

氦离子显微镜对钨中氦行为的实验研究*

马玉田^{1)†} 刘俊标¹⁾⁴⁾ 韩立¹⁾⁴⁾ 田利丰²⁾ 王学聪²⁾孟祥敏²⁾⁴⁾ 肖善曲³⁾ 王波³⁾

1) (中国科学院电工研究所, 北京 100190)

2) (中国科学院理化技术研究所, 北京 100190)

3) (北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124)

4) (中国科学院大学, 北京 100049)

(2018年10月17日收到; 2018年12月12日收到修改稿)

针对热核聚变面向等离子体钨材料中氦泡形成、演变以及机理研究的需求, 克服目前常用离子注入、电子扫描显微镜和透射电子显微镜等离线研究手段存在的不足, 提出氦离子显微镜对钨中氦的上述行为原位实时在线研究方法. 借助氦离子显微镜的离子注入、显微成像和聚焦离子束纳米加工功能, 它可以提供能量为 0.5—35 keV、束流密度可达 10^{25} ions/(m²·s) 以上的氦离子束, 在该设备上进行钨中氦的注入实验. 同时在注入过程, 实时在线监测钨中氦泡形成、演变过程以及钨材料表面形貌的变化, 原位在线分析钨材料表面氦泡的大小、迁移合并以及其诱发的钨表面和近表面的微观损伤. 实验结果表明: 氦离子显微镜是研究钨中氦行为演变过程及其微观机理研究的新的研究手段和强有力的实验工具.

关键词: 钨, 氦行为, 氦离子显微镜, 实时原位分析

PACS: 07.78.+s, 52.40.-w, 61.80.-x, 61.80.Jh

DOI: 10.7498/aps.68.20181864

1 引言

众所周知, 核聚变是未来潜在的清洁安全能源, 可控热核聚变装置托卡马克以及未来反应堆中关键材料问题的解决将是决定聚变能源能否成功应用的关键之一^[1]. 钨 (W) 由于具有高的熔点、良好的导热性和低溅射产额等优点而作为重要的面向等离子体材料 (plasma-facing material, PFM) 的候选材料之一^[2]. 聚变反应中产生的氢 (H) 氦 (He) 等离子体将与 PFM 发生相互作用, 从而导致材料性能恶化, 如起泡和脆化等, 这将严重影响聚变等离子体的稳定性并降低 PFM 的使用寿命^[3]. 其中 He 致 W 起泡及脆化问题是制约 W 作为

PFM 候选材料应用的重要方面, He 引入 W 中后诱发的 W 微观结构及性能的变化是导致 He 脆的根本. 因此, 有必要对 W 中微观 He 行为进行研究.

W 中 He 行为的研究主要通过两种途径, 一是托卡马克装置实验, 在国际热核聚变堆 (international thermonuclear experimental reactor, ITER) 运行的实际环境下研究等离子体与壁材料的复杂综合相互作用; 二是实验模拟, 主要的实验模拟装置有直线等离子体发生装置和离子注入机等, 在模拟 ITER 运行环境中单一或者简单综合条件下研究等离子体与壁材料的相互作用. 但是, 现有托卡马克以验证聚变反应高效运行为主, 时间和成本上难以兼顾材料测试研究. 而实验室规模上的实验模拟和数值模拟相结合, 为聚变堆材料的研发和测

* 国家自然科学基金 (批准号: 11775228, 51571003) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: myt@mail.iee.ac.cn

试提供了低成本、高效率、条件灵活的实验平台,已成为聚变堆材料研究与测试不可或缺的研究手段. 目前大多数实验模拟采用加速器和离子注入机来进行实验模拟,这类设备提供的束流一般在 $<10^{18}$ ions/m²·s 以下,由于 ITER 热核聚变堆中等离子体的束流一般在 10^{18} ions/m²·s 以上,能量在 1 eV 到几十 keV, 加速器和离子注入机无法模拟 ITER 热核聚变堆大束流稳定运行的实际环境. 利用上述实验设备, W 中 He 行为的研究主要进行了在不同能量 (eV—MeV)、不同温度 (300—2600 K)、不同剂量 (10^{20} — 10^{27} ions/m²) 条件下的一系列的辐照实验研究^[4], 并得到离子的能量、注入剂量、剂量率、靶的温度以及晶体取向都会影响 W 中 He 行为, He 辐照下 W 中产生各种类型的缺陷, 如间隙原子、空位、位错环、空洞、He 泡、“fuzz”等^[5-9]. 扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 和透射电子显微镜 (transmission electron microscope, TEM) 是 He 辐照后诱发的 W 近表面微观结构及性能变化的主要研究手段, 用来直接观测 He 泡的形态大小、密度、分布以及其形成机理的分析. 采用该研究手段结合计算模拟方法得出了 He 辐照下 W 表面起泡行为的规律和机理的主流观点: He 注入钨中后被其诱发的缺陷捕获, 导致 He 在缺陷处的大量聚集, 形成过饱和状态, 从而形成一定的局域应力, 当局域应力过大时材料会发生相应的塑性变形, 进而形成 He 泡, 孔洞等辐照损伤^[10-12]. 但是由于不同辐照缺陷和 He 之间的相关作用十分复杂, 现在对于 He 注入下 W 表面起泡行为的规律和机理并没有完全一致的理论. 目前研

究设备、手段以及方法还不能直接观测到 He 泡的形成及演化, 而且 TEM 由于其透射样品的体积不会超过 1 mm³, 其统计性存在局限性, 因此, 亟待新研究手段和方法用来研究 W 中微观 He 行为, 以期弄清 W 中 He 行为的规律及其机理.

