



·研究堆应用技术专题·

# 6061-Al 合金的自离子辐照损伤效应\*

闫占峰, 郑健, 周韦, 王浩

(中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 四川 绵阳 621999)

**摘要:** 铝合金是国内外研究堆的主要结构材料, 在前期 300# 研究堆主要结构材料铝合金辐照性能研究的基础上, 通过离子辐照研究 6061-Al 合金的微观结构损伤和引起的硬度变化, 以开展较高辐照剂量下 6061-Al 合金损伤效应的前期探索。结果表明, 经过自离子辐照后, 6061-Al 合金中产生了夹角为  $72^\circ$  的位错环等缺陷, 随着辐照剂量从  $0.218 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  增加到  $4.367 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ , 缺陷密度明显增加, 但选区电子衍射表明合金保持了很好的晶体结构, 并没有发生非晶化。纳米压痕测试表明, 不同辐照剂量下, 样品中产生了不同程度的硬化, 且微观硬度随着辐照剂量的增加而增加, 当剂量增加到  $2.183 \times 10^{16}$  和  $4.367 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  时, 辐照硬化达到饱和, 约为 11%。研究结果可为初步预测较高中子辐照剂量下 6061-Al 合金结构和性能的变化提供数据支撑。

**关键词:** 6061-Al 合金; 离子辐照; 位错环; 辐照硬化; 缺陷

中图分类号: TL341

文献标志码: A

doi: 10.11884/HPLPB202234.210509

## The self-ion irradiation effects in 6061-Al alloy

Yan Zhanfeng, Zheng Jian, Zhou Wei, Wang Hao

(Institute of Nuclear Physics and Chemistry, CAEP, Mianyang 621999, China)

**Abstract:** Aluminum alloy is the main structural material of research reactors at home and abroad. In this paper, on the basis of the research on the irradiation damage of the structural material aluminum alloy in the 300# research reactor, the microstructural damage and hardness change caused by ion irradiation in 6061-Al alloy are studied to carry out the early exploration of the damage effect of 6061-Al alloy under higher neutron irradiation doses. The results show that  $1/3\langle 111 \rangle$  dislocation loops with angles of  $72^\circ$  are generated in 6061-Al alloy after self-ion irradiation. The defect density increases obviously with the increasing irradiation dose from  $0.218 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  to  $4.367 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ . However, the selected area electron diffraction shows a good lattice structure and no amorphous transformation occurs. Nano-indentation test demonstrates obvious irradiation hardening after irradiation and the microhardness increases with the increasing doses. At the highest damage dose of  $2.183 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  and  $4.367 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ , the hardening reaches saturation, approaching 11%. These results can provide data support for the preliminary prediction of the structure and property change in 6061-Al alloy under high neutron irradiation dose.

**Key words:** 6061-Al alloy, ion irradiation, dislocation loop, irradiation hardening, defect

铝及其合金具有热中子吸收截面 ( $0.23b$ ,  $1b=10^{-28} \text{ m}^2$ ) 和活化截面 ( $0.21b$ ) 小、经济适用性好等特点, 是国内外研究堆的主要结构材料<sup>[1-2]</sup>。铝合金在堆内主要用作活性区支架、垂直管道等部件, 在长期受到中子、 $\gamma$  等多种射线的高注量辐照下, 会产生缺陷, 并不断地运动、聚集、长大, 累积到一定程度后造成材料的辐照损伤, 引起材料微观组织结构和力学、热学等宏观性能的变化, 最终导致材料性能降低或失效<sup>[3]</sup>, 因此铝合金抗辐照性能尤为关键。国外对铝合金的辐照损伤研究已有报道<sup>[1-2, 4-6]</sup>, 发现铝合金在辐照下会产生微观缺陷, 而且当铝材的中子注量达到  $10^{22} \text{ cm}^{-2}$  时, 铝合金韧性明显降低, 脆性增加, 裂纹一旦发生, 扩展阻力较小, 存在脆性断裂的风险<sup>[5]</sup>。服役环境下铝合金的性能直接影响反应堆的安全, 很多反应堆急需铝材在较高中子注量下的性能变化数据, 以评价铝材在经过几十年的辐照后是否还能满足安全运行及延寿的需求。虽然国外对辐照环境下铝合金的微观结构和力学性能变化已有一定的研究, 但对长时间辐照下铝合金内微观缺陷的产生和演化以及对力学性能的影响机制缺乏相关研究, 国内

\* 收稿日期: 2021-11-22; 修订日期: 2022-03-30

基金项目: 国防科工局核能开发项目

联系方式: 闫占峰, zhanfengyan@pku.edu.cn。

在铝合金辐照效应方面的研究也较少。

由于反应堆中子源的稀缺和中子辐照的诸多限制,国内外普遍采用载能离子的辐照来模拟反应堆中子辐照<sup>[7]</sup>,载能离子辐照在产生原子移位等初始过程与反应堆中子辐照非常类似,因此中子通过次级粒子的质子,He核及裂变产物产生的辐照损伤过程等同于载能离子的作用。大量实验研究表明,重离子辐照定性上与中子辐照基本一致<sup>[7-9]</sup>,因此,离子辐照效应的结果可以定性地预测和评估材料在中子辐照下结构和性能的变化趋势。带电粒子辐照相比中子辐照,具有两个非常显著的优点<sup>[7,10]</sup>,一是不产生放射性核素,辐照后的样品可以很方便地进行性能和结构的表征;二是引入的损伤效率高,可以在较短时间(数h~数d)内实现很高的损伤剂量,从而大大加快核能材料的研发进程,目前离子辐照已成为一种快速筛选的方法,广泛用于材料的辐照损伤性能研究与评价。另外,有研究表明<sup>[7,11]</sup>,离子辐照会在材料内产生外来离子效应,影响缺陷的产生和演化行为,而采用自离子辐照可以尽量避免注入的外来离子对辐照损伤的复杂影响,采用与材料自身主要组成元素(Al元素)一样的自离子(Al离子)进行辐照,更有利于精准地分析材料的辐照损伤效应。

