

УДК 621.039.531:546.881

**ВОЗДЕЙСТВИЕ СТАЦИОНАРНОЙ ВОДОРОДНОЙ ПЛАЗМЫ
И МОНОЭНЕРГЕТИЧНЫХ ИОНОВ ВОДОРОДА
НА ПОВЕРХНОСТНЫЕ СВОЙСТВА И НАКОПЛЕНИЕ
ВОДОРОДА В СПЛАВЕ V—3,49Ga**

*Н.П. Апарина, Л.С. Данелян, М.И. Гусева, А.Н. Мансурова
(РНЦ «Курчатовский институт»), В.В. Затекин, В.С. Куликаускас
(НИИ ядерной физики МГУ им. М.В. Ломоносова), И.В. Боровицкая, А.И. Дедюрин,
Л.И. Иванов (Институт металлургии и материаловедения РАН им. А.А. Байкова),
Г.Г. Бондаренко (НИИ перспективных материалов)*

Представлены результаты исследования повреждаемости и изменения микротвердости ванадиевого сплава V—3,49Ga в сравнении с чистым ванадием, а также накопления в нем водорода при взаимодействии с потоками стационарной водородной плазмы ($E = 100$ эВ, $D = 1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$) и ионами H^+ ($E = 6$ кэВ, $D = 1,0 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$). Температура облучения в обоих случаях составляла 450 °С. Показано, что структура поверхности практически одинакова как для ванадия, так и для сплава V—3,49Ga в аналогичных условиях облучения. Установлено, что при воздействии ионов H^+ наблюдается ионное травление поверхности материалов, тогда как обработка стационарной водородной плазмой приводит к проявлению границ зерен на поверхности мишени и различному характеру эрозии этих зерен. Происходит насыщение поверхностных слоев сплава толщиной ~ 50 нм водородом как с облученной, так и с необлученной сторон образцов под влиянием обоих типов облучения. В результате обработки материалов ионами H^+ и водородной плазмой наблюдается также повышение микротвердости с обеих сторон мишени. В большей степени упрочняется ванадий (до 2,2 раза). Обсуждаются возможные механизмы этих эффектов.

THE INFLUENCE OF STATE HYDROGEN PLASMA AND MONOENERGETIC HYDROGEN IONS ON SURFACE PROPERTIES AND ACCUMULATION OF HYDROGEN IN VANADIUM-BASED ALLOY V—3,49Ga. N.P. APARINA, L.S. DANELJAN, M.I. GUSEVA, A.N. MANSUROVA, V.V. ZATEKIN, V.S. KULIK-AUSKAS, I.V. BOROVITSKAJA, A.I. DEDIURIN, L.I. IVANOV, G.G. BONDARENKO. The results of the investigations of damage and of microhardness change of vanadium based alloy V—3,49Ga in comparison with pure vanadium and also of hydrogen accumulation in it under interaction with fluencies of steady-state hydrogen plasma ($E = 100$ eV, $D = 1,2 \cdot 10^{25} \text{ m}^{-2}$) and H^+ ions ($E = 6$ keV, $D = 1,0 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$) are presented. Irradiation temperature was 450°C in both cases. It is shown that the structure of the surface is practically identical for both vanadium and V—3,49Ga under the same condition of irradiation. It is found that H^+ ions bombardment results in ionic etching of materials surface while steady-state hydrogen plasma treatment results in the appearing of grains boundaries on target surface and in different character of erosion of these grains. The hydrogen saturation of the surface layers with the thickness of ~ 50 nm is found both on the irradiated and non-irradiated sides of samples under both types of irradiation. The increase in the microhardness on both sides of targets is also observed under H^+ ions and hydrogen plasma treatment. Vanadium is hardened most of all (by a factor of 2.2). Possible mechanisms of these effects are discussed.

ВВЕДЕНИЕ

Проведенные ранее исследования показали, что ванадиевые сплавы на основе системы V—Ga обладают лучшими технологическими свойствами и более быстрым спадом наведенной радиоактивности во времени при их нейтронном облучении по сравнению со сплавами системы V—Ti—Cr [1, 2]. Данные сплавы являются одними из перспективных материалов при их использовании в качестве функциональных материалов в термоядерных реакторах, малой энергетике и космической технике. Сплавы системы V—Ga относятся к так называемым потееющим сплавам [3].

