

文章编号: 1007-4627(2013)02-0206-08

He 离子注入引起的高纯钨硬化

崔明焕^{1,2}, 王志光¹, 姚存峰¹, 申铁龙^{1,2}, 李炳生¹, 庞立龙¹,
金运范¹, 李锦钰¹, 朱亚滨¹, 孙建荣¹

(1. 中国科学院近代物理研究所, 甘肃 兰州 730000;

2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: 完成了不同注量或温度下 100 keV 的 He 离子注入高纯钨的实验, 并利用纳米压痕技术测量了材料的微观力学性能。所有注入样品的纳米硬度值都高于未注入样品的纳米硬度值。对于室温注入样品, 随着注量的增加, 样品抗弹性变形能力下降; 当注量不高于 5×10^{17} ions/cm² 时, 钨的纳米硬度峰值随着注量的增加而增加; 注量为 1×10^{18} ions/cm² 的钨样品的纳米硬度峰值反而降低。高温注入样品的抗弹性变形能力优于室温注入样品的抗弹性变形能力; 随着注入温度的增加, 样品的平均纳米硬度值和弹性模量略有下降。分析讨论了 He 注入钨硬化和抗弹性形变能力降低的可能原因。

关键词: He 注入; 高纯钨; 纳米压痕; 表面硬化

中图分类号: O341; O571.33 **文献标志码:** A **DOI:** 10.11804/NuclPhysRev.30.02.206

1 引言

核能的发现和应用是 20 世纪最伟大的科技成就之一, 受控热核聚变能是公认的有效解决人类未来能源需求的主要途径^[1]。材料问题关系到聚变堆和第 4 代反应堆等先进核能装置的建造和安全运行。近年来, 随着先进核能系统如第 4 代反应堆和聚变堆研究工作的推进, 与反应堆相关的材料问题的研究愈加受到人们的重视^[2]。

钨由于具有高热导率、高熔点和高物理溅射阈能等优越性能, 是聚变堆中制备偏滤器的重要候选材料之一^[1, 3-6]。作为偏滤器材料, 钨材料将面临高温、强电磁辐射、H 同位素/He 等离子体轰击和中子辐照等严酷的环境^[6-9]。14 MeV 的中子辐照会在钨中产生离位损伤, 并与钨发生(n, α)核反应产生 He 等。离位损伤和气体的共同存在通常会改变材料的微结构, 从而影响材料的物理和机械性能。例如, 经过高能质子辐照的纯钨样品的硬度增加^[10], 不仅与辐照产生的离位损伤有关, 还与嬗变反应产生的 He 有关。因

此, 钨中 He 行为的研究备受关注。近年来发表的结果主要关注钨中缺陷的聚集过程^[7]、He 的滞留和热释放^[6, 9]、He 孔洞或泡的形成和长大^[4]等 He 行为。研究表明, keV 能量的 He 离子注入使钨近表面产生严重的损伤层, 这将严重影响材料的力学性能。由于低能离子注入效应仅仅发生在材料的表面或近表面, 很难用拉伸和冲击等常规方法检测材料的力学性能变化。近年来迅速发展起来的纳米压痕技术为检测材料表层力学性质 (主要是硬度) 提供了可能性^[11-12]。由于金属材料的硬度与其强度有一定的关系^[12-13], 因此通过钨表面的纳米压痕测试, 就可演绎出其力学性能随深度的分布。本文对不同实验条件 (注量和注入温度) 下 He 离子轰击粉末冶金高纯钨引起的硬度和弹性模量变化进行了观测, 并对其机理进行了讨论。

2 实验

2.1 He 离子注入实验

实验所用样品为纯度优于 99.99% 的粉末冶金轧

收稿日期: 2012-07-20; 修改日期: 2012-09-17

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(10835010, 91026002, 11105190); 国家重点基础研究发展计划项目(973计划)(2010CB832902); 国家磁约束核聚变能研究专项资助(2009GB106006)

作者简介: 崔明焕(1986-), 女, 河南新乡人, 博士研究生, 从事粒子物理与原子核物理研究; E-mail: mhcu@impcas.ac.cn.

