

Elektronenbestrahlungsexperimente an Tantal

Einfluß von spontanen Rekombinationsprozessen auf die Produktion von Frenkel-Defekten bei 4,5 °K

D. MEISSNER und W. SCHILLING

Institut für Festkörperforschung der Kernforschungsanlage Jülich

(Z. Naturforsch. 26 a, 502—511 [1971]; eingegangen am 17. Dezember 1970)

In high purity Ta-foils the damage production during electron irradiation at 4.5 °K has been studied using electrical resistivity measurements. The observed dose curves show a strong saturation effect, i. e., the effective damage rates decrease with increasing defect densities. Two mechanisms contribute to this radiation annealing effect: 1) Spontaneous recombination of newly produced interstitials or vacancies with vacancies or interstitials already present in the crystal (direct recombinations) and 2) spontaneous recombination of close Frenkel pairs under the influence of nearby low energy recoil events (subthreshold events). The contribution of both direct recombinations and subthreshold events can be separated by subthreshold test irradiations as well as by radiation doping experiments. Both methods yield mutually consistent results. From these one can deduce a value of the spontaneous recombination volume of about 50 atomic volumes and a value for the cross section for the spontaneous recombination of a close Frenkel pair by subthreshold energy transfers from 1.2 MeV electrons of about 90,000 barns.

1. Einleitung

Während die Erzeugung von Frenkel-Defekten mit energiereichen Teilchen bei tiefen Temperaturen in kubisch-flächenzentrierten Metallen, insbesondere den Edelmetallen, seit vielen Jahren untersucht wird und eine große Zahl von experimentellen und theoretischen Arbeiten vorliegt¹, ist unsere Kenntnis von den atomaren Eigenfehlstellen in den kubisch-raumzentrierten Metallen, vor allem den Übergangsmetallen, noch sehr lückenhaft². Die wesentlichsten Gründe dafür sind einmal das bessere theoretische Verständnis der physikalischen Eigenschaften der Edelmetalle gegenüber den Übergangsmetallen. Zum anderen bereitet bei den Übergangsmetallen die Reindarstellung besondere experimentelle Schwierigkeiten, vor allem wegen der bei Niob oder Tantal auftretenden Gasabsorption aus der umgebenden Atmosphäre bei höheren Temperaturen.

Da jedoch die kubisch-raumzentrierten Metalle die höchsten Schmelzpunkte und gute plastische Eigenschaften haben, zählen sie zu den interessan-

testen Metallen der Hochtemperatur-Technik, besonders seit es gelungen ist, ihre Reinheit durch UHV-Technik und Zonenschmelzen bis in den ppm-Bereich zu bringen.

Die folgende Arbeit über Elektronenbestrahlungsexperimente an Tantal zerfällt in zwei Teile: Der erste Teil bringt Messungen der Defektproduktionsraten bei 4,5 °K und deren Beeinflussung durch spontane Rekombinationsprozesse. Diese spontanen Rekombinationsprozesse limitieren die maximal in einem Kristall durch die Bestrahlung erreichbare Dichte an Frenkel-Defekten. Für ihre Untersuchung ist die Erzeugung hoher Defektdichten unbedingte Voraussetzung.

Durch das Studium der spontanen Rekombinationsprozesse erhält man u. a. Auskunft über den Abstand von Zwischengitteratom und Leerstelle, bei dem das resultierende Frenkel-Paar auch bei Temperatur null instabil wird.

Der zweite Teil der Arbeit³ befaßt sich mit isochronen Erholungsmessungen an den bei tiefen Temperaturen bestrahlten Proben. Bei diesen Messungen werden ganz charakteristische Ausheilstufen

Sonderdruckanforderungen an Prof. Dr. W. SCHILLING, Institut für Festkörperforschung, Kernforschungsanlage Jülich GmbH, Institut 9, Gitterfehlordnung, D-5170 Jülich 1, Postfach 365.

¹ Eine gute Übersicht findet man in: Vacancies and Interstitials in Metals, Hrsg. A. SEEGER, D. SCHUMACHER, W. SCHILLING u. J. DIEHL, North Holland Publ. Co., Amsterdam 1970. — J. NIHOUL, Radiation Damage in Reactor Materials, Vol. 1, IAEA, Vienna 1965. — H. SCHULTZ, Mater. Sci. Eng. 3, 189 [1968/69]. — H. SCHULTZ, 3. Internationales Symposium „Reinstoffe in Wissenschaft und Technik“, Dresden 1970.

² Neuere zusammenfassende Darstellungen sind: J. NIHOUL in: Vacancies and Interstitials in Metals, Hrsg. A. SEEGER, D. SCHUMACHER, W. SCHILLING u. J. DIEHL, North Holland Publ. Co., Amsterdam 1970. — J. NIHOUL, Radiation Damage in Reactor Materials, Vol. 1, IAEA, Vienna 1965. — H. SCHULTZ, Mater. Sci. Eng. 3, 189 [1968/69]. — H. SCHULTZ, 3. Internationales Symposium „Reinstoffe in Wissenschaft und Technik“, Dresden 1970.

³ D. MEISSNER u. W. SCHILLING, geplant für Z. Naturforschung.



beobachtet. Aus deren Abhängigkeit vom Fremdatomgehalt und von der Bestrahlungsdosis können Rückschlüsse über die in den einzelnen Erholungsstufen ablaufenden Reaktionen der Zwischengitteratome und Leerstellen miteinander und mit Fremdatomen gewonnen werden.

2. Spontane Rekombinationsprozesse

Durch Bestrahlung mit schnellen Teilchen können in einem Kristall – neben der Produktion von Frenkel-Paaren – auch Prozesse ausgelöst werden, als deren Folge Frenkel-Paare spontan, d. h. ohne Mithilfe von thermischen Schwankungen, rekombinieren. Für die spontane Rekombination von Frenkel-Paaren können zwei Mechanismen verantwortlich sein, die im folgenden näher erläutert werden.

2.1. Direkte Rekombination neu erzeugter Zwischengitteratome mit vorhandenen Leerstellen und umgekehrt

Diese Prozesse sind eine unmittelbare Folge der Tatsache, daß innerhalb eines bestimmten Volumens V_a um das Zwischengitteratom die Wechselwirkung mit einer darin vorhandenen Leerstelle so stark ist, daß die beiden Defekte spontan rekombinieren. Dieses Volumen V_a wird gewöhnlich als das spontane Rekombinationsvolumen bezeichnet (vgl. Abb. 1). Um beim Verlagerungsprozeß ein stabiles Frenkel-Paar zu bilden, muß also selbst bei $T=0$ das Zwischengitteratom in so großem Abstand von seiner Leerstelle erzeugt werden, daß die zurückbleibende Leerstelle außerhalb des Gebiets V_a um