Для разработки материалов термоядерных реакторов (ТЯР) значительный интерес представляет исследование изменения их поверхностных свойств под влиянием различного вида радиационных воздействий, а также накопления изотопов водорода в них, причем для правильного понимания механизмов этих явлений необходимо их изучение на различных материалах. Кроме того, перечисленные процессы могут быть использованы для решения ряда прикладных задач материаловедения [4].

Так как в настоящее время не сделан окончательный выбор материала первой стенки термоядерных реакторов второго поколения, то целью данной работы было изучение топографии и микротвердости поверхности сплава V—3,49Ga в сравнении с чистым ванадием, а также накопления в них водорода под воздействием облучения стационарной водородной плазмы и ионами водорода.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Сплав был изготовлен методом аргонодуговой плавки на основе алюотермического ванадия марки ВНМ-1 (с общим содержанием O, N и C около 0,050 вес. %) и галлия высокой чистоты. Механические свойства сплава V—3,49Ga приведены в работе [5]. Согласно данным работы прочность сплава в $\sim 1,5$ раза выше, чем ванадия, а характеристики на растяжение и пластичность сплава V—Ga и ванадия аналогичны характеристикам для сплава системы V—Ti—Cr.

Образцы толщиной $\sim 0,07$ см после холодной деформации $\sim 30\%$ перед испытаниями и облучением отжигались в вакууме при 1000°C в течение одного часа. По-

верхность образцов полировалась в реактиве 20% H_2SO_4 + 80% спирта. Мишени облучали водородной плазмой установки «Пласт» с пучково-плазменным разрядом, которая, в частности, предназначена для проведения экспериментов по исследованию воздействия на поверхностные свойства материалов стационарных плазменных потоков водорода с удельной тепловой нагрузкой до 5 МВт/м^2 [6], а также ионами водорода в ускорителе ИЛУ [7]. Плотность потока ионов водорода в установке «Пласт» составляла $1,8 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$, доза облучения достигала значений $\sim 1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$. Энергия ионов водорода, имплантированных в мишень, составляла 100 эВ. В ускорителе ИЛУ энергия ионов водорода составляла 6 кэВ, доза $1 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$. Температура мишеней в процессе обоих видов облучения поддерживалась на уровне 450°C .

До и после облучения структуру образцов исследовали в металлографическом микроскопе МИМ-7 и в растровом электронном микроскопе JSM-35 CF в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 15 кэВ. Измерение микротвердости проводили на облученной и противоположной облучению сторонах мишени, а также на исходных образцах по методу Виккерса на микротвердомере ПМТ-3 при трех нагрузках индентора $P = 20, 50$ и 100 г .

Накопление водорода в образцах исследовалось методом регистрации ядер отдачи. Для этого использовали ускоритель Ван-де-Граафа, в котором ионы гелия с энергией 1,2 МэВ направляли под углом 15° на мишень. Атомы отдачи регистрировались под углом 30° к первоначальному направлению ионов гелия. С целью получения абсолютных значений концентрации атомов водорода проводились измерения энергетических спектров стандартных калибровочных образцов. На ускорителе Ван-де-Граафа определялся также химический состав материалов до облучения методом резерфордского обратного рассеяния (РОР) ионов гелия с энергией 1,7 МэВ, когда рассеянные на угол 170° ионы гелия регистрировались поверхностно-барьерным детектором.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены типичные фотографии топографии поверхности исследуемых материалов до облучения (1, а), после экспозиции в установке ИЛУ (1, б) и установке «Пласт» (1, в).

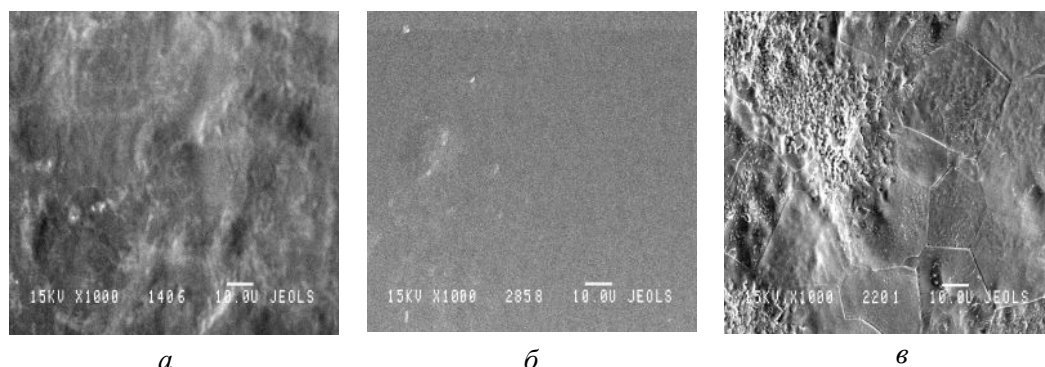


Рис. 1. Топография поверхности сплава V—3,49Ga: а — исходное состояние до облучения; б — после облучения в ускорителе ИЛУ в режиме $E = 6 \text{ кэВ}$, $D = 10^{23} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450^\circ\text{C}$; в — после облучения в установке «Пласт» стационарной водородной плазмой в режиме $D = 1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450^\circ\text{C}$, $E = 100 \text{ эВ}$

