РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) RU (11) 2 749 404 (13) C1

(51) МПК
B23K 11/06 (2006.01)
H01M 4/94 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
B23K 11/06 (2021.01); H01M 4/94 (2021.01)

(21)(22) Заявка: **2020126264, 06.08.2020**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.08.2020

Дата регистрации:
09.06.2021

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **06.08.2020**

(45) Опубликовано: **09.06.2021** Бюл. № **16**

Адрес для переписки:
119334, Москва, Ленинский пр., 49, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ и МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)

(72) Автор(ы):
Бурханов Геннадий Сергеевич (RU),
Горбунов Семен Викторович (RU),
Кольчугина Наталья Борисовна (RU),
Люшинский Анатолий Владимирович (RU),
Рошан Наталия Робертовна (RU),
Солнцев Константин Александрович (RU),
Федорова Елена Степановна (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное бюджетное учреждения науки ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ и МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2579413 C1, 10.04.2016. RU 2016149407 A, 15.06.2018. RU 2674748 C1, 13.12.2018. RU 2724609 C1, 25.06.2020. US 7955491 B2, 07.06.2011.**

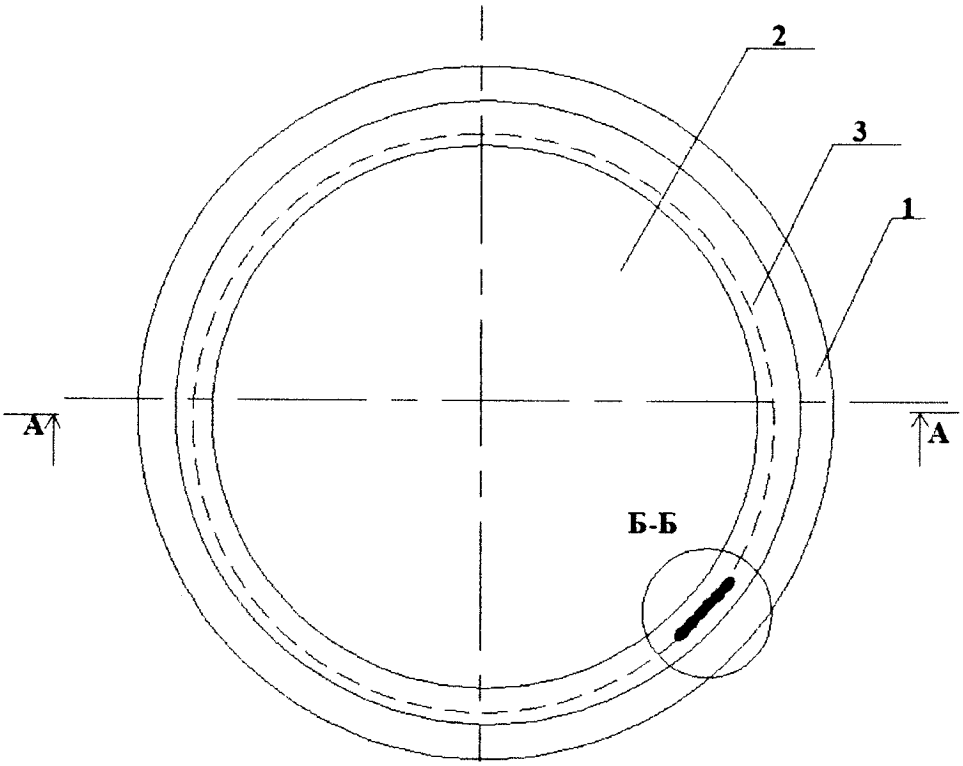
(54) Способ герметизации мембран из сплавов палладия с РЗМ в конструкции фильтрующих элементов для глубокой очистки водорода методом контактной сварки

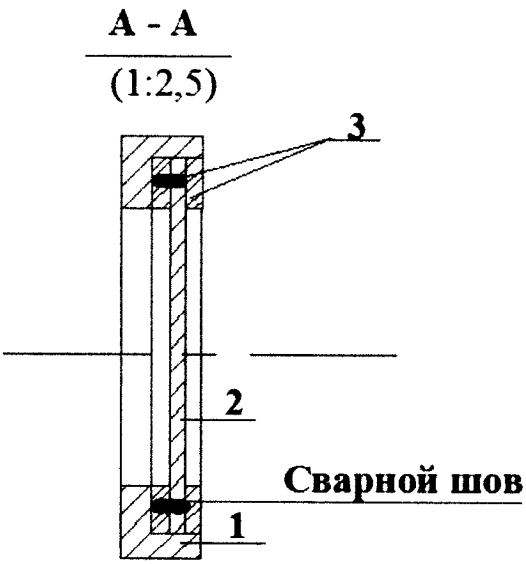
(57) Реферат:

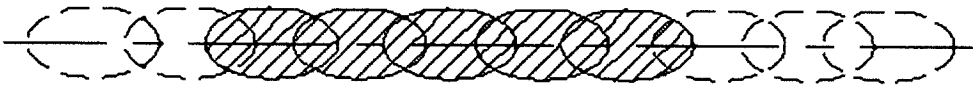
Изобретение может быть использовано для получения неразъемных вакуумно-плотных соединений при герметизации мембран из сплавов палладия с РЗМ в конструкции фильтрующих элементов для глубокой очистки водорода. После очистки соединяемых поверхностей проводят сборку пакета, содержащего детали из нержавеющей стали, промежуточный слой и мембраны из фольги сплавов палладия. Размещают сборку между электродами для контактной роликовой сварки и осуществляют сварку при пропускании импульсов сварочного тока и приложении давления сжатия. В качестве промежуточного слоя между нержавеющей сталью и сплавом палладия применяют фольгу из никеля. Фольгу из никеля помещают также на мембрану из сплава палладия. Пропускание импульсов сварочного тока осуществляют при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для соединения элементов с перекрытием сварных точек 20-25%, при этом сварку осуществляют в среде защитного газа. Применение данного способа позволяет получить равнопрочное вакуумно-плотное соединение нержавеющей стали со сплавами Pd-РЗМ, имеющее прочность на уровне прочности сплавов палладия, и повысить производительность процесса за счет снижения времени контакта при сварке деталей. 1 ил.

RU 2749404 C1

RU 2749404 C1







Фиг. 1

RU 2749404 C1

RU 2749404 C1

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 749 404** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
B23K 11/06 (2006.01)
H01M 4/94 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
B23K 11/06 (2021.01); H01M 4/94 (2021.01)

(21)(22) Application: **2020126264, 06.08.2020**

(24) Effective date for property rights:
06.08.2020

Registration date:
09.06.2021

Priority:
(22) Date of filing: **06.08.2020**

(45) Date of publication: **09.06.2021** Bull. № **16**

Mail address:
119334, Moskva, Leninskij pr., 49, Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe uchrezhdenie nauki INSTITUT METALLURGII i MATERIALOVEDENIYA im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN)

(72) Inventor(s):
Burkhanov Gennadij Sergeevich (RU),
Gorbunov Semen Viktorovich (RU),
Kolchugina Natalya Borisovna (RU),
Lyushinskij Anatolij Vladimirovich (RU),
Roshan Nataliya Robertovna (RU),
Solntsev Konstantin Aleksandrovich (RU),
Fedorova Elena Stepanovna (RU)

(73) Proprietor(s):
Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe uchrezhdeniya nauki INSTITUT METALLURGII i MATERIALOVEDENIYA im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN) (RU)

RU 2749404 C1

(54) METHOD OF SEALING MEMBRANES MADE OF PALLADIUM ALLOYS WITH RARE-EARTH METALS IN THE DESIGN OF FILTER ELEMENTS FOR DEEP PURIFICATION OF HYDROGEN BY THE METHOD OF RESISTANCE WELDING

(57) Abstract:

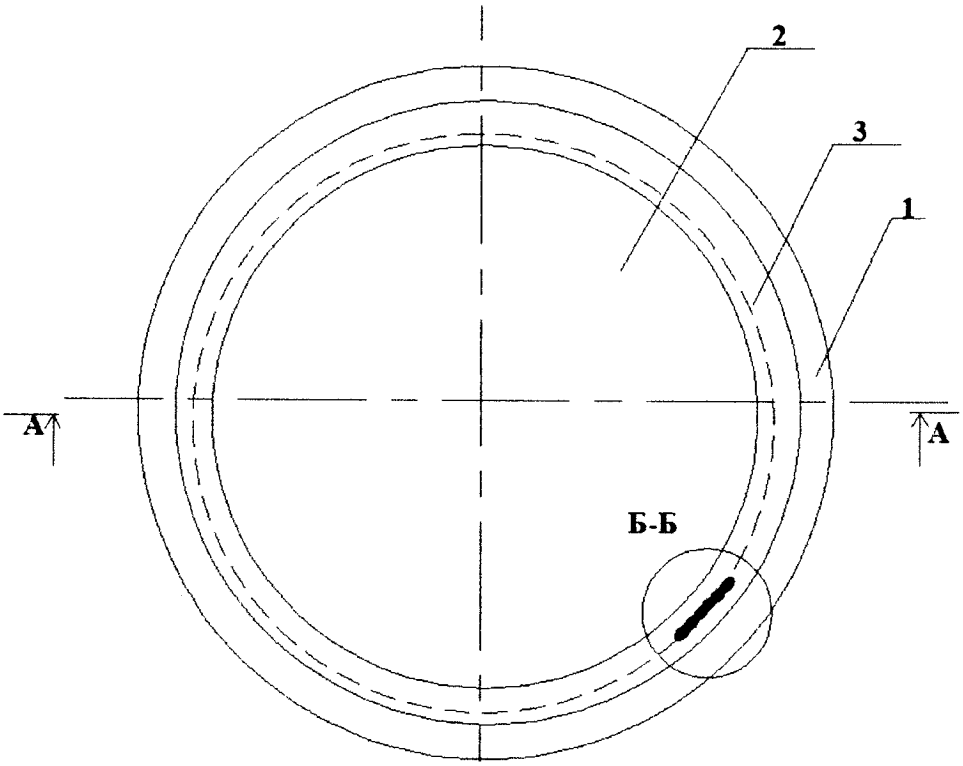
FIELD: metallurgy.

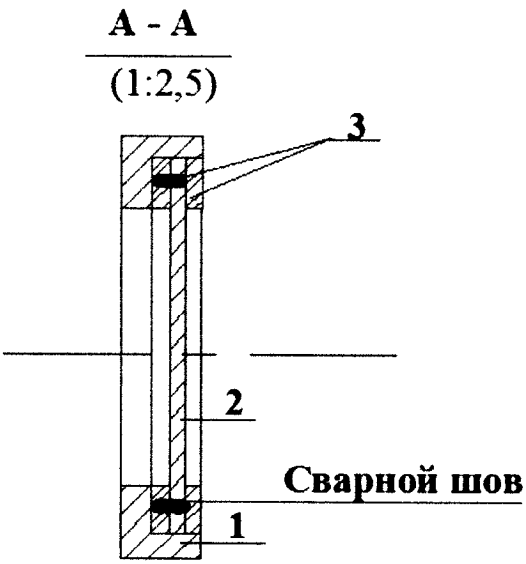
SUBSTANCE: invention can be used to obtain one-piece vacuum-tight joints when sealing membranes from palladium alloys with rare-earth metals in the design of filter elements for deep purification of hydrogen. After cleaning the surfaces to be joined, a package is assembled containing stainless steel parts, an intermediate layer and palladium alloy foil membranes. The assembly is positioned between the resistance roller welding electrodes and welding is carried out by passing welding current pulses and applying a compression pressure. Nickel foil is used as an intermediate layer between stainless steel and palladium alloy. A nickel foil is also placed on a palladium alloy membrane. The transmission of welding current pulses is carried out with constantly compressed electrodes for the time required to connect the elements with overlapping welded points of 20-25%, while welding is carried out in a shielding gas environment.

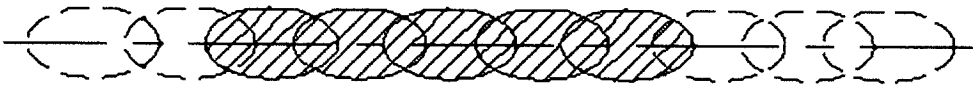
EFFECT: use of this method makes it possible to obtain an equal-strength vacuum-tight joint of stainless steel with Pd-REM alloys, having strength at the level of strength of palladium alloys, and to increase the productivity of the process by reducing the contact time when welding parts.

1 cl, 1 dwg

RU 2749404 C1







Фиг. 1

RU 2749404 C1

RU 2749404 C1

Изобретение относится к способу герметизации мембран, а именно к способу соединения мембран из сплавов палладия с конструкционными материалами при изготовлении фильтрующих элементах для глубокой очистки водорода. Данное изобретение позволяет изготавливать с высокой производительностью стенки мембранных элементов, которые используются для получения сверхчистого водорода (99,9999 об. %). Водородная энергетика и высокие технологии испытывают потребность в таких фильтрующих элементах.

