

# Ti 掺杂对 ZrCo 贮氦合金中氦行为的影响研究

蒋富冬<sup>1</sup>, 张光辉<sup>1</sup>, 熊义富<sup>1</sup>, 唐涛<sup>1</sup>, 桑革<sup>1</sup>, 于荣海<sup>2</sup>, 敬文勇<sup>1</sup>

(1. 中国工程物理研究院材料研究所, 四川 绵阳 621907)

(2. 北京航空航天大学, 北京 100191)

**摘要:** 采用掠入射 X 射线衍射(GIXRD)、弹性离子反冲(ERD)、氦热解吸(TDS)、扫描电镜(SEM)对直流磁控溅射法制备的含氦 Zr-Co、Zr-Ti-Co 薄膜进行分析, 分别得到样品物相、氦的深度和浓度分布、氦热解吸图谱以及热解吸前后的表面形貌。氦热解吸实验曲线反映出 Ti 的掺杂有利于抑制 ZrCo 贮氦合金中氦的迁移、聚集和发展, 提升相应捕陷位置中氦的释放温度; 氦热解吸后,  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品的晶界密度相比 ZrCo 薄膜样品更低, 降低减少了氦泡迁移的通道, 延缓高温下氦泡迁移合并的趋势, 表明掺杂 Ti 可提升 ZrCo 合金的固氦能力, 对高温条件下氦的释放具有抑制作用。

**关键词:** Ti 掺杂; ZrCo 合金; 氦热解吸; 固氦能力; 磁控溅射

中图分类号: TG139

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2020)04-029-06

## Influence of Ti Doping on the Behavior of Helium in ZrCo Tritium Storage Alloys

Jiang Fudong<sup>1</sup>, Zhang Guanghui<sup>1</sup>, Xiong Yifu<sup>1</sup>, Tang Tao<sup>1</sup>, Sang Ge<sup>1</sup>, Yu Ronghai<sup>2</sup>, Jing Wenying<sup>1</sup>

(1. Institute of Materials, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621907, China)

(2. Beihang University, Beijing 100191, China)

**Abstract:** In this study, grazing incidence X-ray diffraction (GIXRD), elastic recoil detection (ERD), thermal desorption spectroscopy (TDS) and scanning electron microscope (SEM) were used to analyze helium-containing Zr-Co and Zr-Ti-Co films prepared by direct current magnetron sputtering, and the sample phase, the depth and concentration distribution of helium, helium thermal desorption spectrometry and surface morphology before and after thermal desorption were obtained. The helium thermal desorption experiment shows that Ti doping is beneficial to inhibit the migration, accumulation and evolution of helium in ZrCo tritium storage alloy and increase the release temperature of helium in corresponding trapping sites. After helium thermal desorption, the grain boundary density of  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  films is lower than that of ZrCo films, which reduces the helium bubble migration channel and delays the helium bubble migration and merger trend at high temperature, indicating that Ti-doped can improve the helium retention property of ZrCo alloy and inhibit the helium release at high temperature.

**Key words:** Ti-doped; ZrCo alloy; helium thermal desorption; helium retention property; magnetron sputtering

可控核聚变因其核安全性以及清洁、可持续等优点, 被认为是未来解决能源问题的理想技术。因氦具有稀缺性和放射性等特征, 故关于贮氦材料安全性、贮氦容量、稳定性等方面的研究一直备受关

注。此外, 氦衰变产生的氦会产生氦脆效应, 即氦易在缺陷或者通过自陷机制在材料中聚集, 形成氦空位复合体和氦泡, 最终破坏材料结构, 影响材料力学性能<sup>[1-3]</sup>。因此, 研究具有良好的氦存储特性和固氦性能的贮氦材料具有重要意义。

现有研究表明<sup>[4,5]</sup>, ZrCo 合金具有高贮氦容量、高稳定性、低平衡离解压力等优点, 被认为是国际热核反应堆(ITER)项目等重要涉氦工程中操作、输