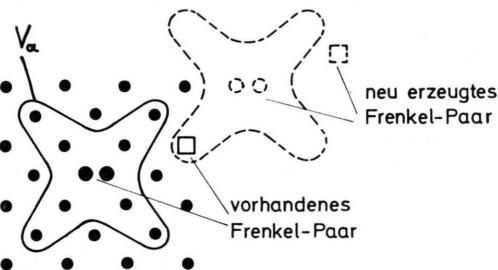


Abb. 1. Schematische Darstellung der spontanen Rekombination des Zwischengitteratoms eines neu erzeugten Frenkelpaars mit der Leerstelle eines bereits im Gitter vorhandenen Frenkelpaars. V_a = spontanes Rekombinationsvolumen.

das Zwischengitteratom zum Liegen kommt. Werden nun im Verlauf der Bestrahlung immer mehr Zwischengitteratome und Leerstellen im Gitter gebildet, so kann es immer häufiger vorkommen, daß, so wie in Abb. 1 dargestellt, ein neu erzeugtes Zwischengitteratom mit seinem spontanen Rekombinationsvolumen eine vorhandene Leerstelle umfaßt. Das auf diese Weise zufällig gebildete Frenkel-Paar ist dann instabil und annihielt spontan. Da die Leerstellen durch die Bestrahlung statistisch im Gitter erzeugt werden, ist die Wahrscheinlichkeit für diesen Prozeß in erster Näherung gleich dem Produkt $V_a c_L$, wobei c_L die Konzentration an vorhandenen Leerstellen bedeutet. Natürlich kann auch der umgekehrte Prozeß erfolgen, daß im Verlauf der Bestrahlung eine Leerstelle zufällig im spontanen Rekombinationsvolumen eines vorhandenen Zwischengitteratoms gebildet wird. Auch in diesem Fall verschwindet ein Frenkel-Paar, und die Wahrscheinlichkeit für diesen Prozeß ist in erster Näherung durch $V_a c_Z$ gegeben, wobei c_Z die Konzentration an vorhandenen Zwischengitteratomen bedeutet. Für die effektive Produktionsrate an Frenkel-Defekten erhält man somit

$$\frac{dc}{d\varphi} = \sigma_V (1 - V_a c_L - V_a c_Z) = \sigma_V (1 - 2 V_a c), \quad (1)$$

wobei c die Konzentration an Frenkel-Defekten bedeutet, die gleich c_L bzw. c_Z ist (falls nicht vor der Bestrahlung Leerstellen oder Zwischengitteratome im Überschuß im Kristall vorhanden waren). φ ist die Bestrahlungsdosis und σ_V der Verlagerungsquerschnitt. Gl. (1) sagt aus, daß die effektive Produktionsrate auf Grund der direkten Rekombinationsprozesse linear mit der im Gitter akkumulierten Defektdichte abfällt. Für die Konzentration $c_\infty = 1/2 V_a$ verschwindet die effektive Produktionsrate, so daß c_∞ die durch die Bestrahlung maximal erzielbare Sättigungskonzentration an Frenkel-Defekten darstellt.

Eine genauere theoretische Behandlung der direkten Rekombinationsprozesse^{4,5} zeigt, daß Gl. (1) nur eine erste Näherung darstellt. Bei Defektdichten nahe der Sättigungskonzentration sind Abweichungen dadurch zu erwarten, daß das effektive Rekombinationsvolumen durch teilweises Überlappen der tatsächlichen Rekombinationsvolumina und den dadurch bedingten Aufbau von Korrelationen in

⁴ G. LÜCK u. R. SIZMANN, Phys. Stat. Sol. **14**, 507 [1966].

⁵ K. DETTMANN, G. LEIBFRIED u. K. SCHROEDER, Phys. Stat. Sol. **22**, 423 [1967].

der Anordnung gleichartiger Defekte immer mehr absinkt. Für die Diskussion der folgenden experimentellen Ergebnisse reicht jedoch im ganzen von uns untersuchten Konzentrationsbereich die lineare Näherung in Gl. (1) völlig aus.

2.2. Rekombination von Frenkel-Paaren durch unterschwellige Stöße

Als unterschwellig werden solche Stöße der Elektronen an die Gitteratome bezeichnet, bei denen die übertragene Energie unter der Schwellenenergie für Verlagerung (ca. 32 eV für Ta) liegt. Solche Stöße führen im ungestörten Gitter nur zu reversiblen Auslenkungen der Atome, höchstens aber zur intermediären Bildung eines instabilen Frenkel-Paares, d. h. eines Frenkel-Paares, bei dem das Zwischengitteratom weniger als den Stabilitätsabstand von seiner Leerstelle entfernt ist, so daß es nach seiner Bildung sofort wieder zerfällt.

Sind in einem Kristall jedoch bereits Frenkel-Defekte enthalten, so können die unterschwellige Stöße Platzwechselvorgänge von Leerstellen und Zwischengitteratomen auslösen. Die unterschwellige Stöße wirken dabei ganz ähnlich wie thermische Schwankungen, bei denen, anstelle des Stoßes, die zufällige Konzentration der thermischen Schwingungsamplituden in der Nähe eines Defektes dessen Platzwechsel verursacht. Als Beispiel für die Wirkung unterschwelliger Stöße ist in Abb. 2 der Fall dargestellt, daß ein Nachbaratom einer Leerstelle durch einen gewissen Energieübertrag in diese Leerstelle hineingestoßen wird. Modellrechnungen^{6, 7} haben gezeigt, daß für diesen Prozeß bei Kupfer bereits Energien in der Gegend von 1 bis 2 eV ausreichen. Wenn das unterschließlich angestoßene Atom in der Leerstelle zur Ruhe kommt, hat das zur Folge, daß die Leerstelle um einen Gitterabstand weiter gewandert ist. Gelangt – so wie in Abb. 2 – die Leerstelle dabei in das Rekombinationsvolumen eines Zwischengitteratoms, so hat der unterschellige Stoß zur spontanen Rekombination eines vorher stabilen Frenkel-Paares geführt.

Ähnlich wie Leerstellen können auch Zwischengitteratome durch unterschwellige Stöße zu Platzwechselprozessen angeregt werden. Modellrechnungen für Kupfer legen nahe, daß hierfür bereits Energien von der Größenordnung 0,5 eV ausrei-

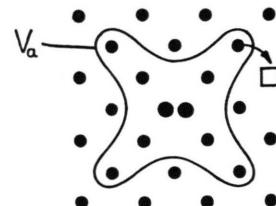


Abb. 2. Schematische Darstellung der spontanen Rekombination eines Frenkelpaars infolge eines unterschweligen Stoßes. Durch den unterschweligen Energieübertrag wird ein Atom aus dem Rekombinationsvolumen V_a in die benachbarte Leerstelle gestoßen. Dadurch gelangt die Leerstelle in das Gebiet V_a , und das Frenkelpaar rekombiniert spontan.

chen, also ebenfalls Energien, die weit unterhalb der Schwellenenergie für Verlagerung liegen⁷.

