

**Международная научно-практическая конференция  
«Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование  
2022»**

**(ICMSSTE 2022)**

**Секция 1: Материаловедение и физикохимия материалов**

**Исследование абсорбции водорода  
мембранными фильтрами системы Pd-Pb<sub>x</sub>  
(x=8;12;16 масс. %)**

16-19.05.2022 г.

О.В. Акимова, Н.Р. Рошан, С.В. Горбунов  
МГУ им. М.В. Ломоносова,  
ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова

# Характеристики мембранных сплавов на основе палладия

Состав сплава (масс.%)	Твердость по Виккерсу HV(Мпа)	Прочность при растяжении МПа	Удельная водородопроницаемость мембран при 350 <sup>0</sup> С/по отношению к мембранам Pd
<b>Pd</b>	<b>400</b>	<b>200</b>	<b>1.00</b>
Pd-6Y	1610	560	6.00
Pd-8Y	1720	600	5.94
Pd-5Pb	640	190	1.69
<b>Pd-8Pb</b>	<b>850</b>	<b>230</b>	<b>2.00</b>
<b>Pd-12Pb</b>	<b>900</b>	<b>310</b>	<b>1.88</b>
<b>Pd-16Pb</b>	<b>1100</b>	<b>360</b>	<b>1.75</b>
B1 (PdAg <sub>15</sub> Au <sub>2.5</sub> Pt <sub>0.7</sub> Ru <sub>0.7</sub> Al <sub>0.3</sub> )			1.59
Pd-6In-0.5Ru	1140	480	1.45

*Burkhanov G.S, Gorina N.B., Kolchugina N.B., Roshan N.R. Palladium – Based Alloy Membranes for Separation of High Purity Hydrogen from Hydrogen – Containing Gas Mixtures // Platinum Metals Rev. 2011. V. 55. Is. 1. P. 3–12.*

# Характеристики составляющих мембранные сплавы ЭЛЕМЕНТОВ

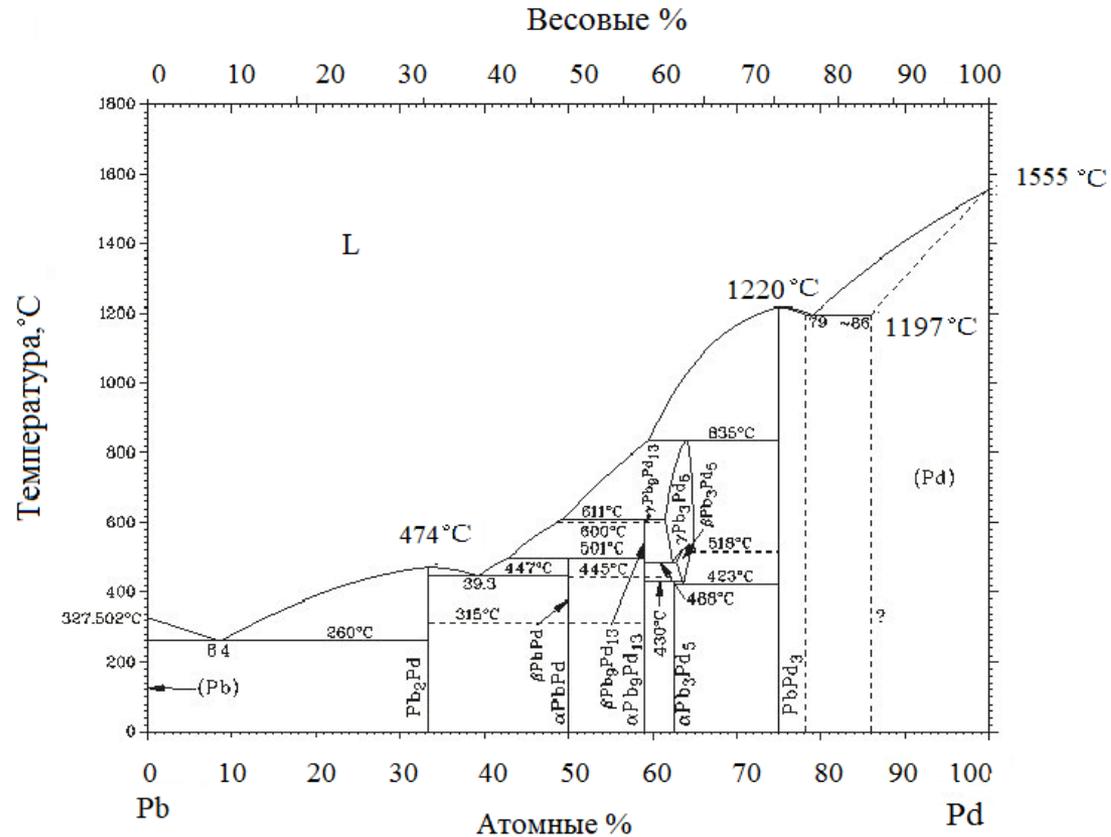
Элемент	Атомная масса г/моль	Размер атома, Å	Электроотриц. шкала Полинга	Электронная конфигурация внешнего слоя	$T_{пл}$ , К	$T_D$ , К	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Тип элементарной ячейки
<b>Pd</b>	<b>106.4</b>	<b>1.37</b>	<b>2.20</b>	<b>4d<sup>10</sup></b>	<b>1827</b>	<b>274</b>	<b>12.02</b>	<b>ГЦК</b>
<u>Y</u>	<u>88.95</u>	<u>1.78</u>	<u>1.22</u>	<u>4d<sup>1</sup>5s<sup>2</sup></u>	1795	280	<u>4.47</u>	<u>гексагональная</u>
In	114.82	1.66	1.78	4d <sup>10</sup> 5s <sup>2</sup> 5p <sup>1</sup>	429.7	129	7.31	тетрагональная
<b>Pb</b>	<b>207.2</b>	<b>1.75</b>	<b>2.33</b>	<b>4f<sup>14</sup>5d<sup>16</sup>6s<sup>2</sup>6p<sup>2</sup></b>	<b>600.6</b>	<b>88</b>	<b>11.35</b>	<b>ГЦК</b>
Ru	101.1	1.34	2.20	4d <sup>7</sup> 5s <sup>1</sup>	2607	600	12.41	гексагональная