Как видно на рис. 1, *а*, для исходного состояния поверхности образца характерно наличие следов предварительной механической и химической обработок. Анализ топографии поверхности образцов после облучения показал, что в результате экспонирования их в ускорителе ИЛУ микроструктура поверхности практически остается неизменной: облучение приводит лишь к ионному травлению, в результате которого наблюдается сглаживание поверхности, тогда как воздействие стационарной плазмы вызывает проявление границ зерен материалов и выявление различного характера эрозии этих зерен. Характер воздействия обоих видов облучения аналогичен для сплава и чистого металла. Коэффициенты распыления ионами H^+ с энергиями 6 кэВ и 100 эВ приблизительно одинаковы [8]. Выявление микроструктуры поверхности исследуемых материалов в водородной плазме происходит вследствие существенно большей дозы облучения, приводящей к распылению ~ 3 мкм сплава.

На рис. 2 приведены значения микротвердости (H_μ) поверхности исходных об-

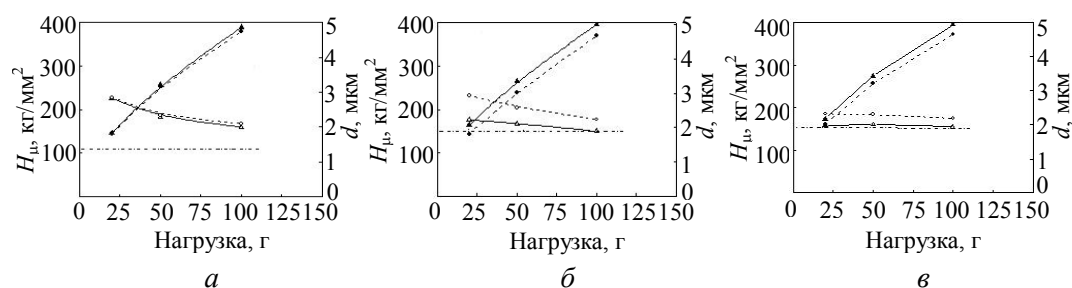


Рис. 2. Изменение микротвердости поверхностных слоев ванадия и сплава V—3,49Ga и глубина погружения индентора в материалы при различных нагрузках индентора: *а* — ванадий после облучения стационарной водородной плазмой в установке «Пласт» в режиме $D = 1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450 \text{ °C}$; *б* — V—3,49Ga после облучения в установке «Пласт» стационарной водородной плазмой в режиме $D = 1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450 \text{ °C}$; *в* — V—3,49Ga после облучения в ускорителе ИЛУ в режиме H^+ , $E = 6 \text{ кэВ}$, $D = 1,0 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450 \text{ °C}$. Микротвердость (H_μ): $\circ$ — сторона облучения; $\triangle$ — обратная сторона; Глубина погружения индентора (d): $\bullet$ — сторона облучения; $\blacktriangle$ — обратная сторона; - - - - - микротвердость исходного образца

разцов ванадия и сплава V—3,49Ga, а также после облучения их стационарной водородной плазмой и ионным пучком. Измерения были выполнены как со стороны облучения, так и с противоположной облучению стороны.

Из рассмотрения рис. 2 следует, что образцы упрочняются с обеих сторон, в большей степени упрочняется ванадий (до $\sim 2,2$ раза).

На рис. 2 приведены также толщины слоев, соответствующие глубинам погружения (d) индентора в исследуемые материалы при различных нагрузках на него. Максимальная глубина погружения индентора при используемых нагрузках составляет ~ 5 мкм.

Результаты измерений микротвердости исследуемых материалов свидетельствуют также о том, что при меньшей нагрузке на индентор микротвердость вблизи поверхности после воздействия стационарной водородной плазмы несколько выше, чем при более высоких значениях нагрузок.

