

中能高浓度氦离子注入对钨微观结构的影响

郭洪燕 夏敏 燕青芝 郭立平 陈济红 葛昌纯

Microstructure of medium energy and high density helium ion implanted tungsten

Guo Hong-Yan Xia Min Yan Qing-Zhi Guo Li-Ping Chen Ji-Hong Ge Chang-Chun

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 65, 077803 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.077803

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.077803>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I7>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

紫外脉冲激光退火发次对 KDP 晶体抗损伤性能的影响

Effect of raster scan number on damage resistance of KDP crystal irradiated by ultraviolet pulse laser

物理学报.2013, 62(14): 147803 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.147803>

Gd<sub>2</sub>(WO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>: Eu 纳米发光材料中黄昆因子和能量传递速率的实验获得

The experiments for obtaining Huang-Rhys factor and energy transfer rate of Gd<sub>2</sub>(WO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>:Eu nanophosphor

物理学报.2013, 62(9): 097801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.097801>

金属-氧化物-半导体场效应管辐射效应模型研究

A radiation degradation model of metal-oxide-semiconductor field effect transistor

物理学报.2012, 61(10): 107803 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.107803>

Eu<sup>3+</sup> 掺杂 CaWO<sub>4</sub> 红色荧光粉发光性质的浓度依赖关系研究

Study of concentration dependence of luminescent properties for Eu<sup>3+</sup> doped CaWO<sub>4</sub> red phosphors

物理学报.2012, 61(10): 107804 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.107804>

基于辐照前 1/f 噪声的金属-氧化物-半导体场效应晶体管潜在缺陷退化模型

A latent defect degradation model of metal-oxide-semiconductor field effect transistor based on pre-irradiation 1/f noise

物理学报.2012, 61(6): 067801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.067801>

## 中能高浓度氦离子注入对钨微观结构的影响\*

郭洪燕<sup>1)2)</sup> 夏敏<sup>2)†</sup> 燕青芝<sup>2)</sup> 郭立平<sup>3)</sup> 陈济红<sup>3)</sup> 葛昌纯<sup>2)‡</sup>

1) (中国矿业大学(北京), 深部岩土力学与地下工程国家重点实验室, 北京 100083)

2) (北京科技大学材料科学与工程学院, 特种陶瓷粉末冶金研究所, 北京 10083)

3) (武汉大学物理科学与技术学院加速器实验室, 武汉 430072)

(2015年9月21日收到; 2016年1月25日收到修改稿)

采用 15 keV, 剂量  $1 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ , 温度为 600 °C 氦离子注入钨, 分别以块体钨研究氦离子对钨的表面损伤; 以超薄的钨透射电镜样品直接注入氦离子, 研究该条件下钨的微观结构变化, 以了解氦离子与钨的相互作用过程; 采用扫描电子显微镜、聚焦离子束扫描显微镜、透射电子显微镜、高分辨透射电子显微镜等分析手段研究氦离子注入对钨表面显微结构的影响及氦泡在钨微观结构演化中的作用。

**关键词:** 钨, 中能高浓度氦离子, 氦泡, 显微结构**PACS:** 78.70.-g, 78.90.+t, 21.90.+f**DOI:** 10.7498/aps.65.077803

## 1 引言

受控核聚变反应能否成功的关键材料之一是面向等离子体材料(plasma facing materials), 即直接面对等离子体的固体表面材料, 主要包括偏滤器和第一壁. 钨以其高熔点(3410 °C)、热导性好、高温强度高、且不与 H 及其同位素发生化学反应、不与氦共沉积等优点<sup>[1-3]</sup>, 被认为是核聚变反应堆国际热核聚变实验堆(international thermal-nuclear experimental reactor)及未来聚变示范堆(DEMO)理想的第一壁面向等离子体材料, 且偏滤器部分将采用全 W 作高热负荷材料<sup>[4-7]</sup>. 但钨极高的韧脆转变温度、辐照肿胀、氦脆等缺点一直是制约其应用的主要原因<sup>[8-11]</sup>. 氦氘反应中产生大量氦与钨的相互作用主要表现在: 在钨材料表面, 导致材料表面损伤如起皱、起泡、剥落, 氦的再发射及表面肿胀等. 而在钨材料体内, 一是与材料辐照损伤的联

合作用, 表现为加剧或减轻材料的肿胀(swelling), 导致材料尺寸及形状的不稳定性等; 二是氦脆现象(He-embrittlement), 可直接导致材料的延伸率、蠕变断裂时间和疲劳寿命显著变小, 氦脆将严重影响聚变堆结构材料的工作稳定性. 同时, 氦的积累所引起材料的晶格损伤将成为氦扩散的陷阱, 从而阻碍氦同位素的扩散、渗透及释放.

目前, 关于钨与氦离子的相互作用的文章有很多. 本文利用武汉大学物理学院加速器-电镜联机装置平台, 根据中国原子能科学研究院郁金南等<sup>[12]</sup>关于钨氦的分子动力学模拟结果(1—10 keV, 0.1% He), 以及本文作者多次前期试验结果的对比, 本文拟选取中等能量 15 keV、高浓度氦离子, 以块体钨研究氦离子对钨的表面损伤; 以超薄的钨透射电镜样品直接注入氦离子, 研究在中等能量 15 keV、高浓度氦离子条件下钨的微观结构变化, 以了解氦离子与钨的相互作用过程; 采用扫描电子显微镜(SEM)、聚焦离子束扫描显微镜(FIB-

\* 国家重点基础研究发展计划(批准号: 2010GB109000, 2014GB123000)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: xmdsg@ustb.edu.cn

‡ 通信作者. E-mail: ccge@mater.ustb.edu.cn

SEM)、透射电子显微镜(TEM)、高分辨透射电子显微镜(HRTEM)等分析手段研究氦离子注入对钨表面显微结构的影响及氦泡在钨微观结构演化中的作用.