**Цель работы-** расширение возможностей управляемого формирования дефектной структуры мембранных сплавов, улучшения их прочностных характеристик и повышения надежности работы в агрессивных водородсодержащих средах.

# Сравнение методов очистки водорода

Метод	Принцип действия	Исх. газ	чистота	восстано вление	Масштаб использ.
Криогенная сепарация	Частичная конденсация газ. смесей при низких темпер.	Выбросы нефтехим. и нефтепер. заводов	90-98	95	огромен
Полимерные мембраны	Разл. скорость дифф. газов при прох. через мембраны	Выбросы нефтехим. и нефтепер. заводов, продувочный газ аммиака	92-98	>85	От малых до больших
Метал-гидридное разделение	Обратимая реакция Н с металл. с образов. гидридов	продувочный газ аммиака	99	75-86	От малого до среднего
<i>Каталитическая очистка</i>	<i>Удаление кислорода каталитическим восстановлением Н</i>	<i>Водородные потоки с примесью кислорода</i>	<i>99.999</i>	<i>Вплоть до 99</i>	<i>От малых до больших</i>
Метод перем. давления	Селективная адсорбция примесей из газового потока	Любой водородсод газ	99.999	70-85	огромное
Твердо полимерная электролитная ячейка	Электролит. прох. ионов Н через твердую полимерную мембрану	Очистка по термохимич. циклам	99.8	95	малое
<b>Pd-мембр. дифф.</b>	<b>Селективная диффузия</b>	<b>Любой водородсод. газовый поток</b>	<b>&gt;99.9999</b>	<b>Вплоть до 99</b>	<b>От малых до средних</b>