本工作首先介绍氦离子显微镜 (helium ion microscope, HIM) 的工作原理和独特性能; 其次在 HIM 上进行 W 中 He 的注入, 并借助 HIM 对注入过程中 W 的表面形貌的变化进行监测; 最后借助 HIM 对 W 中 He 注入诱发的表面和近表面的微观损伤进行原位在线分析, 期望 HIM 有助于进一步对 W 中微观 He 行为的认识.

2 HIM 的工作原理及性能

2.1 工作原理

HIM 的组成部件与 SEM 很类似, HIM 的整体结构如图 1 所示, 主要由离子光学系统、信号收集及显示系统、真空系统和电源系统^[13]. 离子光学系统是由离子源、电磁透镜、扫描线圈和样品室等部件组成, 其作用是用来获得扫描离子束, 作为信号的激发源. 为了获得较高的信号强度和图像分辨率, 扫描离子束应具有较高的亮度和尽可能小的束斑直径, 这是与 SEM 电子光学系统不同之处. 信号收集系统由电子探测器和离子探测器组成, 检测样品在入射离子作用下产生的二次电子信号和被散射离子信号, 然后经视频放大作为显像系统的调制信号. 真空系统的作用是为保证离子光学系统正常工作, 一般情况下要求保持 10^{-8} Pa 的真空度.

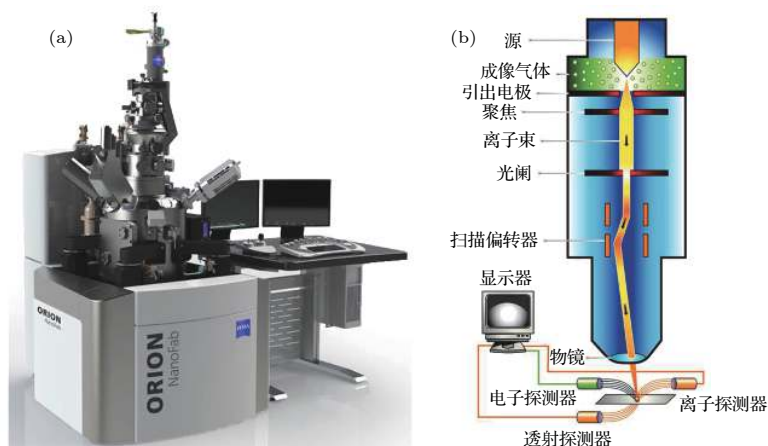


图 1 HIM 整体结构及其工作原理图 (a) 整体结构; (b) 工作原理

Fig. 1. Schematic diagram and working principle diagram of HIM: (a) Schematic diagram; (b) working principle diagram.

电源系统由稳压, 稳流及相应的安全保护电路所组成, 其作用是提供 HIM 各部分所需的电源.

HIM 是在场离子显微镜 (field ion microscope, FIM) 基础上发展起来, 以曲率 10—100 nm 的单晶钨作针尖, 以氦 (He)(或氢 (H)、或氖 (Ne) 和氩 (Ar) 等惰性气体) 为成像气体, 其工作原理如图 1 所示^[13]. 具体为: 液氮冷却的单晶钨丝针尖, 被放置在几百 Pa 低压的氦气氛围内; 氦原子被吸附在冷钨丝上; 钨丝上有一定的高压, 尖端 3 个钨原子上所吸附的氦原子会被电离激发成离子, 形成 3 个不同方向的离子束流; 选择其中一束离子束流, 进行加速、聚焦, 用于扫描样品并捕获其二次电子、背散射离子图像, 从而获得样品信息, 同时也实现对样品的刻蚀.

2.2 工作性能

HIM 不仅具有 SEM 的显微成像功能, 还具有聚焦离子束 (focused ion beam, FIB) 的纳米加工功能和离子注入机 (ion implanter) 的离子注入功能. HIM 可以实现高效、高精度的亚 10 nm 级结构的加工, 是唯一的集 Ga、Ne、He 三种离子束为一体的成像加工平台, 覆盖了微米到纳米尺度的成像与加工应用^[14,15]. 与 SEM、FIB 和 ion implanter 相比, HIM 具有以下几个方面的独特性能和优势.

1) 超高分辨率显微能力. HIM 具有分辨率为 < 0.5 nm 超高分辨率, 比 SEM 高一个数量级, 理论上有可能达到 TEM 观察效果.

