

**ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

13-88-586

**В.М.Быстрицкий, Б.М.Вошедченко, В.Б.Грановский¹,
В.П.Джелепов, А.П.Захаров², В.Г.Зинов,
А.И.Канаев², Е.В.Князев, В.А.Куц¹,
Е.В.Мелешко, Ю.П.Мельник¹, В.А.Столупин,
В.М.Шарапов²**

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ
АЛИТИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ
НА ПРОНИКНОВЕНИЕ ВОДОРОДА
ЧЕРЕЗ СТЕНКУ МИШЕНИ
ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ И ДАВЛЕНИЯХ**

Направлено в журнал "Атомная энергия"

¹ ИИФМ АН УССР, Киев

² ИФХ АН СССР, Москва

1988

Проведенные ранее исследования^{1/} показали, что сплав ЭИ698 можно использовать для изготовления газонаполненных мишеней, необходимых при проведении экспериментов по изучению явления мю-катализа реакций ядерного синтеза в водороде при высоких температурах / ~1000 К/ и высоких давлениях / ~100 МПа/^{2/}. Однако проникновение водорода при таких высоких температурах приводит к значительному уменьшению количества газа, заключенного в мишени /при температуре 1023 К потери могут достигать 5% в час/, что существенно снижает длительность экспозиции мишени с ограниченным количеством газа в ней. Поэтому для увеличения длительности экспозиции мишени при высоких температурах необходимо уменьшить проникновение водорода через стенку мишени, что особенно важно при работе с радиоактивным изотопом водорода - тритием.

Одним из возможных способов уменьшения проникновения водорода является нанесение на поверхность мишени защитных покрытий, препятствующих растворению водорода в стенке мишени. Такие покрытия должны быть технологичными и сохранять высокую чистоту водорода /суммарное количество примесей не должно быть более 10^{-6} об. ч./.. Известно, что для уменьшения проникновения водорода через металлическую стенку применяют алитирование металла. Технология изготовления этих покрытий позволяет нанести их на поверхность мишени. Однако по имеющимся у нас данным, не изучено влияние этих покрытий на проникновение водорода при давлении ~100 МПа и температуре ~1000 К.

Цель настоящей работы - исследование проникновения водорода при высоких давлениях и высоких температурах через стенку сосуда с алитированной поверхностью. Исследования проводились на экспериментальной установке, описание которой дано в работе^{1/}.

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ЯЧЕЙКА

Конструкция измерительной ячейки приведена на рис. 1. Водород из мембранного компрессора высокого давления через вымораживающую ловушку с жидким азотом поступал в измерительную ячейку. Образец 2 изготовлен из сплава ЭИ698 в виде полого цилиндра с внутренним диаметром 3,3 мм и с наружным диаметром

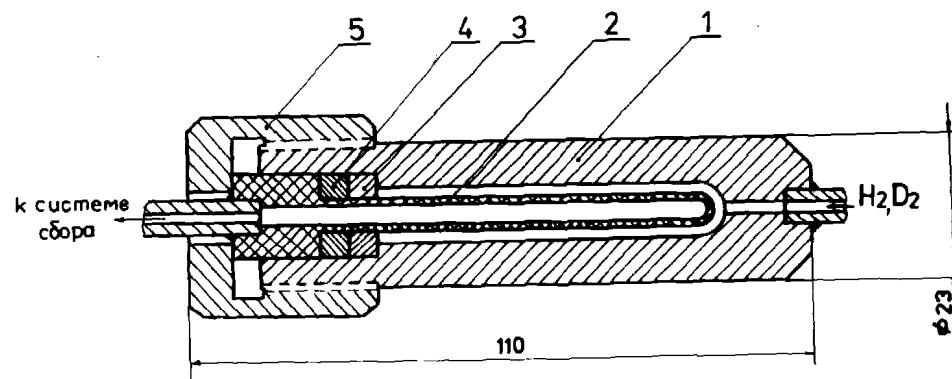


Рис. 1. Измерительная ячейка. 1 - корпус, 2 - образец, 3 - упорное кольцо, 4 - медная прокладка, 5 - накидная гайка.