## 2 实验材料及方法

本文采用的试验材料为两种: 1) 纯W片(> 99.9 wt%), 尺寸为 5 mm × 5 mm × 0.5 mm, 表面抛光至镜面; 2) 纯W透射电镜样品(聚焦离子束(FIB)制备的样品, Mo的半截网), 尺寸为 3 μm × 10 μm, 厚度小于 50 nm. 钨的主要杂质元素含量见表 1.

表 1 W 中主要的杂质元素含量 (μg/g)  
Table 1. The main impurity elements in W (μg/g).

	Ca	Fe	Al	Mo	Cr	Ni	Mn
W	190.3	82.7	52.8	22.1	12.8	5.6	4.6

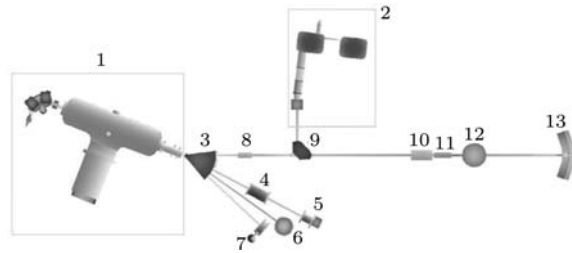


图 1 武汉大学加速器-电镜联机系统布局图 [11], 其中, 1, 串列加速器; 2, 离子注入机; 3, 开关磁铁; 4, 静电扫描器; 5, 高能粒子注入靶室; 6, 卢瑟福背散射/沟道谱仪; 7, 质子荧光 X 射线谱; 8, 二单元静电四极透镜; 9, 偏转磁铁; 10, 二单元磁四极透镜; 11, 静电扫描器; 12, 在线卢瑟福背散射; 13, TEM

Fig. 1. Schematic diagram of the accelerator-electron microscope interface facility at Wuhan University: 1, Tandem accelerator (2 × 1.7 MV); 2, ion implanter (200 kV); 3, switching magnet; 4, X-Y scanner; 5, high-energy implantation chamber; 6, Rutherford backscattering/channeling; 7, particle-induced X-ray emission analysis; 8, electrostatic quadrupole binary lens; 9, deflecting magnet; 10, magnetic quadrupole binary lens; 11, X-Y scanner; 12, on-line RBS; 13, transmission electron microscope.

氦离子辐照实验是在武汉大学物理学院加速器-电镜联机装置平台上进行, 如图 1 所示. 该装置由 2 × 1.7 MV 串列加速器、200 kV 离子注入机和 200 kV TEM 组成, 是我国第一台加速器-电镜联机装置. 本实验主要采用其 200 kV 离子注入机, 如

图 2 所示 [11]. 离子源是冷阴极潘宁型离子源, 增加金属靶后可引出气体离子或金属离子. 离子源的吸极电压为 0—20 kV, 加速电压 0—200 kV.

实验时将纯钨片和 TEM 样品同时进行氦离子注入, 注入条件如表 2 所列, 模拟聚变堆中的面向等离子体材料遭受到中等能量(约 15 keV)、高浓度的氦离子对钨的辐照损伤行为. 并通过 SRIM 程序模拟计算氦离子注入的浓度及深度分布. SRIM 是用来计算离子(10 eV—2 GeV)在固体中受到的阻止及其射程分布软件 [13]. SRIM 程序由两个主程序组成. SR (tables of stopping and ranges of ions in simple targets) 可模拟计算出不同能量注入离子沿靶材深度的分布; TRIM (the transport of ions in matter) 是一种 Monte-Carlo 模拟算法, 它能够跟踪每个注入离子在靶材中的运动, 并给出单层甚至多层靶材中由注入离子传递给靶材原子的能量的详细计算 [14].

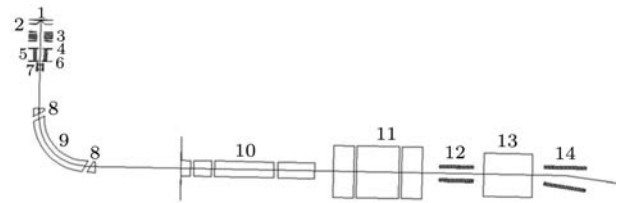


图 2 离子注入机结构图 [11], 其中, 1, 离子源; 2, 吸极; 3, 单透镜; 4, 光阑; 5, 静电导向器; 6, 抑制电极; 7, 可变光阑; 8, 磁屏蔽盒; 9, 双聚焦磁分析器; 10, 串联双圆筒加速管; 11, 三单元电四极透镜; 12, X 扫描器; 13, Y 扫描器; 14, 偏转板

Fig. 2. Schematic illustration of ion implanter: 1, Ion source; 2, extraction electrode; 3, single lens; 4, diaphragm; 5, electrostatic steerer; 6, inhibiting electrode; 7, variable diaphragm; 8, magnetic shield; 9, dual-focus magnetic analyzer; 10, cylinder acceleration tube; 11, electrostatic quadrupole triplet lens; 12, X scanner; 13, Y scanner; 14, deflector.

