

Федеральное агентство по образованию
Российской Федерации

Московский инженерно-физический институт
(государственный университет)

**ТЕРМОДЕСОРБЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ
ПОВЕДЕНИЯ ГАЗОВ В МЕТАЛЛАХ, СПЛАВАХ
И СОЕДИНЕНИЯХ**

Лабораторный практикум

Рекомендовано УМО “Ядерные физика и технологии”
в качестве учебного пособия
для студентов высших учебных заведений

Москва 2008

УДК 621.039.53(076.5)

ББК 31.46я7

Г–35

Термодесорбционные исследования поведения газов в металлах, сплавах и соединениях: Лабораторный практикум / Б.А. Калинин, М.С. Стальцов, А.В. Тенишев, И.И. Чернов. – М.: МИФИ, 2008. – 24 с.

Лабораторный практикум посвящен изучению поведения газов в твердых телах. Подробно рассмотрена методика термодесорбционной спектроскопии газов. Практикум предназначен для выполнения лабораторных работ в рамках читаемых в МИФИ дисциплин «Физическое материаловедение», «Реакторное материаловедение», «Специальные вопросы материаловедения ТЯР», касающихся проблем поведения газов в твердых телах, включая реакторные конструкционные материалы.

Предназначен для студентов, изучающих физическое, реакторное и радиационное материаловедение по специальности 070900 – «Физика металлов», и может быть полезен для аспирантов, специализирующихся в области физического, реакторного и радиационного материаловедения.

Пособие подготовлено в рамках Инновационной образовательной программы МИФИ.

Рецензент д-р техн. наук, проф. В.Б. Малыгин

ISBN 978-5-7262-1030-8

© *Московский инженерно-физический институт (государственный университет), 2008*

О Г Л А В Л Е Н И Е

ВВЕДЕНИЕ	4
1. НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	5
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИПЫ РАБОТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА	8
3. ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ДЕГИДРИРОВАНИЯ ВОДОРОДОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА	10
3.1. Калибровка масс-спектрометра	10
3.2. Исследование ультрадисперсного порошка гидрида на основе Mg-Ni-Mn после 60 циклов гидрирования-дегидрирования	11
3.3. Порядок выполнения работы	13
3.4. Отчет о проделанной работе	13
4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ЗАХВАТА, УДЕРЖАНИЯ И ВЫДЕЛЕНИЯ ГЕЛИЯ В МАТЕРИАЛАХ С ПОМОЩЬЮ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА	14
4.1. Анализ и пределы применимости формулы	15
4.2. Механизмы газовой выделения при послерадиационном нагреве облученных образцов	18
4.3. Порядок выполнения работы	23
4.4. Отчет о проделанной работе	23
СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	23

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время крайне актуальны вопросы образования и поведения различных газовых примесей, если говорить об ядерной энергетике. Нарботка трансмутационных газов в конструкционных материалах ядерных и термоядерных реакторов является значительной проблемой при подборе материалов. В конструкционных материалах активной зоны быстрых реакторов происходит накопление значительного количества трансмутационного гелия в результате различных ядерных реакций. В реакторах синтеза наравне с ядерными реакциями возможно прямое внедрение излучением из плазмы, а также в результате наработки трития, который с периодом распада 12,26 лет превращается в изотоп гелия ^3He . Гелий может существенно влиять на радиационную повреждаемость материалов. Доказано, что гелий влияет на высоко- и низкотемпературное радиационное упрочнение, радиационное распухание, радиационно-ускоренную ползучесть, может приводить к радиационной эрозии поверхности.

Так же весьма интересны возможности использования дегидрирования гидридов металлов и сплавов для водородных двигателей будущего. В связи с ограниченностью ресурсов, использующихся для получения топлива для различных областей человеческой жизнедеятельности, весьма перспективным в будущем выглядит использование водородных двигателей. Планируется, в частности, применять дегидрирование различных гидридов, поэтому интересным для исследования являются температура и количество выделяющегося водорода из тех или иных гидридов.

Особенности поведения гелия в различных металлах и сплавах, выделения водорода из гидридов возможно изучать с помощью термодесорбционной масс-спектрометрии. Масс-спектрометрия вообще дает очень широкие возможности в изучении не только десорбции газов из металлов, но и в исследовании химического, элементного состава газовых фаз.

1. НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Масс-спектрометр предназначен для анализа различных химических веществ с помощью заряженных ионов. В масс-спектрометрии используются электрические и магнитные поля для измерения масса/вес, или более точного масса/заряд отношений, m/z и m/e соответственно.

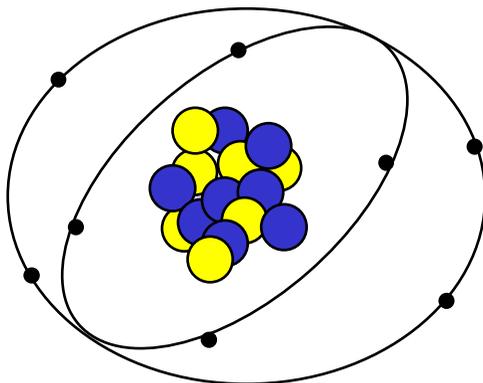


Рис. 1. Атом кислорода ($^{16}\text{O} \sim 16$ а. е. м.):

● — электрон ~ 0 а.е.м.; ● — нейтрон ~ 1 а.е.м.; ● — протон ~ 1 а.е.м.