2) 超高精度的纳米加工能力. HIM 具有亚 10 nm 加工能力, 其精度比 FIB 高 2—5 倍, 这种加工能力可以实现材料表面纳米化, 人为地构建出材料表面纳米图形.

3) 低中能大通量的离子注入能力^[16]. HIM 的加速电压为 0.5—35 kV, He 离子束流强度为 0.1—100 pA, 离子束斑直径为 0.5 nm, 由通量公式 $\Phi_{\text{flux}} = \frac{I}{neA}$ (其中, Φ_{flux} 为通量, ions/(m²·s); I 为束流强度, C/s; n 为每个离子的电荷数; A 为注入面积, m²; e 为电子电荷量) 可计算得: $\Phi_{\text{flux}} = \frac{I}{neA} = \frac{0.1 \times 10^{-12}}{2 \times 1.6 \times 10^{-19} \times 3.14 \times (0.5 \times 10^{-9})} = 3.98 \times 10^{25}$ ions/(m²·s). 由此可知, HIM 可以提供能量为 0.5—35 keV、通量可达 10²⁵ He/(m²·s) 的离子束, 比离子注入机提供的通量高出十几个数量级, 比国内直线等离子体发生装置提供的通量也要高

几个数量级.

4) 实时在线监测和原位分析. HIM 在加工和离子注入过程中能够实时在线监测样品表面信息且进行原位分析, 这是 SEM、FIB 和 ion implanter 等设备所不具备的独特能力.

3 He 离子注入及其过程监测

本文样品是由安泰科技股份有限公司提供的高纯钨板, 采用粉末冶金方法制备的, 纯度大于 99.99%, 在 1673 K 下保温 1 h 进行热轧处理 (形变量为 70%) 制成 3 mm 厚的钨板, 晶粒大小在 20—60 μm, 采用线切割从钨板上割成大小为 10 mm × 10 mm × 3 mm 类型的样品, 所有样品经过单面机械抛光, 样品表面的粗糙程度小于 0.2 μm. He 离子注入是采用 HIM 设备, 本底真空度在 He 注入前小于 1 × 10⁻⁸ Pa, 注入时的压强在 0.01 Pa 左右. 注入条件是: 注入能量为 30 keV, 通量约为 6 × 10²⁶ ions/(m²·s), 剂量为 1.0 × 10²² ions/m². 在样品上选取三个不同的晶面交界的区域进行 He 离子注入, 如图 2 所示. 根据电子背散射衍射 (electron backscattered diffraction, EBSD) 图样, 图 2(a) 中 a₁、a₂、a₃ 三个晶粒的晶体取向分别接近 (110)、(111) 和 (100), 如图 2(b) 所示. 样品注

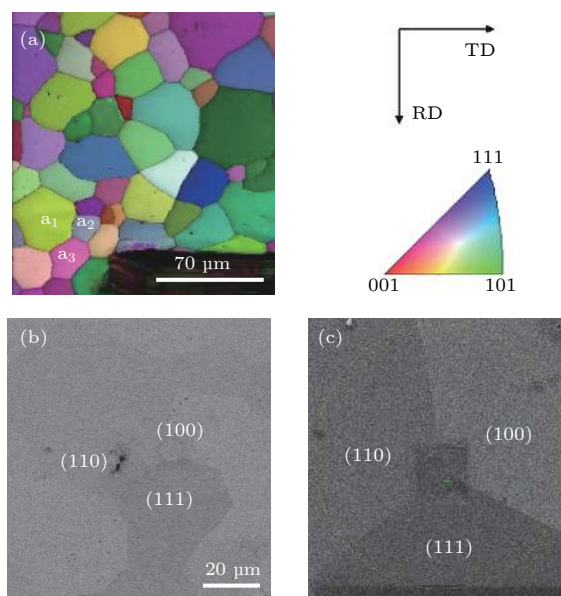


图 2 W 样品的 EBSD 衍射花样和表面微观形貌 (a) EBSD 衍射花样; (b) 表面微观形貌; (c) 注入区域

Fig. 2. EBSD map and surface micrograph of tungsten: (a) EBSD map of tungsten; (b) surface micrograph of tungsten; (c) the irradiated area of tungsten.

入区域如图 2(c) 所示, 注入区域为直径 5 μm 的圆面. 对样品表面形貌表征中, 采用大束流的 He 离子束对其表面微观形貌分析, 在样品 a_1 、 a_2 、 a_3 三个晶粒的交界处沉积了一定量的 He 离子, 如图 2(c) 中方形区域所示, 这对样品该位置等同于预先注入了 He 离子, 这对本文的实验研究内容没有影响. 在所有注入过程中, 样品的温度在 300 K 左右.

