

**ВНЕДРЕНИЕ ВОДОРОДА В ТИТАН ПЛАЗМЕННЫМИ МЕТОДАМИ**

Е.Д. Даулетханов, Чжань Тяньюань

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Н.Н. Никитенков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: [erhat92@mail.ru](mailto:erhat92@mail.ru)

**INTRODUCING OF HYDROGEN INTO TITANIUM BY PLASMA METHODS**

E.D. Dauletkhanov, Zhang Tianyuan

Scientific Supervisor: Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math) N.N. NIKITENKOV

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: [erhat92@mail.ru](mailto:erhat92@mail.ru)

***Abstract.** In the present work, the mechanisms of interaction of hydrogen with titanium during the introduction of hydrogen by plasma methods were investigated. Hydrogen was introduced from the hydrogen plasma of a high-frequency discharge (HFD) and was implanted from gas-discharge plasma on the basis of a "PINK" source. Implantation results in significant hydrogen enrichment of the near-surface layer to a depth of 0.6  $\mu\text{m}$ . Implantation does not lead to significant change in the crystalline parameters and the creation of hydride phases. The obtained results suggest the following features of the hydrogen introduction. When irradiated with low energy  $H^+$  ions from the "PINK" source, most of it is reflected from the surface and does not pass into the volume.  $H^+$  ions of the HFD plasma interact with the sample surface with thermal energies, and hydrogen is captured by surface defects with subsequent diffusion to volume defects.*

**Введение.** Модификация металлов внедрением водорода важна в материаловедении с точки зрения исследования механизмов водородного охрупчивания материалов и покрытий. В российской и зарубежной литературе имеется много работ [1–3], посвященных исследованиям накопления водорода в титановых сплавах при наводороживании из газовой среды и из электролитов. При этом работ, посвященных внедрению водорода в титан из плазмы, крайне мало. Однако такие работы являются крайне актуальными для понимания механизмов взаимодействия водорода с материалами при различных способах внедрения водорода. Целью данной работы является исследование механизмов накопления водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов низкой энергии и, для сравнения, из водородной плазмы высокочастотного разряда.

**Материалы и методы исследования.** Для исследования были подготовлены образцы титана марки ВТ1-0 с размерами 20×20×1 мм. Поверхность образцов титана до облучения водородом были механически отшлифованы и отполированы для удаления приповерхностных окисных пленок.

В настоящей работе водород внедрялся из 2-х видов плазмы: 1) водородной плазмы высокочастотного разряда [4], при этом насыщаемый образец был «подвешен» (не заземлен и не подано напряжение) в генераторе плазмы; 2) газоразрядной плазмы на основе источника PINK [5] на установке [6], при этом ионы водорода извлекались из плазмы и ускорялись, а затем ионный пучок фокусировался в эквипотенциальном пространстве дрейфа плазменно – иммерсионной системы находящейся под

импульсно периодическим потенциалом смещения с амплитудой 0.9–1.2 кВ, для многократного увеличения плотности тока.

После облучения и насыщения ВЧР плазмы были проведены измерения концентрации водорода при помощи анализатора водорода RHEN602 фирмы LECO [7]. Профили распределения водорода получены на спектрометре плазмы тлеющего заряда [8] GD-Profilер 2 фирмы Horiba. Исследование фазового состава и структурных параметров образцов после облучения проводилось на дифрактометре XRD-7000S с использованием рентгеновской линии излучения CuK $\alpha$ . Полученные спектры рентгеновской дифракции обрабатывались с помощью программного обеспечения POWDER CELL 2.4 [9]. Спектры термостимулированного газовыделения водорода из образцов были получены на установке для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовыделения (НИ ТПУ) [10].

**Результаты и их обсуждение.** На рисунке 1 представлены спектры термостимулированного газовыделения водорода (ТСГВ) H<sub>2</sub> из образцов титанового сплава VT1-0 насыщенных двумя методами: облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из водородной плазмы при разных параметрах внедрения (1 – Ti<sub>1</sub>, 2 – Ti<sub>2</sub>) (Ti<sub>1</sub>: плотность тока – 0.11 А/см<sup>2</sup>, доза – 7.4·10<sup>20</sup> ион/см<sup>2</sup>, температура образца – 360 °С и Ti<sub>2</sub>: плотность тока – 0.17 А/см<sup>2</sup>, доза – 1.1·10<sup>21</sup> ион/см<sup>2</sup>, температура образца – 390 °С). Из плазмы ВЧР (кривая 3): давление в плазменном реакторе ~ 10<sup>-1</sup> мм.рт.ст., температура образца – 400 °С, время насыщения – 95 мин.

