

氢离子辐照纯钒中形成的位错环

崔丽娟 高进 杜玉峰 张高伟 张磊 龙毅 杨善武 詹倩 万发荣

Characterization of dislocation loops in hydrogen-ion irradiated vanadium

Cui Li-Juan Gao Jin Du Yu-Feng Zhang Gao-Wei Zhang Lei Long Yi Yang Shan-Wu Zhan Qian Wan Fa-Rong

引用信息 Citation: [Acta Physica Sinica](#), 65, 066102 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.066102

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.066102>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I6>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

[Cu/Al 引线键合界面金属间化合物生长过程的原位实验研究](#)

[In-situ investigation on the growth of Cu-Al intermetallic compounds in Cu wire bonding](#)

物理学报.2015, 64(21): 216804 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.216804>

[氦、氘对纯铁辐照缺陷的影响](#)

[Effects of helium and deuterium on irradiation damage in pure iron](#)

物理学报.2013, 62(16): 166801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.166801>

[斜切蓝宝石衬底 MOCVD 生长 GaN 薄膜的透射电镜研究](#)

[TEM study of GaN films on vicinal sapphire \(0001\) substrates by MOCVD](#)

物理学报.2012, 61(18): 186103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.186103>

氢离子辐照纯钒中形成的位错环*

崔丽娟 高进 杜玉峰 张高伟 张磊 龙毅 杨善武 詹倩 万发荣†

(北京科技大学材料科学与工程学院材料物理与化学系, 北京 100083)

(2015年11月2日收到; 2015年12月9日收到修改稿)

钒合金作为聚变堆候选材料, 其辐照损伤行为一直是关注的重点. 研究辐照时形成的位错环的性质, 其意义在于揭示纯钒中辐照空洞的长大机理. 这种机理表现为不同类型位错环对点缺陷吸收的偏压不同, 从而影响金属的辐照肿胀. 本文利用加速器对纯钒薄膜样品进行氢离子辐照, 然后, 利用透射电镜的 inside-outside 方法分析氢离子辐照所形成的位错环的类型. 结果表明, 在氢离子辐照纯钒中没有发现柏氏矢量 $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ 的位错环, 只有柏氏矢量 $\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$ 和 $\mathbf{b} = \langle 110 \rangle$ 的位错环, 这两种位错环的惯性面处于 $\{110\}$ — $\{112\}$ 之间. 能确定性质的位错环全部为间隙型位错环, 未发现空位型位错环.

关键词: 钒, 透射电镜, 位错环, 氢

PACS: 61.72.Ff, 68.37.Lp

DOI: 10.7498/aps.65.066102

1 引言

钒合金具有良好的低活化、耐高温、耐腐蚀、抗中子辐照等性能, 尤其是良好的与液态锂的相容性, 被认为是核聚变堆氦增殖包层的候选材料之一^[1-3]. 位错环作为辐照点缺陷陷阱, 对材料的辐照肿胀性能有非常重要的影响. 而分析因辐照形成的位错环的类型, 对于解释材料抗辐照性能具有重要意义. 由于中子辐照条件的缺乏, 人们目前常采用各种离子辐照的实验来模拟材料在中子辐照下出现的辐照损伤. 然而, 离子辐照在材料中形成位错环的类型, 又可能与辐照条件(辐照温度、离子种类等)有关. 在此方面, 对于钒的辐照损伤的研究相对较少, 而同样作为聚变堆候选材料的铁, 其辐照损伤的研究已取得很多进展^[4-7]. 文献^[4, 5]的研究表明, 铁在较低温(低于 573 K)重离子辐照后产生柏氏矢量 $\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$ 的间隙型位错环, 随着辐照温度的升高, $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ 间隙型位错环的数量逐渐增加, 当辐照温度在 773 K 时则全部为 $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ 的间隙型位错环. 尤其值得指出的是, 室

