десорбція, конструкційні матеріали

НАКОПЛЕНИЕ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА И ДЕФЕКТОВ РЕШЕТКИ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ, ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ H^+/D^+

В.В. Бобков, Л.П. Тищенко, Т.И. Перегон, Ю.И. Ковтуненко

Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина

пл. Свободы, 4, Харьков, 61022, Украина

Статья представляет итог исследований авторов статьи начальных стадий накопления и миграции изотопов водорода, образования радиационных повреждений кристаллической решетки в конструкционных материалах, облученных ионами H^+/D^+ . Исследования проводились методами термодесорбционной спектрометрии в сочетании с электронной микроскопией (ПЭМ и РЭМ) и измерением электрического сопротивления. Накопление дейтерия в материалах изучалось в зависимости от дозы облучения ионами, температуры мишени при имплантации, энергии падающих ионов и предварительного облучения ионами He^+ . Особое внимание уделено исследованиям тонких пленок конструкционных металлов, облученных ионами D^+ с пробегом больше толщины пленки («прострел»), а также исследованию тонких металлических пленок с имплантированными ионами D^+ (пробег ионов сопоставим с толщиной пленки). Предложены возможные механизмы наблюдаемых процессов.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: дефекты, дейтерий, водород, накопление, имплантация, десорбция, конструкционные материалы

В современных экспериментах по термоядерному D/T синтезу для построения и эксплуатации будущего ТЯР очень важной проблемой является взаимодействие удерживаемой магнитным полем горячей плазмы с контактирующими конструкциями установки [1]. Захват и термическое освобождение изотопов водорода из материалов стенки при взаимодействии плазмы с их поверхностью являются важными факторами работоспособности будущих реакторов. Кроме того, изотопы водорода, имплантируемые в материал стенки, создают проблему накопления в них трития. Сведения о поведении имплантированных изотопов водорода в энергетически нагруженных частях термоядерных устройств необходимы также для понимания их рециклинга под воздействием плазмы. Одной из важных задач проекта ИТЭР является выбор конструкционных материалов для защиты устройств, контактирующих с плазмой. В соответствии с требованиями и критериями отбора устройств ИТЭР облицовочные материалы могут быть выбраны из бериллия, углеродосодержащих композитов и вольфрама [1-3]. В последнее десятилетие процессы захвата дейтерия и образования дефектов решетки, реэмиссии и тер-

модесорбции дейтерия из материалов на основе Ве, W и материалов на основе графита интенсивно изучаются [2, 4-11]. Перечисленные исследования выполнены с объектами, облученными ионами D^+ при высоких дозах облучения, значительно выше $1 \cdot 10^{17} \text{см}^{-2}$, когда, как известно [5], в объеме образцов образуются преимущественно скопления имплантированных частиц дейтерия в виде пузырьков, а на поверхности – блистеры. Большой интерес вызывают исследования начальных стадий накопления ионно-имплантированных изотопов водорода в кристаллической решетке материалов с образованием твердых растворов внедрения или замещения. Тогда исследования должны быть выполнены с объектами, облученными при малых дозах облучения ионами изотопов водорода. В литературе данные по исследованию начальных стадий накопления этих газов немногочисленны.

В настоящей статье представлены итоговые результаты экспериментальных работ по изучению закономерностей образования и отжига собственных радиационных дефектов кристаллической решетки, исследованию накопления и термического выделения в вакуум ионно-имплантированных в решетку изотопов водорода (D, H) из ряда конструкционных материалов для устройств УТС. Исследования выполнены в НИП лаборатории ионных процессов ФТФ ХНУ имени В.Н. Каразина. Используются методы термодесорбционной спектроскопии (ТДС), электронной микроскопии и измерения электросопротивления, чувствительного к точечным радиационным дефектам кристаллической решетки. Исследованы чистые металлы в массивном виде: Ве, Zr, Та и W и в виде тонких пленок V, Cr, Fe, Ni, Nb; углеродосодержащие материалы: графит МПГ-8, легированный Ti, и углеситалл УСБ-15И; сложные соединения: марганцовистая аустенитная сталь марки Cr12Mn20W, сплав ванадия $V_{75}Cr_{25}$; нитриды TiN и BN; полупроводники GaAs, GaP и Si. Определены значения коэффициентов захвата дейтерия образцами. Исследована термическая десорбция D_2 из образцов в вакуум при постимплантационном нагреве. Представлены результаты по влиянию дозы облучения F и энергии E ионов H^+ и D^+ , температуры T_0 мишени при бомбардировке и предварительной имплантации гелия на величину коэффициента захвата дейтерия и характер спектров его термической десорбции из перечисленных материалов. Изучено изменение электросопротивления тонких металлических пленок, моделирующих приповерхностный слой массивных материалов и являющихся компонентами исследованных стали и сплава, в процессе ионной бомбардировки изотопами водорода и при последующем нагреве.

Цель исследований – изучение процессов образования и отжига радиационных дефектов, взаимодействия собственных дефектов матрицы и имплантированных частиц ионного пучка; изучение изменений микроструктуры приповерхностного слоя и морфологии поверхности образцов, облученных изотопами водорода. Исследования процессов имплантации ионов дейтерия в функциональные вольфрамовые покрытия композиционных структур в НИП лаборатории продолжаются.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Описание исследованных образцов в исходном состоянии:

- Ве – осажденная в вакууме фольга высокой чистоты с содержанием примеси кислорода менее 0,5 ат % [11] толщиной 0,2 мм;
- Zr – осажденная в вакууме фольга из Zr чистоты 99,6% толщиной 7,1 – 7,3 мкм;
- Та – фольга чистоты 99,8% толщиной 0,05 мм;
- W – фольга чистоты 99,9% толщиной 0,05 мм;
- эпитаксиальные пленки Cr(001), Ni(111), Ni(001), Nb(110), V(110) и поликристаллические пленки Fe с толщинами 50 – 200 нм и средним размером зерен 100 – 130 нм, полученные электронно-лучевым испарением чистых металлов (99,99 – 99,6%) и конденсацией их паров на сколы KCl или слюды фторфлогопит в криогенном вакууме не хуже 10^{-6} Па во время напыления. Исследовались свободные пленки, отделенные от подложек;
- графит МПГ-8 – пластины толщиной 0,5 мм. Это высокопрочный, мелкозернистый, малопористый материал с гомогенной структурой и легированный Ti; получен, согласно [12, 13], из непрокаленного нефтяного кокса и каменноугольного пека прессованием с последующим отжигом и графитизацией;
- углеситалл УСБ-15И – пластины толщиной 1 мм; согласно [12, 14, 15], это материал с однородной мелкозернистой структурой с характерным размером зерен 50 нм и псевдогексагональной решеткой. Материал квазиизотропный, высокопрочный, монолитный, получен при одностадийном каталитическом пиролизе в присутствии В на нагретую до 1800 К подложку. В своей элементной основе это углерод с 10–15% содержанием В;
- марганцовистая аустенитная сталь марки Cr12Mn20W в виде пластин толщиной 0,2 мм имела состав в %: Fe – 66,41, Mn – 20, Cr – 12, Si – 0,33, C – 0,101, Ni – 0,01, W – 0,95;
- сплав ванадия в виде пластин толщиной 0,4 мм имел состав в %: V – 75, Cr – 24,81, Fe – 0,13, W – 0,027, Y – 0,024, Ni < 0,001, Ti < 0,005;
- TiN – покрытие толщиной ~10 мкм, полученное вакуумно-плазменным осаждением Ti в атмосфере азота с давлением 10^{-2} – 6,6 Па на подложки из стали X18H10T. Имеет ГЦК решетку и плотность дислокаций $2 \cdot 10^{11} \text{см}^{-2}$ [16];

- BN – пластины толщиной 0,6 мм, полученные методом газофазного осаждения; это высокодисперсный поликристаллический материал с анизотропной гексагональной графитоподобной решеткой с сильно аксиальной текстурой и плотностью дислокаций $10^{10} - 10^{12} \text{ см}^{-2}$ [17];
- GaAs (100) – в виде пластин толщиной 0,4 мм, легированный Sn, $n = 5,6 \cdot 10^{16} - 1,1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$;
- GaP (111) – в виде пластин толщиной 0,4 мм, легированный Te, $n = (4 - 5) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$;
- Si – пластины толщиной 0,4 мм.

Образцы облучались при подавлении вторичных электронов моноэнергетичным масс-сепарированным пучком ионов D_2^+ с плотностью тока порядка $1 \text{ мкА} \cdot \text{см}^{-2}$ до доз облучения F , лежащих в интервале $1 \cdot 10^{16} - 1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Энергия ионов D_2^+ составляла 40 кэВ (20 кэВ D^+) либо набор 10, 20 и 30 кэВ (5, 10, 15 кэВ D^+) для осуществления более однородного профиля распределения имплантированных частиц дейтерия по глубине. В ряде экспериментов (преимущественно при исследовании тонких пленок металлов) образцы облучались моноэнергетичными масс-сепарированными пучками ионов D^+ или H^+ при энергиях в интервале 10 – 40 кэВ до доз облучения в диапазоне $(1-5) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ при комнатной температуре.

Предварительно имплантированные в образцы ионы He^+ имели энергию 30 кэВ или набор 5, 10 и 15 кэВ, для более однородного распределения частиц гелия по глубине. Значения энергии ионов He^+ и D_2^+ подбирались в каждом эксперименте такими, чтобы их проективные пробеги были одинаковыми. Средние проективные пробеги ионов H^+ , D^+ и He^+ в образцах исследованных материалов оценивались по данным работ [18, 19], и их значения находились в интервале 10 – 400 нм. В случае комбинированных последовательных имплантаций по схеме He^+ , D_2^+ энергии и дозы ионов были такими же, что и в опытах с имплантацией ионов одного типа. Исследованные образцы облучались как при комнатной, так и при более высоких температурах мишени в интервале 370 – 670 К.

При изучении процессов накопления ионно-имплантированных изотопов водорода в конструкционных материалах и выделения их в вакуум, образования и отжига собственных радиационных дефектов кристаллической решетки материалов и их взаимодействия друг с другом и с изотопами водорода были использованы следующие методы: термодесорбционная спектрометрия (ТДС), измерение электрического сопротивления и электронная микроскопия микроструктуры приповерхностного слоя (ПЭМ) и морфологии поверхности (РЭМ) образцов как в исходном состоянии, так и после облучения и отжига.

Методом ТДС изучали коэффициенты захвата дейтерия η_{D_2} и гелия η_{He} образцами и получали сведения об их реэмиссии в процессе ионной бомбардировки мишени; исследовались спектры термической десорбции этих газов из образцов в вакуум. Измерения коэффициентов захвата перечисленных частиц проводились при помощи быстрого нагрева облученных образцов (методом вспышки) при полном их испарении. Величина η рассчитывалась как отношение концентрации C захваченного при ионной имплантации газа к дозе облучения F ионами этого газа. Значения реэмиссии имплантированных частиц оценивались по величинам $(1 - \eta_{D_2})$ или $(1 - \eta_{He})$. Спектры термической десорбции изотопов водорода и гелия изучали при нагреве облученных образцов с постоянной скоростью (0,1; 0,5; 1,0; 2,0 $\text{К} \cdot \text{с}^{-1}$) в температурном интервале 290 – 2000 К. Они представляли собой зависимости количества S частиц имплантированного газа, выделившихся при данной температуре нагрева T , от значения этой температуры. Нагрев облученных образцов проводился на Ta ленте с приваренной к ней термопарой (хромель—алюмель, вольфрам—вольфрам-рений, платина—сплав платины и 10% родия). Абсолютная ошибка измерения температуры не превышала ± 10 К. Измерение величин C и S выполнены при помощи масс-спектрометров МХ-7303 и ПТИ-7А, калиброванных натекателем ГЕЛИТ-1, и данных по сечению ионизации в их источниках частиц гелия, водорода и дейтерия [20]. Парциальное давление водорода перед началом нагрева составляло $1 \cdot 10^{-5}$ Па, а дейтерия и гелия – менее $1 \cdot 10^{-7}$ Па. Чувствительность использованного метода к определению количества выделяющихся в вакуум частиц дейтерия и гелия была не хуже $2 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$.

