

等离子体环境中金属材料的氢渗透性能 测试方法

Test method for hydrogen permeation performance of metal materials in plasma
environment

地方标准信息服务平台

2024 - 04 - 15 发布

2024 - 05 - 15 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 试样制备 2

6 设备要求 2

7 测试流程 4

 7.1 安装试样 4

 7.2 安装试样台 4

 7.3 连接线路 4

 7.4 抽真空 4

 7.5 加热除气 4

 7.6 调节试样温度 4

 7.7 开启质谱仪 4

 7.8 施加偏压 4

 7.9 充气放电 4

 7.10 等离子体参数测量 4

 7.11 氢渗透量测量 4

 7.12 关闭等离子体 5

 7.13 质谱仪标定 5

8 结果分析 5

 8.1 标定系数 5

 8.2 稳态渗透通量 5

9 测试报告 5

附录 A（资料性） 朗缪尔单探针伏安特性曲线计算等离子体参数 6

 A.1 伏安特性曲线 6

 A.2 等离子体参数计算 6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由安徽省核聚变工程技术及应用标准化技术委员会提出。

本文件由安徽省工业和信息化厅归口。

本文件起草单位：中国科学院合肥物质科学研究院等离子体物理研究所、合肥聚能电物理技术开发有限公司、合肥科聚高技术有限责任公司、安徽省质量和标准化研究院、池州市质量监督检验研究院。

本文件主要起草人：周海山、刘皓东、王露、李波、程春艳、张文秋、罗广南、李雪纯、刘才斌、陶子韩、房琳琳。

地方标准信息服务平台

等离子体环境中金属材料的氢渗透性能测试方法

1 范围

本文件给出了等离子体环境中金属材料的氢渗透性能测试的方法原理、试样制备、设备要求、测试流程、结果分析和测试报告。

本文件适用于等离子体环境中金属材料的氢渗透性能的测试，氖渗透性能的测试参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 3634.2-2011 氢气 第2部分：纯氢、高纯氢和超纯氢

GB/T 30074 用电化学技术测量金属中氢渗透（吸收和迁移）的方法

GB/T 33864-2017 质谱仪通用规范

GB/T 36176 真空技术 氦质谱真空检漏方法

JJF 1833-2020 真空氦漏孔校准规范

3 术语和定义

GB/T 30074 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

上游 upstream

试样将等离子体放电腔室和氢渗透管路隔开，试样面向等离子体的一侧。

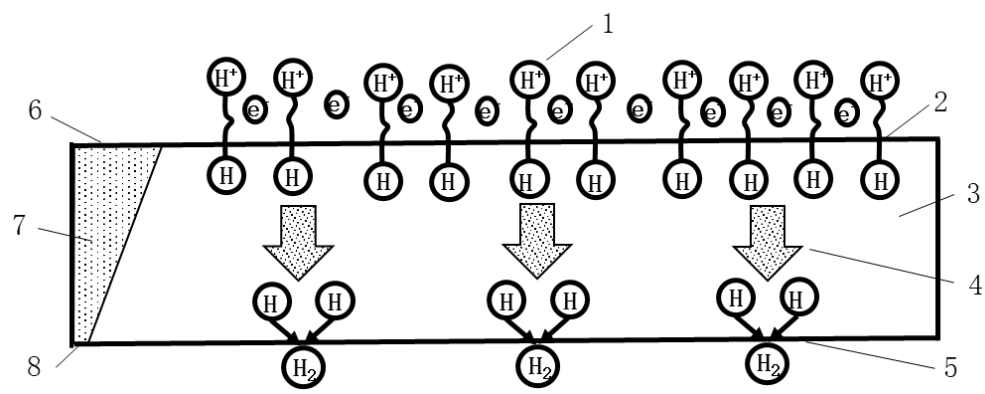
3.2

下游 downstream

试样将等离子体放电腔室和氢渗透管路隔开，试样背向等离子体的一侧。

4 方法原理

等离子体中具有一定能量的氢离子轰击试样前表面进入试样内部，在浓度梯度驱动下氢原子向材料内部扩散，在试样后表面结合为氢气分子。依据等离子体鞘层理论，采用朗缪尔单探针通过测量伏安特性曲线计算氢离子通量。依据氢的一维扩散理论和菲克第一定律，采用质谱法和标准漏孔法，定量测量氢的稳态渗透通量，测量原理示意图如图1所示。



