

ВЛИЯНИЕ СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТИ НА ТЕРМОДЕСОРБЦИЮ ДЕЙТЕРИЯ ИЗ СТАЛИ X18H10T

В.В. Ружижский, С.А. Карпов, И.М. Неклюдов, Г.Д. Толстолицкая, В.И. Бендиков
Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»
г. Харьков, Украина

Приведены результаты исследования термоактивированного выхода ионно-имплантированного дейтерия из нержавеющей стали X18H10T в зависимости от способа подготовки образцов перед облучением (кратковременный отжиг, окисление, выдержка на воздухе).

ВВЕДЕНИЕ

Исследование закономерностей накопления и высвобождения водорода из конструкционных сталей актуально в связи с задачей восстановления физико-химических свойств материалов, насыщенных водородом в условиях воздействия радиационных излучений в ядерных или термоядерных реакторах. Значительное влияние на обратный выход газа из объема металлов оказывают процессы, происходящие на границе раздела твердое тело – газ. Одним из таких процессов является рекомбинация атомов с образованием молекулы $H_2(D_2)$. Она определяется физико-химическими механизмами, крайне чувствительными к состоянию поверхности раздела, наличию на ней неметаллических примесей на уровне долей монослоев [1].

В настоящем сообщении приведены экспериментальные данные по термоактивированному выделению ионно-имплантированного дейтерия из нержавеющей стали X18H10T. Исследована зависимость основных температурных интервалов выхода газа из стали от способа предварительной обработки образцов.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Изучение накопления, захвата и обратного выхода дейтерия из нержавеющей стали выполнено методом термоактивированной десорбции (ТД) [2].

Для исследований использовали образцы размерами $27 \times 7 \times 0,1$ мм из стали X18H10T, предварительно прошедшие аустенизирующий отжиг при температуре 1340 К в вакууме в течение одного часа. Все образцы полировались в электролите следующего состава: 54% H_3PO_4 , 11% H_2SO_4 , 21% H_2O , 14% CrO_3 .

После отжига и электрополировки образцы были разделены на пять партий (А, Б, В, Г, Д), которые перед облучением обрабатывали следующими способами:

- А – кратковременный отжиг до 1340 К в экспериментальной камере;
- Б – в состоянии после электрополировки;
- В – кратковременный отжиг в камере до 1340 К, затем выдержка при атмосферном давлении на воздухе заданное время;

– Г – отжиг в экспериментальной камере при 590 и 790 К в атмосфере кислорода, напущенного в камеру до давления $P=7 \cdot 10^{-3}$ Па;

– Д – отжиг на воздухе при $T=890$ К в течение 1...2 мин перед помещением в камеру.

Образцы всех партий облучали ионами D_2^+ с энергией 12 кэВ до доз в интервале $(2...20) \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ при температуре 300 К, контролируемой хромель-алюмелевой термопарой. Отжиг образцов в интервале температур 300...1500 К вели со скоростью 4 К·с⁻¹. Давление остаточных газов в экспериментальной камере составляло $\sim 1 \cdot 10^{-5}$ Па.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис.1 приведены спектры термодесорбции дейтерия для образцов партии А и Б. Как видно из рисунка, выход дейтерия из образцов партии А начинается практически при температуре облучения. Спектр ТД состоит из группы пиков с максимумом при $T=400$ К. Практически весь дейтерий (более 90%) выходит из образца до температуры отжига 500 К.

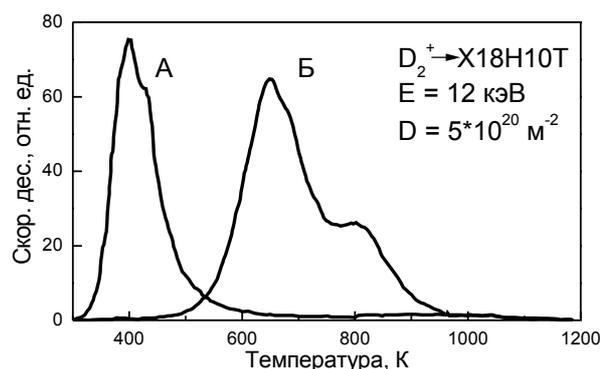


Рис.1. Спектры газовой десорбции дейтерия из образцов партий А и Б

Газовыделение из неотожжённых образцов (спектр Б) при температуре ~ 500 К только начинается. В спектре наблюдаются два пика с температурами максимумов при $T_1=650$ К и $T_2=800$ К. Заканчивается газовыделение в области температур ~ 950 К. Таким образом, при имплантации водорода в не

отожжённые в вакууме образцы стали X18H10T по сравнению с отождёнными происходит смещение температурных интервалов его выхода более чем на 200 К в область высоких температур, величина интервала при этом возрастает почти в 2 раза, а заметное газовыделение наблюдается при $T > 800$ К.