Попробуем использовать воду (H_2O) в качестве примера. Молекула воды состоит из двух атомов водорода (H) и атома кислорода (O) (рис. 1). Общая масса молекулы водорода складывается из суммы масс двух атомов водорода (приблизительно 1 а.е.м. на атом водорода) и атома кислорода (приблизительно 16 а.е.м.):

2 H:	2 а.е.м (атомных единиц массы)
+ O:	16 а.е.м.
<hr/>	
H_2O :	18 а.е.м.

Предположим, что помещаем некоторое количество водяного пара в масс-спектрометр. Очень небольшое количество воды – это все, что нам нужно. Вода помещается в вакуумную камеру (ионный источник) масс-спектрометра. Если направить пучок электронов на

пары воды, некоторые электроны, сталкиваясь с молекулами воды, будут выбивать другие электроны, что приводит к приобретению молекулой воды положительного результирующего заряда:



Некоторые столкновения молекул воды с ускоренными электронами могут быть настолько сильными, что молекула распадется на несколько частей. Молекула воды может распасться на $[\text{OH}]^+$, $[\text{O}]^+$ и $[\text{H}]^+$. Таким образом, спектр воды может содержать в себе пики с массами 1, 16, 17 и 18 (рис. 2).

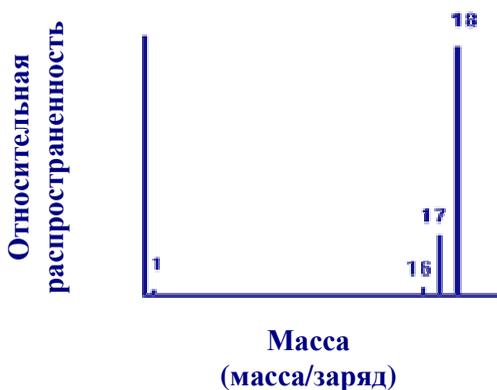
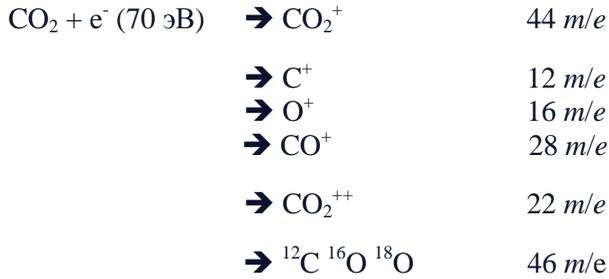


Рис. 2. Спектр воды

Итак, масс-спектрометрию можно упрощенно представить как столкновение молекулы с ускоренным электроном, в результате которого происходят такие явления, как ионизация молекулы, разделение молекулы на несколько фрагментов, появление некоторого количества заряженных ионов и собственно разделение этих ионов в масс-спектрометре.

На примере, приведенном ниже, рассматриваются возможные варианты для молекулы CO_2 . Видно, что возможны четыре различных варианта результатов масс-спектрометрии (m/e – отношение масса/заряд).

Пример:



На рис. 3 показан модельный спектр, который хорошо отображает результаты масс-спектрометрии некоторых распространенных газов.

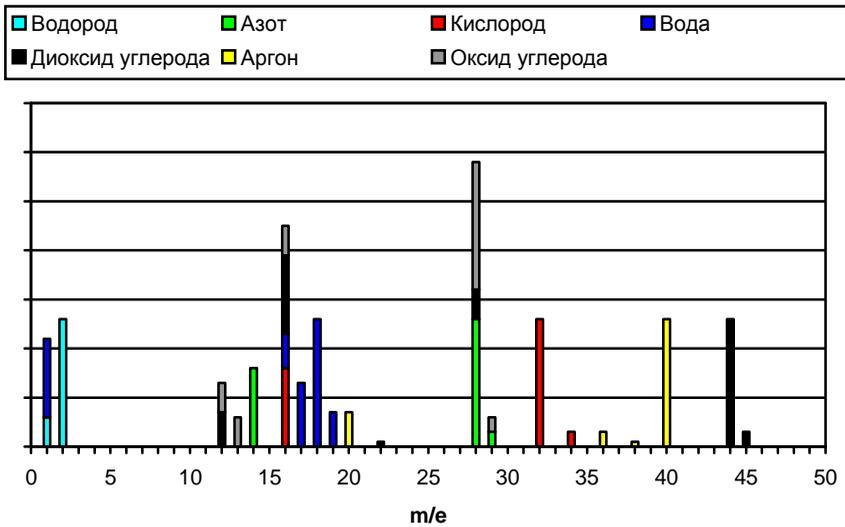


Рис. 3. Модельный спектр

2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИПЫ РАБОТЫ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА

На рис. 4 изображена принципиальная схема масс-спектрометра. Для гарантии долговечности нити, подвижности ионов и операций определения все измерения должны производиться при высоком вакууме.