收稿日期: 2020-01-16

基金项目: 国家青年基金项目(21601165); 国家重点基金项目(21573200); 国家面上基金项目(51731002)

通信作者: 桑革(1967—), 女, 研究员。

运、储存氦的理想材料。张光辉等人<sup>[6,7]</sup>进一步研究了 Ti 元素改性 ZrCo 合金在 CO 杂质气氛中的吸氢行为和抗歧化能力。关于 ZrCo 材料中氦的行为, Hayashi 等人<sup>[8,9]</sup>对 ZrCo 合金中氦衰变氦的释放规律进行了研究, 观察分析了不同贮氦时间的锆钴氟化物中氦的释放规律。彭丽霞等人<sup>[10]</sup>对离子注入法制备的 Hf 掺杂 ZrCo 含氦材料进行了研究, 发现 Hf 掺杂能够提升 ZrCo 材料的固氦性能。四川大学 Q. Q. Wang 等人<sup>[11,12]</sup>基于第一性原理, 从理论上系统研究了 Ti 掺杂对 ZrCo 合金中氦的迁移占据行为的影响。为提升金属材料的固氦能力, 常用的抑制氦脆的方法有热机械处理、冷加工、引入第二相<sup>[13-15]</sup>。Barnes 等人<sup>[16-20]</sup>研究表明, 元素掺杂可形成第二相沉淀来促进合金中氦泡的非均匀分布, 且杂质是有效的捕氦陷阱, 可阻碍氦的迁移合并, 从而抑制了氦泡的发育。

目前, 离子注入<sup>[21]</sup>、自然衰变<sup>[22,23]</sup>、磁控溅射包埋<sup>[24]</sup>方法常被用于研究氦在材料中的滞留行为。自衰变产生的<sup>3</sup>He 的最大反冲能仅为 3 eV, 不会引起材料的离位损伤, 与实际使用情况一致, 但是材料必须存放数月甚至数年, 才能满足实验需求。离子注入方法可以在短时间内实现氦的引入, 且可分别控制氢和氦的引入量, 缺点是会给材料造成大量损伤, 产生各种缺陷, 注入的氦会被产生的各种缺陷所捕获。相较于离子注入、自然衰变等研究方法, 磁控溅射包埋的方法具有模拟时间尺度大、氦浓度分布均匀等优势。因此, 本研究采用磁控溅射技术制备含氦样品, 通过实验揭示 Ti 掺杂对 ZrCo 贮氦合金中氦的迁移、合并和释放的影响, 并探讨其抑制氦脆的作用机制。

## 1 实验

采用 UHV SPUTTER 直流磁控溅射仪, 在 Mo 基片(尺寸为  $\phi 12 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ )表面制备含氦薄膜样品。溅射源为 ZrCo 合金靶片(Zr、Co 原子比为 1:1)和 Zr-Ti-Co 合金靶片(Zr、Ti、Co 原子比为 4:1:5), 尺寸均为  $\phi 25 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 。溅射前将靶室真空度抽至  $5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$  以下, 溅射气氛为氩气、氦气混合气体, 镀膜时靶室压强控制在  $(3 \pm 0.3) \text{ Pa}$ , 设备电流为 38~40 mA, 电压为 300 V 左右, 辉光电源功率 10~12 W。

在氩气、氦气体积比为 1:1 条件下, 分别用

ZrCo 合金靶片和 Zr-Ti-Co 合金靶片在 Mo 基片表面制备低氦含量的 ZrCo、 $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  薄膜样品; 在氩气、氦气体积比为 1:6 条件下, 分别用 ZrCo 合金靶片和 Zr-Ti-Co 合金靶片在 Mo 基片表面制备高氦含量的 ZrCo、 $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  薄膜样品。

