# 物理学报 Acta Physica Sinica



单晶六方SiC和多晶化学气相沉积SiC的常温辐照肿胀差异性

臧航 黄智晟 李涛 郭荣明

Comparative study of irradiation swelling in monocrystalline and polycrystalline silicon carbide

Zang Hang Huang Zhi-Sheng Li Tao Guo Rong-Ming

引用信息 Citation: Acta Physica Sinica, 66, 066104 (2017) DOI: 10.7498/aps.66.066104 在线阅读 View online: http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.066104 当期内容 View table of contents: http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2017/V66/I6

您可能感兴趣的其他文章 Articles you may be interested in

离子束刻蚀碲镉汞晶体的电学特性研究

Study on electrical properties of ion-beam-etched HgCdTe crystal 物理学报.2015, 64(11): 116102 http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.116102

基于蒙特卡洛和器件仿真的单粒子翻转计算方法

Calculation of single event upset based on Monte Carlo and device simulations 物理学报.2014, 63(19): 196102 http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.196102

质子束辐照单层石墨烯的损伤效应

Damage effects of proton beam irradiation on single layer graphene 物理学报.2017, 66(2): 026103 http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.026103

高功率激光装置熔石英紫外损伤增长研究

Laser-induced damage growth of fused silica at 351 nm on a large-aperture high-power laser facility 物理学报.2016, 65(24): 246102 http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.246102

强脉冲电子束辐照材料表面形貌演化的模拟

Simulation on surface morphology evolution of metal targets irradiated by intense pulsed electron beam 物理学报.2015, 64(21): 216102 http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.216102

# 单晶六方SiC和多晶化学气相沉积SiC的 常温辐照肿胀差异性<sup>\*</sup>

臧航⁺ 黄智晟 李涛 郭荣明

(西安交通大学核科学与技术学院,西安 710049)

(2016年11月17日收到;2016年12月22日收到修改稿)

SiC具有耐辐射、低感生放射性、耐高温等特点,在先进核能系统中具有重要的应用.用1.5 MeV 的Si离子在常温下注入单晶六方SiC和多晶化学气相沉积SiC,注量分别为1×10<sup>14</sup>—2×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>和 1×10<sup>15</sup>—2×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>,利用X射线衍射(XRD)仪和白光干涉仪测量材料的晶格常数和辐照肿胀随着注 量增大的变化规律.结果显示:在1.5 MeV Si离子常温辐照下,注量达到2×10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup>时,单晶六方SiC 完 全非晶化;注量在1×10<sup>15</sup>—5×10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup>,单晶六方SiC的辐照肿胀明显高于多晶化学气相沉积SiC的辐 照肿胀;注量达到1×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>时,单晶六方SiC和多晶化学气相沉积SiC的辐照肿胀达到饱和并趋于一 致,肿胀结果表明常温辐照环境下多晶化学气相沉积SiC的非晶化阈值剂量大于单晶六方SiC.通过分析单晶 六方SiC和多晶化学气相沉积SiC常温辐照肿胀差异的原因,研究了晶界对SiC材料非晶化肿胀规律的影响, 并对XRD辐照肿胀测量方法的适用范围进行了讨论.