# Фазовая диаграмма состояния системы Pd-Pb

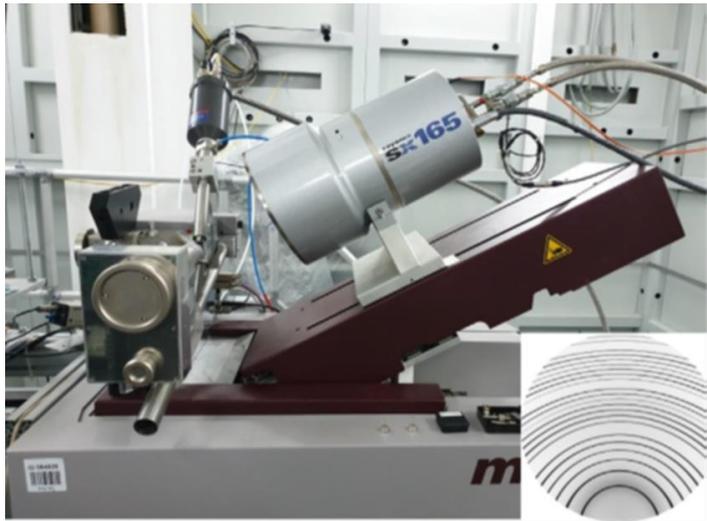
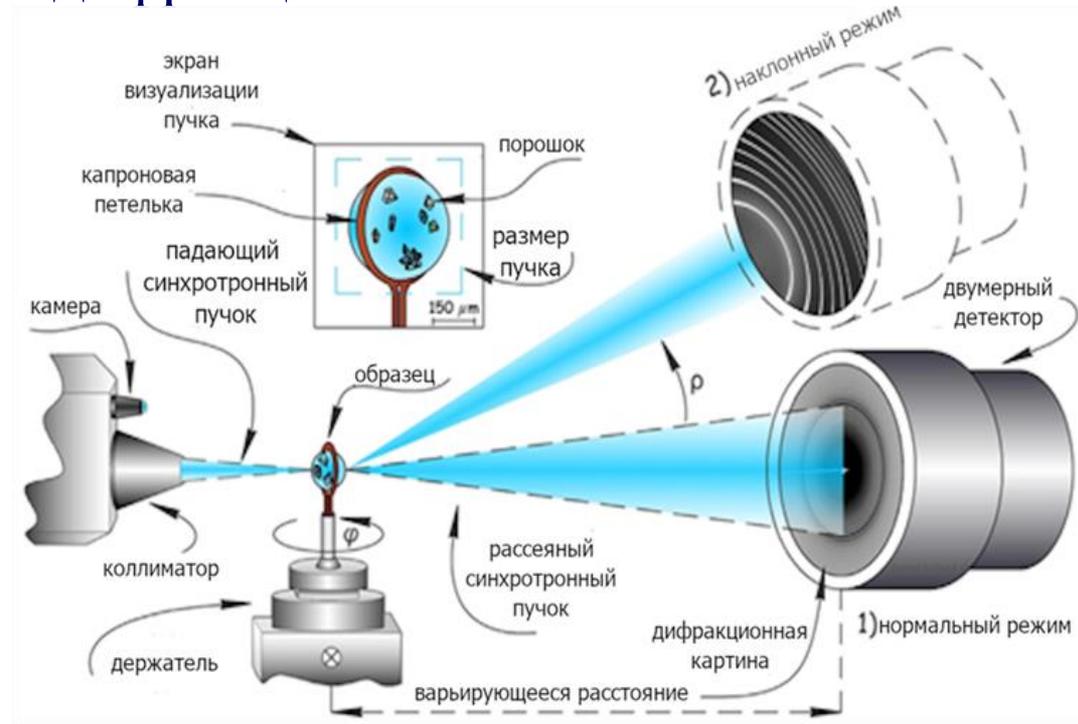


Durussel Ph., Feschotte P. The binary system Pb-Pd // Journal of Alloys and Compound. 1996. V. 236. P.195-202.

Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение. 2000. Т. 3: в 2 кн. Кн.1. 872 с.

# Методика проведения эксперимента по рентгеновской дифракции

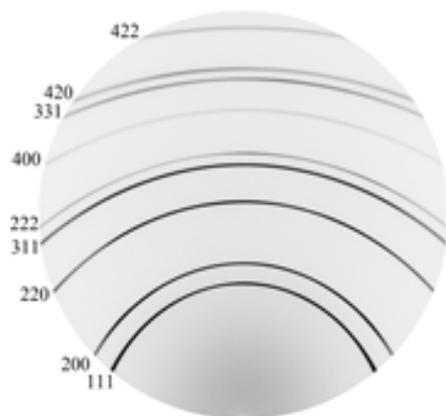
Дифрактограммы получены на длине волны излучения  $0.7-0.8 \text{ \AA}$  в геометрии «на пропускание» и регистрацией рассеянного излучения двухкоординатным детектором Rayonix SX165. Размер пучка на образце составил  $400 \times 400 \text{ мкм}^2$ .



