# 脉冲离子束辐照对 TiH2 膜表面微观结构的影响 \*

刘洋1,2) 向伟2) 王博宇2)

1) 兰州大学核科学与技术学院, 兰州 730000

2) 中国工程物理研究院, 绵阳 621900

**摘要**在TEMP-6型强流脉冲离子束装置上,利用能量密度 0.1—0.5 J/cm<sup>2</sup>,脉宽 100 ns,能量 100 keV 的 C<sup>+</sup>和 H<sup>+</sup> 混合离子束对 TiH<sub>2</sub> 膜进行逐次轰击以研究其在脉冲能量下的稳定性.采用扫描电镜和表面轮廓仪对 TiH<sub>2</sub> 膜辐照前后表面形貌 进行研究;利用 X 射线衍射和慢正电子湮没技术对脉冲离子束辐照前后 TiH<sub>2</sub> 膜的物相和缺陷结构进行分析.结果表明: 0.1— 0.3 J/cm<sup>2</sup>的脉冲束流辐照热 – 力效应不足以导致膜明显熔化和开裂; 0.5 J/cm<sup>2</sup>的脉冲束流辐照致使膜明显熔化并伴随产生 大量的网状裂纹. 0.1—0.3 J/cm<sup>2</sup>的脉冲辐照条件下 TiH<sub>2</sub> 的物相结构未发生明显变化,而 0.5 J/cm<sup>2</sup>条件下  $\delta$ -TiH<sub>2</sub>开始 发生向体心四方 (bct) 结构的非平衡相变,并且随着辐照次数的继续增加膜内开始析出纯 Ti 的物相.脉冲束流辐照下的热 – 力 学效应导致膜内缺陷的分布发生显著改变,导致膜的慢正电子 Doppler 展宽谱的 S 参数在 0.5 J/cm<sup>2</sup> 5 次轰击时达最小,而在 0.3 J/cm<sup>2</sup> 1 次轰击时最大.

文章编号

0412 - 1961(2013)10 - 1269 - 06

**关键词** TiH<sub>2</sub>,脉冲离子束,表面形貌,慢正电子湮没技术 中图法分类号 TQ122.3 **文献标识码** A

# EFFECT OF IRRADIATION WITH PULSED ION BEAM ON THE MICROSTRUCTURE OF TiH<sub>2</sub>

LIU Yang <sup>1,2)</sup>, XIANG Wei <sup>2)</sup>, WANG Boyu <sup>2)</sup> 1) School of Nuclear Science and Technology, Lanzhou University, Lanzhou 730000 2) China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900 Commence and dente WANC Boys, according professor, Tele (2016) 241100

Correspondent: WANG Boyu, associate professor, Tel: (0816)2484409, E-mail: liuyang\_benjamin@126.com

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.11205136) Manuscript received 2013–03–18, in revised form 2013–07–20

**ABSTRACT** Titanium has long been of interest as hydrogen storage material since titanium has a high affinity to hydrogen isotopes. Titanium deuteride or tritide is an important nuclear material used in the field of nuclear technology. Investigations concerning hydrogen-titanium system seem to mainly focus on the hydrogen thermal desorption spectra so as to study hydrogen desorption kinetics from metal hydride and to determine the rate-controlling step, but little is known on the evolution of its compositional changes under a much more un-equilibrium condition. In the past two decades, the intense pulsed ion beam (IPIB) technique has received extensive attention as a tool for surface modification of materials. Compared with conventional ion implantation, IPIB irradiation into materials possesses a higher energy density with shorter pulse width and be typical of more intense thermal-mechanical effect. From such a point of view, considering the features of extreme high heating and cooling rate of IPIB, IPIB as a method to evaluate the stability characteristics of titanium hydride film is utilized in order to determine a predictable behavior of the film's evolution under an extreme un-equilibrium external condition. In current study, TiH<sub>2</sub> films irradiated by intense pulsed ion beam have been investigated by using scanning electronic microscopy, surface profilometer, X-ray diffraction and slow positron annihilation, in order to evaluate the effect of irradiation with pulsed ion beam on the microstructure of TiH<sub>2</sub>. Three sets of TiH<sub>2</sub> films are irradiated several shots