关键词: 碳化硅, 晶界, 非晶化阈值, 辐照肿胀测量 PACS: 61.80.Jh, 61.80.-x, 61.72.Dd

## **DOI:** 10.7498/aps.66.066104

### 1引言

碳化硅 (SiC) 具有低感生放射性、耐辐照的特性,在高温气冷堆、加速器驱动次临界洁净核能系统和聚变反应堆等多个先进核能系统中有重要的应用<sup>[1,2]</sup>,近年来关于 SiC 辐照肿胀问题一直是国内外的研究热点<sup>[3-5]</sup>.SiC 中最显著的辐照肿胀 是非晶化辐照肿胀,能够达到12.4%<sup>[5]</sup>.影响 SiC 的非晶化过程的主要因素是辐照温度,当辐照温 度高于非晶化阈值温度和轰击粒子之间存在一定关 系<sup>[6-8]</sup>,分别是22°C (电子),147°C (Si),148°C (Ne),180°C (Ar),207°C (Xe)和228°C (Au). Snead 等<sup>[3]</sup>对 SiC 的辐照肿胀的研究表明,当辐照 温度高于非晶化阈值温度,辐照缺陷主要为点缺 陷或缺陷团簇, 辐照缺陷积累到一定程度, 出现辐照肿胀饱和现象, 且饱和肿胀值随着辐照温度的升高而降低; 当辐照温度升高到1000°C以上, 辐照肿胀则主要由空洞型缺陷导致, 且随着辐照量的增大而增大, 目前在该温区尚未观察到饱和肿胀的现象.

采用化学气相沉积(CVD)方法制备的多晶 SiC、单晶六方结构SiC(6H-SiC)和SiC纤维增韧 (SiC<sub>f</sub>/SiC)复合材料这三种类型的SiC 材料在材料 辐照损伤领域受到重点关注.其中多晶CVD SiC 被用在高温气冷堆包覆型燃料的包壳中,是核燃 料的主要承压单元和裂变产物屏蔽层<sup>[9,10]</sup>;单晶 6H-SiC具有完美晶格和在半导体行业的应用背景, 被用来研究载能粒子辐照诱导的点缺陷形成、复杂 缺陷团簇演化、辐照前后力学性能演变等<sup>[7,11,12]</sup>; 由单晶SiC纤维、多晶SiC 基体等组成的SiC<sub>f</sub>/SiC

\* 国家自然科学基金 (批准号: 11405124)、国家教育部博士点专项基金 (批准号: 20130201120065) 和陕西省自然科学基础研究计划 (批准号: 2015JQ1030) 资助的课题.

†通信作者. E-mail: zanghang@xjtu.edu.cn

© 2017 中国物理学会 Chinese Physical Society

复合材料是一种新型复合材料,具有高的比刚度 和比强度、较好的高温力学性能、低的氚渗透率和 低感生放射性,是聚变堆结构材料的重要候选材料 之一<sup>[13]</sup>.由于SiC在核领域的实际应用过程中,需 要参考大量已有的辐照实验数据, 尤其SiC<sub>f</sub>/SiC复 合材料本身由单晶SiC纤维和多晶SiC基体复合构 成,因此对比研究不同类型SiC的辐照肿胀具有重 要的意义. Snead 等<sup>[3]</sup> 采用中子在 60°C下对单晶 6H-SiC和多晶CVD SiC进行辐照,利用X射线衍 射(XRD)和密度梯度柱法测量辐照肿胀,结果表 明: 6H-SiC显示出微小的肿胀各向异性,在0.1 dpa (材料辐照损伤 Damage 的单位, 定义为给定注量下 每个原子平均的离位次数), 6H-SiC的a轴和c轴的 肿胀率分别为0.75%和0.76%,在低注量的中子辐 照下单晶和多晶SiC的肿胀大小基本接近,当中子 辐照导致SiC完全非晶化后,单晶和多晶SiC的密 度基本一致. 晶界作为辐照点缺陷的"陷阱", 在辐 照诱导的材料组织演变过程中发挥着重要作用<sup>[14]</sup>, 多晶SiC中存在大量晶界,在辐照过程中晶界和辐 照缺陷的相互作用会对其非晶化辐照肿胀产生重 要的影响,但是在Snead等报道的不同类型的SiC 经过60°C中子辐照后辐照肿胀的对比研究中,在 低注量辐照阶段和完全非晶化阶段中, 单晶SiC和 多晶SiC的辐照肿胀没有明显区别,晶界对SiC的 非晶化辐照肿胀的影响尚未见报道,因此有必要开 展深入研究.