本文以国产核级6061-Al合金为研究对象,采用自离子辐照手段,深入分析铝合金在较高辐照剂量下微观结构的变化,分析辐照缺陷的演化行为,预测较高中子辐照剂量时材料结构和性能的变化趋势,从而为评估反应堆结构材料服役性能和寿命、辐照失效行为预测提供重要实验数据支撑。

## 1 研究方法

实验所选用的材料为国产核级6061-Al合金,化学成分列于表1。首先使用线切割机把样品切成5 mm×5 mm×1 mm的块体,然后采用SiC砂纸(1000~7000目)磨抛清洗表面,最后分别用金刚石和SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>抛光膏将其表面抛光至镜面,完成后用去离子水进行超声清洗,并在真空干燥箱中进行110℃/1h的干燥。

6061-Al合金的离子辐照实验在北京大学重离子物理国家重点实验室的2×1.7 MV串列加速器上进行,采用3 MeV的Al离子,辐照面积控制在8.5 mm×8.5 mm,辐照过程中样品所处真空靶室内的真空度约为1.5×10<sup>-4</sup> Pa,样品使用碳导电胶粘在Cu圆盘上,样品的温度变化通过多个附着在样品和Cu盘不同位置处的热电偶进行监控,整个辐照过程中样品的温度基本控制在室温。样品辐照前,通过束流的调试使其尽量均匀地扫满整个样品表面,为保证注入均匀性,利用静电扫描器对束流在水平和垂直两个方向进行扫描,流强约为50~195 nA,剂量分别为0.218×10<sup>16</sup>, 1.092×10<sup>16</sup>, 2.183×10<sup>16</sup>和4.367×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>,以研究其在较高剂量辐照后的损伤效应。采用蒙特卡罗模拟程序SRIM-2008来计算离子注入造成的损伤,选择Kinchin-Pease模型和Quick计算模式,原子的离位阈能取E<sub>d</sub>=40 eV<sup>[12]</sup>。图1为计算结果(以4.367×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>剂量为例),表示辐照损伤dpa和入射的Al浓度随深度的变化,可以看到损伤峰值深度约为2.37 μm,离子入射的最大深度约为2.8 μm,最大损伤约为20 dpa。对于其他3个剂量0.218×10<sup>16</sup>, 1.092×10<sup>16</sup>和2.183×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>,对应的损伤约为1, 5和10 dpa。

表1 国产核级6061-Al合金的化学成分

elements	mass fraction/%
Mg	0.80~1.20
Si	0.40~0.80
Cu	0.15~0.40
Cr	0.04~0.35
Fe	≤0.70
Mn	≤0.04
Ti	≤0.15
Zn	≤0.25
other impurity elements	≤0.05
Al	balanced

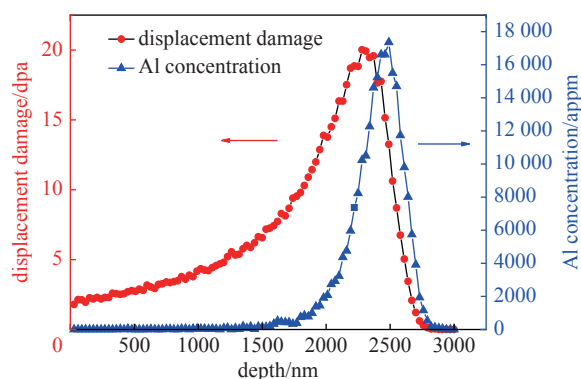


Fig. 1 SRIM calculation result for 3 MeV Al ions in 6061-Al alloy normalized to an ion fluence of 4.367×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>

图1 3 MeV Al离子辐照6061-Al合金的SRIM计算结果(以4.367×10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>剂量为例)

通过聚焦离子束(FIB)制备透射电镜(TEM)样品。采用FIB-SEM双束系统,仪器型号为FEI Thermo Scientific Scios 2。样品制备完成后通过FEI tecnai F30透射电镜来表征辐照前后微观结构的变化,针对面心立方(fcc)结构的6061-Al合金,主要通过[110]带轴下衍射矢量 $g=(200)$ 双束明场像来表征铝合金中产生的位错环等缺陷。

纳米压痕是表征离子注入样品力学性能的常用方法<sup>[13-14]</sup>, 本文采用 Agilent G200 纳米压痕仪测试辐照前后样品的微观硬度, 分析材料的硬化行为。测试中采用连续刚度测量(CSM)模式<sup>[15]</sup>, 它是通过在加载过程中连续计算接触刚度, 利用动态刚度的测量从而获得随压痕深度连续变化的硬度和模量值, 该模式的优势在于不需要测量压痕的面积就可以从载荷-位移曲线中直接测出材料的力学性能, 因此常用于测量材料在离子辐照下损伤层的纳米硬度变化<sup>[16]</sup>。实验选取金刚石材质的 Berkovich 压头, 应变速率为  $0.05 \text{ s}^{-1}$ , 频率约为 45 Hz, 谐波位移为 2 nm, 导出弹性模量时泊松比取 0.3。最大压入深度选为 2000 nm, 在样品表面随机选取  $3 \times 3$  个点, 测量其载荷-位移曲线, 得到样品的纳米硬度和模量随深度的变化曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微观结构变化

