

Е.А. Кенжин¹ , Т.В. Кульсартов¹ , И.Е. Кенжина^{1,2*} , С.В. Ударцев³ 

¹Қазақстанско-Британский технический университет, Казахстан, г.Алматы

²Satbayev University, Казахстан, г.Алматы

³АО «Ульбинский металлургический завод», Казахстан, г.Усть-Каменогорск

*email: kenzhina@physics.kz

УСТАНОВКА И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ БЕРИЛЛИЯ

Интерес к композиционным материалам на основе бериллия появился в последнее время, когда интерметаллические соединения типа бериллида титана $Be_{12}Ti$ стали рассматриваться как перспективный материал для размножения нейтронов в установках термоядерного синтеза, таких как ITER и DEMO. Бериллид титана выделяется среди других бериллидов, потому что он имеет самые высокие показатели размножения нейтронов, а также обладает дополнительным преимуществом – более высокой стойкостью к температурному воздействию по сравнению с металлическим бериллием. Бериллид титана гораздо слабее взаимодействует с водяным паром, исключая возможность образования взрывоопасного водорода в корпусе blankets, менее склонен к газовому распуханию, и, в отличие от металлического бериллия, удерживает меньшее количество наработанного трития. Также было подтверждено, что совместимость бериллида титана с конструкционными материалами намного выше, чем у бериллия. Для применения бериллида титана важно исследовать параметры его взаимодействия с изотопами водорода. Одним из наиболее известных методов для является метод термодесорбционной спектроскопии (ТДС).

Целью данной работы является разработка специализированной экспериментальной установки для ТДС исследований и отработка методики выполнения экспериментов. Приведены результаты методических экспериментов, в которых были отработаны процедуры насыщения образцов в среде дейтерия и процедуры проведения ТДС экспериментов.

Методические эксперименты по изучению параметров взаимодействия дейтерия с образцами монокристаллического бериллида титана выполнены на материале производства АО «Ульбинский металлургический завод», насыщенном в среде дейтерия при атмосферном давлении и температуре образца 973 К. Эксперименты методом термодесорбционной спектроскопии проведены в интервале температур 293 К – 1573 К при скоростях линейного нагрева 10 и 20 К/мин. По результатам отработки методики для проведения экспериментальных исследований бериллида титана рекомендован дифференциальный режим ТДС метода. При этом в качестве контрольного зонда необходимо использовать изотоп водорода – дейтерий.

Ключевые слова: бериллид титана, термо-десорбционная спектрометрия (ТДС), дейтерий, водород, blankets.

Е.А. Кенжин¹, Т.В. Кульсартов¹, И.Е. Кенжина^{1,2*}, С.В. Ударцев³

¹Қазақстан-Британ техникалық университеті, Қазақстан, Алматы қ.

²Satbayev University, Қазақстан, Алматы қ.

³«Үлбі металлургиялық зауыты» акционерлік қоғамы, Қазақстан, Өскемен қ.

*email: kenzhina@physics.kz

Бериллий негізіндегі композициялық материалдарды эксперименттік зерттеуді орнату және әдістемесі

Бериллий негізіндегі композициялық материалдарға деген қызығушылық жақында $Be_{12}Ti$ титан бериллид түріндегі металларалық қосылыстар ITER және DEMO сияқты термоядролық қондырғыларда нейтрондарды көбейту үшін перспективалы материал ретінде қарастырыла бастаған кезде пайда болды. Титан бериллидді басқа бериллидтерден ерекшеленеді, өйткені нейтрондардың көбею деңгейі

ең жоғары, сонымен қатар металл бериллиймен салыстырғанда температураға төзімділіктің қосымша артықшылығы бар. Титан бериллийі су буымен әлдеқайда әлсіз әрекеттеседі, бланкет корпусында жарылғыш сутектің пайда болу мүмкіндігін болдырмайды, газдың ісінуіне бейім емес және металл бериллийден айырмашылығы жинақталған тритийдің аз мөлшерін сақтайды. Сондай-ақ, титан бериллийдің құрылымдық материалдармен үйлесімділігі бериллийге қарағанда әлдеқайда жоғары екендігі расталды. Титан бериллийді пайдалану үшін оның сутегі изотоптарымен әрекеттесу параметрлерін зерттеу маңызды. Ең танымал әдістердің бірі – термиялық десорбциялық спектроскопия әдісі (ТДС).

Бұл мақаланың мақсаты – ТДС зерттеулеріне арналған мамандандырылған эксперименттік қондырғыны әзірлеу және эксперименттерді орындау әдістемесін әзірлеу. Әдістемелік эксперименттердің нәтижелері келтірілген, онда дейтерий ортасындағы үлгілерді қанықтыру процедуралары және эксперименттердің ТДС процедуралары пысықталған.

Титанның монокристалл бериллий үлгілерімен дейтерийдің өзара әрекеттесу параметрлерін зерделеу бойынша әдістемелік эксперименттер "Үлбі металлургиялық зауыты" АҚ өндірісінің атмосфералық қысым және 973 К үлгінің температурасы кезінде дейтерий ортасында қаныққан материалында орындалды. Термодесорбциялық спектроскопия әдісімен эксперименттер 10 және 20 К/мин сызықтық қыздыру жылдамдықтарында 293 – 1573 К температура интервалында жүргізілді. Бериллий титанға эксперименттік зерттеулер жүргізу әдістемесін әзірлеу нәтижелері бойынша әдістің дифференциалды ТДС режимі ұсынылады. Бұл жағдайда бақылау зонды ретінде сутегі – дейтерий изотопын қолдану қажет.

Түйін сөздер: титан бериллийді, термо-десорбциялық спектрометрия (ТДС), дейтерий, сутегі, бланкет.