采用由高精度电加热装置、四极质谱(型号: QME220)、高真空系统组成的氦热解吸仪(TDS)对薄膜样品进行氦热解吸分析, 样品在  $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$  真空下加热, 按  $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  速率由室温升至  $1\ 300 \text{ }^\circ\text{C}$ 。利用 9SHD-2 型  $2 \times 3 \text{ Mv}$  串列静电加速器对薄膜样品进行弹性离子反冲(ERD)表征, 用碳离子反冲探测薄膜样品中 He 的能谱, 并用解谱软件获得 He 的深度分布。采用 SAXSpace 小角 X 射线散射仪对薄膜样品进行掠入射 X 射线衍射(GIXRD)分析。采用蔡司 Ultra55 扫描电子显微镜(SEM)对氦热解吸前后样品表面形貌进行表征。

## 2 结果与讨论

### 2.1 含氦薄膜表面物相表征

图 1 为不同氦含量 ZrCo 和  $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  薄膜样品的 GIXRD 图谱。从图 1 可以看出, 采用磁控溅射在 Mo 基底上制备的 ZrCo 和  $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  薄膜样品衍射峰的最强峰与次强峰基本一致, 溅射形成的薄膜主要沿(110)和(211)面生长。这说明 Ti 掺杂未影响 ZrCo 薄膜生长的择优取向。对比不同氦含量薄膜样品的 GIXRD 图谱可知, 氦含量的增加会显著阻碍 ZrCo 和  $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  薄膜形成更高有序度的晶体结构, 表现为氦含量越高, 主峰越宽。这与文献[9]中 ZrCo 薄膜包埋氦的 GIXRD 图谱所展现的规律一致。

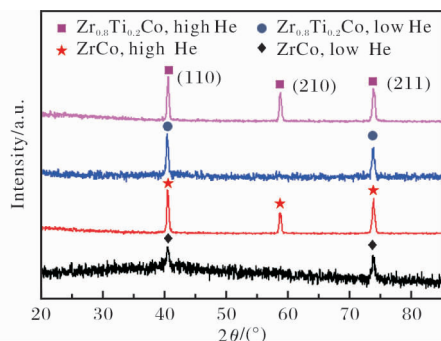


图 1 低氦含量和高氦含量 ZrCo 和  $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  薄膜的 GIXRD 图谱

Fig. 1 GIXRD patterns of ZrCo and  $\text{Zr}_{0.8}\text{Ti}_{0.2}\text{Co}$  films with low and high helium content

### 2.2 氦深度及浓度分析

为确定样品中氦的浓度和深度分布, 利用弹性离子反冲法对薄膜样品中氦进行分析。图2为高氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜中氦的弹性离子反冲图。从图2中可以看出, 薄膜样品中氦的实验数据与模拟结果基本吻合。

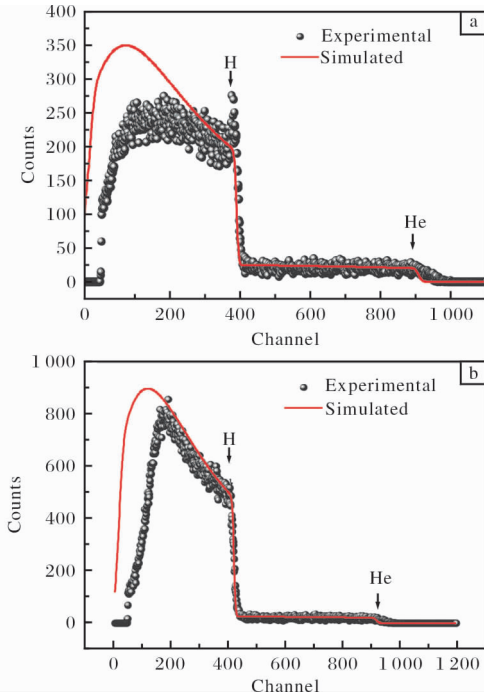


图2 高氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  样品中氦的弹性离子反冲图

Fig. 2 Elastic ion recoil diagrams of helium in film samples with high helium content: (a) ZrCo; (b)  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$