Для изучения изменений электрического сопротивления R тонких металлических пленок в процессе бомбардировки и отжига использовалась четырехзондовая схема измерения падения напряжения на образце при помощи потенциометра Р-306 с точностью $2 \cdot 10^{-4}$ мВ; относительная ошибка измерения величины R составляла $\pm 0,01\%$.

Изучение изменений микроструктуры и фазовые превращения приповерхностного слоя, содержащего имплантированные частицы изотопов водорода, проводилось на утоненных массивных материалах и на облученных металлических тонких пленках, моделирующих приповерхностный слой, при помощи просвечивающего электронного микроскопа ПЭМ-У. Изучение изменений морфологии поверхности облученных образцов проводилось на растровом электронном микроскопе РЭМ-100У.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование закономерностей накопления ионно-имплантированных изотопов водорода в конструкционных материалах

Закономерности накопления изотопов водорода (протия и дейтерия) в процессе ионной бомбардировки образцов изучались по зависимостям количества C имплантированного газа и прироста удельного электросопротивления $\Delta\rho$ от дозы облучения F ионами исследуемого газа. Величина C измерялась по количеству десор-

бирванного газа при быстром нагреве облученных образцов (методом взрывного и полного их испарения). На рис. 1 показаны дозовые зависимости вплоть до $F=1 \cdot 10^{18} \text{см}^{-2}$ количества имплантированного дейтерия C_{D_2} в сплаве ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (кривая 1), марганцовистой аустенитной стали $Cr_{12}Mn_{20}W$ (кривая 2) и Fe (кривая 3). Зависимости $C_{D_2} = f(F)$ в исследованном интервале доз облучения монотонно растут и стремятся к насыщению при дозах выше $1,0 \cdot 10^{18} \text{см}^{-2}$.

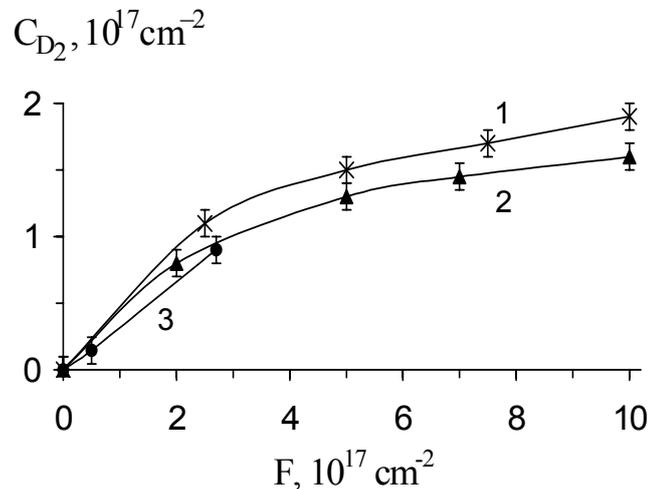


Рис. 1. Зависимости концентрации захваченных частиц дейтерия от дозы облучения ионами D_2^+ : сплав ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (1), марганцовистая аустенитная сталь (2) и Fe (3); 1,2 – D_2^+ : $E=40 \text{кэВ}$, $T_0=290 \text{К}$; 3 – D_2^+ : $E=40 \text{кэВ}$, $T_0=370 \text{К}$.

В процессе имплантации ионов изотопов водорода удельное электросопротивление образцов также монотонно увеличивается с ростом дозы облучения. Для пленок Fe , Ni , Cr , V и Nb (т.е. металлов, входящих в состав исследованных сплава ванадия и марганцовистой аустенитной стали) на рис. 2 и рис. 3 показаны зависимости относительного прироста удельного электросопротивления $\Delta\rho/\rho_0$ от дозы облучения F ионами H^+ или D^+ в процессе бомбардировки при комнатной температуре [21–24]. Величина прироста $\Delta\rho/\rho_0$ зависит для данного образца от типа ионов и условий облучения ими. Зависимости $\Delta\rho/\rho_0=f(F)$ на рис. 2 получены при двух режимах облучения: а) когда пробег протонов равен толщине пленки и б) когда он намного превышает ее толщину. В последнем случае облученные пленки простреливались насквозь ионами H^+ и практически не содержали в себе имплантированного водорода. Прирост удельного электросопротивления пленок, облученных в режиме “прострела” (рис. 2б), по сравнению с режимом имплантации (рис. 2а) в 2–3 раза меньше.

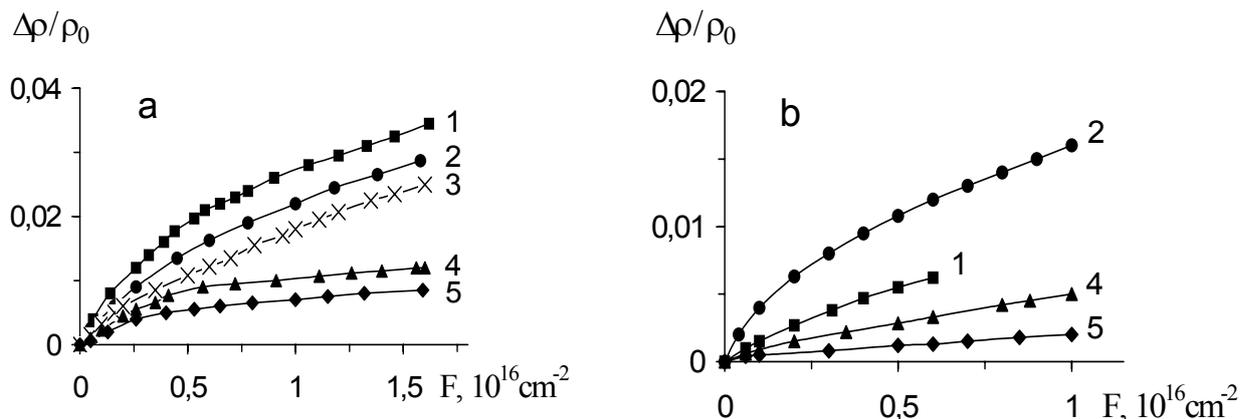


Рис. 2. Зависимости относительного прироста электросопротивления пленок Nb , Cr , V , Fe и Ni от дозы облучения ионами H^+ в условиях их имплантации (а) и «прострела» (б) при комнатной температуре: (а) 1 – Nb (130 нм), H^+ (20 кэВ); 2 – Cr (100 нм), H^+ (12 кэВ); 3 – V (100 нм), H^+ (10 кэВ); 4 – Fe (90 нм), H^+ (15 кэВ); 5 – Ni (100 нм), H^+ (10 кэВ); (б) H^+ (40 кэВ): 1 – Nb (60 нм), 2 – Cr (100 нм), 4 – Fe (90 нм), 5 – Ni (80 нм).

Увеличение электросопротивления пленок, облученных в таких условиях, можно связать с образованием точечных радиационных дефектов матрицы. Прирост $\Delta\rho$ пленок, облученных по режиму “а” (рис. 2а и рис. 3),

обусловлен накоплением, помимо собственных радиационных дефектов кристаллической решетки, еще и примесных в виде имплантированных частиц бомбардирующего пучка ионов H^+ или D^+ . Значение величины прироста электросопротивления исследованных пленок (кроме пленок Ni и Fe) сохраняется при температуре облучения во времени после прекращения бомбардировки в обоих режимах. Сохранение достигнутых приростов электросопротивления пленок свидетельствует об образовании устойчивых точечных дефектов матрицы, присутствие которых в сочетании с высокой междоузельной подвижностью атомов изотопов водорода в ОЦК-металлах [25, 26] благоприятствуют захвату последних кристаллической решеткой с образованием стабильных комплексов газ – дефект в экспериментах с имплантацией изотопов водорода.

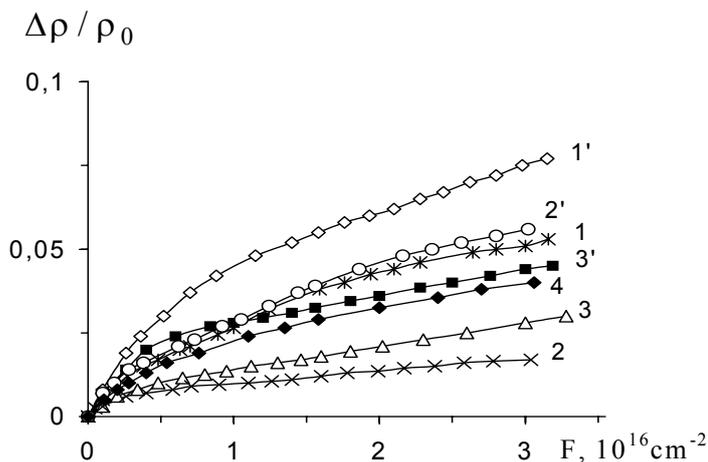


Рис. 3. Зависимости относительного прироста электросопротивления пленок Nb, Fe, Ni и Cr от дозы облучения ионами H^+ (1, 2, 3, 4) или D^+ (1', 2', 3') при комнатной температуре
1, 1' – Nb (100 нм), H^+ и D^+ (20 кэВ); 2 – Fe (90 нм), H^+ (15 кэВ); 2' – Fe (110 нм), D^+ (30 кэВ); 3 – Ni (80 нм), H^+ (15 кэВ); 3' – Ni (80 нм), D^+ (20 кэВ); 4 – Cr (100 нм), H^+ (12 кэВ).

Одной из характеристик, описывающих накопление имплантированных изотопов водорода, является коэффициент захвата η этих газов материалами. Величина $1-\eta$ характеризует реэмиссию бомбардирующих частиц газа в процессе облучения образцов. Для дейтерия, имплантированного при комнатной температуре до одной и той же дозы при одинаковом наборе энергий ионов D_2^+ , на рис. 4. показаны значения величины η_{D_2} для различных материалов (Be, графит МПГ-8, Si, сплав $V_{75}Cr_{25}$, Zr, Ta, W). Наименьшее значение коэффициента захвата дейтерия наблюдается у вольфрама и составляет $0,06 \pm 0,003$. Наибольшее значение $\eta_{D_2} = 0,60 \pm 0,03$ получено для Si. Удерживание больших количеств имплантированного дейтерия в образцах Si, графита МПГ-8 и Zr по сравнению с Ta и W приводит к уменьшению реэмиссионного потока этого газа в процессе их бомбардировки ионами D_2^+ . Обнаружено [27 – 31] влияние на значения коэффициента захвата дейтерия температуры T_0 образца при имплантации газа, дозы облучения и энергии облучающих ионов D_2^+ . Предварительное облучение образцов ионами He^+ также влияет на значения величины η_{D_2} .

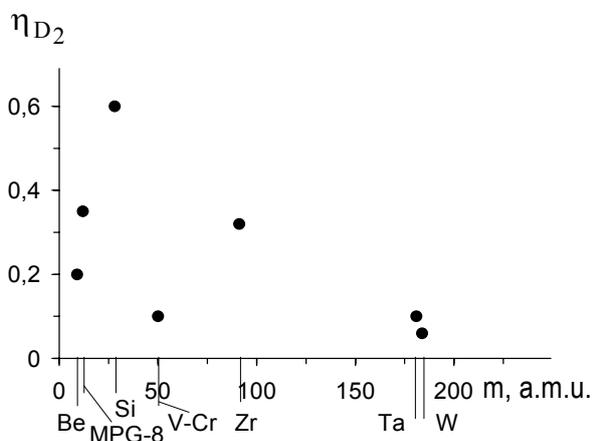


Рис. 4. Значения коэффициента захвата дейтерия для ряда конструкционных материалов:
 D_2^+ : $E = 10, 20, 30$ кэВ, $F = 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, $T_0 = 290$ К.

Зависимости $\eta_{D_2} = f(T_0)$ для исследованных образцов приведены на рис. 5. Материалы разделены на три группы: (см. на рис. 5a Zr (1), Be (2), Ta (3), W (4); на рис. 5b Be (1), МПГ-8 (2), УСБ-15И (2), TiN (3), BN (4); на рис. 5c сплав $V_{75}Cr_{25}$ (1), марганцовистая аустенитная сталь (2)). В каждой из них ионы D_2^+ имплантируются в образцы при одинаковых для данной группы энергиях и дозах облучения. Такое разделение исключает влияние на значение величины η_{D_2} этих параметров и показывает изменение коэффициента захвата дейтерия с температурой облучаемого образца. Как видно из рис. 5, при увеличении температуры имплантации T_0 наблюдается уменьшение коэффициента захвата дейтерия представленными материалами. Лишь в случае Be, облученного ионами D_2^+ с набором энергий 10, 20, 30 кэВ до дозы $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (см. рис. 5а, кривая 2), ве-

личина η_{D_2} сохраняется при различных значениях T_0 .

