



ТЕРМОСТИМУЛИРОВАННАЯ ДЕСОРБЦИЯ ИЗ ТИТАНА, СПЛАВЕ ЦИРКОНИЯ Zr-1%Nb И ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ СИСТЕМЫ Ti/Zr-1%Nb

В.С. Сыпченко, Н.Н. Никитенков, Ю.И. Тюрин

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

Введение

Целью настоящей работы является представление экспериментальных результатов, взаимодействия водорода с тонкопленочными системами Ti/Zr-1%Nb и обоснование использования метода термостимулированного газовыделения (ТСГВ) для исследования тонких наноструктурированных гидридных слоев, являющихся ренгеноаморфными по отношению к таким слоям.

Материалы и методы

Объектом исследования являются система Ti/Zr-1%Nb полученная путем плазменной ионно-иммерсионной имплантации титана BT1-00 в сплав циркония Э110 (Zr-1%Nb)

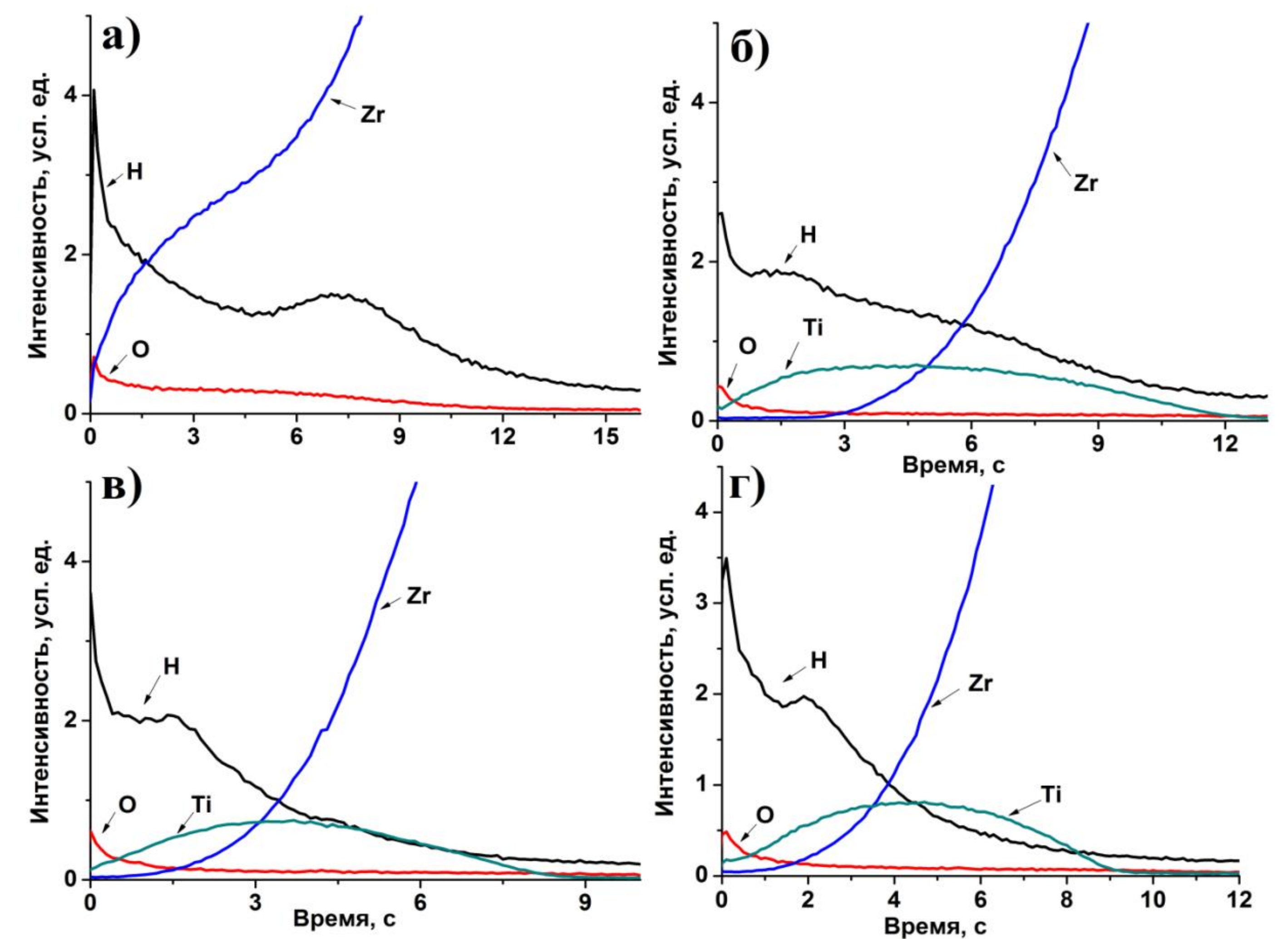
Ток дуги	70 (дуговой)
Давление в камере (Ar)	0,15 Па
Потенциал смещения	1500 В
Частота следования импульсов	10 ⁵ имп./с
Длительность импульса	5 мкс
Плотность тока	5 мА/см ²
Температура мишени (образца)	~400 °С
Время обработки	5–30 мин
Глубина проникновения	130 нм