本文通过1.5 MeV的Si离子在常温下辐照单 晶6H-SiC和多晶CVDSiC,利用XRD仪和白光干 涉仪研究了SiC的晶体常数以及辐照肿胀随着注 量增大的变化规律,开展常温辐照下单晶6H-SiC 和多晶CVDSiC的辐照肿胀差异对比研究,并对 SiC常温辐照肿胀规律、单晶和多晶SiC辐照肿胀 差异原因以及不同辐照肿胀测量方法的适用条件 进行了讨论.

### 2 实 验

实验采用的单晶 6H-SiC,购买于北京天科合 达半导体股份有限公司,采用的多晶 CVD SiC 是 美国 Rohm & Haas 公司的商用产品,目前国际上 较多的 SiC 中子和重离子辐照实验数据都是基于 该产品获得  $^{[2,15,16]}$ .常温下 1.5 MeV Si离子辐照 实验是在中国科学院近代物理研究所 320 kV 高压 辐照实验平台上进行,单晶 6H-SiC 的注量分别为 1 × 10<sup>14</sup>, 2 × 10<sup>14</sup>, 5 × 10<sup>14</sup>, 1 × 10<sup>15</sup>, 2 × 10<sup>15</sup>,  $5 \times 10^{15}$ ,  $1 \times 10^{16}$  和  $2 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>, 多晶 CVD SiC 的注量分别为  $1 \times 10^{15}$ ,  $5 \times 10^{15}$ ,  $1 \times 10^{16}$  和  $2 \times 10^{16}$ cm<sup>-2</sup>. 图 1 给出了利用 SRIM 程序<sup>[17]</sup> 模拟计算的 1.5 MeV Si 离子在 SiC 材料内沿深度的损伤分布, 计算采用 full calculation 模式, 密度为 3.21 g/cm<sup>3</sup>, Si 的移位阈能为 35 eV, C 的移位阈能为 21 eV<sup>[18]</sup>. 由图 1 可知, 1.5 MeV 的 Si 离子引起的位移损伤主 要集中在距样品表面约  $1.2 \mu m$  厚的范围内, 当注量 为  $1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>, 样品的平均移位损伤约为 2 dpa, 峰值位移损伤约为 5 dpa.



图 1 (网刊彩色) (a) SRIM 软件模拟 1.5 MeV Si 辐照 SiC 的辐照损伤分布图; (b) SiC 经过 1.5 MeV Si 辐照后辐照损伤 随样品深度的分布 (注量为  $1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>)

Fig. 1. (color online) (a) SRIM predicted collision for the SiC sample irradiated with 1.5 MeV Si; (b) damage profile in SiC sample irradiated with 1.5 MeV Si to a fluence of  $1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>.

XRD采用 Philips 公司的 X'pert Pro X射线 衍射仪,测试模式为 $\theta$ -2 $\theta$ ,激发X射线波长 $\lambda$ 为 1.5405 Å. 六方晶系c轴的晶格常数c的计算公式为

$$c = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \sqrt{\frac{4}{3(a/c)^2}(h^2 + hk + k^2) + l^2}, \quad (1)$$

其中*h*,*k*,*l*分别为对应于六方晶系中晶面指数,*a* 为*a*轴的晶格常数, *θ*为衍射角. 测量材料体积肿胀 有多种方法, 通过密度法 (对于中子辐照样品) 和台 阶肿胀法 (对于重离子辐照样品) 得到的是实际体 积肿胀,本实验在辐照的过程中利用垫片遮盖样品 的部分区域, 通过测量辐照区域和未辐照区域之间 的高度差获得辐照肿胀高度,采用 Taylor Hobson 公司的 Talysurf CCI6000型白光干涉仪测量台阶 高度,每个台阶高度测量6次,用以统计平均值和 误差. 由于 MeV 量级的重离子在 SiC 射程为微米 量级, 样品上被辐照面积为1—2 cm<sup>2</sup>, 在基体的束