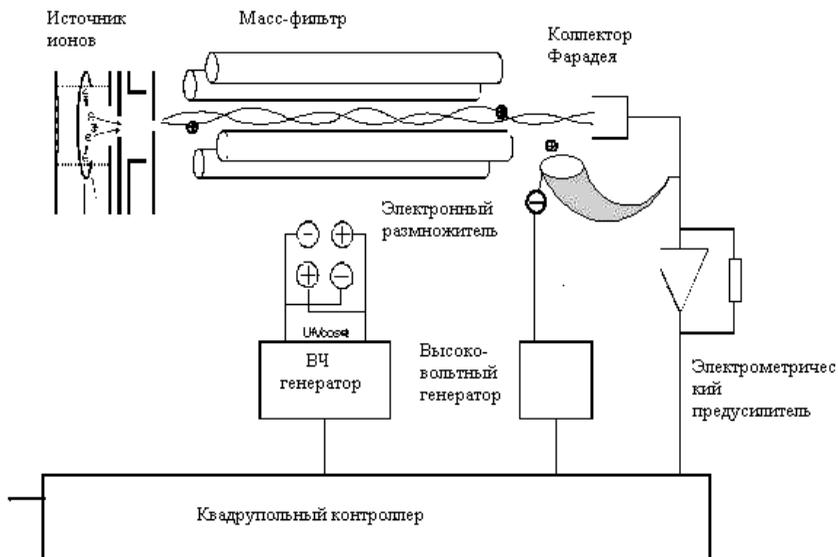


Рис. 4. Принципиальная схема масс-спектрометра

Масс-спектрометр состоит из следующих основных узлов.

- *Источник ионов.* Содержит нить, испускающую электроны, которые, сталкиваясь с частицами исследуемого газа, выбивают электроны. Молекулы газа ионизируются, становясь, таким образом, положительно заряженными ионами. После камеры, в которой образуются, ионы проходят через экстракционную диафрагму, фокусирующую линзу и попадают в масс-фильтр.

- *Масс фильтр.* Для отбора частиц используется высокочастотное и высоковольтное напряжение на двух парах электродов квадрупольного масс-фильтра.

- *Детектор ионов, электронный умножитель.* Ионы, прошедшие фильтр, попадают в коллектор Фарадея, где отдают свой заряд. Очень маленький результирующий ток направляется через электрометрический предварительный усилитель. Если вторичный умножитель электронов (канальный электронный умножитель) включен, то отрицательное высокое напряжение на входе последнего притягивает ионы. При столкновении они отдают электроны и затем отдают дополнительные электроны, что приводит к усилению по величине в несколько раз. Канальный электронный умножитель соединяется параллельно с коллектором Фарадея.

- *Электрометрический предварительный усилитель.* Устройство преобразует очень маленький ток ($10^{-15} \div 10^{-5}$ А) из коллектора Фарадея или канального электронного умножителя в напряжение, которое в дальнейшем попадает в квадрупольный контроллер QC200.

- *Квадрупольный контроллер.* Осуществляет контроль за всеми модулями и процессами масс-спектрометра.

3. ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ДЕГИДРИРОВАНИЯ ВОДОРОДОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА

Цель: выявление закономерностей дегидрирования различных водородосодержащих материалов, а также проведение количественного анализа содержания водорода в различных гидридах.

Материалы

Образцы гидрида титана для калибровки масс-спектрометра.

Ультрадисперсный порошок гидрида на основе Mg-Ni-Mn после 60 циклов гидрирования-дегидрирования.

Методика исследования

Термодесорбционная масс-спектрометрия (прибор синхронного термического анализа STA409CD с квадрупольным масс-спектрометром QMS 403C *Aëolos*).

3.1. Калибровка масс-спектрометра

Гидрид титана содержит 4,04 (теор.) мас.% H₂ и может использоваться при калибровке масс-спектрометра для проведения количественного анализа содержания водорода в различных гидридах. Меньшая потеря массы (на 0,27 %) в эксперименте вызвана окислением поверхности образца, что подтверждается снижением концентрации кислорода в рабочей среде (рис. 5).

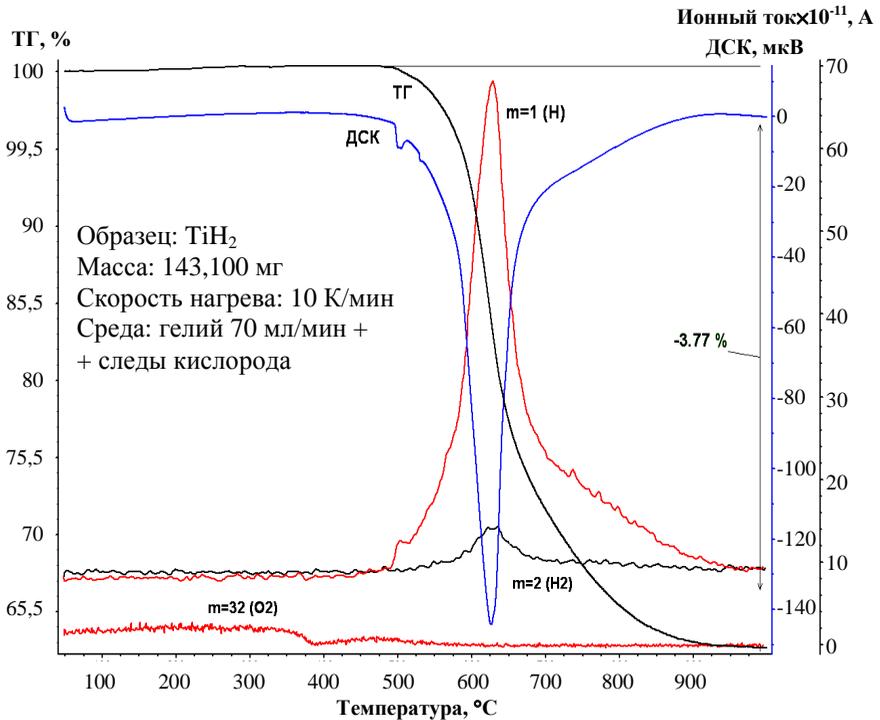


Рис. 5. Спектр дегидрирования гидроксида титана.