温氢离子辐照后的纯铁经过 770 K 退火后, 会形成 $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ 和 $\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$ 的空位型位错环, 其形成机理是沿 $\langle 110 \rangle$ 方向, 在晶体中形成哑铃型 Fe-V (空位) 的结合体^[6,7]. 铁基中的空位缺陷会随着退火温度的增加而聚集长大, 在达到一定的温度之前空位会全部回复^[8]. 模拟计算表明, 对于 Fe-10%Cr 中的空位更容易在级联碰撞中心产生, 间隙团簇由哑铃型 Fe-Fe, Fe-Cr 组合而成, 并且间隙团簇的数量和大小随着辐照能量和温度的增加而增加、长大^[9]. HR3C 钢 290 °C 辐照时, 基体中出现高密度的位错环, 位错环的大小随着辐照剂量的增加而长大, 数密度随着辐照剂量的增加而降低^[10]. 关于钒合金中位错环的柏氏矢量, 文献^[11]指出既存在柏氏矢量 $\mathbf{b} = \langle 111 \rangle$ 的位错环, 也存在柏氏矢量 $\mathbf{b} = \langle 110 \rangle$ 的位错环. Nagasaka 等^[12]在实验中观察了钒合金经中子辐照后产生的两个位错环, 其中一个位错环的柏氏矢量为 $\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$, 另一个位错环不确定柏氏矢量 $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ 还是 $\mathbf{b} = \langle 110 \rangle$. 但文献^[13,14]指出, 纯钒经中子辐照产生的位错环全部为 $1/2\langle 111 \rangle$ 间隙型位错环. 本文利用透射电镜 inside-outside 方法分析了大量的实验数据, 确定了

* 国家自然科学基金(批准号: 51071021, 51471026)和国家磁约束核聚变发展专项资助项目(批准号: 2014GB120000)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: wanfr@mater.ustb.edu.cn

纯钚中经氢离子辐照后形成的位错环的柏氏矢量及位错环的性质.

2 实验过程与方法

试样采用柱状织构纯钚(纯度99.99%)和钚合金V-4Cr-4Ti铸锭. 首先利用电火花方法切成厚度为0.4 mm的薄片, 再机械减薄至厚度为120 μm. 最后利用电解双喷方法制成透射电镜样品, 双喷溶液为浓硫酸与甲醇混合溶液, 其体积比为1:6, 双喷电压为25 V, 电流为80—120 mA, 温度为-20 °C.

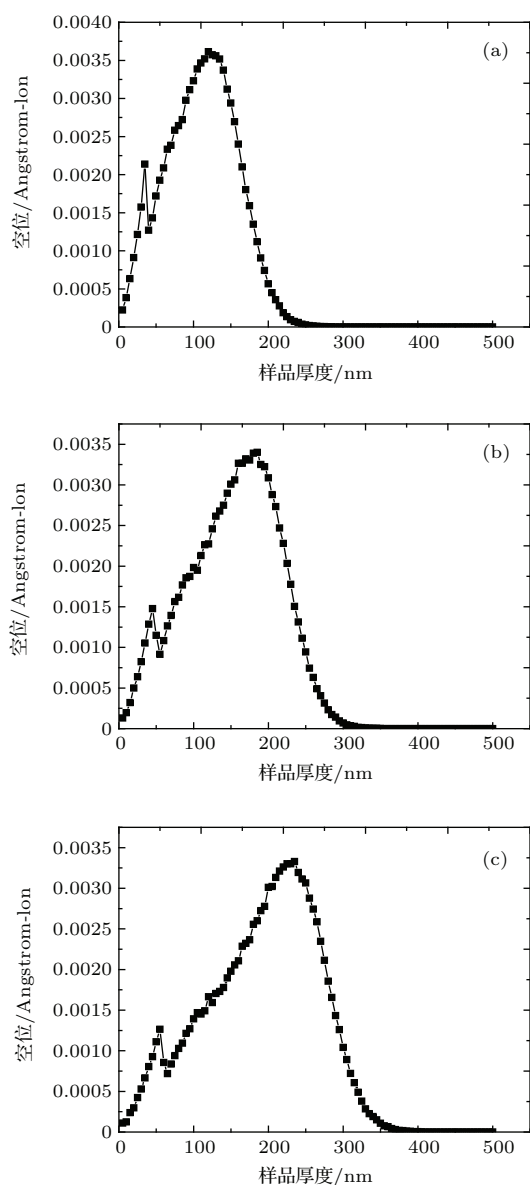


图1 SRIM模拟离子辐照产生缺陷随深度的分布 (a) 20 keV; (b) 30 keV; (c) 40 keV

Fig. 1. The defects distribution simulated by SRIM: (a) 20 keV; (b) 30 keV; (c) 40 keV.