通信作者: 王志光, E-mail: zhwang@impcas.ac.cn

<http://www.npr.ac.cn>

制多晶钨, 所含的主要杂质有 12.414 8 wppm (parts per million by weight, 重量的百万分之一) 的 Mo、4.165 1 wppm 的 Fe、2.492 wppm 的 Cr 和 0.965 9 wppm 的 Ni 等。材料在 1400 °C 下退火 1 h, 后经电火花切割成 ~10 mm×10 mm×3.3 mm 的块状样品。表面经机械抛光处理, 并依次在丙酮、酒精和去离子水中经超声波清洗。100 keV He⁺ 注入实验是在中国科学院近

代物理研究所的 320 kV 多学科高电荷态离子综合研究平台上完成的。注入过程中, 样品托的温度为室温 (room temperature, 简称 RT)~800 °C, 注量为 $5 \times 10^{16} \sim 1 \times 10^{18}$ ions/cm² (注入参数见表 1)。用蒙特卡罗程序 SRIM-2008^[14] 模拟, 取原子离位阈能 E_d 为 90 eV^[9], 得到了对应的离位损伤峰值和其峰位以及 He 浓度峰值和其峰位, 具体见表 1。图 1 给出了注

表 1 He⁺注入高纯钨实验参数

注入温度/ °C	剂量/ (ions/cm ²)	离位损伤峰位/ nm	离位损伤峰值/ dpa	He 浓度峰位/ nm	He 浓度峰值/(atom%)
RT	5×10^{16}	186	1.4	222	3.65
	1×10^{17}	186	2.8	222	7.3
	5×10^{17}	186	14	222	36.5
RT, 400, 600, 800	1×10^{18}	186	28	222	73

量为 1×10^{17} ions/cm² 时 He 离子在纯钨中引起的离位损伤 (displacement per atom, 简称 dpa) 及 He 离子浓度随入射离子射程的分布。

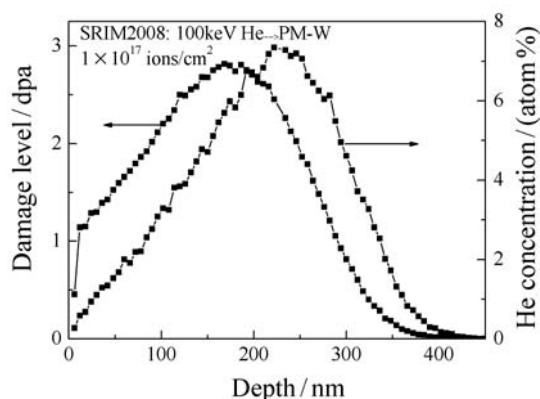


图 1 SRIM-2008 模拟得到的纯钨中注入 1×10^{17} ions/cm² 的 100 keV He 离子后离位损伤和 He 浓度随深度的分布

2.2 纳米压痕测试

样品的纳米压痕测试是在中国科学院苏州纳米

技术与纳米仿生研究所分析测试平台的 Nano Indenter G200 纳米压痕仪上完成的。测试采用连续刚度法, 由此获得了硬度和弹性模量随压入深度的连续变化关系。测试中, 每个样品选取 6 个压入点, 每个点的最大压入深度为 500 nm, 每个样品的测试结果均为 6 个压入点的测试结果的平均值, 测试温度为室温。

纳米压痕方法主要是通过测量加卸载过程中压针作用力和位移, 从而获得样品的模量和硬度等^[15-16]。图 2(a) 给出了纳米压痕实验中载荷 P 与压入深度 h 的关系。加载过程中, 试样首先发生弹性变形, 而后随着载荷的增加, 试样开始发生塑性变形, 相应的加载曲线呈非线性; 卸载曲线则反映了被测物体的弹性恢复过程。图 2(b) 给出了加卸载过程中压痕剖面的变化。在压头压入样品的过程中, 压痕深度为 h , 产生的同压针形状相一致的压痕接触深度为 h_c 和接触圆半径为 a ; 在压针退出过程中, 弹性位移恢复, 残余深度为 h_f 。

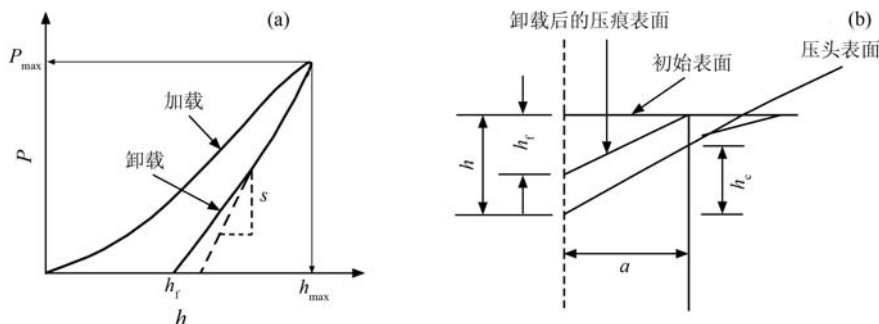


图 2 纳米压痕测试的加卸载过程

(a) 载荷与压入深度的关系, (b) 加卸载过程中压痕剖面的变化。

根据弹性接触理论^[15-16], 被测材料的硬度和弹性模量可以分别表示为

$$H = \frac{P}{A}, \quad (1)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{\sqrt{\pi S}}{2\beta\sqrt{A}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad (2)$$