3.2. Исследование ультрадисперсного порошка гидроксида на основе Mg-Ni-Mn после 60 циклов гидрирования-дегидрирования

Исследование проводится после калибровки масс-спектрометра по гидриду титана в среде гелия при нагреве образцов со скоростью 10 К/с. На рис. 6 и 7 показаны типичные кривые дегидрирования образцов массой 54, 110 г.

Масса выделившегося водорода, рассчитанная по площади пика масс-спектрометра после калибровки по гидриду титана, составляет 2,043 мг (3,8 мас. %).

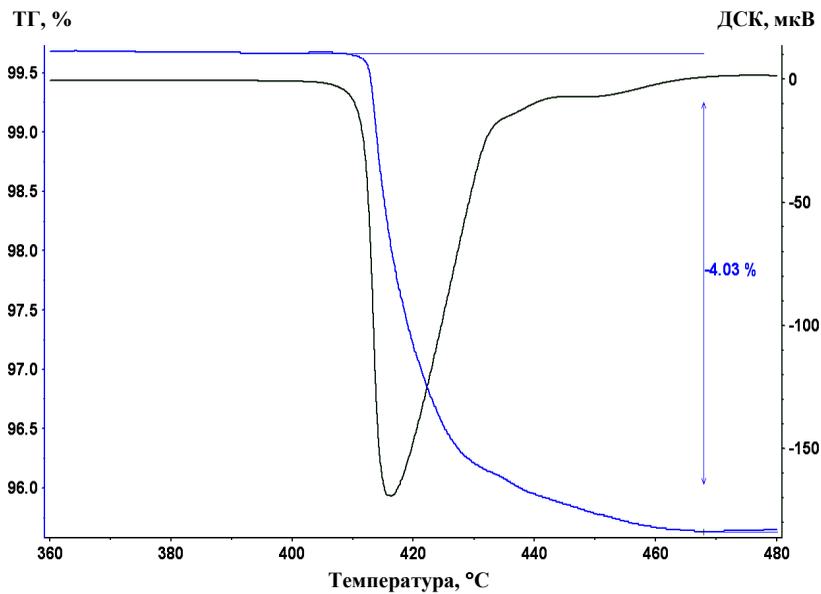


Рис. 6. Потеря массы и тепловыделение

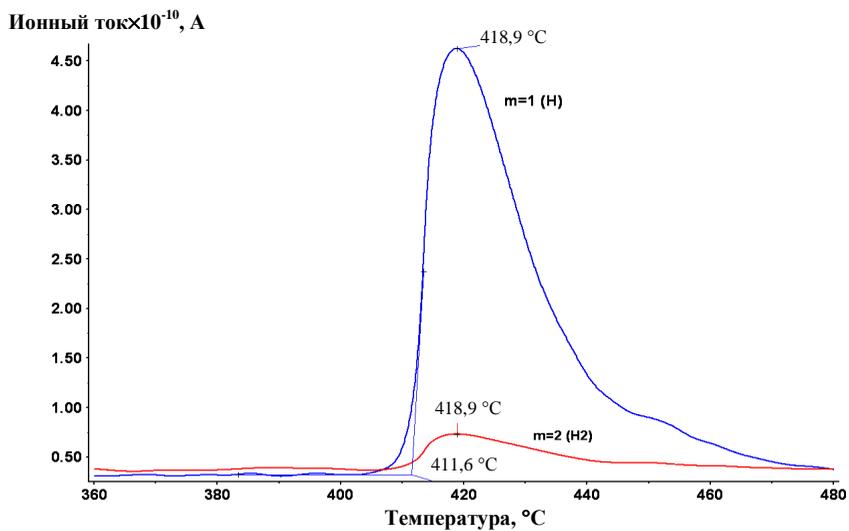


Рис. 7. Спектры выделения водорода

3.3. Порядок выполнения работы

1. Провести калибровку масс-спектрометра по образцам TiH_2 .
2. Загрузить исследуемый образец в рабочую камеру. Закрыть рабочую камеру.
3. Произвести напуск в рабочую камеру газа рабочей среды (в строгом соответствии с инструкцией).
4. Снять спектры термодесорбции, производя равномерный нагрев образца.

3.4. Отчет о проделанной работе

Отчет должен содержать:

- график потери исследуемым образцом массы;
- спектры газовой выделения;
- расчет массы выделившегося газа;
- выводы.