利用离子加速器对样品进行氢离子辐照. 采用SRIM(The Stopping and Range of Ions in Matter)软件进行模拟来确定离子辐照实验的条件, 图1为纯钚经氢离子辐照的模拟结果. 纯钚样品在低压透射电镜(200 keV)下, 由于过薄的区域(小于2—3倍消光距离 ξ_g ; $g = 200$ 的消光距离为 $\xi_{200} = 60.6$ nm)约束应力松弛, 缺陷将重新分布. 为了得到更好的位错环衍射条件, 最佳观察区域的厚度为100—200 nm, 遂采用30 keV的离子加速电压. 氢离子辐照剂量为 $5 \times 10^{16} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ 和 $1 \times 10^{17} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ 辐照温度为室温, 但在离子束流加热效应下, 由于样品散热不充分, 样品的实际温度有可能高于室温.

利用透射电镜的inside-outside方法^[6], 判断位错环的性质, 采用FS/RH法定义位错环的柏氏矢量. 位错环的法线方向 n 定义为向上, 透射电子束方向 B 定义为从试样到电子束源的方向. s 为偏离布拉格衍射条件的参数, 为了选择好的位错环衬度像, 取 $s > 0$.

判定关系:

$$(g \cdot b)s < 0, \text{ inside 衬度};$$

$$(g \cdot b)s > 0, \text{ outside 衬度};$$

$$b \cdot n > 0, \text{ 间隙型位错环};$$

$$b \cdot n < 0, \text{ 空位型位错环}.$$

3 实验结果与讨论

钚中因辐照形成的位错环的大小和密度不仅与辐照剂量有关, 还与实验样品成分有关, 纯钚与钚合金(V-4Cr-4Ti)就表现出很大的差异. 纯钚未辐照时的样品中几乎没有缺陷; 在经过剂量为 $5 \times 10^{16} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ 的氢离子辐照后, 形成大小相对均匀、统计平均尺寸为25 nm的位错环, 其密度为 $2.1 \times 10^{21}/\text{m}^3$; 辐照剂量增加至 $1 \times 10^{17} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ 时, 形成的位错环成手指状, 平均长度为15 nm, 其密度增加为 $1.5 \times 10^{22}/\text{m}^3$, 此过程对应的透射电镜图像分别为图2(a)—(c)图. 分析此过程, 随着离子辐照剂量的增加位错环的密度首先增加, 当辐照剂量到达一定值时, 位错环会出现交叠, 甚至合并, 合并的位错环成细长手指状. 为了使实验更具有可比性, 钚合金V-4Cr-4Ti与纯钚同时进行离子辐照. 图2(c)与图2(d)对比, 钚合金中的位错环密度($6.2 \times 10^{22}/\text{m}^3$)要远大于纯钚中位错环的密度($1.5 \times 10^{22}/\text{m}^3$), 相应的位错环的尺寸(小

于10 nm)要小很多,这可能是由于合金元素的存在,使得间隙原子的迁移能发生变化^[15],对位错起到了钉扎作用.表1为图2的有关实验参数,dpa (Displacement Per Atom)的计算深度为氢离子辐照产生空位最多的深度(180 nm).

对于位错环柏氏矢量和性质的确定,需要较多的实验数据验证,以避免偶然性引起的错误判断.本文透射电镜实验对6个视场、共76个位错环进行了分析.由于数据量较大,不能全部列举,在此以其中一个视场的数据为例,介绍实验数据分析过程.

此组数据分析了14个位错环的柏氏矢量、位错环的惯性面以及位错环的性质.图3为在双光束条件下位错环衬度像的变化,代表位错环的字母标注在位错环的右下方,为了准确地表达透射电镜

照片拍摄时的条件,所有双光束条件的 g 矢量均在图4的菊池图中以四角星表示.根据位错环的消衬理论($g \cdot b = 0$ 时位错环消衬, $g \cdot b \neq 0$ 时位错环可见),可以确定柏氏矢量 b .表3为透射电镜照片中位错环衬度的统计,与表2理论上各不同柏氏矢量位错环的消衬情况对比,可以得出位错环D—Q的柏氏矢量,如表4所列.