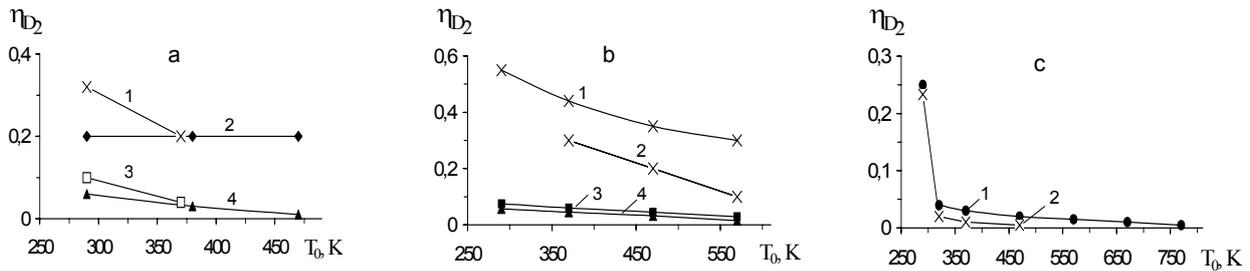


Рис. 5. Зависимости коэффициента захвата дейтерия от температуры облучения ряда материалов (a) D_2^+ : $E = 10, 20, 30$ кэВ, $F = 5 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$; 1 – Zr, 2 – Be, 3 – Ta, 4 – W; (b) D_2^+ : $E = 40$ кэВ, $F = 2,5 \cdot 10^{17}$ см $^{-2}$; 1 – Be, 2 – графит MPG-8 и углесталл USB-15I, 3 – TiN, 4 – BN; (c) D_2^+ : $E = 40$ кэВ, $F = 5 \cdot 10^{17}$ см $^{-2}$; 1 – сплав ванадия $V_{75}Cr_{25}$, 2 – марганцовистая аустенитная сталь Cr12Mn20W.

Увеличение дозы облучения ионами D_2^+ приводит к уменьшению коэффициента захвата η_{D_2} дейтерия образцами. Рис. 6, на котором приведены зависимости $\eta_{D_2} = f(F)$ для Be (кривая 1), марганцовистой аустенитной стали (кривая 2) и сплава $V_{75}Cr_{25}$ (кривая 3) при облучении образцов ионами с одной и той же энергией, показывает уменьшение величины η_{D_2} при дозах облучения $2,5 \cdot 10^{17} \leq F \leq 1 \cdot 10^{18}$ см $^{-2}$. Для Be дозы облучения были меньше указанного интервала.

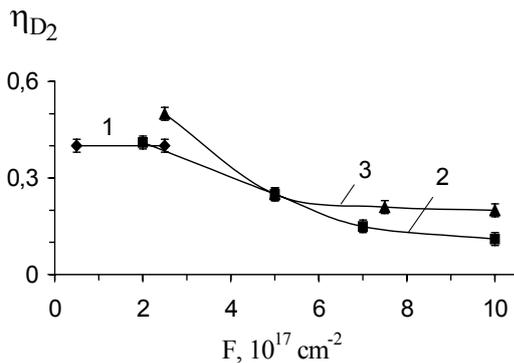


Рис. 6. Зависимости коэффициента захвата дейтерия от дозы облучения ионами D_2^+ 1 – Be, 2 – марганцовистая аустенитная сталь Cr12Mn20W, 3 – сплав ванадия $V_{75}Cr_{25}$; D_2^+ : $E = 40$ кэВ; T_0 , К: 1 – 370, 2,3 – 290.

коэффициента захвата дейтерия образцами в таблице 1 может быть связано как с увеличением глубины пробега ионов из-за увеличения их энергии, так и с характером распределения ионов: однородное и расположенное ближе к поверхности или примерно гауссово и расположенное далее от поверхности. В первом случае резмиссия частиц дейтерия может быть большей, что уменьшает количество захваченных частиц дейтерия.

Исследовалось влияние предварительного облучения образцов ионами He^+ на коэффициент захвата дейтерия. Результаты для Be, графита МПГ-8, Zr, Ta, W, GaP и GaAs представлены в данной статье в виде таблицы 2 для значений коэффициентов η_{D_2} при облучении только ионами D_2^+ и при последовательном облучении He^+ , D_2^+ (предпоследняя и последняя колонки соответственно). В таблице 2 указаны условия облучения: температура образцов T_0 , энергия E и доза облучения F как ионами D_2^+ , так и ионами He^+ . Из таблицы 2 видно, что в образцах Be, графита МПГ-8, Zr, Ta, GaAs, предварительно облученных ионами He^+ и без предоблучения, коэффициент захвата дейтерия имеет одинаковые значения. В W и GaP при исследованных температурах T_0 заметно влияние предварительной имплантации частиц He на захват частиц дейтерия. Коэффициент захвата дейтерия в этом случае в W увеличивается, а в полупроводнике GaP уменьшается.

Для Si, сплава ванадия $V_{75}Cr_{25}$, марганцовистой аустенитной стали Cr12Mn20W, нитридов BN и TiN из-за наложения температурных интервалов выделения гелия и дейтерия исследовать влияние предварительного облучения перечисленных материалов ионами He^+ на последующий захват дейтерия не удастся.

В исследованных пленках Cr, Ni и Nb, облученных при комнатной температуре ионами D_2^+ с энергией 20 кэВ до дозы $3 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$, значения коэффициента захвата дейтерия составляли: $0,32 \pm 0,02$ (Nb), $0,26 \pm 0,01$ (Cr),

Коэффициент захвата дейтерия образцами зависит от энергии бомбардирующих ионов D_2^+ . Увеличение энергии ионов при одной и той же дозе облучения приводит к его увеличению. В таблице 1, сформированной в данной статье, для Be, W и сплава ванадия при дозе облучения $5 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$ показаны значения величины η_{D_2} для набора энергий 10, 20, 30 кэВ и энергии 40 кэВ ионов D_2^+ (верхняя и нижняя строки соответственно). В рассмотренных примерах для энергии 40 кэВ значения коэффициента захвата дейтерия больше.

При облучении ионами D_2^+ с набором энергий 10, 20, 30 кэВ частицы дейтерия в образце расположены однородно по глубине до 100 нм. Полный пробег их (для D^+ в W) по данным [18] не более 200 нм. При облучении ионами D_2^+ с энергией 40 кэВ частицы дейтерия расположены преимущественно на глубине среднего проективного пробега (для H^+ в W это $R_p \geq 100$ нм), а полный пробег ионов D^+ по [18] составляет 250 нм. Увеличение

0,005±0,0002 (Ni) и около нуля (Fe).

Таблица 1

Зависимость коэффициента захвата дейтерия η_{D_2} образцами от энергии ионов D_2^+

Материал	Условия облучения				η_{D_2} , ±5%
	Тип иона	T_0 , К	F , 10^{16} см ⁻²	E , кэВ	
Be	D_2^+	370	5	10, 20, 30	0,20
	D_2^+	370	5	40	0,40
Сплав $V_{75}Cr_{25}$	D_2^+	290	5	10, 20, 30	0,10
	D_2^+	290	5	40	0,50
W	D_2^+	290	5	10, 20, 30	0,06
	D_2^+	290	5	40	0,10

Таблица 2

Влияние предварительного облучения образцов ионами He^+ на коэффициент захвата дейтерия η_{D_2}

Параметр	Условия облучения ионами						η_{D_2} , ±5%		
	D_2^+			He^+			D_2^+	He^+ , D_2^+	
Материал	T_0 , К	E , кэВ	F , 10^{16} см ⁻²	T_0 , К	E , кэВ	F , 10^{16} см ⁻²			
Be	290	10, 20, 30	5	290	5, 10, 15	3	0,20	0,20	
	370	10, 20, 30		370	5, 10, 15		3	0,20	0,20
	470	10, 20, 30		470	5, 10, 15		3	0,20	0,20
MPG-8	290	10, 20, 30	5	290	5, 10, 15	3	0,30	0,30	
Zr	370	10, 20, 30	5	370	5, 10, 15	3	0,20	0,20	
Ta	290	10, 20, 30	5	290	5, 10, 15	3	0,10	0,10	
	370	10, 20, 30		370	5, 10, 15		3	0,04	0,04
W	290	10, 20, 30	5	290	5, 10, 15	3	0,06	0,10	
	370	10, 20, 30		370	5, 10, 15		3	0,03	0,08
	470	10, 20, 30		470	5, 10, 15		3	0,01	0,02
GaP	290	40	5	290	30	5	0,76	0,39	
GaAs	290	40	5	290	30	5	0,12	0,13	

Из представленных выше результатов изучения коэффициента захвата дейтерия показано, что его значения $\eta_{D_2} \leq 0,6$, а величина $(1 - \eta_{D_2}) \geq 0,4$. Отсюда следует, что в процессе облучения образцов ионами D_2^+ происходит не только захват в кристаллическую решетку частиц дейтерия, но и существенное обратное выделение газа в вакуум. В большей степени последнее проявляется в W, в пленках Ni и Fe, где величина $(1 - \eta_{D_2})$ имеет самые высокие значения. В связи с этим, как видно из рис. 2а, прирост электросопротивления пленок Ni (кривая 5) и пленок Fe (кривая 4), облученных ионами H^+ по режиму "а" (имплантация), меньше, чем $\Delta\rho/\rho_0$ пленок Nb, Cr и V, облученных аналогично (см. рис. 2а, кривые 1, 2 и 3 соответственно).

Исследование термической десорбции дейтерия из конструкционных материалов в вакуум

При нагреве исследованных материалов с имплантированным дейтерием наблюдается термическое выделение дейтерия из объема образцов в вакуум. Значения температурного интервала ΔT термической десорбции дейтерия зависят от данного материала для всех исследованных образцов. Спектры термической десорбции D_2 из перечисленных материалов, за исключением Be и углесталла, содержат один пик. Значения величин ΔT и температуры T_m в максимуме пика спектров ТДС даны в таблице 3, составленной по результатам [21–24], [27–31].

Спектры термодесорбции D_2 для W, Zr, Ta, Be, марганцовистой аустенитной стали, сплава ванадия $V_{75}Cr_{25}$, Si и графита МПГ-8 показаны на рис. 7 кривыми 1 и 1' [27–30]. Обнаружено [27, 30], что при нагреве облученных ионами D_2^+ образцов имплантированный дейтерий выделяется одновременно в виде однопиковых D_2 и смешанных HD молекул. В работе [32] для Pd и Nb также наблюдали выделение таких молекул. Спектры термодесорбции D_2 и HD идентичны по характеру, значения величины T_m пика выделения D_2 и HD одинаковы. На рис. 7 сопоставлены эти спектры в виде кривых 1 и 1' для молекулы D_2 , кривых 2 и 2' для молекулы HD в материалах: W (а, кривые 1 и 2), Zr (а, кривые 1' и 2'), Ta (б, кривые 1 и 2), Be (с, кривые 1 и 2), марганцовистая

аустенитная сталь (d, кривые 1' и 2'), сплав ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (d, кривые 1 и 2), Si (e, кривые 1 и 2) и графит МПГ-8 (f, кривые 1 и 2).

Таблица 3

Значения температурного интервала ΔT газовой выделения, температуры максимума пиков T_m и энергии активации термодесорбции E_d дейтерия

Материал	Параметр	ΔT , К	T_m , К			E_d , эВ
Ве		500 – 1300	600	950		1,55; 2,4
Графит МПГ-8		1000 – 1900			1450	3,88
Углеситалл УСБ-15И		570 – 1700		1000	1200	2,59; 3,10
Si		400 – 1250		1000		
Сплав $V_{75}Cr_{25}$		800 – 1200		920		
Пленка Cr		450 – 1300	540			1,5
Пленка Ni		290 – 400	350			
Сталь Cr12Mn20W		350 – 1200	700			
Zr		700 – 1200		900		2,4
Пленка Nb		450 – 1100	630			1,7
Ta		700 – 1300		900		2,2
W		400 – 900	650			1,6
TiN		500 – 1400		800		
GaP		1050 – 1500			1350	1,8
GaAs		650 – 1400		1200		0,5
BN		500 – 1900			1400	

Для оценки концентрации водорода в исходных неотожженных образцах исследовались спектры термодесорбции молекул H_2 . Они приведены на рис.7 для W (а, кривая 3), Zr (а, кривая 3'), Ta (b, кривая 3), Ве (с, кривая 3), сплава ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (d, кривая 3), Si (е, кривая 3) и графита МПГ-8 (f, кривая 3).