表 2 氦离子注入实验条件

Table 2. The experimental conditions of He ion implantation into tungsten.

能量/keV	剂量/cm <sup>-2</sup>	温度/°C
15	1 × 10 <sup>17</sup>	600

## 3 实验结果

### 3.1 氦离子注入钨的 SRIM 程序模拟

氦离子注入实验的 SRIM 模拟结果见表 3 及图 3. 由此可知, 当 15 keV 氦注入钨中时, 氦离子

的平均射程为 439 Å, 透射电镜样品的厚度约为 50 nm. 因此, 除了 23.1% 的氦离子因背散射从表面逸出和极少部分 (1.6%) 透过钨到达基底外, 75% 以上的氦离子都留在钨中. 而每个氦离子造成的空位高达 47, 这是级联碰撞造成的, 即当高能氦离子与一个钨原子发生碰撞后, 氦原子可以改变方向继续下一次碰撞, 而被碰撞后的钨原子离开晶格位置与其他钨原子进行碰撞. 在级联碰撞过程中, 少数钨原子可获得相反方向的动能发生溅射, 但溅射过程与入射离子的能量和质量有关, 氦离子体积小、质量轻, 故在注入过程中极少部分氦离子会穿透钨而不易发生溅射<sup>[15]</sup>, 如表 3 所列, 平均每个氦离子

溅射出的钨原子仅为 0.06. 由图 3 (a) 注入氦离子和离位钨原子的分布可知, 氦原子和离位原子随着注入深度的增加而增大, 到注入的最大值后又明显降低, 这是因为氦离子不具备足够的能量来产生大量的级联损伤引起的.

表 3 SRIM 模拟结果

Table 3. Simulation results using SRIM after He ion implantation into tungsten.

	模拟结果
氦离子的平均射程/Å	439
背散射氦离子的比例/%	22.6
透过钨的氦离子比例/%	1.5
平均每个氦离子造成的空位	47
平均每个氦离子溅射出的钨原子	0.06
被溅射出的钨原子的平均动能/eV	36.5

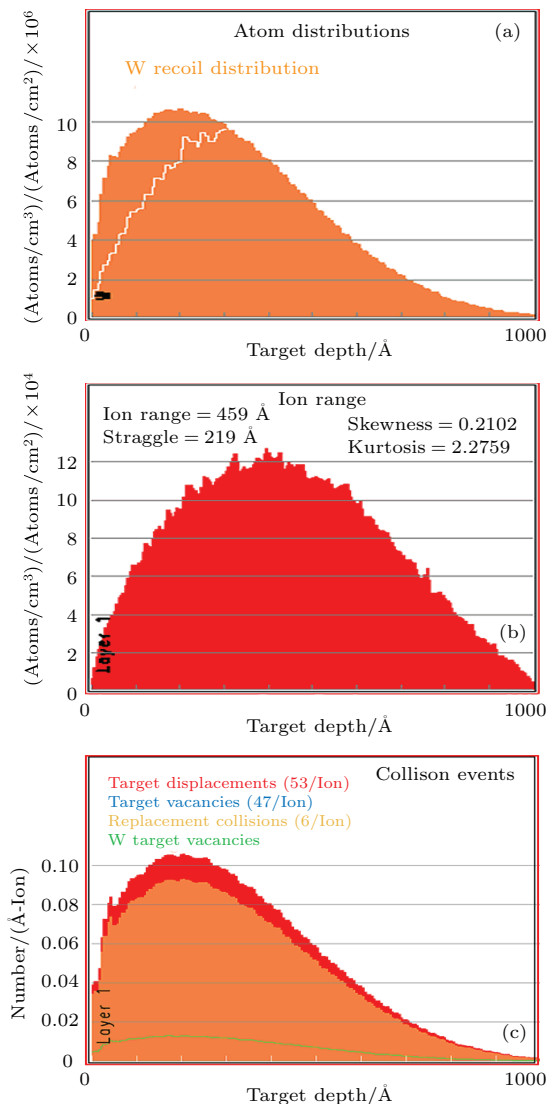


图 3 (网刊彩色) 15 keV 氦注入钨中的 SRIM 模拟结果 (a) 注入氦离子和离位钨原子在钨中的分布; (b) 氦离子射程; (c) 氦离子造成的损伤

Fig. 3. (color online) Simulation results using SRIM after 15 keV He ion implantation into tungsten: (a) Atom distributions; (b) ion ranges; (c) collision events.

### 3.2 氦离子注入对钨表面微观结构的影响

在聚变反应堆中, 当面向等离子体材料钨遭到中能量 (约 keV)、高浓度的氦离子轰击时, 可在短时间内在金属材料表层 (< 1 μm) 积累极高的氦浓度, 将导致材料表面损伤如起皱、起泡、剥落, 氦的再发射及表面肿胀等.

