ПРИБОРЫ И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА, 2016, № 5, с. 147–149

ЛАБОРАТОРНАЯ ТЕХНИКА

УДК 539.219.3:546.82

УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТОВ ДИФФУЗИИ ВОДОРОДА В МЕТАЛЛАХ ПРИ ОДНОВРЕМЕННОМ НАВОДОРОЖИВАНИИ И ОБЛУЧЕНИИ ЭЛЕКТРОНАМИ

© 2016 г. Ю. И. Тюрин, В. В. Ларионов, Н. Н. Никитенков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Россия, 634050, Томск, просп. Ленина, 30
E-mail: lvv@tpu.ru

Поступила в редакцию 14.09.2015 г.
После доработки 16.10.2015 г.

Описаны модернизированная высоковакуумная установка и методика исследования диффузии водорода в мембране из титанового сплава ВТ1-0 при облучении образца пучком электронов с энергией 10–120 кэВ при сканирующем и стационарном режимах и одновременном электролитическом насыщении. Для этого в установку дополнительно введены отклоняющие электроды, которые позволяют осуществлять развертку пучка. Спектр масс остаточных газов регистрировали датчиками парциального давления с чувствительностью до 10^{-13} Па. Приведены результаты измерения коэффициента диффузии водорода в условиях сканирующего воздействия электронного пучка на титановую мембрану.

DOI: 10.7868/S0032816216040273

1. ВВЕДЕНИЕ

В работе [1] описана установка, предназначенная для исследования радиационного и термического выделения газов из неорганических материалов. Известно, что скорости поглощения водорода и дегазации металла определяются значениями коэффициента диффузии водорода. Эти процессы являются определяющими в практике получения новых материалов. Например, за счет наноструктурирования, а также модификации поверхности можно увеличить механическую прочность листов из титана и титановых сплавов. Для приготовления наноструктурированных титановых сплавов используют методы интенсивной пластической деформации с предварительным наводораживанием материалов [2]. В последнем случае происходит изменение структуры металлического образца от крупнокристаллической до субмикрокристаллической (с.м.к.) [2, 3]. Но для последующего применения в технике полученного с.м.к. титана водород из объема образца требуется удалить при сохранении с.м.к.-структуры материала.

Это практически невозможно достичь простым термическим нагревом титана, но оказывается возможным при радиационно-стимулированном удалении водорода из титана с использованием электронного пучка [1, 4]. Однако в условиях стационарного облучения вновь возникает проблема – возможность возникновения локального перегрева отдельных участков изделия, поэтому приходится использовать режим сканирования электронным пучком облучаемой поверхности образца. Для этого в описываемой установке в вакуумной камере размещены управляющие пластины, что позволяет сканировать

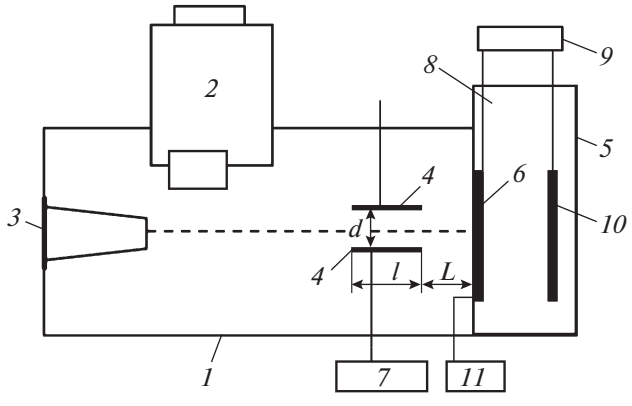

Рис. 1. Функциональная схема экспериментальной установки. *1* – вакуумная камера; *2* – масс-спектрометр; *3* – электронная пушка; *4* – металлические пластины, отклоняющие пучок электронов; *5* – электролитическая ячейка; *6* – образец-мембрана; *7* – генератор развертки отклоняющих пластин; *8* – электролит; *9* – источник питания электролитической ячейки; *10* – анод электролитической ячейки; *11* – микроамперметр.