式中: P 为任意压痕深度的实时载荷; A 为载荷 P 作用下接触表面的投影面积; E_r 为复合弹性模量; E 和 ν 分别为被测材料的弹性模量和泊松比, 对于金属钨, 取 ν 为 0.28^[17]; E_i 和 ν_i 分别为压头材料的弹性模量和泊松比, 对于我们选用的 Berkovich 压针, 其 E_i 和 ν_i 分别为 1 141 GPa 和 0.07; S 为卸载曲线起始点的斜率, 即接触刚度。

对于理想的三棱锥压针, 投影面积 A 一般为

$$A \approx 24.56h_c^2 = 24.56\left(h - \varepsilon \frac{P}{S}\right)^2, \quad (3)$$

其中: ε 为与压针形状有关的常数; 对于球形或三棱锥形 (Berkovich) 压针, $\varepsilon=0.75$ 。

连续刚度测试采取了文献[15]介绍的、由 Pethica, Oliver 和 Pharr 等提出的原理。该原理是将相对较高频率 (如 45 Hz) 的小简谐力叠加在准静态的加载信号上, 测量压头的简谐响应, 简谐力控制着位移的波动, 维持的典型值为 1~2 nm。试样的接触刚度定义为

$$S = \left[\frac{1}{\frac{F_0}{Z_0} \cos \varphi - (K_s - m\omega^2)} - \frac{1}{K_f} \right]^{-1}, \quad (4)$$

其中: K_f , K_s , m 和 D_i 均为仪器本身的参数; ω 为简谐力的角频率, 为实验设置参数; F_0 , Z_0 和 φ 分别是激励载荷幅值、位移幅值和位移滞后载荷的相位角, 均由实验测量得到。因此, 加载过程中接触刚度的连续测量实现了硬度和弹性模量随压痕深度变化的连续测量。

3 结果和讨论

3.1 注量相关性

图 3(a) 给出了未注入钨样品和室温下 100 keV 的 He 离子注入钨样品的纳米硬度值随深度的变化曲线。未注入样品的纳米硬度随着压入深度的增加缓慢减小, 表现出钨的压痕尺寸效应。根据几何必需位错 (geometrically necessary dislocation) 原理^[18-20],

得到硬度与压痕深度 h 的关系为

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}, \quad (5)$$

其中: H 是压入深度为 h 时的硬度; H_0 是无限深度处的硬度; h^* 是与压头形状有关的特征长度。由式 (5) 可知, 随着压入深度 h 的增加, 硬度 H 呈减小的趋势。从图 3(a) 还可以看出, 所有注入样品的纳米硬度随深度都呈先增加后减小的趋势, 且其硬度峰位浅于其离位损伤峰位和 He 浓度峰位。这与离子注入其他金属样品的纳米硬度测试结果是一致的^[10, 21-22]。在压针压入样品的过程中, 样品会发生塑性变形。样品中的离子注入层会阻碍塑性变形区的扩展, 从而增加变形区的应变。由于应变硬化, 样品的硬度会增加。注入层开始发生形变后样品的硬度会逐渐降低, 直至压头穿透注入层后, 样品的硬度值与未注入样品的硬度值变成一样^[21]。因此, 样品的硬度峰值变化可定性反映 He 离子注入样品的力学性能的变化, 室温下不同注量样品的硬度峰值和峰位变化见图 3(b)。