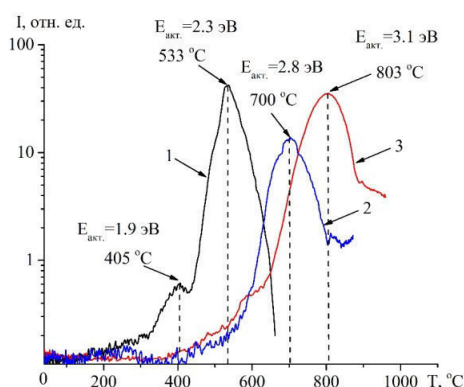


Рис 1. Спектры ТСГВ H<sub>2</sub> из образцов титанового сплава VT1-0 насыщенных с разными методами: 1, 2 – образцы Ti<sub>1</sub>, Ti<sub>2</sub> после облучения ионами водорода из PINK - плазмы; 3 – из плазмы ВЧ-разряда

В температурном спектре водорода из образца Ti<sub>1</sub> (рис.1, кривая 1) наблюдается два пика, один низко интенсивный, соответствующий температуре 405 °С и один высоко интенсивный при температуре пика 533 °С. Что соответствует энергии активации десорбции 1.9 эВ и 2.3 эВ. Это указывает на то, что в этих образцах при облучении формируются, как минимум 2 типа водородных ловушек. При десорбции водорода из образца Ti<sub>2</sub> наблюдается пик, который соответствует температуре 700 °С, при энергии активации 2.8 эВ. Столь разное поведение спектров 1, 2 обусловлено более высокой внедренной дозой и температурой облучения. Отличие поведения кривой 3 от 1 и 2, объясняется, по-видимому, механизмами внедрения водорода, состоящими в следующем. При облучении низкоэнергетичными ионами водорода, большая часть отражается от поверхности и в объем не проходит. Ионы H<sup>+</sup> плазмы ВЧР взаимодействуют с поверхностью образца с тепловыми энергиями, и водород захватывается дефектами

поверхности с последующей диффузией на дефекты объёма. Существенные различия в спектрах ТСГВ объясняются образованием различного типа ловушек при существенно разных параметрах облучения и насыщения из плазмы ВЧР. Предполагается что при 405–533 °С – водород захвачен на поверхностные дефекты, 700 °С – объёмные вакансии, 803 °С междоузлия и вакансионные кластеры.

**Выводы.** Имплантация приводит к значительному обогащению водородом приповерхностного слоя до глубины 0.6 мкм. Имплантация не приводит к значительному изменению кристаллических параметров и созданию гидридных фаз (в пределах чувствительности дифрактометра). Типы водородных ловушек (и их распределение по глубине), создаваемых при имплантации сильно зависят от режима имплантации. Плазма ВЧР «омывает» при тепловых энергиях поверхность образца и водород захватывается дефектами поверхности с последующей диффузией на дефекты объёма.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кудияров В.Н., Лидер А.М., Пушилина Н.С., Тимченко Н.А. Особенности накопления и распределения водорода при насыщении титанового сплава ВТ1-0 электролитическим методом и из газовой среды // Техническая физика. - 2014. - №9.
2. Бурнышев И. Н., Калюжный Д. Г. О катодном наводороживании титана / Химическая физика и мезоскопия, Т. 16, № 2, С. 250-256, 2014.
3. Методы исследования систем металл-водород: учебное пособие / Ю.П. Черданцев, И.П. Чернов, Ю. И. Тюрин. – Томск: Изд-во ТПУ, 2008. – 286 с.
4. Сыпченко В. С. Взаимодействие водорода с тонкой плёнкой Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на нанокристаллическом титане: диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук: спец. 01.04.07/В. С. Сыпченко; Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ); науч. рук. Н. Н. Никитенков. – Томск, 2016.
5. Н.Н. Коваль, П.М. Щанин // [http://ipms.bsnet.ru/conferenc/krnd\\_sem/doc-2/Kovalj.pdf](http://ipms.bsnet.ru/conferenc/krnd_sem/doc-2/Kovalj.pdf).
6. Ryabchikov A.I., Sivin D.O. Investigation of behaviour of the vacuum arc microdroplets near and on the surface of the potential electrode during short-pulsed high-frequency plasma-immersion ion implantation // Известия высших учебных заведений. Физика. - 2012. - №12. - С. 76-83.
7. Кудияров В.Н. Изучение влияния ионизирующего излучения на перераспределение водорода в титановом сплаве ВТ1-0: диссертация на соискание квалификации магистра / В.Н. Кудияров; Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ); науч. рук. Лидер А. М./ – Томск, 2013.
8. Нехин М., Кузнецов А., Шапон П. Спектрометр тлеющего разряда Profiler-2 –мощный аналитический инструмент послойного анализа материалов // Аналитика. – 2012. – Т. 5. – №. 4. – С. 34-43.
9. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ //М.: МИСиС, 1994, 328с. – 1994.
10. Никитенков Н.Н., Хоружий В.Д. Исследование выхода изотопов водорода методами термогазовыделения: методические указания к лабораторным работам / Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2007. – 49 с.