\* 国家自然科学基金资助项目 11205136

收到初稿日期: 2013-03-18, 收到修改稿日期: 2013-07-20

作者简介: 刘 洋, 男, 1987 年生, 博士

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2013.00122

at energy density ranging from  $0.1 \text{ J/cm}^2$  to  $0.5 \text{ J/cm}^2$ . No noticeable phenomenon of melting and change of phase structures have occurred to samples under irradiation of  $0.1-0.3 \text{ J/cm}^2$ . However, phenomenon of melting and indication of cracking has been detected on the surface after energy density reaches  $0.5 \text{ J/cm}^2$ . Besides, desorption of hydrogen from the film, and a titanium hydride with a body centered tetragonal structure (bct), seldom reported by researchers and formed under extreme conditions, has also been identified only after energy density of IPIB reaches  $0.5 \text{ J/cm}^2$ . S parameter of slow positron annihilation reflects that the crystal defect structures have been greatly changed by IPIB irradiation, in which S parameter reaches a large value at  $0.3 \text{ J/cm}^2$  with 1 shot, while a small one at  $0.5 \text{ J/cm}^2$  with 5 shots.

KEY WORDS TiH<sub>2</sub>, pulsed ion beam, surface morphology, slow positron annihilation

Ti 作为一种优良的贮氢金属, 其吸 H 密度高达 9.2×10<sup>22</sup> atom/cm<sup>2</sup>, 比液氢密度大1倍多, 在氚工艺以 氢同位素生产中占据重要的位置,常用 Ti 作为吸氢 (及 其同位素) 的材料, 吸氢能使 Ti 发生  $\alpha$  相到  $\delta$  相的转 变, 当温度高于 250 ℃时, H 开始从 Ti 中解吸 <sup>[1-3]</sup>. Ti 的氢化物 (氘化钛、氚化钛) 作为一种重要的核材料被 广泛用于核技术如中子发生器中,其运行要求靶具有良好 的稳定性,即长时间工作下稳定的氢浓度和微观结构.因 此,了解钛氢及其同位素化物的物理化学性质对基础研究 和工程应用研究都具有重要意义. 目前国内外关于钛氢化 物的研究主要集中于钛氢化物的结构及结合状态<sup>[4-6]</sup>、H 在 Ti 中的溶解<sup>[7]</sup>、H 在 Ti 中的偏析与偏摩尔体积以及 钛氢体系的热力学性质<sup>[8-10]</sup>和动力学性质<sup>[11-13]</sup>.研 究者<sup>[14-17]</sup> 普遍采用热解析谱的方法研究 H 解吸附、解 离的动力学问题, 但是极少有实验研究关注其在更为复杂 的外部条件下所产生的内部结构的变化.

在过去的几十年间, 强流脉冲离子束 (IPIB) 作 为一种材料表面改性的方法引起了研究者们的广泛关 注<sup>[18-21]</sup>. 与传统的离子束注入相比, IPIB 具有能量密 度高和脉冲宽度窄的特点,并能以 10<sup>8</sup>—10<sup>11</sup> K/s 的速 率使材料表面经历熔化、蒸发和冷却的过程. 若采用强流 脉冲作用于薄膜,辐照效应主要包括两个方面:一是膜材 在辐照过程中受到的显著热 - 力学作用导致材料宏观形 貌的变化;二是由于显著的能量、质量和动量作用,有效 地改变材料表面形态、结晶状态及其晶体结构、化学成分 等. 金属氢化物作为一种特殊的二相体系化物, 其在强流 脉冲离子束辐照下的特性变化未见有公开报道. 因此, 研 究强脉冲束流与氘化钛的作用机制,不但能加深对束流与 氢化物的作用机制的认识,更重要的是可为核技术领域中 氘、氚膜性能的评估提供理论依据和技术支撑. 鉴于此, 本 工作尝试从实验上研究强流脉冲离子束与钛氢化物相互 作用特性,将具有急剧升温和降温特点的 IPIB 作为一种 非平衡的外部处理方式来辐照 Ti 的氢化物膜, 以便研究 TiH2 在极端非平衡条件下的表面形貌和内部微观结构的 变化,从而提供一系列关于氢化钛膜稳定性的参数.