缚下,辐照肿胀主要沿平行于入射离子的方向生长,利用肿胀台阶高度除以离子射程得到的肿胀率为实际体积肿胀<sup>[5]</sup>.通过XRD测量辐照前后晶格常数的差异估算得到体积肿胀,叫XRD体积肿胀,该方法仅适用于特定的辐照条件,首先根据XRD数据获得线形肿胀Slinear(晶体沿某一个方向的晶格肿胀),6H-SiC中沿c轴方向的Slinear大小和沿c轴方向应变(ε)一致,根据Snead报道,6H-SiC常温辐照下晶格肿胀近似为各向同性,因此SiC的XRD体积肿胀公式为

$$S_{\text{volume}} = (S_{\text{linear}} + 1)^3 - 1.$$
 (2)

3 结果与讨论

#### 3.1 辐照前后的 XRD 表征

图 2 给出了未辐照的单晶 6H-SiC 以及在不同 注量下常温 1.5 MeV Si 离子辐照后 6H-SiC 的 XRD 谱. 如图 2 (a) 所示,在未辐照样品中可观察到清晰 尖锐的 6H-SiC(0006) 衍射峰, 2θ 的峰位在 35.63°, 根据 (1) 式, 晶格常数  $c_0 = 15.10$  Å; 如图 2 (b)—(e) 所示,当注量为 $1 \times 10^{14}$ — $1 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup>时,在 (0006) 主衍射峰的左侧观察到因辐照导致的新 峰(包) P1, 且随着注量的增大, P1的峰位向低 角度移动,强度(相对于主衍射峰)逐渐降低;如 图 2(f)—(h) 所示, 当注量达到 2 × 10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup> 时, P1峰消失. 由于在θ-2θ分析模式下, XRD对于 SiC(0006) 衍射峰的分析深度约为12 μm<sup>[5]</sup>, 而 SRIM程序模拟计算的1.5 MeV Si离子辐照SiC 产生的损伤层只有1.2 µm,因此图2中不同辐照注 量的SiC的XRD谱中位于35.63°的衍射峰都是来 自SiC基底,新增的衍射峰P1来自于损伤层.由于 不同的注入深度上损伤程度不同,新增衍射峰P1 并非规则的洛伦兹分布,为了方便讨论,对P1峰进 行近似的单峰洛伦兹拟合,根据单峰拟合结果获得 的晶格常数 c1 代表损伤层的平均晶格常数, 拟合结 果见表1. 另外辐照缺陷导致SiC内部出现拉伸弹 性应变, 应变的计算公式如下:

 $\varepsilon = (c_1 - c_0)/c_0,$ 

(3)



图 2 (网刊彩色) (a) 单晶 6H-SiC 的 XRD 谱; (b)—(h) 不同注量 (1 × 10<sup>14</sup>—1 × 10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>) 下经过 1.5 MeV 常温 Si 离 子辐照后的 XRD 谱

Fig. 2. (color online) (a) XRD result of virgin 6H-SiC; (b)–(h) XRD results of irradiated 6H-SiC at RT, the fluence is from  $1 \times 10^{14}$  to  $1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>, respectively.

注量 $\phi/cm^{-2}$	平均辐照损伤 Damage/dpa	损伤峰 P/(°)	晶格常数 $c_1$ /Å	应变 $\varepsilon/\%$	XRD 体积肿胀 S <sub>volume</sub> /%
$1 \times 10^{14}$	0.02	35.58	15.12	0.11	0.32
$2\times 10^{14}$	0.04	35.47	15.17	0.40	1.21
$5\times 10^{14}$	0.1	35.18	15.59	1.24	3.75
$1\times 10^{15}$	0.2	34.89	15.41	2.03	6.22

表1 单晶 6H-SiC 常温 1.5 MeV Si 离子辐照后损伤峰峰位、应变和 XRD 肿胀数据汇总 Table 1. Damage peak position, strain and XRD swelling data in 6H-SiC irradiated by 1.5 MeV Si at RT.

