

# ${}^4\text{He}^+$ 辐照非晶态合金引起的 表面形貌变化\*

刘 杰 侯明东 马 峰

(中国科学院近代物理研究所, 兰州 730000)

(1993 年 11 月 17 日收到)

室温  ${}^4\text{He}^+$  辐照  $\text{Fe}_{77}\text{B}_{16}\text{Si}_7\text{Cr}_2$  和  $\text{Ni}_{78}\text{B}_{14}\text{Si}_8$  非晶态合金, 利用扫描电子显微镜 (SEM) 观测表面形貌随辐照参数的变化, 同时给出表面形变, 即发泡或层离的临界剂量范围, 以及发泡直径分布算实验结果.

PACC: 6180J; 6140D; 6116D

## 1 引 言

自 50 年代起, 人们开始探索核聚变能源的利用问题, 但实现可控聚变反应面临的主要问题之一是壁材料长期受中子及逃逸出等离子体区域  $\alpha$  粒子和其它粒子轰击而出现的劣化问题. 就  $\alpha$  粒子而言, 材料一方面受逃逸出等离子体区域的  $\alpha$  粒子的轰击, 另一方面中子入射后发生  $(n, \alpha)$  反应, 这两种途径使壁材料中聚积氦. 氦是惰性气体, 不溶于基体, 大量氦的聚积会在材料中形成氦气泡, 随着氦浓度增加, 表面出现发泡及发泡破裂、剥落等形变过程, 使壁材料严重腐蚀, 并引起机械性能和热物理性能的退化, 所以解决壁材料的污染问题迫在眉睫.

人们对氦离子辐照晶态材料做了大量研究<sup>[1-3]</sup>, 相比之下, 对非晶态合金的研究<sup>[4]</sup>尚存在不完全性. 本工作用 SEM 对辐照前后的非晶态合金样品的表面变化做了比较详尽的观测研究.

## 2 实验过程

实验所用的非晶态合金  $\text{Fe}_{77}\text{B}_{16}\text{Si}_7\text{Cr}_2$  和  $\text{Ni}_{78}\text{B}_{14}\text{Si}_8$  原始材料为 25mm 宽的带材, 厚度分别为 32 $\mu\text{m}$  和 30 $\mu\text{m}$ , 将样品裁剪为 3mm  $\times$  3mm, 并对表面进行机械抛磨和超声波清洗. 注入前通过 X 射线衍射测量验证了样品具有非晶态结构. 注入时用导电胶将样品粘在靶托上, 然后在高真空度 ( $1.8 \times 10^{-3}$  Torr) 下进行 80, 100 和 120keV 三个能量的  ${}^4\text{He}^+$  注入, 注入时的剂量率范围分别为 10.0—13.8 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , 2.5—5.6 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  和 17.5—

\* 国家自然科学基金资助的课题.

$25.0\mu A/cm^2$ , 剂量范围为  $1.0 \times 10^{18} - 4.0 \times 10^{18} He/cm^2$ 。注入过程中对靶托进行水冷, 通过热电偶监测温度变化, 测量结果表明, 注入过程中样品温度不高于  $50^\circ C$ 。在 JEM-1200EX/S 型电子显微镜上观测样品表面形貌。