6061-Al 合金为面心立方晶体结构, 未辐照的 6061-Al 合金中分布着大量的析出相, 图 2(a) 和图 2(b) 为析出相在 TEM 不同放大倍数下的图像, 可以看到基体中分布着相互垂直的条状析出物; 图 2(c) 为析出物的高分辨图像, 可以看到析出物与合金基体晶粒之间的界面形态, 初步判断这些析出相与基体是非共格结构。对于该析出物进行 EDS 能谱扫描得到如图 3 所示的结果, 在析出物上聚集的元素主要为 Mg 和 Si 元素, 缺失的元素主要是 Al 元素, 表明该析出相为 Mg, Si 元素的沉淀析出相, 它是 6061 铝合金中常见的强化相, 如  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相, 析出相的存在可以增加 Al 合金的强度和抗空洞肿胀能力<sup>[1, 5]</sup>。

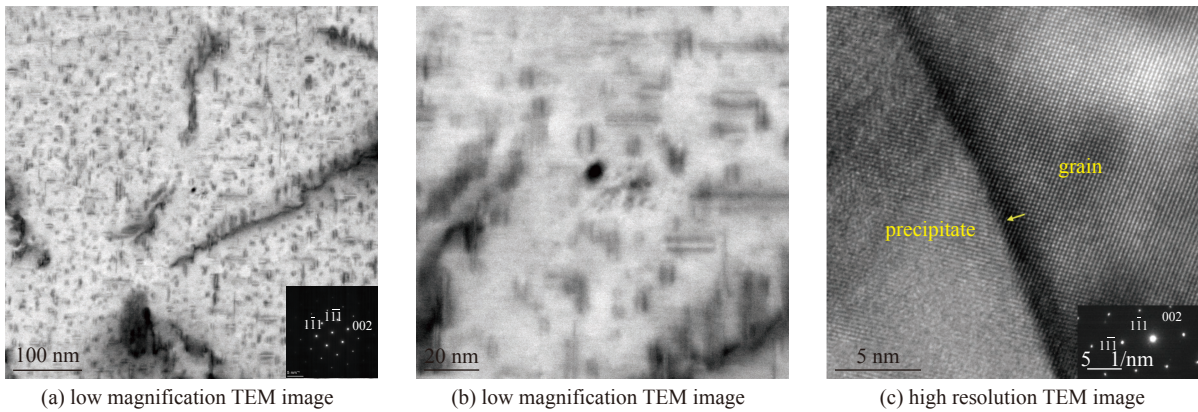


Fig. 2 Precipitates in 6061-Al alloy (all the images are taken at [110] zone axis)

图 2 6061-Al 合金中的析出物 (均在 [110] 带轴下拍摄)

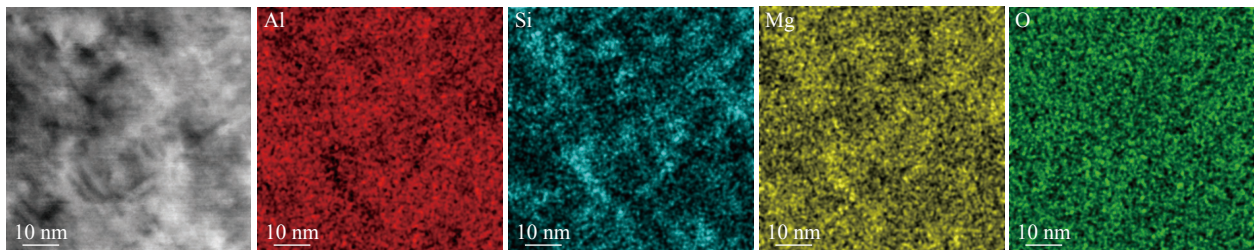


Fig. 3 EDS spectrum of the precipitates in 6061-Al alloy

图 3 6061-Al 合金中析出物的 EDS 能谱扫描结果

经过 3 MeV 的 Al 离子辐照至不同剂量后, 6061-Al 合金内均无空洞产生, 仅产生了特征的损伤带, 如图 4 黄色箭头区域所示, 最上方箭头表示离子入射表面方向, 在 1 dpa 下损伤带并不明显, 随辐照剂量的增加, 损伤带越来越显著, 且宽度和距离表面的深度逐渐增大。实验观察到的损伤分布基本与理论计算得到的分布一致, 但也有少许的差别。虚线代表 SRIM 计算得到的损伤峰值深度, 约为  $2.37 \mu\text{m}$ , 可以看到缺陷损伤带相比较理论计算而言向更深处有一定的偏差, 最深处接近  $3 \mu\text{m}$ 。在不同的辐照剂量下, 整个损伤区域(从样品表面到峰值损伤深度处)内均产生了缺陷团簇, 且在峰值损伤深度附近的缺陷分布最密集, 随深度继续增大, 缺陷基本消失。粒子辐照会产生初始间隙原子和空位, 间隙原子缺陷迁移后复合的概率较大, 而空位缺陷的迁移率较低, 复合概率小<sup>[3, 17]</sup>。本研究经过高剂量的离子辐照, 发现直至 20 dpa 条件下, 只观察到大量的间隙原子聚集形成的黑斑、位错等缺陷, 并无空