He 注入过程中样品表面形貌的变化采用 HIM 进行在线监测. 整个注入的时间为 2160 s, 每隔 20 s 对 He 注入过程取一幅图进行监测. 为了简化研究, 在此每隔 120 s 选取一幅图用来分析注入过程中 W 中 He 泡形成、演变过程以及其诱导的 W 表面形貌变化, 如图 3 所示. 与图 2(c) 未进行 He 注入的原始形貌对比, 在 720 s 时在 a_1 、 a_2 、 a_3 三个晶粒的交界处表面已经起泡, 标识为 He 泡 1, 如图 3(f) 所示, 而其他区域表面平滑没有起泡. 这主要原因在于三个晶粒的交界处在显微形貌分析

中预先注入了 He 离子, 注入剂量达到了起泡阈值, 从而表面起泡. 除三个晶粒的交界处之外的区域, 在 1200 s 时, 注入剂量约为 5.56×10^{21} ions/ m^2 , 晶体取向接近 (110) 和 (111) 的 a_1 和 a_2 晶粒表面已经起少量的泡, 如图 3(j) 所示, 在两个晶粒表面分别选取了 He 泡 2 和 He 泡 3 作为单个泡的跟踪研究. 此时晶体取向接近 (100) 晶粒 a_3 表面平滑, 没有出现起泡现象. 这表明 He 泡的形成与晶粒取向具有很明显的依赖关系. He 泡更容易形成于 (111) 取向的晶粒 a_2 表面, 而不容易形成于 (100) 取向的晶粒 a_3 上. 这种晶粒取向依赖关系和文献 [17–21] 中结果是一致的. 当注入时间增加到 1320 s 时, 晶粒 a_3 表面出现了 He 泡, 如图 3(k) 所示, 而且 He 泡 5 破裂. 此后随着注入剂量的增大, 各个晶体取向的晶粒表面出现 He 泡增大、破裂现象, 如图 3(k)–(r) 所示. 纵观整个注入过程 W 表面起泡情况, 样品在注入区域内的起泡程度不均匀, 各个晶体取向的晶粒起泡阈值也不一样.

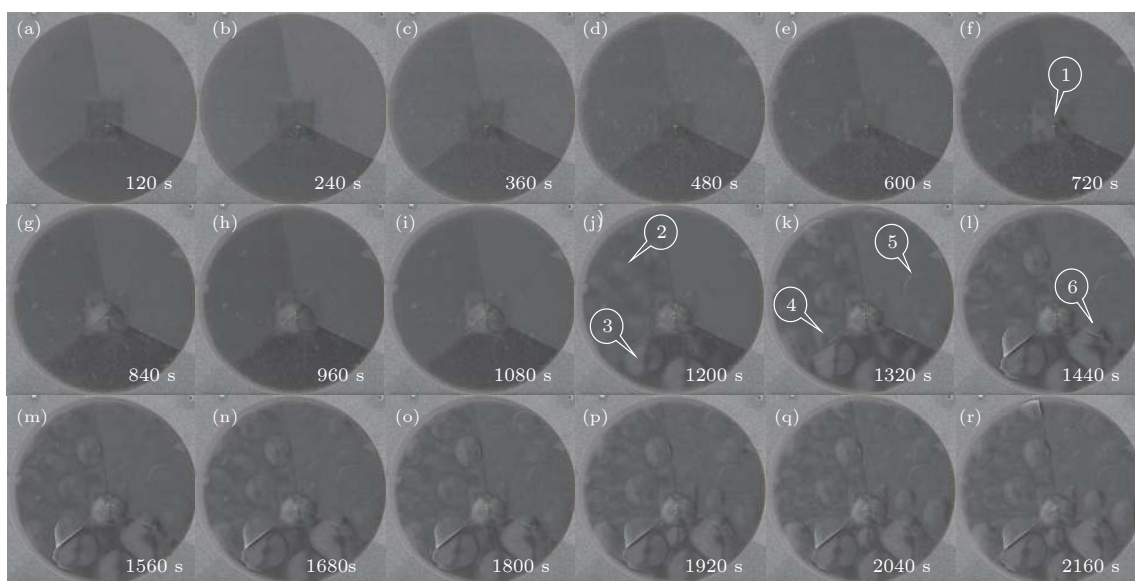


图 3 He 泡生长过程的原位在线监测 (a) 120 s; (b) 240 s; (c) 360 s; (d) 480 s; (e) 600 s; (f) 720 s; (g) 840 s; (h) 960 s; (i) 1080 s; (j) 1200 s; (k) 1320 s; (l) 1440 s; (m) 1560 s; (n) 1680 s; (o) 1800 s; (p) 1920 s; (q) 2040 s; (r) 2160 s

Fig. 3. In-situ observation of helium bubble growth during helium implantation: (a) 120 s; (b) 240 s; (c) 360 s; (d) 480 s; (e) 600 s; (f) 720 s; (g) 840 s; (h) 960 s; (i) 1080 s; (j) 1200 s; (k) 1320 s; (l) 1440 s; (m) 1560 s; (n) 1680 s; (o) 1800 s; (p) 1920 s; (q) 2040 s; (r) 2160 s.