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ЗАХВАТА, УДЕРЖАНИЯ И ВЫДЕЛЕНИЯ ГЕЛИЯ В МАТЕРИАЛАХ С ПОМОЩЬЮ МАСС-СПЕКТРОМЕТРА

Цель: выявление закономерностей поведения гелия в металлах и сплавах и определение механизма выделения ионно-внедренного гелия на основе сопоставления рассчитанной эффективной энергии активации газовыделения с энергиями активации поверхностной и объемной самодиффузии исследуемого материала.

Материалы

Модельные сплавы систем Fe-C (стали) и Ni-C с разным содержанием углерода.

Модельные сплавы систем Ni-Al и Ni-Ti с разным содержанием легирующего элемента.

Модельные сплавы системы V-Ti с разным содержанием титана.

Реакторные конструкционные стали и сплавы аустенитного и ферритно-мартенситного класса.

Облучение

Ионы He^+ с энергией 40 кэВ; флюенс $\Phi = 5 \cdot 10^{20}$ ион/м²; температура мишеней $T_{\text{обл}} = 20\text{--}750$ °С. Схема распределения внедренного гелия по глубине облучаемой мишени приведена на рис. 8 (R_p – проективный пробег ионов; для Ni и Fe при использованной энергии ионов $R_p \approx 0,15$ мкм).

Методика исследования

Термодесорбционная масс-спектрометрия (ТДС).

Задачи исследования

1. Снятие спектров газовыделения из облученных образцов при разных скоростях равномерного нагрева при помощи прибора синхронного термического анализа STA 409 CD с квадрупольным масс-спектрометром QMS 403C *Aëolos*.

2. Расчет эффективной энергии активации газовыделения.

3. Установление механизма газовыделения в пиках ТДС.

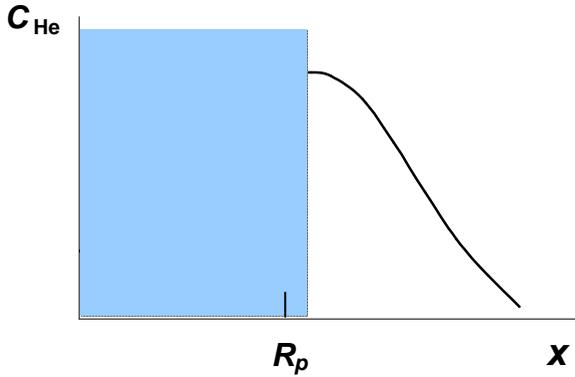


Рис. 8. Схема распределения ионно-внедренных ионов

Для расчета эффективной энергии активации газовыделения используется формула:

$$E = [k(T_{m1} \cdot T_{m2}) / (T_{m2} - T_{m1})] \ln[(\alpha_2 / \alpha_1) (T_{m1} / T_{m2})^2], \quad (1)$$

где E – эффективная энергия активации газовыделения, эВ; k – постоянная Больцмана; T_{m1} и T_{m2} – температура пика газовыделения для скоростей нагрева α_1 и α_2 соответственно.

4.1. Анализ и пределы применимости формулы

В связи с использованием данной формулы возникает вопрос: отражают ли находимые значения энергии активации газовыделения реальные процессы, протекающие в материалах, насыщенных гелием до высоких концентраций, при послерадиационных нагревах?

Если кинетика отжига определяется одной постоянной энергией активации, то изменение концентрации дефектов (в нашем случае – гелия) описывается простым уравнением:

$$dc_{\text{He}}/dt = -F(c_{\text{He}})K = -F(c_{\text{He}})K_0 \exp(-E/kT), \quad (2)$$

где c_{He} – относительная концентрация внедренного гелия; $F(c_{\text{He}})$ – некоторая непрерывная функция c_{He} ; K – характеристический кинетический коэффициент, который можно разделить на предэкспоненциальный множитель K_0 и экспоненту, содержащую в показателе энергию активации процесса E . Уравнение (2) основано на двух допущениях: 1) фактор Больцмана $\exp(-E/kT)$ входит в K как множитель; 2) энергия активации E не зависит от c_{He} . При этих не слишком жестких ограничениях E можно определить при нагреве образца с постоянной скоростью, и в процессе отжига изменяется какая-либо физическая характеристика p , зависящая от c_{He} ; в нашем случае это давление газа в отжиговой ячейке. Так как K в выражении (2) экспоненциально зависит от температуры, производная dp/dt очень мала на низкотемпературной стадии процесса, после чего в узком интервале температур, близких к характеристической температуре отжига T_m , исчезают все дефекты (выделяется весь гелий), определяющие течение данной стадии отжига, и dp/dt падает до нуля.