图3为解谱后薄膜样品中氦浓度随深度的变化曲线。从图3可以看出, 氦在薄膜中的分布较为均匀, 低、高氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  样品中氦的原子分数分别达到 1%~2% 和 11%~12%。而且无论氦含量高低, ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品中氦的深度几乎相同, 氦浓度随深度变化趋势也几乎相同。图3中薄膜表面的氦浓度较低, 这是由于氦从该区域逸出造成的。

### 2.3 氦热解吸分析

在利用氦热解吸分析氦在材料中的演化之前, 需了解氦在样品中的演化过程。本实验通过磁控溅射将样品靶材反向散射的氦原子均匀植入合金中, 氦原子将优先与材料中的缺陷结合, 形成氦空位复合体<sup>[25]</sup>。在低激活扩散能(约 0.4 eV)的情况下, 间隙位氦原子会迁移到氦空位复合体( $He_nV_m$ )中<sup>[26]</sup>。随

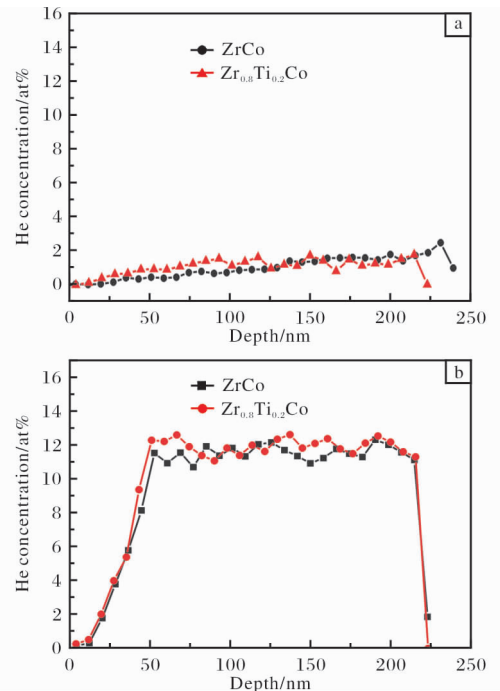


图3 不同氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品中氦浓度随深度变化曲线

Fig. 3 Variation curves of helium concentration with depth of ZrCo and  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  film samples: (a) low helium content; (b) high helium content

着氦原子的积累, 将形成不同大小的氦泡, 并分布于整个材料中, 在一定条件下这些氦泡进一步通过迁移合并机制或熟化机制<sup>[27]</sup>演变成为大的氦泡, 最终延伸至材料表面释放逸出。

图4为 ZrCo 及  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品的氦热解吸谱图。根据图4中氦热解吸峰的特征, 将氦热解吸谱划分为3个释放区域: 低温区 I 区温度范围 150~400 °C, 中温区 II 区温度范围 400~800 °C, 高温区

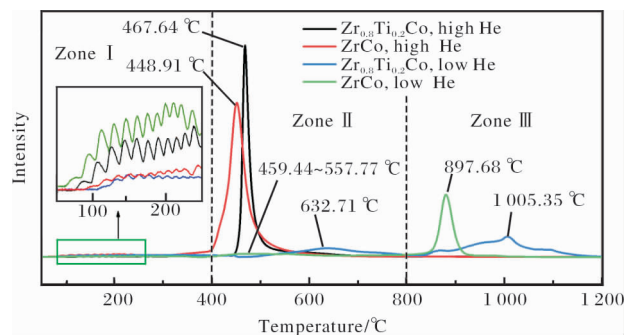


图4 不同氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品的氦热解吸谱图

Fig. 4 Helium thermal desorption spectra of ZrCo and  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  films with different helium content