Режимы насыщения водородом:

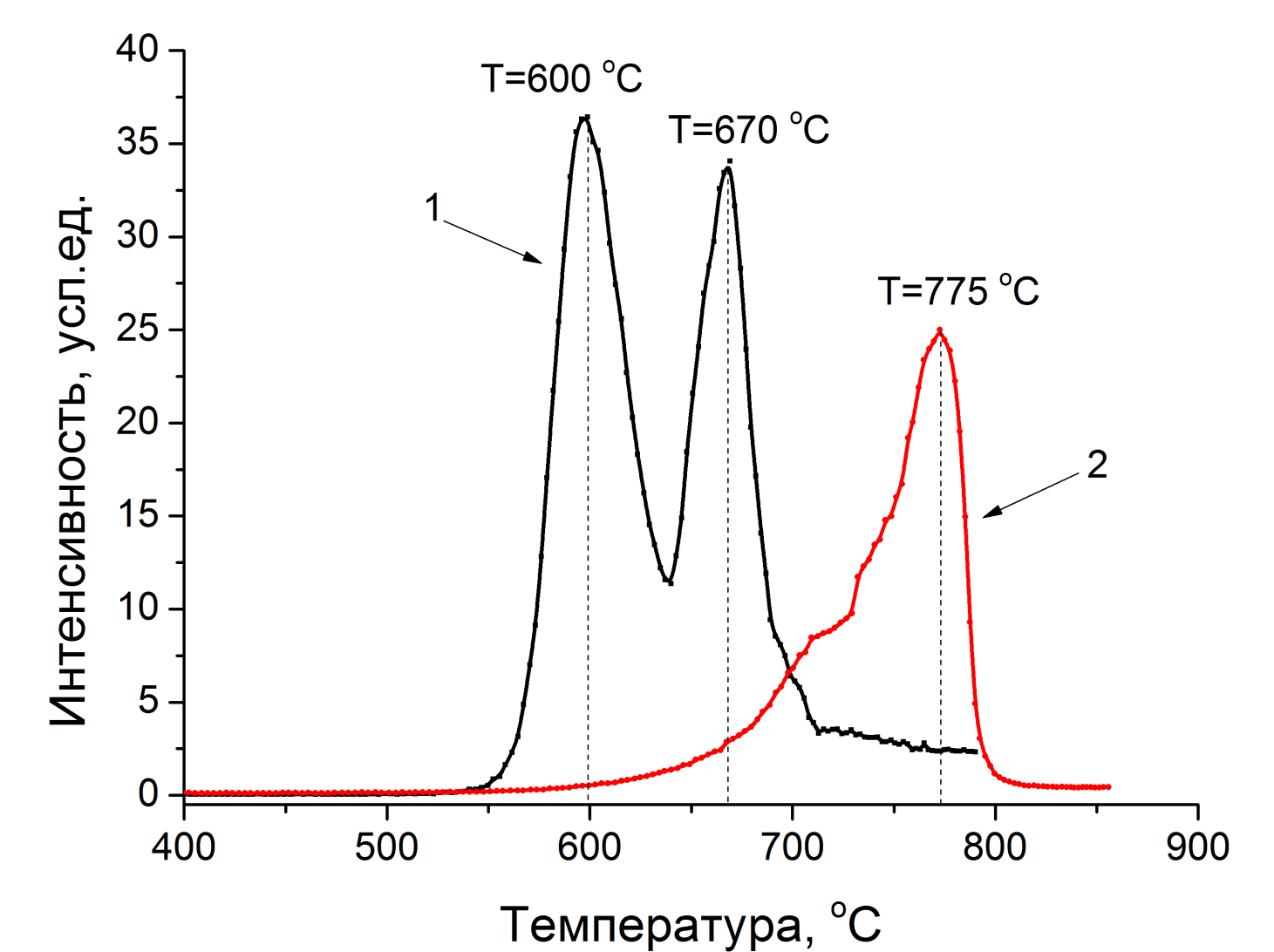
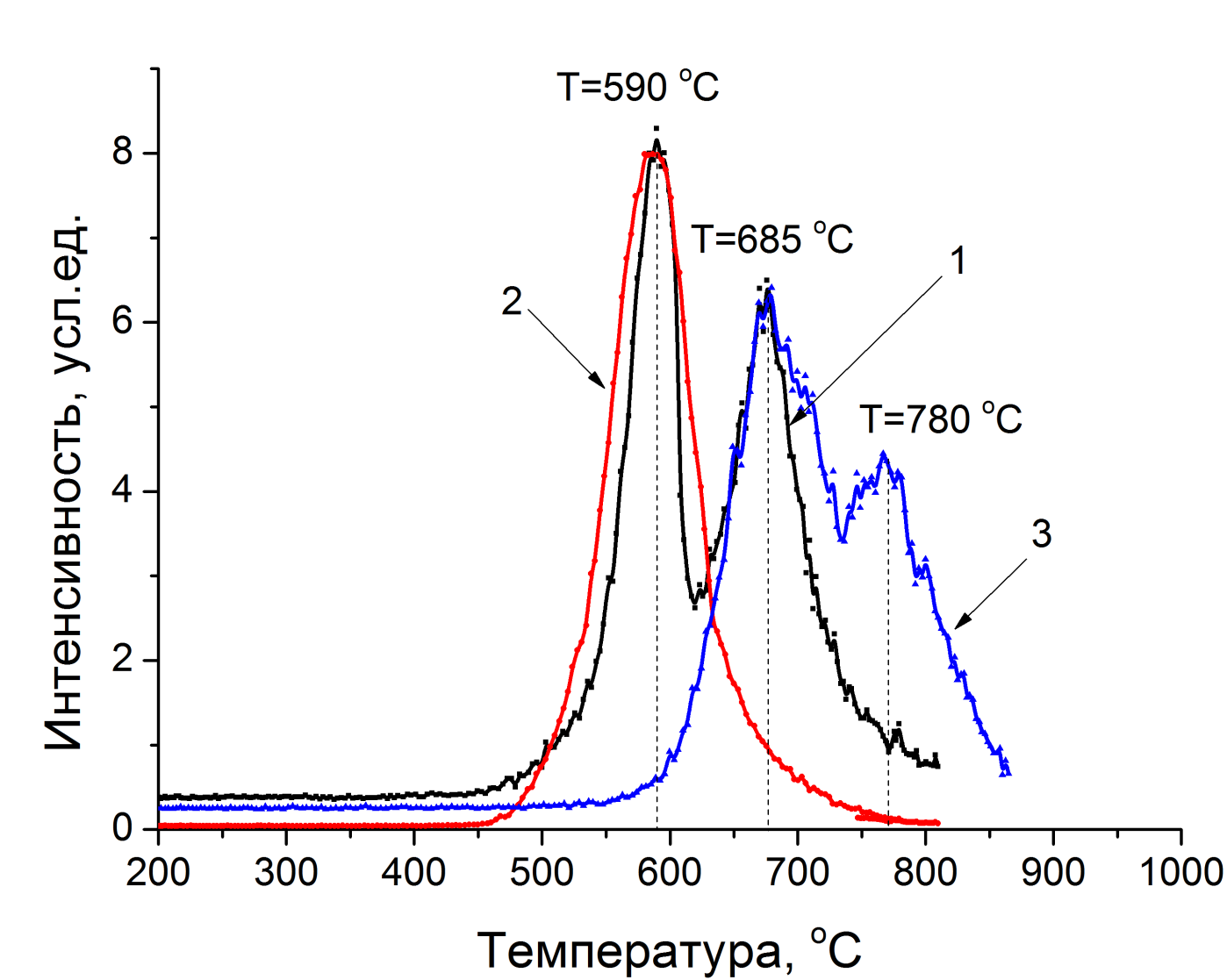
- Электролитическое – H₂SO₄ (0,5M) j = 0,7 А/см²; t = 20 ч.
- Метод Сиверта – p = 1,5·10⁵ Па, T = 600 °С, t = 2 ч.