Допустим, что температура поднимается от температуры внедрения гелия с постоянной скоростью $T = \alpha t$, где α – скорость нагревания, t – время, прошедшее от начала эксперимента. Тогда в уравнении (2) в качестве независимой переменной можно использовать не время, а температуру:

$$dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = -K_0\alpha \exp(-E/kT)dT. \quad (3)$$

Решение этого уравнения может быть выражено интегральной показательной функцией:

$$E_i(-x) = \int_{-\infty}^{-x} (e^x/x) dx. \quad (4)$$

Если c_0 – значение c_{He} – при $t = 0$, то

$$\int_{c_0}^{c_{\text{He}}} dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = -K_0E/k\alpha [(kT/E)\exp(-E/kT) + E_i(-E/kT)]. \quad (5)$$

Эффективная частота K_0 много больше единицы. Это означает, что если отжиг длится не слишком долго (в нашем случае условие

выполняется, поскольку скорость нагрева $\alpha = 0,83-10$ К/с), то основная его часть завершается при температурах, много меньших, чем E/k . Следовательно, в выражении (5) надо положить $E/kT \gg 1$ и использовать такое приближение для интегральной показательной функции:

$$E_i(-x) \approx e^{-x}(1/x^2 - 1/x), \quad (6)$$

которое справедливо при условии $x \gg 1$. Тогда выражение (6) принимает вид:

$$\frac{c_{\text{He}}}{c_0} \int dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = -K_0 E/k\alpha [(kT/E)^2 \exp(-E/kT)]. \quad (7)$$

Обозначим интеграл в левой части через $H(c_{\text{He}})$:

$$\frac{c_{\text{He}}}{c_0} \int dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = H(c_{\text{He}}) = -K_0 E/k\alpha [(kT/E)^2 \exp(-E/kT)]. \quad (8)$$

Пусть α_1 и α_2 – скорости нагрева в двух различных экспериментах. При равных значениях c_{He} величина $H(c_{\text{He}})$ также будет одинаковой в обоих случаях. Следовательно, правые части равенства (8) будут равны в обоих опытах одной и той же постоянной. Отсюда:

$$\ln[\alpha_2(T_{m1})^2/\alpha_1(T_{m2})^2] = E/k[(1/T_{m1}) - (1/T_{m2})], \quad (9)$$

где T_{m1} и T_{m2} – температуры, которым соответствует одна и та же концентрация c_{He} при двух разных скоростях нагрева α_1 и α_2 соответственно. При небольших преобразованиях получается выражение, используемое для определения энергии активации газовыделения в данной работе.

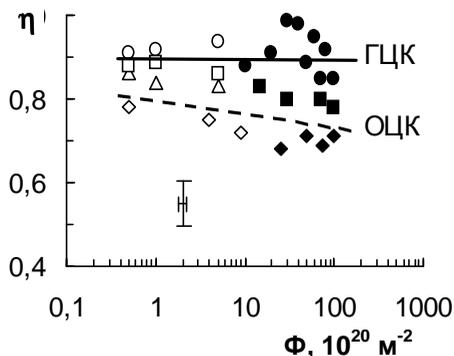
Таким образом, при тех допущениях, которые использовались при выводе конечной формулы, применение данной методики расчета энергии активации газовыделения оправдано. Однако следует иметь в виду, что при использованном флюенсе облучения выделение гелия происходит в виде миграции газонаполненных пузырьков, а не диффузией атомарного гелия, причем изучение облучен-

ных материалов в просвечивающем и растровом электронном микроскопах свидетельствует, что первые пузырьки пересекают поверхность при миграции по границам зерен, а затем выходят из тела зерна. На спектре ТДС эти пики не разрешаются, т.е. очень малый температурный интервал между ними. Видимо, энергии активации этих процессов тоже могут отличаться. Кроме того, возможно и выделение небольшой части гелия и из растворяющихся при нагреве мельчайших пузырьков (гелий-вакансионных комплексов). Поэтому вернее будет говорить не об энергии активации газовой выделению, а об *эффективной энергии активации газовой выделению* в данном пике спектра ТДС, что и используется в работе.

4.2. Механизмы газовой выделению при послерадиационном нагреве облученных образцов

Измерение абсолютного количества гелия в образцах, облученных ионами He^+ при комнатной температуре, показало, что независимо от химического состава материала захватывается примерно одинаковое количество внедряемого газа, коэффициент захвата η близок к единице (рис. 9). Коэффициент захвата гелия в ОЦК материалах ниже, чем в ГЦК материалах. С увеличением температуры облучения η снижается. Так, в аустенитных сплавах η составляет около 0,5 и 0,4 при температурах внедрения гелия 650 и 750 °С соответственно; для ванадия $\eta \approx 0,35$ уже при 500 °С.

Рис. 9. Зависимость коэффициента захвата гелия от флюенса ионов He^+ при облучении при комнатной температуре: ● – Ni, облучение He^+ с энергией 20 кэВ; ■ – сталь 10X12Г20В; ◆ – сплав V-25%Cr, He^+ -30 кэВ; ○ – Ni; □ – Fe и сплавы Fe-C; △ – сталь 09X16H15M3Б; ◇ – ванадий, He^+ -40 кэВ



Вид спектров термодесорбции зависит от концентрации внедренного гелия (рис. 10 и 11, табл. 1). Например, в стали X16H15M3Б с увеличением флюенса ионов He^+ от $1 \cdot 10^{20}$ до $1 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-2}$ возрастают число (от 1 до 7) пиков на спектрах ТДС и их высота (интенсивность). Новые пики с ростом флюенса ионов появляются при все меньшей температуре, причем они смещаются в область более низких температур.

При $\Phi \leq 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ выделение гелия происходит только при высоких температурах (пик I на рис. 10). После возникновения в структуре материалов гелиевых пузырьков ($\Phi \geq 7 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$) в спектре ТДС появляются более низкотемпературные пики, что свидетельствует о появлении новых механизмов выделения гелия. Наиболее сложный спектр ТДС соответствует предблистерной и блистерной стадиям структуры материалов ($\Phi \geq 4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$ при энергии ионов 40 кэВ).