表1 图2中对应参数
Table 1. The parameters of Fig. 2.

图2	材料	剂量/ $H^+ \cdot cm^{-2}$	dpa 值
(a)	V	0	0
(b)	V	5×10^{16}	0.25
(c)	V	1×10^{17}	0.5
(d)	V-4Cr-4Ti	1×10^{17}	0.5

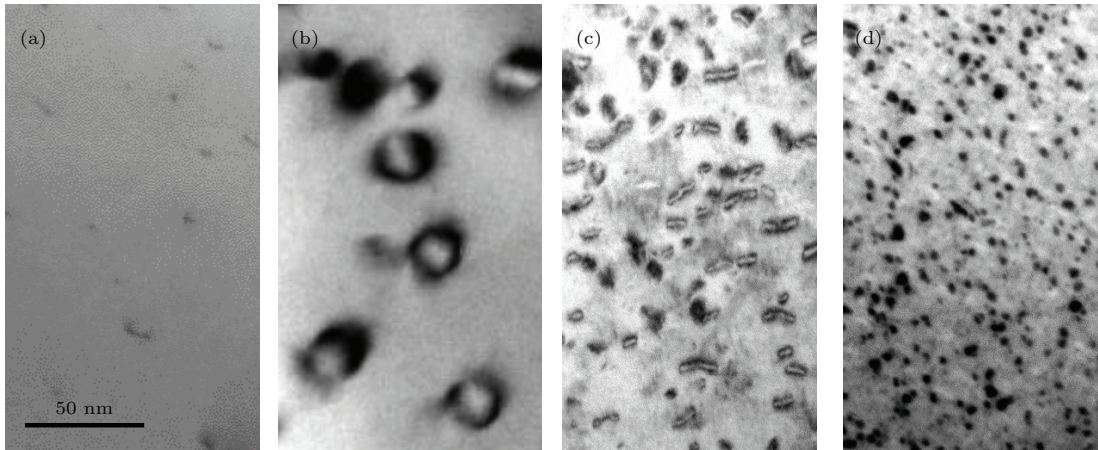


图2 氢离子辐照前后透射电镜照片

Fig. 2. TEM image of vanadium before and after the irradiation.

表2 理论上位错环在不同 g 矢量的消衬情况

Table 2. The contrast of dislocation loops in different g vectors in theory.

$g \setminus b$	100	010	001	110	$\bar{1}\bar{1}0$	101	$10\bar{1}$	011	$01\bar{1}$	111	$\bar{1}\bar{1}1$	$1\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$
310			×										
$\bar{3}\bar{1}0$			×										
$\bar{2}00$		×	×					×	×				
200		×	×					×	×				
110			×		×						×	×	
$\bar{1}\bar{1}0$			×		×						×	×	
020	×		×			×	×						
$0\bar{2}0$	×		×			×	×						
$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$								×					×
$2\bar{1}\bar{1}$								×					×
$0\bar{1}\bar{1}$	×							×		×	×		
$01\bar{1}$	×							×		×	×		
$\bar{2}\bar{1}1$								×				×	
$2\bar{1}1$								×				×	

注: 空白格表示可见; “×”表示消衬.