Ⅲ区温度范围 800 ~ 1 200 °C。在 I 区所有样品都有一个连续的微弱释放区域，释放的氦附着在样品表面。研究者普遍认为，样品表面附着的这些氦可在低温条件下脱附<sup>[22,28]</sup>。对比Ⅱ区和Ⅲ区可以看到，随着样品包覆氦含量的增加，Ⅲ区氦热释放峰消失，而Ⅱ区氦热释放峰明显增强且形式单一。

研究表明<sup>[9]</sup>，当 ZrCo 中氦的原子分数达到 8% 后，超过 90% 的氦以大氦泡形式存在。本实验中高氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品(氦原子分数为 11%~12%) 在Ⅱ区的单一强解吸峰表明，高氦含量条件下绝大多数的氦被氦泡捕陷。而低氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  样品中除了存在大氦泡的释放峰，在高温区还存在氦的其他微观形式，说明低氦含量条件下，样品中的氦以多种形式存在，并未大量集中并形成大氦泡。低氦含量的  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  与 ZrCo 薄膜样品在高温区域的氦热解析谱差异明显，表明 Ti 掺杂影响了 ZrCo 合金中氦的占位、迁移或者存在形式。

Ti 掺杂到 ZrCo 中后，Ti 替代晶格中 Zr 的位置 (Ti 的原子半径为 0.146 nm，Zr 的原子半径为 0.21 nm)，导致原材料晶格尺寸、空位形成能、氦空位结合能发生变化<sup>[29]</sup>，从而影响氦在材料中的行为。Wang 等人<sup>[11,12]</sup> 利用第一性原理，研究了 Ti 对 ZrCo 材料中氦原子迁移能垒以及结合能的影响。研究发现，掺杂 Ti 后，单一氦原子在晶格中与 Ti 最邻近的 2 个四面体间隙迁移能垒为 0.27 eV，从晶格中 Ti 最邻近间隙迁移至第二邻近间隙的能垒为 0.58 eV，均大于其在纯 ZrCo 中的迁移能垒<sup>[11]</sup>，说明 Ti 对 He 的迁移有阻碍作用，抑制了氦的扩散。氦原子在纯 ZrCo 体系和 Zr-Ti-Co 体系中  $He_mV_n$  ( $n = 1 \sim 4$ ) 的结合能分别是 1.114、1.207、1.752、2.332 eV 和 1.265、1.544、1.834、2.424 eV<sup>[10]</sup>，说明  $He_mV_n$  在掺 Ti 体系中更稳定，能有效抑制  $He_nV_m$  复合体的解离和氦泡的生长。低氦含量的  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  在高温区域的氦热释放过程中呈现出解离能相近的多个释放峰相重叠的情况，连续峰可能代表氦团簇、 $He_nV_m$  复合体、小氦泡中释放的氦，而并非低氦含量 ZrCo 样品在高温区域氦热释放所呈现的单一强峰，说明 Ti 掺杂入 ZrCo 可抑制氦的迁移和进一步发育。本实验现象与 Wang 等人<sup>[11]</sup> 基于第一性原理的理论计算结果相吻合。

图 4 中不同材料的氦热释放峰的温度和峰形反映出，掺杂 Ti 后的 ZrCo 材料可有效抑制早期氦含量

较低时氦的迁移合并。这是由于 Ti 掺杂导致材料中氦的解离能改变所致。氦的解离机制涉及到替代位的氦、晶格间隙处的氦以及空位。研究表明<sup>[10,11]</sup>，在 Ti 掺杂 ZrCo 体系中，He 替代 Ti 最近处 Co 和 Zr 位置的解离能分别为 2.10 eV 和 2.82 eV，略高于纯 ZrCo 的 2.05 eV 和 2.69 eV，而且晶格中 Ti 最邻近四面体间隙的 He 迁移能也高于纯 ZrCo 体系，解离能的提升与实验所得的氦热释放峰温度提升的现象相吻合。Wang 等人<sup>[12]</sup> 根据 He 扩散机制的研究结果，进一步推测 Ti 的掺杂对氦原子向晶界扩散有抑制作用，从而延缓了晶界处氦泡的发育。