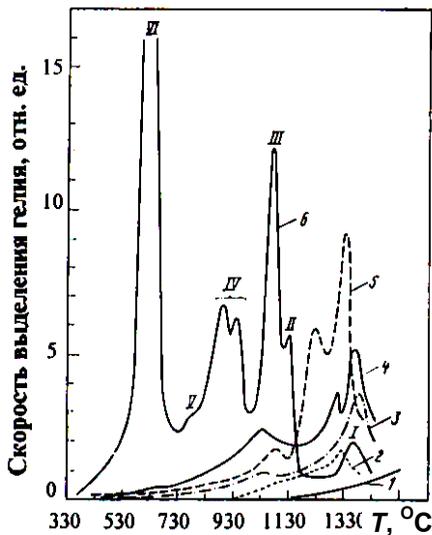


Рис. 10. Спектры газовой выделения из образцов стали X16H15M3Б, облученных He^+ ($E = 40 \text{ кэВ}$, $T \leq 100 \text{ }^\circ\text{C}$): 1 – фон; 2 – необлученный образец; 3–6 – образцы, облученные до $\Phi = 3 \cdot 10^{20}$, $7 \cdot 10^{20}$, $1 \cdot 10^{21}$ и $4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$ соответственно

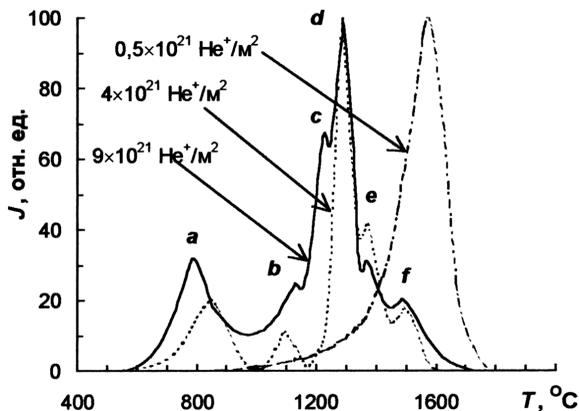


Рис. 11. Спектры газовой выделения из ванадия, облученного ионами He^+ при 20°C до $(0,5-9)\cdot 10^{21}\text{ м}^{-2}$, снятые при равномерном нагреве со скоростью 4 К/с

Т а б л и ц а 1

Основные пики в спектре ТДС ванадия и механизмы их появления

Φ , $10^{21}\text{ He}^+/\text{м}^2$	Пик	T_m , $^\circ\text{C}$	Механизм газовой выделения
0,5	<i>a</i>	—	—
	<i>b</i>	—	—
	<i>c</i>	—	—
	<i>d</i>	—	—
	<i>e</i>	—	—
	<i>f</i>	1573	Миграция пузырьков
4	<i>a</i>	849	Диффузионный выход приповерхностного гелия
	<i>b</i>	1097	—
	<i>c</i>	—	—
	<i>d</i>	1286	Выход гелия из блистеров
	<i>e</i>	1373	Выход пузырьков на дно блистерных кратеров
	<i>f</i>	1493	Миграция пузырьков по телу зерна
9	<i>a</i>	789	Диффузионный выход приповерхностного гелия
	<i>b</i>	1128	—
	<i>c</i>	1229	—
	<i>d</i>	1288	Выход гелия из блистеров
	<i>e</i>	1373	Выход пузырьков на дно блистерных кратеров
	<i>f</i>	1485	Миграция пузырьков по телу зерна

Исследования микроструктуры образцов в просвечивающем электронном микроскопе и топографии поверхности в растровом электронном микроскопе после равномерных нагревов за температуры соответствующих пиков газовой выделению позволили расшифровать появление некоторых из этих пиков. Так, мощный пик VII (см. рис. 10) связан с разрушением блистеров и выходом газа из них в процессе нагрева (рис. 12, б). Интенсивный пик III обусловлен ростом, миграцией пузырьков по телу зерна, коалесценцией в процессе миграции и выходом на поверхность образца, свободную от блистеров (рис. 12, з), с образованием так называемой «pin-hole» (дырчатой) структуры, которую неоднократно наблюдали ранее на никеле и сталях.