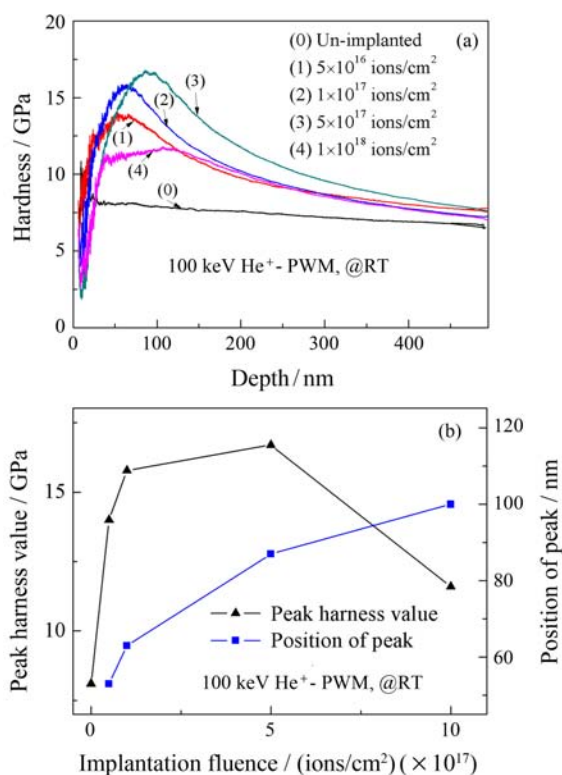


图 3 (在线彩图) 室温下 He⁺ 注入高纯钨样品的纳米硬度的注量相关性

(a) 样品的纳米压痕硬度随深度的变化, (b) 峰值和峰位随注量的变化。

所有注入样品的纳米硬度峰值都高于未注入样品的纳米硬度值,说明 He 离子注入钨中出现了硬化效应。当注量不超过 5×10^{17} ions/cm² 时,随着注量的增加,样品的纳米硬度峰值升高。当注量增加至 1×10^{18} ions/cm² 时,样品的纳米硬度峰值降低,其值介于注量为 5×10^{16} ions/cm² 的样品和未注入样品的纳米硬度峰值之间;同时,在距离表面 50~150 nm 范围内,样品的纳米压痕硬度之变化很小。我们称这样的区域为硬度的平台区。

室温下 He 离子注入钨的过程中,钨中会产生空位、自间隙原子、He 间隙子以及它们的团簇结构,如间隙原子位错环,He-空位(V)复合体或 He 泡等。当注量不超过 5×10^{17} ions/cm² 时,样品损伤层中的缺陷主要是间隙型位错环和透射电镜分辨不出的 He-V 复合体或埃/纳米尺寸的 He 泡等简单缺陷^[7, 9]。随着注量的增加,样品损伤层中的位错环的密度和尺寸呈增加的趋势^[7],空位型缺陷增多^[9]或者 He-V 复合体通过不断俘获注入的 He 离子,增加其内压力并对周围施加应力^[11]。注量为 1×10^{18} ions/cm² 的样品损伤层中的缺陷主要是间隙型位错环和透射电镜可观测到的密集小 He 泡,因为其损伤层中的 He 浓度高于文献^[7]中给出的钨中形成透射电镜可观察的 He 泡时的临界浓度(~60 atom%)。此外,所有注入样品的损伤层均未发生非晶化。

室温注入样品的硬度与样品损伤层中形成的缺陷有关。位错环和小体积的缺陷(如透射电镜分辨不出的 He-V 复合体或埃/纳米尺寸的 He 泡等)作为钉扎点会阻碍位错的移动^[10, 23],这种阻碍作用要大于完美晶格对位错的阻碍作用,所以对材料的硬度具有正的贡献^[20]。样品损伤层中的缺陷的密度或者尺寸越大,损伤层的硬度就越大。缺陷导致的应力存在于样品的损伤层时,运动的位错在尚未遇到钉扎点时就会通过应力场感受到钉扎点的存在。所以应力也会增加样品的硬度。当样品损伤层中形成透射电镜可观察的 He 泡时,样品损伤层中出现了硬度的平台区。这表明样品近表面形成了较厚且较均匀的损伤层。损伤层变宽,可能有以下两种原因:(1)注量较高时,He 会沿着浓度梯度方向扩散传输^[3];(2)高注量样品中存在的高浓度 He 可能导致样品近表面发生气体肿胀^[3]。变宽的损伤层中的缺陷密度减小,缺陷对硬度的增强作用有所减弱,从而样品的平均纳米硬度值减小。因此,

经过 100 keV 的 He 离子注入的钨样品,其平均硬度的变化受到注入产生的缺陷的密度和大小、应力以及损伤层的宽度等因素的影响,而这些均与注量有关。

此外,随着注量的增加,纳米硬度的峰位向样品深处移动。根据文献^[21]报道,如离子注入 Fe 样品的压痕处的截面形貌所示,压头接近样品的注入层时,注入层就会发生塑性变形,发生塑性变形的起始深度就对应硬度的峰位。室温下 He 离子注入钨样品的纳米硬度峰位随着注量的增加向样品深处移动,这是因为硬度峰位主要与纳米压痕测试中影响区的硬度值积分有关^[22]。当压入深度为 h 时,影响区范围可能为 $10 \times h$,测量得到的硬度就是这个区域的积分平均值^[22]。随着注量的增加,注入层变宽可使硬度积分平均值最大的区域变宽,从而样品的纳米硬度峰位向更深处移动。