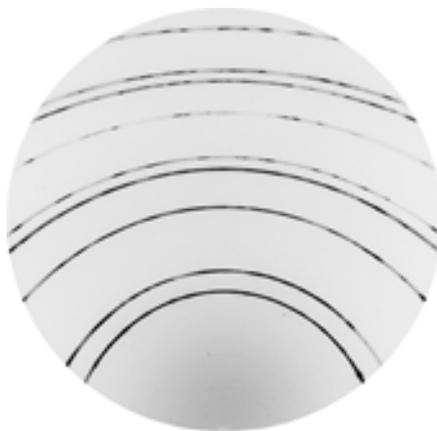
Образцы были подготовлены в виде игл из мембранных фильтров толщиной 50 мкм, в процессе измерения вращение перпендикулярно направлению синхротронного пучка.

# Дифрактограммы-до гидрирования и для состояния сплавов 24 часа после гидрирования

8 масс. %



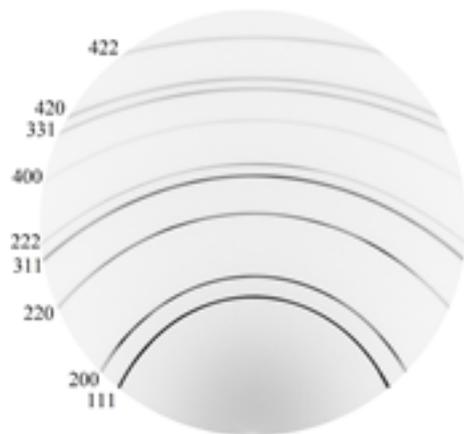
до гидрирования



16 масс. %



после гидрирования 24 ч



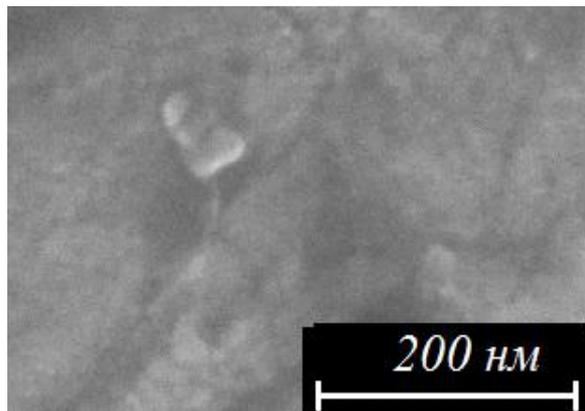
# Параметры субструктуры сплавов до гидрирования

Мембраны	hkl	$\varepsilon_{hkl} \times 10^{-3}$	$\langle D_{hkl} \rangle$ , нм	Доля осн. фазы ( $\pm 0.01$ )
PdPb8	100	0.4 $\pm$ 0.1//5.0 $\pm$ 0.1	14.3 $\pm$ 0.1//19.4 $\pm$ 1.5	0.95
	110	0.2 $\pm$ 0.1//3.0 $\pm$ 0.9	20.2 $\pm$ 0.4//23.0 $\pm$ 0.9	0.96
	111	0.3 $\pm$ 0.1	39.1 $\pm$ 0.2	1.00
	311	0.3 $\pm$ 0.1//4.1 $\pm$ 0.1	21.2 $\pm$ 0.9//26.2 $\pm$ 0.9	0.95
PdPb12	100	4.2 $\pm$ 0.9//4.3 $\pm$ 1.1	38.8 $\pm$ 0.1//48.0 $\pm$ 0.5	0.92
	110	4.9 $\pm$ 0.1//3.9 $\pm$ 0.7	36.2 $\pm$ 0.1//44.0 $\pm$ 0.7	0.94
	111	3.9 $\pm$ 0.7//4.0 $\pm$ 0.5	36.0 $\pm$ 0.1//38.2 $\pm$ 1.5	0.90
	311	3.7 $\pm$ 0.6//4.5 $\pm$ 0.1	33.3 $\pm$ 0.1//31.3 $\pm$ 0.4	0.91