氦热解吸实验结果表明，掺杂 Ti 对 ZrCo 的氦热释放存在明显的抑制作用。

#### 2.4 氦热解吸前后样品表面形貌分析

为了更深刻的理解氦热解吸谱所反映的 Ti 对 ZrCo 合金中氦行为的影响，利用 SEM 对样品氦热解吸前后的状态展开进一步分析。图 5 为低氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜氦热解吸前的 SEM 照片。从图 5 可以看出，磁控溅射的材料均匀覆盖于基片。表 1 为 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品表面选择区域的能谱成分分析结果。从表 1 可以看出，ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品的成分同溅射所使用的靶片成分基本一致。

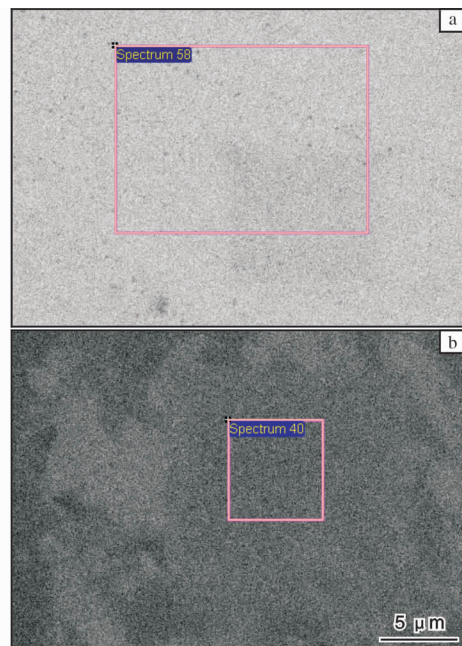


图 5 低氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜氦热解吸前的 SEM 照片

Fig. 5 SEM morphologies of different films with low helium content before helium thermal desorption: (a) ZrCo; (b)  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$

表1 低氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜的  
EDS 分析结果 (at%)

Table 1 EDS analysis results of ZrCo and  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  films  
with low helium content

Specimens	Zr	Ti	Co
ZrCo	40.54	—	59.46
$Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$	34.38	6.44	59.18

图6为低氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜氦热解吸后的 SEM 照片。从图6可以看出,氦热解吸后 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品的晶粒均变大,晶界处出现孔洞。已有研究表明,高温条件下含氦 6H-SiC 单晶中的氦原子和空位剧烈迁移、聚集,形成大尺寸氦泡并向外挤出,最终在样品表面形成起泡和凹坑<sup>[30]</sup>。因此,本实验 SEM 照片中孔洞的明亮边缘应为氦热释放导致材料破裂所形成的尖锐边缘。Lefaix-Jeuland 等人<sup>[31,32]</sup>研究认为,晶界密度是影响氦在材料中迁移、发育的重要因素,并且在高温条件下,氦泡的迁移合并机制和熟化机制成为主要生长机制。更大的晶界密度将提升晶界处的氦泡数量,而且晶界也是氦泡迁移的有利通道,加速了氦泡的聚集和发育。对于氦泡的研究表明<sup>[22]</sup>,释放峰温度

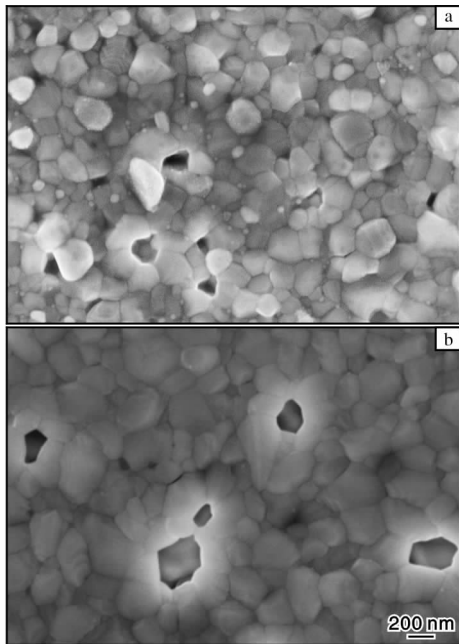


图6 低氦含量 ZrCo 和  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜氦热解吸后的 SEM 照片