#### 3.2.1 细孔 (pores)

图 4 为氦离子注入钨表面前后的表面形貌图. 与未注入氦离子的纯钨相比 (图 4 (b)), 能量为 15 keV, 剂量为  $1 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ , 温度为 600 °C 氦离子注入后, 纯钨表面损伤严重, 主要为形状较为规则的细孔 (图 4 (b)–(d)). 由图 4 (c) 统计可知, 最大孔径为 0.43 μm, 最小为 90 nm. 其中直径为 0.1–0.2 μm 的细孔占 40%; 直径为 0.2–0.3 μm 的细孔占 37.1%; 直径为 0.3–0.4 μm 的细孔占 17.1% (图 5).

将钨表面的任意一个细孔利用 FIB 技术原位切开观察截面微观形貌, 如图 6 所示, 在孔洞的表皮下方发现一个直径约为 339.4 nm 的泡状结构. 表面裂纹的深度为 339.4 nm, 宽度为 232.2 nm. 裂纹的产生可能是由于 He 原子在钨基体中不断的积累, 当所积累的 He 原子积累产生的内应力足够大时, 将会产生裂纹.



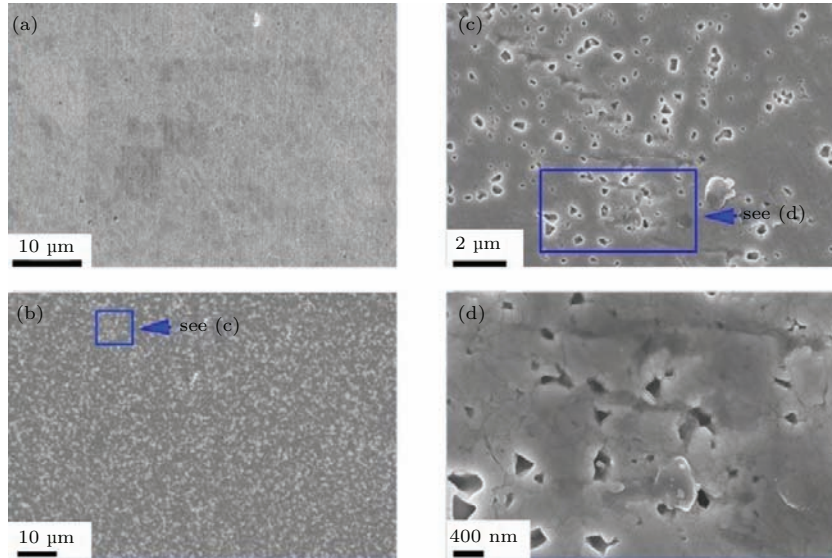


图4 (网刊彩色) 氦离子注入前后钨表面细孔的形貌图 (a) 辐照前; (b)–(d) 辐照后  
 Fig. 4. (color online) Morphology of W before and after He<sup>+</sup> implantation: (a) Before He implantation; (b)–(d) after He<sup>+</sup> implantation.

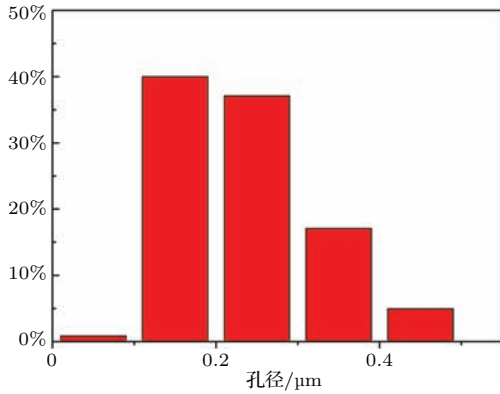


图5 表面孔洞的孔径分布图  
 Fig. 5. Helium pore size distribution results obtained by nano measurer.

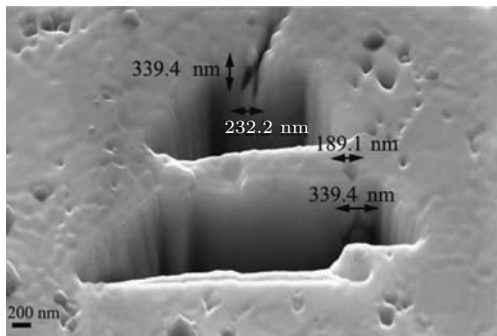


图6 氦孔截面组织 FIB-SEM 图(倾斜 55° 角)  
 Fig. 6. Cross sectional FIB-SEM micrographs of the helium pore (tilt angle is 55°).

### 3.2.2 起泡 (blistering)

由图 7 可知, 氦离子注入纯钨后, 除在钨表面形成大量的孔洞以外, 在局部还存在较大的鼓

泡, 鼓泡的尺寸分别为: (b) 1.68 μm × 0.70 μm; (c) 0.51 μm × 0.77 μm; (d) 0.56 μm × 0.81 μm; (f) 1.11 μm × 1.22 μm.

由图 7(a) 统计可知, 中能氦离子注入块体钨后, 表面鼓泡最大孔径为 0.44 μm, 最小为 0.1 μm. 其中直径为 0.1—0.2 μm 的孔占 40%; 直径为 0.2—0.3 μm 的孔占 34%; 直径为 0.3—0.4 μm 的孔占 16.0% (图 8(a)); 由图 7(e) 统计可知, 最大孔径为 0.71 μm, 最小为 0.12 μm. 其中直径为 0.1—0.2 μm 的孔占 18.3%; 直径为 0.2—0.3 μm 的孔洞占 45%; 直径为 0.3—0.4 μm 的孔占 23.3% (图 8(e)).