为了进一步研究不同晶体取向的晶粒表面起泡阈值的差异, 选取了 He 注入过程中不同时间段的图像, 如图 4 所示, 观察除预先注入三个晶粒的交界处之外区域的表面起泡情况. 从图中可以看出, 当注入时间为 1100 s 时, 晶体取向接近 (111)

的 a_2 晶粒表面没有出现起泡, 当注入时间增大 20 s, 注入剂量约为 5.19×10^{21} ions/ m^2 , 该晶粒表面形成了明显的 He 泡, 如图 4(b) 所示. 此时, a_1 和 a_3 晶粒表面没有出现起泡现象. 当注入时间增加到 1180 s 和 1220 s 时, 即注入剂量分别增加到 $5.46 \times$

10^{21} ions/m² 和 5.65×10^{21} ions/m² 左右, a_1 和 a_3 晶粒表面分别先后出现 He 泡, 分别如图 4(e) 和 (g) 所示. 这与传统多晶钨样品在 keV 能量的 He 离子辐照到剂量大于 10^{21} ions/m² 情况下其表面就

会起泡的结果是一致的 [22]. 本实验结果表明接近 (111)、(110) 和 (100) 晶向的 W 晶粒的 He 起泡阈值中, 接近 (100) 晶向 W 晶粒的最大, 接近 (110) 晶向 W 晶粒的次之, 而接近 (111) 晶向 W 晶粒的最小.

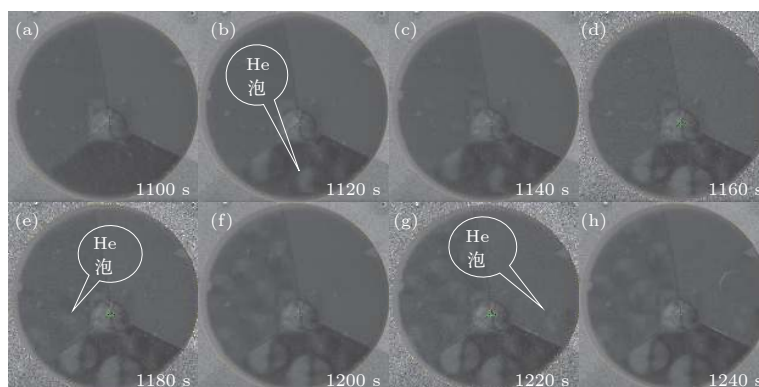


图 4 He 泡生长过程的在线监测 (a) 1100 s; (b) 1120 s; (c) 1140 s; (d) 1160 s; (e) 1180 s; (f) 1200 s; (g) 1220 s; (h) 1240 s

Fig. 4. *In-situ* observation of helium bubble growth during helium implantation: (a) 1100 s; (b) 1120 s; (c) 1140 s; (d) 1160 s; (e) 1180 s; (f) 1200 s; (g) 1220 s; (h) 1240 s.

为了更进一步证实上述结论, 针对预先注入三个晶粒的交界处的表面起泡情况进行分析, 选取了 He 注入过程中不同时间段的图像, 如图 5 所示, (111)、(110) 和 (100) 晶向的 W 晶粒表面随着注

入时间的增加, 先后出现了起泡现象, 分别如图 5(c)、(d) 和 (f), 尽管注入剂量无法定量分析, 但和上述 (111)、(110) 和 (100) 晶向的 W 晶粒表面起泡阈值排序是一致的.

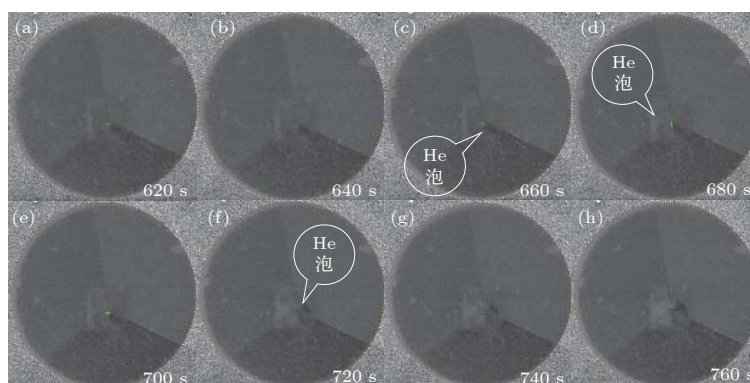


图 5 He 泡生长过程的在线监测 (a) 120 s; (b) 240 s; (c) 360 s; (d) 480 s; (e) 600 s; (f) 720 s; (g) 840 s; (h) 960 s

Fig. 5. *In-situ* observation of helium bubble growth during helium implantation: (a) 120 s; (b) 240 s; (c) 360 s; (d) 480 s; (e) 600 s; (f) 720 s; (g) 840 s; (h) 960 s.

