

ВОДОРОДО–ВАКУУМНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ФОРМОИЗМЕНЕНИЯ ПАЛЛАДИЕВОЙ ПЛАСТИНЫ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ ВОДОРОДА

Ж.Л. Глухова, Е.Н. Любименко

Донецкий национальный технический университет, ул. Артема, 58,
Донецк 83000, Украина, E-mail: goltsov@physic.dgtu.donetsk.ua

Annotation

Description of advanced hydrogen–vacuum setting for investigation of hydrogen-induced form changing of Pd-plate is presented.

Интенсивное развитие водородной энергетики и водородных технологий, в частности водородной обработки материалов (ВОМ), вызывает неуклонно возрастающий интерес к проблемам взаимодействия водорода с металлами [1,2]. Этот интерес продиктован тем, что водород, растворенный в металлах, сплавах и сталях, не только вызывает их водородную деградацию (водородная хрупкость, флокены и т.д.), но при определенных условиях может использоваться с целью улучшения структуры и свойств в обработке материалов (палладий и его сплавы, титан и его сплавы и т.д.). В обоих случаях одним из важнейших факторов водородного воздействия на материалы являются водородные концентрационные напряжения. Поэтому возникновение и релаксация этих напряжений и связанные с этим особенности поведения металлов и изделий из них составляют теоретически и практически важную область исследования.

Представляет интерес выяснение наиболее общих закономерностей водородоупругого формоизменения металлов, так как последнее, с одной стороны, может приводить к выводу из строя оборудования, контактирующего с водородом, а с другой стороны, установленные закономерности формоизменения могут быть использованы при разработке и проектировании изделий, работающих в водородосодержащих средах (натекатели водорода, водородные датчики и т.д.) и при решении других задач современной техники.

Систематические исследования водородоупругого формоизменения представлены в работах [3–5]. Экспериментально было показано, что при односторонних воздействиях водорода в интервале температур 150–100°C в области α -твердого раствора водорода в системе Pd–H палладиевая пластина изменяет свою форму закономерным образом. При этом за полный цикл насыщение–дегазация формоизменение практически полностью обратимо. На первой стадии цикла водородного воздействия, при насыщении пластины водородом, в общем формоизменении можно условно выделить две составляющие: обратимое и остаточное формоизменение, поведение которых полностью определяется температурой и давлением водорода. При 150°C с ростом давления водорода вместе с общим формоизменением

увеличивается его обратимая составляющая, а остаточная – практически не зависит от давления. С понижением температуры остаточное формоизменение увеличивается, и при 100°C с увеличением давления водорода возрастает общее формоизменение и его остаточная составляющая.

Установленный ход временных зависимостей водородоупругого формоизменения качественно хорошо согласуется с современными знаниями о диффузионном насыщении металла водородом. Показано [4–5], что основной причиной формоизменения пластины и его закономерных изменений в зависимости от времени действия водорода и последующей дегазации является возникновение, нарастание и релаксация водородных концентрационных напряжений, обусловленных возникновением, ростом и уменьшением градиентов концентрации водорода.

В результате ранее выполненных исследований были установлены закономерности водородоупругого формоизменения Pd–пластины в интервале температур 100–150°C в области α -твердого раствора водорода в Pd. Представляет интерес исследование формоизменения Pd в более широком интервале параметров водородного воздействия (так как, например, рабочие температуры палладиевых фильтров составляют 400–450°C). С этой целью была модернизирована экспериментальная водородо–вакуумная установка для изучения формоизменения палладиевой пластины под воздействием водорода, позволяющая проводить наблюдение *in situ* и измерение обратимых и необратимых формоизменений образцов в интервале температур 100–450°C при давлении водорода в камере $(10^3–2,5) \cdot 10^6$ Па.

Водородо–вакуумная установка состоит из следующих основных блоков:

1. Рабочая камера из нержавеющей стали.
2. Вакуумная часть, включающая форвакуумный насос и терморазрывной вакуумметр ВТ-2А-П.
3. Блок хранения, диффузионной очистки и подачи водорода. Этот блок включает палладиевый фильтр очистки водорода, баллоны для хранения технического и диффузионно-очищенного водорода, систему редукторов и вентиляей.
4. Блок нагрева образца и автоматического регулирования температуры. Блок содержит электропечь, терморазрыв, прибор высокоточного регулирования температуры и специально изготовленное исполнительное устройство.
5. Блок для наблюдения *in situ* за изгибом образца и для измерения величины его прогиба. Блок включает специальное окно рабочей камеры и катетометр КМ-8.