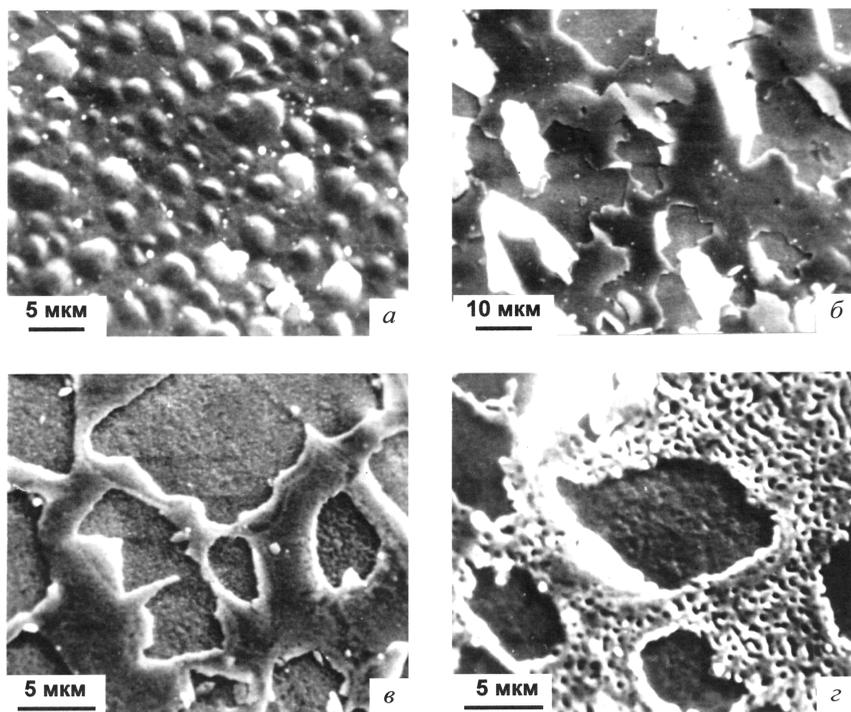


Рис. 12. Топография поверхности образцов стали X16N15M3B, облученных ионами He^+ с энергией 40 кэВ до $\Phi = 8 \times 10^{21} \text{ м}^{-2}$ при $T \leq 100 \text{ }^\circ\text{C}$ (а) и после равномерных нагревов со скоростью 0,5 К/с до температур 680 (б), 1010 (в) и 1230 $^\circ\text{C}$ (з)

В использованном при выполнении лабораторной работы флюэнсе ионов He^+ ($\Phi = 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$) выделение гелия в единственном интенсивном пике ТДС происходит только за счет миграции пузырьков и выхода их на поверхность образца. Миграция пузырьков может осуществляться по трем механизмам (рис. 13).

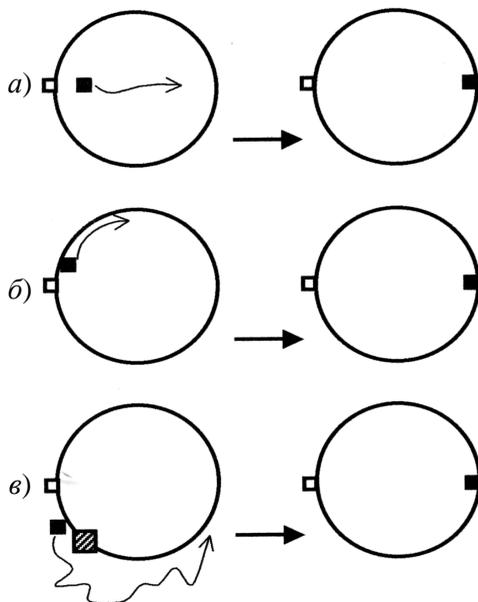


Рис. 13. Схема миграции пузырьков по трем механизмам:
a) испарение-осаждение; *б)* поверхностная диффузия атомов;
в) объемная диффузия атомов

Миграция по механизму испарения-осаждения (см. рис. 13, *a*) возможна только тогда, когда по сечению пузырька имеется градиент температуры, т.е. ее левая стенка должна быть «горячей», а правая – «холодной». Поскольку в использованных экспериментальных условиях градиента температуры нет, то этот механизм миграции не осуществляется. Энергия активации поверхностной самодиффузии значительно ниже энергии активации объемной самодиффузии. Поэтому в чистых металлах преобладающим механизмом миграции пузырьков является поверхностная диффузия (см. рис. 13, *б*). При осаждении на поверхность пузырька атомов легирующих элементов, имеющих большое положительное раз-

мерное несоответствие с атомом матрицы (см. рис. 13, в), или примесных элементов (например, углерод), вклад объемной диффузии в миграцию пузырьков возрастает и может стать преобладающим в высоколегированных сплавах.

4.3. Порядок выполнения работы

1. Открыть рабочую камеру.
2. Загрузить исследуемый образец в отжиговую ячейку. Проверить правильность установки термопары. Закрыть рабочую камеру, следуя инструкции по эксплуатации.
3. Откачать рабочую камеру до необходимого вакуума.
4. Включить нагрев в отжиговой ячейке, снять спектры термодесорбции.

4.4. Отчет о проделанной работе

Отчет должен содержать:

- спектры термодесорбции гелия при двух скоростях нагрева исследованных образцов;
- расчет энергии активации процесса газовой выделенности;
- определение механизма газовой выделенности в пике термодесорбции;
- выводы.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Руководство по эксплуатации QMS 403C Aëlos квадрупольного масс-спектрометра.
2. Чернов И.И., Калинин Б.А. Поведение гелия в конструкционных материалах ядерных и термоядерных реакторов. – М.: МИФИ, 2008. – 24 с.

Термодесорбционные исследования
поведения газов в металлах,
сплавах и соединениях

Лабораторный практикум

Редактор М.В. Макарова

Подписано в печать 12.11.08. Формат 60×84 1/16

Печ. л. 1,5. Уч.-изд. л. 1,5. Тираж 120 экз.

Изд. № 3/49. Заказ №

Московский инженерно-физический институт
(государственный университет)
115409, Москва, Каширское шоссе, 31

Типография издательства «Травант»,
г. Троицк Московской области