

X-RAY DIFFRACTOMETER FOR INVESTIGATION HYDROGEN SORPTION AT PRESSURES UP TO 10 MPA

Zakharov AI*, O.Milovanova

Bardin Central Scientific Research Institute of Ferrous Metallurgy,
2-ja Baumanskaja ul., 9/23, Moscow, 107005 Russia

Introduction

It has been used vertical diffractometer θ - θ that we have worked out for investigation absorbed hydrogen influence on substances. The diffractometer has a lot of advantages in compare with the horizontal one. It permits to keep the investigated sample in horizontal location due coordinating moving X-ray tube and meter with equal angle θ . Due that the vacuum camera in which located investigated sample is unmoved. Therefore it enable to raise vacuum in the camera up to 10^{-5} Pa.

These both conditions enabled us to create construction by the most simple way which make possible to conduct X-ray investigation at gas pressure up to 10 Mpa in temperature interval from 77 up to 800 K.

Scheme and construction

The investigated surface of powder sample flat layer coincide with the horizontal surface in diffractometer. This peculiarity of sample space location is determined by diffractometer construction.

General Scheme of the device present in Figure. There are used well-known conditions of x-ray focusing from flat sample 1 in the diffractometer. These conditions are fulfilled at moving x-ray tube 2 and detector 3 simultaneously with keeping angle of arrival and angle of reflection.

We can show functional diffractometer capability after consideration high pressure camera 4.

Construction of the camera enable us to install it in vacuum camera of diffractometer 5. Camera 5 has a window as a slot of 10 mm width at 200 on circumference at the side surface. The window is covered by beryllium band 0,2 mm of thickness. Bush 6 is connected to the upper part of the camera. Cylindrical part of high pressure thermostat-camera 4 is put into the hole of the bush

Construction of thermostat – high pressure camera allows to allocate the sample 1 on beryllium window of bottom lid. The lid is changeable. It is fitted to the thermostat 4 through dense copper laying with screws. Tightening of screws provide hermetic of high pressure camera in which hydrogen is being given through tube. The tube is connected with support flange in which hydrogen is being given from filling system through hire pressure valve 7. The valve is connected by disconnecter 8 with hydrogen filling system..

Thermostat 4 together with valve 7 can be disconnected from vacuum camera 5 for filling high pressure camera by investigated material 1.

Hydrogen filling system includes pipelines, set of valves 9,10,11,12,13, high pressure cylinder 14, standard cylinder 15. Pressure in filling system is indicated by manometer 16. System pumping-out is fulfilled by vacuum post through valve 11.

Temperature interval at investigation of substance is fulfilled by allocation at cylinder part of thermostat cooling liquid (interval 77-300K), or by heating stove (interval 300-800K).

Investigations on the diffractometer enable us to conduct measuring of processes taking place while hydrogen absorption as well as changing of crystal lattice of origin phase and new phase formation.

Diffractometer permit us indicate quantity of volume changes, size of inside material strains and growth of hydrogen dispersion at increasing of number hydrogen sorption-desorption cycles.

Measuring of intensity of diffraction lines can let us valuable information on electron transformations and also hydrogen influence on atomic structure of investigated substances.

The device is the instrument of looking for working out new materials which would be hydrogen accumulators.

* Fax (095) 777 93 00 E-mail: aizskap@yandex.ru

Inferences

1. It was worked out to vertical x-ray Diffractometer permitted to conduct investigations at pressures up to 10 Mpa in temperature interval 77-800 K.
2. The diffractometer permit to investigate phase

transitions, structure and volume changes, inside strains in crystal lattice at hydrogen sorption.