Рабочая камера водородо–вакуумной установки выполнена из бесшовной трубы, изготовленной из нержавеющей стали X18H9T. Габаритные размеры рабочей камеры и ее связь с другими блоками приведены на рисунке. С одной стороны на торцевой поверхности имеется окно из кварце-

вого стекла. С другого торца к трубе приварены фланцы. Торцевые поверхности камеры через прокладку прикреплены к фланцам с помощью восьми стяжных болтов. Через отверстие на торце, которое залито термостойкой эпоксидной смолой, в камеру проведены проводники термопары. Диффузионно-очищенный водород подается через трубку, которая приварена аргоно-дуговой сваркой на боковой поверхности камеры.

Образец 1 (см. рисунок) из палладиевой фольги размерами 68·5,5·0,28 мм, предварительно отожженный в вакууме (10^{-2} мм рт.ст.) при

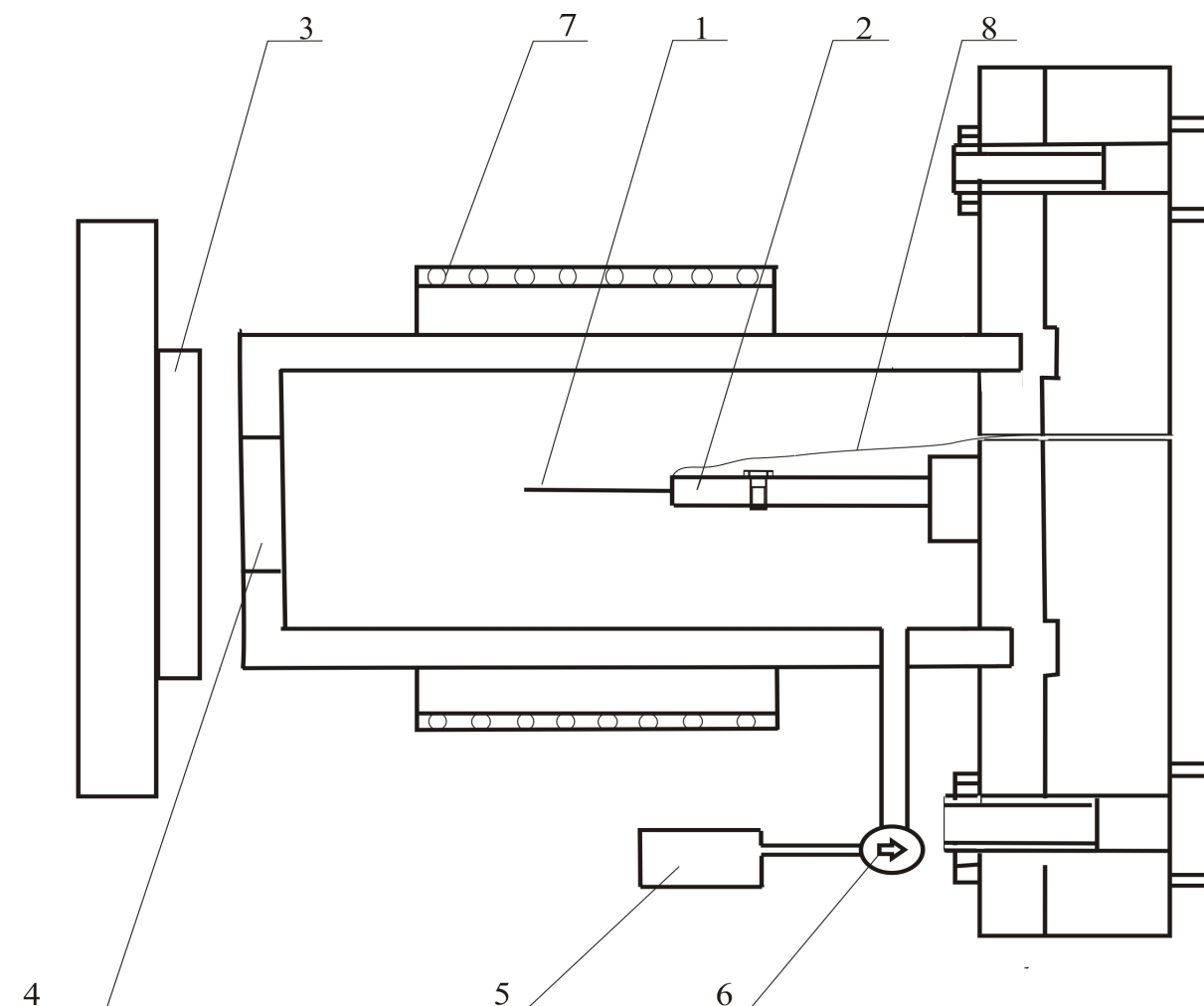


Рисунок. Рабочая камера водородо-вакуумной установки.

*1 – образец; 2 – держатель; 3 – катетометр; 4 – окно рабочей камеры;
5 – форвакуумный насос; 6 – термопарный вакуумметр; 7 – электрод; 8 – хромель-алюмелевая термопара.*

600°C в течение 1 часа и покрытый гальванически медью толщиной 1,5 мкм, закрепляется горизонтально одним концом в держателе 2 в рабочей камере водородо-вакуумной установки так, чтобы верхняя сторона пластинки была покрыта медью. При этом наблюдаемые экспериментально прогибы пластины направлены вверх. Наблюдение за изгибом образца

ведется катетометром 3 через окно рабочей камеры 4. Вакуумирование рабочей камеры осуществляется форвакуумным насосом 5. Остаточное давление в камере измеряется термомпарным вакуумметром 6. Образец нагревают электропечью 7, контролируя температуру с помощью хромель–алюмелевой термопары 8. Выводы термопары соединены с входом регулятора температуры. Выводы проводников электропечи подключены к исполнителю устройству.