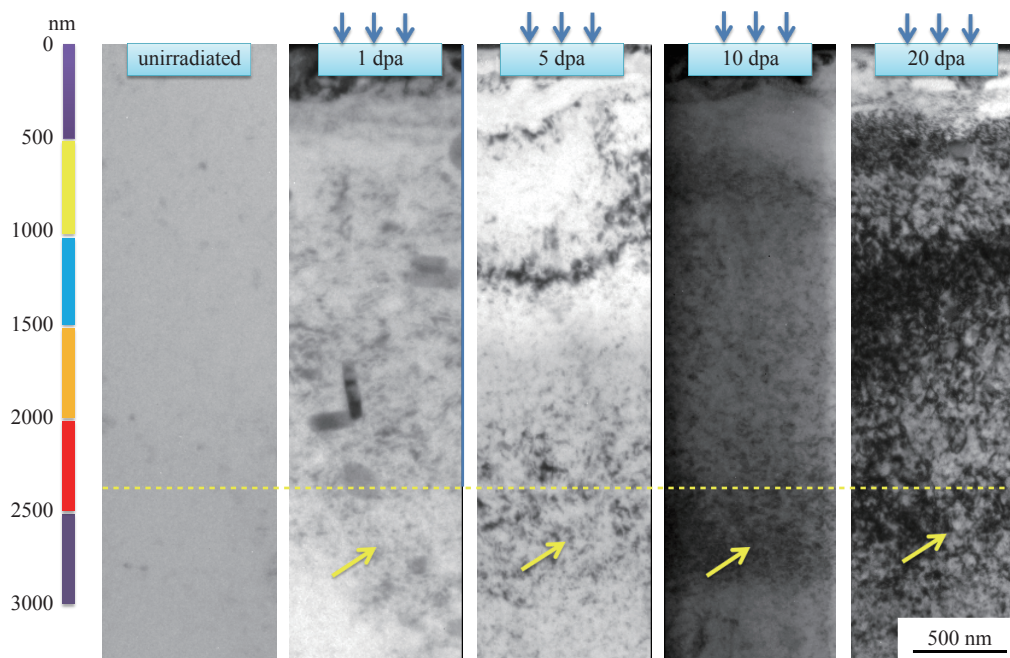


Fig. 4 Damage zones induced by ion irradiation at different fluences

图4 不同剂量离子辐照产生的损伤带

洞或空腔产生,这可能是由于辐照过程中的单个空位及空位团簇在迁移过程中容易被析出物与基体之间的界面所俘获,从而大大减缓空位相互之间的聚集趋势,抑制了空位团簇的长大以及空洞的形成。因此在 20 dpa 条件下,6061-Al 中不会有空洞聚集到晶界附近,造成晶间断裂。但在更高辐照剂量下,缺陷的产生可能会发生较大的变化。Ossetsky 等<sup>[18]</sup>和 Singh 等<sup>[19]</sup>的研究表明,当辐照剂量较低时,辐照产生的主要是位错环和层错四面体等缺陷,随辐照剂量增大到一定程度,空洞等缺陷会逐渐代替位错环等缺陷而出现,此时空洞的聚集可能会导致晶界弱化,增加材料的断裂风险。

图 5 为 [110] 带轴下,衍射矢量  $g = (002)$  的双束明场像,右下角插图为选区电子衍射图像,可以看到衍射斑点很清晰,无非晶环产生,表明在最高剂量辐照下材料既保持着较好的晶体结构,也没有产生非晶化。在峰值损伤区域产生了大量的缺陷团簇,如虚线圆圈所示,随辐照剂量从 1 dpa 增加到 20 dpa,缺陷团簇由较为自由分散的小尺寸黑斑、位错转变为高密度的纠缠状位错,缺陷密度明显增加,且尺寸由 10~30 nm 长大为 50~100 nm。图 6 为辐照产生位错环的高分辨图像,经过 10 dpa 和 20 dpa 的辐照后,基体中生成了大量夹角约为 72° 的处于侧立 (edge-on) 位置的缺陷,如红色和蓝色圆圈所示。

fcc 晶体的密堆积面为 {111} 面,假如相邻层之间原子堆积次序为 ABCABCABC,空位在点阵内会优先沿着 {111} 面聚集形成一个空位圆盘;假设该圆盘位于其中的一个 B 层,当圆盘直径足够大时,上下的原子面将发生崩塌;如果空位面坍塌时,原子面的堆积顺序变为 ABCACABC,就形成一个层错,层错周围出现一圈不全位错,即伯格斯矢量的大小小于滑移方向上的原子间距的位错。由于相邻的平行密排面沿其法线方向移动了一个面间距  $d_{\{111\}}$ ,故其伯格斯矢量  $b$  为  $1/3\langle 111 \rangle$ ,这一圈不全位错为刃型位错。由于任何位错都只能在包含伯格斯矢量  $b$  的平面上滑移,且 fcc 晶体的滑移面必须是一个密排面 {111},而伯格斯矢量  $b=1/3\langle 111 \rangle$  垂直于密排面 {111},任何包含此伯格斯矢量的平面都垂直于密排面即滑移面,因此这个刃型位错是“定位错”,不能滑移,只能攀移(半原子面扩大或缩小),称为弗兰克不全位错 (Frank sessile dislocation),由它形成的位错环称为弗兰克位错环 (Frank loop) 或层错环 (Faulted loop)<sup>[3,20]</sup>。还有研究表明,  $1/3\langle 111 \rangle$  弗兰克位错环和  $1/2\langle 110 \rangle$  全位错环均是面心立方结构铝合金在离子和中子辐照作用下经常出现的缺陷<sup>[21-22]</sup>,图 6 展示了 [110] 带轴附近衍射矢量  $g=(002)$  下形成的侧立 (edge-on) 位错环,由 fcc 晶体结构的 [110] 衍射点图谱可知,位于  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  和  $(11\bar{1})$  面上的位错环之间夹角标准值约为 71°,与本实验观察测量得到的 72° 基本一致,在此基础上结合位错环取向<sup>[23]</sup>分析可知,这两组位错环均位于 {111} 惯习面上。层错环边缘的条纹是衍射矢量  $g = (002)$  下这类层错环在侧立 (edge-on) 位置下的典型形貌<sup>[23]</sup>,在本文中也观察到了类似的位错环形貌(如图 5(c) 黄色圆圈中所示)。另外, fcc 结构中的这类位错环已经被很多研究所证实,且通过  $g \cdot b$  不可见判据分析确定其伯格斯矢量  $b=1/3\langle 111 \rangle$ <sup>[23-25]</sup>。因此推测本文图 6 中的缺陷是在  $\langle 111 \rangle$  平面上处于侧立位