图 4(a) 给出了未注入钨样品和室温下 100 keV 的 He 离子注入钨样品的弹性模量随深度的分布曲线。

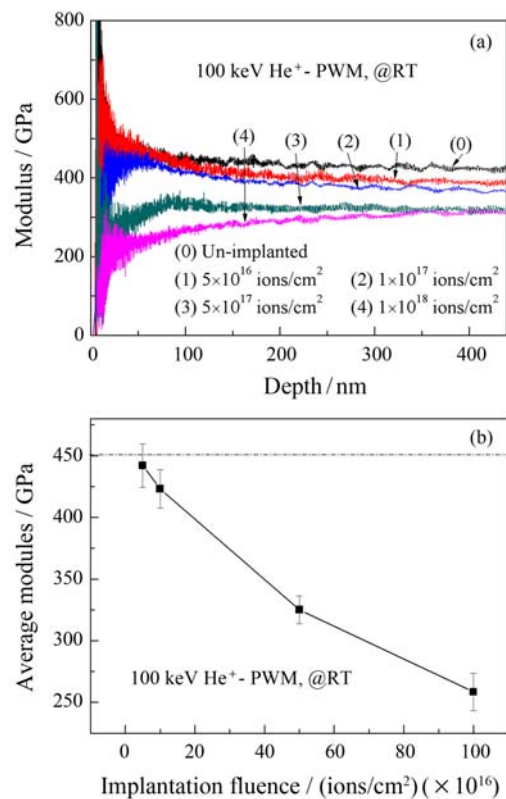


图 4 (在线彩图)室温下 He⁺ 注入高纯钨样品的弹性模量的注量相关性

(a) 样品的弹性模量随深度的变化, (b) 在距表面 50~150 nm 范围内的平均值随注量的变化(虚线对应未注入样品)。

在样品表面 ~50 nm 范围内,样品的弹性模量随深度

的增加而陡然增高,且不确定度很大,可能是由于表面缺陷或表面极小位移内的测量误差引起的。与纳米硬度曲线不同,样品的弹性模量随深度分布变化没有明显的峰值。样品的弹性模量在距表面 50~150 nm 范围内的平均值随注量变化示于图 4(b) 中。可见,所有注入样品的弹性模量都低于未注入样品的弹性模量,说明注入 He 离子后样品的金属间结合力和抗弹性变形能力减弱;随着注量的增加,样品的弹性模量单调减小。

材料的弹性模量与其键合方式或者原子间相互作用力有关。损伤层中缺陷的存在增加了样品损伤层中应力或应变。应变增加实质上是晶格常数的膨胀或原子间距的增加。样品损伤层中的原子间距增加,原子间相互作用力减弱,从而使样品的平均弹性模量减小。因此,经过 100 keV 的 He 离子注入的钨样品,其弹性模量变化受注入产生的应变大小的影响,而这也与注量有关。

3.2 温度相关性

图 5(a) 给出了未注入钨样品和注量为 1×10^{18} ions/cm² 的钨样品在不同注入温度 (RT, 400, 600 和 800 °C) 时的纳米硬度值随深度的变化曲线。从图中可以看出,不同温度下的注入样品的纳米硬度值都高于室温下未注入样品的纳米硬度值,说明与室温下注入样品一样,高温注入样品也出现了明显的硬化现象。图 5 (b) 更直观地给出了不同温度注入样品的纳米压痕硬度在距表面 50~150 nm 范围内的平均值,其中,虚线对应的硬度值为未注入钨样品纳米硬度平均值。高温注入样品的平均纳米硬度值高于室温注入样品的平均纳米硬度值,且高温注入样品的纳米硬度曲线中没有出现类似室温注入样品的硬度平台区。高温注入样品的纳米硬度峰值基本不变;在距离表面 50~200 nm 的范围内,随着注入温度由 400 °C 增加到 800 °C,样品的纳米硬度值呈下降的趋势,但不是很明显。

对于注量为 1×10^{18} ions/cm² 的钨样品,样品损伤层的缺陷主要是间隙型位错环和透射电镜可观察的 He 泡等^[7]。当注入温度增至 400 °C 及以上时,样品中空位将变得可移动^[24]。随着注入温度的增加,He 泡通过吸收移动的空位形核并长大,同时 He 泡和位错环等缺陷的密度下降^[7]。同时,高温注入过程