- 标引序号说明：
- 1——等离子体；
 - 2——氢离子注入试样上表面；
 - 3——试样；
 - 4——氢原子在试样内部扩散；
 - 5——试样下表面氢原子结合为氢气分子；
 - 6——氢高浓度表面；
 - 7——氢浓度分布；
 - 8——氢低浓度表面。

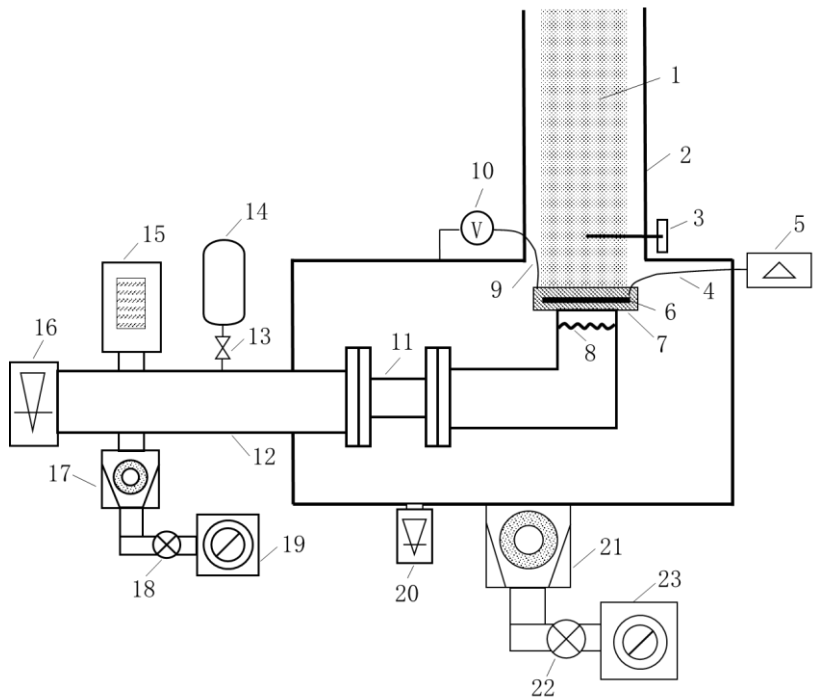
图1 测量原理示意图

5 试样制备

- 5.1 试样加工前，记录试料形状，标识试样取向。
- 5.2 试样宜使用湿式砂轮或者冷却液条件下的电火花切割为圆盘状，直径不小于 20mm，直径厚度比不小于 10，试验厚度与目标厚度的偏差不得超过 5%。
- 5.3 试样上下表面抛光，表面粗糙度不大于 $1\ \mu m$ 。
- 5.4 试样分别用酒精、丙酮超声清洗，干燥后直接测试或置于真空罐中室温储存。

6 设备要求

- 6.1 宜采用微波源等可长时间稳态运行的无电极等离子体源，离子通量不低于 $1 \times 10^{19}\ \text{ions} / (\text{m}^2 \cdot \text{s})$ 。
- 6.2 等离子体放电腔室漏率应不大于 $1 \times 10^{-9}\ \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ 。
- 6.3 质谱仪性能应符合 GB/T 33864-2017 中第 5 章的要求。
- 6.4 标准漏孔应按 JJF 1833-2020 中第 7、8、9 章的要求进行校准。
- 6.5 偏压电源输出电压不低于 100 V。
- 6.6 测试装置示意图如图 2 所示。