目前主要有两个理论对 W 中 He 起泡的晶体取向性进行了解释. 一种理论 [20] 认为, $\langle 111 \rangle$ 方向是 W 体心立方晶体间隙最大的方向, 入射粒子更容易在此方向上进行迁移扩散, 从而容易聚集形成 He 泡. 另一种理论 [23, 24] 认为, $\langle 111 \rangle$ 是 W 的低指数滑移系, W 原子在 $\langle 111 \rangle$ 方向上更容易滑移. 具体哪一种理论更能准确解释这种 He 泡产生晶体取向性的原因还需要进一步的研究.

HIM 不仅可以实时在线监测 He 注入过程中样品表面形貌的变化, 还可以对单一 He 泡进行跟踪观察分析, 如图 3(f)、(j)—(l) 所示的 He 泡 1、2、3、4、5 和 6. 对上述 He 泡观察分析, 自这些 He 泡形成后, 这些 He 泡的大小和形状没有随着注入剂量的增加而变化. 进一步观察分析, 这些 He 泡都已经在泡边缘处开裂, 这可能是其不随注入剂量增加而变化的原因. 在一定能量下, He 泡在 W 中起泡初始阶段随着注入剂量的增加而长大, 随着注入的继续增加, He 泡中聚集的大量 He 会产生相应

HIM 不仅可以实时在线监测 He 注入过程中

的内应力. 当 He 泡内应力与表面张力平衡时, He 泡的尺寸就达到极值. 当 He 泡内应力足够大时, 在 He 泡的应力集中区域就会发生 He 泡的破裂而降低 He 泡内部的压强. He 泡破裂后其形貌尺寸不再发生明显的变化, 这是因为其内部因 He 泡的破裂而失去了 He 泡继续长大和裂纹扩展的动力.

4 He 泡原位分析

当 He 注入到 W 中, 被其 W 诱发的缺陷捕获, 从而发生迁移、聚集成簇, 从而形成 He 泡. 由于样品在辐照区域内产生缺陷类型和数量不同, 造成 He 起泡程度并不均匀, 因而 He 泡尺寸不同. 对本工作的 He 泡尺寸的统计如图 6(a) 所示, 从图中可以看出接近 (111)、(110) 和 (100) 晶向的 W 晶粒的 He 泡尺寸都在 1 μm 以下, 不同晶粒表明起泡情况以及 He 泡尺寸不同. 大的 He 泡主要分布接近 (111) 晶向的 W 晶粒中, 小 He 泡分布在接近 (100) 晶向的 W 晶粒中, 而接近 (110) 晶向的 W 晶粒中既有大 He 泡又有小 He 泡. 根据 He 泡形成机理, He 在 W 中先形成小 He 泡, 小 He 泡迁移合并形成 He 泡, 并在 W 表面出现明显的泡状结构. 在形成大 He 泡之前, 这些小泡在距表面 100 nm 左右的区域内钨中产生了很多小孔洞和裂纹, 如图 6(b) 所示. 这个剖面是图 6(a) 所示的尺寸为 786 nm 的 He 泡的近表面层损伤情况, 由图可以看出该 He 泡在近表面层下方约 156 nm 的位

置处形成一道宽度约为 58 nm 的裂纹, 并向晶界处延伸, 该裂纹深度和 30 keV He 离子注入深度相当. 这也表明了 He 泡形成与晶体取向有关.

为了进一步研究 He 泡形成与晶界以及晶体取向相关性, 针对图 3(f)、(k) 和 (l) 所示的 He 泡 4、6 和 1 进行 FIB 切割, 其横截面分别如图 7(b)—(f) 所示. He 泡 4 包含了接近 (111) 和 (110) 晶体取向的两个晶粒的 He 泡, 如图 7(b) 所示, 这个 He 泡没有跨过晶界, 但在这个 He 泡近表面层下方约 20 nm 的位置处出现了重叠的 He 注入诱导的裂纹, 这可能是 nm 尺寸的 He 泡破裂造成的. 对 He 泡 6 包含了接近 (111) 和 (100) 晶体取向的两个晶粒的 He 泡, 如图 7(c) 所示裂纹 1 和裂纹 2, 这两个裂纹也没跨过晶界, 但裂纹 2 有跨过晶界的趋势. 上述实验结果可以表明小的孔洞合并成了大的孔洞, 合并后的孔洞表面表现出了明显的泡状结构. 这也表明 He 泡的合并 He 泡的生长过程中扮演着重要的作用.

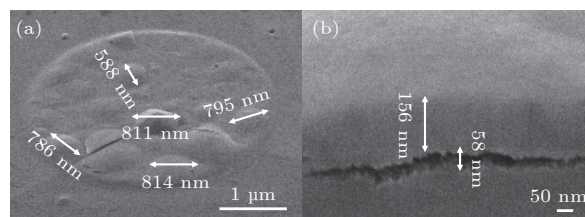


图 6 He 泡和裂纹的大小测量 (a) He 泡; (b) 裂纹
Fig. 6. Measurement of the helium bubble and crack size: (a) Helium bubble; (b) crack.