Ein wesentlicher Punkt bei den durch unterschwellige Stöße ausgelösten Rekombinationsprozessen ist, daß diese Prozesse im allgemeinen nur die Stabilität der sogenannten eng benachbarten Frenkel-Paare beeinflussen können. Eng benachbarte Frenkel-Paare sind Frenkel-Paare, bei denen die Leerstellen dicht am Rande des Rekombinationsvolumens der Zwischengitteratome liegen. Diese Tatsache ist unbedingte Voraussetzung, damit ein einziger Platzwechsel der Leerstelle oder des Zwischengitteratoms ausreicht, um den Stabilitätsabstand der beiden Defekte zu unterschreiten. Wenn der Abstand der Leerstelle vom Rand des Rekombinationsvolumens des Zwischengitteratoms mehrere Atomabstände beträgt, wird es im allgemeinen sehr viel schwieriger sein, eine spontane Rekombination dieses Frenkel-Paares durch einen unterscheligen Stoß auszulösen.

Unter Einschluß der durch die unterschweligen Stöße bewirkten Rekombinationsprozesse erhält man für die effektive Produktionsrate von Frenkel-Defekten

$$\frac{dc}{d\varphi} = \sigma_V (1 - 2 V_a c) - \sigma_u \alpha c, \quad (2)$$

wobei σ_u der Wirkungsquerschnitt für die Auslösung von spontanen Rekombinationsprozessen durch unterschwellige Stöße der Elektronen an eng benachbarte Frenkel-Paare bedeutet und α den Bruchteil der Frenkel-Defekte angibt, die in Form von eng benachbarten Paaren vorliegen.

Eine experimentelle Trennung der Beiträge der direkten und der durch unterschwellige Stöße hervorgerufenen Rekombinationsprozesse kann auf

⁶ K. DRITTLER, H. J. LAHANN u. H. WOLLENBERGER, Radiation Effects **2**, 51 [1969].

⁷ A. SCHOLZ, private Mitteilung.

zwei unabhängige Weisen erfolgen, die beide durchgeführt wurden: Einmal kann durch die Reduktion der Energie der einfallenden Elektronen erreicht werden, daß die maximal übertragbare Energie unterhalb der Schwellenenergie für Verlagerung liegt. Dann ist in Gl. (2) $\sigma_V = 0$ und $\sigma_u \neq 0$, d. h. die Elektronen können nur noch unterschwellige Stöße an die Gitteratome übertragen, was zu einer Verminderung der im Kristall vorhandenen Defekt-dichte führt.

Zum zweiten können in einer bestrahlten Probe durch eine geeignete thermische Behandlung selektiv alle eng benachbarten Frenkel-Paare entfernt werden. Damit wird in Gl. (2) der Faktor α gleich null, d. h. die bei einer Bestrahlung mit hohen Elektronenenergien unvermeidlichen unterschwelligen Stöße können nicht mehr zur Rekombination von Frenkel-Paaren führen. Man erwartet somit nach Entfernung der eng benachbarten Frenkel-Paare bei einer nachfolgenden Bestrahlung mit oberschwelligen Elektronenenergien einen entsprechenden Anstieg in der effektiven Produktionsrate.

3. Experimentelle Einzelheiten

Die Tantalfolien wurden von den Firmen A. D. Mackay Inc., New York, USA und Materials Research Corporation (MRC) in einer Dicke von 12 μ und 25 μ geliefert. Die nominelle Reinheit betrug 99,995% bzw. 99,997%. Das Material war 3-fach zonengesmolzen und hatte bei der Lieferung ein Restwiderstandsverhältnis $R_{295\text{ K}}/R_{4,5\text{ K}}$ von 60–80, vorwiegend bedingt durch interstiellich gelöste Verunreinigungen, wie H, O, N und C. Die hauptsächliche metallische Verunreinigung war Nb mit ca. 40 wt. ppm. Alle anderen Verunreinigungen (Ni, W, Fe) waren dagegen vernachlässigbar. Die Reinigung erfolgte zunächst durch Erhitzen auf 2200 °C in schwacher Sauerstoff-Atmosphäre ($2 \cdot 10^{-5}$ Torr) zur Entfernung des Kohlenstoffs. Anschließend wurden die Folien bei einem Druck von weniger als $1 \cdot 10^{-11}$ Torr und einer Temperatur von 2500...2700 °C entgast. Nach dieser Behandlung lag das auf „Size-Effekt“ korrigierte Restwiderstandsverhältnis zwischen 2000 und 8500 (Mackay-Material).

Nach Abschluß der Experimente wurden die Folien auf ihre Kristallorientierung untersucht. Dafür wurde ein Proton-Scattering-Microscope benutzt, das ein direktes Schattenbild des Kristalls wirft. Alle Proben zeig-

ten eine starke Rekristallisation über die gesamte Länge. Über die Hälfte der Folien waren reine Einkristalle mit (110)-Orientierung zur Oberfläche. Einige Folien zeigten auch (111)-Orientierung.

Zur Bestrahlung und Widerstandsmessung wurden jeweils zwei Proben nebeneinander auf 1,5 mm dicke Rähmchen aus Aluminiumoxyd frei aufgespannt*. Auf die Stege der Rähmchen waren Metallbahnen aus Molybdän und Nickel gesintert, auf denen die Proben und die Potentialdrähte aus 50 μ Nickel aufgeschweißt wurden. Über Steckverbindungen konnten die Probenträger dann einfach an verschiedenen Meßapparaturen angeschlossen werden.

Die Widerstandsmessung wurde nach der Kompen-sationsmethode durchgeführt. Die Genauigkeit betrug ca. $2 \cdot 10^{-8} \Omega$. Um aus der Meßgröße den spezifischen Widerstand zu erhalten, wurde der Geometriefaktor $G = \varrho/R \approx 1 \times 10^{-4} \text{ cm}$ aus dem Zimmertemperaturwiderstand R bestimmt. Nach⁸ wurde für alle Proben $\varrho(20\text{ °C}) = 13,0 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ gesetzt. Für die Widerstandsänderung $\Delta\varrho$ während der Bestrahlungen und Erholungen wurde unter Annahme der Gültigkeit der Matthiessen-Regel $\Delta\varrho = \varrho - \varrho_0$ gesetzt, wobei ϱ_0 der Restwiderstand des unbestrahlten Materials ist. Da reines Tantal unterhalb 4,48 °K supraleitend ist, wurde der Widerstand wahlweise unter einem Druck größer als 970 Torr oder mit einem Magnetfeld von 150 Gauß gemessen.

Von Bedeutung war der Einfluß des „Size-Effektes“ auf die Widerstandsmessung. Kommt die mittlere freie Weglänge l der Leitungselektronen in die Größenordnung der Probendimensionen, wie es bei unseren hochreinen Folien der Fall war, so tritt ein zusätzlicher Widerstandsanteil von der Streuung der Leitungselektronen an den Oberflächen auf. Nach der von SONDHEIMER⁹ angegebenen Theorie für diffuse Streuung an Folienoberflächen ist für eine Korrektur die Kenntnis des Produktes $\varrho_b l$ erforderlich. ϱ_b ist dabei der Restwiderstand im ausgedehnten, sonst aber gleichen Material.