Изменения микротвердости не только с облучаемой, но и с обратной стороны наблюдали в ряде работ, связывая это явление с эффектом дальнего действия [9—10].

Поскольку микротвердость является структурно-чувствительным параметром, наблюдаемое изменение микротвердости может свидетельствовать о наличии неравновесного напряженного состояния в металле, обусловленного пластической деформацией, приводящей к генерации дефектов и дислокаций.

На рис. 3 представлены профили распределения водорода в сплаве V—3,49Ga после облучения его стационарной водородной плазмой в установке «Пласт» (3, б) и высокоэнергетичными ионами водорода в ускорителе ИЛУ (3, а). На рис. 3, а представлено также распределение водорода в исходном образце сплава.

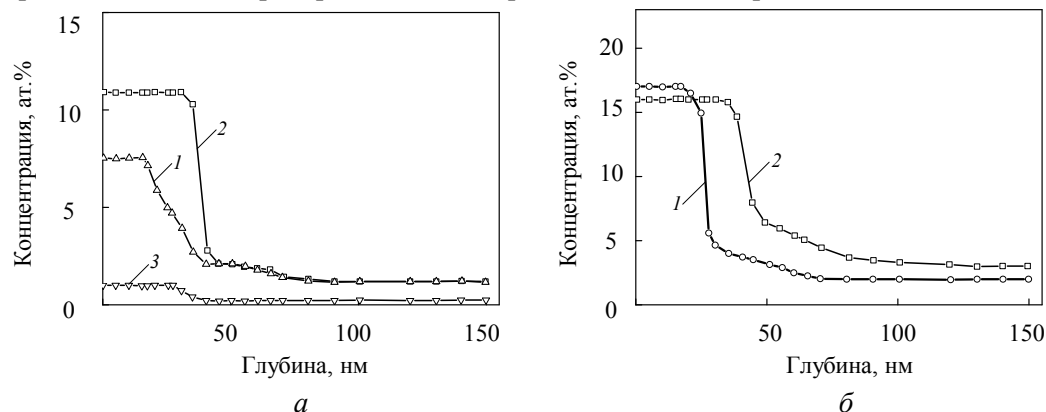


Рис. 3. Профили распределения водорода в поверхностных слоях сплава V—3,49Ga: а — после облучения в ускорителе ИЛУ в режиме H^+ , $E = 6$ кэВ, $D = 1,0 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450$ °С; 1 — облученная сторона; 2 — противоположная облучению сторона; 3 — исходный образец; б — после облучения в установке «Пласт» стационарной водородной плазмой в режиме $D = 1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$, $T_{\text{обл}} = 450$ °С, $E = 100$ эВ; 1 — облученная сторона; 2 — противоположная облучению сторона

Характерно, что после облучения как водородной плазмой, так и ускоренными ионами водород был обнаружен на поверхности образцов как со стороны облучения (кривые 1), так и с необлученной стороны (кривые 2). При облучении высокоэнергетичными ионами H^+ концентрация уловленного водорода даже больше с необлученной стороны: 11 ат. % по сравнению с 7,5 ат. % с облученной стороны. Аналогичный эффект мы наблюдали ранее на ванадии и сплаве V—Ga при облучении их импульсными потоками дейтериевой плазмы [5].

Профиль распределения водорода с облученной стороны (рис. 3, а, кривая 1) является типичным для дозы, соответствующей насыщению, когда распыляется слой, равный проецированному пробегу R_p , который для ионов водорода с энергией 6 кэВ в ванадии равен ~40 нм [11]. Поскольку экспериментальный профиль согласуется с теоретическим, причиной проникновения водорода на необлученную сторону мишени не является процесс диффузии. В связи с этим наличие водорода с необлученной стороны мишени (кривая 2) с концентрацией, превышающей его содержание на облученной стороне, так же, как и факт повышения ее микротвердости, следует рассматривать как проявление эффекта дальнего действия. Аналогичные распределения с двух сторон мишени наблюдаются и при экспозиции образцов сплава в стационарной водородной плазме (см. рис. 3, б).