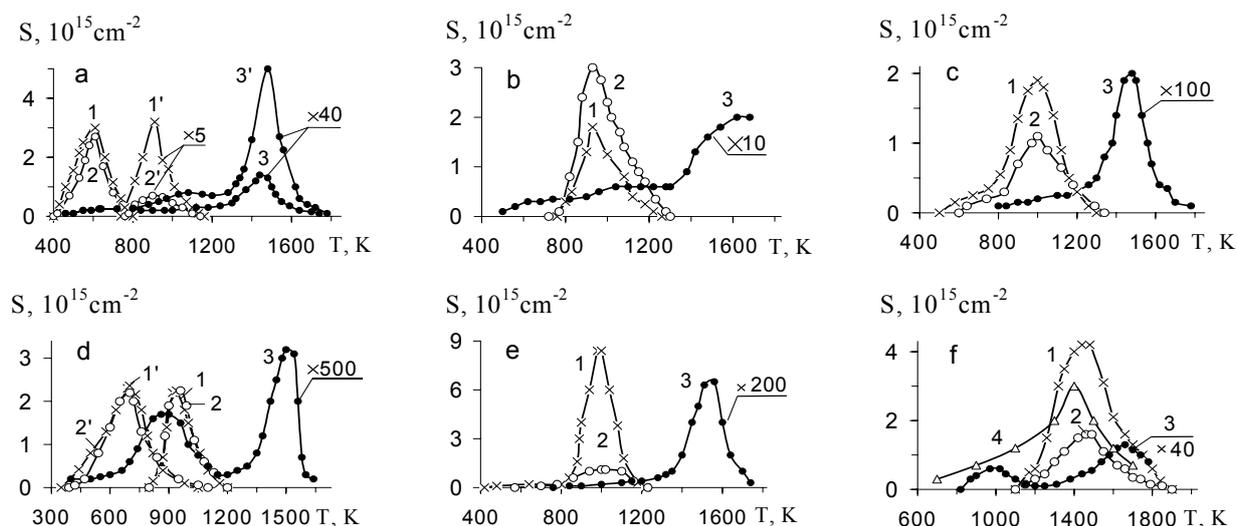


Рис. 7. Спектры термодесорбции молекул D_2 (1, 1'), HD (2, 2'), H_2 (3, 3') и CD_4 (4) из W (а, кривые 1, 2, 3), Zr (а, кривые 1', 2', 3'), Ta (b), Ве (с), сплава ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (d, кривые 1, 2, 3), марганцовистой аустенитной стали Cr12Mn20W (d, кривые 1', 2'), Si (е) и графита МПГ-8 (f) в вакуум: D_2^+ : $E = 10, 20, 30$ кэВ, $F = 5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, $T_0 = 290$ К; H_2 – из образцов, облученных дейтерием; $\alpha = 2 \text{ K} \cdot \text{c}^{-1}$.

Для углеситалла УСБ–15И, нитрида титана, нитрида бора, полупроводников GaAs и GaP спектры термодесорбции D_2 приведены на рис. 8 кривыми 1 и 1' [29–31].

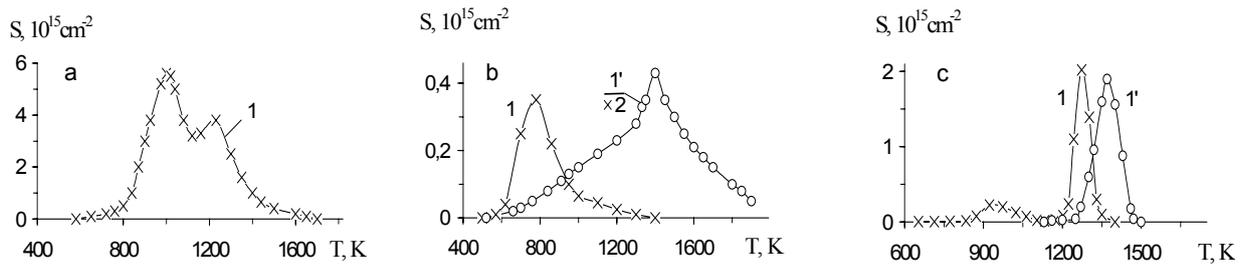


Рис. 8. Спектры термодесорбции молекул D_2 из углеситалла USB-15I (а, кривая 1), нитридов TiN (b, кривая 1) и BN (b, кривая 1'), полупроводников GaAs (с, кривая 1) и GaP (с, кривая 1') в вакуум: D_2^+ (а,б): $E = 40$ кэВ, $F = 2,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, $T_0 = 370$ К; D_2^+ (с): $E = 40$ кэВ, $F = 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, $T_0 = 290$ К; $\alpha = 1 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$.

Для пленки Cr (кривая 1) и пленки Nb (кривая 1') зависимости $S=f(T)$ демонстрируются на рис. 9 [21, 22].

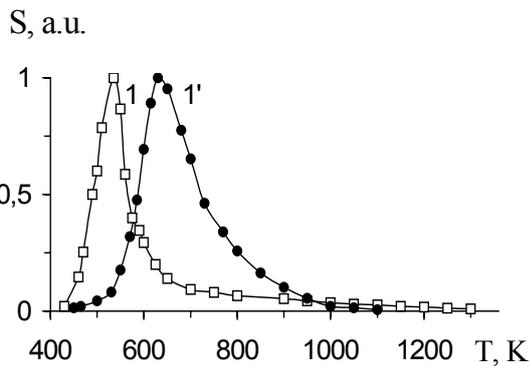


Рис. 9. Спектры термодесорбции дейтерия из эпитаксиальных пленок Cr (001) и Nb (110) в вакуум 1 – Cr (100 нм), 1' – Nb (150 нм): D^+ : $F = 3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, E , кэВ: 1 – 25, 1' – 40; $T_0 = 290$ К, $\alpha = 2 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$. из работы [33].

В таблице 4, сформированной по работам [27, 29, 30] и дополненной Si, приведены значения измеренной концентрации десорбируемых молекул C_{D_2} и C_{HD} , рассчитанной доли дейтерия в смешанных молекулах $C_{HD} / C_{D_2} \cdot 4$ и суммарной концентрации дейтерия ΣC_{D_2} ; значения измеренного коэффициента захвата дейтерия η_{D_2} и полного коэффициента захвата η'_{D_2} с учетом наличия дейтерия в смешанных молекулах HD, а также значения измеренной концентрации C_{H_2} и ΣC_{H_2} десорбированного водорода в температурном интервале пиков газовой выделения D_2 и HD и во всем интервале температур нагрева соответственно. Также в таблице приведены значения теплоты растворения водорода E_s для данных материалов

Таблица 4

Основные параметры накопления дейтерия, имплантированного при $T = 290$ К

Материал	Be	MPG-8	Si	$V_{75}Cr_{25}$	Cr12Mn20W	Zr	Ta	W
Параметр								
$C_{D_2}, 10^{16} \text{ см}^{-2}$	1,00	1,50	3,00	0,50	0,50	1,60	0,50	0,30
$C_{HD}, 10^{16} \text{ см}^{-2}$	0,82	0,50	0,60	0,50	0,50	0,51	0,87	0,26
$C_{CD_4}, 10^{16} \text{ см}^{-2}$		1,90						
$C_{HD} / C_{D_2} \cdot 4$	0,21	0,08	0,05	0,25	0,25	0,08	0,44	0,22
$\Sigma C_{D_2}, 10^{16} \text{ см}^{-2}$	1,21	2,38	3,15	0,62	0,62	1,73	0,72	0,37
$\eta_{D_2}, \pm 5\%$	0,20	0,30	0,60	0,10	0,10	0,32	0,10	0,06
$\eta'_{D_2}, \pm 5\%$	0,24	0,48	0,63	0,12	0,12	0,35	0,14	0,07
$C_{H_2}, 10^{16} \text{ см}^{-2}$	10	30	5	50		21	7	1,0
$\Sigma C_{H_2}, 10^{16} \text{ см}^{-2}$	50	40	100	140		130	20	40
$E_s, \text{ эВ [33]}$	~0	<0		-0,3		-0,22	-0,4	+0,2

Выделение дейтерия в виде молекул HD можно объяснить присутствием в образцах адсорбированного и растворенного водорода, который удерживается до высоких температур нагрева. Большинство исследованных в данной работе металлов имеют экзотермическую растворимость водорода и характеризуются отрицательной теплотой растворения E_s . В силу близких характеристик взаимодействия изотопов водорода с материалами осуществляется изотопное смешивание имплантированного дейтерия, а также адсорбированного и растворенного водорода, в результате чего термическая десорбция молекул D_2 и HD наблюдается в одинаковом темпера-

турном интервале. Концентрация десорбируемых смешанных молекул HD зависит от относительной концентрации изотопов водорода на поверхности и в приповерхностном слое. Доля смешанных молекул HD была наибольшей в тантале, который имеет самую низкую отрицательную теплоту растворения водорода. В вольфраме, который имеет положительную E_s , равную +0,2 эВ, и эндотермическую растворимость водорода, также наблюдается выделение дейтерия в виде молекулы HD, по-видимому, связанное с адсорбированным на поверхности водородом.

Проведенные исследования показали, что при используемых условиях имплантации дейтерия наибольший полный коэффициент его захвата $\eta'_{D_2} = 0,63$ и максимальная концентрация $\Sigma C_{D_2} = 3,15 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ были получены для кремния, тогда как наименьшее его количество ($\Sigma C_{D_2} = 0,37 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, $\eta'_{D_2} = 0,07$) захватывается вольфрамом.

При изучении спектров термической десорбции газов из облученного ионами D_2^+ графита МПГ-8 было обнаружено, что помимо выхода дейтерия в виде молекул D_2 и HD, как описано выше, также имеет место наличие в больших количествах молекул CD_4 . Спектр термической десорбции молекул CD_4 из графита МПГ-8, имплантированного дейтерием, показан на рис. 7f кривой 4.

Установлено влияние на спектр термической десорбции дейтерия из данного материала в вакуум температуры образца при облучении ионами D_2^+ , дозы облучения и энергии ионов, а также предварительной имплантации в материал гелия. С увеличением температуры мишени в интервале 290–670 К наблюдается уменьшение интенсивности пика термической десорбции дейтерия с сохранением значений температуры максимума пиков. На рис. 10 показаны спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного при различных температурах мишени, из W (а, кривые 1, 2, 3), Ве (а, кривые 1', 2', 3'), Zr (b, кривые 1, 2), Та (b, кривые 1', 2'), углеситалла УСБ-15И (с, кривые 2, 3, 4), графита МПГ-8 (с, кривые 3', 4'), нитридов TiN (d, кривые 2, 3, 4) и BN (d, кривые 2', 3', 4'), марганцовистой аустенитной стали Cr12Mn20W (е, кривые 1, 2, 3) и сплава ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (е, кривые 1', 3', 5').