数据表明, 当中能量 15 keV、高剂量  $1 \times 10^{17}/\text{cm}^2$  的氦离子轰击纯钨表面时, 由 SRIM 模拟结果 (表 3) 可知, 氦离子的平均射程为 43.9 nm, 因此, 短时间内可在钨表层积累极高的氦浓度, 当达到某一临界浓度后, 小尺寸的氦泡通过随机合并而长大, 导致材料表面起泡、剥落, 出现大量气孔等. 分析其主要原因可能是氦对材料表面结构的影响主要是由于氦的释放引起的. 首先氦在注入层内形成纳米量级的氦泡, 随着氦浓度继续增加或者高温条件下, 氦泡合并长大, 通过如图 9 所示的泡间断裂过程形成表皮下的大鼓泡 (图 6). 在材料的表面下方, 当气泡施加于泡壁的压强超过材料的屈服强度时, 便会发生表面起泡, 即可观察到如图 7(b)–(f) 在钨表面出现的明显突起; 随着 He 泡的逐渐长大, 表面突起越大, 当气泡内压强超过材

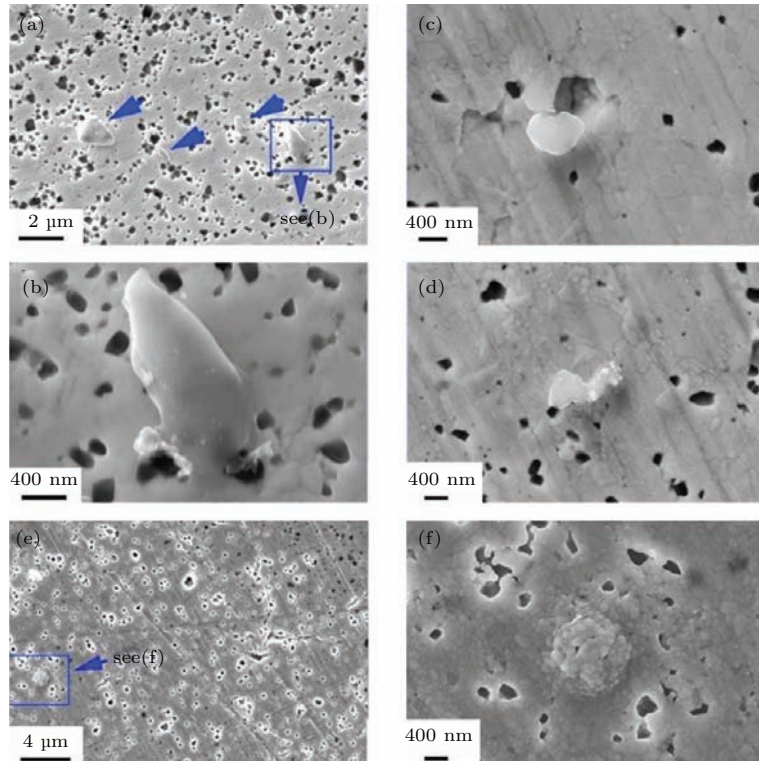


图7 氦离子注入后在钨表面形成不同形状的鼓泡 (a), (e) FESEM 低倍图; (b)–(d), (f) FESEM 高倍图  
 Fig. 7. Morphologies of helium bubbles after He<sup>+</sup> implantation in tungsten: (a), (e) Low-magnification; (b)–(d), (f) high magnification.

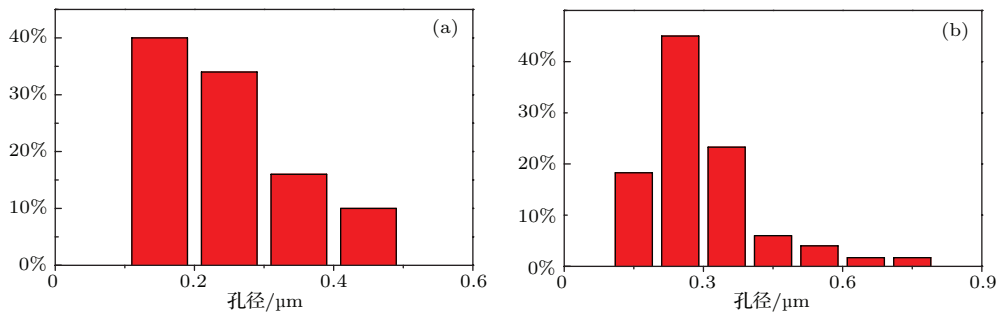


图8 表面鼓泡的孔径分布图 (a) 图7(a)的统计结果; (b) 图7(e)的统计结果  
 Fig. 8. Helium pore size distribution results obtained by nano measurer: (a) Statistics from Fig.7.(a); (b) statistics from Fig.7.(b).

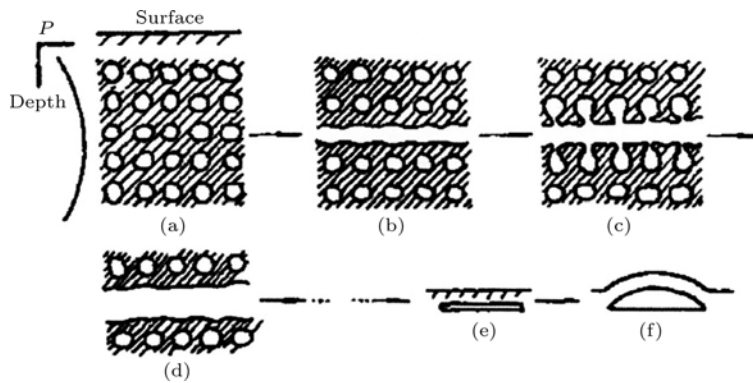


图9 泡间断裂导致表面起泡的示意图<sup>[16]</sup>

Fig. 9. Schematic of the blistering on the surface caused by fracture between bubbles<sup>[16]</sup>.