Рассчитанный из профиля распределения на рис. 3, б (кривая 1) коэффициент диффузии равен $5 \cdot 10^{-14} \text{ см}^2 \cdot \text{с}^{-1}$. Следует отметить, что это значение на 10 порядков меньше известного значения для диффузии водорода в ванадии ($\sim 10^{-4} \text{ см}^2 \cdot \text{с}^{-1}$) [12]. Ес-

ли предположить, что водород поступает на противоположную сторону за счет процесса диффузии, приняв за расстояние, на которое водород продиффундировал, толщину образца ($\sim 0,07$ см), то коэффициент диффузии водорода в исследуемом сплаве будет равен $2,8 \cdot 10^{-7} \text{ см}^2 \cdot \text{с}^{-1}$, что на три порядка меньше коэффициента диффузии водорода в ванадии при температуре $\sim 450^\circ \text{C}$. Однако, по нашему мнению, более правильным является расчет по сдвигу профиля распределения водорода, и, следовательно, глубокое проникновение водорода, как и в случае имплантации ионов водорода, обусловлено эффектом дальнего действия.

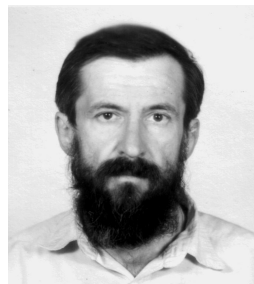
Причиной эффекта дальнего действия и, как следствие, изменения с двух сторон микротвердости и проникновения на необлучаемую сторону мишени водорода может быть образование гидридов ванадия [13, 14] и возникновение напряжений, появившихся вследствие фазовых превращений.

Следует также отметить, что образующиеся в процессе ионной имплантации дислокации могут влиять на перенос имплантируемой примеси [15]. Примесь по дислокациям может проникать сквозь образец и выделяться у поверхности с необлученной стороны образца, что способствует накоплению водорода с обратной стороны образца. Этот эффект отчетливо проявляется при имплантации водорода с энергией 6 кэВ в сплав, когда концентрация водорода с необлучаемой стороны приблизительно в 1,5 раза больше, чем с облучаемой.

Наблюдаемый эффект дальнего действия в ванадиевом сплаве при температуре 450°C , приводящий к проникновению водорода на необлучаемую сторону мишени, является неожиданным и крайне опасным явлением для материалов, обращенных к



Вацлав Станиславович Куликаускас, зав. лабораторией, старший н.с., кандидат ф.-м.н., лауреат Государственной премии СССР



Владимир Витальевич Затекин, старший н.с., кандидат ф.-м.н.



Мария Ильинична Гусева, ведущий н.с., доктор ф.-м.н., профессор, лауреат Гос. премии СССР, лауреат премии им. И.В. Курчатова, заслуженный ветеран ИАЭ, ветеран атомной энергетики и промышленности, изобретатель СССР



Леон Сергеевич Данелян, старший н.с., кандидат ф.-м.н., лауреат премии им. И.В. Курчатова, ветеран атомной энергетики и промышленности



Нина Петровна Апалина, ведущий инженер, лауреат премии им. И.В. Курчатова, ветеран атомной энергетики и промышленности



Анжелика Николаевна Мансурова, старший н.с., кандидат ф.-м.н., лауреат премии им. И.В. Курчатова, ветеран атомной энергетики и промышленности



Лев Иванович Иванов, Ирина Валерьевна Боровицкая, н.с., специалист в области металлургии, доктор ф.-м.н., лауреат Государственной премии СССР, заслуженный деятель науки РФ

Анатолий Иванович Дедюрин, старший н.с., кандидат т.н., специалист в области радиационного материаловедения

Геннадий Германович Бондаренко, зам. директора, профессор, доктор ф.-м.н., заслуженный деятель науки РФ

плазме. В связи с этим необходимо провести исследования для выяснения диапазона температур, в котором имеет место этот эффект. Известно, что в ряде работ этот эффект наблюдали независимо от температуры облучения [16—17].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате экспозиции сплава ванадия V—3,49Ga в водородной плазме при температуре 450 °C до дозы $1,2 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$ наблюдается повышение микротвердости с облучаемой и необлучаемой стороны мишени толщиной 0,07 см. Аналогичный эффект имеет место при бомбардировке сплава ионами водорода с энергией 6 кэВ дозой 10^{23} м^{-2} .

Как при экспозиции сплава в водородной плазме, так и при облучении ионами H^+ с энергией 6 кэВ водород проникает на необлучаемые стороны мишеней. Профили распределения водорода с облучаемых и противоположных сторон идентичны.

