

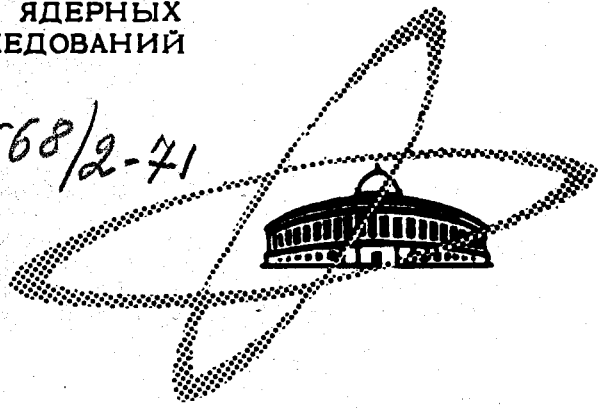
25/x-71

Б-955

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна.

3668/2-71



13 - 6028

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

В.М. Быстрицкий, В.П. Желепов, Н.И. Дороничева,  
П.Ф. Ермолов, К.О. Оганесян, М.Н. Омеляненко,  
С.Ю. Пороховой, А.А. Родина, В.Е. Теплов,  
В.В. Фильченков

УСТАНОВКА

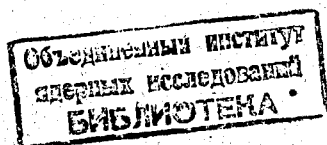
ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СВЕРХЧИСТОГО  
ГАЗООБРАЗНОГО ВОДОРОДА  
ПРИ ДАВЛЕНИИ ДО 50 АТМОСФЕР

1971

В.М. Быстрицкий, В.П. Дзелепов, Н.И. Дороничева<sup>1</sup>,  
П.Ф. Ермолов<sup>2</sup>, К.О. Оганесян, М.Н. Омеляненко,  
С.Ю. Пороховой, А.А. Родина<sup>1</sup>, В.Е. Теплов<sup>1</sup>,  
В.В. Фильченков

УСТАНОВКА  
ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СВЕРХЧИСТОГО  
ГАЗООБРАЗНОГО ВОДОРОДА  
ПРИ ДАВЛЕНИИ ДО 50 АТМОСФЕР

*Направлено в ПТЭ*



<sup>1</sup> Гиредмет, (Москва)

<sup>2</sup> ИФВЭ (Серпухов)

При экспериментальном исследовании фундаментального процесса физики слабых взаимодействий – захвата мюона в водороде предъявляются очень высокие требования к чистоте газообразного водорода. Допустимые суммарные примеси не должны превышать  $10^{-6}\%$  объемного содержания.

Обычно используемый в лабораторной практике сорбционно-химический метод очистки водорода не позволяет получить указанную чистоту. Другим возможным методом является криогенный метод очистки, позволяющий получить водород высокой степени чистоты, однако, практическое его осуществление в условиях эксперимента по захвату мюона связано с большими технологическими трудностями. В последние годы успешно разрабатываются установки диффузионной очистки водорода с достаточно высокой производительностью <sup>/1/</sup>. Диффузионный метод очистки основан на селективной способности водорода диффундировать через палладий и ряд сплавов на его основе, обладающих большой проницаемостью по отношению к водороду. Примеси газообразных веществ, находящиеся в водороде, задерживаются диафрагмой и не проходят через нее. Достижимая чистота водорода, получаемого таким способом, оказывается лучшей, чем  $10^{-8}\%$  <sup>2/3/4/5/</sup> <sup>/2/</sup>. Достоинством установки с использованием диффузионного способа очистки является также ее компактность и простота в эксплуатации. Однако создание диффузионных установок связано с определенными технологическими трудностями. В эксперименте по изучению мю-захвата в водороде возникла дополнительная трудность, связанная с необходимостью

получения очищенного водорода под давлением до 50 атм. Сведения по установкам с диффузионной очисткой при высоких давлениях в литературе ограничены и противоречивы. В области небольших давлений обычно предполагается<sup>/3/</sup>, что зависимость скорости диффузии от давления является функцией только разности давлений  $P_1 - P_2$ , где  $P_1$  - давление технического водорода,  $P_2$  - давление очищенного водорода. Для давлений, выше нескольких атмосфер, данные различных авторов расходятся. Так, согласно<sup>/4/</sup>, в выражении для скорости диффузии содержится множитель  $-\sqrt{P_1}$ , а согласно<sup>/5/</sup>, в выражении для скорости диффузии появляется член, стремящийся к нулю при больших значениях  $P_1$ . В работе<sup>/6/</sup> наблюдалось также изменение характера зависимости скорости диффузии от давления  $P_1$  при постоянном перепаде ( $P_1 - P_2$ ) с изменением температур.

В настоящей работе описывается диффузионная установка с палладиевым фильтром и приводятся полученные при ее эксплуатации данные о скорости диффузии при давлении до 40 атмосфер.