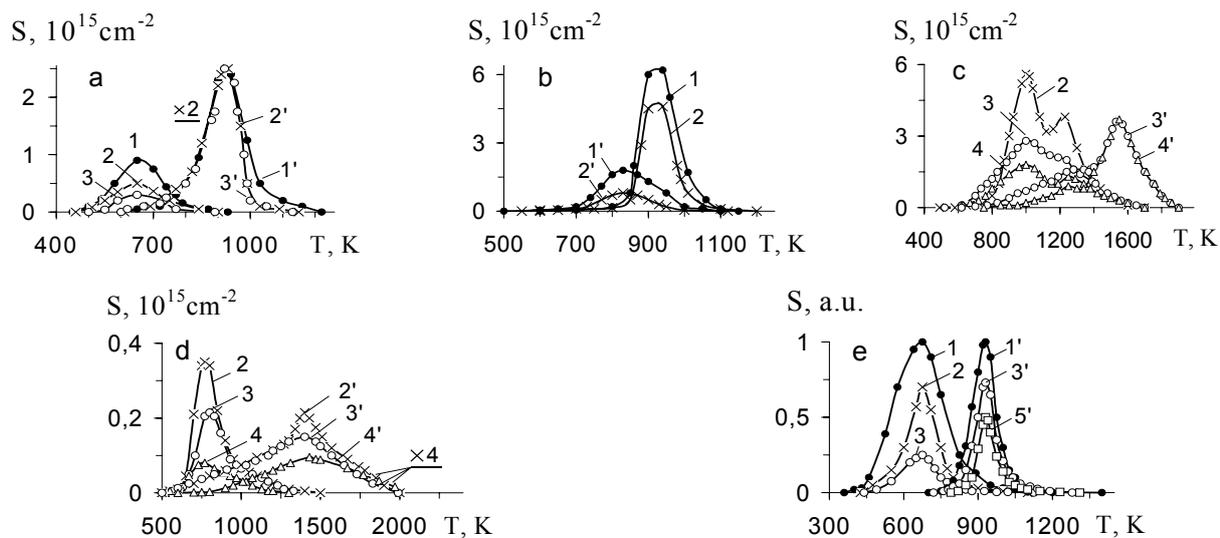


Рис. 10. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в W

(а, кривые 1, 2, 3), Ве (а, кривые 1', 2', 3'), Zr (b, кривые 1, 2), Та (b, кривые 1', 2'), углеситалл USB-15И (с, кривые 2, 3, 4), графит МРГ-8 (с, кривые 3', 4'), нитриды TiN (d, кривые 2, 3, 4) и BN (d, кривые 2', 3', 4'), марганцовистую аустенитную сталь Cr12Mn20W (е, кривые 1, 2, 3) и сплав ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (е, кривые 1', 3', 5') при различных температурах, T_0 , К: 1, 1'–290, 2, 2'–370, 3, 3'–470, 4, 4'–570, 5'–670. $\alpha = 1 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$; D_2^+ (а, b): $E = 10, 20, 30 \text{ кэВ}$, $F = 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; D_2^+ (с, d): $E = 40 \text{ кэВ}$, $F = 2,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$; D_2^+ (е): $E = 40 \text{ кэВ}$, $F = 5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$.

Увеличение дозы облучения в интервале $5 \cdot 10^{16} - 1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ приводит к увеличению интенсивности пика термодесорбции дейтерия и появлению других пиков. В качестве примера на рис. 11 приведены спектры термической десорбции дейтерия из марганцовистой аустенитной стали Cr12Mn20W (а, кривые 1, 2, 3, 4), сплава ванадия $V_{75}Cr_{25}$ (b, кривые 1, 2, 3, 4) и Ве (с, кривые 1, 1'), демонстрирующие рост интенсивности пика термодесорбции D_2 с $T_m = 700 \text{ К}$ (сталь), $T_m = 900 \text{ К}$ (сплав) и $T_m = 950 \text{ К}$ (Ве), а также появление в Ве низкотемпературного пика термодесорбции D_2 с $T_m = 600 \text{ К}$ при дозе облучения $2,5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Этот пик термодесорбции D_2 слабо разрешается в спектре термодесорбции дейтерия из Ве, облученного при дозе $F \leq 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. При сравнении названных спектров термодесорбции дейтерия из перечисленных материалов условия имплантации ионов D_2^+ (E и T_0) были одинаковыми.

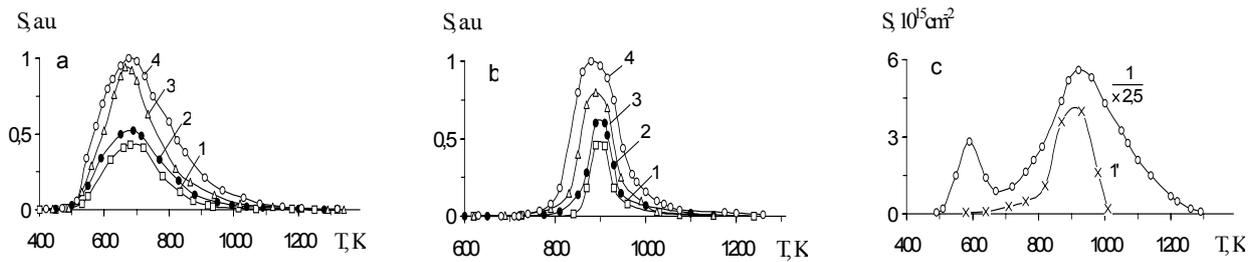


Рис. 11. Спектры термодесорбции дейтерия,

имплантированного в марганцовистую аустенитную сталь Cr12Mn20W (а), сплав ванадия V₇₅Cr₂₅ (b) и Be (c) при различных дозах облучения ионами D₂⁺: $F, 10^{17} \text{ см}^{-2}$: 1' – 0,5, 1 – 2,5, 2 – 5, 3 – 7,5, 4 – 10; $E = 40 \text{ кэВ}$, $T_0, \text{ К}$: а, b – 290, с – 370; $\alpha = 1 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$.

Изменение энергии имплантированных ионов D₂⁺ при сохранении температуры и дозы облучения не влияет на характер спектра термодесорбции дейтерия, что показано на рис. 12 для Be (кривая 1 получена при $E = 40 \text{ кэВ}$, а кривая 2 – при $E = 10, 20, 30 \text{ кэВ}$). То же замечено и в спектре термической десорбции D₂ из W в вакуум, приведенном на рис. 13, где кривая 1 соответствует $E = 40 \text{ кэВ}$, а кривая 2 – $E = 10, 20, 30 \text{ кэВ}$ ионов D₂⁺. Оба спектра подобны и имеют одинаковую температуру T_m , равную 650 К. Большая интенсивность пика термодесорбции дейтерия на кривой 1 по сравнению с кривой 2 связана с большей дозой облучения W ионами D₂⁺.

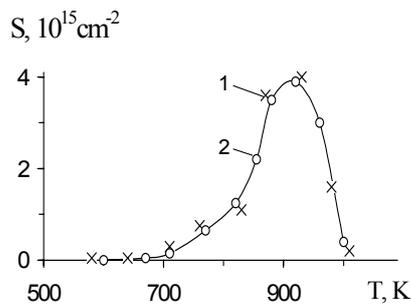


Рис. 12. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в Be
энергия ионов D₂⁺: $E, \text{ кэВ}$: 1 – 40, 2 – 10, 20, 30; $F = 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, $T_0 = 370 \text{ К}$, $\alpha = 1 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$.

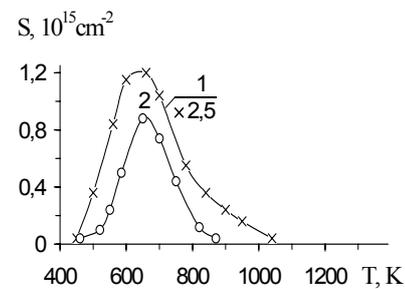


Рис. 13. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в W
дозы и энергия ионов D₂⁺: $F, 10^{17} \text{ см}^{-2}$: 1 – 2,5, 2 – 0,5; $E, \text{ кэВ}$: 1 – 40, 2 – 10, 20, 30; $T_0 = 290 \text{ К}$, $\alpha = 1 \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$.

Предварительная имплантация гелия (условия облучения описаны в таблице 2) в исследованные материалы не изменяет характер спектра термодесорбции дейтерия, имплантированного последовательно за гелием. Условия облучения ионами D₂⁺ также содержатся в таблице 2. Спектры термической десорбции обоих газов из таких материалов как Be, W, Zr, Ta, графит МПГ-8, полупроводники GaAs и GaP состоят из хорошо разделенных пиков термодесорбции дейтерия и гелия (см. зависимости $S=f(T)$ на рис. 14 для Be(a), W(b), Zr(c), Ta(d), графита МПГ-8 (e), GaP(f, кривая 1) и GaAs (f, кривая 1'), полученные при различных температурах T_0 последовательных имплантаций He⁺, D₂⁺).

Пики термодесорбции со значениями температуры в максимуме $T_m, \text{ К}$: 920(Be), 670(W), 900(Zr), 920(Ta), 1450(МПГ-8), 1350(GaP) и 1150(GaAs) описывают термическое выделение дейтерия и присутствуют в спектрах термодесорбции D₂ из перечисленных материалов, облученных только ионами D₂⁺ (см. рис. 7 с, кривая 1 (Be), рис. 7 а, кривая 1 (W), рис. 7 а, кривая 1' (Zr), рис. 7 b, кривая 1 (Ta), рис. 7 f, кривая 1 (МПГ-8), рис. 8, кривая 1' (GaP) и рис. 8, кривая 1 (GaAs)). Значения величины T_m при облучении только ионами D₂⁺ и для последовательного облучения He⁺, D₂⁺ в пределах ошибки измерения одинаковы. В спектрах термической десорбции обоих газов, имплантированных последовательно, приведенных на рис. 14, пики со значениями величины $T_m, \text{ К}$: 1220 (Be), 1420 и 1620 (W), 1530 (Zr), 1670 (Ta), 1450 (МПГ-8), 850 (GaP) и 600 (GaAs) описывают термическое выделение гелия.

На рис. 15 приведены спектры термодесорбции гелия из Be (а), W (b), Zr (c), Ta (d), графита МПГ-8(e), GaP(f, кривая 1) и GaAs(f, кривая 1') в вакуум для различных значений температуры облучения T_0 образцов только ионами He⁺ при таких же значениях энергии и дозы ионов He⁺, что и при последовательном облучении He⁺, D₂⁺.

Сопоставление рис. 14 и рис. 15 подтверждает пики выделения гелия с указанными выше значениями величины T_m , имеющими место в спектрах термической десорбции обоих газов при их последовательной ионной

имплантации. Для графита МПГ-8 незначительное выделение гелия (в 10 раз меньше, чем дейтерия, поскольку $\eta_{\text{He}} = 0,05$, а $\eta_{\text{D}_2} = 0,3$) происходит в температурном интервале выделения дейтерия. Для Si, сплава ванадия $\text{V}_{75}\text{Cr}_{25}$, марганцовистой аустенитной стали Cr12Mn20W, нитрида TiN из-за наложения температурных интервалов выделения дейтерия и большого количества гелия исследовать влияние предварительной имплантации He на изменение спектра термодесорбции дейтерия не удается. Коэффициент захвата гелия перечисленными материалами имеет более высокие значения 0,9 (Si), 0,8 (сплав и сталь) и 0,7 (TiN) по сравнению со значениями величины η_{D_2} , равными 0,6 (Si), 0,1 (сплав и сталь) и 0,07 (TiN) для комнатной температуры имплантации обоих газов. Наложение температурных интервалов выделения D_2 и He имеет место и в нитриде бора, для которого коэффициенты захвата гелия и дейтерия соизмеримы и имеют значения $\eta_{\text{He}} = 0,02$, а $\eta_{\text{D}_2} = 0,06$. В последнем примере также не удастся исследовать влияние предварительной имплантации гелия на термическое выделение дейтерия.