Für die Bestimmung von $\varrho_b l$ wurden gleichzeitig 10 μ und 25 μ dicke Folien bestrahlt. Da der Size-Effekt bei sonst gleichen Proben nur von der Dicke der Folien abhängt, bei Bestrahlung aber unabhängig von der Dicke dieselbe Defektproduktion und somit derselbe Verlauf der Widerstandszunahme zu erwarten ist, kann durch eine entsprechende Korrektur der Wert für unendlich ausgedehntes Material bestimmt werden (vgl.¹⁰ und¹¹ für Einzelheiten dieser Methode). Aus unseren Messungen erhielten wir als Mittelwert $\varrho_b l = (5,9 \pm 0,7) \cdot 10^{-12} \Omega \text{ cm}^2$. In den reinsten Proben wurden mittlere freie Weglängen von $l \approx 38 \mu$ erreicht.

Die Bestrahlungen wurden an der Elektronentief-temperatur-Bestrahlungsanlage¹² der Kernforschungs-anlage Jülich durchgeführt. Der Kryostat war eine ver-

* D. MEISSNER, KFA Jülich Report, JüL-642-FN [1970].

⁸ G. K. WHITE u. S. B. WOOD, Phil. Trans. Roy. Soc. Ser. London A **251**, 273 [1958/59].

⁹ E. H. SONDHEIMER, Adv. Phys. **1**, 1 [1952].

¹⁰ F. DWORSCHAK, W. SASSIN, J. WIRTZ u. J. WURM, KFA Jülich Report, JüL-575-FN [Febr. 1969].

¹¹ F. DWORSCHAK, H. SCHUSTER, H. WOLLENBERGER u. J. WURM, Phys. Stat. Sol. **21**, 741 [1967].

¹² J. HEMMERICH, W. SASSIN u. W. SCHILLING, Z. Angew. Physik **29**, 1 [1970].

besserte Ausführung des in¹³ beschriebenen Durchflußkryostaten für Bestrahlungs- und Temperversuche.

Während der Bestrahlung hingen die Proben senkrecht in der durch zwei Fenster begrenzten flachen Bestrahlungskammer, durch die flüssiges Helium von 4,6 °K mit einer Geschwindigkeit von etwa 10 m sec⁻¹ strömte. Der Elektronenstrahl konnte durch je ein 30 μ dicker Edelstahlfenster ein- bzw. austreten. Hinter dem Austrittsfenster wurde er in einem Faradaykäfig aufgefangen und zeitlich integriert. Zwei Blenden vor dem Eintrittsfenster dienten zur Ausblendung der inhomogenen Randgebiete des Elektronenstrahls, zur Kontrolle der Strahlstromdichte und zur Begrenzung der bestrahlten Fläche von 23 × 5,5 mm². Davor befand sich ein Strahlventil, mit dem der Elektronenstrahl vollständig von der Probenkammer abgehalten werden konnte, z. B. bei Widerstandsmessungen, ohne daß sich das Strahlprofil änderte. Gleichzeitig konnte dabei der Elektronenstrahl über eine im Ventil befindliche Lochblende mit Faraday-Käfig gefahren werden und so die Strahlstromdichteverteilung über die bestrahlte Fläche gemessen werden. Die beiden Proben auf dem Rähmchen wurden stets in ihrer ganzen Breite und Länge zwischen den Potentialdrähten bestrahlt. Durch die ausgezeichnete Kühlung über die gesamte Probenoberfläche konnten hohe Strahlstromdichten verwendet werden. Sie lagen für die 1,2 MeV-Bestrahlungen bei 8 μ A/cm² entsprechend $0,5 \times 10^{14}$ el/cm² sec und für die 3,0 MeV-Bestrahlungen bei 20 μ A/cm² entsprechend $1,25 \times 10^{14}$ el/cm² sec und waren auf $\pm 1\%$ konstant über die bestrahlte Fläche in der Probenkammer. Die Probentemperaturen blieben dabei in allen Fällen unter 5 °K. Wie Vergleiche der in derselben Anordnung gemessenen Anfangsschädigungsrationen anderer Metalle (z. B. Pt, Al, Cu) mit Literaturwerten zeigten, betrug der absolute Fehler in der Dosismessung für 3 MeV-Elektronenenergie ca. 5 bis 10%. Für 1,2 MeV mußte wegen der starken Aufweitung des Elektronenstrahls in der Bestrahlungskammer ein Fehler von ca. 10 bis 15% in Kauf genommen werden. Die relative Genauigkeit der Dosismessung war jedoch bei allen Energien besser als 2%.

Im Anschluß an die Bestrahlungen wurden isochrone Temperprogramme mit einer Haltezeit von 10 min durchgeführt. Die Temperaturschritte betragen für $T < 100$ °K etwa $\Delta T/T = 0,1$ und für $T > 200$ °K ca. $\Delta T/T = 0,05$. Dazwischen lag ein kontinuierlicher Übergangsbereich von $\Delta T \approx 10$ °K.

Da zwischen den einzelnen Erholungsschritten mehrfach kurze ober- und unterschwellige Nachbestrahlungen durchgeführt werden sollten, wurden die Proben direkt in der Probenkammer getempert, um ihre Justierung zum Elektronenstrahl nicht zu verändern. Dadurch mußte in Kauf genommen werden, daß wegen der großen Masse der Kammer und der ungünstigen Lage der Wärmesenken die Temperaturen nur auf ca. 3 Prozent reproduzierbar waren. Während der Erholung

war sowohl der Elektronenstrahl als auch der Flüssig-Helium-Strom von der Probenkammer abgetrennt.

Besondere Beachtung mußte der auf jeden Erholungsschritt folgenden Abkühlung auf 4,5 °K geschenkt werden. Trotz einer am oberen Ende der Folien angebrachten Dehnungswelle traten beim schnellen Abkühlen von Temperaturen über 100 °K mehrfach Widerstandszunahmen bis $\Delta \varrho = 4 \cdot 10^{-9} \Omega \cdot \text{cm}$ auf. Nach KRAUTZ und SCHULTZ¹⁴, die Tantaldrähte bei 90 °K und 295 °K kalt verformt haben, würde diese Widerstandszunahme plastischen Verformungen von 0,5 bis 1% entsprechen. Gegen die Interpretation dieser Widerstandszunahme beim Abkühlen durch Verspannung und plastische Verformung spricht jedoch, daß diese Widerstandszunahmen bei einem zweiten, langsamen Abkühlungsvorgang von der gleichen Temperatur her fast vollständig ausgeheilt werden könnten. Diese Effekte wurden im weiteren Vorgehen weitgehend dadurch vermieden, daß durch eine indirekte Kühlung der Probenkammer die maximale Abkühlungsgeschwindigkeit auf 10 Grad/min begrenzt wurde.

Nach der Erholung bis 360 °K wurden die Probenhalter in wenigen Minuten aus dem Kryostaten ausgebaut und im flüssigen Stickstoff kalt gehalten. Die weitere Temperung erfolgte in einem Ofen mit anschließender Widerstandsmessung in einer Flüssig-Helium-Kanne. Dabei zeigte sich, daß die Proben ab 550 °K sehr stark Verunreinigungen aufnahmen, sowohl bei Temperung an Luft, in sehr reinem Helium als auch im Vakuum von 10^{-4} Torr.

Da weitere Messungen somit nur im UHV sinnvoll erscheinen, wurden die Erholungsmessungen bei 550 °K abgebrochen.

4. Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

4.1. Dosiskurven der 3 MeV-Bestrahlungen, Sättigung der effektiven Produktionsrate von Frenkel-Defekten bei 4,5 °K

Die Dosiskurve der durch Bestrahlung mit 3 MeV-Elektronen bei 4,5 °K in Tantal induzierten spezifischen elektrischen Restwiderstandsänderung $\Delta \varrho$ zeigt bei hohen Bestrahlungsdosen – entsprechend hohen bestrahlungsinduzierten Defektdichten – eine ausgesprochene Tendenz zur Sättigung (siehe Abb. 3). Um diese Ergebnisse direkt mit Gl. (2) vergleichen zu können, sind in Abb. 4 für vier verschiedene Proben die Steigungen $d\Delta \varrho/d\varphi$ der Dosiskurven über der Defektkonzentration $\Delta \varrho$ aufgetragen. (Die Ergebnisse für alle anderen untersuchten Proben lagen zwischen den gezeichneten Kurven.) Die in Fig. 4 eingetragenen Meßpunkte entsprechen

¹³ J. HEMMERICH, KFA Jülich Report, JüL-579-FN [März 1969].

¹⁴ E. KRAUTZ u. H. SCHULTZ, Z. Angew. Phys. 15, 1 [1963].

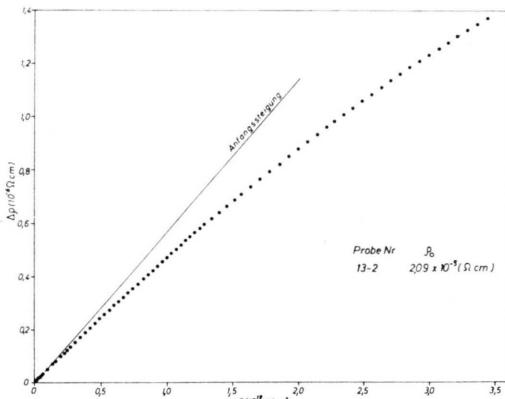


Abb. 3. Dosiskurve einer 3,0 MeV Bestrahlung bei 4,5 °K. Die Widerstandsänderung $\Delta\rho$ nimmt mit zunehmender Dosis φ schwächer als linear zu. Zum Vergleich ist die Anfangssteigung für $\Delta\rho \rightarrow 0$ gezeichnet.

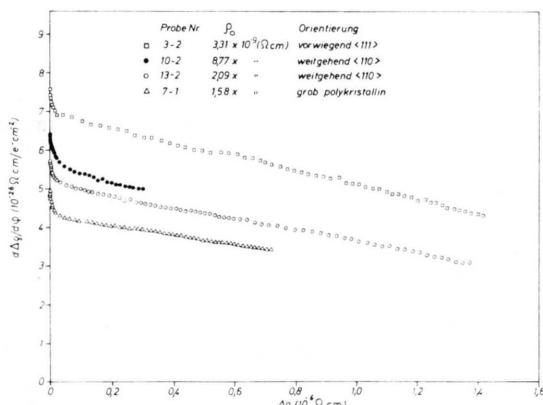


Abb. 4. Schädigungsrationen verschiedener reiner Tantalproben als Funktion der Widerstandszunahme $\Delta\rho$ durch Bestrahlung mit 3,0 MeV Elektronen bei 4,5 °K.

dabei jeweils der Differenz zweier aufeinander folgender Widerstandsmessungen dividiert durch die Differenz der Bestrahlungsdosen zwischen den beiden Messungen.

Die beobachteten großen Unterschiede in den Schädigungsrationen der verschiedenen Proben röhren davon her, daß einige Proben fast einkristallin, andere Proben dagegen stärker polykristallin waren. Wie inzwischen durchgeföhrte, sehr ausführliche Untersuchungen der Schädigungsrationen in Ta-Einkristallen zeigten¹⁵, hängt der effektive Wir-

kungsquerschnitt für die Produktion von Frenkel-Defekten bei 3 MeV stark von der Orientierung der Kristalle zur Einstrahlrichtung der Elektronen ab. Die physikalische Ursache für die starke Orientierungsabhängigkeit ist eine starke Anisotropie der Schwellenenergie für Verlagerung in Ta. Für die folgende Diskussion werden im wesentlichen die Ergebnisse für Probe 13-2 verwendet, die eine fast einkristalline Struktur mit einer (110)-Orientierung der Folienebene besaß.

Wie aus Abb. 4 ersichtlich, nehmen für Proben aller Orientierungen bei nicht zu kleinen Defektdichten die Schädigungsrationen linear mit der Defektkonzentration ab. Bei der größten durch die Bestrahlung induzierten Defektdichte war die Schädigungsrate auf 55% ihres Anfangswertes abgesunken.

Extrapoliert man die Schädigungsrationen auf den Wert Null, so erhält man für alle Proben unabhängig von der Anfangsschädigungsrate etwa den gleichen Sättigungswert $\Delta\rho_\infty$ von $3,6 \pm 0,2 \times 10^{-6} \Omega cm$. Mit dem Wert von $\rho_F = 17,5 \mu \Omega cm/At.\%$ für die elektrische Widerstandsänderung pro At.% Frenkel-Defekte¹⁵ erhält man eine extrapolierte Sättigungskonzentration c_∞ von ca. 0,2 At.%. Ein ganz ähnlicher Abfall der Schädigungsrationen mit der bestrahlungsinduzierten Defektdichte wie bei Ta und eine ähnliche Größenordnung von c_∞ wurde auch bei allen anderen bisher untersuchten Metallen beobachtet^{16, 17}.

Bei sehr kleinen Defektkonzentrationen wurde für alle Proben ein stärkerer als linearer Abfall der Schädigungsrationen gefunden. Die beobachteten anfänglichen Produktionsraten sind dabei um 10 bis 15% gegenüber den linear nach $\Delta\rho \rightarrow 0$ extrapolierten Schädigungsrationen erhöht.

Neben den reinen Proben wurden auch Folien bestrahlt, die verschieden stark mit Sauerstoff dotiert waren **. Auch bei diesen Proben findet man bei höheren Defektkonzentrationen einen linearen Abfall der Schädigungsrationen mit der Defektkonzentration und eine ähnliche Erhöhung der Anfangsschädigungsrationen, die sich aber im Gegensatz zu den reinen Proben bis zu größeren Werten von $\Delta\rho$ erstreckt.

¹⁵ P. JUNG, Dissertation, Technische Hochschule Aachen 1971.

¹⁶ G. DUESING, W. SASSIN, W. SCHILLING u. J. HEMMERICH, Crystal Lattice Defects **1**, 55, 135 [1969/70].

¹⁷ H. WOLLENBERGER in: Vacancies and Interstitials in Metals, Hrsg. A. SEEGER, D. SCHUMACHER, W. SCHIL-

LING u. J. DIEHL, North-Holland Publ. Co., Amsterdam 1970.

** In Zusammenarbeit mit K. FABER, H. SCHULTZ und F. WALZ, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Physik, Stuttgart.