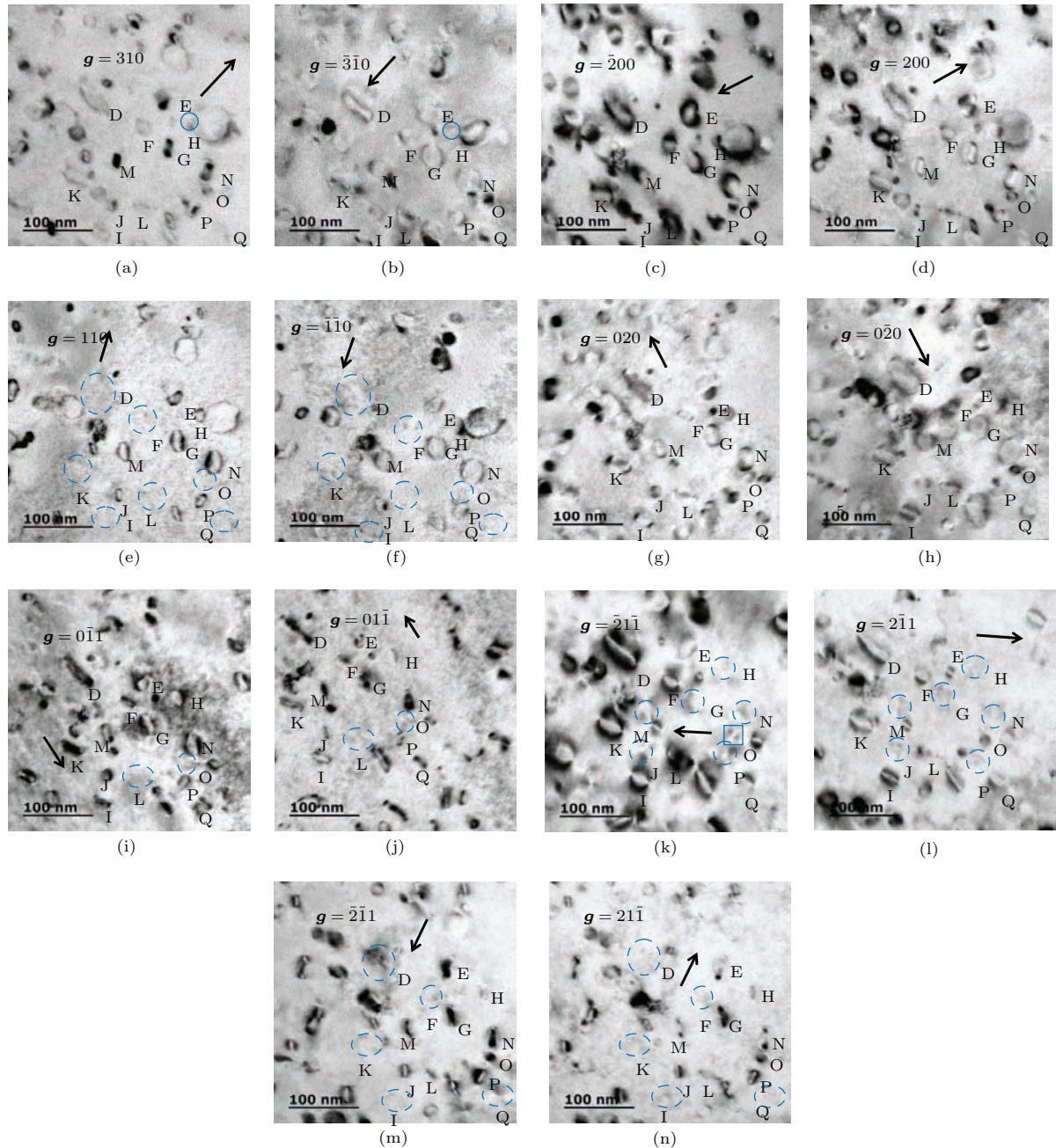


图3 双束条件下的位错环衬度像的变化 虚线圆环表示不可见; 实线方框表示不确定; (a), (b)中实线圆环明确了位错环H位置

Fig. 3. TEM images with different diffraction conditions: the dashed circle for invisible; solid line box for not sure; solid line circle in (a), (b) pointing loop H.

表4中位错环平面的法线方向 n 是通过位错环在透射电镜照片中的衬度确定的, 由于位错环的衬度是其周围原子排列不均, 在基体中形成应力场的反应, 故位错环所在的平面的法线 n 垂直于位错环成豆瓣状位衬度时其中线的方向. 且位错环成细长豆瓣状衬度时其平面法线方向与透射电子束入射方向 B 近似垂直. 如图3 (m) $B \sim [011]g = \bar{2}11$ 位错环P所在平面法线方向则为 $2\bar{1}1$, 即 n 为 $\pm(2\bar{1}1)$. 又因为位错环的法线方

向 n 定义为向上, 需满足 $n \cdot B > 0$, B 为透射电子束的入射方向, 故 $n \approx (2\bar{1}1)$. 在样品倾转的过程中, 透射电子束方向 B 相对于样品的角度会改变, 若不存在一个 n 使得所有透射电子束都满足 $n \cdot B > 0$, 则不能确定位错环所在平面, 也就不能确定位错环的性质. 位错环的性质是利用inside-outside方法来判定, 要确定出位错环的性质需要确定位错环的柏氏矢量 b 与位错环法线方向 n 的夹角与 90° 的关系, 既 $b \cdot n$ 的正负, 并且 $b \cdot n \neq 0$. 位错环D, E, F,