Ye.A. Kenzhin¹, T.V. Kulsartov¹, I.Ye. Kenzhina^{1,2*}, S.V. Udartsev³

¹Kazakhstan-Britain Technical University, Kazakhstan, Almaty

²Satbayev University, Kazakhstan, Almaty

³"Ulba Metallurgical Plant" JSC, Kazakhstan, Ust'-Kamenogorsk

*email: kenzhina@physics.kz

Installation and technique of experimental investigations of composite materials based on beryllium

Interest in beryllium-based composite materials has emerged recently, when intermetallic compounds such as titanium beryllide Be_{12}Ti began to be considered as a promising material for neutron multiplication in thermonuclear fusion facilities, such as ITER and DEMO. Titanium beryllide stands out from other beryllides because it has the highest neutron multiplication rates and also has the added benefit of being more thermally stable than beryllium metal. Titanium beryllide interacts much weaker with water vapor, excluding the possibility of the formation of explosive hydrogen in the blanket body, is less prone to gas swelling, and, unlike metallic beryllium, retains a smaller amount of accumulated tritium. It has also been confirmed that the compatibility of titanium beryllide with structural materials is much higher than that of beryllium. To use titanium beryllide, it is important to study the parameters of its interaction with hydrogen isotopes. One of the most well-known methods for is the method of thermal desorption spectroscopy (TDS).

The objective of this paper is the development of a specialized experimental setup for TDS research and the development of a methodology for performing experiments. The results of methodical experiments are presented, in which the procedures for saturation of samples in a deuterium medium and procedures for conducting TDS experiments were worked out.

Methodical experiments on studying the parameters of the interaction of deuterium with samples of monolithic titanium beryllide were carried out on the material produced by Ulba Metallurgical Plant JSC, saturated in deuterium at atmospheric pressure and a sample temperature of 973 K. linear heating rates of 10 and 20 K/min. Based on the results of the development of the technique for conducting experimental studies of titanium beryllide, a differential mode of the TDS method was recommended. In this case, it is necessary to use a hydrogen isotope, deuterium, as a control probe.

Keywords: titanium beryllide, thermal desorption spectrometry (TDS), deuterium, hydrogen, blanket

Введение

Интерес к композиционным материалам на основе бериллия появился в последнее время, когда интерметаллические соединения типа бериллида титана Be_{12}Ti стали рассматриваться как перспективный материал для размножения нейтронов в установках термоядерного синтеза, таких как ITER и DEMO [1-5]. Бериллид титана выделяется среди других бериллидов, потому что он имеет самые высокие показатели размножения нейтронов, а также обладает дополнительным преимуществом – более высокой стойкостью к температурному воздействию по сравнению с металлическим бериллием [6-9]. Бериллид титана гораздо слабее взаимодействует с водяным паром, исключая возможность образования взрывоопасного водорода в корпусе blankets [10-12], менее склонен к газовому набуханию, и, в отличие от металлического бериллия, удерживает меньшее количество наработанного трития [13]. Также было подтверждено, что совместимость бериллида титана с конструкционными материалами намного выше, чем у бериллия [14].

Для применения бериллида титана важно исследовать параметры его взаимодействия с изотопами водорода. Одним из наиболее известных методов для является метод термодесорбционной спектроскопии (ТДС), который достаточно информативен с точки зрения определения количества водорода в объёме материала и параметров ловушек для водорода [15]. С помощью метода ТДС можно определить такие характеристики материала как: концентрация водорода и метана в материале; особенности состояния водорода в материале; долю водорода, находящегося в междоузлиях решетки матрицы; долю водорода в ловушках (таких как границы зерен, дефекты структуры и пр.).

На практике часто методические трудности при проведении экспериментов по ТДС возникают с регистрацией водорода, значительные количества которого всегда содержатся в металлах конструкции вакуумной камеры, при нагреве которой в процессе экспериментов выделяется технологический водород, создавая его высокое парциальное давление. Поэтому для анализа спектров газовой выделения при изучении параметров взаимодействия изотопов водорода с материалами в качестве контрольного газа используют тяжелый изотоп водорода – дейтерий, содержание которого в природной смеси водорода составляет не более 0,015 %. При этом для нормальной работы масс-спектрометра

требуется в процессе экспериментов обеспечить рабочий вакуум порядка $\sim 10^{-5}$ торр.

В данной статье представлены результаты проведения работ по разработке специализированной экспериментальной установки для ТДС исследований и отработке методики выполнения экспериментов.

Метод исследований

Метод ТДС основан на изучении кинетики выделения газообразного диффузанта из образца в режиме его программированного нагрева. В ходе эксперимента регистрируют либо уменьшение количества диффузанта в образце, либо увеличение его концентрации в газеносителе (или вакууме). В последнем случае измеряют изменение количества газа, выделившегося из твёрдого тела к моменту времени t (интегральный вариант), или изменение во времени потока газа из образца в процессе непрерывной откачки (дифференциальный вариант). Для изучения образцов бериллида титана наиболее подходящим является дифференциальный вариант метода ТДС [16].

Экспериментальные данные ТДС спектров целесообразно обрабатывать в соответствии с модельными представлениями, описывающими процесс диффузии дейтерия с учетом его захвата и высвобождения из различных ловушек. Накопление изотопов водорода в объёме материала и их десорбция в значительной степени зависят от параметров ловушек для них. Энергия связи изотопов водорода с ловушками и концентрация ловушек чаще всего определяются путём подгонки расчётных термодесорбционных спектров к экспериментальным [17].