6,6 мм. Согласно расчетам на прочность, образец способен выдерживать наружное давление газа, равное 150 МПа при температуре 1050 К / расчет проводился для работы в инертной среде/. Продиффундировавший через стенку образца водород поступал в систему сбора газа. Скорость изменения давления газа в системе определялась с помощью масляного U-образного манометра и квадрупольного масс-спектрометра. Все коммуникации были выполнены из нержавеющей стали, герметичность системы определялась с помощью гелиевого течеискателя ПТИ-7А. Измерительная ячейка располагалась внутри электрического нагревателя, градиент температуры по длине образца не превышал 5° С.

ТЕХНОЛОГИЯ НАНЕСЕНИЯ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ. ПАРАМЕТРЫ

Защитное покрытие наносилось на наружную поверхность исследуемого образца. Алитирование образцов проводили в порошковой смеси, содержащей 98% FeAl + 2% Ni_4C_2 , в селитровой печи 1-40 в специальном контейнере при температуре 900° С в течение 4 ч с последующим отжигом в открытой печи /в окислительной атмосфере/ при температуре 950° С 1 ч.

По данным металлографического анализа толщина полученного слоя для всех образцов составляла $20 \pm 2,5$ мкм /рис. 2/. Микротвердость покрытий 360 ± 5 кг/мм².

Структура поверхности алитированного слоя соответствует соединению NiAl. Концентрация Al в слое уменьшается от 45%

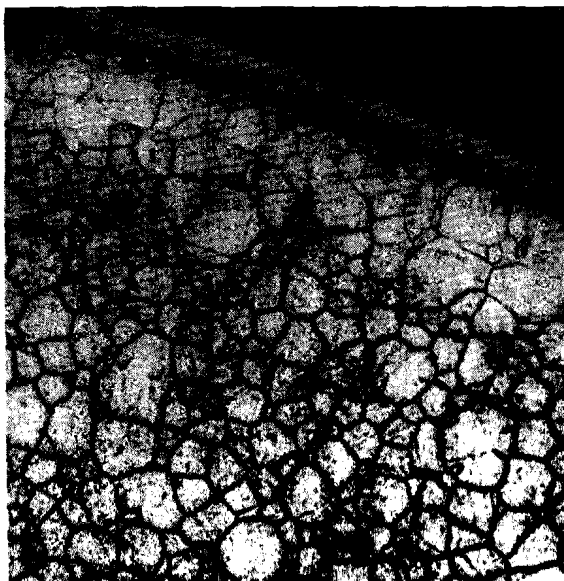


Рис. 2. Структура анодированного слоя на сплаве ЭИ698 /x170/.

÷ 47 масс. % вблизи поверхности до, практически, нулевой на границе покрытие - матрица.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводились в диапазоне температур от 723 К до 1023 К при давлениях водорода внутри образца, равных 49 МПа и 98 МПа. Каждая из-

мерительная ячейка перед измерением подвергалась тренировке при температуре 1050 К в течение ~ 1 ч для уменьшения газовой депонии с поверхности образца и соединительных коммуникаций со стороны высокого давления до уровня $\sim 10^{-10}$ кмоль \cdot с $^{-1}$, а с внутренней поверхности образца до уровня менее 10^{-10} кмоль \cdot м 2 с $^{-1}$. Обезгаженная таким образом ячейка охлаждалась до температуры 723 К и заполнялась чистым водородом до необходимого давления /49 МПа или 98 МПа/. Измерения проводились при повышении температуры от 723 К до 1023 К с шагом 50 К. После установления требуемой температуры измерительная ячейка выдерживалась ~ 3 ч до достижения установившегося потока водорода, продиффундировавшего через стенку образца. Время измерения в каждой температурной точке - 10 ч.

На рис. 3 приведены результаты измерений проникновения водорода через стенки образцов в исследуемом диапазоне температур при давлениях 49 МПа и 98 МПа. Для сравнения на рисунке приведены температурные зависимости потока водорода через стенку образца без покрытий при давлениях 49 МПа и 98 МПа. Видно, что анодирование наружной поверхности образца позволило уменьшить проникновение водорода в ~ 30 раз. Однако при температуре 1023 К и давлении водорода 98 МПа после ~ 3 ч наблюдался медленный рост потока водорода в течение всего времени экспозиции / ~ 100 ч / со скоростью 0,3% в час.