Diese Tatsache ist ein starker Hinweis dafür, daß – ähnlich wie bei anderen Metallen^{18, 19} – die anfängliche Überhöhung der Schädigungsrationen durch Abweichungen von der Additivität der jeweiligen Restwiderstände vor der Bestrahlung und der durch die Bestrahlung induzierten Widerstandsänderungen hervorgerufen wird. Eine solche Nichtadditivität (Abweichung von der Matthiessen Regel) tritt immer dann auf, wenn im Kristall zwei Typen von Streuzentren vorhanden sind, die sich hinsichtlich ihrer Anisotropie bei der Streuung von Leitfähigkeitelektronen unterscheiden.

In diesem Fall gilt für den Gesamtwiderstand

$$\varrho = \varrho_0 + \Delta\varrho_F + \delta. \quad (3)$$

Dabei ist $\Delta\varrho_F$ die Widerstandsänderung, die durch die alleinige Anwesenheit der durch die Bestrahlung erzeugten Defekte hervorgerufen würde, ϱ_0 der (hauptsächlich durch Fremdatome hervorgerufene) Restwiderstand vor der Bestrahlung und δ die Abweichung von der Additivität der Beiträge ϱ_0 und $\Delta\varrho_F$. Nähert man δ durch einen Kohler-Ausdruck, so gilt

$$\delta = \alpha \Delta\varrho_F \beta \varrho_0 / (\alpha \Delta\varrho_F + \beta \varrho_0), \quad (4)$$

wobei α und β positive Konstanten etwa gleicher Größenordnung sind. Solange die Streueigenschaften der durch die Bestrahlung erzeugten Defekte gleich bleiben, ist sowohl α als auch β unabhängig von ϱ_0 und $\Delta\varrho_F$.

Für den Fall $\Delta\varrho_F \ll \varrho_0$, d. h. zu Bestrahlungsbeginn, erhält man also eine Erhöhung der effektiven Widerstandszunahme $\Delta\varrho = \varrho - \varrho_0 = \Delta\varrho_F(1 + \alpha)$ um den Faktor $1 + \alpha$ und damit Schädigungsrationen, die unabhängig von der Fremdatomkonzentration um diesen Faktor überhöht sind. Sowohl für die „reinen“ als auch für die dotierten Proben beträgt $\alpha \approx (0,12 \pm 0,03)$.

Für den Fall $\Delta\varrho_F \gg \varrho_0$, d. h. nach höherer Bestrahlungsdosis, erhält man $\Delta\varrho = \varrho - \varrho_0 = \Delta\varrho_F + \beta \varrho_0$. D. h. man beobachtet jetzt die wahren Schädigungsrationen $d\Delta\varrho_F/d\varphi$. Der Übergang von den überhöhten zu den wahren, effektiven Schädigungsrationen, die im wesentlichen linear mit der Defektdichte absinken, sollte gemäß Gl. (3) und (4) von der Größe von ϱ_0 und damit von der anfänglichen Fremdatomkonzentration abhängen. Dies wurde auch experimentell beobachtet.

tration abhängen. Dies wurde auch experimentell beobachtet.

4.2. Nachbestrahlungsexperimente und Trennung der Beiträge der direkten Prozesse und der unterschwelligen Stöße zum Sättigungsverhalten

Für den oben geschilderten linearen Abfall der Schädigungsrate mit zunehmender Defektdichte sind die in Kapitel 2 beschriebenen spontanen Rekombinationsprozesse verantwortlich. Um den Beitrag der direkten Prozesse und der unterschwelligen Stöße zur spontanen Rekombination experimentell zu trennen, wurden zunächst sogenannte unterschwellige Bestrahlungen durchgeführt.

Hierfür wurde als erstes die Abhängigkeit der Anfangsschädigungsrationen von der Elektronenergie ermittelt. Während bei 3 MeV die Anfangsschädigungsrationen zwischen $5,0 \cdot 10^{-26} \Omega \text{ cm/e}^- \text{ cm}^{-2}$ und $9,5 \cdot 10^{-26} \Omega \text{ cm/e}^- \text{ cm}^{-2}$ lagen, sanken sie bei 1,2 MeV auf ca. $1,5 \cdot 10^{-28} \Omega \text{ cm/e}^- \text{ cm}^{-2}$ ab. Bestrahlungen mit 1,2 MeV-Elektronen wurden von uns als unterschwellig angesehen in dem Sinne, daß bei 1,2 MeV die maximale Rückstoßenergie der Elektronen an die Gitteratome unterhalb der aus der Literatur^{15, 20} bekannten Schwellenergie für Verlagerungen von ca. 32 eV liegt. Die kleine verbleibende „Nullrate“ in der Defektpunktion wurde bei den im folgenden zu besprechenden 1,2 MeV Bestrahlungen als Korrektur abgezogen. Die Ursache dieser „unterschwelligen Defektpunktion“ konnte bisher nicht eindeutig geklärt werden. Ähnliche Effekte wurden aber bei allen bisher untersuchten Metallen beobachtet²¹.

Im folgenden wurden sodann die normalen 3,0 MeV-Bestrahlungen an mehreren Stellen unterbrochen und die Proben kurzzeitig unterschwellig, d. h. mit 1,2 MeV-Elektronen, nachbestrahlt. Das Ergebnis war eine Verringerung der vorhandenen Defektkonzentration und damit eine negative Schädigungsrate $d\Delta\varrho/d\varphi$. Diese ist im unteren Teil von Abb. 5 über der jeweils vorhandenen Defektkonzentration aufgetragen. Eine Abnahme des elektrischen Widerstandes bei Bestrahlung mit unterschwelligen Elektronen wurde auch an Platin¹⁶ und an Gold²² beobachtet.

¹⁸ B. LENGELER, W. SCHILLING u. H. WENZL, J. Low Temp. Phys. **2**, 59, 237 [1970].

¹⁹ K. FISCHER, Phys. kondens. Materie **6**, 171 [1967].

²⁰ G. YOUNGBLOOD, S. MYHRA u. J. W. DEFORD, Phys. Rev. **188**, 1101 [1969].

²¹ A. SOSIN, W. BAUER in: Studies in Radiation Effects in Solids, Vol. 3, Ed.: G. J. DIENES, GORDON and BREACH, New York, N. Y. 1969.

²² F. DWORSCHAK, CHR. LEHMANN, H. SCHUSTER, H. WOLLENBERGER, J. WURM in: Proc. Intern. Conf. on Solid State Physics, Res. with Accelerators, BNL 50083 [1967].