对应于图2的上坐标轴. 根据图2和表1的结果可 知,随着辐照损伤的增大,辐照缺陷增多,晶格常 数不断增大,缺陷诱导的应变随之增大. 当注量 达到2×10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup>之后,损伤峰P<sub>1</sub>消失,说明损 伤层已经完全非晶化<sup>[5]</sup>,此时样品的平均辐照损 伤为0.8 dpa,由此可知单晶6H-SiC常温1.5 MeV Si离子辐照的非晶化阈值剂量介于0.2和0.8 dpa 之间. Kerbiriou等<sup>[19]</sup>采用4 MeV的Au离子常温 辐照6H-SiC,通过沟道背散射分析得到6H-SiC的 常温非晶化阈值剂量为0.4 dpa,和本实验的现象 一致.

#### 3.2 辐照肿胀台阶的测试

图 3 给出了单晶 6H-SiC 和多晶 CVD SiC 辐照 后肿胀台阶高度随着注量增大的变化结果.结果 显示:单晶 6H-SiC 和多晶 CVD SiC 的肿胀台阶高 度都是随着注量的增大而增大,注量在 1×10<sup>15</sup>— 5×10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup>,即在非晶化阈值剂量附近,单晶 6H-SiC 的辐照肿胀明显高于多晶 CVD SiC 的辐照肿 胀;注量达到 1×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup> 时,单晶 6H-SiC 和多晶 CVD SiC 的辐照肿胀达到饱和并趋于一致.利用 直接碰撞模型 (direct-impact model)<sup>[20]</sup> 对图 3 中 肿胀台阶随注量的变化规律进行拟合的公式如下:

$$H = B(1 - e^{-\sigma\phi}), \qquad (4)$$

其中*H*是实验测到的肿胀台阶的高度,*B*是饱和 肿胀台阶高度,  $\sigma$ 是非晶化截面,  $\phi$ 是辐照注量, 拟合结果如图3中虚线所示, 实验结果与直接碰 撞模型符合较好. 拟合结果显示: 单晶6H-SiC 和多晶CVD SiC的饱和肿胀台阶高度接近, 和 Snead等<sup>[3]</sup>报道的单晶6H-SiC和多晶CVD SiC在 60°C下中子辐照非晶化之后具有相同的密度和 肿胀率的结果一致; 单晶6H-SiC的非晶化截面 $\sigma$ (5.9×10<sup>-16</sup> cm<sup>2</sup>)显著大于多晶CVD SiC的非晶 化截面(2.3×10<sup>-16</sup> cm<sup>2</sup>),表明在常温下多晶CVD SiC比单晶6H-SiC需要更多的辐照损伤才能非晶化,即常温辐照环境下多晶CVD SiC比单晶6H-SiC的非晶化阈值剂量要大.



图 3 (网刊彩色) 1.5 MeV Si 离子辐照 CVD SiC 和 6H-SiC产生的肿胀台阶高度

Fig. 3. (color online) Swelling step height of CVD SiC and 6H-SiC irradiated by 1.5 MeV Si.

#### 3.3 辐照肿胀差异性分析

根据 Zhang 等<sup>[21]</sup> 的报道, SiC 常温辐照肿胀 的来源有两方面:一是点缺陷的积累;二是晶体结 构中固态相转变为非晶相的过程中导致的体积增 大.根据 Gao 和 Weber<sup>[22]</sup> 的报道, SiC 在辐照环境 下发生晶态向非晶态的转变机制有直接碰撞非晶 化、缺陷浓度的积累和无定型团簇的形成和生长 等.常温辐照实验中,在辐照损伤的早期,点缺陷 占大多数,此时的辐照肿胀是由于点缺陷的积累导 致.由于本实验采用的多晶 CVD SiC 是晶粒在微 米量级的致密晶体,单个晶粒内部为单晶结构,晶 界对点缺陷产生和积累的过程影响不大,因此二者 的辐照肿胀差别很小. Snead 等<sup>[3]</sup> 利用在 60°C下 中子辐照单晶和多晶 SiC 的实验也报道了这一现 象.随着辐照损伤的进一步增大,大的缺陷团簇出现,单个间隙原子不断减少,在低注量下形成的点缺陷和小的缺陷团簇开始作为非晶核,非晶区域不断生长和聚集最终导致完全非晶化,在这个阶段,由于晶界具有吸收缺陷和阻碍缺陷迁移的作用,因此导致多晶CVD SiC的非晶化阈值剂量高于单晶6H-SiC.当SiC发生完全非晶化之后,辐照肿胀的大小取决于单晶或多晶SiC和完全非晶化之后SiC的密度差别,由于致密多晶CVD SiC的密度和单晶SiC的密度接近,因此二者的饱和非晶化肿胀高度差别不大.