- 标引序号说明：
- 1——等离子体；
 - 2——等离子体放电腔室；
 - 3——朗缪尔单探针；
 - 4——热电偶；
 - 5——温度记录仪；
 - 6——试样；
 - 7——试样台；
 - 8——非接触式加热器；
 - 9——偏压线；
 - 10——偏压电源；
 - 11——陶瓷绝缘子；
 - 12——渗透管路；
 - 13——真空阀；
 - 14——标准漏孔及漏瓶；
 - 15——质谱仪；
 - 16——渗透管路真空计；
 - 17——渗透管路分子泵；
 - 18——渗透管路角阀；
 - 19——渗透管路机械泵；
 - 20——等离子体放电腔室真空计；
 - 21——等离子体放电腔室分子泵；
 - 22——等离子体放电腔室角阀；
 - 23——等离子体放电腔室机械泵。

图2 测试装置示意图

7 测试流程

7.1 安装试样

通过法兰将试样密封于试样台，测量固定挡板孔径大小，计算试样有效渗透面积 A ，按GB/T 36176的规定测试渗透管路漏率，保证漏率不大于 $1 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。

7.2 安装试样台

将试样台装入等离子体放电腔室，保证试样与等离子体柱同轴。

7.3 连接线路

将偏压线、热电偶分别与偏压电源、温度记录仪连接，保证偏压线与热电偶之间连接可靠，偏压线、热电偶分别与等离子体放电腔室之间处于电绝缘状态。

7.4 抽真空

启动等离子体放电腔室机械泵和渗透管路机械泵，待真空度优于 10 Pa ，开启等离子体放电腔室分子泵和渗透管路分子泵，直至等离子体放电腔室和渗透管路真空度优于 $1.0 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 。

7.5 加热除气

开启温度记录仪，加热试样至测试温度以上 30°C ，保温 2 h 。

7.6 调节试样温度

调节非接触式加热器的功率使试样温度降至测试温度。

7.7 开启质谱仪

若采用氢等离子体，质谱仪所记录荷质比信号至少应包含2、3、18；若采用氖等离子体，质谱仪所记录荷质比信号至少应包含2、3、4、18、19、20。预热质谱仪灯丝 30 min 以上，直至所记录荷质比信号稳定。

7.8 施加偏压

根据测试需要，对试样施加负偏压 V_{bias} 。

7.9 充气放电

将满足GB/T 3634.2-2011中高纯氢要求的氢气充入等离子体放电腔室中，进行等离子体放电。

7.10 等离子体参数测量

将朗缪尔单探针头置于试样中心正前方 10 mm 位置，测量伏安特性曲线，至少重复测量5次，结束后将探针头退出等离子体。参照附录A计算悬浮电位 V_f 、电子温度 T_e 、等离子体电位 V_p 、电子密度 n_e 、离子通量 Γ 、离子入射能量 E_i 。

7.11 氢渗透量测量

若采用氢等离子体，待荷质比信号2稳定后，记录稳态渗透电流值 I_∞ ；若采用氖等离子体，待荷质比信号4稳定后，记录稳态渗透电流值 I_∞ 。

7.12 关闭等离子体

关闭等离子体电源，停止放电，停止充入放电气体。

7.13 质谱仪标定

打开标准漏孔，待质谱仪的氢或氖荷质比信号稳定后，记录气瓶气压*P*、标准漏孔漏率*S_{calib}*、稳态标定电流值*I_{calib}*，关闭标准漏孔、质谱仪。

8 结果分析

8.1 标定系数

按公式（1）计算。

$$F = \frac{S_{calib}}{I_{calib}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
F——标定系数，单位为分子数每安培秒（molecules/（A·s））；
S_{calib}——标准漏孔漏率，单位为分子数每秒（molecules/s）；
I_{calib}——稳态标定质谱仪电流，单位为安培（A）。

8.2 稳态渗透通量

按公式（2）计算。

$$J_{\infty} = 2F \cdot \frac{I_{\infty}}{A} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
J_∞——氢稳态渗透通量，单位为原子数每平方米秒（atoms/（m²·s））；
I_∞——稳态渗透时质谱仪电流值，单位为安培（A）；
A——试样有效渗透面积，单位为平方米（m²）。