G, H, I, K, L, N 和 Q 为间隙型位错环, 而位错环 J, M, O 和 P 的性质不能确定. 其中 J 与 M 因为不能确定位错环所在平面法线方向的正负, 位错环 O 因为不能确定其柏氏矢量的正负, 而位错环 P 则是由于 $\mathbf{b} \cdot \mathbf{n} = 0$ 不能确定位错环的性质.

表 5 是对 6 个视场实验数据的统计. 76 个位错环中柏氏矢量 $\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$ 的位错环有 70 个, 柏氏矢量 $\mathbf{b} = \langle 110 \rangle$ 的位错环有 6 个, 能确定性质的 29 个位错环全部为间隙型位错环, 未观察到空位型位错环.

对于钒合金 V-4Cr-4Ti 经氢离子辐照后形成的位错环, 本文只进行了位错环的密度、尺寸方面的分析. 未对位错环进行性质的分析, 故此尚不清楚合金元素对于位错环柏氏矢量以及性质的影响. 与纯钒的情况相比, 钒合金中的这些位错环, 不仅密度、尺寸有较大不同, 其位错环的性质也可能有不同之处. 文献 [15] 曾报道, 在二元钒合金中, 具有 undersize (relative atomic size < 1) 合金元素 V-Cr, V-Si, V-Fe 的辐照肿胀量要明显大于具有 oversize (relative atomic size > 1) 合金元素 V-Ti,

V-Mo, V-Nb 的. 文献 [16] 表明 V-Ti 中的 Ti 元素的增加可以作为 V 中的陷阱俘获空位. 由此可以猜测, V-4Cr 中的位错环的性质与 V-4Ti 中的位错环的性质会有明显不同, 这也是本课题组今后要重点开展的研究内容.

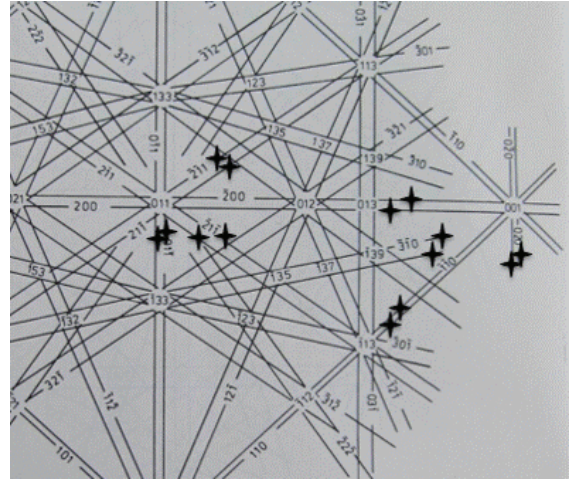


图 4 双束条件下的 \mathbf{g} 矢量在菊池图中的表示
Fig. 4. Different diffraction conditions expressed in kikuchi lines picture.

表 3 透射电镜照片中位错环的衬度
Table 3. The contrast in TEM images.

	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q
310	O	✓	✓	I	✓	✓	I	✓	✓	I	I	✓	I	✓
$\bar{3}\bar{1}0$	I	✓	✓	O	✓	✓	O	✓	✓	O	O	✓	O	✓
$\bar{2}00$	✓	✓	✓	O	✓	✓	✓	✓	O	✓	O	✓	✓	✓
200	✓	✓	✓	I	✓	✓	✓	✓	I	✓	I	✓	✓	✓
110	×	✓	×	I	I	×	I	×	×	I	I	×	I	×
$\bar{1}\bar{1}0$	×	✓	×	O	O	×	O	×	×	O	O	×	O	×
020	I	I	I	I	✓	✓	✓	✓	I	I	I	✓	✓	I
$0\bar{2}0$	O	O	O	O	✓	✓	✓	✓	O	O	O	✓	✓	O
$\bar{2}\bar{1}\bar{1}$	✓	O	✓	×	×	O	×	O	O	×	×	?	×	✓
$2\bar{1}\bar{1}$	✓	I	✓	×	×	I	×	I	I	×	×	✓	×	✓
$0\bar{1}1$	✓	O	✓	O	O	I	✓	✓	×	O	O	×	O	✓
$0\bar{1}\bar{1}$	✓	I	✓	I	I	O	✓	✓	×	I	I	×	I	✓
$\bar{2}\bar{1}1$	×	✓	×	✓	✓	×	✓	×	✓	✓	✓	✓	✓	×
$2\bar{1}\bar{1}$	×	✓	×	✓	✓	×	✓	×	✓	✓	✓	✓	✓	×

