

# 氦离子预注入对钨中氙滞留行为的影响

金玉花<sup>1</sup>, 贺冉<sup>1,2</sup>, 张学希<sup>2,3</sup>, 乔丽<sup>2</sup>, 王鹏<sup>2</sup>

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

(2. 中国科学院兰州化学物理研究所 固体润滑国家重点实验室, 甘肃 兰州 730000)

(3. 兰州大学, 甘肃 兰州 730000)

**摘要:** 利用高能离子注入机和直线等离子体模拟装置将氦离子预注入钨中, 再进行氙等离子体辐照。采用扫描镜 (SEM) 结合聚焦离子束 (FIB)(SEM-FIB), 透射电镜 (TEM), 辉光放电光谱仪 (GD-OES) 和热脱附谱 (TDS) 等分析方法, 研究了高能氦离子预注入对氙等离子体再辐照后钨中氙滞留行为的影响。结果表明: 氦离子预注入钨, 在辐照损伤区域形成大量氦泡, 钨经过氙等离子体再辐照后, 表面的氦泡数量明显低于单独氙等离子体辐照的样品。从 GD-OES 分析中可以看到, 在氦捕获位处氙滞留浓度明显升高, 同时氦离子预注入增加了氙在钨中的扩散深度。结合 TDS 分析可知, 氦离子预注入增加了氙在钨中的滞留总量, 这是由于氦离子预注入后, 形成的缺陷又为钨中氙的俘获提供大量新的位点, 从而导致钨中的氙滞留量明显提高。

**关键词:** 钨; 氦预注入; 氙; GD-OES; 滞留

中图分类号: TG146.4<sup>+</sup>11; TL341

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)10-3498-07

由于钨具有高的熔点、低的燃料滞留率和良好的热力学性能等优点, 大量研究将钨 (W) 作为核聚变堆装置中面向等离子体材料 (PFMs) 的首选<sup>[1-3]</sup>。在聚变堆装置中, PFMs 通常面临高粒子通量、氘氚 (D-T) 反应导致的高能中子辐照以及氢同位素 (HIs) 与氦 (He) 相互作用的严峻环境<sup>[4-7]</sup>。这些协同作用导致 PFMs 表面出现不同程度的损伤同时影响其内的氢同位素滞留等, 从而在很大程度上影响聚变堆的安全运行以及使用寿命。为更加清楚地了解 W 作为 PFMs 的辐照效应以及燃料滞留行为, 需要从材料性质、氢同位素、辐照条件和氦注入对材料中氢同位素的滞留影响等方面开展更加深入的研究。

氦在材料中存在“自陷”现象<sup>[8]</sup>即氦原子在无缺陷的材料中产生缺陷使自己被捕获, 且滞留在材料中发生扩散并逐渐聚集形成氦泡, 在材料近表面分别形成气孔、泡状结构以及绒毛状结构等不同的形貌<sup>[9-13]</sup>, 以致影响到材料的力学性能。各国学者在氦离子对钨的辐照损伤以及对钨中氙滞留的影响方面做了大量工作, 针对注入条件、不同材料以及样品处理的差异, 研究不同损伤程度下的氙滞留行为<sup>[14-19]</sup>。Ueda 等<sup>[20]</sup>研究发现, 在 1000~2000 K 的温度下氦注入钨材料后

在其表面形成绒毛状结构 (fuzz), 且氙氦共同辐照后多数氙原子可在相互连接的孔隙内表面重新结合并通过它们释放出来, 因此降低了氙滞留率。Baldwin 等人<sup>[13]</sup>的研究结果表明, 氦离子注入在材料近表面引起气泡的生长和相互连接, 形成了通向等离子体-材料相互作用表面的通道, 减少向块体内部传输的通道从而使氙滞留降低。但 Iwakiri 等<sup>[21]</sup>通过热脱附谱 (thermal desorption spectrum, TDS) 研究表明, 氦离子预注入显著增加了氙在钨中的滞留率, 产生的氦泡周围形成了密度较大的氙捕获点, 使氙滞留总量急剧增加至  $12.4 \times 10^{20} \text{ D/m}^2$ 。然而到目前为止, 针对氦离子预注入后钨中氙滞留行为, 尤其是氦离子注入后钨的结构变化、氙等离子体辐照后钨表面氦泡形貌、氙滞留浓度和深度分布等的研究严重缺乏, 亟需进行氦离子预注入对钨中氙滞留行为的影响尤其是结构和氙滞留浓度分布的基础研究。基于此, 本工作通过热脱附谱 (TDS) 与辉光放电光谱仪 (GD-OES) 等方法分析研究了高能氦离子预注入后钨中氙滞留行为的变化。

## 1 实验

### 1.1 样品制备及辐照实验

收稿日期: 2019-10-12

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFE0302500); 国家自然科学基金面上项目 (11875305)