Для получения диффузионно-очищенного водорода используется палладиевый фильтр. Очищенный водород собирается в баллоне и подводится к камере через систему медных трубок. Диффузионный элемент фильтра, выполненный из палладиевого сплава В-2 (Pd83,3Ag15In1,5Y0,2, где цифры после элементов показывают их количество в вес. %) в виде капилляра диаметром 2,5 мм и толщиной стенки 0,1 мм, заварен с одного конца, а другим концом впаян в медную трубку (магистраль чистого водорода). Диффузионный элемент помещен в трубчатую камеру из нержавеющей стали, к корпусу которой приварен патрубок для сброса отработанного газа.

Основные характеристики водородо–вакуумной установки:

- остаточное давление газов в рабочей камере 1,33 Па
- интервал изменения давлений водорода в рабочей камере $(10^3 - 2,5 \times 10^6)$ Па
- интервал изменения температуры образца 20–450°C
- точность поддержания температуры $\pm 0,5^\circ\text{C}$
- точность измерения стрелы прогиба образца $\pm 0,02$ мм

Описанная водородо–вакуумная установка позволяет проводить бароупругое нагружение образцов водородом, наблюдать и измерять стрелу прогиба консольно закрепленной пластинки в ходе эксперимента.

Литература

1. Goltsov V.A. Fundamentals of Hydrogen Treatment of Materials // Progress in Hydrogen Treatment of Materials, Edited by V.A. Goltsov. – Donetsk–Coral Gables: Kassiopeya Ltd., 2001. – P. 3–37.
2. Водородная обработка материалов: Труды Третьей Межд. конф. «ВОМ-2001», Донецк–Мариуполь, 14–18 мая 2001 г., Донецк, 2001. – Ч. 1. – 132 с., Ч. 2. – 101 с.
3. Гольцов В.А., Глухова Ж.Л. Упругое изменение формы палладиевой пластины под действием водорода. I. Результаты эксперимента // Физика металлов и металловедение. – 2000. – Т. 90, № 4. – С. 68–73.
4. Гольцов В.А., Глухова Ж.Л. Водородоупругое формоизменение палладиевой пластины. Теоретическое описание // Физика металлов и металловедение. – 2001. – Т. 91, № 3. – С. 21–25.
5. Goltsov V.A., Glukhova Zh.L. and Minakova O.A. Hydrogen elasticity phenomenon: Experimental manifestation and theory // J. Alloys and Compounds. – 2005. – Vol. 404–406. – P.576–579.