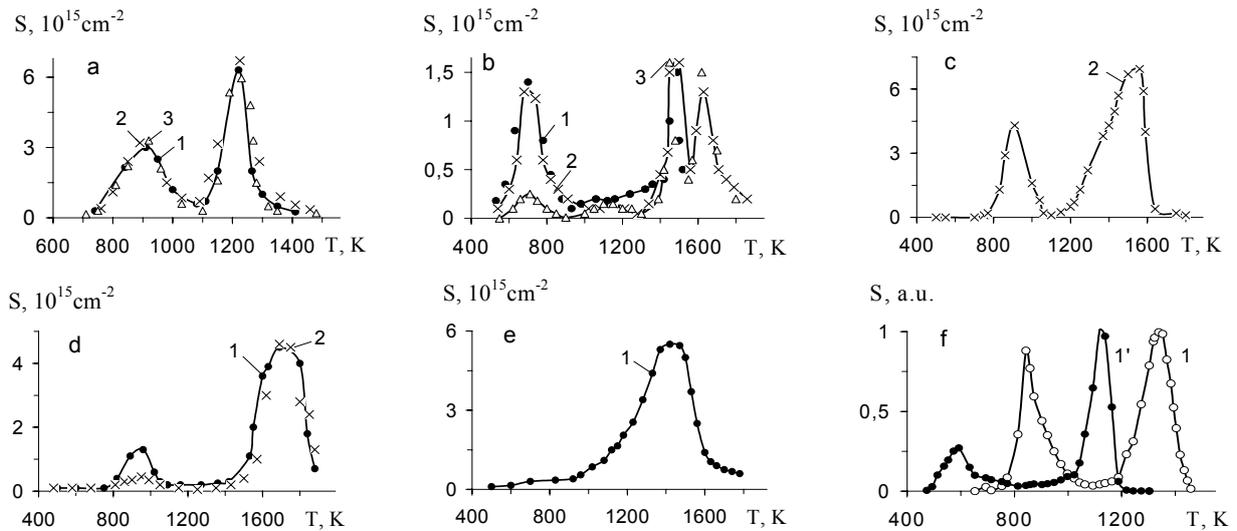


Рис. 14. Влияние предварительной имплантации ионов He^+ на характер спектра термодесорбции дейтерия, имплантированного в Be (a), W (b), Zr (c), Ta (d), графит МПГ-8 (e), полупроводники GaP (f, кривая 1) и GaAs (f, кривая 1'): T_0 , К: 1, 1' – 290, 2 – 370, 3 – 470; $\alpha = 1 \text{ K}\cdot\text{c}^{-1}$; D_2^+ (a, b, c, d, e): $E=10, 20, 30 \text{ кэВ}$, $F=5\cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; D_2^+ (f): $E=40 \text{ кэВ}$, $F=5\cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; He^+ (a, b, c, d, e): $E=5, 10, 15 \text{ кэВ}$, $F=3\cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; He^+ (f): $E=40 \text{ кэВ}$, $F=3\cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; $\alpha = 2 \text{ K}\cdot\text{c}^{-1}$ (a, b, c, d, e), $\alpha = 0,5 \text{ K}\cdot\text{c}^{-1}$ (f).

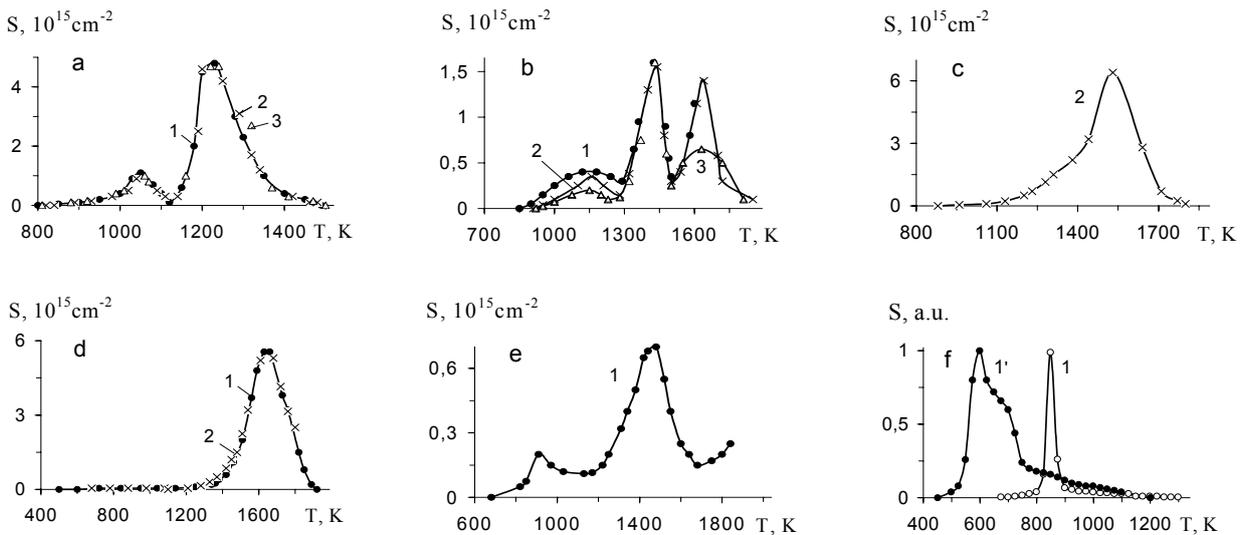


Рис. 15. Спектры термодесорбции гелия, имплантированного в Be (a), W (b), Zr (c), Ta (d), графит МПГ-8 (e), полупроводники GaP (f, кривая 1) и GaAs (f, кривая 1') при различных температурах: T_0 , К: 1, 1' – 290, 2 – 370, 3 – 470; He^+ (a, b, c, d, e): $E=5, 10, 15 \text{ кэВ}$, $F=3\cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; He^+ (f): $E=40 \text{ кэВ}$, $F=3\cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$; $\alpha = 2 \text{ K}\cdot\text{c}^{-1}$ (a, b, c, d, e), $\alpha = 0,5 \text{ K}\cdot\text{c}^{-1}$ (f).

Таким образом, можно отметить, что только в Be, W, Zr, Ta, графите МПГ-8, GaP и GaAs спектры термической десорбции имплантированных комбинированно и последовательно He и D₂ (независимо от температуры имплантации) являются суперпозицией спектров термодесорбции He и D₂, имплантированных по отдельности.

Исследование радиационных дефектов, образующихся при ионной имплантации изотопов водорода

В процессе ионной бомбардировки образцов в них образуются радиационные дефекты разного типа – это собственные дефекты кристаллической решетки материалов и примесные в виде имплантированных частиц облучающего ионного пучка. С целью исследования их природы, взаимодействия и отжига: 1) изучалось восстановление вызванного облучением прироста электросопротивления образцов при их нагреве; 2) контролировалось газовыделение имплантированных частиц из образцов в вакуум по спектрам термической десорбции дейтерия; 3) методом ПЭМ наблюдали дефекты структуры (дислокации, скопления дефектов, границы зерен), а также фазовые превращения. Перечисленные методы были применены к облученным ионами D⁺ и H⁺ тонким пленкам Cr, Ni, Fe и Nb. Такие объекты были удобны тем, что исследовался один и тот же или идентичный образец. Это позволило получить более детальную информацию о происходящих процессах образования и отжига радиационных дефектов, включая природу дефектов, механизмы их накопления и преобразования в кристаллической решетке, миграцию частиц газа к поверхности образца и последующую десорбцию в вакуум.

При описании полученных результатов отжига пленок Cr, Ni, Fe и Nb, содержащих имплантированный водород (дейтерий), целесообразно, прежде всего, остановиться на исследованиях структурных и фазовых изменений образцов после облучения, а также нагрева в исходном и облученном состоянии. Поскольку целью данных исследований являлось изучение образования и отжига структурных радиационных дефектов в образцах, облученных ионами H⁺ и D⁺, сведения об образовании новых фаз в пленках Cr, Ni, Fe и Nb исходных, облученных ионами H⁺ или D⁺ и отожженных вплоть до температуры 1000 К, приведенные в статье ниже, позволяли выделить для каждого материала температурные интервалы, где фазовые переходы не наблюдаются. Тогда для поставленной цели правомочно использование методов измерения электросопротивления, ТДС и ПЭМ при исследовании устойчивой к фазовым превращениям системы пленка металла–имплантированный газ.

Для исследования структурно-фазовых изменений в пленках Cr, Ni, Fe и Nb после облучения и при нагреве как исходных, так и облученных ионами H⁺ или D⁺ пленок, последние отжигались на медных сеточках в вакуумной камере, где проводилось облучение, при температурах 700, 800, 900 и 1000 К по 30 мин. Было обнаружено, что вплоть до 1000 К в пленках Cr, Fe и Ni и до 900 К в пленках Nb в облученном и необлученном состояниях не наблюдается фазовых превращений, эпитаксиальная структура пленок также сохраняется. Электронограммы пленок во всех приведенных примерах совпадают с электронограммами соответствующих пленок в исходном состоянии при комнатной температуре. Кроме того, электронно-микроскопические снимки пленок Cr, Fe, Ni и Nb не обнаруживают островков окислов и других фаз на поверхности пленок. При температуре $T \geq 1300$ К появляются окислы на поверхности пленок Cr, Ni и Fe и объемные окислы в пленках Nb. Из изложенных выше результатов исследований фазовых превращений в пленках следует, что применение перечисленных выше методов изучения образования и отжига радиационных дефектов в образцах правомочно в интервале от комнатной температуры до 900 – 1000 К. Как видно из рис. 9, именно в этом температурном интервале наблюдается полное выделение имплантированного дейтерия из пленок Cr и Nb в вакуум. Из пленок Ni и Fe дейтерий выделяется вблизи комнатной температуры. Следует заметить, что для исследованных массивных металлов W, Zr, Ta, Be и металлических сплавов (марганцовистая аустенитная сталь Cr12Mn20W и сплав ванадия V₇₅Cr₂₅) T_m пиков термической десорбции дейтерия из образцов в вакуум меньше 1000 К (рис. 7a,b,c,d).

Электронно-микроскопические исследования пленок Ni, Cr, Fe и Nb, облученных при комнатной температуре ионами H⁺ до дозы $5 \cdot 10^{16}$ см⁻², обнаруживают образование незначительного количества дислокационных петель внедрения. Последующий нагрев облученных пленок до температуры 600 К приводит к отжигу наблюдаемых структурных нарушений. Не замечено образование пузырьков водорода (дейтерия) с разрешением 0,5 нм в перечисленных выше пленках, утоненных полупроводниках GaAs и GaP и металлических сплавах после облучения ионами этих газов и при нагреве в температурном интервале выделения их в вакуум до температуры $T = 1000$ К. Исследования изменений морфологии поверхности образцов GaP и GaAs после облучения ионами D₂⁺ при комнатной температуре показали незначительное увеличение шероховатости поверхности. Появление рельефа, согласно [34], связано с селективным распылением поверхности соединений типа A^{III}B^V при ионной бомбардировке, когда ускоренно удаляются атомы элементов V группы, а освободившиеся атомы элементов III группы мигрируют по поверхности и коалесцируют. Аморфизации приповерхностного слоя облученных образцов GaP и GaAs не обнаружено.

Как было замечено ранее, удельное электросопротивление ρ пленок Ni, Fe, Cr и Nb в результате облучения ионами H⁺ и D⁺ при комнатной температуре увеличивается. Восстановление величины ρ наблюдается в пленках Ni и Fe [23] при температуре облучения через некоторый промежуток времени после прекращения бомбардировки, а в пленках Cr и Nb [21, 22] при последующем нагреве. В пленках Ni и Fe, облученных ионами H⁺, через 1 ч отжигается 0,6 и 0,85 (через сутки 0,7 и 0,99) исходного прироста $\Delta\rho_0$, а величина относительного прироста электросопротивления $\Delta\rho/\rho_0$ принимает примерно такое же значение, что и соответствующая величина для пленок, “простреленных” ионами H⁺ (D⁺) до такой же дозы облучения и содержащих преимущественно устой-

чивые собственные точечные радиационные дефекты матрицы (рис. 2b, кривые 4 (Fe) и 5 (Ni)). Описанное выше уменьшение $\Delta\rho_0(t)$ связано с миграцией водорода из объема пленок Ni и Fe в вакуум. Опыты по газовой выделению, проводимые при нагреве пленок Ni, содержащих имплантированный дейтерий, показали очень низкую концентрацию C захваченного газа. При дозе облучения $F=6\cdot 10^{16}\text{ см}^{-2}$ значение C составляло 0,03 ат.%, а коэффициент захвата дейтерия $\eta_{D_2} = 0,005$. Выделение имплантированного дейтерия полностью осуществляется при $T\leq 400\text{ К}$. Величина η_{D_2} для пленок Fe близка к нулю. Из анализа описанных результатов измерения коэффициента захвата дейтерия, изучения его газовой выделенности и отжига $\Delta\rho$ со временем выдержки после прекращения облучения следует, что имплантированные изотопы водорода плохо удерживаются в кристаллической решетке пленок Ni и Fe, и большое количество их выделяется в вакуум уже в процессе ионной бомбардировки. Это, по-видимому, связано с высокой диффузионной подвижностью частиц изотопов водорода по междоузлиям решетки этих металлов с малой энергией активации миграции E_a ($E_a=0,4\text{ эВ}$ в Ni [25]). Кроме того, возможно протекание радиационно-ускоренной диффузии газа в виде динамических комплексов «собственный междоузельный атом – атом водорода» ($E_a = 0,2\text{ эВ}$ в Ni [35]). Оставшееся незначительное количество дейтерия (по оценкам около 0,03 ат.%) в пленках Ni может удерживаться радиационными дефектами вакансионного типа в водород-вакансионных комплексах. Это согласуется с работами [35, 36], в которых показано, что диссоциация таких комплексов в Ni имеет место при $T\leq 410\text{ К}$. В данной работе также наблюдали в спектрах термической десорбции выделение оставшегося дейтерия из пленок Ni в вакуум при температурах ниже 400 К. Кроме того, в спектре скоростей восстановления электросопротивления пленок Ni, содержащих имплантированный водород, в интервале температур 290 – 400 К имеется пик отжига радиационных дефектов, по-видимому, связанный с диссоциацией водород-вакансионных комплексов. Более подробно результаты исследований описаны в работе [23]. В связи с малостью величины $\Delta\rho_0$ исследовать восстановление ρ пленок Fe при отжиге не представлялось возможным из-за большой ошибки измерений. Облученные ионами H^+ пленки Fe при нагреве исследовались только методами ТДС и ПЭМ, результаты экспериментов были описаны выше.