中 He 原子的扩散系数较大,其从各种俘陷状态的解离和从表面的释放变得明显。

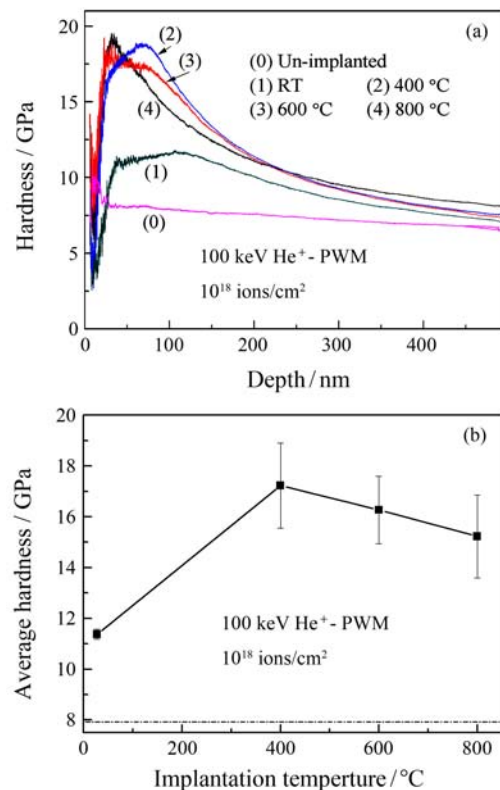


图 5 (在线彩图) 不同温度下注量为 1×10^{18} ions/cm² 时 He⁺ 注入高纯钨样品的纳米硬度的温度相关性

(a) 样品的纳米压痕硬度随深度的变化, (b) 在距表面 50~150 nm 范围内的硬度平均值随注入温度的变化 (虚线对应未注入样品)。

高温注入样品的硬度也与样品损伤层中形成的缺陷有关。高温样品中没有出现类似于室温注入样品中的硬度平台区,这可能是因为高温样品中没有形成较宽较均匀的损伤层。高温注入样品的损伤层比室温注入样品的要窄,这就导致高温注入样品损伤层中的缺陷密度相对较高。因此高温注入样品的硬度高于室温注入样品的硬度。He 泡和位错环等缺陷密度的降低会减弱对运动的位错的钉扎作用,从而使样品的平均硬度值减小。He 泡体积较大时,运动的位错可以切过 He 泡。这种情况下,He 泡越大对位错的阻碍作用越小,从而减弱了缺陷对样品的平均硬度的贡献。因此,在注入温度为 400~800 °C 的范围内,高温注入样品的硬度是缺陷密度和大小变化的共同结果。此外,空位等缺陷向表面迁移可能导致高温注入样品的纳米硬度峰值向表面移动。这些都与注入温度有关。

图 6(a) 给出了未注入钨样品和注量为 1×10^{18} ions/cm² 的钨样品在不同注入温度 (RT, 400, 600 和 800 °C) 时的弹性模量随深度的变化。弹性模量随深度的变化规律与室温注入样品的类似。高温注入样品的弹性模量也均低于未辐照样品的弹性模量, 说明高温注入 He 离子也减弱了样品的金属间结合力和抗弹性变形能力。图 6(b) 直观地给出了不同注入温度样品的弹性模量在距表面 50~150 nm 范围内平均值随注入温度的变化规律, 虚线对应未注入样品的弹性模量平均值。可以看出, 高温注入样品的弹性模量介于室温注入样品的和未注入样品的弹性模量之间, 说明高温注入样品的抗弹性变形能力优于室温注入样品的抗弹性形变能力; 同时, 高温注入样品的平均弹性模量随着注入温度的增加而降低。