作者简介: 金玉花, 女, 1971 年生, 博士, 副教授, 兰州理工大学材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050, 电话: 0931-4968294, E-mail: yhjin8686@163.com

采用纯度为 99.99% 的热轧态钨, 利用线切割将其制备成  $10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 1\text{ mm}$  的标准样块。将样品用不同粒度的 SiC 砂纸打磨抛光至镜面, 置于超声浴中用丙酮及乙醇分别清洗 20 min。在进行氦离子预注入之前, 将制备的钨样品放置于真空度为  $1 \times 10^{-4}\text{ Pa}$  的真空石英管中, 在 1173 K 下退火 60 min 以消除杂质气体及机械抛光过程中产生的应力。

氦离子预注入实验在厦门大学能源学院 NEC 400 kV 离子注入机上进行。离子注入机的能量范围为 50~800 keV, 但其束流在 400 keV 附近较为稳定, 束流密度为  $1.5 \times 10^{13}\text{ cm}^{-2}\text{ s}^{-1}$ 。本实验选择氦离子注入条件为单一能量 400 keV, 辐照总剂量为  $1.3 \times 10^{17}\text{ He/cm}^2$ ; 同时考虑到单一能量产生的损伤区域较窄, 实验中选取连续能量, 即选取 100, 200, 300, 400 keV 能量氦离子束流辐照, 以产生较宽的损伤区域, 辐照总剂量为  $1.5 \times 10^{16}\text{ He/cm}^2$ 。而氦等离子体辐照实验在中国科学院兰州化学物理研究所自行搭建的直线等离子体源装置 (linear experimental plasma system, LEPS) 上进行<sup>[22]</sup>。实验前先将真空室气压抽至  $3 \times 10^{-4}\text{ Pa}$  以下, 然后通入氦气, 使 2.45 GHz 的微波通过波导管经  $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷窗口引入真空室, 由外部环绕的通电线圈来提供磁场, 使其与微波发生共振从而产生直线型等离子体。通过所加偏压与时间来控制氦等离子体辐照所需的能量以及通量, 本实验选择辐照能量为 38 eV/D, 辐照通量为  $10^{25}\text{ D/m}^2$ , 均在 400 K 温度下进行。

## 1.2 微观结构及滞留行为研究

采用高分辨透射电镜 (HRTEM, TECNAL G2S-TWIN F20, FEI, USA; 加速电压 200 kV) 观察氦离子注入后钨内部的微观结构。HRTEM 样品通过聚焦离子束切割 (focused ion beam, FIB) (双束 FIB-SEM Tescan LYRA 3X MU) 方式进行制备。首先在样品表面沉积一层铂和碳的复合保护层以防止切削过程中对材料表面造成一定损伤, 然后使用 30 kV 的单电荷  $\text{Ga}^+$  聚焦离子束对样品原位切割, 并用 5 kV 电压进行切割, 最终得到深度为 3  $\mu\text{m}$  垂直样品的透射样品。

利用热脱附谱 (TDS) 研究氦等离子体辐照后钨中氦的热脱附及滞留行为。实验过程中, 将真空抽至  $3 \times 10^{-5}\text{ Pa}$  以下, 设置最高温度为 1173 K, 升温速率为 10 K/min。样品升温过程中, 同时采用四级质谱仪检测不同质量数分子的电流信号, 检测样品中氦的脱附行为, 并通过对脱附曲线的积分计算其总滞留量<sup>[23,24]</sup>。实验中通过分析质量数为 Mass (3) 与 Mass (4) 的信号来理解钨中释放的氦。由于前期实验证明氦在 1200 K 之后开始脱附, 因此 Mass (4) 的信号来源于氦。

此外, 为更加直观地分析氦离子预注入对材料中

氦滞留的影响, 同时使用 GD PROFILER2 型辉光放电光谱仪 (glow-discharge optical emission spectroscopy, GD-OES) 测量氦、氩在钨材料中的浓度深度分布。GD-OES 是一种基于惰性气体氩气 (Ar) 的低气压放电原理的光谱分析方法, 需要在低真空环境下进行。实验中待测样品作为阴极, 两极间的气体电离后加速轰击阴极样品, 通过氦离子溅射样品表面, 溅射出的原子在扩散过程中, 由于粒子间的碰撞被激发后会反映出元素的特征光谱。最后经计算机处理之后得到样品中所含元素的发光强度, 即得到信号强度与溅射时间的关系, 从而得到元素浓度的深度分布曲线。为了得到实验过程中良好的灵敏度、深度分辨率与条件一致性, 所有样品在测量之前需要进行校正<sup>[25-27]</sup>, 且实验参数分别选取压力为 800 Pa, 功率为 7.5 W, 测量面积为  $0.196\text{ cm}^2$ , 时长 330 s。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微观结构分析