Для анализа кривых ТДС-спектров используется модель, учитывающая возможность захвата диффундирующего изотопа водорода ловушками (гелиевые пузырьки, границы зерен, дислокации и пр.). Захват изотопов водорода ловушками обычно имеет место в процессах взаимодействия изотопов водорода с материалами со сложной структурой. Этот процесс отражается на характере ТДС-спектров и выражается в наличии высокотемпературных пиков, близких к температуре плавления, и это часто свидетельствует о достаточно высокой энергии связи водорода в ловушках.

Уравнение для модели диффузии с ловушками описывается следующим выражением:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D(t) \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + k_1 \cdot C. \quad (1)$$

Из решения данного дифференциального уравнения определяются параметры процесса выхода диффузанта, которые зависят от времени и температуры:

$$\begin{aligned} D(t) &= D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_D}{RT}\right), \\ k_1(t) &= k_1 \cdot \exp\left(-\frac{E_T}{RT}\right), \\ T &= T_0 + \beta \cdot t, \end{aligned} \quad (2)$$

где T – температура образца, К; β – скорость нагрева образца при линейном нагреве, К/мин; E_D , E_T – энергии активации диффузии и захвата в ловушки соответственно, кДж/моль; R – универсальная газовая постоянная, Дж/(кг·К); k_1 – константа выделения диффузанта из ловушек.

Из начальных условий обычно задается концентрация диффузанта в образце:

$$C_0(x, t) = 0. \quad (3)$$

В качестве приближения модели применяются граничные условия I-го рода, удовлетворяющие условиям непрерывной откачки диффузанта:

$$C(x = 0, t) = 0 \text{ и } C(x = l, t) = 0, \quad (4)$$

где l – геометрический размер образца, м.

Экспериментальная установка

Для исследования параметров взаимодействия изотопов водорода с конструкционными и функциональными материалами ядерных и термоядерных реакторов разработана экспериментальная установка для изучения различных бериллидов методом термодесорбционной спектроскопии.

Принципиальная схема экспериментальной установки представлена на рисунке 1, технические характеристики сведены в таблицу 1.

В состав установки входят:

- экспериментальная ячейка с образцами;
- газо-вакуумная система установки;
- информационно измерительная система.

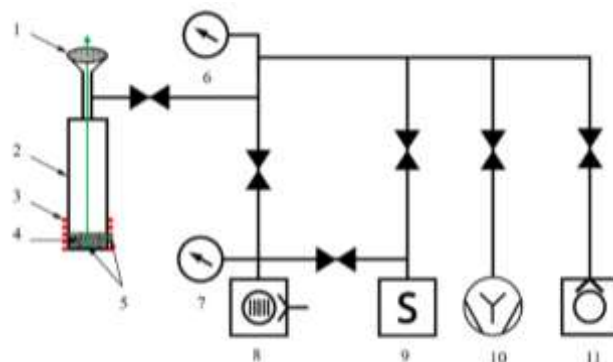
На рисунке 2 представлен общий вид экспериментальной установки для ТДС исследований различных бериллидов.

Экспериментальная ячейка выполнена из тугоплавкого материала – молибдена, который сварен с нержавеющей сталью по технологии сварки разнородных материалов с использованием никелевой фольги как

переходного материала. Образцы размещаются внутри молибденового корпуса ячейки в вакууме.

Поверх корпуса ячейки на уровне размещенных образцов наматывается омический нагреватель с установленной поверх него теплоизоляцией из вспененной каолиновой глины. Температура образцов контролируется термопарой типа К (сплав хромель-алюмель), которая заведена внутрь ячейки через вакуумные вводы.

Конструкция ячейки позволяет загружать и удалять образцы через верхний загрузочный фланец, что дает возможность ее многократного использования. Для размещения в экспериментальной ячейке порошкообразных образцов предусмотрены одноразовые капсулы из керамического тугоплавкого материала, позволяющие выполнять в экспериментах операции загрузки и выгрузки образцов.

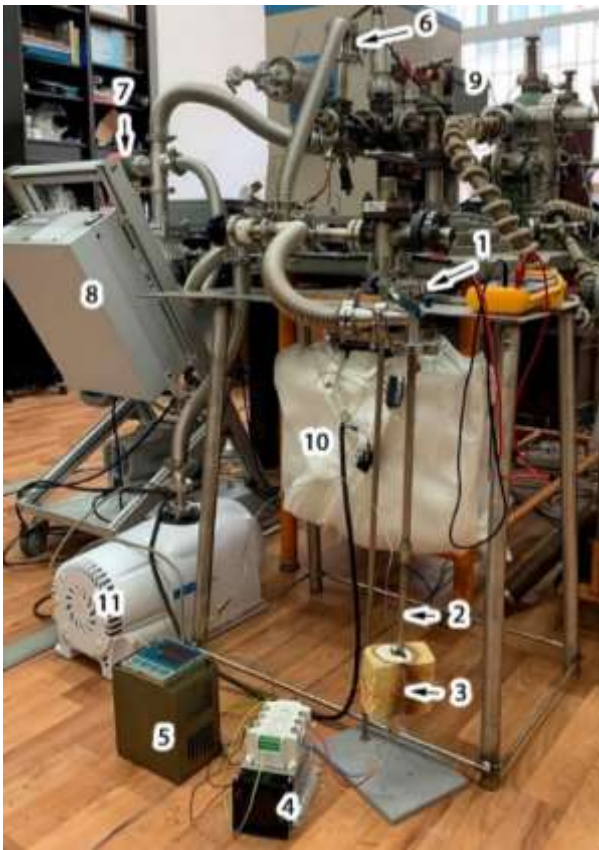


1 – гермоввод для термопары; 2 – экспериментальная ячейка; 3 – нагреватель; 4 – образцы; 5 – термопары; 6-7 – датчики давления; 8 – турбомолекулярный насос; 9 – масс-спектрометр; 10 – магниторазрядный насос; 11 – форвакуумный насос

Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки для ТДС исследований

Таблица 1 – Технические характеристики экспериментальной установки

Параметр	Значение
Интервал рабочих температур, К	от 293 до 1573
Остаточное давление в измерительном тракте при температуре ячейки 1573 К, торр	10^{-6}
Точность автоматического поддержания температуры относительно заданной	± 1 К
Диапазон скоростей нагрева образца, К/мин	от 2 до 50



1 – гермоввод для термопары; 2 – экспериментальная ячейка; 3 – нагреватель с теплоизоляцией; 4 – токовый коммутатор; 5 – терморегулятор; 6-7 – датчики давления; 8 – турбомолекулярный насос; 9 – масс-спектрометр; 10 – магниторазрядный насос; 11 – спиральный насос

Рисунок 2 – Общий вид экспериментальной установки для ТДС исследований

Газо-вакуумная система создана на базе высоковакуумных насосов: турбомолекулярного TV-301 (производительность по водороду 200 л/с) и магниторазрядного НОРД-100 (производительность по водороду 250 л/с), обеспечивающие предельное остаточное давление в системе до 10^{-9} торр. В качестве форвакуумного насоса используется сухой спиральный вакуумный насос IDP7 (производительность $7 \text{ м}^3/\text{с}$), который служит для предварительной откачки газов из рабочей камеры перед началом экспериментов после загрузки образца в ячейку.

Для высокотемпературной дегазации вакуумной системы используются совместно турбомолекулярный и форвакуумный насосы. Все газо-вакуумные тракты экспериментальной установки оснащены стационарными ленточными нагревателями ЭНГЛУ-400, которые обеспечивают дегазацию с прогревом элементов

вакуумной системы до 423-453 К в режиме непрерывной откачки.

Высоковакуумные насосы (турбомолекулярный и магниторазрядный) обеспечивают высокий вакуум в измерительном тракте экспериментальной установки непосредственно в процессе ТДС эксперимента для создания нормальных условий работы масс-спектрометра.

Контроль остаточного давления в вакуумной системе осуществляется датчиками давления типа VARIAN TYPE 0536. Все элементы высоковакуумной системы изготовлены из нержавеющей стали X18H10T. Герметичность системы проверена методом «обдува гелием» с помощью гелиевого течеискателя VSPR022 с чувствительностью $5 \cdot 10^{-9} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$.

Информационно-измерительная система обеспечивает управление, измерение и регистрацию параметров систем установки. В нее входят: масс-спектрометр CIS 100 на базе квадрупольного масс-анализатора RGA-100 для измерения и анализа парциальных давлений остаточных газов в вакуумной системе установки, регистратор многоканальный технологический (PMT-59) для регистрации и отображения показаний датчиков давления (VARIAN TYPE 0536) и термопар (хромель-алюмель), автоматизированное управление клапанами и мониторинг их положения. Измерения показаний термопары ячейки с образцом осуществляются мультиметром APPA 305, соединенным с компьютером через интерфейс RS-232.

Масс-спектрометр CIS 100 на базе квадрупольного масс-анализатора RGA-100 позволяет регистрировать спектр различных газов в диапазоне масс от 1 до 100 а.е.м. Принцип регистрации газов основан на ионизации молекул остаточных газов, которые разделяются по массам ионов и регистрируется системой измерения масс-спектрометра. Детектором масс-спектрометра служит датчик типа цилиндр Фарадея.

Аналоговые сигналы масс-спектрометра и термопар после аналого-цифрового преобразования поступают в виде цифрового кода в ПК IBM-PC, где обрабатываются и записываются в файл в табличном виде на жесткий диск ПК. Для анализа данных квадрупольного масс-спектрометра используется программа «RGA», установленная на жестком диске компьютера, служащего для управления анализом и визуализации данных.

Система управления температурой образцов включает вакуумированную молибденовую ячейку (трубка длиной 100 мм диаметром 12 мм и толщиной стенки 1 мм), поверх которой (через

изолирующий слой ваты из оксида алюминия) намотан омический нагреватель мощностью 300 Вт. Сверху нагреватель покрыт 50 мм слоем теплоизолятора из вспененной каолиновой глины. Образцы располагаются внутри молибденового тигля в вакууме.

Схема управления температурой образцов представлена на рисунке 3. Управление температурой образцов осуществляется с помощью аналогового контроллера температуры CNT или Пропорционально-Интегрально-Дифференциального (ПИД) регулятора (типа OMRON E5CN-HC2M) с аналоговым токовым выходом 4-20 мА, управляющего углом (или длительностью фазы) открытия симисторного

ключа SCR переменного тока (типа LSA-N3P90YB фирмы Ioncont) и подачи переменного напряжения на нагреватель R. Нагрузкой симисторного ключа SCR является первичная обмотка понижающего трансформатора TR 220/24 В, согласующего подаваемую мощность с низкоомным омическим нагревателем.

Контроллер CNT использует сигнал термопары TC и на основании установленных значений требуемой температуры образца (стационарной или закона изменения температуры во времени) вырабатывает токовый сигнал для управления тиристором SCR и, соответственно, мощностью переменного тока, подаваемого в нагреватель R.