Fig. 6 SEM morphologies of different films with low helium content after helium thermal desorption: (a) ZrCo; (b)  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$

越高,其对应的氦泡尺寸越小。 $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜氦热解吸后的晶界密度降低,在高温条件下氦泡迁移合并的程度弱于 ZrCo 材料,所以需要更长的升温时间和更高的温度才能达到氦泡破裂释放的尺寸。

### 3 结 论

(1)相比 ZrCo 薄膜,  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜的氦热释放峰明显向更高温度偏移。Ti 的掺杂能够提升 ZrCo 贮氦合金对氦的束缚,抑制氦在合金中的迁移发展,延缓氦的聚集生长。

(2)氦热解吸后,  $Zr_{0.8}Ti_{0.2}Co$  薄膜样品的晶粒尺寸相比 ZrCo 薄膜样品更大,晶界密度更低。晶界密度的降低减少了氦泡迁移的通道,延缓高温下氦泡迁移合并的趋势,对高温条件下氦的释放具有抑制作用。

#### 参考文献

- [1] 汪俊,张宝玲,周宇璐,等. 金属钨中氦行为的分子动力学模拟[J]. 物理学报, 2011, 60(10): 106601.
- [2] Cipiti B B, Kulcinski G L. Helium and deuterium implantation in tungsten at elevated temperatures [J]. Journal of Nuclear Materials, 2005, 347(3): 298 - 306.
- [3] 徐玉平,吕一鸣,周海山,等. 核聚变堆包层结构材料研究进展及展望[J]. 材料导报, 2018, 32(17): 2897 - 2906.
- [4] Devillers M, Sirch M, Bredendiek-Kaemper S. et al. Characterization of the zirconium-cobalt (ZrCo)-hydrogen system in view of its use for tritium storage[J]. Chemistry of Materials, 1990, 2(3): 255 - 262.
- [5] 李松林,刘焱,崔建民,等. 大容量储氢材料的研究进展[J]. 材料导报, 2007, 21(10): 67 - 70.
- [6] 张光辉,桑革. Ti 改性 ZrCo 贮氦合金的抗氢致歧化机制研究[J]. 核动力工程, 2016, 37(3): 54 - 56.
- [7] 张光辉,唐涛,桑革,等. Ti 元素改性 ZrCo 合金在 CO 杂质气氛中吸氢行为及影响机制[J]. 稀有金属材料与工程, 2017, 46(11): 3366 - 3373.
- [8] Hayashi T, Amano J, Okuno K, et al. Release behavior of decay helium from zirconium-cobalt tritide[J]. Fusion Technology, 1992, 21(2): 845 - 849.
- [9] Zhang H L, Su R R, Chen D M, et al. Thermal desorption behaviors of helium in Zr-Co films prepared by sputtering deposition method[J]. Vacuum, 2016, 130: 174 - 178.
- [10] 彭丽霞,赖新春,蒋春丽. ZrCo 和  $Zr_{0.7}Hf_{0.3}Co$  合金中氦泡演化和氦热释放研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2019, 47(9): 2749 - 2754.