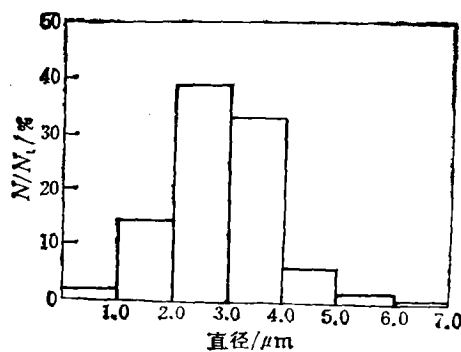
### 3 实验结果

#### 3.1 表面形貌随剂量的变化

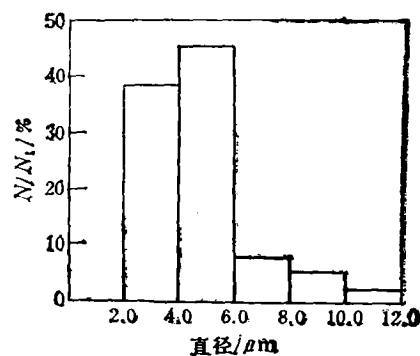
$100keV He^+$  辐照非晶态合金  $Fe_{77}B_{16}Si_5Cr_2$  和  $Ni_{78}B_{14}Si_8$  后, 随着剂量增加, 用 SEM 拍摄到的表面形貌照片见图 1 [见图版 1], 可以看出样品表面都经历了从光滑表面到形成少量圆顶状稀疏发泡, 再到大量密集发泡, 发泡破裂和剥落的变化过程。就非晶态合金  $Fe_{77}B_{16}Si_5Cr_2$  而言, 当辐照剂量  $\phi \leq 2.0 \times 10^{18} He/cm^2$  时, 表面仍光滑; 当  $\phi = 2.5 \times$

表 1 非晶态合金  $Fe_{77}B_{16}Si_5Cr_2$  和  $Ni_{78}B_{14}Si_8$  的辐照参数及实验测量结果

	辐照能量 /keV	辐照剂量率 / $\mu A \cdot cm^{-2}$	辐照剂量 / $10^{18} He \cdot cm^{-2}$	表面形 变方式	发泡临界 剂量范围 / $10^{18} He \cdot cm^{-2}$	层离临界 剂量范围 / $10^{18} He \cdot cm^{-2}$	$\phi = 4.0 \times$	$\phi = 4.0 \times$
							$10^{18} He \cdot cm^{-2}$ 时的平均发 泡直径/ $\mu m$	$10^{18} He \cdot cm^{-2}$ 时的发泡密 度/ $10^6 cm^{-2}$
$Fe_{77}B_{16}Si_5Cr_2$	80	10.0—13.0	1.5—2.5	层离和 发泡	1.5—2.0	<1.5		
	100	2.5—5.6	1.0—4.0	发泡	2.0—2.5		3.3	2.6
	120	17.5—25.0	1.5—2.0	层离和 发泡	>2.0	1.5—2.0		
$Ni_{78}B_{14}Si_8$	80	10.0—13.0	1.5—2.5	层离和 发泡	<1.5	<1.5		
	100	2.5—5.6	1.0—4.0	发泡	1.5—2.0		4.6	1.5
	120	17.5—25.0	1.5—2.0	层离和 发泡	>2.0	<1.5		



(a) 辐照剂量  $\phi = 3.0 \times 10^{18} He \cdot cm^{-2}$ ;  
 $d_{av} = 2.9\mu m$ ;  $\sigma = 1.9\mu m$



(b) 辐照剂量  $\phi = 4.0 \times 10^{18} He \cdot cm^{-2}$ ;  $d_{av} = 4.6\mu m$ ;  
 $\sigma = 2.1\mu m$ ;  $\rho = 1.5 \times 10^6 cm^{-2}$

图 2  $100keV He^+$  辐照  $Ni_{78}B_{14}Si_8$  发泡直径分布直方图

$10^{18}\text{He}/\text{cm}^2$  时,表面已经形成少量稀疏发泡,泡在表面出现的位置和大小具有一定的随机性,所以这种非晶态合金发泡的临界剂量  $C_{b1}$  范围为  $2.0 < C_{b1} \leq 2.5 \times 10^{18}\text{He}/\text{cm}^2$ . 当  $\phi = 3.0 \times 10^{18}\text{He}/\text{cm}^2$  时,表面发泡直径增加,密度也增加;当  $\phi = 4.0 \times 10^{18}\text{He}/\text{cm}^2$  时,部分发泡破裂、剥落,露出粗糙的底面. 实验观测发现不同非晶态合金表面发泡的临界剂量范围不同,见表 1,但  $100\text{keV He}^+$  辐照后表面形变的基本过程相似. 当  $\phi \geq 3.0 \times 10^{18}\text{He}/\text{cm}^2$  时,发泡比较密集,对  $\text{Ni}_{70}\text{B}_{14}\text{Si}_6$  表面约 200 个发泡进行统计,给出发泡直径分布直方图,如图 2 所示,横坐标为发泡直径,纵坐标为某一发泡直径范围内的发泡数占总发泡数的百分比. 图 2 中还给出平均发泡直径  $d_{av}$ , 统计标准偏差  $\sigma$  和发泡面密度  $\rho$ . 测量结果表明,随剂量增加,发泡直径和密度都增加.