Конструкция аппарата диффузионной очистки водорода изображена на рис. 1. Аппарат представляет собой вакуумную камеру 1, внутри которой помещен диффузионный элемент, нагреватели 2 и тепловые экраны 3. Герметизация вакуумной камеры производится с помощью металлического уплотнения 4. В нижний фланец вакуумной камеры вмонтированы коммуникационные трубопроводы диффузионного элемента, а также токоподводы нагревателей и уплотнение термопар. Диффузионный элемент состоит из двух гофрированных фильтрующих мембран 5, диаметром 150 мм и толщиной 0,1 мм, размещенных между фланцами 6 и средним коллектором 7. Палладиевые мембраны изготовлены из сплава (84,5% Pd + 10% Ag + 5,5% Ni), характеристики которого исследовались в<sup>/6/</sup>. Герметизация мембран производится путем стягивания фланцев шпильками. В средний коллектор вмонтированы две термопары 8, одна из которых предназначена для автоматического регулирования температуры, другая, как контрольная, для сигнализации превышения температуры в ра-

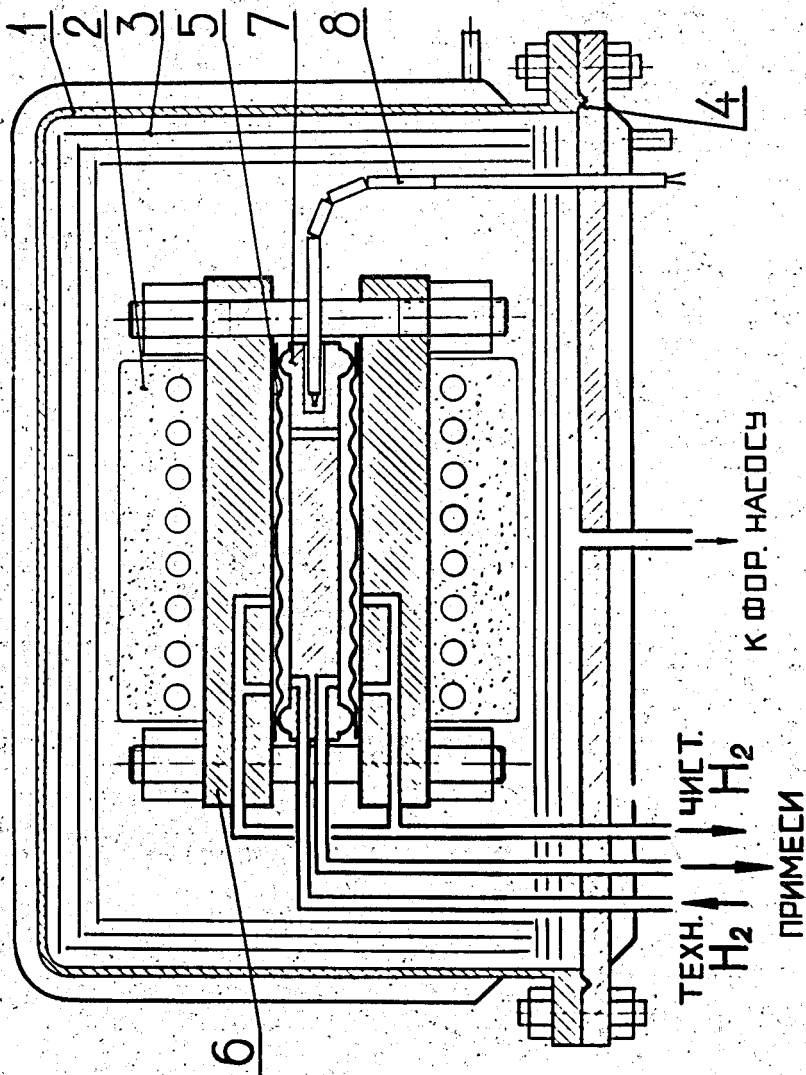


Рис. 1. Схематический чертеж палладиевого фильтра.