氦在钨中的溶解度低但迁移率较高, 较易在空位、晶界与位错等缺陷处形成团簇或者氦泡。依据 SRIM 模拟, 氦离子在单一能量下注入钨后, 氦浓度约在 0.7  $\mu\text{m}$  深度处达到峰值。本实验选择 HRTEM 方法在钨样品中氦浓度峰值处观察钨的断面形貌, 如图 1 所示。图 1a 为 HRTEM 的欠焦图片, 可以观察到明显的高密度的白点黑圈状结构; 图 1b 则是过焦图片, 可以明显观察到大量的黑点白圈状结构。结合两幅图可以判定, 图 1a 中的白点以及图 1b 中的黑点均为氦泡。通过进一步计算得知氦泡的尺寸较小, 为  $0.96 \pm 0.05\text{ nm}$ , 这些氦泡的密度约为  $2.7 \times 10^{17}\text{ m}^{-2}$ 。这些尺寸较小的氦泡主要是由于高能氦离子注入过程中钨中缺陷俘获的氦而造成<sup>[28]</sup>。

利用 SRIM 程序模拟<sup>[29]</sup>离子注入后不同能量的氦离子在钨中的深度-浓度分布, 如图 2 所示。图 2a 为单一能量的氦离子注入钨后氦的深度-浓度分布。由图可知, 氦离子注入后氦在钨中的深度-浓度分布曲线呈高斯分布形状, 并且沿着注入深度的方向氦浓度呈先上升后下降趋势, 在距离表面 0.7  $\mu\text{m}$  处达到峰值浓度约为 0.062 at.fr。同时由图 2 中可以看到, 氦浓度分布的 SRIM 模拟曲线与 GD-OES 测量曲线吻合度较高, 这也证实 GD-OES 测试氦浓度-深度分布的准确性。由图可知, 在 1  $\mu\text{m}$  至更深处, GD-OES 检测氦浓度的曲线并不完全与 SRIM 曲线重合, 是因为氦在钨中发生扩散所致。图 2b 为连续能量的氦离子注入钨后氦的深度-浓度分布。从图中可以看到, SRIM 模拟曲线与 GD-OES 测量曲线吻合度较高, 氦浓度曲线为先上升再下

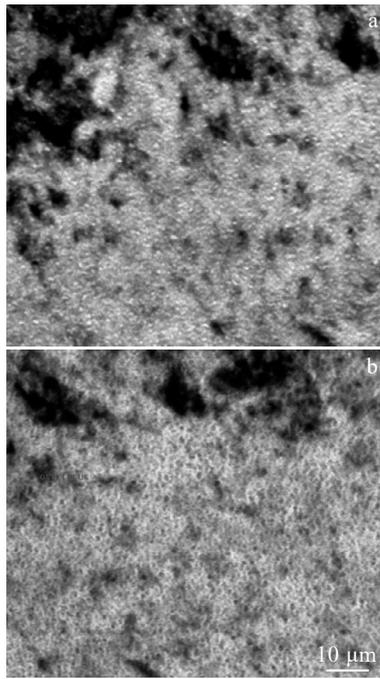


图 1 氦离子注入后钨样品中 0.7 μm 深度处氦泡分布的欠焦和过焦 HRTEM 图像

Fig.1 HRTEM images of helium bubbles distributed at depth of 0.7 μm in helium ion pre-implantation tungsten sample: (a) under-focus and (b) over-focus

降的趋势,且峰值区域呈平台状分布,即在深度 0.21~0.56 μm 处达到峰值为 0.016 at.fr. 同时该位置处大量氦泡的存在证实了图 2 中 GD-OES 测试和 SRIM 计算的氦浓度-深度分布曲线的准确性。

对经由氦离子预注入后的钨样品进行通量为  $10^{25}$  D/m<sup>2</sup> 的氦等离子体辐照,为清晰地观察氦离子预注入后氦等离子体再辐照与单独氦等离子体辐照后的钨表面形貌的异同,实验中利用 SEM 结合 FIB 分别对 2 种样品进行表征,钨表面形貌如图 3 所示。其中氦离子注入能量为单一能量。图 3a 与 3b 为单独氦等离子体辐照后的钨表面形貌图。从图中可以看出,  $10^{25}$  D/m<sup>2</sup> 的单独氦等离子体辐照后钨表面有明显起泡现象,且气泡呈分散分布。通过进一步分析可知,图中气泡的直径范围为 7.2~18 μm,大小不等。图 3c 与 3d 为氦离子预注入后氦等离子体再辐照的钨表面形貌图。与单独氦等离子体辐照后的样品相比:氦离子预注入后钨表面的气泡数量明显较低。为更加深入地研究氦离子预注入对钨中氦起泡行为的影响,再对这些气泡进行 FIB 切割断面结构分析。