Анализ экспериментов свидетельствует о наличии эффекта дальнего действия для атомов водорода в сплаве ванадия V—3,49Ga.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Ivanov L.I., Platov Yu.M., Dediurin A.I. et al.** — J. Nucl. Mat., 1996, vol. 233—237, p. 395—397.
2. **Dediurin A.I., Platov Yu.M., Zakharova M.I. et al.** — J. Nucl. Mat., 1998, vol. 258—263, p. 1409—1413.
3. **Иванов Л.И., Петров В.С., Дедюрин А.И. и др.** — Перспективные материалы, 2000, № 2, с. 37—39.
4. **Масляев С.А., Пименов В.Н., Платов Ю.М. и др.** — Перспективные материалы, 1998, № 3, с. 39—46.
5. **Апарина Н.П., Боровицкая И.В., Васильев В.И. и др.** — Перспективные материалы 2003, № 4, с. 55—61.
6. **Васильев В.И., Гусева М.И., Мансурова А.Н. и др.** — Металлы, 1997, № 6, с. 104.
7. **Гусев В.М., Нафтулин С.М., Проничев А.М.** — ПТЭ, 1969, т. 4, с. 19.
8. **Eckstein W., Garefa-Rosalese, Roth J., Offenberger W.** — Sputtering Data, IPP9/82. Max-Planck Inst. Plasma Physik 8046, Munchen, 1993. 394 p.
9. **Tetelbaum D.I., Kurilchik E.V., Latisbeva N.D.** — Nucl. Phys. Res., 1997, B127/128, p. 153—156.
10. **Kurilchik E.V., Pavlov P.V., Pavlov A.P., Tetelbaum D.I.** — Surf. Phys. Chem. Mech., 1992, vol. 4, p. 102—105.
11. **Буренков А.Ф., Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А.** Препринт ИАЭ-3332/11. — М., 1980. 83 с.

12. Pospel V., Raab R., Volk J. et al. — J. of the Less-Common Metals, 1984, vol. 101, p. 343—362.
13. Агеев В.Н., Бекман И.Н., Бурмистрова О.П. и др. Взаимодействие водорода с металлами. — М.: Наука, 1987. 296 с.
14. Гусева М.И., Виноградова Н.К., Лемке Н.Г. и др. Препринт ИАЭ. — М., 1982.
15. Мартыненко Ю.В., Московкин П.Г. — В сб.: Материалы 14-й Междунар. конф. «Взаимодействие ионов с поверхностью» (ВИП-14). Звенигород, Москва, 1999, т. 2, с. 57—60.
16. Sharkeev Yu.P., Kozlov E.V., Didenko A.N. et al. — Surf and Coatings Technol., 1996, vol. 83, p. 15—21.
17. Тетельбаум Д.И., Баянкин В.Я. — Природа. Сер. Физика, 2005, № 4, с. 9—17.

Статья поступила в редакцию 31 января 2006 г.
Вопросы атомной науки и техники.
Сер. Термоядерный синтез, 2006, вып. 2, с. 62—69.

УДК 539.128.3 + 550.35 + 577.464

ТРИТИЙ И РАДОН В РАЙОНАХ ЦЕПОЧЕК КАРСТОВЫХ ПЕЩЕР

Г.В. Фомин (ГНЦ Институт биофизики)

Строительство термоядерного реактора ИТЭР намечено в районе цепочек карстовых пещер. Цель работы — выявление природных аномалий трития и радона в таких районах, определение их радиационной опасности для населения. Тритиевая и радоновая аномалии связаны с особенностями геологического строения местности, в частности, с карстовым подземным водотоком. Представлены предварительные данные по определению опасности природных аномалий трития и радона для населения.

TRITIUM AND RADON AT THE DISTRICTS OF THE KARST CAVES CLAINS. G.V. FOMIN. Building of thermonuclear reactor named ITER is planning in the karst caves clains districts. The purpose of this work is an exposure of natural anomaly of tritium and radon, determination of their radiation danger to the population in that districts. Tritium and radon's anomalys are connected with geological features of the landscape's structure, in particular with karst underground water channel. Prior facts of the determination danger to anomaly of tritium and radon are showed.

ВВЕДЕНИЕ

Цель работы — выявление природных аномалий трития и радона, определение их радиационной опасности для населения и выявление доли воздействия природных радиационных источников в отличие от техногенных. Результаты этой работы могут быть полезны для размещения, например, ядерных и термоядерных установок. Если доза на население от воздействия природных источников радона и трития окажется существенной, тогда в этом случае строительство ядерных и термоядерных объектов в таких местах должно быть отклонено.

Известно, что строительство термоядерного реактора ИТЭР намечено в районе г. Кадараш (Франция), провинция Прованс, севернее Марселя. Цепочки карстовых