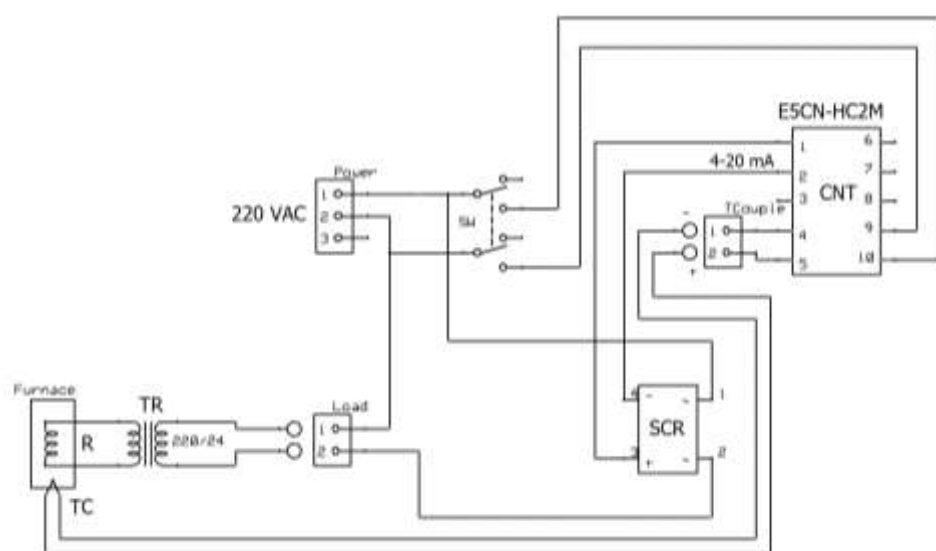


Рисунок 3 – Схема контроллера температуры образцов при ТДС экспериментах

Контроллер OMRON E5CN-HC2M обеспечивает регулировку температуры образца в диапазоне от 293 К до 1573 К с точностью ± 1 К в статическом режиме и в режиме линейного роста температуры. С помощью контроллера можно произвольно задавать диапазон и скорость линейного нагрева, комбинировать участки линейного нагрева с участками постоянной температуры, устанавливать количество и продолжительности участков. Таким образом, управление мощностью нагревателя и температурой нагреваемых образцов в ячейке осуществляется схемой управления нагревом за счет изменения доли периода переменного напряжения 220 В/50 Гц с помощью тиристорного регулирования.

Для разогрева образцов в молибденовой ячейке был разработан и изготовлен миниатюрный нагреватель-насадка на основе набора из пяти керамических нагревательных

элементов. Каждый нагревательный элемент питается от переменного напряжения 220 В и обеспечивает выделение 100 Вт тепловой мощности. Пять таких элементов, соединенных параллельно, устанавливаются в термостойкий держатель, изготовленный из силикатной глины, предварительно высушенной на воздухе и затем отожженной при 1573 К в течение 4 часов. Схема конструкции нагревателя-насадки в собранном состоянии с молибденовой ячейкой с образцами показана на рисунке 4.

Для разработанной конструкции экспериментальной ячейки с образцом был выполнен модельный теплофизический расчет распределения температурного поля (рисунок 5). Моделирование проводилось с помощью программного пакета Comsol, предназначенного для моделирования комплексных физических задач. Результаты тепловых расчетов показали, что мощность 500 Вт и выбранная схема

расположения нагревателей достаточны для разогрева ячейки с образцами до 1573 К.

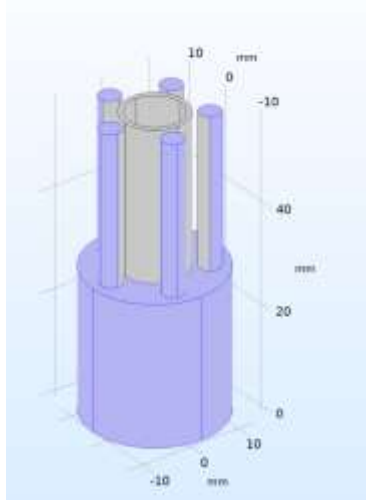


Рисунок 4 – Схема и геометрические параметры нагревателя для тепловых расчетов

Для более эффективной работы нагревателя керамический держатель сверху покрывается несколькими слоями теплоизолятора типа базальтовой ваты или аналогичных материалов (при этом область припаянных контактов нагревательных элементов не должна быть теплоизолированной от конвекционных воздушных потоков).

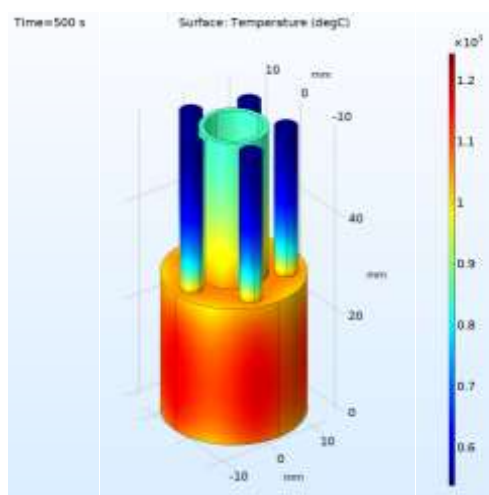


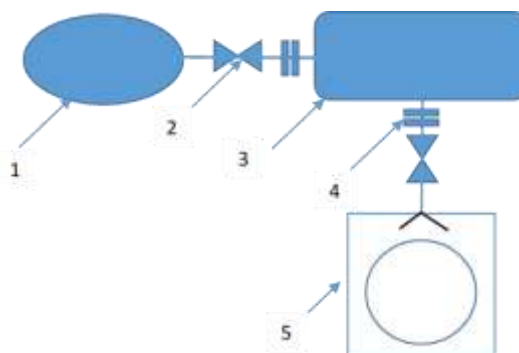
Рисунок 5 – Стационарное распределение температуры по области нагревателя и ячейки с образцами при максимальной температуре ячейки на мощности (500 Вт)

Параметры насыщения исследуемых образцов

В работе исследовались образцы бериллида титана Be_{12}Ti , производства АО «Ульбинский металлургический завод» (г. Усть-Каменогорск, Казахстан). Образцы бериллида титана Be_{12}Ti

были выбраны в виде монолитных материалов. Образцы в форме пластин позволяют проводить их подготовку для характеристики на предмет механических характеристик и структуры методами оптической металлографии поверхности, фазового состава и др. Размеры и соответственно масса образцов должны быть достаточными для достижения такой концентрации дейтерия (моль/г) при насыщении, чтобы обеспечить достаточное парциальное давление выделяющегося газа, которое будет соответствовать чувствительности измерительной системы установки.