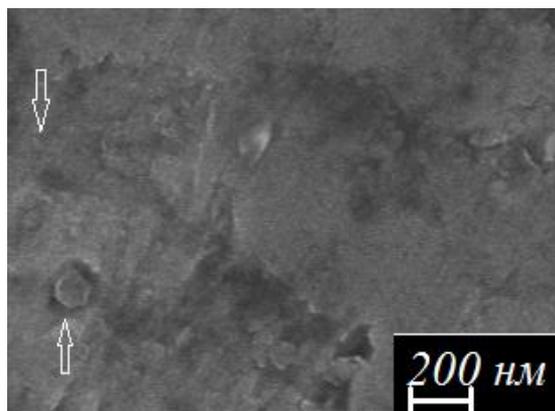
# Особенности состояния поверхности сплавов

до гидрирования

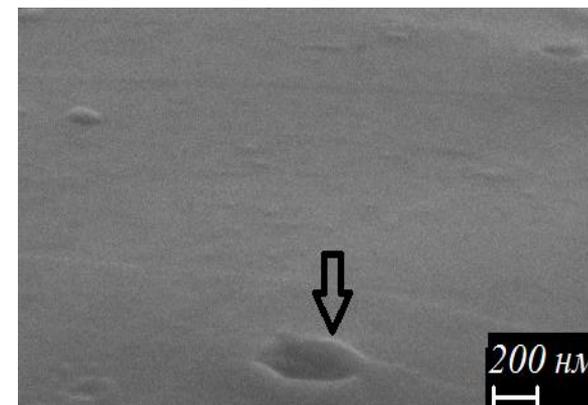
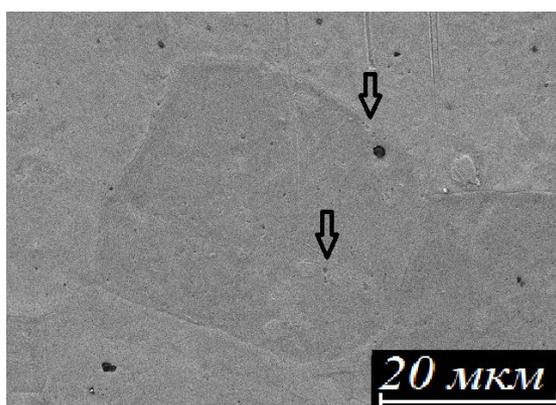
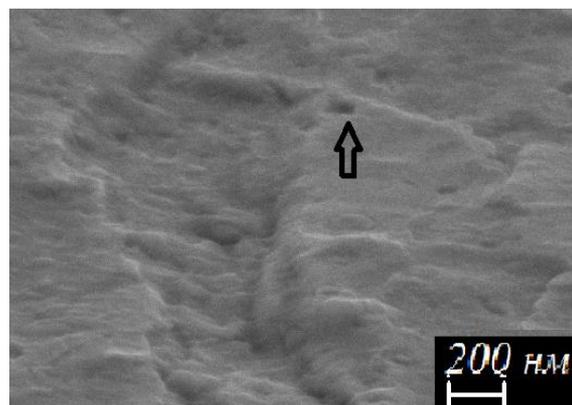
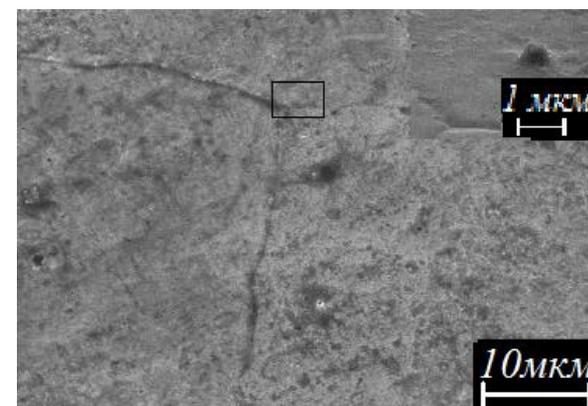
8 масс. %