9 测试报告

测试报告内容包括但不限于：

- a) 测试信息：本文件编号、测试时间、测试人员；
- b) 试样信息：试样编号、材料名称、试样尺寸；
- c) 设备信息：本底漏率、漏瓶气压、试验漏率；
- d) 等离子体参数：悬浮电位、等离子体电位、电子温度、电子密度、离子通量、施加偏压；
- e) 测试结果：标定系数、稳态渗透质谱仪电流值、稳态渗透通量。

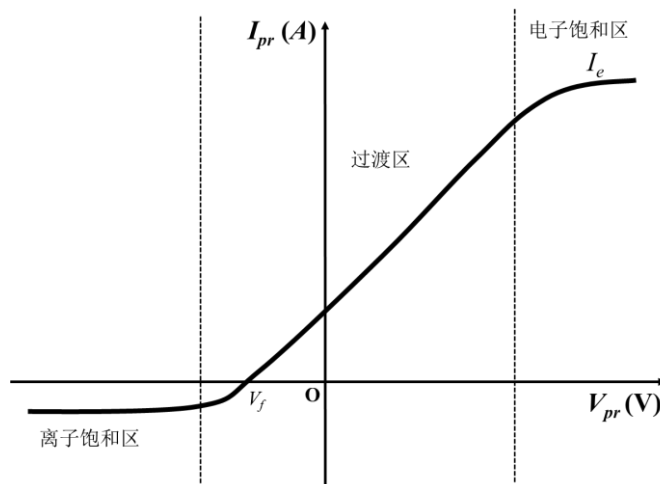
附录 A

(资料性)

朗缪尔单探针伏安特性曲线计算等离子体参数

A.1 伏安特性曲线

对朗缪尔单探针施加扫描电压获得典型伏安特性曲线如图A.1所示。



图A.1 伏安特性曲线示例

A.2 等离子体参数计算

A.2.1 悬浮电位

伏安特性曲线中电流为零的点对应的电压值即为悬浮电位 V_f 。

A.2.2 电子温度

伏安特性曲线过渡区数值取半对数，即纵坐标取对数 $\ln I_{pr}$ ，横坐标 V_{pr} 不变。 $\ln I_{pr}-V_{pr}$ 的斜率的倒数即为等离子体的电子温度 T_e 。

A.2.3 等离子体电位

对于氢、氦等离子体，其等离子体电位按公式(A.1)计算。

$$V_p = V_f + \frac{3T_e}{e} \quad (\text{A.1})$$

式中：

V_p ——等离子体电位，单位为伏特(V)；

V_f ——悬浮电位，单位为伏特(V)；

T_e ——电子温度，单位为电子伏特(eV)；

e ——电子电荷量，为 1.6×10^{-19} 库仑(C)。

A.2.4 电子密度

按公式(A.2)计算。

$$n_e = 3.7 \times 10^{15} \frac{I_e}{A_{pr} \sqrt{T_e}} \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中：
 n_e ——电子密度，单位为每立方米（ m^{-3} ）；
 I_e ——电子饱和电流，单位为安培（A）；
 A_{pr} ——朗缪尔探针收集面积，单位为平方米（ m^2 ）；
 T_e ——电子温度，单位为电子伏特（eV）。

A. 2. 5 离子通量

按公式（A. 3）计算。

$$\Gamma = 0.5 \cdot n_e \sqrt{\frac{T_e}{m}} \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中：
 Γ ——离子通量，单位为离子数每平方米秒（ions/（ $m^2 \cdot s$ ））；
 n_e ——电子密度，单位为每立方米（ m^{-3} ）；
 T_e ——电子温度，单位为电子伏特（eV）；
 m ——氢同位素原子质量，单位为千克（kg）。

A. 2. 6 离子入射能量

按公式（A. 4）计算。

$$E_i = e \left(V_p - V_{bias} \right) \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中：
 E_i ——离子入射能量，单位为电子伏特（eV）；
 e ——电子电荷量，为 1.6×10^{-19} 库仑（C）；
 V_p ——等离子体电位，单位为伏特（V）；
 V_{bias} ——试样偏压，单位为伏特（V）。