Для тестовых исследований были выбраны два образца, которые перед ТДС экспериментами насыщались в среде дейтерия при атмосферном давлении при температуре 973 К в течении двух часов. Насыщение образцов бериллида титана дейтерием осуществлялось на специальной установке (Рисунок 6) из емкости, заполненной дейтерием при атмосферном давлении при температуре образцов 973 К в течение 2-х часов. После этого образцы охлаждались в среде дейтерия до температуры 293 К и выдерживались в среде дейтерия 12 часов. Затем образцы были выгружены из ампулы и для предотвращения загрязнения их поверхности запаяны в полиэтиленовые пакетики (рисунок 7).



1 – емкость с газом дейтерием; 2 – вентиль; 3 – рабочая камера; 4 – фланцы разъемного соединения; 5 – форвакуумный насос

Рисунок 6 – Установка для насыщения образцов дейтерием

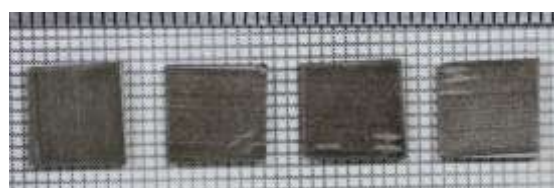


Рисунок 7 – Образцы бериллида титана Ve_{12}Ti после насыщения дейтерием, упакованные в полиэтиленовые пакеты

Проведение методических экспериментов

Для отработки методики экспериментальных исследований были выбраны образцы, которые представляют собой пластинки размерами $\sim 5 \times 5 \times 2$ мм и массой соответственно $M\text{Ve}_1=0,2334$ грамм и $M\text{Ve}_2=0,2348$ грамм.

Для дегазации элементов от атмосферных газов и молекул воды перед проведением ТДС-экспериментов проводился предварительный 2-х часовой отжиг вакуумной системы установки при температуре 423-453 К. После этого для оценки фонового спектра остаточных газов был проведен ТДС-эксперимент при линейном нагреве пустой ячейки с регистрацией спектров выделяющихся газов в процессе непрерывной откачки (рисунок 8а).

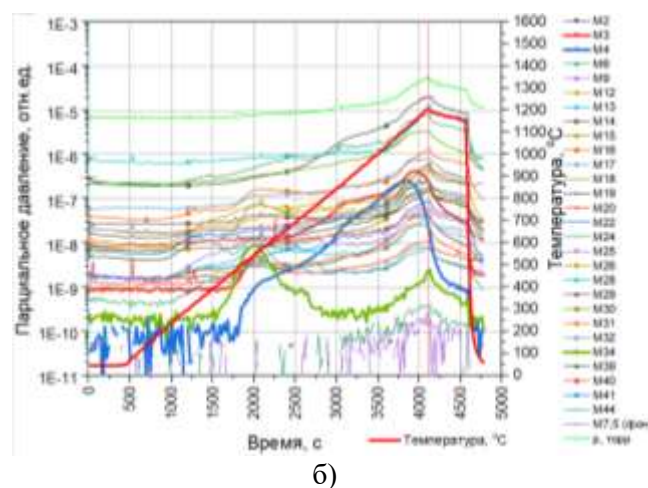
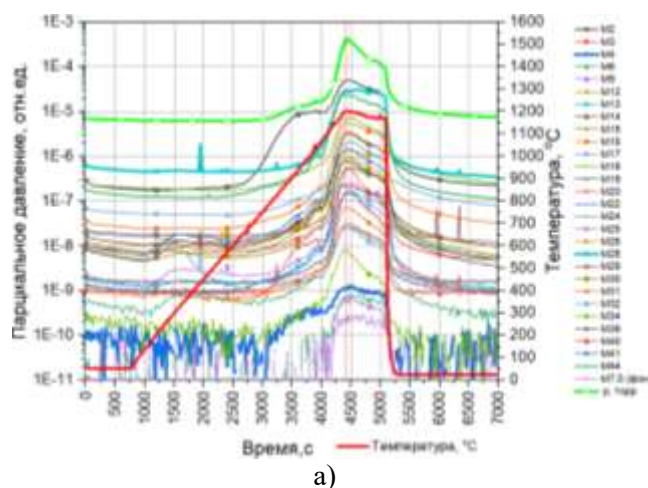
Такая же процедура выполняется перед каждым проведением ТДС-эксперимента с образцом $M\text{Ve}_1$, т.е. после загрузки проводился 2-х часовой отжиг всей системы при температуре 423-453 К. После охлаждения элементов вакуумной системы проводился ТДС-эксперимент с нагревом образца до 1573 К со скоростью 20 К/мин.

На рисунках 8а и 8б приведены характерные зависимости выделения различных газов из пустого танталового тигля и газовыделение дейтерия из образца бериллида титана $M\text{Ve}_1$ при проведении ТДС экспериментов.

На рисунке 8 для двух экспериментов представлены временные зависимости изменения парциальных давлений газовых молекул в процессе методического эксперимента. В легенде спектров указаны массовые числа молекул, соответствующих следующим обозначениям:

- M2 – водород (H_2^+);
- M3 – молекула HD;
- M4 – дейтерий (D_2);
- M12 – углерод (C^+);
- M14 – углеводородное соединение (CH_2^+) и азот (N^+);
- M16 – углеводородное соединение (CH_4^+) и фрагмент молекулы воды – кислород (O^+);
- M18 – молекула воды (H_2O^+);
- M19 – молекула HDO;
- M20 – тяжелая вода (D_2O);
- M28 – окись углерода (CO^+) и углеводородное соединение (C_2H_4^+);
- M32 – кислород (O_2^+);
- M40 – аргон (Ar^+);

- M44 – двуокись углерода (CO_2).