Методы исследования:

- термостимулированное газовыделения (ТСГВ)
- спектроскопии высокочастотного тлеющего разряда (СВТР)
- рентгеновский дифрактометр XRD-7000
- анализатором водорода RHEN 602

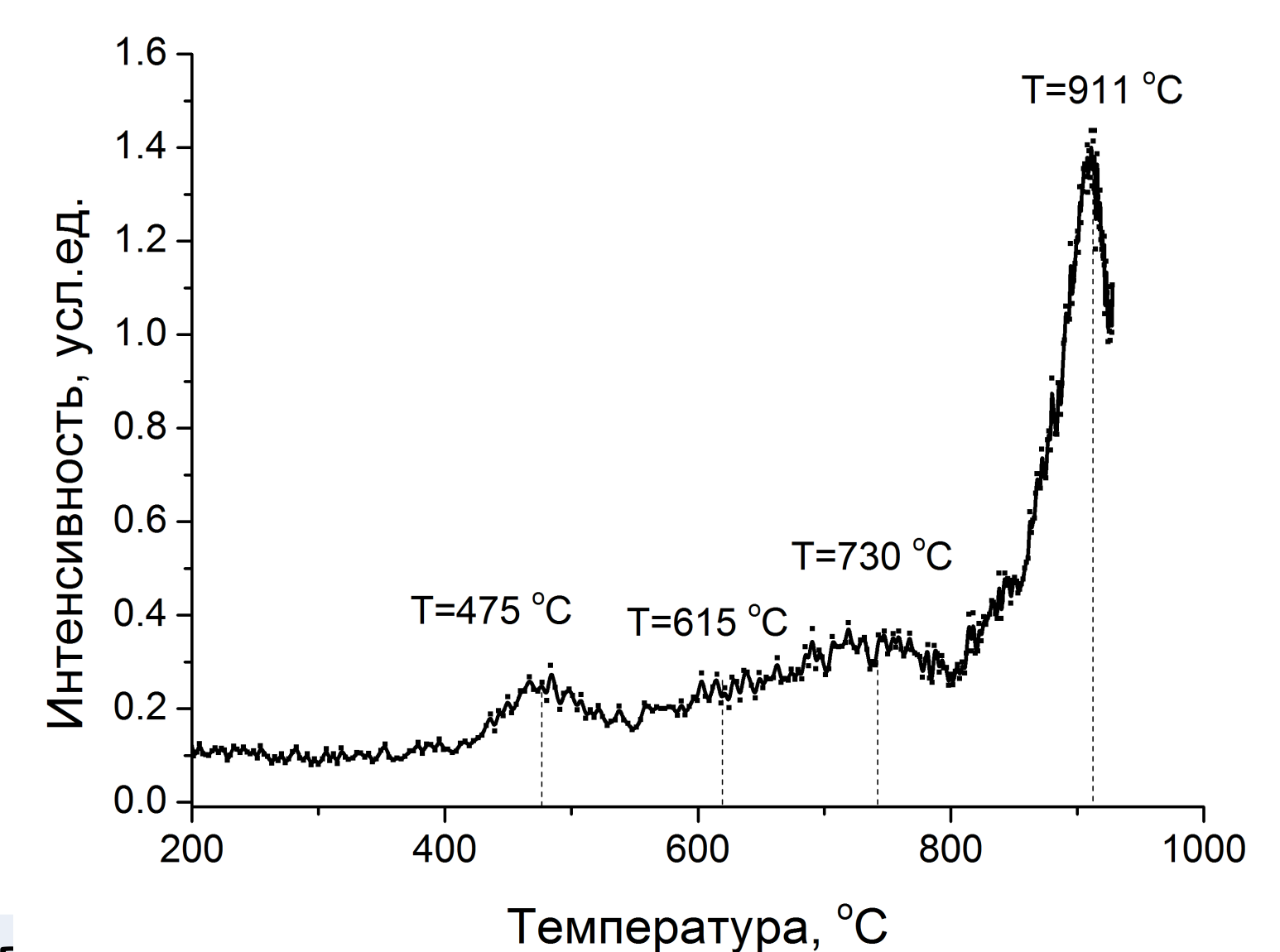
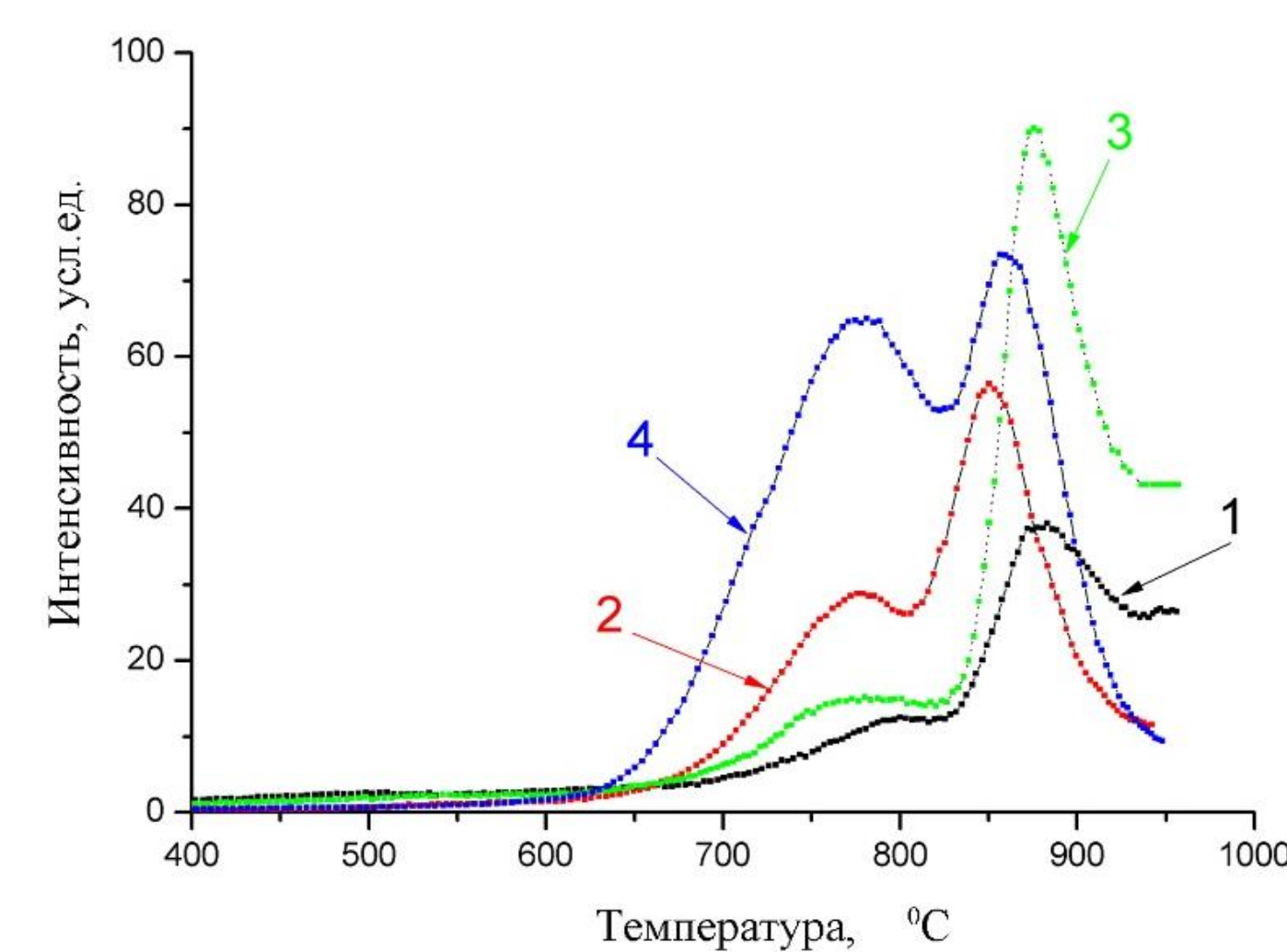