图4给出了6H-SiC经过常温1.5 MeV Si离子 辐照后,通过测量肿胀台阶得到的实际体积肿胀 和利用辐照前后晶格常数变化估算的XRD体积 肿胀的结果,以及根据 Snead 等<sup>[3]</sup> 在 60°C 下中子 辐照的6H-SiC的晶格常数变化估算的XRD体积 肿胀结果. 由图4可知, 本实验中低注量下XRD 体积肿胀和实际体积肿胀比较接近,在注量为  $1 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup> (平均损伤为0.2 dpa), XRD体积 肿胀小于实际辐照肿胀,由于单晶6H-SiC的非晶 化阈值剂量约为0.4 dpa, 在注量为1 ×  $10^{15}$  cm<sup>-2</sup> 的样品中,根据图1所示,在重离子射程的末端, 最大辐照损伤已经达到0.5 dpa,由此推测注量为  $1 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup> 的样品中有部分区域出现了非晶化. 进而导致在这个注量下XRD体积肿胀小于实际肿 胀,因此1.5 MeV Si离子常温辐照下单晶6H-SiC 的非晶化阈值剂量为0.2-0.5 dpa. 根据我们之前 的报道<sup>[5]</sup>,在300°C和500°C重离子辐照下,SiC 中产生辐照缺陷主要是点缺陷,辐照肿胀主要由 点缺陷的积累导致,实际体积肿胀和XRD肿胀一 致,当辐照温度进一步增大,复杂缺陷增多后,该 规律不再适用, Lin等<sup>[23]</sup>在1200°C和1400°C下 采用5.1 MeV的Si离子辐照单晶SiC,辐照损伤为 20 dpa,发现利用 XRD 测量得到的体积肿胀小于 利用透射电子显微镜观测统计空洞缺陷估算出的 体积肿胀. 因此XRD 辐照肿胀测量方法适用于辐 照温度低于复杂缺陷形成温度且没有发生非晶化 的辐照实验. 由于中子辐照实验中, 中子射程大 于样品的厚度,样品内部各处损伤程度基本一致, XRD 辐照肿胀测量方法更适用于中子辐照实验.

通过比较图4中常温辐照下6H-SiC的实际体 积肿胀和60°C下6H-SiC XRD体积肿胀结果,发 现60°C下中子辐照6H-SiC的肿胀趋势和常温重 离子辐照一致,相同辐照注量下,常温重离子辐照 的肿胀数据略高,表明60°C下中子辐照6H-SiC 的非晶化阈值剂量高于常温下重离子辐照6H-SiC. Jiang等<sup>[7]</sup>报道了在-123,-83,-23和22°C辐照 温度下6H-SiC的无序度随着注量的变化规律,结 果表明辐照温度越高,达到非晶化需要的注量越 大,说明非晶化阈值和辐照温度有关,因此我们认 为图4中显示的重离子和中子的非晶化肿胀差异 主要由于辐照温度差异导致.



图4 (网刊彩色) 6H-SiC 辐照后的实际体积肿胀和 XRD 体积肿胀结果

Fig. 4. (color online) Actual volume swelling and XRD volume swelling in irradiated 6H-SiC.