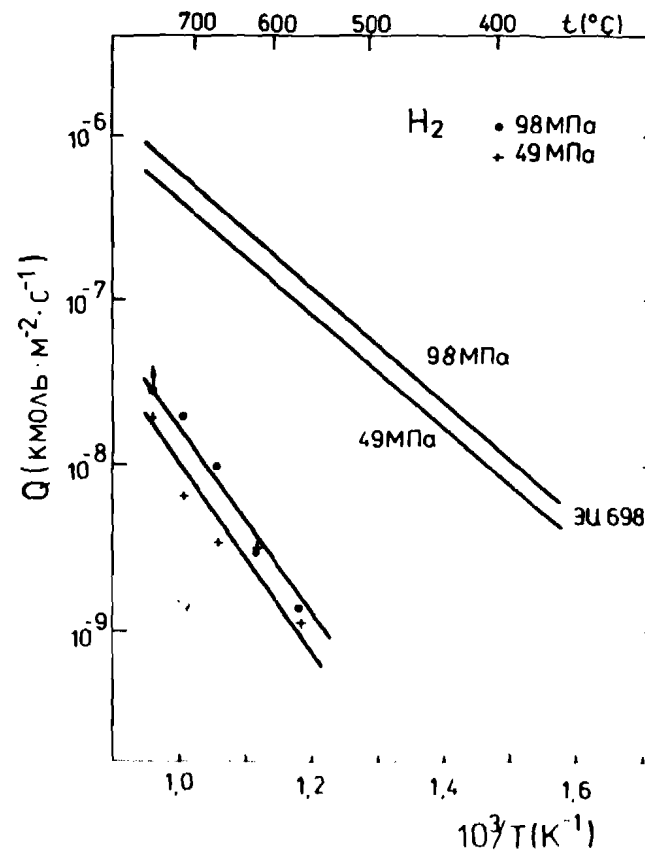


Рис. 3. Зависимости потока водорода от температуры образца при давлениях газа и измерительной ячейке 49 МПа и 98 МПа /для образцов с анодированной поверхностью и без анодирования/.

Причина этого увеличения потока водорода нам пока не ясна. На образцах после испытаний сохранился анодированный слой, причем без изменения его толщины и фазового состава. Изменения распределения концентрации A^{β} по сечению слоя также не наблюдаются.

Окончательно вопрос об использовании анодирования поверхности газонаполненной мишени для уменьшения проникновения водорода через стенки мишени может быть решен после проверки стойкости покрытия в течение времени, необходимого для проведения экспериментов / ~ 1000 ч /, и проверки чистоты водорода.

длительное время находившегося при высокой температуре в сосуде с алитированной поверхностью.

Авторы выражают благодарность А.П.Архипову, Б.М.Кулагину, Д.Г.Меркулову, Ш.Г.Шамсутдинову за помощь в проведении измерений и В.Н.Антонову за подготовку образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Быстрицкий В.М. и др. Препринт ОИЯИ, Р13-86-161, Дубна, 1986.
2. Быстрицкий В.М. и др. - ЖЭТФ, 1981, 80, с.1700.

Рукопись поступила в издательский отдел
1 августа 1988 года.

Быстрицкий В.М. и др.

13-88-586

Исследование влияния алитирования поверхности на проникновение водорода через стенку мишени при высоких температурах и давлениях

Алитирование поверхности стенки сосуда, изготовленного из сплава ЭИ698 позволило уменьшить в 30 раз проникновение водорода при температуре 1023 К и давлении 98 МПа.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1988

Перевод авторов

Bystrytsky V.M. et al.

13-88-586

The Study of the Effect of Surface Aluminizing on Hydrogen Penetration through Target Wall at High Pressures and Temperatures

Aluminizing of the wall surface of a vessel made of the alloy EI 698 allowed a 30-fold reduction of the hydrogen penetration through the target wall at the 1023 K temperature and 98 MPa pressure.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Problems, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1988