Профили распределения элементов по глубине после насыщения водородом по методу Сиверта: а) исходный Zr-1%Nb в состоянии поставки и после имплантации Ti в течение 15 мин при напряжении смещения: б) 500 В, в) 1000 В, г) 1500 В. Средняя скорость распыления: $v_{cp} \sim 35$ нм/с.



Спектры ТСГВ после электролитического наводороживания полученные из: 1–Zr и Ti; 2 – Ti; 3 – сплава Zr.

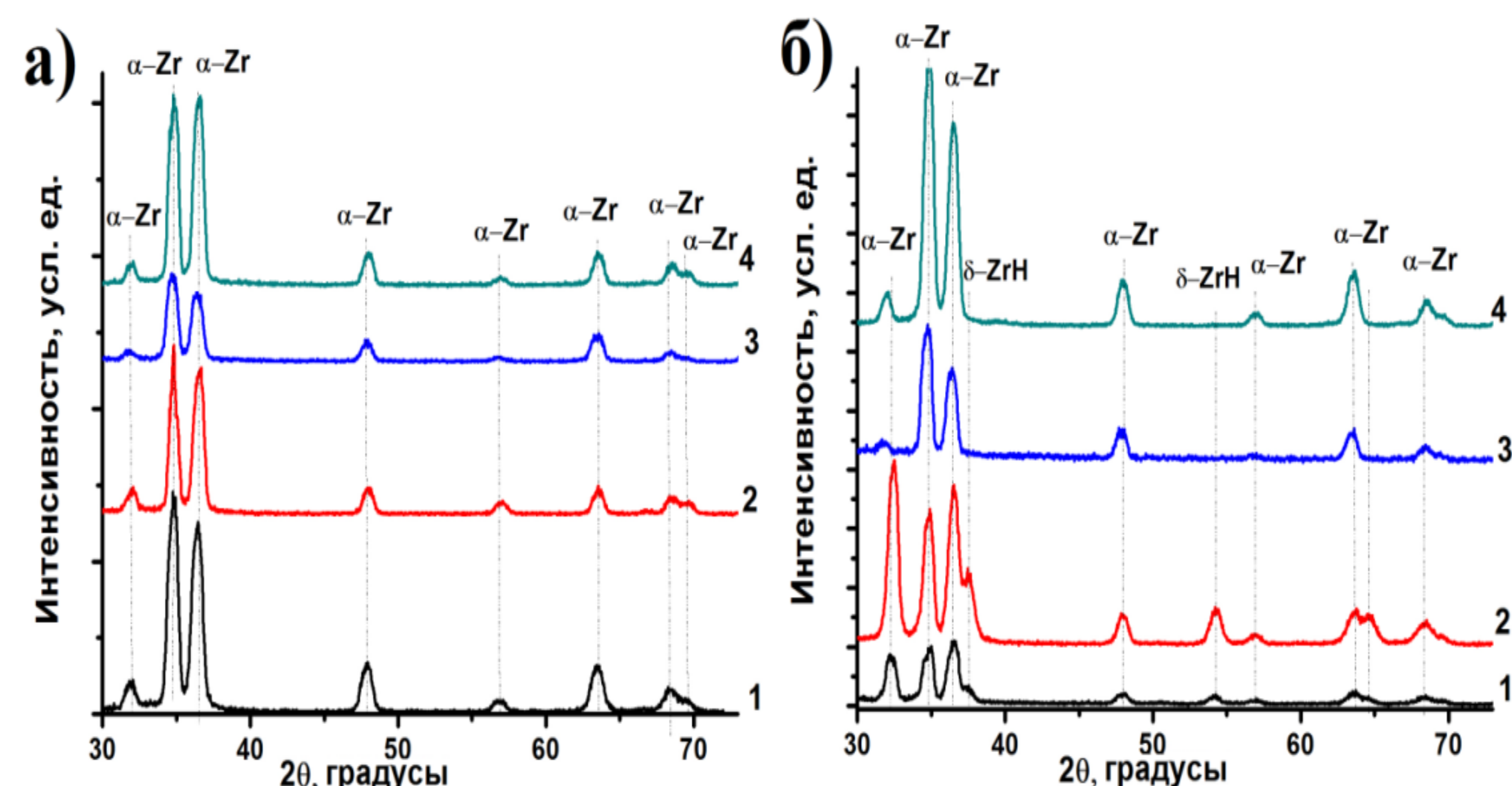
Спектры ТСГВ после насыщения водородом по методу Сиверта из: 1– Ti; 3 – сплава Zr.



Спектры ТСГВ водорода из образцов системы Ti/Zr-1%Nb насыщенный водородом по методу Сиверта. Нумерация кривых: 1 – исходный. Насыщенные водородом до концентрации, ppm: 2 – 77.0, 3 – 141.7, 4 – 294.2.

Спектры ТСГВ полученные из Ti/Zr-1%Nb после электролитического наводороживания

Результаты и обсуждения



Рентгенограммы до (а) и после (б) насыщения водородом методом Сиверта, рентгенограммы 1 – исходный образец; 2–4 – после ПИИИ при смещении на образце 1500 В, в течение времени, мин: 2 – 5, 3 – 15, 4 – 30.

Заключение

В результате проведенных исследований системы Ti/Zr-1%Nb полученной плазменно-ионно иммерсионной имплантацией титана последующим наводороживанием было получено:

- по результатам рентгеновской дифракции не удалось зарегистрировать имплантированной подслоя титана, что в свою очередь позволяет утверждать о существовании ренгеноаморфного нанокристаллического слоя титана в области имплантации;
- результаты, полученные методом спектроскопии высокочастотного тлеющего разряда, подтверждают наличие подслоя имплантированного титана на глубине от поверхности до 300 нм.
- наличие пиков в области 475 и 620 °С характерны для диффузионного (растворенного) водорода и гидроксида титана, соответственно, а в области 730 и 911 °С соответственно растворенному водороду и гидриду циркония. Независимо от метода насыщения место положения температурных пиков, советующих максимум остается неизменным.
- с увеличением концентрации водорода в системе Ti/Zr-1%Nb наводороженной по методу Сиверта наблюдается рост пика характерного для растворенного водорода по отношению к гидридному. Водород захватывается только цирконием.