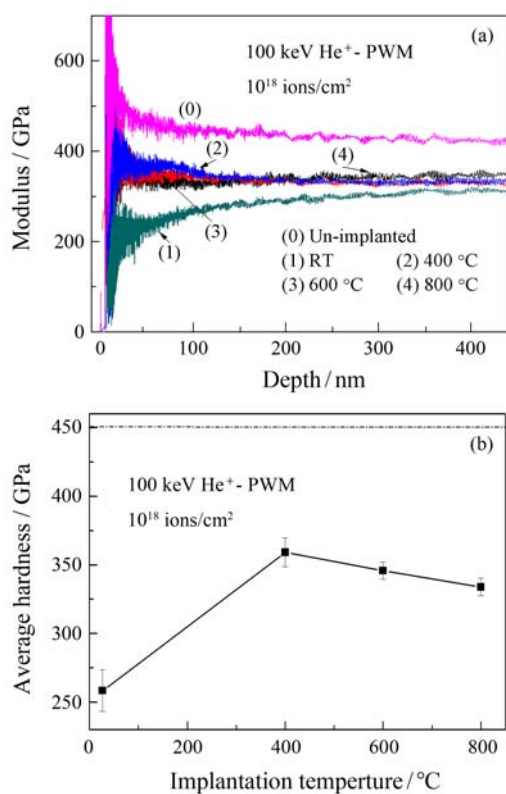


图 6 (在线彩图) 不同温度下注量为 1×10^{18} ions/cm² 时 He⁺ 注入高纯钨样品的弹性模量的温度相关性

(a) 样品的弹性模量随深度的变化, (b) 在距表面 50~150 nm 范围内的弹性模量平均值随注入温度的变化 (虚线对应未注入样品)。

高温注入过程中 He 原子的释放会引起 Frenkel 对的复合, 晶格畸变程度比室温注入样品的要小。所以, 高温注入样品损伤层中原子间相互作用力增加,

这将导致高温注入样品的平均弹性模量比室温注入样品的高。由于 He 泡的弹性模量远小于金属的弹性模量^[25], 所以当 He 泡存在于损伤层中时, 样品的平均弹性模量也会有所降低。He 泡的体积越大, 弹性模量越小。因此, 高温注入样品的弹性模量是受损伤层的晶格畸变程度和 He 泡大小的共同影响的, 且在近表面区域 He 泡的大小起着主导作用。晶格畸变程度和 He 泡的大小都与注入温度有关。

4 结论

基于以上的实验结果和讨论, 可以得到如下结论:

(1) 较之未注入样品, 经过 100 keV 的 He 离子注入后的钨样品的纳米硬度值均有所增加; 样品的弹性模量均有所降低, 抗弹性形变能力减弱。

(2) 样品的硬度主要是样品中缺陷的种类、大小和密度等的函数, 与注量和注入温度有关。室温下, 当注量不超过 5×10^{17} ions/cm² 时, 随着注量的增加, 钨样品的纳米硬度值升高; 注量增加至 1×10^{18} ions/cm² 时, 其纳米硬度值减小且出现了硬度平台区。高温下注量为 1×10^{18} ions/cm² 时, 样品的硬度值高于室温注入样品的硬度值; 随着注入温度由 400 °C 升高到 800 °C, 样品的硬度值略有降低。

(3) 样品的弹性模量主要是样品中原子间相互作用力、He 泡密度和大小函数的函数, 与注量和注入温度有关。注入样品的抗弹性形变能力随着注量或注入温度的增加而降低, 高注量时高温注入样品的弹性模量优于室温注入样品的。

致谢 作者感谢兰州重离子加速器国家实验室 ECR 离子源 320 kV 多学科高电荷态离子综合研究平台运行组人员在辐照实验中的帮助和中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所测试分析平台在纳米压痕测试方面提供的服务。

参考文献(References):

- [1] ZHOU Zhangjian, ZHONG Zhihong, SHEN Weiping, *et al.* Mat Rev, 2005, **19** (12): 5.(in Chinese)
(周张健, 钟志宏, 沈卫平, 等. 材料导报, 2005, **19**(12): 5.)
- [2] ZHANG Chonghong. Nuclear Physics Review, 2006, **23**(2): 167.(in Chinese)