## 1 实验材料及方法

采用箱式真空镀膜机制备 Ti 膜, 将经表面高真空除

气处理后的 Mo 衬底放置在电子束蒸发镀膜机内的样品 架上,采用电子枪加热的方式将 99.9%的高纯 Ti 沉积在 Mo 衬底上, 镀膜时系统真空约为  $10^{-4}$  Pa. Mo 衬底厚 为 1 mm, 制备的表面 Ti 膜厚度约为 6  $\mu$ m. 镀好的 Ti 膜在真空环境下被转移到 H<sub>2</sub> 饱和系统中, 该装置极限真 空为  $10^{-4}$  Pa. 饱和用的 H<sub>2</sub> 从 U 粉瓶中通过热解吸得 到, 纯度为 99.5%, Ti 膜在 H<sub>2</sub> 饱和前在  $10^{-3}$  Pa 下被 加热到 500 ℃除气 1 h, 然后被冷却到室温, 当系统真空 达到  $10^{-4}$  Pa 时, 从 U 粉瓶中加热释放出一定量的 H<sub>2</sub>, 加热样品至 550 ℃使 Ti 膜吸 H.

IPIB 轰击在 TEMP-6 强流脉冲离子束装置上进 行,加速器为单极模式,束流主要成分为 30% C<sup>+</sup> 和 70% H<sup>+</sup>(原子分数),加速能量 100 keV.对 TiH<sub>2</sub> 样 品进行能量密度 0.1-0.5 J/cm<sup>2</sup> 的轰击,轰击次数 0-50 次.

采用 A JSM-5600LV 型扫描电子显微镜 (SEM) 和 Surfcorder SE-3H 型轮廓仪 (针尖半径为 2  $\mu$ m) 进行 表面粗糙度  $R_a$  测量,用 SHIMADZUXRD-6000 型 X 射线衍射仪 (XRD) 鉴定表面层组织.采用正电子湮没的 Doppler 展宽技术,对样品进行无损伤测量 <sup>[22-24]</sup>.单能 正电子束能量在 0—20 keV 之间连续可调.用高纯 Ge 探 测器探测正电子湮没产生的辐射能谱,能量分辨约 1 keV. 所有样品均在室温下测量,每个能谱的计数为 10<sup>5</sup> 以上. 展宽能谱线形 S 参数定义为:

$$S = \frac{\int_{-a}^{a} C(E) dE}{\int_{-\infty}^{\infty} C(E) dE}$$
(1)

式中, C(E) 是扣除本底后的慢正电子 Doppler 展宽实验 谱, E 是正电子湮没后所探测到的  $\gamma$  射线的能量, (-a, a)是以 511 keV 为能量坐标原点的能量区间,这里取 a=1 keV. S 参数的变化主要受能谱中心区相对计数的影 响,因而主要反映正电子与低动量电子湮没的情况. 空位 型缺陷处,低动量电子密度相对较大,正电子发生湮灭的 511 keV 的  $\gamma$  射线 Doppler 展宽谱较小,对应于能谱的 中心区, S 参数值增大.

### 2 实验结果与讨论

### 2.1 脉冲束流对 TiH<sub>2</sub> 膜表面形貌的影响

IPIB 轰击前后 TiH<sub>2</sub> 膜表面形貌如图 1 所示. 图 1a 为原始 TiH<sub>2</sub> 膜的 SEM 像. 可以看出, 原始 TiH<sub>2</sub> 膜表面晶粒边界清晰, 但晶粒大小不规则, 具有显著的微观几何不均匀性, 同时膜表面隐约呈现出横向平行凹凸条状起伏. 当能量密度为 0.1 J/cm<sup>2</sup>, 和原始样品相比, 1—50 次脉冲轰击下膜表面均未存在表面晶粒明显的熔