如图 4 所示,利用 SEM 结合 FIB 方法研究了图 3 中 2 种样品的表断面结构。图 4a 与 4b 分别为单独氦

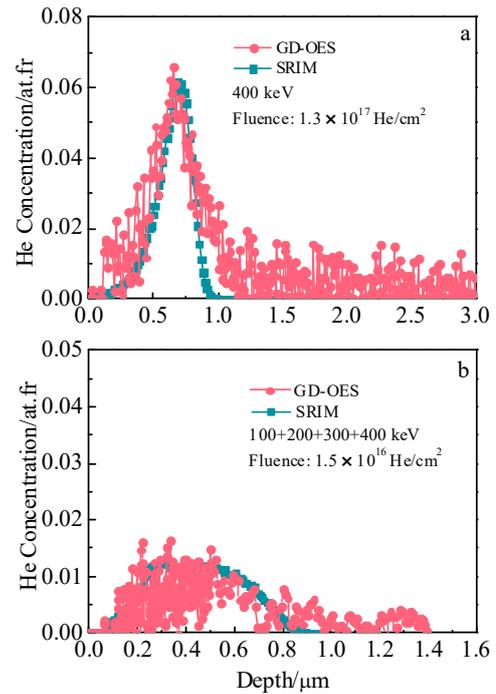


图 2 SRIM 模拟与 GD-OES 测量单一能量以及连续能量的氦离子注入后氦在钨中的深度-浓度分布

Fig.2 Depth distribution of helium in tungsten samples implanted by helium ion with single energy (a) and sequent energy (b) measured by SRIM simulation and GD-OES spectra

等离子体辐照(通量为  $10^{25}$  D/m<sup>2</sup>)后钨表面形貌与 FIB 切割的断面形貌。从图中可以观察到:钨样品经过单独氦等离子体辐照后表面出现明显的起泡现象,且分散分布在钨的近表面。从图 4b 气泡的断面形貌图中可以观察到,气泡内部区域存在空洞,表现为在距离表面几微米处可明显观察到裂纹,这些裂纹一般沿着垂直于钨中晶粒方向开裂,裂纹深度约为 1.41 μm,但实际 SEM-FIB 观察钨样品的断面形貌时会倾斜 55°,所以实际上气泡的厚度应为 2.45 μm,其长度约为 4 μm。该裂纹是由于氦原子在晶界上累积导致应力增加超出材料的屈服极限,引起的局部晶界开裂<sup>[30]</sup>。图 4c 和 4d 分别为氦离子预注入后氦等离子体再辐照的钨样品表面形貌与 FIB 切割的断面形貌。由图中可知,与单独氦等离子体辐照的样品表面形貌相似的是,泡状结构分散分布在近表面,且其直径范围在 10~20 μm 之间,气泡的厚度为 2.31 μm。FIB 切割后,实际气泡的厚度为 4.02 μm,其长度接近 6 μm。通过与单独氦等离子体辐照的样品对比可以看到,经氦离子预注入后,钨样品表面气泡数量明显降低,且气泡内部裂纹深度增大。这是由于氦离子预注入导致在距样品表面 0.7 μm 处产生大量细小氦泡,且这些氦泡在钨中的扩

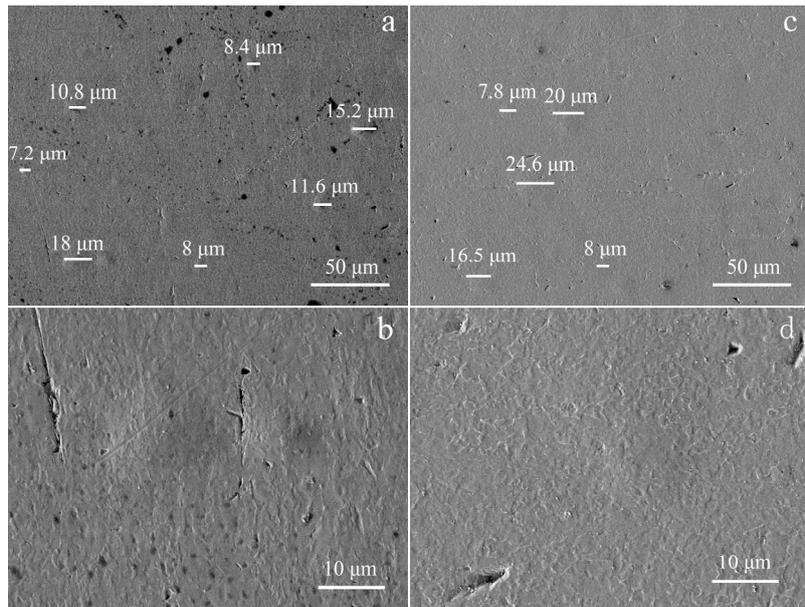


图 3 单独氘等离子体辐照以及氦离子预注入后氘等离子体再辐照后钨的 SEM 表面形貌

Fig.3 SEM images of surface of tungsten samples of alone deuterium irradiated (a, b) and deuterium irradiated after helium ion pre-implanted (c, d)