料自身的断裂强度时, 则发生泡破裂, 大量的氦也随之释放出. 其中, 较小的气泡破裂时可出现针孔, 较大的气泡破裂则会产生鳞片状剥落. 大量的孔洞等缺陷滞留在纯钨内, 必将会降低材料自身的力学性能, 并导致其使用性能的下降.

### 3.2.3 “绒毛”(fuzz)状纳米结构

文献[17—19]研究发现, 当低能量(几十eV)、高剂量或者高温(>1000 K)条件下的氦离子注入钨中时, 会在材料表面形成“绒毛”状(fuzz)或“草”状(grass)纳米结构.

本文将中等能量(15 keV)、剂量为 $1 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 、温度为600 °C的氦离子直接注入厚度仅约50 nm钨的透射电镜样品( $3 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ , 厚度小于50 nm)中时, 同样得到了“绒毛”状的纳米结构, 如图10(b)所示. 同时, 在这些绒毛状结构

里存在大量的空洞, 最大空洞的直径为22.6 nm, 最小直径为8.7 nm; 且在空洞周围和下方存在大量纳米级尺寸的氦泡. 我们已通过TEM变焦法、立体对成像技术、透射电子衍射花样分析、HRTEM、高角环形暗场-扫描透射电子显微镜等分析手段证明这些纳米级尺寸的氦泡是具有体心立方(bcc)结构的氦泡, 且氦泡在(110)晶面的面间距 $d = 0.316 \text{ nm}$ , 晶格常数为 $0.447 \text{ nm}$ [20]. Kajita等[19]推测了能量为50 eV, 剂量 $> 2 \times 10^{25} \text{ He}/\text{m}^2$ , 温度 $> 1000 \text{ K}$ 条件下“绒毛”状纳米结构形成的机理, 如图11所示. 本文通过TEM样品直接注入氦离子, 用实验结果证明了该机理.

1) 氦离子注入后将在钨中形成大量纳米级尺寸的过压氦泡, 同时产生大量的空位与氦原子形成He-V团簇, 此过程为氦泡合并和长大提供动力;

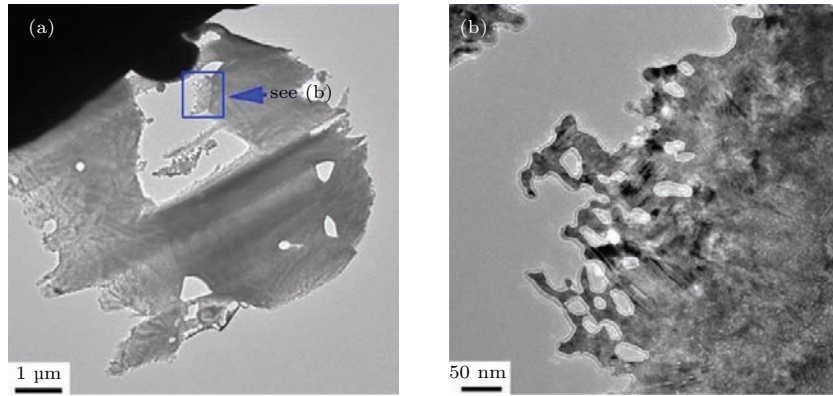


图10 氦离子注入后透射电镜W后形成纳米绒毛状结构 (a) 低倍; (b) 高倍

Fig. 10. TEM micrographs of nanostructured W after  $\text{He}^+$  implantation: (a) Low-magnification; (b) high magnification.

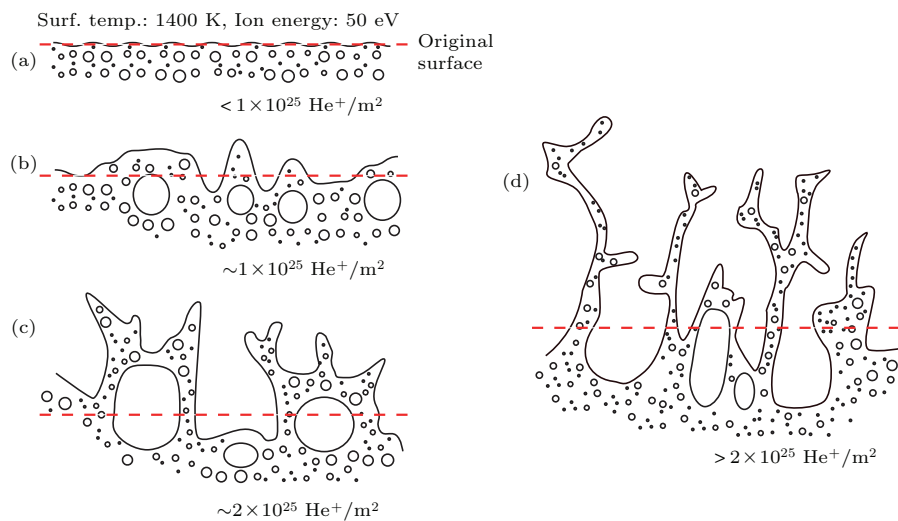


图11 氦粒子辐照后钨表面纳米结构的形成过程示意图[19]

Fig. 11. A schematic representation of the fiber form nanostructure formation process[19].