- (张崇宏, 原子核物理评论, 2006, **23**(2): 167.)
- [3] CHERNIKOV V N, LAKHOTKIN J V, ULLMAIER H, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 1994, **212**: 375.
- [4] OHNO N, KAJITA S, NISHIJIMA D, *et al.* J Nucl Mater, 2007, **363**: 1153.
- [5] GUO Shuangquan, GE Changchun, ZHOU Zhangjian, *et al.* Mat Rev, 2010, **24**(3): 93 (in Chinese)
(郭双全, 葛昌纯, 周张健, 等. 材料导报, 2010, **24**(3): 93.)
- [6] FU Z, YOSHIDA N, IWAKIRI H, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 2004, **329–333**: 692.
- [7] IWAKIRI H, YASUNAGA K, MORISHITA K, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 2000, **283–287**: 1134.
- [8] YOSHIDA N, IWAKIRI H, TOKUNAGA K, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 2005, **337–339**: 946.
- [9] DEBELLE A, BARTHE MF, SAUVAGE T, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 2007, **362**(2/3): 181.
- [10] MALOY S A, JAMES M.R., SOMMER W. *et al.* Journal of Nuclear Materials, 2005, **343**: 219.
- [11] IWAKIRI H, WAKIMOTO H, WATANABE H, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 1998, **258–263**: 873.
- [12] CHEN Chang'an. Study on Helium Behavior of Aluminum and Stainless steel[D]. Mianyang: Chinese Academy of Engineering Physics, 2003: 100.(in Chinese)
(陈长安. 铝和不锈钢中氦行为研究[D]. 绵阳: 中国工程物理研究院, 2003: 100.)
- [13] DAI Lianjin. Measurement Technique of mechanics[M]. Beijing: China Metrology Publishing House, 1996: 152 (in Chinese)
(戴莲瑾. 力学计量技术[M]. 北京: 中国计量出版社, 1996: 152.)
- [14] ZIEGLER J F, BIRSACK J P, LITTMARK U. The Stopping and Range of Ions in Solids/[EB/OL]. [2012-06-15]. <http://www.srim.org>.
- [15] ZHANG Taihua, YANG Yemin. Advances in Mechanics, 2002, **32**(3): 349. (in Chinese)
(张泰华, 杨业敏. 力学进展, 2002, **32**(3): 349.)
- [16] ZHANG Taihua, YANG Yemin, Modern Scientific Instruments, 2002(01): 32 (in Chinese)
(张泰华, 杨业敏. 现代科学仪器, 2002(01): 32.)
- [17] SMID I, AKIBA M, VIEIDER G, *et al.* Journal of Nuclear Materials, 1998, **263**: 160.
- [18] NIX W D, GAO H J. J Mech Phys Solids, 1998, **46**(3): 411.
- [19] LI Ming, WEN Shizhu. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2003, **39**(3): 142.(in Chinese)
(黎明, 温诗铸. 机械工程学报, 2003, **39**(3): 142.)
- [20] ZHANG Yong, ZHANG Chonghong, ZHOU Lihong, *et al.* Acta Phys Sin, 2010, **59**(6): 4130.(in Chinese)
(张勇, 张崇宏, 周丽宏, 等. 物理学报, 2010, **59**(6): 4130.)
- [21] TANIGUCHI S, KITAHARA A, WAKAYAMA S, *et al.* Nucl Instr and Meth B, 2001, **175–177**: 647.
- [22] PELLETIER H, MILLE P, CORNET A, *et al.* Nucl Instr and Meth B, 1999, **148** (1/4): 824.
- [23] XU C L, ZHANG C H, ZHANG Y, *et al.* Chinese Physics Letters, 2011, **28**(10): 106.
- [24] NAMBISSAN P M G, SEN P. Solid State Commun, 1989, **71**(12): 1165.
- [25] WANG haiyan, ZHU Wenjun, SONG Zhenfei, *et al.* Acta Phys Sin, 2010, **57**(6): 3703.(in Chinese)
(王海燕, 祝文军, 宋振飞, 等. 物理学报, 2010, **57**(6): 3703.)

Hardening of Tungsten Induced by Helium Implantation

CUI Minghuan^{1, 2}, WANG Zhiguang¹, YAO Cunfeng¹, SHEN Tielong^{1, 2}, LI Bingsheng¹, PANG Lilong¹,
JIN Yunan¹, LI Jinyu¹, ZHU Yabin¹, SUN Jianrong¹

(1. Institute of Modern Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China;

2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: Tungsten has been selected as divertor materials in fusion reactors because of its high thermal conductivity, high melting point, low expansion coefficient and high threshold energy for sputtering etc. The paper presents the hardening behaviour of high pure tungsten by 100 keV He⁺ with different fluences from 5×10¹⁶ ions/cm² to 1×10¹⁸ ions/cm² at room temperature, and with fluence of 1×10¹⁸ ions/cm² at higher temperatures (400, 600 and 800 °C). The microscopic mechanical properties of these samples were investigated by nano-indentation technology. The results show

Received date: 20 Jul. 2012; **Revised date:** 17 Sep. 2012

Foundation item: National Natural Science Foundation of China (10835010, 91026002, 11105190); National Basic Research Program of China(973 Program) (2010CB832902); National Magnetic Confinement Fusion Science Program(2009GB106006)

Corresponding author: WANG Zhiguang, E-mail: zhgwang@impcas.ac.cn

<http://www.npr.ac.cn>

that all of the implanted samples harden obviously. The reason for hardening may be that defects of interstitial dislocation loops or dense helium bubbles etc induced by helium implantation obstacle the movement of dislocation. The peak nano-hardness of the samples increased with the fluences increasing when the fluence is not more than 5×10^{17} ions/cm², while the nano-hardness value of the implanted sample with the fluence of 1×10^{18} ions/cm² decreases and the nano-hardness changes little in the region of ~ 50 nm to 200 nm from surface. For all the implanted samples with 1×10^{18} ions/cm² at higher temperatures, their nano-hardness values are similar, but show a trend of decrease with increasing temperature. The reason may be the decrease of the defects' density during implantation at higher temperatures. In addition, the capability of resisting deformation for the implanted tungsten reduces with increasing fluence and increases a little at higher temperatures.

Key words: He implantation; high purity tungsten; nano indentation; surface hardening