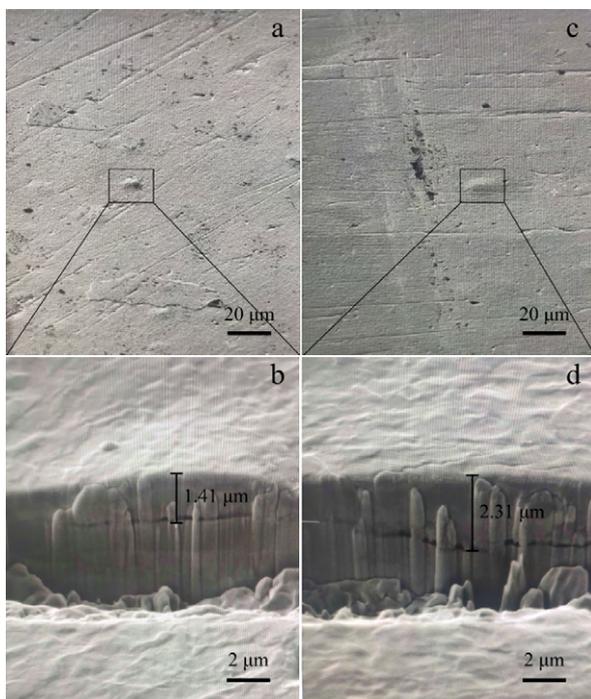


图 4 单独氘等离子体辐照以及氦离子预注入后氘等离子体再辐照后钨的 SEM-FIB 表面与断面形貌

Fig.4 SEM-FIB surface (a, c) and cross-section (b, d) images of tungsten sample of alone deuterium irradiated (a, b) and deuterium irradiated after helium ion pre-implanted (c, d)

散为后续氘等离子体辐照后氘的滞留提供了更多捕获位点。

### 2.2 钨中氘滞留行为分析

GD-OES 方法可同时检测钨中氘、氦的深度-浓度分布，检测过程中不需超高真空，深度分辨率较高且测量速度较快。这些优点对于本研究分析不同能量下氦离子预注入对钨中氘滞留浓度的影响十分有利。图 5a 为单一能量的氦离子预注入后氘等离子体再辐照与单独氘等离子体辐照后样品的氘和氦浓度分布曲线对比。随着钨样品深度的增加，氦离子预注入后氘等离子体再辐照的样品中氘的滞留曲线呈先上升后缓慢下降。从图中可以明显观察到，在氦注入区域  $0.3\sim 1\ \mu\text{m}$  处，氦离子预注入后氘等离子体再辐照的样品中氘浓度达到量级为  $4\times 10^{-3}\ \text{at.fr}$ ，高于单独氘等离子体辐照后氘滞留浓度  $10^{-4}\ \text{at.fr}$  约 1 个量级。这表明氦浓度峰值位置处由于氦离子预注入形成了更多氘的缺陷俘获位。图 5b 为连续能量的氦离子预注入后氘等离子体再辐照与单独氘等离子体辐照的样品中氘与氦的滞留曲线对比。同样可以看到，在氦浓度峰值处氦离子预注入样品中氘浓度高于单独氘等离子体辐照后样品的氘浓度。同时，图 5a 和 5b 中氦离子预注入样品中氘在钨中的滞留深度明显高于单独氘等离子体辐照后的样品。这些现象说明，氦离子预注入增加了氘在钨中的滞留深度及滞留总量。同时结合 HRTEM 结果可以发