- [11] Wang Q Q, Kong X G, Yu Y, et al. Effect of doping Ti on the vacancy trapping mechanism for helium in ZrCo from first principles[J]. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2019, 21(37): 20909 – 20918.
- [12] Wang Q Q, Kong X G, Han H L, et al. Influence of Ti on the dissolution and migration of He in ZrCo based on first principles investigation[J]. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2019, 21(27): 14692 – 14700.
- [13] Matta M K, Kesternich W. Microstructure and thermomechanical pretreatment effects on creep behaviour of helium-implanted DIN 1·4970 austenitic stainless steel[J]. *Bulletin of Materials Science*, 1990, 13(5): 313 – 322.
- [14] Rajaraman R, Amarendra G, Viswanathan B, et al. Suppression of helium bubble growth in palladium by prior cold working[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 1996, 231(1/2): 55 – 62.
- [15] Aglan H A. Processing orientation—Fracture resistance relationships of V-5Cr-5Ti alloy[J]. *Materials Letters*, 2008, 62(6/7): 865 – 869.
- [16] Barnes R S. Embrittlement of stainless steels and nickel-based alloys at high temperature induced by neutron radiation[J]. *Nature*, 1965, 206(4991): 1307 – 1310.
- [17] 何伟波, 陈长安, 王佳佳, 等. RAFM 钢中氦氮行为的研究进展[J]. *材料导报*, 2015, 29(17): 101 – 105.
- [18] Yamamoto N, Nagakawa J, Shiraiishi H. The effect of MC and MN stabilizer additions on the creep rupture properties of helium implanted Fe-25% Ni-15% Cr austenitic alloy[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 1995, 226(1/2): 185 – 196.
- [19] 向鑫, 刘柯钊, 陈长安, 等. 铁掺杂对铝中氦行为的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2011, 40(2): 352 – 356.
- [20] Mazumder B, Bannister M E, Meyer F W, et al. Helium trapping in carbide precipitates in a tempered F82H ferritic-martensitic steel[J]. *Nuclear Materials and Energy*, 2015, 1: 8 – 12.
- [21] Lhuillier P E, Belhabib T, Desgardin P, et al. Trapping and release of helium in tungsten[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2011, 416(1/2): 13 – 17.
- [22] Zhou X S, Chen G J, Peng S M, et al. Thermal desorption of tritium and helium in aged titanium tritide films[J]. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2014, 39(21): 11006 – 11015.
- [23] Zhou X S, Liu Q, Zhang L, et al. Effects of tritium content on lattice parameter, <sup>3</sup>He retention, and structural evolution during aging of titanium tritide[J]. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2014, 39(35): 20062 – 20071.
- [24] Zhang J, Cheng C, Wu E, et al. Thermal evolution of helium in magnetron sputtered titanium films[J]. *Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2014, 336: 6 – 11.
- [25] Ma P N, Pollet L, Troyer M, et al. Defect interactions in two-dimensional colloidal crystals: Vacancy and interstitial strings[J]. *Journal of Low Temperature Physics*, 2008, 152(5/6): 156 – 163.
- [26] Lu Y F, Shi L Q, Ding W, et al. First-principles study of hydrogen impact on the formation and migration of helium interstitial defects in hcp titanium[J]. *Chinese Physics Letters*, 2012, 29(1): 013102.
- [27] Gao J, Bao L M, Huang H F, et al. Evolution law of helium bubbles in Hastelloy N alloy on post-irradiation annealing conditions[J]. *Materials*, 2016, 9(10): 9100832.
- [28] Zhang J C, Wu E D, Liu S. Effects of Y on helium behavior in Ti-Y alloy film[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2014, 454(1/3): 119 – 125.
- [29] Hua J, Liu Y L, Li H S, et al. The role of alloying element on the behaviors of helium in vanadium: Ti as an example[J]. *Computational Condensed Matter*, 2015, 3: 1 – 8.
- [30] 李瑞祥, 周韦, 冉广, 等. 单晶 6H-SiC 经氦离子辐照及退火后的微观组织研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2018, 47(1): 378 – 382.
- [31] Lefaix-Jeuland H, Moll S, Jourdan T, et al. Effect of grain microstructure on thermal helium desorption from pure iron[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2013, 434(1/3): 152 – 157.
- [32] Han Z, Wang C, Cheng G, et al. Effects of Y on helium behavior in Y-doped TiH<sub>2</sub> films prepared by magnetron sputtering[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, 744: 778 – 784.