06

Диэлектрические потери в насыщенном водородом титане BT1-0 при распространении в нем вихревых токов

© Ш. Сюй, В.В. Ларионов, А.М. Лидер

Томский политехнический университет, 634050 Томск, Россия e-mail: lvv@tpu.ru

Поступило в Редакцию 9 апреля 2018 г. В окончательной редакции 3 июля 2019 г. Принято к публикации 3 июля 2019 г.

Исследованы диэлектрические потери tg δ в насыщенном водородом титане в интервале концентрации водорода в титане BT1-0 от 190 до 2900 ppm в диапазоне частот вихревых токов 200–1000 kHz. Зависимость tg δ от частоты имеет два хорошо выраженных пика, что свидетельствует о неравномерном распределении водорода в титане по глубине образца. Предполагается, что данным методом можно определять концентрацию водорода в насыщенном водородом металле BT1-0.

Ключевые слова: водород, титан, вихревые токи, диэлектрические потери.

DOI: 10.21883/JTF.2020.01.48668.143-18

Введение

Диэлектрические свойства различных веществ и материалов, таких как диэлектрики, полупроводники, плазма и др., являются важными [1-3] и анализируются путем введения понятия тангенса угла диэлектрических потерь. В настоящей работе эта величина использована для анализа насыщенного водородом технического титана ВТ1-0 [2,3]. Исследование этой величины позволяет с высокой чувствительностью измерять распределение водорода в образце титана в зависимости от глубины. Известно, что диэлектрические потери в исследуемом материале связаны с особенностями его структуры. В веществах с плотной упаковкой атомов в присутствии примесей, дефектов, дислокаций, искажающих решетку, диэлектрические потери возрастают. Обычно потери связывают с явлением поляризации (первый вид) и изменением электропроводности (второй вид). На это указывают измерения электропроводности в работе [3]. При этом, как показывает экспериментальные данные, примеси даже в малом количестве резко увеличивают диэлектрические потери. Так, в диапазоне частот от 10 до 10⁴ Hz тангенс угла диэлектрических потерь во многих веществах изменяется на три порядка [3]. Наблюдаются потери, возрастающие с увеличением частоты, и потери, заметно возрастающие с увеличением температуры. В любом случае tg δ изменяется с изменением частоты приложенного к образцу внешнего силового поля. Такая зависимость в литературных источниках приписывается дипольному характеру структуры материала. Потери первого вида объясняются релаксационной поляризацией. Они, например, сильно выражены в веществах с ионной структурой. Чистые вещества обладают небольшими релаксационными потерями. Введение примесей может привести к возрастанию диэлектрических потерь вследствие нарушения структуры, например, титанового сплава. Причины большого различия в диэлектрических потерях объясняются тем, что электронная поляризация в диэлектриках устанавливается за различные времена. Коэффициент потерь меняется с изменением частоты, содержания примесей, температуры и влажности. Содержание добавок, например, в композиционных материалах, также сопровождается изменением значений tg б. Как правило, потери имеют максимум при одной или нескольких частотах в зависимости от типа молекул [2,3]. Положение максимумов характеризуется собственными частотами установления поляризации. Они могут быть связаны с поворотом полярных молекул в жидком диэлектрике или с поворотом домена в сегнетоэлектрике. Частотная зависимость потерь является характеристикой материала и определяется для каждого материала не только свойствами его молекул, но и наличием и составом примесей. Целью настоящей работы является исследование возможности применения обсуждаемого метода для анализа содержания водорода в гидрированных металлах на примере титана.

Материалы и методы

Для исследования использован технический чистый титан VT1-0. Состав титанового сплава [wt.%]: 0.18 Fe, 0.1 Si, 0.07 C, 0.12 O, 0.01 H, 0.04 N. Образцы изготавливали из сплава BT1-0 различной толщины от 1 до 10 mm методом электроискровой резки. Насыщение водородом осуществлялось по методу Сивертса из газовой фазы при температуре 600° и давлении 2 atm аналогично [4,5]. Содержание водорода в образцах определяли на анализаторе RHEN 602 фирмы LECO. Измерение активной и реактивной составляющей вихревого тока в насыщенных водородом образцах проводили на магнитном спектраль-



Рис. 1. Образец титана ВТ1-0 до (*a*) и после насыщения водородом (*b*) (металлография Х 1000). Стрелками показано направление положения датчика магнитного спектрального анализатора.

ном анализаторе ZMA-II (Германия) [5]. Дополнительно образцы исследовали с помощью оптического Olympus GX-71 и сканирующего микроскопов (микроскоп Philips SEM 515).

Результаты и обсуждение

Насыщение металлов водородом и в частности титана ВТ1-0 приводит к изменению структуры металла, образованию дефектов, зерен разных размеров и ориентации [6–8]. На рис. 1 приведены изображения структуры титана, полученные до и после наводороживания. Микроструктурные исследования боковой грани образцов ВТ1-0, подвергнутых насыщению водородом, показывают, что увеличение содержания водорода до 165 ppm не приводит к формированию гидридной фазы. При увеличении концентрации водорода выше 600 ppm в объеме образцов наблюдается выделение пластинчатого гидрида титана [8]. Так как вихревые токи на разных частотах проникают на различную глубину, то соответственно концентрация водорода должна существенно влиять на величину диэлектрических потерь вихревых токов.

Для исследованных концентраций водорода в титане характерны две ветви для зависимости tg δ — возрастающая и ниспадающая (рис. 2), и два пика (рис. 3). Если на частоте 250 kHz наибольший максимум наблюдается при концентрации 1760 ppm, то на частоте 550 kHz максимум соответствует концентрации 190 ppm. Возможно, это вызвано тем, что глубина проникновения вихревых токов на частоте 250 kHz примерно в 1.4 раза больше, чем при 550 kHz. Количество дефектов, вызванных насыщением титана водородом, соответственно возрастает. С другой стороны, это может быть связано с образованием гидридов титана TiH_x при концентрации



Рис. 2. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь для насыщенного водородом титана от частоты вихревого тока: *1* — 380, *2* — 930, *3* — 690 ррт, *4* — технический титан (не содержит водород).