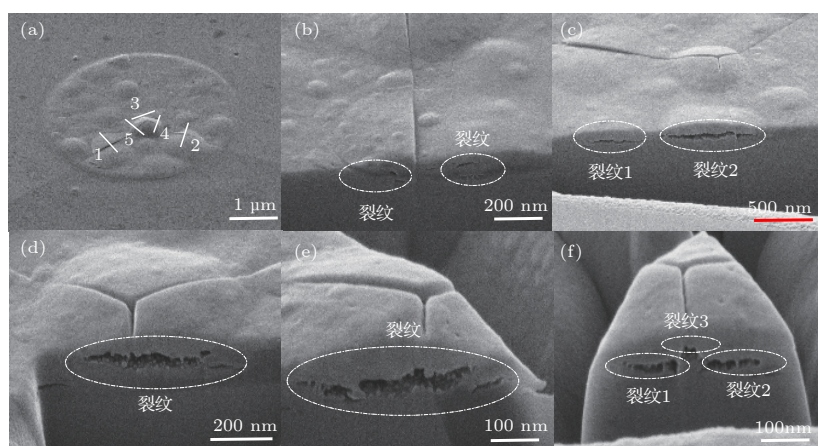


图 7 氦泡横截面微观形貌

Fig. 7. Cross-section of helium bubbles microstructure.

为了进一步研究小 He 泡能否跨过晶界, 针对 He 泡 1 观察分析, 如图 7(d)—(f) 所示, 从图 7(d)

和 (e) 可以看出 He 泡已经跨过晶界, 这两个晶界分别是接近 (110) 和 (100) 晶体取向以及 (111) 和

(100) 晶体取向的晶界. 当氦泡的扩展遇到晶界时, 其扩展方向发生了改变, 裂纹变为沿着晶界方向扩展. 这可能是因为不同晶界特性对 He 泡的影响不同所导致的. 裂纹的扩展一般沿着滑移面方向进行, 当裂纹遇到小角度晶界的时候, 晶界位错的阻碍作用不大, 裂纹不需要很大程度的改变方向就能从一个晶界扩展到另一个晶界. 如果裂纹在扩展过程中遇到了大角度晶界, 而且相邻两个晶粒的滑移面方向差别很大, 裂纹的扩展不易通过晶界而扩展到下一个晶粒中, 从而在晶界处产生了很大的内应力, 导致裂纹的沿晶界扩展, 如图 7(f) 所示, 这个晶界是接近 (110) 和 (111) 晶体取向的晶界. 这个实验结果的理论分析还需要进一步的实验研究.

5 结 论

在 HIM 上进行 W 中 He 的注入, 对 He 注入过程中 W 表面形貌的变化进行实时在线监测, 探索 He 泡的形成过程, 揭示了 He 起泡具有晶体取向性. 通过对 W 表面单个 He 泡进行原位跟踪, 分析其演变过程, 研究结果表明 He 泡的破裂会失去了 He 泡继续长大和裂纹扩展的动力. 在 He 注入完成后, 原位在线分析 W 中 He 注入诱发的表面和近表面的微观损伤, 实验观察到了 He 泡因合并对近表面造成开裂等损伤, 在一定条件下 He 泡能够跨过晶界的进行扩展. 通过本文实验研究, 解决了目前采用加速器和离子注入机和 SEM 以及 TEM 离线实验研究 W 中 He 行为的不足, 证实了 HIM 是研究 W 中微观 He 行为强有力新的研究手段和工具.