化后再凝固的痕迹,但随着辐照次数的继续增加,脉冲离 子束的热冲击作用增强,表面存在平整化和致密化的趋势.  $0.3 \text{ J/cm}^2$ 条件下,膜表面也未发生十分明显的熔化现象, 与  $0.1 \text{ J/cm}^2$ 情况类似,膜表面似乎也存在平整化的趋势. 图 2 为不同情况下 IPIB 辐照 TiH<sub>2</sub> 膜表面粗糙度与 辐照次数的关系.可以看出,在能量密度为  $0.1 \text{ J/cm}^2$ , 1-20次辐照时,TiH<sub>2</sub> 膜表面粗糙度没有显著的变化, 当增加辐照次数增至 50,TiH<sub>2</sub> 膜表面粗糙度降低至  $0.21 \ \mu$ m. 在  $0.3 \text{ J/cm}^2$ 条件下,可以看到膜粗糙度也



图 1 强流脉冲离子束 (IPIB) 辐照后 TiH<sub>2</sub> 膜的表面形貌

Fig.1 Surface morphologies of  $TiH_2$  films irradiated by intense pulsed ion beam (IPIB) with different shots and energies



**图 2** IPIB 辐照后 TiH<sub>2</sub> 膜表面粗糙度 *R*<sub>a</sub> 随辐照次数和能量 密度变化

Fig.2 Surface roughness  $R_a$  of TiH<sub>2</sub> films by IPIB under different shots and energy densities

存在类似的变化趋势.虽然在此能量密度下, 膜表面没有 明显可见的熔化现象,但是从整体膜表面粗糙度的变化趋 势来看,随着辐照次数的增加并伴随着脉冲束热冲击效应 的增强,膜表面趋于更加平整和致密的状态.图 1j,k分 别为0.5 J/cm<sup>2</sup>的 IPIB 轰击 1,5 次后膜的表面形貌.可 以看出,1 次轰击后膜表面已经存在微裂纹,而5 次轰击 后,除了大量的网状裂纹之外还可以观察到表面晶粒特别 是边缘处十分明显的熔化后再凝固的现象.此种网状裂 纹是由脉冲束流瞬时加热和冷却过程中所产生的极高热 应力所致<sup>[15-18]</sup>,此外,TiH<sub>2</sub>是一种脆性相,从而导致 开裂的产生.实验表明,当能量密度至少高于 0.3 J/cm<sup>2</sup> 时,TiH<sub>2</sub> 膜会产生十分明显的熔化和开裂现象.

#### 2.2 脉冲束流轰击对 TiH<sub>2</sub> 物相结构的影响

虽然在 0.1—0.3 J/cm<sup>2</sup> 条件下, TiH<sub>2</sub> 膜表面未发生 明显的熔化现象,但由于TiH2的分解温度相对较低<sup>[1-3]</sup>, 所以其内部的物相结构在此条件下仍然可能发生转变. 图 3 所示为 IPIB 辐照前后 TiH<sub>2</sub> 膜的 XRD 谱. 可以看出, 原始 TiH<sub>2</sub> 膜表层主要由  $\delta$  相的 TiH<sub>2</sub> 构成, 同时也检 测到了基体 Mo 的物相. 当能量密度为 0.1 J/cm<sup>2</sup> 时, 经过 IPIB 1—50 次辐照, TiH<sub>2</sub> 膜表层相结构均未发生 明显的变化. 当能量密度为 0.3 J/cm<sup>2</sup>, IPIB 辐照 1 次 后, 衍射谱中存在 α-Ti (002) 衍射峰并且 Mo 的 (200), (211) 和  $\delta$ -TiH<sub>2</sub> 的 (220), (211) 衍射峰逐渐分离开来, 而 5 和 10 次辐照后,各衍射峰和原始谱图相比并无本 质上的差别. 此种情况是由于样品在保存或者制备的过 程中存在 H 从样品中逃逸造成 TiH<sub>2</sub> 的含量减小, 从而 导致 α-Ti (002) 峰的析出和原本几乎重合的 Mo (200), (211) 和 δ-TiH<sub>2</sub> (220), (211) 衍射峰分离开来. 图 3c 为 0.5 J/cm<sup>2</sup> IPIB 轰击下, TiH<sub>2</sub> (110), (220), 纯 Ti (002) 衍射峰的演化图,从图中看出,H从 TiH2 中分解的过程 并伴随着 α-Ti (002) 峰的析出. 另外, 还观测到了体心