#### 4 结 论

本文对常温下1.5 MeV Si离子辐照单晶6H-SiC和多晶CVD SiC的辐照肿胀规律进行了系统 研究,实验结果表明:1)在1.5 MeV Si 离子常温辐 照下, 注量达到 $2 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup>, 单晶 6H-SiC 完全 非晶化, 1.5 MeV Si离子常温辐照下单晶6H-SiC 的非晶化阈值剂量为0.2-0.5 dpa; 2)在注量为  $1 \times 10^{15}$ — $5 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup> 时, 单晶 6H-SiC 的辐照 肿胀显著高于多晶CVD SiC,多晶CVD SiC的常 温非晶化阈值高于单晶6H-SiC; 3)不同辐照注量 下单晶和多晶SiC的常温辐照肿胀差异分为三个 阶段,在低注量辐照阶段(点缺陷为主)和高注量辐 照阶段(样品完全非晶化), 单晶和多晶SiC的辐照 肿胀几乎差别不大;但是在晶态向非晶态转化的阶 段,晶界起到吸收缺陷和阻碍缺陷迁移的作用,多 晶SiC的辐照肿胀小于单晶SiC; 4)在SiC材料的 辐照肿胀分析中, XRD 辐照肿胀测量方法适用于 辐照肿胀主要由点缺陷导致的辐照实验,尤其适用

于中子辐照实验.

感谢威斯康辛麦迪逊大学 Allen Todd 教授提供 CVD SiC 样品和 Zheng Gui-Qiu 博士对 CVD SiC 样品的抛光; 感谢中国科学院近代物理研究所 320 kV 高压平台的李锦 钰、刘会平和康龙老师对本辐照实验的帮助.

#### 参考文献

- Snead L L, Nozawa T, Ferraris M, Katoh Y, Shinavski R, Sawan M 2011 J. Nucl. Mater. 417 330
- [2] Newsome G, Snead L L, Hinoki T, Katoh Y, Peters D 2007 J. Nucl. Mater. 371 76
- [3] Snead L L, KatohY, Koyanagi T, Terrani K, Specht E D 2016 J. Nucl. Mater. 471 92
- [4] Snead L L, Katoh Y, Connery S 2007 J. Nucl. Mater. 367–370 677
- [5] Zang H, Guo D X, Shen T L, He C H, Wang Z G, Pang L L, Yao C F, Yang T 2013 J. Nucl. Mater. 433 378
- [6] Weber W J, Wang L M, Yu N, Hess N J 1998 Mater. Sci. Eng. A 253 62
- [7] Jiang W L, Zhang Y W, Weber W J 2004 Phys. Rev. 70 165208
- [8] Snead L L, Zinkle S J, Hay J, Osborne M 1998 Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 141 123
- [9] Kim W J, Park J N, Cho M S, Park J Y 2009 J. Nucl. Mater. 392 213

- [10] Friedland E, van der Berg N G, Malherbe J B, Hancke J J, Barry J, Wendler E, Wesch W 2011 J. Nucl. Mater. 410 24
- [11] Zang H, Yang T, Guo D X, Xi J Q, He C H, Wang Z G, Shen T L, Pang L L, Yao C F, Zhang P 2013 Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 307 558
- [12] Yang T, Zang H, He C H, Guo D X, Zhang P, Xi J Q, Ma L, Wang Z G, Shen T L, Pang L L, Yao C F 2015 Int. J. Appl. Ceram. Technol. 12 390
- [13] Blagoeva D T, Hegeman J B J, Jong M, Heijna M C R, de Vicente S M Gonzalez, Bakker T, ten Pierick P, Nolles H 2015 Mater. Sci. Eng. A 638 305
- [14] Ackland G 2010 Science **327** 1587
- [15] Snead L L 2004 J. Nucl. Mater. 329-333 524
- [16] Idris M I, Konishi H, Imai M, Yoshida K, Yano T 2015 Energy Procedia. 71 328
- [17] Ziegler J F, Ziegler M D, Biersack J P 2010 Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 268 1818
- [18] Devanathan R, Weber W J 2000 J. Nucl. Mater. 278 258
- [19] Kerbiriou X, Costantini J M, Sauzay M, Sorieul S, Thom L, Jagielski J, Grob J J 2009 J. Appl. Phys. 105 073513
- [20] Weber W J 2000 Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 166–167 98
- [21] Zhang Y W, Weber W J, Jiang W L, Hallén A, Possnert G 2002 Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 195 320
- [22]~ Gao F, Weber W J 2004 Phys. Rev. B 69 224108
- [23] Lin Y R, Ku C S, Ho C Y, Chuang W T, Kondo S, Kai J J 2015 J. Nucl. Mater. 459 276