Различия в спектрах ТД водорода из отождённых и неотожжённых образцов могут быть связаны с отличающимися состояниями их поверхности. По-видимому, вследствие взаимодействия стали с электролитом при полировке атмосферным воздухом в процессе хранения образцов на их поверхности могли появиться загрязняющие примеси, окисные пленки и т.п. [3], которые, как известно [4,5], препятствуют рекомбинации атомов дейтерия и удалению образующихся молекул водорода. Отжиг в вакууме может приводить к очищению стали от этих примесей, значительно понижая энергетические барьеры десорбции газа. В рамках этого предположения были выполнены эксперименты с образцами партии В, которые после отжига в вакууме экспонировались различное время на воздухе при атмосферном давлении.

На рис.2 приведены спектры ТД дейтерия из образцов, которые перед облучением были выдержаны на атмосфере в течение 24 (см. рис.2,б) и 70 ч (см. рис.2,в). На рис.2,а для сравнения приведен спектр из образца партии А, т.е., со временем выдержки, равным нулю. Необходимо отметить, что образцы партии Б можно рассматривать как образцы, экспонировавшиеся на воздухе в течение 1440 ч. Столько времени прошло с момента очищающего их поверхность аустенизирующего отжига при давлении остаточных газов не выше $3 \cdot 10^{-4}$ Па.

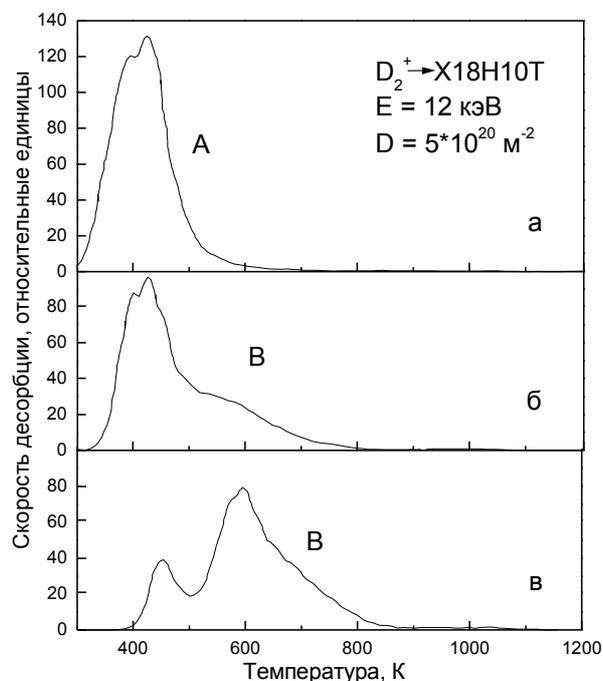


Рис.2. Температурные зависимости десорбции водорода из отождённых образцов непосредственно после облучения (а), после экспозиции на воздухе при атмосферном давлении в течение 24 ч (б) и экспозиции в течение 70 ч (в)

Сравнение рис.1 и 2 показывает, что чем более длительное воздействие на отождённый материал оказывает атмосфера, тем ближе спектр выхода из него водорода к спектру ТД из неотожжённых образцов. При этом с увеличением времени выдержки группа пиков спектра, характерная для отождённых в вакууме образцов, монотонно убывает по интенсивности, одновременно с этим появляется и растет группа пиков в высокой области температур, характерная для образцов партии Б.

Полученные результаты позволяют заключить, что различия между спектрами ТД из образцов партий А и Б обусловлены влиянием атмосферного воздуха. Одним из химически активных компонентов воздуха является кислород. Естественно предположить, что он может оказывать влияние на эволюцию температурных зависимостей выхода дейтерия из стали.

На рис.3 показаны спектры термодесорбции дейтерия из образцов партий Г и Д, окисленных перед облучением в атмосфере кислорода ($P = 7 \cdot 10^3$ Па) при $T = 590$ К в течение 15 мин (см. рис.3,а), при $T = 790$ К в течение 30 мин (см. рис.3,б), а также на воздухе при атмосферном давлении и $T = 890$ К в течение 1 мин (см. рис.3,в).