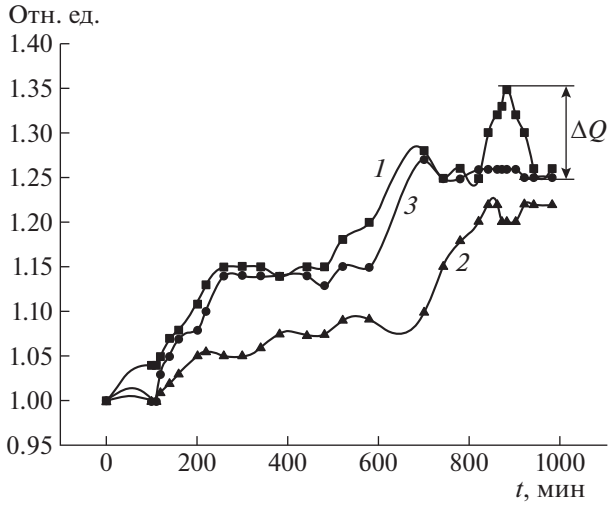

Рис. 2. Относительное изменение давления водорода в камере при постоянной скорости откачки в условиях облучения электронами мембраны из титанового сплава ВТ1-0: *1* – сканирующий пучок; *2* – сканирующий пучок (электролит закрывает половину мембраны); *3* – узкий стационарный пучок (плотность тока электронного пучка на мембране 10 мкА/см^2, энергия 30 кэВ). Плотность тока электролиза 0.1 А/см^2.

сфокусированным электронным пучком с энергией E_0, равной 10–120 кэВ, поверхность металлического образца (в данном случае мембраны из титанового сплава ВТ1-0) с заданной частотой.

2. КОНСТРУКЦИЯ УСТАНОВКИ

Функциональная схема установки приведена на рис. 1. Для насыщения мембраны *6* водородом использована электролитическая ячейка *5*, в нижнюю часть которой заливают электролит. Мембрана разделяет вакуумную камеру *1* и электролитическую ячейку *5*. Уровень электролита в ячейке можно варьировать. Водород, попадающий из электролита в объем погруженной части мембраны, диффундирует в вертикальном направлении. Это позволяет исследовать процессы диффузии водорода в металлической мембране в различных условиях.

Для контроля за положением сфокусированного электронного пучка на поверхности пластины и при выходе его за пределы образца используют микроамперметр *11*. Вакуумная камера изготовлена из цилиндрической трубки внутренним диаметром 35 мм и длиной 40 см. В торец камеры по ее оси вмонтирована электронная пушка *3*, электронный пучок которой, проходя отклоняющие металлические пластины *4*, попадает на поверхность образца-мембраны *6*. Электролитическая ячейка расположена напротив электронной пушки *3*. В ячейку заливают электролит – 0.1 М раствор серной кислоты, в который погружены анод *10* и исследуемый образец (мембрана) *6* – катод, нижняя часть которого соединена с микроамперметром *11*. Для варьирования степени наводороживания мембраны по площади уровень раствора в ячейке можно изменять.

На анод и мембрану электролитической ячейки подают постоянное напряжение, обеспечивающее плотность тока в пределах от 0.1 до 1 А/см^2, от источника тока DC SUPPLY HY 3002. В режиме сканирования сфокусированный пучок электронов диаметром 1–2 мм с помощью генератора развертки С1-49М направляют последовательно на различные части мембраны. Ток пучка электронов составляет 10–150 мкА. Мембрана изготовлена из титановой фольги ВТ1-0 толщиной 50 мкм. Вакуумное уплотнение осуществляется тефлоновой прокладкой между мембраной и электролитической ячейкой.

Расстояние от края отклоняющей пучок пластины до центра образца L = 20 мм, длина пластин l = 200 мм, расстояние между пластинами d = 10 мм. В конструкции камеры предусмотрена возможность перемещения электронной пушки *3* по вертикали на расстояние до 10 мм. Это позволяет облучать (сканировать) часть мембраны, в том числе ту, которая не подвергается наводороживанию, при заданном уровне электролита. Напряжение U, которое нужно подать на пластины генератора развертки, чтобы электроны отклонились и попали на мембрану на расстояние y или x вверх или вниз от центра мембраны, рассчитывают по формуле

$$U = y\left(\frac{2dE_0}{elL}\right). \quad (1)$$

Плотность тока электролиза варьируется в пределах от 0.1 до 1 А/см^2.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Ниже приведены результаты исследований стимулированной диффузии водорода из листа титанового сплава под воздействием сканирующего пучка электронов.