 $C_{\rm H} = 1760 \, {\rm ppm}$ или с изменением размеров зерен и их ориентации.

Именно поэтому следует изменять угловое положение датчика на поверхности исследуемого образца. Различие в составе, как отмечено в [9,10], соответствует различной степени поляризации исследуемой среды. Это также является возможным объяснением полученных зависимостей. При частотах больше 600 kHz различие в диэлектрических потерях теряется, так как в приповерхностном слое состав и структура образца, скорее всего, определяются слоем окисла титана. Значение tg δ возрастает при увеличении частоты вихревого тока.



Рис. 3. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь для насыщенного водородом титана ВТ1-0 от частоты вихревого тока: *I* — 190, *2* — 1200, *3* — 1760, *4* — 2900 ррт, *5* — технический титан (не содержит водород).



Рис. 4. Зависимость изменения тангенса угла диэлектрических потерь для насыщенного водородом титана BT1-0 от частоты вихревого тока.

На рис. 2 эта частота составляет около 400 kHz, на рис. 7 — 350 kHz. Подчеркнем, что тангенс угла диэлектрических потерь образца титана без водорода не содержит пиковых значений. Именно содержание водорода как "примеси" в исследуемом образце влияет на значение потерь [11–13]. Подчеркнем, что для образцов с различным содержанием водорода изменяется не только пиковое положение значений диэлектрических потерь, но и величина максимума пика.

Наконец, когда частота велика, то, по-видимому, диэлектрическая проницаемость определяется только смещением поляризации и tg $\delta \rightarrow 0$. Зависимость разности логарифмов тангенса угла диэлектрических потерь для разных концентраций водорода $C_{\rm H}$ в титане BT1-0 от частоты вихревого тока представляет прямую (рис. 4). Пример дан для образцов, концентрация водорода в которых изменяется от 1200 до 2900 ppm. Следовательно, величина $\Delta tg(\delta)$ диэлектрических потерь может быть полезна для оперативного анализа свойств титана насыщенного водородом.

Заключение

Исследованы диэлектрические потери для титана ВТ1-0 при изменении концентрации водорода в нем от 1200 до 2900 ррт методом вихревых токов. В диапазоне частот 250 и 550 kHz зарегистрированы два пика зависимости tg δ от частоты, причем для различных концентраций водорода. Отмечается инверсия пиковых значений диэлектрических потерь на данных частотах для разных концентраций водорода в титане. В диапазоне частот 400-650 kHz величина $\Delta tg(\delta)$ диэлектрических потерь линейно зависит от частоты. Это позволяет использовать данную зависимость для оперативного определения содержания водорода в титане. Полученные экспериментальные результаты показывают, что диэлектрические потери в титане существенно зависят от структуры и внутренних связей, образующихся при его насыщении водородом.

Финансирование работы

Исследование финансируется за счет гранта Программы повышения конкурентоспособности Томского политехнического университета.

Конфликт нтересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Liang Z., Shuo C., Shuai Y., Dongrui W., Peng-Hao H., Zhi-Min D. // Appl. Phys. Lett. 2014. Vol. 105. P. 1–4.
- [2] Robert C.P., Stuart J.P., Xiaoru W., Ian M.R., Neil McN. Alford // J. Europ. Ceramic Society. 2009. Vol. 29. N 3. P. 419–424.
- [3] Калыгина В.М., Зарубин А.Н., Новиков В.А., Петрова Ю.С., Скакунов М.С., Толбанов О.П., Тяжев А.В., Яскевич Т.М. // ФТП. 2010. Т. 44. Вып. 9. С. 1266–1273.
- [4] Larionov V.V., Shupeng Xu, Syrtanov M.S. // AIP Conf. Proceed. 2016. Vol. 1772. P. 040005. https://doi.org/10.1063/1.4964564
- [5] Сюй Ш., Ларионов В.В. // Сб. научных трудов XIV Междунар. конф. Томск, 2017. Т. 1. С. 336–338.
- [6] Evard E.A., Gabis I.E., Voyt A.P. // J. Alloys Compounds. 2005. Vol. 404-4-6. P. 335–338.
- [7] Panin A.V. // Appl. Surf. Sci. 2013. Vol. 284. P. 750-756.
- [8] Панин А.В., Панин В.Е., Почивалов Ю.И., Клименов В.А., Чернов И.П., Валиев Р.З., Казаченок М.С., Сон А.А. // Физическая мезомеханика. 2002. Т. 5. № 4. С. 73–84.

Журнал технической физики, 2020, том 90, вып. 1

- [9] Wypych A., Bobowska I., Tracz M., Opasinska A., Kadlubowski S., Krzywania-Kaliszewska A., Grobelny J., Wojciechowski P. // J. Nanomater. 2014. Article ID 124814. doi.10.115/2014/124814
- [10] Yu S., Yang S., Penghao H., Yuanhua L., Ming L., Nan C.W. // Appl. Phys. Lett. 2012. Vol. 101. P. 1–4.
- [11] Fares S. // Natural Sci. 2011. Vol. 3. N 12. P. 1034-1039.
- [12] Obrzut J., Anopchenko A., Kano K., Wang H. // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 2004. Vol. 783. P. 1–6.
- [13] Карпов А.Г., Клемешев В.А. // ЖТФ. 2018. Т. 88. Вып. 4. С. 634–637.