2) 随着氦泡的合并, 表面原子快速扩散, 当氦泡的压强超过材料自身的屈服强度和断裂强度时, 将导致材料表面起泡突起、氦泡破裂形成孔洞、表面溅射形成凹陷等缺陷, 而这些缺陷是形成“绒毛”(fuzz) 状纳米结构的“种子”(seed);

3) 同时, 在突起、孔洞、凹陷等缺陷的下方, 大量新的氦泡不断合并长大, 当它们扩散至材料表面时, 导致表面形貌进一步改变——突起的边缘更尖锐、凹陷程度加深形成类似“柱状”(pillar-like) 的复杂结构; 此外, 在突起内部, 随着氦离子的不断注入, 氦泡不断膨胀破裂导致“柱状”结构更细更长; 此过程会导致材料发生肿胀, 降低纯钨的服役性能。

由氦离子注入后在钨中形成“绒毛”结构 HRTEM(图 12(a) 和图 12(c)) 可知, 在“绒毛”状结

构中存在大量的层错。造成这些层错的原因是氦离子注入钨后, 在形成氦泡的过程中, W 原子被挤出晶格位置成为填隙原子, 氦泡不断长大破裂后形成“绒毛”状纳米结构, 而填隙原子 W 则塞积形成层错。

## 4 结 论

1) 通过 SRIM 程序模拟计算能量为 15 keV 氦离子注入纯钨中的深度及浓度分布。其结果表明, 氦离子的平均射程为 43.9 nm, 75% 以上的氦离子都留在钨中, 每个氦离子造成的空位高达 47, 而平均每个氦离子溅射出的钨原子仅为 0.06。

2) 本文将纯钨片 (5 mm × 5 mm × 0.5 mm) 和 TEM 样品分别进行氦离子注入, 注入条件为能量 15 keV、剂量  $1 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ 、温度为 600 °C。纯钨经氦离子注入后在表面产生如下损伤: 氦离子注入后会对纯钨表面造成严重的损伤, 主要为大量形状较为规则的细孔, 其中最大孔径为 0.43  $\mu\text{m}$ , 最小为 90 nm, 且在氦孔的下方存在较大尺寸的起泡; 氦离子注入纯钨后, 除在钨表面形成大量的空洞以外, 局部还存在不同形状的鼓泡, 其中最大的鼓泡直径可达 1.68  $\mu\text{m}$ ; 氦离子直接注入钨的 TEM 样品后, 会在钨中形成大量“绒毛”状纳米结构, TEM 分析表明结构中伴有大量层错, 同时, 在这些绒毛状结构里存在大量的细孔, 最大细孔的直径为 22.6 nm, 最小直径为 8.7 nm; 且在细孔周围和下方存在大量纳米级尺寸的氦泡。

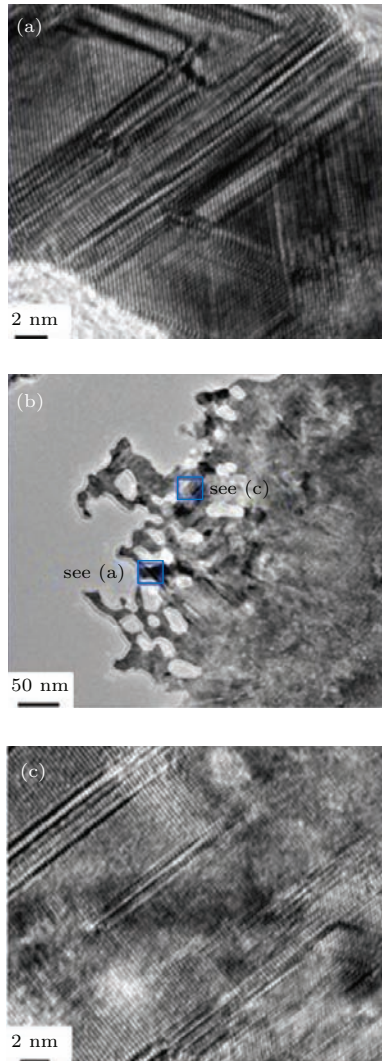


图 12 氦离子注入后在钨中形成“绒毛”结构 HRTEM (a), (c) 高倍; (b) 低倍

Fig. 12. HRTEM micrographs of nanostructured W: (a), (c) Low-magnification; (b) high magnification.