References

1. Zakharov AI Pribory i Tekhnica Eksperimenta, 1961, № 4, p.109-112

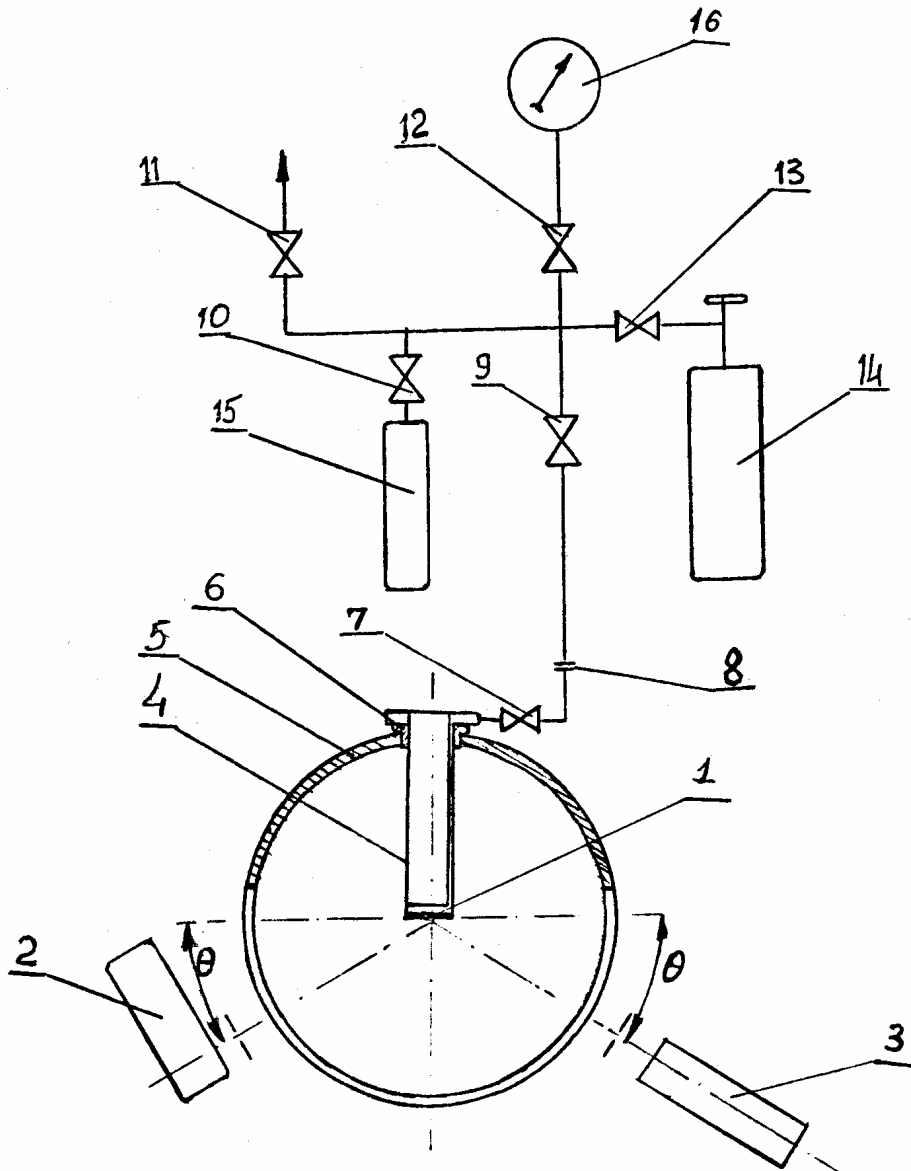


Fig. 1. Flat sample, 2. X-ray tube, 3. Detector, 4. (high pressure camera) Thermostat, 5. Vacuum camera, 6. Bush, 7. High pressure valve, 8. Disconnecter, 9. 10. 11. 12. 13. – Set of valves, 14. Cylinder, 15. Standart cylinder, 16. Manometer.

РЕНТГЕНОВСКИЙ ДИФРАКТОМЕТР ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СОРБЦИИ ВОДОРОДА ПРИ ДАВЛЕНИЯХ ДО 10 МПа

Захаров А.И.*, Милованова О.А.

Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им.И.П.Бардина, 107005, Москва, 2-я Бауманская, 9/23, Россия

Введение

Для исследования влияния сорбированного водорода на вещества был использован вертикальный дифрактометр θ - θ , разработанный нами [1]. Дифрактометр имеет целый ряд преимуществ перед горизонтальной конструкцией. 1. Он позволяет исследованный образец сохранять в горизонтальном положении за счет согласованного перемещения рентгеновской трубки и счетчика на равный угол θ . 2. Благодаря этому вакуумная камера, в которой размещен исследуемый образец, является неподвижной. Следовательно это позволяет поднять вакуум в камере до 10^{-5} Па.

Эти два условия дали возможность наиболее простым способом осуществить конструкцию, позволяющую рентгеновские исследования проводить при давлении газа до 10 МПа в интервале температур от 77 до 800 К.

Схема и конструкция

В дифрактометре, исследуемая поверхность плоского слоя порошкообразного образца совпадает с горизонтальной плоскостью. Эта особенность пространственного расположения образца определяется конструкцией дифрактометра.

На рис. приведена общая схема прибора. В дифрактометре используются известные условия фокусировки рентгеновских лучей от плоского образца 1. Эти условия выполняются при перемещении рентгеновской трубки 2 и детектора 3 синхронно с сохранением угла падения и угла отражения.

Функциональную возможность дифрактометра можно показать после рассмотрения устройства камеры высокого давления 4. Конструкция камеры позволяет ее устанавливать в вакуумной камере дифрактометра 5. Камера 5 на боковой поверхности имеет окно в виде прореза шириной 10 мм на 200° по окружности. Окно закрыто бериллиевой лентой толщиной 0,2 мм. В верхней части камеры присоединена

штука 6, в отверстие которой вставлена цилиндрическая часть термостата-камеры высокого давления 4.

Конструкция термостата - камеры высокого давления позволяет размещать образец 1 на бериллиевом окне крышки дна. Крышка является сменной, она крепится к термостату 4 через уплотняющую медную прокладку, при помощи винтов. Затяжка винтов обеспечивает герметичность камеры высокого давления, водород в которую подается через трубу. Трубка соединена с опорным фланцем, к которому подводится водород из системы наполнения через клапан высокого давления 7. Клапан соединен разъемом 8 с системой наполнения водородом.

Термостат 4 вместе с клапаном 7 может отсоединяться от вакуумной камеры 5 для заполнения камеры высокого давления исследуемым материалом 1.

Система заполнения водородом включает в себя трубопроводы, набор клапанов 9, 10, 11, 12, 13, баллон высокого давления 14, эталонный баллон 15. Давление в системе наполнения определяется манометром 16. Откачка системы производится вакуумным постом через клапан 11.

Температурный интервал при исследовании вещества осуществляется путем размещения в цилиндрической части термостата охлаждающей жидкости (интервал 77-300 К), либо нагревательной печи (интервал 300-800 К).

Исследования на дифрактометре дают возможность проводить измерения процессов происходящих по мере наводороживания, изменений в кристаллической решетке исходной фазы и образования новой фазы. Дифрактометр позволяет количественно определять объемные изменения, величину внутренних напряжений в материалах и рост дисперсности гидридов при увеличении количества циклов сорбции-десорбции водорода.

Измерение интенсивности дифракционных линий может дать ценную информацию об

* * Факс: (095) 777 93 00 E-mail: aizskap@yandex.ru

электронных переходах, а также воздействия водорода на атомную структуру исследуемых веществ.

Прибор является инструментом поиска для разработки новых материалов- накопителей водорода.

Выводы

1. Разработан узел к вертикальному рентгеновскому дифрактометру, позволяющему проводить исследования

при давлениях до 10 МПа в интервале температур 77-800 К.

2. Дифрактометр позволяет исследовать фазовые переходы, структурные и объемные изменения, внутренние напряжения в кристаллической решетке при наводороживании.