В пленках Cr и Nb уменьшение вызванного облучением ионами H^+ прироста электросопротивления наблюдается только при постимплантационном нагреве. На рис. 16 кривыми 1 и 2 показано восстановление величины ρ облученных ионами H^+ пленок Cr и Nb соответственно [21, 22, 24]. Заметное восстановление ρ наблюдается, начиная с $T = 310\text{ К}$ (Cr) и 330 К (Nb).

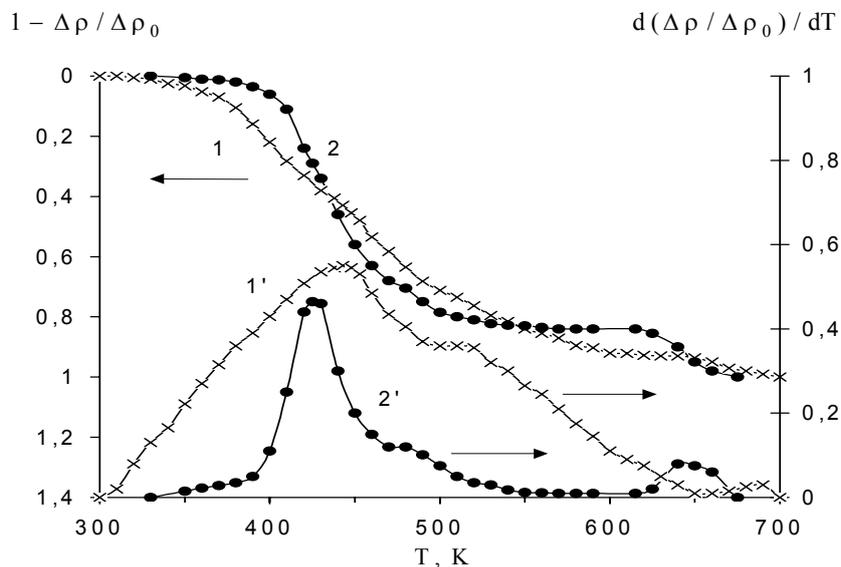


Рис. 16. Восстановление электросопротивления пленок Cr и Nb, облученных ионами H^+ ,

$$1, 2 - \left(1 - \frac{\Delta\rho}{\Delta\rho_0}\right) = f(T), \quad 1', 2' - \left(-\frac{1}{\Delta\rho_0} \cdot \frac{d\Delta\rho}{dT}\right) = f(T);$$

1, 1' – Cr (100 нм), H^+ : $E=12\text{ кэВ}$, $F=5\cdot 10^{16}\text{ см}^{-2}$; 2, 2' – Nb (150 нм), H^+ : $E=20\text{ кэВ}$, $F=5\cdot 10^{16}\text{ см}^{-2}$; $\alpha = 0,1\text{ К}\cdot\text{с}^{-1}$.

При нагреве до 700 К электросопротивление этих пленок восстанавливается полностью. В спектрах скоростей восстановления электросопротивления, приведенных на рис. 16 кривыми 1' (Cr) и 2' (Nb) в виде зависимостей $d(\Delta\rho / \Delta\rho_0) / dT = f(T)$, разрешаются пики с температурами в максимумах $T_m, \text{ К}$: I – 440 (Cr), 425 (Nb); II – 520 (Cr), 480 (Nb); III – 690 (Cr), 640 (Nb). Согласно [22], в пленке Cr, облученной ионами H^+ “на прострел”, в спектре скоростей восстановления электросопротивления также разрешаются пики с температурами в максимумах $T_m, \text{ К}$: I – 440, II – 520, III – 700. Температуры в максимумах перечисленных пиков в пленках Cr и Nb,

содержащих имплантированный водород, близки по значениям. В пленках Cr, облученных H^+ с имплантацией водорода и “на прострел”, величины T_m совпадают. Аналогичные температуры T_m пиков в спектрах скоростей восстановления электросопротивления позволяют предположить, что пики обусловлены отжигом одинаковых типов радиационных дефектов. Наличие таких же пиков в пленке Cr, облученной “на прострел” и не содержащей имплантированных частиц водорода, допускает, что такими дефектами могут быть собственные радиационные дефекты матрицы. Пики в спектрах скоростей восстановления электросопротивления пленок Cr и Nb расположены, согласно общей классификации стадий отжига дефектов [37], на III – V стадиях. Сделано предположение, что пик I обусловлен отжигом сдвоенных междоузельных атомов (СМА) металла в гантельной конфигурации за счет дальней миграции их к стокам, что согласуется с работой [38], в которой обсуждаются стадии отжига дефектов в ОЦК-металлах. Пик I хорошо укладывается по температурам в третью стадию отжига дефектов, протекающую, согласно [38], в ниобии в температурном интервале 370 – 500 К и обусловленную отжигом сдвоенных междоузельных атомов Nb в гантельной конфигурации с энергией активации миграции 1,3 эВ. По-видимому, пики II и III связаны с отжигом дефектов вакансионного типа. Это согласуется с работой [39], в которой стадия отжига моновакансий в ниобии имеет максимум при температуре $T \approx 540$ К. Для пика III по методу двух скоростей нагрева [37] определена энергия активации миграции дефектов, составившая 1,2 эВ и близкая к энергии активации миграции моновакансий в хроме 1,24 – 1,28 эВ [40].

Результаты исследования выделения дейтерия из пленок Cr и Nb в вакуум при нагреве, приведенные выше на рис. 9 кривыми 1 (Cr) и 1' (Nb), показывают, что дейтерий выходит полностью при температурах $T \leq 900$ К. Значения температуры T_m , К максимумов пиков термодесорбции, равные 530 (Cr) и 650 (Nb), и температурный интервал термического выделения газа лежат в интервале отжига исследуемых радиационных дефектов (см. рис. 16, кривые 1 и 1' для Cr и 2 и 2' для Nb). По-видимому, выход дейтерия связан с миграцией его атомов к поверхности после диссоциации комплексов радиационный дефект—дейтерий. Наблюдаемое при $T \leq 800$ К полное восстановление электросопротивления пленок Cr и Nb, содержащих имплантированный водород, объясняется тем, что, во-первых, отжигаются собственные радиационные дефекты матрицы и, во-вторых, весь имплантированный газ выходит из образцов. Предположение о диссоциации комплексов водород—дефект подтверждается в работе [41], где показана диссоциация комплексов H_mV ($m \leq 6$) в Mo при температурах выше комнатной.

Видимо, в исследованных пленках Nb и Cr, Ni и Fe при имплантации частицы водорода (дейтерия) захватываются образовавшимися радиационными вакансиями, в результате чего формируются водород (дейтерий) – вакансионные комплексы. При нагреве они диссоциируют. В работах [33, 35] рассмотрена адсорбционная модель взаимодействия водорода с вакансиями, в которой по известным термодинамическим величинам теплоты адсорбции и растворения рассчитаны энергии связи и диссоциации водород-вакансионных комплексов H_mV_n ($m \leq 6$, $n \leq 4$) для ряда металлов (V, Nb, Ta, α -Fe, Mo, W, Ni, Pd, Cu, Al, Au), а также указаны температуры диссоциации комплексов типа HV. Из сопоставления с работами [33, 35] видно (см. таблицу 3), что значения температуры T_m максимумов пиков в спектрах термодесорбции дейтерия из пленок Cr, Ni и Nb в вакуум выше значений температуры диссоциации комплексов HV (DV), а полученные значения энергии активации термодесорбции E_d дейтерия больше значений энергии диссоциации комплексов HV. На основании этого предполагается, что в исследованных пленках формируются комплексы H_mV_n (D_mV_n), где $m, n > 1$.

Для исследованных массивных металлов Be, Zr, Ta и W были рассчитаны значения энергии активации термодесорбции E_d дейтерия из образцов в вакуум по [42–44], которые оказались равными 1,55 и 2,4 эВ (Be), 1,6 эВ (W), 2,2 эВ (Ta) и 2,4 эВ (Zr). Для углеродосодержащих материалов (графит МПГ-8 и углеситалл УСБ-15И) E_d дейтерия составляли 3,88 эВ (МПГ-8) и 2,59 и 3,10 эВ (УСБ-15И). Значения E_d дейтерия, десорбированного из исследованных полупроводников группы $A^{III}B^V$, рассчитанные при нагреве образцов с двумя скоростями, равнялись 0,5 эВ (GaAs) и 1,8 эВ (GaP). Перечисленные значения величин E_d сведены в последней колонке таблицы 3. По-видимому, в W, Ta, Zr и Be, где $E_d \leq E_{sd}$ (E_{sd} – энергия активации самодиффузии), термическая десорбция D_2 обусловлена миграцией дейтерия к поверхности по вакансиям дейтерий-вакансионных комплексов типа DV. Значения величины E_{sd} для перечисленных металлов составляли по [45] 2,35 эВ (Be), 3,21 эВ (Zr), 4,78 эВ (Ta) и 5,24 эВ (W), по [46, 47] 1,6–1,7 эВ (Be), 2,83 эВ (Zr), 4,1–4,8 эВ (Ta) и 6,0–6,6 эВ (W).

Значения энергии активации термодесорбции дейтерия из полупроводников GaAs и GaP также меньше значений энергии активации самодиффузии E_{sd} элементов P, As и Ga в фосфиде галлия и арсениде галлия. Согласно [48], в GaAs, E_{sd} равны 5,60±0,32 эВ (Ga) и 10,2±1,2 эВ (As), а температура T_{sd} , при которой протекает процесс самодиффузии, находится в интервале 1400–1520 К (Ga) и 1470–1520 К (As). В GaP, по оценкам [48], $E_{sd} \approx 4$ эВ (Ga) и $E_{sd} \approx 6$ эВ (P). Поскольку, как и в рассмотренных выше металлах W, Ta, Zr и Be, $E_d < E_{sd}$, а T_m близко к значениям T_{sd} , для GaAs и GaP также можно предположить, что при термическом выделении дейтерий мигрирует к поверхности с участием вакансий.