Innerhalb unserer Meßgenauigkeit erhalten wir für alle Proben in verschiedenen Experimenten bei unterschwelliger Bestrahlung einen linearen Anstieg der negativen Schädigungsrate mit $\Delta\varrho$. Unter der Annahme, daß die Defektkonzentration c proportional zu $\Delta\varrho$ ist, die bei anderen untersuchten Metallen gut erfüllt ist^{23, 24}, erhält man

$$\alpha \sigma_u(1,2 \text{ MeV}) = - \frac{1}{\Delta\varrho} \cdot \frac{d\Delta\varrho}{d\varphi} \Big|_{1,2 \text{ MeV}}, \quad (5)$$

Die Steigung der Geraden im unteren Teil von Abb. 5 ergibt $\alpha \sigma_u(1,2 \text{ MeV}) = 13000 \text{ barn}$. Um damit den Einfluß der unterschwelligen Prozesse bei 3,0 MeV Bestrahlungen bestimmen zu können, muß

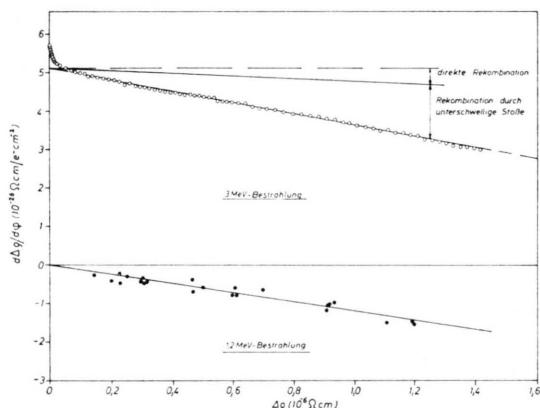


Abb. 5. Schädigungsrate bei 3,0 MeV Elektronenbestrahlung (oben) und Rekombinationsrate von Frenkel-Paaren bei 1,2 MeV Elektronenbestrahlung (unten) als Funktion der Widerstandsänderung $\Delta\varrho$ durch die 3,0 MeV-Bestrahlung.

die Energieabhängigkeit von σ_u bekannt sein. Der Wirkungsquerschnitt σ für die Übertragung einer Energie größer als T_s von einem Elektron der Energie E auf ein Atom ist

$$\sigma(E, T_s) = b \left(\frac{1}{T_s} - \frac{1}{T_m} \right), \quad (6)$$

wobei $T_m(E)$ die maximal übertragbare Energie angibt und b ein Faktor ist, der nur sehr schwach von der Elektronenenergie E abhängt. Mit den von OEN²⁵ angegebenen Werten für die Wirkungsquerschnitte im Bereich $E = 1$ bis 3 MeV ergibt sich für Ta die Konstante b zu 6000 eV barn.

Da aus Modellrechnungen^{6, 7} bekannt ist, daß bereits Energieüberträge von $T_s < 1 \text{ eV}$ zur spontanen Rekombination eines eng benachbarten Fren-

kel-Paars führen, kann der Term $1/T_m$ sowohl für 1,2 MeV als auch für 3,0 MeV vernachlässigt werden. Wir können also $\sigma_u(1,2 \text{ MeV}) \approx \sigma_u(3 \text{ MeV})$ setzen. Vergleicht man nun die Steigung der negativen unterschwelligen Schädigungsrate im unteren Teil von Abb. 5 mit der Steigung des linearen Abfalls der effektiven Schädigungsrate bei 3 MeV, so findet man, daß ca. 80% der Abnahme der Schädigungsrate auf Rekombinationen durch unterschwellige Stöße und nur 20% auf direkten Rekombinationsprozessen beruhen (vgl. die mit dem Index „direkte Rekombination“ bezeichnete Kurve im oberen Teil von Abb. 5). Man kann somit gemäß Gl. (2) auch die Größe des spontanen Rekombinationsvolumens angeben und erhält für Tantal $V_a = 50 \pm 20$ Atomvolumina, wobei für die Umrechnung von $\Delta\varrho$ in c der Wert $\varrho_F = 17,5 \mu \Omega \text{ cm}/\text{Atomproz.}$ ¹⁵ verwendet wurde.

Da aus unseren Erholungsmessungen der Bruchteil α der eng benachbarten Frenkel-Paare in etwa bekannt ist, kann ebenfalls der Wirkungsquerschnitt σ_u für Rekombination der eng benachbarten Paare durch unterschwellige Stöße angegeben werden. Er beträgt rund 90 000 barn. Dieser Wert ist sehr groß im Vergleich zum Wirkungsquerschnitt für die Erzeugung eines stabilen Frenkel-Defekts von rund 30 barn bei 3 MeV Elektronenbestrahlung von Tantal. Man kommt aber gemäß Gl. (6) leicht in diese Größenordnung, wenn man annimmt, daß bereits ein Rückstoß von 1 eV an eines der nächsten 10 bis 20 Nachbaratome die spontane Rekombination eines eng benachbarten Frenkel-Paars auslösen kann.

Die zweite in Kapitel 2 beschriebene Methode zur Trennung der Beiträge von unterschwelligen und direkten Rekombinationsprozessen beruht auf der Entfernung der eng benachbarten Frenkel-Paare durch partielles thermisches Erhitzen der bei 4,5 °K bestrahlten Proben. Hierzu wurden zunächst nach Beendigung der 3,0 MeV Bestrahlungen – ausgehend von der Defektdichte $\Delta\varrho_0$ – die Proben einem isochronen Erholungsprogramm unterworfen. Bei bestimmten Erholungstemperaturen wurde die Erholung unterbrochen und jeweils bei 4,5 °K eine kurze unterschellige Bestrahlung mit 1,2 MeV Elektronen durchgeführt.

²³ H. WENZL in: Vacancies and Interstitials in Metals, Hrsg. A. SEEGER, D. SCHUMACHER, W. SCHILLING u. J. DIEHL, North-Holland Publ. Co., Amsterdam 1970.

²⁴ H. WAGNER, F. DWORSCHAK u. W. SCHILLING, Phys. Rev. B 2 (1970), 3856.

²⁵ O. S. OEN, ORNL-Report 3813 [1965], unveröffentlicht.

Im unteren Teil von Abb. 6 ist die dabei gemessene negative Schädigungsrate ($d\Delta\varrho/d\varphi$)_{1,2 MeV}, normiert auf die jeweils noch vorhandene Defektkonzentration $\Delta\varrho$ [d. h. die Größe $\alpha \sigma_u$ gemäß Gl. (5)], über der vor der unterschwelligen Bestrahlung erreichten Erholungstemperatur aufgetragen. Die für verschiedene Proben in getrennten Versuchen ermittelten Werte liegen dabei auf derselben Kurve.

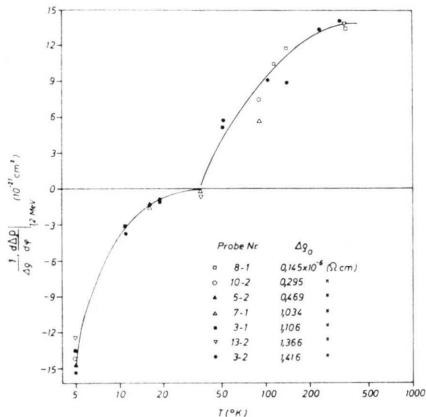


Abb. 6. Schädigungsrate bei unterschwelliger Nachbestrahlung (bezogen auf die dabei vorhandene Defektkonzentration $\Delta\varrho$) als Funktion der Erholungstemperatur vor den Bestrahlungen mit 1,2 MeV Elektronen. $\Delta\varrho_0$ ist die in den einzelnen Proben durch die vorhergehende 3,0 MeV Bestrahlung bei 4,5 °K induzierte Widerstandszunahme.