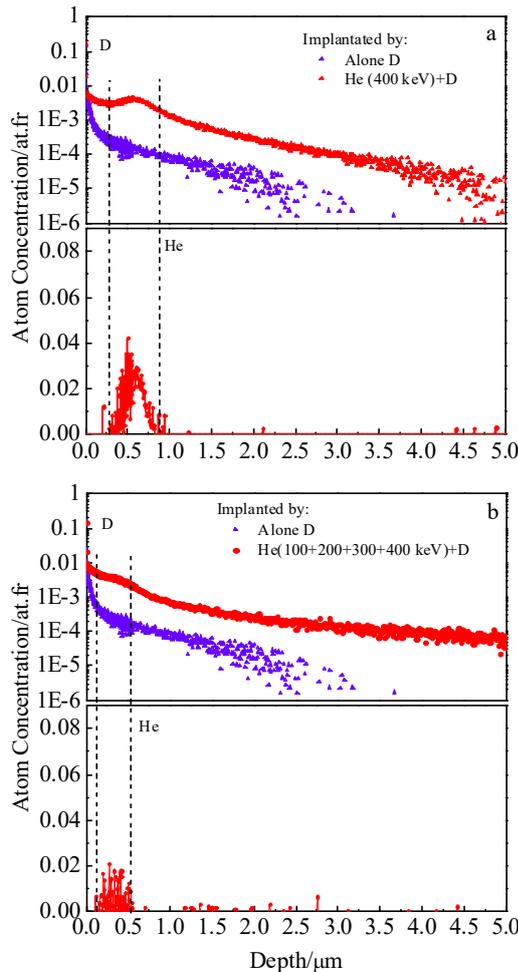


图 5 单一能量的氦离子预注入以及连续能量的氦离子预注入后氦等离子体再辐照与单独氦等离子体辐照后钨样品中氘与氦浓度的 GD-OES 曲线

Fig.5 GD-OES spectra of deuterium and helium concentrations in tungsten samples of alone deuterium irradiated and deuterium irradiated after helium ion pre-implanted with single energy helium ion pre-implantation (a) or sequent (b)

现，在 高能氦离子预注入后，钨中滞留大量氦泡，氦泡周围形成的缺陷为钨中的氘俘获提供大量新的位点，从而导致钨中氘滞留量显著提高。

随后，利用 TDS 对氦离子预注入后氦等离子体再辐照与单独氦等离子体辐照的钨中氘脱附行为进行分析，如图 6 所示，3 条谱线分别为连续能量氦离子预注入、单一能量氦离子预注入后氦等离子体再辐照以及单独氦等离子体辐照钨中的氘热脱附谱线。从图中不同能量氦离子预注入后氦等离子体再辐照的钨样品的氘滞留谱线可以看出：2 组样品中的氘均从 400 K 附近开始脱附，约在 800 K 附近完成脱附。在氘的脱附过程中，2 组样品的氘释放主峰均位于 710 K 附近，

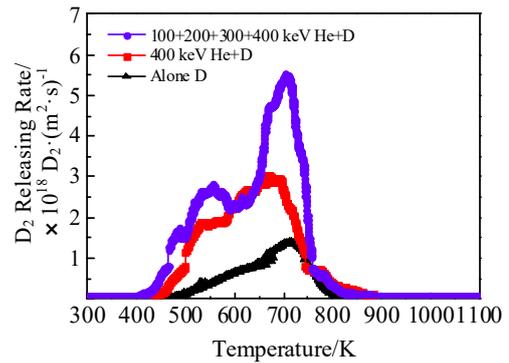


图 6 不同能量氦离子预注入后氦等离子体再辐照与单独氦等离子体辐照后钨样品中氘的热脱附谱图

Fig.6 Thermal desorption spectra of deuterium in tungsten samples of alone deuterium irradiated and deuterium irradiated after helium ion pre-implanted with different energies

并在低温阶段表现出 2 个副峰分别位于 490 与 570 K。低温阶段的脱附现象主要是由于钨中位错、空位和晶界等缺陷对应的低能氘俘获位所致<sup>[25]</sup>。而从图中单独氦等离子体辐照的样品中氘脱附峰可以看出，其主要在 720 K 处呈单峰脱附，此处氘的脱附是由于结合能为  $(2.0 + 0.2) \text{ eV}$  的大尺寸空位团簇的俘获所致<sup>[31-35]</sup>。对比 3 条谱线可以观察到，氦离子预注入后氦等离子体再辐照样品的脱附峰相较于单独氦等离子体辐照样品明显左移，主要是由于氦离子预注入增加了位错等低能氘俘获位的辐照缺陷对氘的俘获。同时在 710~720 K 处峰值的增强，说明氦离子预注入使钨中空位团簇等高能氘俘获位数量明显增加。

为了解氦离子预注入对钨中氘总滞留量的影响，对 TDS 与 GD-OES 曲线分别进行积分计算钨中氘总滞留量。图 7 为 3 种辐照条件下钨中氘总滞留量的统计图。从图中 GD-OES 统计数据可以看到，氦离子预注入与单独氦等离子体辐照后钨样品中的氘总滞留量存在明显差异，具体表现为氦离子在单一能量与连续能量下注入使氘总滞留量从单独氦等离子体辐照的  $2 \times 10^{20} \text{ D/m}^2$  增加到  $5 \times 10^{21} \text{ D/m}^2$ 。而从 TDS 数据可以观察到：氦离子预注入后钨中氘的滞留量同样大于单独氦等离子体辐照条件下钨中氘总滞留量。图中还可以看出，单独氦等离子体辐照的样品中，GD-OES 方法测试得到的氘总滞留量比 TDS 的低出较多。这主要是由于 GD-OES 测试时溅射深度为  $3 \mu\text{m}$  以内，低于氘在钨中的扩散深度，部分氘未被测试到，而 TDS 则是用加热方法将钨中滞留的氘全部释放出来。同时也