Зависимость выхода водорода из титана при облучении электронами в стационарном и в сканирующем режимах (частота развертки 20 Гц) при наводороживании в растворе электролита приведена на рис. 2. За единицу принят исходный поток водорода из насыщенного титанового сплава в отсутствие электронного пучка. На рис. 2 отображены следующие этапы эксперимента: в момент t = 100 мин включают напряжение на электролитической ячейке; при $t \geqslant 260$ мин устанавливается стационарный режим выхода водорода из мембраны; в момент t = 500 мин происходит включение электронной пушки, t = 700 мин – устанавливается стационарный режим выхода во-

дорода из образца при включенной пушке. На кривой *2* наблюдается более поздний выход водорода на постоянный режим газовыделения; ΔQ – это высота дополнительного пика, возникающего при сканировании электронным пучком вдоль поверхности мембраны. Следует отметить, что кривая *1* расположена выше кривой *3*, и на ней виден дополнительный пик при $t = 900$ мин. Дополнительный пик, по-видимому, может возникать за счет выхода и накопления водорода на стороне, обращенной в вакуумную ячейку, в условиях низкотемпературного сканирования образца электронным пучком. Этот процесс затруднен в условиях прогрева материала стационарным электронным пучком. Кривые *1–3* описывают относительное изменение давления водорода в камере при постоянной скорости откачки и неизменной величине тока электронного пучка и его энергии. Плотность тока электролиза поддерживается постоянной во всех трех случаях. Диаметр узкого пучка равен 1.5 мм, диаметр мембраны 34 мм.

Приведенные экспериментальные данные позволяют рассчитать значения коэффициента диффузии водорода в исследуемом образце, воспользовавшись известной формулой Бэррера [2]

$$D = h^2/6t,$$

где h – толщина мембраны, t – значение промежутка времени между моментом включения электролиза и моментом начала возрастания линии H_2, фиксируемой масс-спектрометром, который установлен в вакуумной камере. Величина коэффициента диффузии, рассчитанного по данным, описываемым кривой *1*, составляет $D = 7.9 \cdot 10^{-14}$ м$^2 \cdot$ с$^{-1}$, почти вдвое выше значения коэффициента диффузии водорода в объеме титана без облучения электронами $D = 3.5 \cdot 10^{-14}$ м$^2 \cdot$ с$^{-1}$, что согласуется с известными литературными данными [5]. Погрешность оценки коэффициента диффузии зависит от точности фиксации времени выхода водорода (давление водорода в камере при постоянной скорости откачки становится неизменным) из мембраны на постоянный режим. Это достигается компьютерной обработкой экспериментальных данных.

В случае применения узкого пучка электронов без сканирования поверхности мембраны время выхода водорода на постоянный режим газовыделения заметно увеличивается. Причиной этого эффекта является, по-видимому, перераспределение водорода в наводороживаемом металле под действием узкого электронного пучка и последующий сток водорода из необлучаемой области материала в облучаемую.

Заметим, что данная установка позволяет исследовать процессы диффузии водорода в условиях наводороживания из газовой фазы и при температурах, превышающих температуру электролитического насыщения титановой мембраны.

Работа выполнена при поддержке госзадания НАУКА № 1524, тема 0.1325.2014.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Никитенков Н.Н., Хашхаш А.М., Шулепов И.А., Хоружий В.Д., Тюрин Ю.И., Чернов И.П., Кудрявцева Е.Н.* // ПТЭ. 2009. № 6. С.110.
2. *Тюрин Ю.И., Чернов И.П., Кренинг М., Баумбах Х.* // Известия Томского политехнического университета. 2000. Т. 303. № 3. С. 51.
3. *Ильин А.А., Колачёв Б.А., Полькин И.С.* Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. М.: ВИЛС–МАТИ, 2009.
4. *Колобов Ю.Р., Чернов И.П., Пучкарева Л.Н., Тюрин Ю.И., Никитенков Н.Н.* Патент на изобретение № 2192497 РФ. 2002.
5. *Барашева Т.В., Анисимова И.А., Гуськова Е.И., Ермолова М.И.* // Металловедение и термическая обработка металлов. 1978. № 4. С. 75.