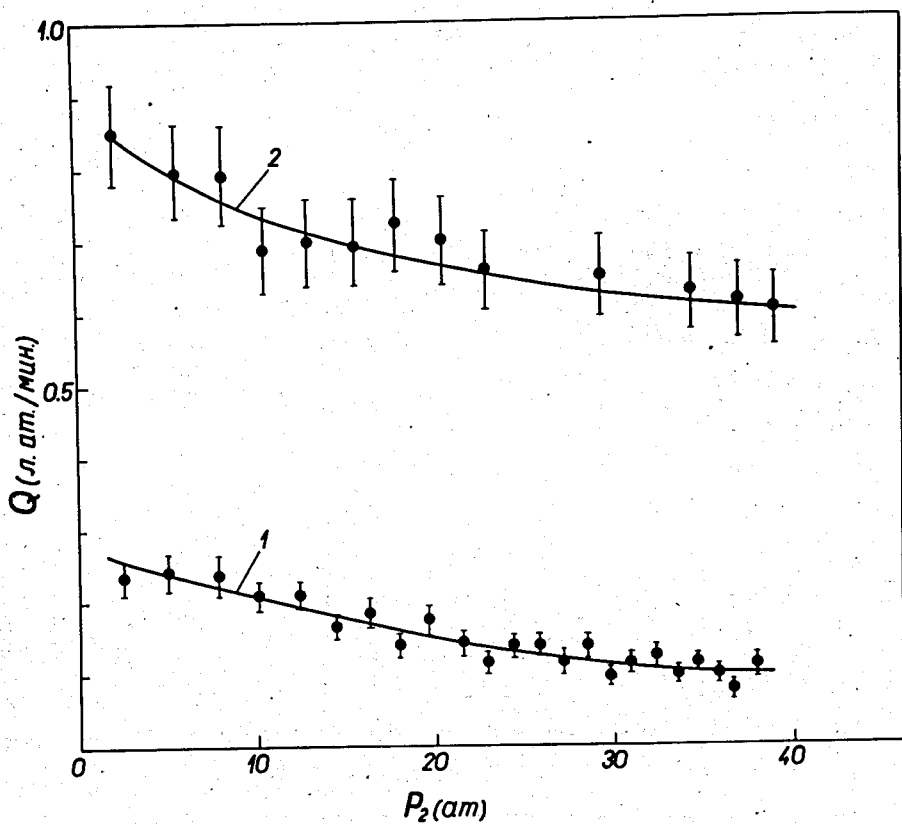


Рис. 2. Зависимость производительности палладиевого фильтра от давления водорода  $P_2$  на выходе. Кривая 1 измерена при температуре 280°C, кривая 2 - при 120°C.

бочем объеме над заданной. Технический водород, подаваемый к мембранам по каналам в среднем коллекторе, диффундирует через мембраны и отводится к трубкам, сваренным в верхний и нижний фланцы. Отвод примесей, накопившихся у мембраны с небольшим количеством технического водорода, производится по трубке, вмонтированной в средний коллектор. Камеры диффузионного элемента для технического и очищенного водорода откачиваются диффузионным насосом через ловушку, охлаждаемую жидким азотом. Используемые палладиевые диафрагмы были рассчитаны на разность давлений не более 20 атмосфер. Поэтому при заполнении рабочего объема до давления 50 атмосфер давление на стороне технического водорода повышалось постепенно по мере роста давления в рабочем объеме, таким образом, чтобы разность давлений на стороне технического водорода и на стороне чистого водорода в любой момент не превышала 10 атмосфер. Оптимальные значения рабочих температур палладиевого фильтра составляют  $450 + 500^{\circ}\text{C}^{1/3}$ . При понижении температуры производительность палладиевого фильтра уменьшается. Однако по условиям опыта нами была выбрана рабочая температура фильтра  $120^{\circ}\text{C}$ . Уменьшение производительности приводило к увеличению времени очистки водорода, что не являлось существенным при проведении эксперимента. Контроль чистоты получаемого водорода производился на влажность (по точке росы) и на содержание других примесей хроматографическим методом анализа с помощью прибора ОМ-0004<sup>17/</sup>. Результаты контроля показывают, что для очищенного водорода точка росы лежит ниже значения  $-120^{\circ}\text{C}$ , а содержание примесей не превышает  $10^{-8}$  объемного содержания. На рис. 2 представлены зависимости производительности установки  $Q$  от давления на выходе фильтра  $P_2$ , измеренные для двух значений температуры при поддерживаемой постоянной разности давлений  $P_1 - P_2$ , равной 10 атмосферам. Приведенные данные указывают на существенную зависимость производительности установки от давления  $P_2$  при температуре  $120^{\circ}\text{C}$ . Скорость диффузии водорода при этой температуре падает более

чем в 2 раза при изменении давления  $P_2$  от 0 до 40 атмосфер. При температуре  $280^{\circ}\text{C}$  наблюдаемое понижение производительности с увеличением  $P_2$  выражено в меньшей степени. Средние величины производительности установки в интервале давлений 0-50 атмосфер при температурах  $280^{\circ}$  и  $120^{\circ}\text{C}$  и постоянном перепаде  $P_1 - P_2$ , равном 10 атмосферам, составляли соответственно 0,72 л.атм/мин и 0,148 л.атм/мин.

Авторы выражают благодарность К.А. Байчеру, А.Т. Василенко, Г.И. Селиванову, А.И. Филиппову за полезные обсуждения, а также М.М. Кузнецову и Ш.Г. Шамсутдинову за большой труд при изготовлении установки.

#### Л и т е р а т у р а

1. А.А. Родина, Н.И. Дороницева. Химическая промышленность, №12, 902 (1965).
2. I.R. Young. Rev.Sci.Instrum., 34, 891 (1963).
3. С. Дэшман. Научные основы вакуумной техники. М., "Мир", 1964.
4. Полностью автоматизированный очиститель для получения водорода высокой степени чистоты. Проспект компании Japan Electron Co(JEMCO) перевод Всесоюзной торговой палаты, №39752, 13, (1961).
5. A.J. Rosset, Industrial and Eng. Chem., 52, 525 (1960).
6. А.А. Родина, Н.И. Дороницева, В.Е. Теплов, Ю.В. Юшков. Химическая промышленность, №1, 57 (1967).
7. К.Н. Зиновьева. Заводская лаборатория, №1, 30 (1965).

Рукопись поступила в издательский отдел  
9 сентября 1971 года.