参考文献

[1] Bolt H, Barabash V, Federici G, Linke J, Loate A, Roth J,

- Sato K 2002 *J. Nucl. Mater.* **43** 307
- [2] Lässer R, Baluc N, Boutard J L, Diegele E, Dudarev S, Möslang A, Pippin R, Riccardi B, Van der Schaaf B 2007 *Fusion Eng. Des.* **82** 511
- [3] Wilson W D, Bisson C L, Baskes M L 1981 *Phys. Rev. B.* **24** 5618
- [4] Shahram S, Akiyuki T, Koji N, Nasr G 2009 *J. Nucl. Mater.* **389** 203
- [5] Alimov V K, Wang Y W, Liang T R, Yu Q Z, Jia X J 2017 *Fusion Eng. Des.* **125** 479
- [6] Zhou H B, Li Y H, Lu G H 2016 *Comp. Mater. Sci.* **112** 487
- [7] Chen Z, Han W J, Yu J G, Laszlo K, Zhu K G, Wei Q M 2016 *J. Nucl. Mater.* **479** 418
- [8] Al-Ajlony A, Tripathi J K, Hassanein A 2017 *J. Nucl. Mater.* **488** 1
- [9] Wang L, Hao T, Zhao B L, Zhang T, Fang Q F, Liu C S, Wang X P, Cao L 2018 *J. Nucl. Mater.* **508** 107
- [10] Chen Z, Niu L L, Wang Z L, Tian L F, Laszlo K, Zhu K G, Wei Q M 2018 *Acta Materialia* **147** 100
- [11] Nishijima D, Ye M.Y, Ohno N 2004 *J. Nucl. Mater.* **329—333** 1029
- [12] Yang X, Hassanein A 2013 *J. Nucl. Mater.* **434** 1
- [13] Ananth M, Scipioni L, Notte J 2008 *Am. Lab.* **40** 42
- [14] Economou N P, Notte J A, Thompson W B 2011 *Scanning* **33** 1
- [15] Hlawacek G, Veligura V, Van Gastel R, Poelsema B 2014 *J. Vac. Sci. Technol. B* **32** 020801
- [16] Bergner F, Heintze C 2018 *J. Nucl. Mater.* **505** 267
- [17] Hasenhuettl E, Zhang Z X, Kiyohiro Y, Peng S, Akihiko K 2017 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **397** 11
- [18] Valles G, Panizo-Laiz M, Gonz_alez C, Martin-Bragado I, Gonz_alez-Arrabal R, Gordillo N, Iglesias R, Guerrero C L, Perlado J M 2017 *Fusion Eng. Des.* **125** 479
- [19] Fukumoto M, Kashiwagi H, Ohtsuka Y, Ueda Y, Nobuta Y, Yagyu J, Arai T, Taniguchi M, Inoue T, Sakamoto K 2009 *J. Nucl. Mater.* **386—388** 768
- [20] Miyamoto M, Mikami S, Nagashima H, Iijima N, Nishijima D, Doerner R P, Yoshida N, Watanabe H, Ueda Y, Sagara A 2015 *J. Nucl. Mater.* **463** 333
- [21] Liu F S, Rui H T, Peng S X, Zhu K G 2014 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **333** 120
- [22] Gilliam S B, Gidcumb S M, Forsythe D 2005 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* **241** 491
- [23] Lindig S, Balden M, Kh Alimov V 2009 *Phys. Scripta T* **138** 014040
- [24] Smirnov R D, Krashennnikov S I, Guterl J 2015 *J. Nucl. Mater.* **463** 359

Helium behavior of tungsten investigated by helium ion microscope*

Ma Yu-Tian^{1)†} Liu Jun-Biao¹⁾⁴⁾ Han Li¹⁾⁴⁾ Tian Li-Feng²⁾ Wang Xue-Cong²⁾
Meng Xiang-Min²⁾⁴⁾ Xiao Shan-Qu³⁾ Wang Bo³⁾

1) (*Institute of Electrical Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China*)

2) (*Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China*)

3) (*College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China*)

4) (*University Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

(Received 17 October 2018; revised manuscript received 12 December 2018)

Abstract

Nuclear fusion energy is a clean and safe energy resource with huge potential. Tungsten is the primary candidate for plasma facing materials (PFMs) in future nuclear reactors because of its high melting point, high thermal conductivity and high resistance to sputtering and erosion. However, the interaction between tungsten and helium plasma generated by deuterium-tritium nuclear reactions will result in the degeneration of tungsten through helium blistering in tungsten. The solubility of helium in tungsten is low, and it tends to aggregate at grain boundary, phase boundary, vacancies and dislocations, thus forming helium bubbles. These bubbles will lead to microstructure changes of surface and bulk phases, as well as a decrease in mechanical properties, which seriously affects the service life of material. Limited by experimental techniques, some basic problems for the growth of helium bubbles in tungsten are not clear, for instance, how the helium clusters migrate, and nucleation mechanisms. The study of complex helium bubble formation, evolution and its underlying mechanism in tungsten PFM necessitates advanced experimental techniques. Traditional methods such as ion implantation, scanning electron microscope and transmission electron microscope are inadequate for this task. Therefore, we propose the helium ion microscope method to investigate the aforementioned several aspects of helium in tungsten in situ and real-time. Here, a helium irradiation experiment is performed by helium ion microscope (HIM), featuring nanostructure fabrication, ion implantation and microscopic imaging. The HIM can generate an ion beam with energy in a range of 0.5–35 keV and an flux upto 10^{25} ions/m²/s. In the process of helium ion implantation, we observe *in situ* and real time the helium blistering and the morphological evolution on tungsten surface, in order to capture the helium implantation-induced microscopic damage evolution on tungsten surface and subsurface. From the results of in situ HIM experiments, it is believed that a strong orientation dependence of blistering is observed with the blister occurring preferentially on the surface of grains with normal direction close to (111), and surface blistering of tungsten is directly related to cracks immediately below the surface. The present study demonstrates that the HIM is a powerful tool for investigating the helium blistering behavior in tungsten and provides valuable experimental data and reference for designing PFMs.

Keywords: tungsten, helium behavior, helium ion microscope, real-time analysis of *in situ*

PACS: 07.78.+s, 52.40.-w, 61.80.-x, 61.80.Jh

DOI: 10.7498/aps.68.20181864

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 11775228, 51571003).

† Corresponding author. E-mail: myt@mail.iee.ac.cn