**图 3** 0.1—0.5 J/cm<sup>2</sup> 条件下 IPIB 辐照 TiH<sub>2</sub> 膜表层的 XRD 谱

Fig.3 XRD spectra of TiH<sub>2</sub> films irradiated by IPIB with different shots under 0.1 J/cm<sup>2</sup> (a), 0.3 J/cm<sup>2</sup> (b),  $0.5 \text{ J/cm}^2$  (c)

立方 (bct) 结构氢化物的存在, 是一种亚稳态, 一般存 在于材料中应力集中的区域<sup>[29,30]</sup>. Wang 等<sup>[31,32]</sup> 曾对此结构做过详细的研究. 这种非平衡相结构的出现 与 IPIB 快速加热及随后的快速冷却的非平衡过程密切 相关,在等温加热的情况下, bct-TiH<sub>2</sub> 会继续分解为  $\alpha$ -Ti 和  $\delta$ -TiH<sub>2</sub>, 而 IPIB 辐照结束后的快速冷却,"冻结" 了这种高温组织,使其来不及分解而保存下来. 结果表明, 在 IPIB 轰击下,  $\delta$ -TiH<sub>2</sub> 分解的能量密度条件仍然高于 0.3 J/cm<sup>2</sup>. 但由于基体的干扰, TiH<sub>2</sub> 可能在更低的能量 密度范围内已经发生相变.

### 2.3 束流轰击对 TiH<sub>2</sub> 膜缺陷结构的影响

原始纯 Ti 膜、TiH2 膜以及不同条件 IPIB 轰击 下 TiH<sub>2</sub> 膜的慢正电子 S 参数谱图如图 4 所示. 可以 看出,由于蒸发镀膜本身的特点,在镀膜过程中膜内已经 存在大量的原生空位、空洞缺陷. 膜充 H 以后随着氢化 物的生成,大量脆性氢化物的产生使膜又产生了大量的缺 陷, 膜的 S 参数相对于原始状态呈现增大的趋势. "氢致 缺陷"一方面是由于当金属内部出现氢化物时其和母体材 料存在不适配性,导致材料内部出现断裂和位错;另一方 面金属 -H 原子复合体能够降低材料内部空位缺陷形成 能,从而引起材料内部缺陷浓度的增大<sup>[33]</sup>.图 4b 分别给 出了 0.3 J/cm<sup>2</sup> 的 IPIB 辐照 TiH<sub>2</sub> 1, 5, 10 次的慢正 电子 S 参数谱图. 为了方便对比分析,同时也测量了 0.1 和  $0.5 \text{ J/cm}^2$  的 IPIB 5 次脉冲条件下膜的慢正电子 S 参数谱图. 结果表明, 充 H 能在 Ti 膜内引入缺陷, IPIB 的辐照亦能导致 TiH2 膜产生大量的缺陷结构, 缺陷结构 的峰值主要集中于膜表层 0.4 µm 以内. 有资料<sup>[34]</sup>表明, 100 keV 的 C<sup>+</sup> 和 H<sup>+</sup> 所产生的缺陷范围分别主要集中 于 0.25 和 0.75 μm 处 (图 4a). 虽然 IPIB 成分中 H<sup>+</sup> 相对 C<sup>+</sup> 要多, 但是单个 C<sup>+</sup> 对膜材料的损伤程度却高 出 H<sup>+</sup> 约 2 个数量级, 所以 IPIB 辐照材料所产生缺陷峰 值主要集中于 C+ 的峰值处. 值得注意的是, 随着辐照次 数的增加, S 参数的峰值略微下降, 预示着缺陷浓度在下 降. 为了做进一步的对比分析, 图 4c 给出的是 0.1, 0.3,  $0.5 \text{ J/cm}^2$ 的 IPIB 5 次轰击下 TiH<sub>2</sub> 膜 S 参数随膜深 度的变化. 可以看出 0.1 和 0.3 J/cm<sup>2</sup> 条件下, S 参数 峰值相当,而 0.5 J/cm<sup>2</sup> 条件下膜的 S 参数急剧下降, 几乎达到原始 TiH2 膜的值. 结果表明, 在 0.3 J/cm<sup>2</sup> 1 次轰击条件下 S 参数值最大,并随着轰击次数的增加 而逐渐减小. 由于正电子对材料中原子尺度的缺陷极其敏 感, 当空位与基体原子比达到 10-4 时会导致正电子湮没 趋于饱和<sup>[35]</sup>.离子的注入,辐照过程中所产生的远离平 衡态的热 - 力学效应以及期间形成的由表及里应力波使 膜内部产生大量的空位型缺陷和位错型大尺寸缺陷. 当缺 陷尺寸达到上百纳米时,正电子无法再对其进行分辨,正 电子在期间湮没几乎可以视为自由态湮没. 由此可推断在 0.3 J/cm<sup>2</sup> 1 次 IPIB 轰击下, 材料内部可产生大量的空 位型缺陷并存在位错型大尺寸缺陷,而且随着轰击次数的 继续增加,在 IPIB 反复的热冲击效应下,大尺寸缺陷浓度