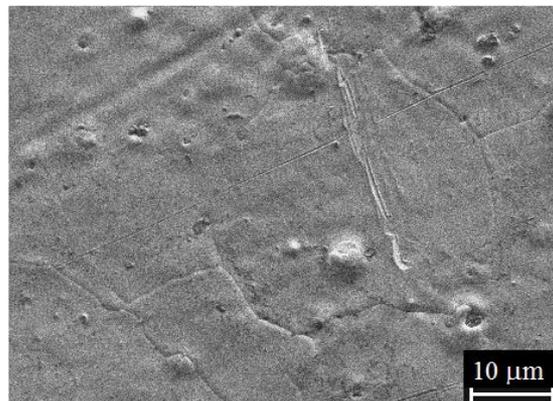
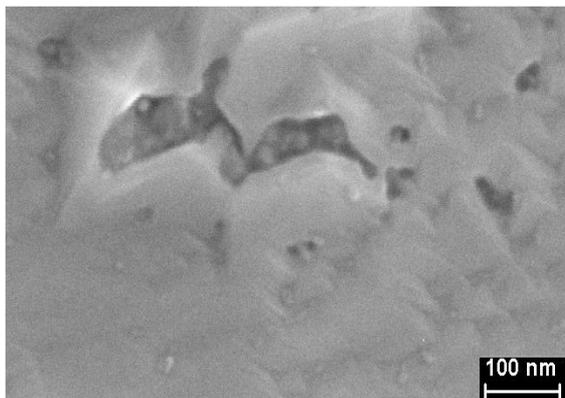
12 масс. %



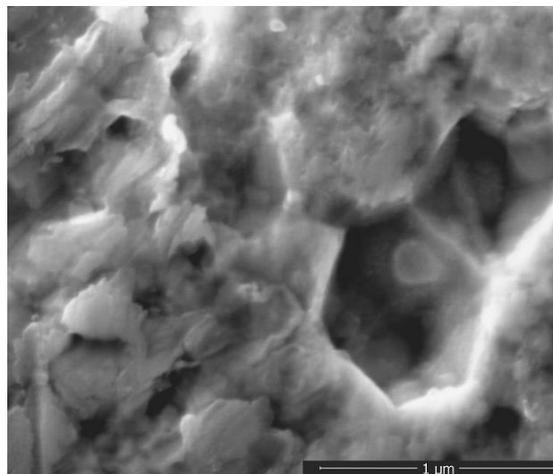
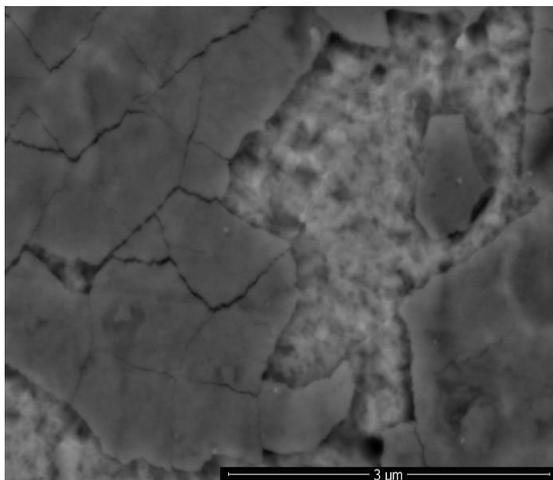
16 масс. %



# Электронно-микроскопические снимки



[Akimova O V, Svetogorov R D and Gorbunov S V 2022 *Key Eng. Mater.* **910** 767-72]



[Akimova O V, Veligzhanin A A, Svetogorov R D, Gorbunov S V, Roshan N R and Burkhanov G S 2020 *Phys. Met. Metallog.* **121** 157]

## Заключение

В работе

установлена гранецентрированная кубическая ячейка основной фазы сплавов как до, так и после гидрирования

выявлена предрасположенность мембранных сплавов к процессам кавитации при изготовлении мембранных фильтров

установлено низкое диспергирование субструктуры при гидрировании

определена более высокая абсорбция водорода при содержании свинца в мембранах в 8 и 12 масс. %

Благодарю за внимание