### 3.2 表面形貌随剂量率的变化

三种能量氦离子辐照非晶态合金的剂量率范围不同,造成表面形变方式不同,见表 1. 低剂量率辐照时 ( $100\text{keV}$  辐照时的情况),样品表面出现发泡腐蚀;高剂量率辐照时 ( $80$  和  $120\text{keV}$  辐照时的情况),部分表层不经过发泡就大片脱落,即出现层离腐蚀,如图 3 [见图版 II] 所示. 层离发生后随着氦的继续注入,层离面和残存的原样品面均出现发泡,发泡临界剂量见表 1.

### 3.3 表面形貌随能量的变化

实验观察到非晶态合金表面发泡和层离临界剂量大小依赖辐照氦离子的能量,并且随着能量的增加而增加. 由于实验选用的能量变化范围小,没有观察到表面腐蚀方式随能量变化的规律.

### 3.4 不同非晶态合金对表面形貌变化的影响

两种非晶态合金在经过相同的表面处理和相同的辐照参数辐照下,表面形貌变化规律基本一致,但不同材料力学性能的差异,使得表面发生形变的临界剂量不同.

## 4 讨 论

本工作的实验结果与氦离子辐照晶态材料研究结果的相似之处是: (1) 发泡和层离临界剂量与材料有关,并且随辐照粒子能量的增加而增加; (2) 发泡直径和密度随注入剂量的增加而增加; (3) 低剂量率氦离子辐照时表面发泡,高剂量率辐照时表面层离. 不同之处是: 1) 非晶态合金表面发泡和层离临界剂量比晶态材料大一个数量级; 2) 层离表现为表层不受限制的大片脱落现象,且只发生一次. 相似的表面形变特征,使得在解释高剂量氦离子辐照非晶态合金表面最终发泡和层离的机制时可以用晶态材料的气压驱动模型<sup>[5]</sup>和横向应力驱动模型<sup>[6]</sup>. 但由于非晶态材料的结构特点,注入氦原子的聚集、迁移、捕获、释放及核泡成核、长大过程都有特殊性,也造成部分表层形变的差异. 氦离子辐照非晶态合金,在材料内形成类空位和类间隙子. 类空位不稳定,在  $10^{-10}\text{s}$  内将塌陷成分散的自由体积. 自由体积多以原子大小空洞的形式存在,晶态材料热氦解吸附谱测量表

明氦与空位之间有很强的束缚,这种强的亲和力致使一个空位能捕获六个氦原子<sup>[1]</sup>,所以非晶态合金中的氦极易被捕获在原子大小的空洞上,形成氦与类空位的聚集体。聚集体可以捕获氦,也可以释放氦,用化学反应率理论<sup>[2]</sup>可以计算随机迁移氦与类空位的聚集速率,这些聚集体是氦泡形成的中心。当温度高于非晶态玻璃转变温度时,类空位可动,通过吸收更多的氦和类空位,氦泡长大;当温度低于非晶态玻璃转变温度时,类空位可动性很小,由于无法得到足够的空位,氦泡过压,自由体积弛豫机制<sup>[3]</sup>可以描述过压氦泡长大过程。