- 图 4 单个 C<sup>+</sup> 和 H<sup>+</sup> 辐照 TiH<sub>2</sub> 膜后在其路径上所产生的单位长度空位数及 TiH<sub>2</sub> 膜经 IPIB 辐照后慢正电子 S 参数随膜表面深度的变化
- Fig.4 Vacancy productions per incident ion along projective range (a), and evolution of the positron annihilation characteristics S parameter in TiH<sub>2</sub> with different shots as a function of depth (b, c) (S parameter is defined as the ratio of the counts in the central area of the slow positron annihilation, Doppler broadening peak: 510.56—511.44 keV)

也随之增加,导致大量的正电子在其间近乎以自由态湮没. 0.5 J/cm<sup>2</sup> 5 次脉冲条件下 TiH<sub>2</sub> 膜试样表面存在大量的 网状裂纹,线尺寸可达数十至几十微米,此类缺陷也极有 可能延伸至膜内部一定深度处.正电子在如此尺寸的缺陷 中湮没实则可视为自由态湮没,这种湮没方式对于 *S* 参 数的增加并无贡献. 另外,与原始 TiH<sub>2</sub> 膜相比,辐照后的 S 参数值在某些点存在十分明显的波动, 预示着在辐照期间, 膜内部产生了较多的非均匀分布的缺陷结构.

#### 3 结论

(1) 在 0.1—0.3 J/cm<sup>2</sup> 的 IPIB 轰击条件下, 虽然 TiH<sub>2</sub> 膜表面并未出现明显的熔化现象, 但膜表层的整体 粗糙度在束流不断的热冲击条件下趋于平整; 在 IPIB 能 量密度达到 0.5 J/cm<sup>2</sup> 时, TiH<sub>2</sub> 膜表层发生十分明显的 熔化和开裂现象.

(2) 当能量密度达到 0.5 J/cm<sup>2</sup> 时, TiH<sub>2</sub> 膜表层相 结构才发生明显的变化, H 开始从 TiH<sub>2</sub> 膜内大量的解吸 并伴随有  $\delta$ -TiH<sub>2</sub> 向 bct-TiH<sub>2</sub> 结构的非平衡相结构转 变.

(3) 在 0.3 J/cm<sup>2</sup> 1 次 IPIB 轰击下 TiH<sub>2</sub> 膜的慢正 电子 Doppler 展宽 *S* 参数可达到饱和值,并随着轰击次 数的增加而减小. 当 IPIB 能量密度增为 0.5 J/cm<sup>2</sup> 时, *S* 参数几乎降为初始值,表明 IPIB 反复的热冲击效应能 导致材料内部大尺寸缺陷浓度的急剧增加,正电子在此缺 陷内部的趋近于以自由态湮没.