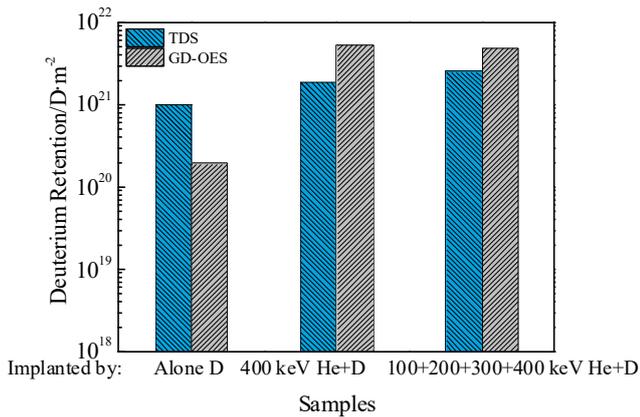


图 7 不同能量氦离子预注入后氦等离子体再辐照与单独氦等离子体辐照后钨样品中的氦总滞留量

Fig.7 Total amount of deuterium in tungsten samples of alone deuterium irradiated and deuterium irradiated after different-energies helium ion pre-implanted

可以看到，在氦离子预注入后氦等离子体再辐照条件下，TDS 测量的钨中氦滞留量低于 GD-OES 的测量值。这是由于实验中所采用的氦滞留背底均一致，均为原始钨样品中背底信号，浓度约为  $10^{-5}$  at.fr，深度约为  $2 \mu\text{m}$ ，这个数值对于单独氦等离子体辐照的钨样品而言所占比例较大（滞留扩散深度较小，总量低），而对于氦离子预注入样品所占比例较小，所以在扣除背底过程中导致 GD-OES 方法与 TDS 得到的氦总滞留量有些许差异。即使对比 TDS 测试得到的单独氦等离子体辐照样品中的氦总滞留量，也可以得到 GD-OES 与 TDS 测试的经氦离子预注入的样品中氦总滞留量明显增大，因此可以说明高能氦离子的预注入增加了钨中氦的滞留量。

### 3 结论

1) 通过研究氦离子预注入后钨中氦的深度-浓度分布，发现 SRIM 模拟氦浓度-深度分布结果与 GD-OES 测量曲线一致。利用 HRTEM 可观察到在钨中氦浓度峰值  $0.7 \mu\text{m}$  深度处有高密度氦泡。

2) 氦等离子体辐照实验后，GD-OES 测量钨样品中氦的滞留曲线显示：钨中氦离子辐照损伤区氦滞留浓度显著增加。TDS 测试发现氦离子预注入后钨中氦释放峰明显增强且向低温区扩展，即氦离子预注入使钨中出现大量位错等氦的低能俘获位并使空位团簇等高能俘获位增多。

3) 通过 GD-OES 和 TDS 证实，氦离子预注入导致氦等离子体辐照后钨中氦滞留量增大。

### 参考文献 References

- [1] Pitts R A, Carpentier S, Escourbiac F *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 438: 48
- [2] Wang Wei(王 维), Ye Xiaoxiu(叶小球), Cheng Chang'an(陈长安) *et al.* *Materials Review(材料导报)*[J], 2017, 31(5): 112
- [3] Shimada M, Pitts R, Loarte A *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 390-391: 282
- [4] Dutta N J, Buzarbaruah N, Mohanty S R. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2014, 452(1-3): 51
- [5] Roth J, Tsitrone E, Loarte A *et al.* *Journal of Nuclear Materials* [J], 2009, 390-391: 1
- [6] Ding Xiaoyu(丁孝禹), Li Hao(李 浩), Luo Laima(罗来马) *et al.* *Material of Mechanical Engineering(机械工程材料)*[J], 2013, 37(11): 6
- [7] Zhang Xiaofeng(张小锋), Liu Weiliang(刘维良), Guo Shuangquan(郭双全) *et al.* *Science and Technology Innovation Herald(科技创新导报)*[J], 2010, 19(3): 118
- [8] Wilson W D, Bisson C L, Baskes M I. *Physical Review B*[J], 1981, 24(10): 5616
- [9] Zhang Anyu(赵安宇), Cheng Yangming(程扬名). *Journal of Zhejiang Metallurgy(浙江冶金)*[J], 2018(3): 1
- [10] Baldwin M J, Doerner R P. *Nuclear Fusion*[J], 2008, 48(3): 1
- [11] Yoshida N, Iwakiri H, Tokunaga K *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2005, 337-339: 946
- [12] Parish C M, Hijazi H, Meyer H M *et al.* *Acta Materialia*[J], 2014, 62: 173
- [13] Baldwin M J, Doerner R P, Wampler W R *et al.* *Nuclear Fusion*[J], 2011, 51(10): 1
- [14] Zhang Xuexi(张学希). *Dissertation for Master(硕士论文)*[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2017
- [15] Fu Qingwei(傅青伟), Cheng Long(程 龙), Wang Jun(王 军) *et al.* *Atomic Energy Science and Technology(原子能科学技术)*[J], 2018, 52(6): 1049
- [16] Wang Yong(王 勇), Deng Aihong(邓爱红), Wang Ling(王 玲) *et al.* *National Conference on Positron Spectroscopy(全国正电子谱学会议)*[C]. Beijing: Nuclear Physics Society, 2014
- [17] Li Min(李 敏), Zhou Yulu(周宇璐), Zhang Baoling(张宝玲) *et al.* *The 5th Academic Symposium on Reactor Physics and Nuclear Materials and the 2nd Symposium on Nuclear Software Autonomy(第五届反应堆物理与核材料学术研讨会、第二届核能软件自主化研讨会会议)*[C]. Beijing: Nuclear Physics Society, 2011
- [18] Tang Xinghua(唐兴华). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Shanghai: Fudan University, 2014