氦泡长到一定大小,在射程处,即泡密度最大处,泡之间坍塌,相互连通,当泡内气压达到发泡临界气压  $P_c$  时,使表面塑性形变,出现微米数量级的发泡,其中  $P_c = 4\sigma_s t^2 / 3a^2$ ,  $\sigma_s$  为材料的屈服强度,  $t$  为泡盖厚度,  $a$  为泡弦长一半值。可见发泡临界气压与屈服强度及泡盖厚度有关,实验测得泡盖厚度等于入射氦的射程,射程由氦离子能量决定,所以非晶态合金的屈服强度和氦离子能量增加都会使  $P_c$  增加,即发泡临界剂量增加。由于非晶态合金的屈服强度比一般金属材料大,所以其发泡临界剂量大,达到  $10^{18}\text{He}/\text{cm}^2$  数量级,一般金属材料只有  $10^{17}\text{He}/\text{cm}^2$ ,可以说非晶态合金具有强的抗氦辐照发泡能力,在堆材料中具有好的应用前景。

氦离子辐照靶材料时,与靶原子发生级联碰撞,在其中心形成微区热峰,热峰之间相互关联将影响氦泡的生长,关联几率随着辐照剂量率的提高而提高,所以剂量率的增加影响氦泡的生长和聚集,高剂量氦注入后,注入层内肿胀产生的横向应力使表层在应力最大值处断裂,发生层离腐蚀,致使表面腐蚀方式变化,这一结果与 Gregg<sup>[4]</sup> 和 Risch 等人<sup>[5]</sup> 观察到的一致。一旦发生层离,表面大片脱落,不象晶态材料层离在晶界处受到阻止。

总之,高剂量氦离子辐照非晶态合金表面出现发泡或层离腐蚀,腐蚀方式由辐照剂量率决定,发泡临界剂量与粒子能量和材料有关,发泡密度和大小随氦剂量的增加而增加。

本工作得到中国科学院物理研究所杨峰、潘广炎、朱沛然、徐田冰等同志及中国科学院兰州化学物理研究所赵家政和徐洮同志的帮助。在此对他们表示感谢,同时感谢北京市中关村地区测试中心。

- [1] W. Jager and J. Roth, *J. Nucl. Mater.*, 102/103(1981), 975.
- [2] G.J. Thomas, *Rad. Effects*, 78(1983),37.
- [3] H. Ullmaier, *Rad. Effects*, 78(1983),1.
- [4] A.K. Tyagi, R.V. Nandedkar and K. Krishan, *J. Nucl. Mater.*, 114(1983), 181.
- [5] J.Evans, *J. Nucl. Mater.* 68(1977), 129.
- [6] E.P. EerNisse and S.T. Picraux, *J. Appl. Phys.* 48(1977),9.
- [7] D.Kaletta, *Rad. Effects*, 47(1980), 237.
- [8] K.C. Russell and D.H. Hall, *Nucl. Metall.*, 18(1973), 545.
- [9] H. Van Swygenhoven, L.M. Stals and G. Knuyt, *J. Nucl. Mater.*, 118(1983), 125.
- [10] J.Greggi, C.F. Tzeng and J.R. Townsend, *J. Nucl. Mater.*, 98(1981), 281.
- [11] M.Risch, J. Both and B.M. U. Scherzer, *Proc. Int. Symp. on Plasma Wall Interaction (Jülich, 1976)*.

## CHANGING OF SURFACE MORPHOLOGY OF AMORPHOUS ALLOYS IRRADIATED WITH HELIUM IONS

LIU JIE HOU MING-DONG MA FENG

*(Institute of Modern Physics, Academia Sinica, Lanzhou 730000)*

*(Received 17 November 1993)*

### ABSTRACT

After amorphous alloys bombarded with helium ions, its surface morphology was deformed along with irradiation parameters. Two different erosion modes, i.e., blistering and flaking were observed by scanning electron microscope (SEM). Some results are given in this work, e.g. the critical doses of blistering and flaking, average blister diameters, and so on.

**PACC:** 6180J; 6140D; 6116D