Известен способ соединения нержавеющей стали с палладием или палладиевым сплавом сваркой плавлением (А.с. СССР №703262 от 1974 г.). Он обеспечивает получение равнопрочного качественного соединения за счет применения промежуточного слоя из хромоникелевого сплава, но не обеспечивает вакуумно-плотного соединения указанных материалов, так как при плавлении соединяемых материалов происходит частичное выгорание химических компонентов сплавов и происходит растрескивание сварного шва.

Известен способ соединения нержавеющей стали с палладием или палладиевым сплавом шовной роликовой сваркой с перекрытием сварочных точек от 30 до 80% (Справочник сварщика в 4-х т. М.: Машиностроение, 1978 г.).

Недостатком данного способа также является невозможность получения качественного соединения, так как в процессе кристаллизации сварочной ванны, образующейся при прохождения импульса сварочного тока, и при повторной кристаллизации сварочной ванны, происходящей при прохождении второго - перекрывающего - импульса, происходит растрескивание шва из-за образования хрупких интерметаллидов.

Прототипом данного изобретения является способ диффузионной сварки RU 2579413, МПК B23K 20/14, B23K 20/16, B23K 103/18 опубл. 10.04.2016 г., согласно которому при способе диффузионной сварки деталей из нержавеющей стали с мембраной из фольг палладия или палладиевого сплава, включающем очистку соединяемых поверхностей, сборку пакета, содержащего детали из нержавеющей стали, промежуточный слой и мембрану из фольги палладия или палладиевого сплава, детали перед сборкой очищают электрополировкой, в качестве промежуточного слоя применяют фольгу из никеля, сварку ведут в вакууме не хуже $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст., температура процесса T=930-980°C, время выдержки 30-45 мин, при этом прикладывают сварочное давление, которое обеспечивает пластическую деформацию промежуточного слоя на 50% от его исходной толщины.

Недостатками этого способа является высокая трудоемкость изготовления, ограниченность применения по габаритам, недостаточная производительность процесса, а также снижение прочности мембраны за счет роста зерна из-за длительности разогрева при сварке.

Задача, на решение которой направлено настоящее изобретение, заключается в разработке способа герметизации мембран из сплавов палладия с РЗМ в конструкции фильтрующих элементов для глубокой очистки водорода и устранении указанных выше недостатков.

Техническим результатом изобретения является высокая производительность процесса, сохранение физико-механических свойств свариваемых материалов и получение равнопрочного сварного соединения с требуемыми характеристиками.

Технический результат достигается тем, что в способе герметизации мембран из фолы сплавов палладия с РЗМ в конструкции фильтрующих элементов для глубокой очистки водорода, включающим очистку соединяемых поверхностей, сборку пакета,

содержащего детали из нержавеющей стали, промежуточный слой и мембраны из фольги сплавов палладия, согласно изобретению, детали из нержавеющей стали и мембраны из фольги сплавов палладия перед сборкой очищают электрополировкой. В качестве промежуточного слоя между нержавеющей сталью и палладиевым сплавом применяют фольгу из никеля, на мембрану из сплава палладия также помещают фольгу из никеля. Пропускание импульсов сварочного тока осуществляют при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для соединения элементов с перекрытием сварных точек 20-25%, при этом сварку осуществляют в среде защитного газа (аргон).

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что выбранные сварочные режимы и метод сварки обеспечивают высокие механические свойства сварочного шва сравнимые с механическими свойствами сплава. Пропускание импульсов сварочного тока осуществляют при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для соединения элементов с перекрытием сварных точек 20-25%, при этом сварку осуществляют в среде защитного газа (аргон), что обеспечивает интенсивность образования и формирования сварного соединения деталей из сплавов палладия. Выбранная величина перекрытия гарантирует герметичность по всему замкнутому контуру детали. На фигуре 1 приведена принципиальная схема стенки фильтрующего элемента где: 1 - рамка из стали 12Х18Н10Т (конфигурация рамки может быть любая иная); 2 - мембрана из сплава на основе палладия; 3 - промежуточный слой из никеля НП-2. Сварка в инертном газе предохраняет свариваемую поверхность от образования оксидов, повышает качество сварного соединения. Отсутствие в сварном шве хрупких интерметаллидов достигается за счет использования в качестве промежуточного слоя фольги из никеля. Отличительные признаки в совокупности дают возможность получить технический результат изобретения, т.е. обеспечить равнопрочное вакуумно-плотное соединение нержавеющей стали со сплавом палладия.