- [19] Chen Wenjie(陈文杰). *Dissertation for Master(硕士论文)*[D]. Chengdu: China West Normal University(西华师范大学), 2017
- [20] Ueda Y, Peng H Y, Lee H T *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2013, 442(1-3): 267
- [21] Iwakiri H, Orishita K, Yoshida N. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2002, 307-311: 135
- [22] Qiao L, Wang P, Hu M *et al.* *Physica Scripta*[J], 2017(T170): 1
- [23] Tal-Gutelmacher E, Eliezer D, Abramov E. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 445: 625
- [24] Fu Z, Yoshida N, Iwakiri H *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2004, 329: 692
- [25] Liu Y, Yu W H, Wang J Y. *Vacuum*[J], 2015, 113: 5
- [26] Taylor C N, Shimada M. *AIP Advances*[J], 2017, 7(5): 1
- [27] Liang Jiawei(梁家伟), Han Yishan(韩逸山), Zhuang Suna(庄素娜) *et al.* *Vacuum(真空)*[J], 2017, 54(5): 39
- [28] Hatano Y, Shi J, Yoshida N *et al.* *Fusion Engineering and Design*[J], 2012, 87(7-8): 1091
- [29] Cheng L, De Temmerman G, Morgan T W *et al.* *Nuclear Fusion*[J], 2017, 57(4): 1
- [30] Guo Hongyan(郭洪燕), Xia Min(夏敏), Yan Qingzhi(燕青芝) *et al.* *Journal of Physics(物理学报)*[J], 2016, 65(7): 1
- [31] Van Gorkum A. *Quantitative Thermal Desorption Spectrometry of Noble Gases in Solids*[M]. Holland: Delft University Press, 1981
- [32] Thompson M, Deslandes A, Morgan T W *et al.* *Nuclear Fusion*[J], 2016, 56(10): 1
- [33] Balden M, Manhard A, Mayer M *et al.* *Nuclear Fusion*[J], 2014, 54(8): 1
- [34] Kautto E, Kuhalainen J, Manninen M. *Physica Scripta*[J], 1997, 55(5): 628
- [35] Zibrov M, Ryabtsev S, Gasparyan Y *et al.* *Journal of Nuclear Materials*[J], 2016, 477: 292

## Effect of Helium Ion Pre-implantation on Deuterium Retention Behavior in Tungsten

Jin Yuhua<sup>1</sup>, He Ran<sup>1,2</sup>, Zhang Xuexi<sup>2,3</sup>, Qiao Li<sup>2</sup>, Wang Peng<sup>2</sup>

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Non-ferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(2. State Key Laboratory of Solid Lubrication, Lanzhou Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China)

(3. Lanzhou University, Lanzhou 730000, China)

**Abstract:** High-energy helium ion pre-implantation in tungsten and deuterium plasma exposure were carried out by high-energy ion implanter and linear experimental plasma system (LEPS). SEM-FIB, TEM, GD-OES and TDS measurements were used to analyze the effect of helium ion pre-implantation on deuterium retention in tungsten from both microstructure and deuterium concentration depth profile. The results show that a large number of helium bubbles form in the irradiated area by implantation of helium ions. After deuterium plasma exposure, the number of deuterium bubbles is significantly lower than that of sample with alone deuterium plasma exposure. GD-OES analysis shows that deuterium concentration depth profile increases obviously at the helium capture position, and the helium ion pre-implantation increases the diffusion depth of deuterium in tungsten. TDS analysis also shows that helium ion pre-implantation increases the retention of deuterium in tungsten. This can be attributed to the defects formed after helium ions pre-implantation provide a large number of new trap sites for deuterium capture in tungsten, which leads to the significant increase of deuterium retention in tungsten.

**Key words:** tungsten; helium pre-implantation; deuterium; GD-OES; retention

Corresponding author: Jin Yuhua, Ph. D., Associate Professor, Materials Science and Engineering Institute, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, Tel: 0086-931-4968294, E-mail: yhj8686@163.com