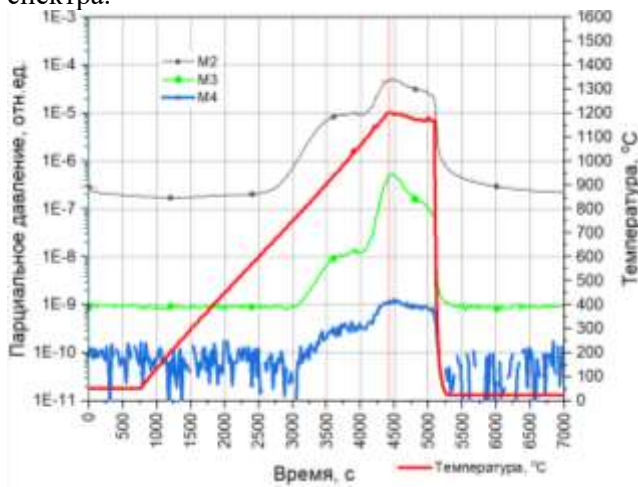
а) пустой тигель; б) образец $M\text{Ve}_1$

Рисунок 8 – Полный ТДС спектр газов в экспериментальной камере:

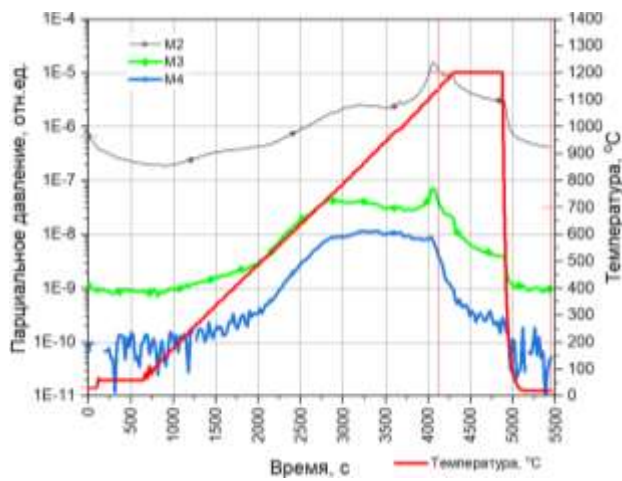
Из экспериментальных данных полного ТДС-спектра газов при нагреве пустого тигля была сделана выборка основных газов, необходимых для исследования взаимодействия изотопов водорода с образцами бериллида титана Ve_{12}Ti (рисунок 9).

Как и ожидалось уровень парциального газов H_2 , HD и D_2 при нагреве пустого тигля (рисунок 9а) значительно ниже, чем парциальное давление этих газов при нагреве насыщенного дейтерием образца бериллида титана (рисунок 9б). Так, при максимальной температуре тигля порядка 1573 К значение пика D_2 для пустого тигля достигает 10^{-9} торр, а значение этого же пика для насыщенного дейтерием образца бериллида титана 10^{-8} торр, т.е. уровень сигнала искомого спектра для образца на порядок выше фона, при этом общее давление в

экспериментальной камере составит 10^{-4} торр, что в целом является достаточным уровнем соотношения сигнал/шум для регистрации ТДС-спектра.



а)



б)

Рисунок 9 – Сравнение спектров газов H_2 , HD и D_2 в процессе линейного нагрева пустого тигля (а) и тигля с образцом $MBе_1$ (б)

Заключение

По результатам проведенных работ разработана и создана установка для термодесорбционных исследований образцов бериллидов. Проведены методические эксперименты, в которых были отработаны процедуры насыщения образцов в среде дейтерия и процедуры проведения ТДС экспериментов.

Методические эксперименты по изучению параметров взаимодействия дейтерия с образцами монокристаллического бериллида титана выполнены на материале производства АО «Ульбинский металлургический завод», насыщенном в среде дейтерия при атмосферном давлении и температуре образца 973 К. Эксперименты методом термодесорбционной спектроскопии проведены в интервале температур 293 К – 1573 К при скоростях линейного нагрева 10 и 20 К/мин.

По результатам отработки методики для проведения экспериментальных исследований бериллида титана рекомендован дифференциальный режим ТДС метода. При этом в качестве контрольного зонда необходимо использовать изотоп водорода – дейтерий.

Разработаны и рекомендованы оптимальные методические процедуры выполнения экспериментальных работ.

Финансирование

Работа выполнена при поддержке Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан в рамках проекта AP14871228.

Литература

- 1 Someya Y., Tobita K., Utoh H., Tokunaga S., Hoshino K., Asakura N., Nakamura M., Sakamoto Y. Design study of blanket structure based on a water-cooled solid breeder for DEMO //Fusion Engineering and Design. – 2015. – Vol.98-99. – P.1872-1875.
- 2 Federici G., Kemp R., Ward D., Bachmann C., Franke T., Gonzalez S., Lowry C., Gadomska M., Harman J., Meszaros B., Morlock C., Romanelli F., Wenninger R. Overview of EU DEMO design and R&D activities //Fusion Engineering and Design. – 2014. – Vol.89. – P.882-889.
- 3 Boccacini L., Giancarli L., Janeschitz G., Hermsmeyer S., Poitevin Y., Cardella A., Diegele E. Materials and design of the European DEMO blankets //Journal of Nuclear Materials. – 2004. – Vol.329-333. – P.148-155.
- 4 Pereslavytsev P., Hernandez F.A., Zhou G., Lu L., Wegmann C., Fischer U. Nuclear analyses of solid breeder blanket options for DEMO: status, challenges and outlook //Fusion Engineering and Design. – 2019. – Vol.146. – P.563-567.
- 5 Hernandez F.A., Pereslavytsev P., Zhou G., Kiss B., Kang Q., Neuberger H., Chakin V., Gaisin R., Vladimirov P., Boccacini L.V., Spagnuolo G.A., D'Amico S., Moscato I. Advancements in the helium-cooled pebble bed breeding blanket for the EU DEMO: holistic design approach and lessons learned //Fusion Science and Technology. – 2019. – Vol.75. – P.352-364.