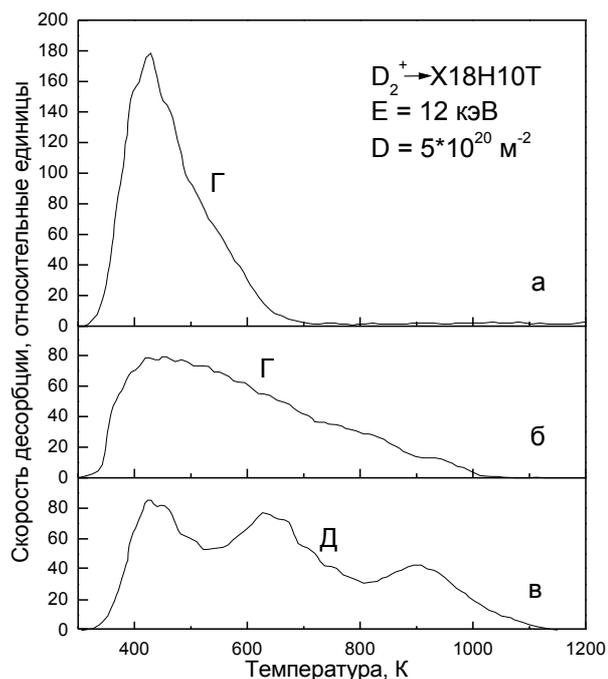


Рис.3. Спектры ТД дейтерия из образцов окисленных в атмосфере кислорода при $T = 590$ К в течение 15 мин (а), при $T = 790$ К в течение 30 мин (б), на воздухе при атмосферном давлении при $T = 890$ К в течение 1 мин (в)

Однако, как можно видеть из рисунка, в спектрах газовыделения дейтерия из всех окисленных образцов присутствует не только высокотемпературная группа пиков, характерная для неотожжённых образцов, но и низкотемпературная, наблюдающаяся только для отождённого материала. По-видимому, плёнка, образующаяся на поверхности стали X18H10T, является результатом комплексного воз-

действия кислорода и других газов атмосферы: водяного пара, азота, углекислого газа и т.д. Её микроструктура может отличаться от структуры окисной плёнки. Кроме этого, возможно, что различия в спектрах связаны с наличием в окисной плёнке углеродов, появляющихся в результате электрополировки.

Для расшифровки структуры плёнки и выяснения того, какие её компоненты могут быть ответственны за подавление низкотемпературной стадии газовой выделения дейтерия из стали необходимы дальнейшие исследования.

Полученные данные о значительном сдвиге в область высоких температур выхода водорода из стали X18H10T после отжига на воздухе могут иметь существенное значение, с точки зрения разработки технологии восстановительных отжигов, применяющихся для продления срока эксплуатации ЯР [6].

ВЫВОДЫ

В результате исследования закономерностей термоактивированного выхода ионно-имплантированного дейтерия из образцов нержавеющей стали X18H10T показано, что отжиг образцов непосредственно перед облучением в экспериментальной камере при давлении остаточных газов на уровне $1 \cdot 10^{-4}$ Па приводит к значительному смещению (на ~ 200 К) кривой газовой выделения водорода в область низких температур по сравнению с неотжигавшими-

ся образцами. Выдержка отожжённых образцов на воздухе при атмосферном давлении приводит к постепенному восстановлению высокотемпературных стадий выхода дейтерия.

ЛИТЕРАТУРА

1. R.A. Langley. Hydrogen trapping, diffusion and recombination in austenitic stainless steels // *J. Nucl. Mater.* 1984, v. 128/129, p. 622–628.
2. P.A. Redhead. Thermal desorption of gases // *Vacuum.* 1962, v. 12, p. 203–12.
3. *Окисление металлов* / Под ред. Ж. Бенара. Т. 1. М.: «Металлургия», 1968, 500 с.
4. A.I. Livshits, M.E. Notkin and A.A. Samartsev. Physico-chemical origin of superpermeability – large-scale effects of surface chemistry on “hot” hydrogen permeation and absorption in metals // *J. Nucl. Mater.* 1990, v. 170, p. 79–4.
5. K. Yamaguchi, S. Tanaka, M. Yamawaki. The modeling of hydrogen transport in metals and its application to evaluation of hydrogen permeation and inventories // *J. Nucl. Mater.* 1991, v. 179, p. 325–28.
6. А.Д. Амаев, А.М. Крюков, И.М. Неклюдов и др. *Радиационная повреждаемость и работоспособность конструкционных материалов* / Под ред. А.М. Паршина и П.А. Платонова. СПб.: «Политехника», 1997, 312 с.

ВПЛИВ СТАНУ ПОВЕРХНІ НА ТЕРМОДЕСОРБЦІЮ ДЕЙТЕРІЮ З СТАЛІ X18H10T

В.В. Ружицкий, С.О. Карпов, І.М. Неклюдов, Г.Д. Толстолуцька, В.І. Бендіков

Наведені результати дослідження термоактивованого виходу іонно-імплантованого дейтерію з нержавіючої сталі X18H10T в залежності від способу підготовки зразків перед опроміненням (короткочасний відпал, окислення, витримка на повітрі).

INFLUENCE OF A CONDITION OF A SURFACE ON THERMODESORPTION OF DEUTERIUM FROM STEEL Kh18Ni10Ti

V.V. Ruzhitskiy, S.A. Karpov, I.M. Neklyudov, G.D. Tolstolutskaia, V.I. Bendikov

Results of research of thermoactivated release of ion-implanted deuterium from stainless steel Kh18Ni10Ti are given depending on a mode of preparation of samples before an irradiation (short-term annealing, oxidation, exposure on air).