#### 参考文献

- [1] Karamanis D. Nucl Instrum Meth, 2002; 195B: 350
- [2] Hughey B J. Nucl Instrum Meth, 1995; 95B: 393
- [3] Bhosle V, Baburaj E G, Miranova M, Salama K. Mater Sci Eng, 2003; A356: 190
- [4] Schur D V, Zaginaichenko S Y U, Adejev V M. Int J Hydrogen Energy, 1996; 21: 1121
- [5] Wang Y, Wang P X, Zhang J W. *Rare Met*, 1995; 19: 348
   (王 宇, 王佩璇, 张建伟. 稀有金属, 1995; 19: 348)
- [6] Shapovalova O M, Babenko E P, Babenko J V. Hydrogen Mater Sci Chem Met Hydrides, 2002; 82: 69
- [7] Schwickert M, Carpene E, Lieb K P. Appl Phys Lett, 2004; 84: 5231
- [8] Kasess U, Majer G, Stoll M. J Alloys Compd, 1997; 259: 74
- [9] Wu H L, Zhao G Q, Zhou Z Y. Nucl Sci Technol, 1996; 19: 326
  - (伍怀龙, 赵国庆, 周筑颖. 核技术, 1996; 19: 326)
- [10] Papazoglou T P, Hepworth M T. Trans Met Soc Alme, 1968; 242: 682
- [11] Schwickert M, Carpene E, Lieb K P. Appl Phys Lett, 2004; 84: 5231

- [12] Hirooka Y, Miyake M. J Nucl Mater, 1981; 96: 227
- [13] Wasilewski R J, Kehl G L. *Metallurgia*, 1954; 50: 225
- [14] Hirooka Y, Miyake M, Sano T. J Nucl Mater, 1981; 96: 227
- $\left[15\right]$  Wang W E. J Alloys Compd, 1996; 238: 6
- [16] Lisowski W, Keim E G, Kaszkur Z, Smithers M A. Appl Surf Sci, 2008; 254: 2629
- [17] Masatoshi T, Hiroki K, Setsuo Y, Hamazo N, Katsunobu I. Appl Surf Sci, 2008; 258: 1405
- [18] Shulov V A, Nochovnaya N A, Remnev G E, Pellerin F, Monge C P. Surf Coat Technol, 1998; 99: 74
- [19] Zhu X P, Lei M K, Ma T C. Nucl Instrum Meth, 2003; 211B: 69
- [20] Wang X, Zhang J S, Lei M K. Acta Metall Sin, 2007; 43: 393

(王 旭, 张俊善, 雷明凯. 金属学报, 2007; 43: 393)

- [21] Lei M K, Dong Z H, Zhang Z, Hu Y F, Zhu X P. Surf Coat Technol, 2007; 201: 5613
- [22] Wang B Y, Xiang W, Tan X H, Dai J Y, Cheng L, Qin X B. Acta Metall Sin, 2010; 46: 810
  (王博宇,向 伟, 谈效华, 戴晶怡, 程 亮, 秦秀波. 金属学报, 2010; 46: 810)
- [23] Miao Z, Cheng L L, Hui M W, Scholzc R, Gösele U. Thin Solid Films, 1998; 333: 245
- $\left[24\right]$ Wu Y C, Jean Y C. Appl Surf Sci, 2006; 252: 3278
- [25] Dong Z H, Zhang Z, Liu C, Zhu X P, Lei M K. Appl Surf Sci, 1998; 99: 74
- [26] Li P, Lei M K, Zhu X P. Appl Surf Sci, 2010; 257: 72
- [27] Han X G, Zhu X P, Lei M K. Surf Coat Technol, 2011; 206: 874
- [28] Zhang F G, Zhu X P, Wang M Y, Lei M K. Acta Metall Sin, 2011; 47: 958
  (张峰刚, 朱小鹏, 王明阳, 雷明凯. 金属学报, 2011; 47: 958)
- [29] Zheng P. J Mater Sci Lett, 1990; 9: 75
- [30] Grambole D, Wang T, Herrmann F, Eichhorn F. Nucl Instrum Meth, 2003; 210B: 526
- [31] Wang T S, Grambole D, Herrmann F, Peng H B, Wang S
   W. Surf Interf Anal, 2007; 39: 52
- [32] Wang T S, Eichhorn F, Grambole D, Grötzschel R, Herrmann F, Kreissig U, Möller W. Condens Matter, 2002; 14: 11605
- [33] Čížek J, Procházka I, Kužel R, Bečvář F, Cieslar M, Brauer G, Anwand W, Kirchheim R, Pundt A. J Alloys Compd, 2005; 404: 580
- [34] http://www.SRIM.org
- [35] Shirai Y, Araki H, Mori T, Nakamura W, Sakaki K. J Alloys Compd, 2002; 330: 125

(责任编辑:罗艳芬)