## 参考文献

- [1] Hao J K 2007 *Fusion Reactor Material* (Beijing: Chemical Industry Press) p12 (in Chinese) [郝嘉琨 2007 聚变堆材料 (北京: 化学工业出版社) 第 12 页]
- [2] Xia M, Yan Q Z, Xu L, Guo H Y, Zhu L X, Ge C C 2013 *J. Nucl. Mater.* **434** 85
- [3] Xia M, Yan Q Z, Xu L, Zhu L X, Guo H Y, Ge C C 2013 *J. Nucl. Mater.* **430** 216
- [4] Andreani R, Diegele E, Laesser R, van der Schaaf B 2004 *J. Nucl. Mater.* **329–333** 20
- [5] Morenzo B, Edgar B, Karin B, Luigi D P, Robin F, Luciano G, Stephan H, Claudio N, Prachai N, Aldo P, Neill T, David W 2005 *Fusion Eng. Des.* **75–79** 1173
- [6] Maisonnier D, Cook I, Pierre S, Lorenzo B, Luigi D P, Luciano G, Prachai N, Aldo P 2006 *Fusion Eng. Des.* **81** 1123



- [7] Lässer R, Baluc N, Boutard J L, Diegele E, Dudarev S, Gasparotto M, Möslang A, Pippin B, Riccardi B, van der Schaaf B 2007 *Fusion Eng. Des.* **82** 511
- [8] Linke J, Akiba M, Bolt H, Breitbach G, Duwe R, Makhankov A, Ovchinnikov I, Rödiger M, Wallura E 1997 *J. Nucl. Mater.* **241–243** 1210
- [9] Singheiser L, Hirai T, Linke J, Pintsuk M, Rödiger M 2009 *Trans. Indian Inst. Metals.* **62** 123
- [10] Philipps V 2011 *J. Nucl. Mater.* **415** S2
- [11] Song B, Guo L P, Li M, Li C J, Ye M S, Fu D J, Fan X J 2007 *Nuclear Techniques* **30** 777 (in Chinese) [宋搏, 郭立平, 黎明, 李传佳, 叶明生, 付德军, 范湘军 2007 核技术 **30** 777]
- [12] Yu J N, Sha J J, Yu G 2013 *Proceedings of the 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-16)* Beijing, China, October 20–26, 2013
- [13] Ziegler J F, Biersack J P, Littmark U 1985 *Ion Implantation Science and Technology* (New York: Academic Press) p51
- [14] Wang T Q, Shen Y P, Zhang R Q, Wang S W, Zhang S F 2000 *High Power Laser and Particle Beams* **12** 339 (in Chinese) [王同权, 沈永平, 张若棋, 王尚武, 张树发 2000 强激光与粒子束 **12** 339]
- [15] Wang P X, Song J S 2002 *Material of Helium and Tritium Permeation* (Beijing: National Defence Industry Press) p30 (in Chinese) [王佩璇, 宋家树 2002 材料中的氦及氚渗透 (北京: 国防工业出版社) 第30页]
- [16] Hartley F R 1973 *The Chemistry of Platinum and Palladium: with Particular Reference to Complexes of the Elements* (London: Applied Science Publishers) p5334
- [17] Kajita S, Sakaguchi W, Ohno N, Yoshida N, Saeki T 2009 *Nucl. Fusion* **49** 95005
- [18] Cipiti B B, Kulcinski G L 2005 *J. Nucl. Mater.* **347** 298
- [19] Kajita S, Yoshida N, Yoshihara R, Ohno N, Yamagiwa M 2011 *J. Nucl. Mater.* **418** 152
- [20] Xia M, Guo H Y, Dai Y, Yan Q Z, Guo L P, Li T C, Qiao Y, Ge C C 2014 *Chin. Phys. B* **23** 127806

# Microstructure of medium energy and high density helium ion implanted tungsten\*

Guo Hong-Yan<sup>1)2)</sup> Xia Min<sup>2)†</sup> Yan Qing-Zhi<sup>2)</sup> Guo Li-Ping<sup>3)</sup>  
Chen Ji-Hong<sup>3)</sup> Ge Chang-Chun<sup>2)‡</sup>

1) (*State Key Laboratory for Geomechanics and Deep Underground Engineering, China University of Mining and Technology, Beijing 100083, China*)

2) (*Institute of Special Ceramics and Powder Metallurgy, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China*)

3) (*Accelerator Laboratory, School of Physics and Technology, Wuhan University, Wuhan 430072, China*)

( Received 21 September 2015; revised manuscript received 25 January 2016 )

## Abstract

Bulk tungsten and tungsten transmission electron microscopy (TEM) lamella are implanted with 15 keV helium ions at about 873 K to study the microstructure evolution. The samples are implanted to about  $1 \times 10^{17}$  He<sup>+</sup>/cm<sup>2</sup>. The projected range of the helium ion in tungsten is about 43.9 nm, calculated with the stopping and range of ions in matter program (the SRIM code). The density of pores with diameters ranging from 90 nm to 430 nm is detected on the surface of helium implanted bulk tungsten by field emission scanning electron microscopy. Blistering is also observed on the surface of helium implanted bulk tungsten. The TEM results indicate that fuzz microstructure is formed in helium implanted tungsten TEM lamella, and stacking faults and micro-pores are observed in the fuzz structure. Besides, the density of nano-scaled helium bubbles is detected around the micro-pores.

**Keywords:** tungsten, medium energy and high density He<sup>+</sup> implanted, helium bubbles, microstructures

**PACS:** 78.70.-g, 78.90.+t, 21.90.+f

**DOI:** [10.7498/aps.65.077803](https://doi.org/10.7498/aps.65.077803)

---

\* Project supported by the National Basic Research Program of China (Grant Nos. 2010GB109000, 2014GB123000).

† Corresponding author. E-mail: [xmdsg@ustb.edu.cn](mailto:xmdsg@ustb.edu.cn)

‡ Corresponding author. E-mail: [ccge@mater.ustb.edu.cn](mailto:ccge@mater.ustb.edu.cn)