Литература

1. Захаров А.И. Приборы и техника эксперимента, 1961, №4, с.109-112

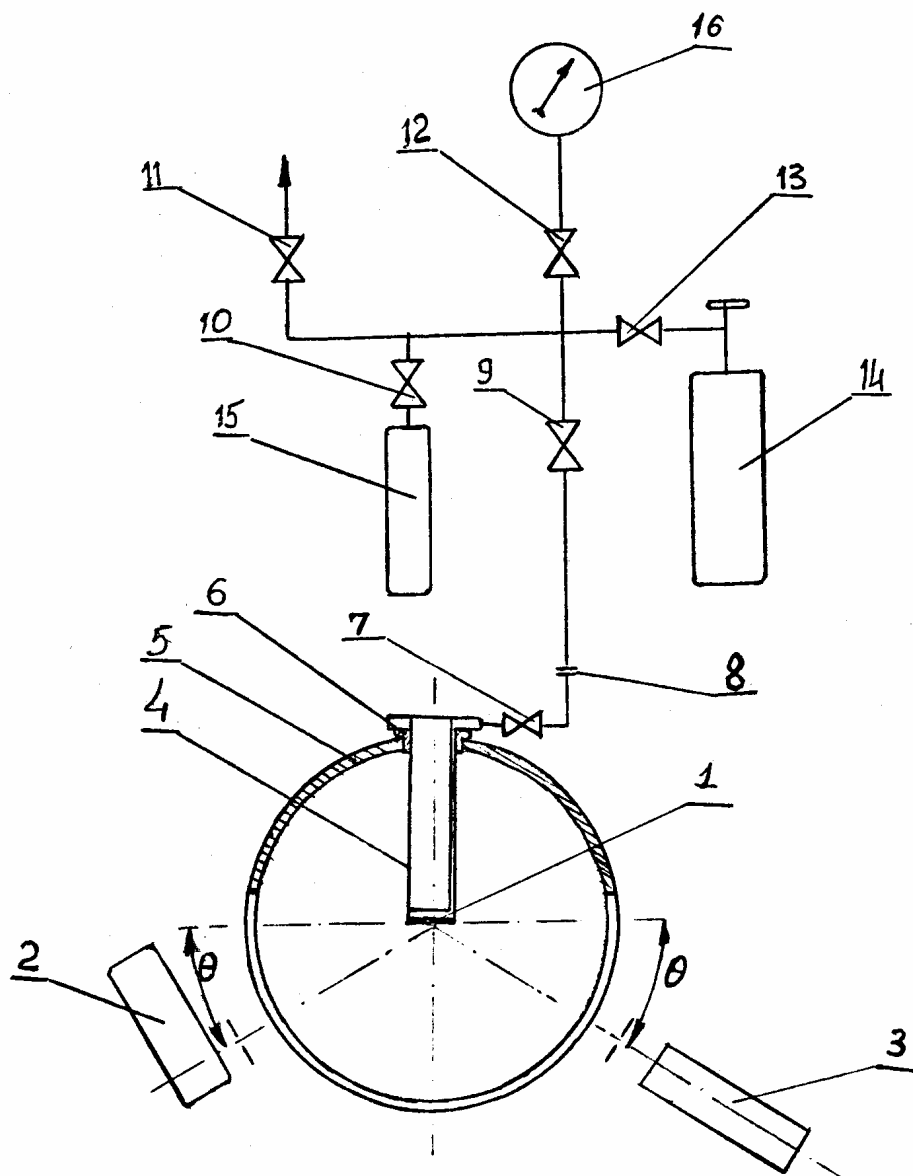


Схема рентгеновского дифрактометра.

Образец 1, Рентгеновская трубка 2, Детектор 3, Термостат 4, Вакуумная камера 5, Регулировочная втулка 6, Клапан высокого давления 7, разъемное соединение 8, Клапаны высокого давления 9,10,11,12,13, Баллон 14, Эталонный баллон 15, манометр 16.