- 6 Munakata K., Kawamura H., Uchida M. Stability of titanium beryllide under water vapor //Journal of Nuclear Materials. – 2004. – Vol.329-333. – P.1357-1360.
- 7 Munakata K., Kawamura H., Uchida M. Reaction of titanium beryllide with water vapor //Fusion Engineering and Design. – 2005. – Vol.75-79. – P. 997-1002.
- 8 Munakata K., Kawamura H., Uchida M. Surface reaction of titanium beryllide with water vapor //Fusion Engineering and Design. – 2006. – Vol.81. – P.993-998.
- 9 Mishima Y., Yoshida N., Takahashi He., Ishida K., Kawamura H., Iwadachi T., Shibayama T., Ohnuma I., Sato Y., Munakata K., Iwakiri H., Uchida M. Present status of beryllides for fusion and industrial applications in Japan //Fusion Engineering and Design. – 2007. – Vol. 82. – P.91-97.
- 10 Aylmore D.W., Gregg S.J., Jepson W.B. The high temperature oxidation of beryllium: Part IV. In water vapour and in moist oxygen //Journal of Nuclear Materials. – 1961. – Vol.3. – P.190-200.
- 11 Petti A., Smolik G.R., Anderl R.A. On the mechanisms associated with the chemical reactivity of Be in steam //Journal of Nuclear Materials. – 2000. – Vol.283-287. – P.1390-1395.
- 12 Anderl R.A., McCarthy K.A., Oates M.A., Petti D.A., Pawelko R.J., Smolik G.R. Steamchemical reactivity for irradiated beryllium //Journal of Nuclear Materials. – 1998. – Vol.258-263. – P.750-756.
- 13 Rabaglino E. Helium and Tritium in neutron-irradiated beryllium. PhD Thesis, Forschungszentrums Karlsruhe GmbH, Karlsruhe. ISSN 0947-8620. – 2004.
- 14 Uchida M., Ishitsuka E., Kawamura H. Tritium release properties of neutron-irradiated Be₁₂Ti //Journal of Nuclear Materials. – 2002. – Vol.307–311. – P.653–656.
- 15 Заика Ю.В., Костикова Е.К. Оценка параметров диффузии и десорбции водорода в краевой задаче ТДС-дегазации //Труды Карельского научного центра РАН. – 2010. – № 3. – С.45–50.
- 16 Кульсартов Т.В., Тажибаева И.Л., Гордиенко Ю.Н., Заурбекова Ж.А. и др. Детритизация облученного бериллия различных марок ТДС методом //ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2014. – № 2 (37). – С.27-37.
- 17 Зибров М.С., Шубина А.С., Гаспарян Ю.М., Писарев А.А. О возможности определения энергии связи водорода с дефектами по термодесорбционным измерениям с различными скоростями нагрева // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2015. – №1 (38). – С.32–41.

References

- 1 Y. Someya, et.al., Fusion Engineering and Design, 98-99, 1872-1875 (2015).
- 2 G. Federici, et.al., Fusion Engineering and Design, 89, 882-889 (2014).
- 3 L. Boccaccini, et.al., Journal of Nuclear Materials, 329-333, 148-155 (2004).
- 4 P. Pereslavtsev, et.al., Fusion Engineering and Design, 146, 563-567 (2019).
- 5 F.A. Hernandez, et.al., Fusion Science and Technology, 75, 352-364 (2019).
- 6 K. Munakata, et.al., Journal of Nuclear Materials, 329-333, 1357-1360 (2004).
- 7 K. Munakata, et.al., Fusion Engineering and Design, 75-79, 997-1002 (2005).
- 8 K. Munakata, et.al., Fusion Engineering and Design, 81, 993-998 (2006).
- 9 Y. Mishima et.al., Fusion Engineering and Design, 82, 91-97 (2007).
- 10 D.W. Aylmore, et.al., Journal of Nuclear Materials, 3, 190-200 (1961).
- 11 A. Petti, et.al., Journal of Nuclear Materials, 283-287, 1390-1395 (2000).
- 12 R.A. Anderl, Journal of Nuclear Materials, 258-263, 750-756 (1998).
- 13 E. Rabaglino, Helium and Tritium in neutron-irradiated beryllium, PhD Thesis, Forschungszentrums Karlsruhe GmbH, Karlsruhe. ISSN 0947-8620 (2004).
- 14 M. Uchida, et.al., Journal of Nuclear Materials, 307–311, 653–656 (2002).
- 15 Yu.V. Zaika, E.K. Kostikova, Otsenka parametrov diffuzii i desorbtsii vodoroda v krayevoy zadache TDS-degazatsii, Proceedings of the Karelian Scientific Center RAS 3: 45–50 (2010). (in Russ).
- 16 T.V. Kulsartov, et.al., VANT. Ser. Thermonuclear Fusion 37, 2, 27-37 (2014). (in Russ).
- 17 M.S. Zibrov, et.al., VANT. Ser. Thermonuclear Fusion 38, 1, 32–41 (2015). (in Russ).