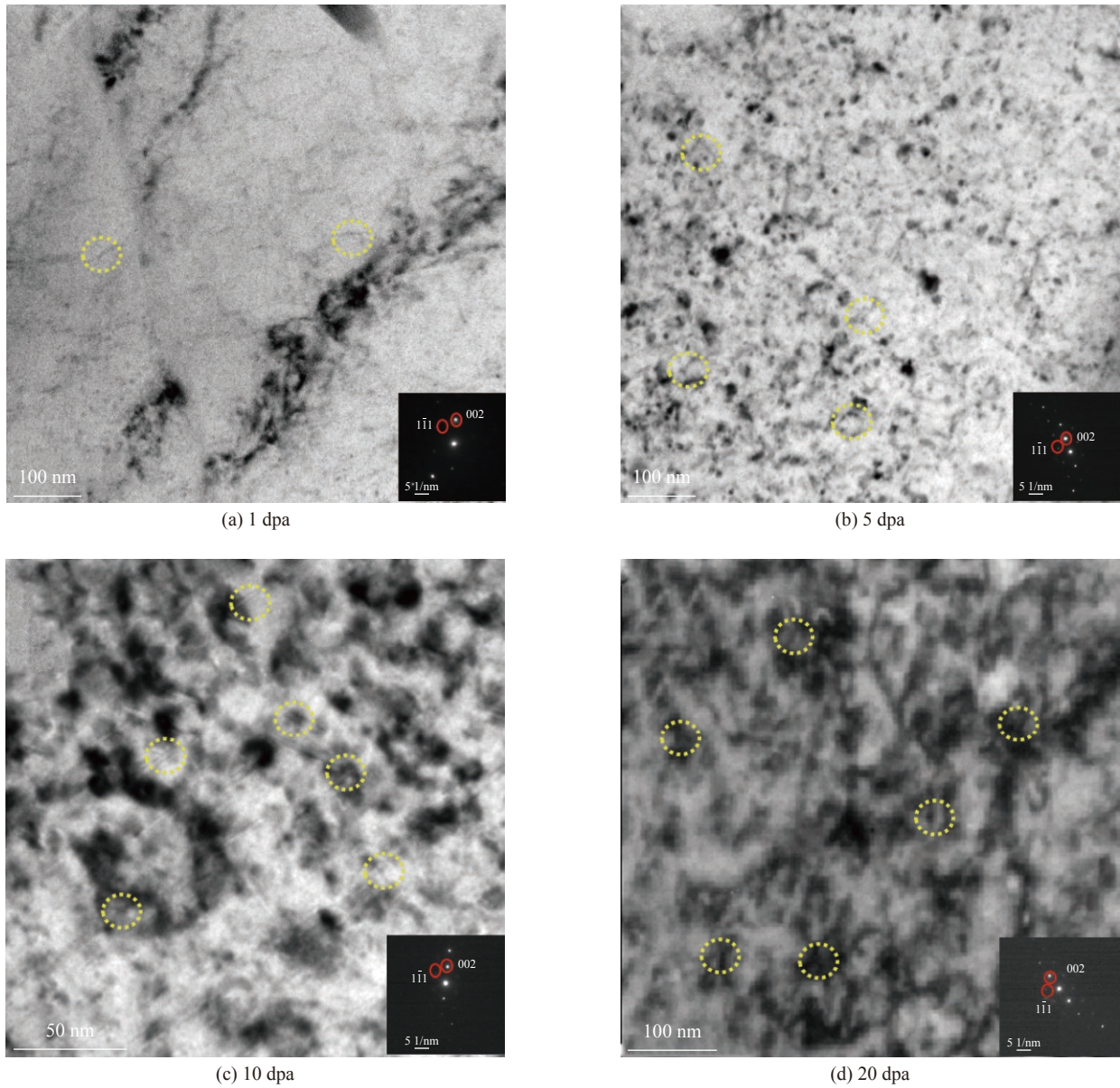


Fig. 5 Defect clusters at different irradiation fluences

图 5 不同辐照剂量下产生的缺陷团簇

置的  $1/3\langle 111 \rangle$  层错环。

## 2.2 纳米硬度变化

金属的辐照硬化与辐照脆化往往是关联的,而辐照脆化关系到材料服役过程中是否会发生断裂失效<sup>[26-27]</sup>,因此通过研究 6061-Al 合金的辐照硬化现象可以为脆化研究提供数据基础。由于离子辐照产生的损伤区域浅且不均匀,很难采用常规的硬度测量方法进行辐照后的测试表征,因此采用纳米压痕技术来表征 6061-Al 合金离子辐照样品损伤区域的硬度变化信息。