ВЫВОДЫ

Проведены исследования процессов образования и отжига радиационных дефектов в ряде конструкционных материалов, облученных ионами изотопов водорода средних энергий. Показано, что когда концентрация имплантированных частиц бомбардирующего пучка в приповерхностном слое не превышает 0,2 ат.% и темпе-

ратура мишени $T_0 = (0,2 - 0,4) T_{пл}$ (где $T_{пл}$ – температура плавления), в кристаллической решетке образцов могут образовываться радиационные дефекты различного типа: сдвоенные СМА в гантельной конфигурации; дефекты вакансионного происхождения; водород (дейтерий) – вакансионные комплексы. При последующем пострадиационном нагреве комплексы диссоциируют с высвобождением частиц газа, которые затем мигрируют по объему образцов к поверхности и десорбируются в вакуум. Дефекты вакансионного типа, по-видимому, отжигаются при рекомбинации на дислокациях и дислокационных петлях внедрения, тогда как сдвоенные СМА в гантельной конфигурации мигрируют к дальним стокам – границам зерен.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Behrisch R. Plasma material interaction in fusion reactor // *Izv. Ross. Akad. Nauk, Ser. Fiz.* – 2004. – Vol. 68. – No. 3. – P. 427 – 433.
2. Lee H.T., Haasz A.A., Davis J.W., Macaulay-Newcombe R.G. Hydrogen and helium trapping in tungsten under single and sequential irradiations // *J. Nucl. Mater.* – 2007. – Vol. 360. – Iss. 2. – P. 196 – 207.
3. Gausey Rion A. Hydrogen isotope retention and recycling in fusion reactor plasma – facing components // *J. Nucl. Mater.* – 2002. – Vol. 300. – P. 91 – 117.
4. Sakoi Yu., Miyamoto M., Ono K., Sakamoto M. Helium irradiation effects on deuterium retention in tungsten // *J. Nucl. Mater.* – 2013. – Vol. 442, Issue 1–3. – P. S715 – S718.
5. Alimov V.Kh., Ertl K., Roth J. Deuterium retention and lattice damage in tungsten irradiated with D ions // *J. Nucl. Mater.* – 2001. – Vol. 290–293. – P. 389 – 393.
6. Ogorodnikova O.V., Roth J., Mayer M. Deuterium retention in tungsten in dependence of the surface conditions // *J. Nucl. Mater.* – 2003. – Vol. 313 – 316. – P. 469 – 471.
7. Wang W., Roth J., Lindig S., Wu C.H. Blister formation of tungsten due to ion bombardment // *J. Nucl. Mater.* – 2001. – Vol. 299. – P. 124 – 131.
8. Hu W., Luo F., Shen Zh., et al. Hydrogen bubble formation and evolution in tungsten under different hydrogen irradiation conditions // *Fusion Engineering and Design.* – 2015. – Vol. 90. – P. 23 – 28.
9. Mateus R., Franco N., Alves E. Retention behavior of deuterium and helium in beryllium under single D^+ and dual He^+/D^+ exposure // *Fusion Engineering and Design.* – 2015. – Vol. 98 – 99. – P. 1362 – 1366.
10. Atsumi H., Tanabe T., Shikama T. Trapping state of hydrogen isotopes in carbon and graphite investigated by thermal desorption spectrometry // *Fusion Science and Technology.* – 2015. – Vol. 67. – P. 245 – 249.
11. Ruzhitsky V.V., Rybalko V.F., Mozgin V.V. Термодесорбция дейтерия из бериллия, графита и углесталла, облученных ионами D_2^+ с энергией 20 keV // *Vopr. Atom. Nauki Tekhn. – Ser. Fiz. Mater. Povrezhd. Radiat. Mater.* – 1987. – Iss. 1(2). – P. 11 – 14. (In Russian)
12. Pleshivtsev N.V., Volkov G.I., Virgil'ev Yu. S., et al. Fiziko-himicheskie, mehanicheskie i vakuurnye svoystva ugljestalla i erozija ego poverhnosti pri bombardirovke ionami vodoroda i gelija // *Fiz. Him. Obrab. Mater.* – 1981. – No.6. – P. 30 – 39. (In Russian)
13. Barabanov V.N., Virgil'ev Yu.S. Radiacionnaja prochnost' konstrukcionnogo grafita. – Moscow: Atomizdat. – 1976. – 79 p. (In Russian)
14. Volodin A.A., Masul' I.V., Saksagansky G.L., et al. Issledovanie erozii poverhnosti ugljerosoderzhashhih materialov i pokrytij pod dejstviem ionnoj bombardirovki // *Vopr. Atom. Nauki Tekhniki. – Ser. Fiz. Radiac. Povrezhdenij i Radiat. Materialoved.* – 1983. – Iss. – 5(28). – P. 41 – 49. (In Russian)
15. Svoystva konstrukcionnyh materialov na osnove grafita (Spravochnik) / Pod red. V.P. Sosedov. – Moscow: Metallurgiya. – 1975. – 334 p. (In Russian)
16. Kunchenko V.V., Kudryavtseva E.E., Soprykin L.I., et al. Vlijanie bombardirovki sgustkami vodorodnoj i gelievoj plazmy na strukturnoe sostojanie pokrytij na osnove nitrida titana // *Vopr. Atom. Nauki i Tekhniki. – Ser. Fiz. Radiac. Povrezhdenij i Radiat. Materialoved.* – 1987. – Iss. 1(2). – P. 65 – 72. (In Russian)
17. Buzhinsky O.I., Lopatin V.V., Kabyshev A.V., et al. O vozmozhnosti primenenija nitrida bora v elementah termojadernyh reaktorov. // *Vopr. Atom. Nauki Tekhniki. – Ser. Termojadernij Sintez.* – 1988. – Iss. 1. – P. 63 – 66. (In Russian)
18. Burenkov A.F., Komarov F.F., Kumakhov M.A., et al. Tablicy parametrov prostranstvennogo raspredelenija ionno-implantirovannyh primesej. – Minsk: Belorusskij Gosudarstvennyj Universitet. – 1980. – 352 p. (In Russian)
19. Abel G., Ross G., Terreault B., et al. Ranges 5 – 25 keV He^+ ions in Nb, Cu, Al and Be // *Nucl. Instrum. And Methods.* 1980. – Vol. 170. – No. 1–3. – P. 171 – 175.
20. Smirnov B.M. Atomnye stolknovenija i jelementarnye processy v plazme. – Moscow: Atomizdat. – 1968. – 302 p. (In Russian)
21. Tishchenko L.P., Peregon T.I., Koval' A.G. Issledovanie radiacionnyh defektov, obrazujushhijhsja v plenkah niobija pri oblučenii ionami He^+ i H^+ // *Poverkhnost'.* – 1985. – No. 3. – P. 119 – 122. (In Russian)
22. Tishchenko L.P., Peregon T.I., Koval' A.G., Galuckih G.I. Izuchenie radiacionnyh defektov v plenkah hroma, oblučennyh ionami He^+ i H^+ // *Poverkhnost'.* – 1986. – No. 11. – P. 115 – 118. (In Russian)
23. T.I. Peregon, L.P. Tishchenko, A.G. Koval', Martynov I.S. Posledovatel'naja implantacija ionov gelija i vodoroda v plenki nikelja // *Poverkhnost'.* – 1990. – No. 9. – P. 114 – 119. (In Russian)
24. Peregon T.I., Tishchenko L.P., Koval' A.G. Issledovanie implantacii ionov vodoroda, gelija, azota i kisloroda v plenki nikelja i hroma // *Trudy Tret'ego Mezhdunarodnogo Simpoziuma "Vakuurnye Technologii i Oborudovanie"*. – 1999 – Kharkov. – Ukraine. – P. 86 – 89. (In Russian)
25. Alefeld G., Felkl I. Vodorod v metallah. - T. 1. - Moscow: Mir. - 1981. – 475 p. (In Russian)
26. Chen C.G., Birnbaum H.K., Johnson A.B. The study of the mobility of interstitial helium atoms in niobium by the resistance measurement method // *J. Nucl. Mater.* – 1979. – Vol. 79. – No. 1. – P. 128 - 134. (In Russian)
27. Tishchenko L.P., Schabunja A.V., Peregon T.I. Issledovanie zahvata i termicheskogo gazovydelenija gelija i izotopov vodoroda iz konstrukcionnyh materialov // *Izv. Ross. Akad. Nauk, Ser. Fiz.* 1994. – Vol. 58. – No. 3. – P. 158-161. (In Russian)

28. Peregon T.I., Tishchenko L.P., Schabunja A.V., Koval' A.G. Termicheskoe gazovydelenie ionno-implantirovannyh geliya i dehterija iz berillija // *Izv. Ross. Akad. Nauk, Ser. Fiz.* – 1995. – Vol. 59. – No. 10. – P. 160-164. (In Russian)
29. Peregon T.I., Tishchenko L.P., Schabunja A.V. Investigation of Capture and Thermodesorption of Deuterium and Helium from Beryllium and Carbon-containing Materials // *Surf. Investig.* – 1997. – Vol. 13. – P. 53-59.
30. Tishchenko L.P., Peregon T.I., Koval' A.G. Deuterium and helium thermal desorption from surface layers of some metals // *Funct. Mater.* – 2001. – Vol. 8. – No.2. – P. 318-324.
31. Tishchenko L.P., Peregon T.I., Koval' A.G., Bobkov V.V. et al. Issledovanie termicheskoy desorbicii dehterija i geliya iz rjada soedinenij $A^{III}B^V$ // *Poverkhnost'*. - 2004. – No. 12. – P. 85-89.
32. Pisarev A.A., Tsyplakov V.N. Gazovydelenie dehterija v vide molekul D_2 i HD posle vnedrenija ionov D_2^+ v palladij i niobij // *Atomnaya Energiya.* – 1991. - Vol. 70. - Vol. 2 – P. 94-96. (In Russian)
33. Gorodetsky A.E., Zakharov A.P., Sharapov V.M. Vzaimodejstvie vodoroda s vakansionnymi defektami v metallah // *Zh. Fiz. Khim.* – 1980. – Vol. 54. – No.11. – P. 28742881. (In Russian)
34. Begrambekov L.B., Buzhinsky O.I., Lopatin V.V. et al. Pristenochnye processy v termojadernyh ustanovkah. – Moscow: Energoatomizdat. - 1991. – 72 p. (In Russian)
35. Zakharov A.P. Vzaimodejstvie vodoroda s radiacionnymi defektami v metallah. - Phil. Dr. Thesis (Phys.-Math.). - Moscow: Institut Fiz. Khim. AN USSR. - 1980. - 48 p. (In Russian)
36. Myers S.M., Nordlander P., Norskov J.K., Besenbacher F. Theoretical examination of the trapping of ion-implanted hydrogen in metals // *Phys. Rev., B: Condens Matter.* – 1986. – Vol. 33. – No. 2. – P. 854–863.
37. Damask A.C. and Dienes G.J. Point defects in metals. - Gordon and Breach Science Publishers. New York–London, 1963. – 292 p.
38. Ibragimov Sh.Sh. Radiacionnye narushenja v metallah i splavah // *Radiacionnye defekty v metallicheskih kristallah / Pod red. Sh.Sh. Ibragimov.* - Alma-Ata: Nauka Kaz. SSR. – 1978. – P. 3-30. (In Russian)
39. Schaefer H.E., Valenta P., Saile B., Maier K. Positron annihilation in electron irradiated refractory metals // *Proc. 5th Inter. Conf. Positron Annihilation.* Zake Yamanaka, Sendai. 1979. – P. 747–750.
40. Orlov A.N., Trushin Yu.V. Energii tochechnyh defektov v metallah. - Moscow: Energoatomizdat. - 1983. – 81 p. (In Russian)
41. Alimov V.Kh., Gorodetsky A.E., Zakharov A.P. Posledovatel'noe i odnovremennoe obluchenie Mo i Ni ionami geliya i izotopov vodoroda // *Zh. Tekhn. Fiz.* – 1982. – Vol. 52. – No. 1. – P. 82 - 86. (In Russian)
42. Zaluzhny A.G., Sokursky Yu.N., Tebus V.N. Geliy v reaktornyh materialah. - Moscow: Energoatomizdat. - 1988. – 244 p. (In Russian)
43. Shkuro S.I., Konobeev Yu.V., Moseev L.I. Thermodesorbciya geliya iz stalej 09H16N15M3B i 1H13M2BFR, obluchennyh bystryimi neytronami // *Vopr. Atom. Nauki Tekhniki.* - Ser. Fiz. Radiac. Povrezhdenij i Radiat. Materialoved. – 1987. – Iss.1(2). - P. 15 -20. (In Russian)
44. Yamavaki M., Yamaguchi K. Vzaimodejstvie energeticheskikh ionov vodoroda s materialami, obrashhennymi k plazme v ITER // *Izv. Ross. Akad. Nauk, Ser. Fiz.* – 1994. – Vol. 58. – No. 3. – P. 143-150. (In Russian)
45. Bokshtein B.S., Bokshtein S.Z., Zhukhovitsky A.A. Termodinamika i kinetika diffuzii v tverdyh telah. – Moscow: Metallurgiya, 1974. – 880 p. (In Russian)
46. Komarov F.F. Ionnaja implantaciya v metally. - Moscow: Metallurgiya, 1990. – 216p. (In Russian)
47. Anan'in V.M., Gladkov V.P., Zotov V.S., Skotov D.M. Diffuzionnye processy v berillii. – Moscow: Energoatomizdat, 1981. – 76 p. (In Russian)
48. Baransky P.I., Klochkov V.P., Potykevich I.V. Poluprovodnikovaja elektronika. Spravochnik. - Kiev: Naukova dumka, 1975. – 704 p. (In Russian)