注: “I” inside; “O” 表示 outside; “?” 代表不确定; “×” 表示消衬; “✓” 表示可见.

表 4 位错环的柏氏矢量及性质测定
Table 4. The burgers vectors and nature of dislocation loops.

Loop	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q
\mathbf{b}	$1\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}0$	$1\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\pm\bar{1}11$	$\bar{1}\bar{1}1$	$1\bar{1}1$
n 接近	$0\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{2}1$	$1\bar{1}1$	$0\bar{1}1$	$0\bar{1}1$	$\bar{1}\bar{1}0$	$\pm\bar{1}\bar{2}1$	$\bar{1}\bar{1}0$	$\bar{1}\bar{1}0$	$\pm\bar{1}\bar{2}1$	$\bar{1}\bar{1}1$?	$2\bar{1}\bar{1}$	$0\bar{1}1$
Nature	间隙	间隙	间隙	间隙	间隙	间隙	?	间隙	间隙	?	间隙	?	?	间隙

表5 位错环分析结果

Table 5. Analysis results of dislocation loops.

	$\mathbf{b} = 1/2\langle 111 \rangle$	$\mathbf{b} = \langle 110 \rangle$	$\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$	Interstitial loops	Vacancy loops
Number	70	6	0	29	0
Sum			76		

4 结 论

1) 通过离子加速器, 在氢离子辐照的纯钒样品中, 没有发现柏氏矢量为 $\langle 100 \rangle$ 的位错环.

2) 氢离子辐照的纯钒中, 柏氏矢量为 $1/2\langle 111 \rangle$ 的位错环占绝大部分为 92%, 柏氏矢量为 $\langle 110 \rangle$ 仅为一小部分, 占 8%, 其惯性面都在 $\{110\}$ — $\{112\}$ 之间.

3) 氢离子辐照后在纯钒中形成的位错环, 能够确定的全部为间隙型位错环, 未确定发现空位型位错环.

4) 氢离子辐照后的 V-4Cr-4Ti 合金中的位错环密度要远大于纯钒中位错环的密度, 相应的尺寸小很多.

参考文献

- [1] Ivanov L I, Ivanov V V, Lazorenko V M, Platovet U M, Tovtin V I 1992 *J. Nucl. Mater.* **191–194** 928
- [2] Fukumoto K, Kuroyanagi Y, Kuroiwa H, Narui M, Matsui H 2011 *J. Nucl. Mater.* **417** 295
- [3] Nishizawa T, Sasaki H, Ohnuki S, Takahashi H, Sshibayama T, Kayano H 1996 *J. Nucl. Mater.* **239** 132
- [4] Yao Z, Hernández-Mayoral M, Jenkins M L, Kirc M A 2008 *Phil. Mag.* **88** 2851
- [5] Yao Z, Jenkins M L, Jenkins M L, Kirc M A 2008 *Phil. Mag.* **88** 2881
- [6] Huang Y N, Wan F R, Jiao Z J 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 036802 (in Chinese) [黄依娜, 万发荣, 焦治杰 2011 物理学报 **60** 036802]
- [7] Wan F R, Zhang Q, Long Y, Yang S W, Zhang G W, Du Y F, Jiao Z J, Ohuki S 2014 *J. Nucl. Mater.* **455** 253
- [8] Zhang C X, Lu E Y, Jin S X, Zhang P, Li Y H, Cao X Z, Wang B Y 2014 *The Twelfth National Conference of Positron Annihilation Spectrum* Yantai City, Shandong Province, 2014.07.09–2014.07.13 pp68–70 (in Chinese) [张春雄, 卢二阳, 靳硕学, 张鹏, 李玉红, 曹兴忠, 王宝义 2014 第十二届全国正电子谱学会议论文集 山东省烟台市 2014.07.09—2014.07.13 第 68—70 页]
- [9] Yu G, Ma Y, Cai J, Lu D G 2012 *Chin. Phys. B* **21** 036101
- [10] Jin S X 2013 *Ph.D. Dissertation* (Wuhan: Wuhan University) (in Chinese) [靳硕学 2013 博士学位论文 (武汉: 武汉大学)]
- [11] Rice P M, Zinkle S J 1998 *J. Nucl. Mater.* **258–263** 1414
- [12] Nagasaka N, Muroga T, Watanabe H, Yamasaki K, Heo N, Shinozaki K, Narui M 2005 *Mater. Trans.* **46** 498
- [13] Kawanishi H, Ishino S, Kuramoto E 1986 *J. Nucl. Mater.* **141–143** 899
- [14] Kawanishi H, Ishino S 1988 *J. Nucl. Mater.* **155–157** 940
- [15] Matsui H 1994 *Plas. Fus. Res.* **70** 807
- [16] Leguey T, Pareja R, Hodgson E R 1996 *J. Nucl. Mater.* **231** 191