对于未辐照的样品,在压痕深度  $h$  大于几十 nm 时,纳米硬度会随压头压入深度的增大而出现减小的现象,称为纳米压痕尺寸效应(ISE)<sup>[28]</sup>。当压入深度  $h$  过小时,受样品表面的不确定性以及 Berkovich 压头的几何形状等因素的影响,纳米硬度随压入深度增加而快速增加,此时测得的纳米硬度难以反映真实的样品硬度,因此本文在实验分析中舍掉近表面区域的数据信息。在纳米压痕实验中,当压头尖端开始接触样品时,尖端周围会形成一个半球形的塑性影响区,该影响区内的材料微观结构和硬度等信息会对纳米压痕测量得到的纳米硬度数值产生影响,当影响区的半径大于辐照损伤层厚度时,测量的结果会受到材料基体纳米硬度的影响,这就是软基体效应(SSE)<sup>[29]</sup>。基体纳米硬度相比辐照层较小,在软基体效应影响下,测得的纳米硬度会减小。

为了更清楚地了解离子辐照后的硬化现象,图 7(a)对比了辐照后硬度随深度的变化,在整个压痕深度 200~

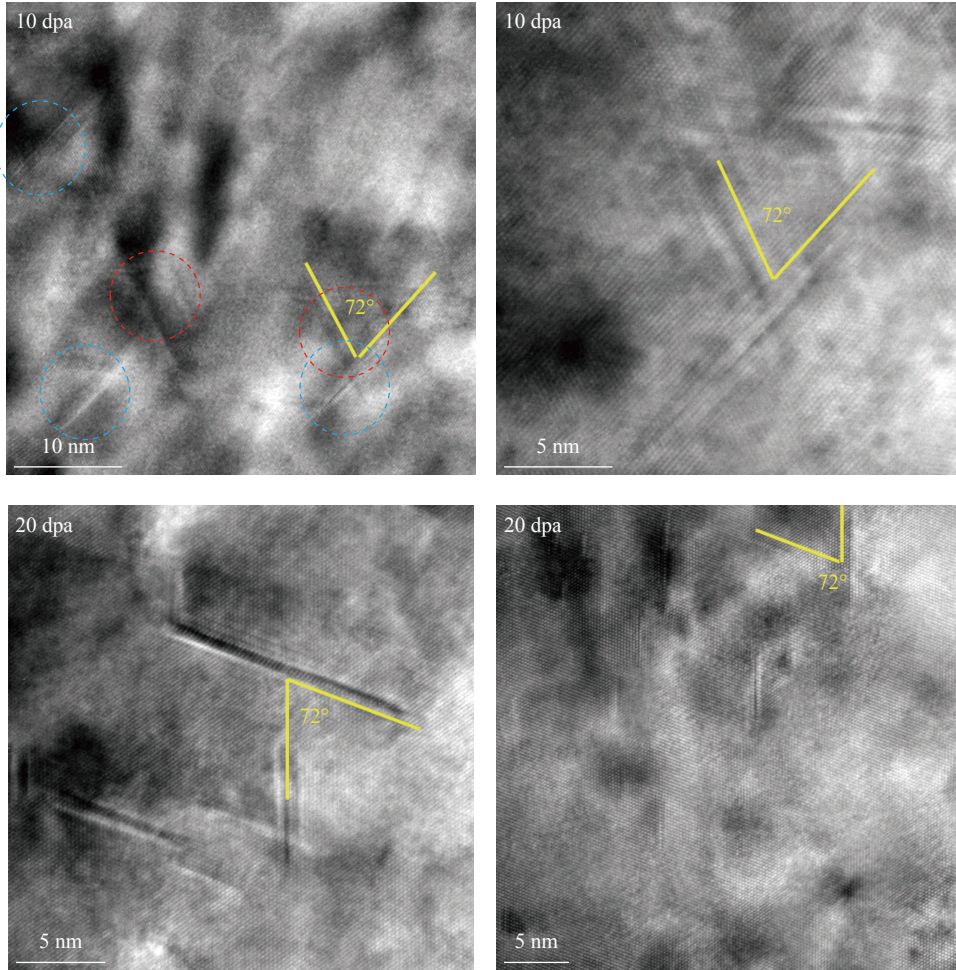


Fig. 6 HRTEM images of  $1/3\langle 111 \rangle$  faulted loops at 10 dpa and 20 dpa

图 6 10, 20 dpa 下  $1/3\langle 111 \rangle$  层错环的高分辨图像

1100 nm 内, 采用 Nanosuite 软件对测试点数据进行离散化处理, 得到所有压痕点的平均值, 误差棒为平均值的标准差。可以看到, 材料在不同辐照剂量 1, 5, 10, 20 dpa 下均发生了不同程度的硬化现象, 这是由于离子辐照会在损伤区域内产生大量的位错环等微观缺陷, 如图 4 和图 5 所示, 这些缺陷团簇以及后续发展成的位错网络等拓展缺陷作为障碍物会产生钉扎效应, 导致滑移位错的运动受到阻碍, 从而产生辐照硬化, 最终导致体材料整体力学性能的退化<sup>[30]</sup>。