Bereits unterhalb von 14 °K, wo die erste große Erholungsstufe in Tantal liegt³, ist $\alpha \sigma_u$ auf annähernd 10% seines Anfangswertes zurückgegangen. Daraus kann geschlossen werden, daß tatsächlich eng benachbarte Paare, die bis ca. 12 °K ausheilen, den Hauptbeitrag zu den durch unterschwellige Stöße ausgelösten spontanen Rekombinationsprozessen liefern.

Eine schwache Abnahme der Defektdichte durch 1,2 MeV Bestrahlung ist auch über 14 °K noch bis zu Erholungstemperaturen von ca. 40 °K zu beobachten. Dagegen bewirkt eine unterschwellige Bestrahlung von Proben, die vorher über 40 °K aufgeheizt wurden, eine Zunahme des elektrischen Restwiderstandes. Auf die Deutung dieser Widerstandszunahme wird weiter unten und in³ bei der Diskussion der Erholungsexperimente näher eingegangen.

Nachdem aus den Erholungsexperimenten und aus Abb. 6 bekannt ist, daß bei Temperaturen von 30 bis 40 °K der Bruchteil α sicher gleich Null ist, kann die Trennung der spontanen und der unterschwelligen

Rekombinationen auch mit oberschwelligen Nachbestrahlungen durchgeführt werden.

Experimentell wird dabei folgendermaßen vorgegangen: Man bestrahlt eine Probe mit 3,0 MeV Elektronen bis zu einer bestimmten Defektdichte $\Delta\varrho_0$. Anschließend folgt ein isochrones Erholungsprogramm, das bei verschiedenen Temperaturen (11 °K, 18 °K usw.) unterbrochen wird. Danach werden die Proben kurzzeitig bei 4,5 °K mit 3,0 MeV Elektronen nachbestrahlt, wobei sich der Gesamtwiderstand nur relativ wenig (um maximal 1%) erhöht.

Die Ergebnisse dieser oberschwelligen Nachbestrahlungen sind in Abb. 7 dargestellt. Dabei wurden die Schädigungsrate der Nachbestrahlungen über der vor der Nachbestrahlung noch vorhandenen

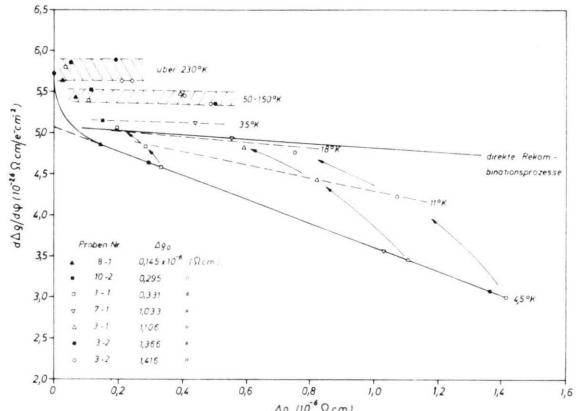


Abb. 7. Schädigungsrate bei 3,0 MeV Nachbestrahlungen. Die Proben wurden zunächst bis zu den angegebenen Werten $\Delta\varrho_0$ bei 4,5 °K bestrahlt (untere Kurve). Nach isochroner Erholung bis zu den angegebenen Temperaturen (verbunden mit einer Abnahme des Widerstandes von $\Delta\varrho_0$ nach $\Delta\varrho$) wurden sie kurzzeitig nachbestrahlt. Die Schädigungsrate sind dabei höher als bei den Erstbestrahlungen bei dem gleichen $\Delta\varrho$ -Wert. Um 20 °K liegen die Schädigungsrate bei jener Kurve (Index: direkte Rekombinationsprozesse), deren Abfall allein durch die direkten Rekombinationen bewirkt wird (vgl. Abb. 5).

Defektkonzentration $\Delta\varrho$ aufgetragen. Um vom Einfluß der unterschiedlichen Kornverteilungen in den verschiedenen Proben freizukommen, wurden die zunächst unterschiedlichen Ergebnisse der verschiedenen Proben mit Hilfe ihrer Anfangsschädigungsrate auf eine gemeinsame Kurve normiert. Diese Schädigungsrate liegen höher als die Schädigungsrate der Erstbestrahlungen bei dem gleichen $\Delta\varrho$ -Wert. Verschieden stark vorbestrahlte Proben, die nach derselben Erholungstemperatur nachbestrahlt wurden, sind dabei durch Geraden verbunden, wäh-

rend die Pfeile jeweils die Meßwerte einer Probe verbinden.

In der Gegend von 20°K liegen die Schädigungs-raten der Nachbestrahlungen bei jener Kurve, deren Abfall (nach Abb. 5) nur durch direkte Rekombinationsprozesse hervorgerufen wird. Dadurch wird bestätigt, daß die Modelle zur Aufteilung der spontanen Rekombinationsprozesse in direkte und durch unterschwellige Stöße ausgelöste Rekombinationen die Beobachtungen konsistent beschreiben.

Bei Nachbestrahlungen von Proben, die vorher bei Temperaturen über ca. 40°K getempert waren, liegen die Schädigungs-raten deutlich über der Kurve in Abb. 7, die allein durch den Einfluß der direkten Rekombinationen bestimmt wird. Neben der Nicht-additivität der elektrischen Restwiderstände der nach dem Anlassen zurückbleibenden Defektkonfiguration und der bei der Nachbestrahlung neu erzeugten Frenkel-Defekte [vgl. Gl. (3) und (4)], tragen zu diesem Effekt vermutlich auch diejenigen Prozesse bei, die bei unterschwelliger Bestrahlung von Proben, die vorher über 40°K erholt wurden, zu den

in Abb. 6 oben beobachteten Widerstandszunahmen führten. Dies wird nahegelegt durch die Tatsache, daß für große Werte von $\Delta\varrho_0$ die für die verschiedenen Erholungstemperaturen oberhalb 40°K gefundenen Abweichungen der Schädigungs-raten von der mit dem Index „direkte Rekombinationsprozesse“ gekennzeichneten Kurve, wenn sie auf den jeweiligen $\Delta\varrho$ -Wert normiert werden, relativ gut mit den in Abb. 6 gezeigten Daten übereinstimmen.

Eine Zunahme des elektrischen Widerstandes durch unterschwellige Stöße kann nur darauf zurückzuführen sein, daß diese Stöße an den Defektkonfigurationen Vorgänge auslösen, die zu einer Widerstandszunahme pro Frenkel-Defekt führen. Eine Möglichkeit wäre z. B., daß durch unterschwellige Energieüberträge Zwischengitteratom-Cluster, die sich bei thermischer Erholung unter 40°K gebildet haben, teilweise aufgelöst werden, wobei der Widerstand pro Zwischengitteratom zunimmt. Im zweiten Teil der Arbeit³ wird mit Hilfe von Erholungsmessungen versucht, diese bei den Nachbestrahlungen von teilweise erholten Proben ablaufenden Vorgänge noch etwas genauer zu analysieren.