# Comparative study of irradiation swelling in monocrystalline and polycrystalline silicon carbide<sup>\*</sup>

Zang Hang<sup>†</sup> Huang Zhi-Sheng Li Tao Guo Rong-Ming

(School of Nuclear Science and Technology, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)
(Received 17 November 2016; revised manuscript received 22 December 2016)

#### Abstract

Silicon carbide (SiC) is considered as one of the most promising structural and coating materials for advanced nuclear applications, due to its low neutron capture cross section and excellent irradiation resistance. The difference in swelling behavior between monocrystalline and polycrystalline SiC is experimentally investigated by heavy ion irradiation at room temperature (RT). In this work, single crystal hexagonal (6H) SiC and polycrystalline chemically vapor-deposited (CVD) SiC are irradiated by 1.5 MeV Si ions with the fluences of  $1 \times 10^{14} - 2 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> and  $1 \times 10^{15} - 2 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup>, respectively, at RT. The step height of irradiation swelling is measured by a white light interferometer and the lattice expansion of the damage layer is characterized by using X-ray diffraction (XRD) spectrometry, in addition, the actual irradiation swelling is obtained by dividing the height of swelling step by the depth of damage layer. The XRD profiles show that the lattice expansion in the damage layer increases with the increase of irradiation fluence, and the new diffraction peak relating to the lattice structure of damage layer disappears in a fluence of  $2 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup>, which means that the damage layer is completely amorphous at this time and the threshold dose of amorphization at RT in single crystal 6H-SiC is less than 0.8 dpa. The direct-impact model is used to fit the swelling step heights of CVD SiC and 6H-SiC irradiated by 1.5 MeV Si, and the swelling results show that the amorphization threshold dose of polycrystalline CVD SiC is larger than that of single crystal 6H-SiC. In the present work, three distinct stages are found in the heavy-ion irradiation swellings between monocrystalline and polycrystalline SiC. i.e., low-fluence region, intermediate-fluence region, and high-fluence region stage. 1) In the low-fluence region, the swellings are similar to each other, since the swelling is mainly contributed to by point defects in this region, and the micron sized grains in polycrystalline CVD SiC are of single crystal structure. 2) In the intermediate-fluence region, the irradiation swelling of the polycrystalline CVD SiC is smaller than that of the single crystal 6H-SiC, since the irradiation-induced amorphousness in polycrystalline CVD SiC is relatively hard to occur due to the existence of grain boundary in this region. 3) The irradiation swellings of 6H-SiC and CVD SiC are almost the same at the high-fluence region stage, since the irradiation swelling is caused by amorphization in this region, and the swelling depends on the difference between densities before and after irradiation. In addition, in the irradiation swelling analysis of SiC materials, XRD swelling measurement method is suitable for irradiation swelling induced by point defects, especially for neutron irradiation experiments.

**Keywords:** silicon carbide, grain boundary, amorphization threshold, irradiation swelling measurement method

PACS: 61.80.Jh, 61.80.-x, 61.72.Dd

**DOI:** 10.7498/aps.66.066104

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 11405124), the Doctoral Fund of Ministry of Education of China (Grant No. 20130201120065), and the Project Supported by Natural Science Basic Research Plan in Shaanxi Province of China (Grant No. 2015JQ1030).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: zanghang@xjtu.edu.cn