图 7(b) 采用离子辐照前后辐照样与未辐照样纳米硬度比值  $H_{irr}/H_{unirr}$  随压入深度的变化曲线来描述不同剂

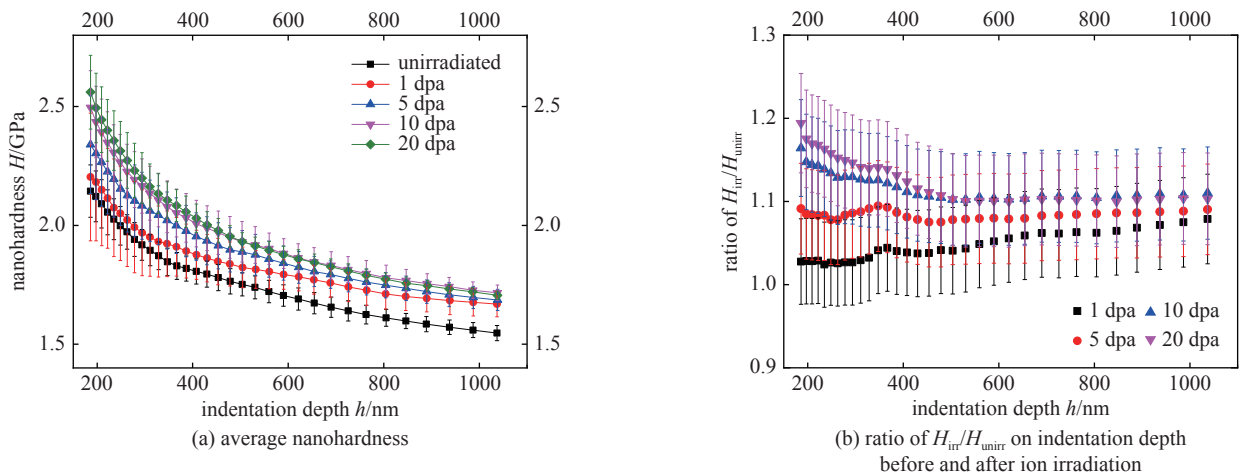


Fig. 7 Curves of hardness and indentation depth of 6061 Al alloy before and after ion irradiation

图 7 离子辐照前后 6061-Al 合金硬度与压入深度变化曲线

量辐照下材料的硬化情况。评估辐照损伤下纳米硬度的变化需要尽量避免压痕尺寸效应和基体效应的影响。在压头压入一定深度后,测得的数据会显著的受到更深处影响。根据 Huang 等<sup>[31]</sup>和 Heintze 等<sup>[32]</sup>对离子辐照硬化的研究, Berkovich 压头的压入深度介于所测纳米硬度反映的实际深度的 1/7~1/4, 因此可以得所测数据对应的是压入深度向下延伸约 4~7 倍区域内的整体硬度。在本文的纳米压痕测试中, 压入深度为 2.0  $\mu\text{m}$ 。而离子辐照造成的损伤层的厚度约为 3  $\mu\text{m}$ , 因此按照以上的数量关系, 应该取压头压入深度为 500~1000 nm 范围内的测量数据, 才能较好地反映出辐照造成的硬度变化, 更深处的纳米硬度数据则受到了较多的软基体效应地影响, 应该舍掉。图 7(b)使用了 200~1000 nm 的数据进行作图, 其中 500~1000 nm 的数据能够较为准确地反映出不同剂量离子辐照引起的硬化现象。可以看到, 1 dpa 辐照下材料硬化率均约为 5%, 随着离位损伤增加到 5 dpa, 材料硬化率约为 8%, 继续增大辐照剂量至 10 dpa 和 20 dpa, 铝合金的辐照硬度增加量明显降低, 硬化表现为接近饱和的趋势, 约为 11%。从图 4 和图 5 可以看出, 随辐照剂量的增加, 缺陷密度明显增大, 对位错滑移的阻碍作用也增大, 但纳米压痕硬度很快达到饱和。这可能是当高能离子离位损伤较小时, 会产生大量的小尺寸缺陷, 它们会形成团簇形式阻碍位错滑移, 进而导致辐照硬化现象; 随辐照剂量的增加, 材料中产生的缺陷浓度上升, 辐照硬化越来越明显, 但大量缺陷的存在反过来抑制点缺陷的产生速率, 最终使得点缺陷趋向饱和状态, 辐照硬化也逐渐达到饱和。Osetsky 等<sup>[18]</sup>和 Singh 等<sup>[19]</sup>研究表明, 辐照缺陷的密度变化与辐照剂量紧密相关, 当辐照剂量较低时, 位错环和层错四面体等缺陷的密度随辐照剂量呈近似线性关系; 当辐照剂量达到一定量时, 缺陷密度增加变缓, 趋向饱和, 由于辐照产生的缺陷会对位错的滑移起到钉扎作用, 并阻碍位错的继续滑移, 因此缺陷的饱和也会导致辐照硬化趋向饱和。

### 3 结 论

采用透射电镜和纳米压痕方法研究了经自离子辐照后, 6061-Al 合金微观结构和微观硬度的变化。发现离子辐照产生的位错环等缺陷密度随辐照剂量明显增加。缺陷的产生会导致位错滑移受阻, 使材料发生硬化效应, 但随辐照剂量的增加, 6061-Al 合金的硬度很快达到饱和。分析了铝合金在较高辐照剂量下微观结构和硬度的变化, 这为初步预测较高中子辐照剂量下材料结构和性能的变化趋势, 进而评估反应堆结构材料服役性能和寿命、辐照失效行为提供了重要的实验数据支撑。