Characterization of dislocation loops in hydrogen-ion irradiated vanadium*

Cui Li-Juan Gao Jin Du Yu-Feng Zhang Gao-Wei Zhang Lei Long Yi
Yang Shan-Wu Zhan Qian Wan Fa-Rong[†]

(University of Science and Technology, Beijing 100083, China)

(Received 2 November 2015; revised manuscript received 9 December 2015)

Abstract

Vanadium alloys are considered as the candidate materials for structure application in fusion reactors because of their low radiation-induced activation, high resistance to radiation damage, high thermal conduction, and low thermal expansion coefficient. Before these materials, which will be exposed to high-flux hydrogen and helium isotopes, may be safely used in fusion device much more data based on irradiation damage are required. The study of dislocation loops in vanadium is designed to indicate the mechanism of void growing under irradiation. The mechanism is that different types of dislocation loops have different bias which represent their abilities to absorb point defects. It is possible to explain the irradiation swelling performance in the material with the bias of loops. The thin disks samples used in this experiment are made of pure vanadium and vanadium alloy (V-4Cr-4Ti) by twin-jet electro-polishing. Electrolyte of $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-CH}_3\text{OH}$ (1 : 6 by volume) at $-20\text{ }^\circ\text{C}$ is used in a current of 80–120 mA. To get a clear view of dislocation loops, the SRIM code is used to simulate the implantation of hydrogen ions into vanadium. The ion irradiation is carried out to a dose of $5 \times 10^{16}\text{ H}^+/\text{cm}^2$, at an energy of 30 keV. Microstructure observations are performed on a Tecnai G2 F20 (transmission electron microscope, TEM) at an accelerating voltage of 200 kV. The Burger's vectors and nature of the dislocation loops formed in pure vanadium by hydrogen implantation are confirmed by TEM. This experiment has focused on as many as 76 dislocation loops, lots of images are taken under different diffraction conditions from the same areas of interest. Results show that most of the dislocation loops have a Burger's vectors of $1/2\langle 111 \rangle$ ($> 90\%$), and a few of $\langle 110 \rangle$. No loops with $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ loops can be found in this study. The nature of dislocation loops is determined by the inside-outside method. The number of the dislocation loops that can make sure of their nature is 29, and all of them are conformed to be interstitial type, their habit planes are from $\{110\}$ to $\{112\}$. No vacancy type loops are found. The density and average size of dislocation loops in vanadium and vanadium alloy are also analysed. Compared with the pure vanadium, the loops in vanadium alloy of V-4Cr-Ti are formed in a smaller size and higher number density. As a future work the difference of the loops nature between pure vanadium and vanadium-based alloys should be investigated to illustrate their behaviour of irradiation swelling.

Keywords: vanadium, transmission electron microscopy, dislocation loops, hydrogen

PACS: 61.72.Ff, 68.37.Lp

DOI: 10.7498/aps.65.066102

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51071021, 51471026), and the National Magnetic Confinement Fusion Program of China (Grant No. 2014GB120000).

[†] Corresponding author. E-mail: wanfr@mater.ustb.edu.cn