#### 参考文献:

- [1] Garric V, Colas K, Donnadieu P, et al. Impact of the microstructure on the swelling of aluminum alloys: characterization and modelling bases[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2021, 557: 153273.
- [2] Soria S R, Tolley A, Sánchez E A. The influence of microstructure on blistering and bubble formation by He ion irradiation in Al alloys[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2015, 467: 357-367.
- [3] 郁金南. 材料辐照效应[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007. (Yu Jinnan. Radiation effects in materials[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007)
- [4] Sturcken E F. Irradiation effects in magnesium and aluminum alloys[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 1979, 82(1): 39-53.
- [5] King R T, Jostsons A. Irradiation damage in a 2.2 pct magnesium-aluminum alloy[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1975, 6(4): 863-868.
- [6] Kamigaki N, Furuno S, Hojoku K, et al. Evolution of structural damage in aluminum alloys irradiated with helium ions[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 1992, 191/194: 1214-1218.
- [7] Was G S. Challenges to the use of ion irradiation for emulating reactor irradiation[J]. *Journal of Materials Research*, 2015, 30(9): 1158-1182.
- [8] Jiao Z, Michalicka J, Was G S. Self-ion emulation of high dose neutron irradiated microstructure in stainless steels[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2018, 501: 312-318.
- [9] Pareige C, Kuksenko V, Pareige P. Behaviour of P, Si, Ni impurities and Cr in self ion irradiated Fe-Cr alloys – Comparison to neutron irradiation[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2015, 456: 471-476.
- [10] Was G S, Jiao Z, Getto E, et al. Emulation of reactor irradiation damage using ion beams[J]. *Scripta Materialia*, 2014, 88: 33-36.
- [11] Zinkle S J, Snead L L. Opportunities and limitations for ion beams in radiation effects studies: bridging critical gaps between charged particle and neutron irradiations[J]. *Scripta Materialia*, 2018, 143: 154-160.
- [12] Stoller R E, Toloczko M B, Was G S, et al. On the use of SRIM for computing radiation damage exposure[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2013, 310: 75-80.
- [13] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. *Journal of Materials Research*, 1992, 7(6): 1564-1583.
- [14] Oliver W C, Pharr G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology[J]. *Journal of Materials Research*, 2004, 19(1): 3-20.

- [15] Li Xiaodong, Bhushan B. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications[J]. *Materials Characterization*, 2002, 48(1): 11-36.
- [16] Liu Xiangbing, Wang Rongshan, Ren Ai, et al. Evaluation of radiation hardening in ion-irradiated Fe based alloys by nanoindentation[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2014, 444(1/3): 1-6.
- [17] 王广厚. 粒子同固体相互作用物理学[M]. 北京: 科学出版社, 1991. (Wang Guanghou. Particle-solid interaction physics[M]. Beijing: Science Press, 1991)
- [18] Osetsky Y N, Bacon D J, Serra A, et al. Stability and mobility of defect clusters and dislocation loops in metals[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2000, 276(1/3): 65-77.
- [19] Singh B N, Foreman A J E, Trinkaus H. Radiation hardening revisited: role of intracascade clustering[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 1997, 249(2/3): 103-115.
- [20] 郭凤平, 罗凤凤, 于雁霞. 核材料辐照位错环[M]. 北京: 国防工业出版社, 2017. (Guo Liping, Luo Fengfeng, Yu Yanxia. Dislocation loops in irradiated nuclear materials[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2017)
- [21] Changizian P, Zhang H K, Yao Z. Effect of simultaneous helium implantation on the microstructure evolution of Inconel X-750 superalloy during dual-beam irradiation[J]. *Philosophical Magazine*, 2015, 95(35): 3933-3949.
- [22] Tartour J P, Washburn J. Climb kinetics of dislocation loops in aluminium[J]. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 1968, 18(156): 1257-1267.
- [23] Yang Tengfei, Guo Wei, Poplawsky J D, et al. Structural damage and phase stability of  $Al_{0.3}CoCrFeNi$  high entropy alloy under high temperature ion irradiation[J]. *Acta Materialia*, 2020, 188: 1-15.
- [24] Lu Chenyang, Yang Taini, Jin Ke, et al. Radiation-induced segregation on defect clusters in single-phase concentrated solid-solution alloys[J]. *Acta Materialia*, 2017, 127: 98-107.
- [25] Xiu Pengyuan, Bei Hongbin, Zhang Yanwen, et al. STEM characterization of dislocation loops in irradiated FCC alloys[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2021, 544: 152658.
- [26] Murakami S, Miyazaki A, Mizuno M. Modeling of irradiation embrittlement of reactor pressure vessel steels[J]. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 2000, 122(1): 60-66.
- [27] Yamamoto T, Odette G R, Kishimoto H, et al. On the effects of irradiation and helium on the yield stress changes and hardening and non-hardening embrittlement of  $\sim 8Cr$  tempered martensitic steels: compilation and analysis of existing data[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2006, 356(1/3): 27-49.
- [28] Pharr G M, Herbert E G, Gao Y F. The indentation size effect: a critical examination of experimental observations and mechanistic interpretations[J]. *Annual Review of Materials Research*, 2010, 40: 271-292.
- [29] Wei Y P, Liu P P, Zhu Y M, et al. Evaluation of irradiation hardening and microstructure evolution under the synergistic interaction of He and subsequent Fe ions irradiation in CLAM steel[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 676: 481-488.
- [30] Konings R J M, Allen T R, Stoller R E, et al. Comprehensive nuclear materials[M]. Amsterdam: Elsevier Science, 2012.
- [31] Huang H F, Li D H, Li J J, et al. Nanostructure variations and their effects on mechanical strength of Ni-17Mo-7Cr alloy under xenon ion irradiation[J]. *Materials Transactions*, 2014, 55(8): 1243-1247.
- [32] Heintze C, Bergner F, Hernández-Mayoral M. Ion-irradiation-induced damage in Fe-Cr alloys characterized by nanoindentation[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2011, 417(1/3): 980-983.