В качестве примера выбрали сплав палладия с самарием т.к. легирование самарием значительно повысило прочность палладия без снижения пластичности. Пример 1

Производили контактную сварку детали из нержавеющей стали 12Х18Н10Т (рамка фильтрующего элемента) и мембраны из фольги сплава Pd-9 мас.% Sm, без предварительной электрополировки деталей, с протиркой свариваемых поверхностей салфеткой, смоченной в спиртобензиновой смеси. Между свариваемыми деталями не прокладывали промежуточных слоев. Сборку размещали между электродами. Затем пропускали импульсы сварочного тока при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для соединения элементов с перекрытием сварных точек 35% (по аналогии фиг. 1).

Сварной шов не обеспечил качественное соединение, в зоне сварки наблюлось растрескивание металла, отсутствие герметичности в местах перекрытия в связи с повторным плавлением металла и образованием хрупких интерметаллидов. Прочность соединения менее 12-14 кгс/мм^2.

Пример 2

Производили контактную сварку детали из нержавеющей стали 12Х18Н10Т и мембраны из сплава Pd-9Mac.% Sm, включив перед сваркой процессы обезжиривания и активации свариваемых поверхностей электрополировкой. Между свариваемыми деталями не прокладывали промежуточных слоев. Сборку размещали между электродами. Затем пропускали импульсы сварочного тока при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для соединения элементов с перекрытием сварных точек 30% (по аналогии фиг. 1). Результат улучшился, количество трещин в

зоне сварки снизилось. Прочность соединения низкая, менее 16-18 кгс/мм^2, что связано с образованием хрупких интерметаллидов. Для увеличения прочности и повышения качества сварного соединения необходимо использование промежуточного слоя.

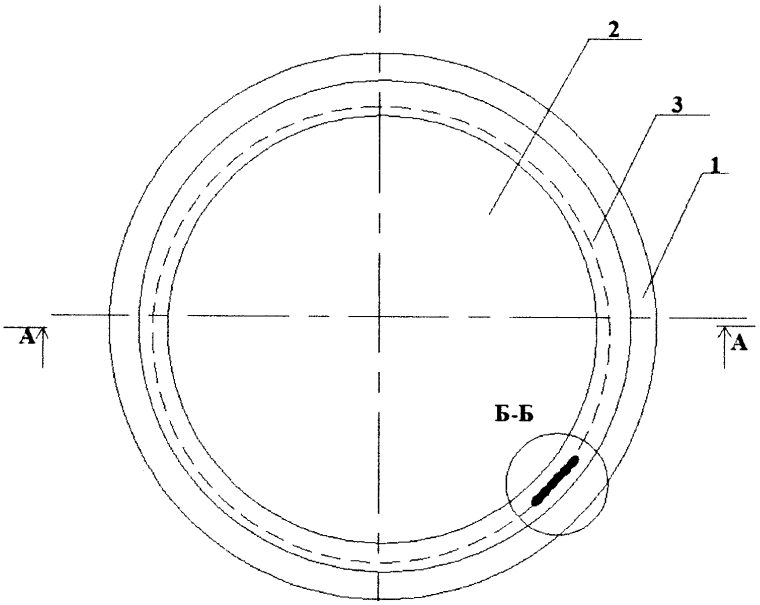
Пример 3

Производили контактную сварку детали из нержавеющей стали 12Х18Н10Т и мембраны из фольги Pd-9Мас.%Sm палладия с предварительной электрополировкой свариваемых поверхностей. Между деталями и на мембрану помещали фольгу никеля толщиной 30 мкм. Далее сборку размещали между электродами и обеспечивали защитную среду в зоне сварки аргоном. Затем пропускали импульсы сварочного тока при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для соединения элементов с перекрытием сварных точек 20-25% (по аналогии с фиг. 1). В результате применения промежуточного слоя из фольги никеля соединение получилось равнопрочным, сравнимым с прочностью сплава, его прочность составила около 42 кгс/мм^2. Прочность сплава Pd-9 мас.% Sm в отожженном состоянии составляет 45 кгс/мм^2. Был получен вакуумно-плотный шов без интерметаллических включений. Эти показатели обеспечивают технический результат изобретения.

(57) Формула изобретения

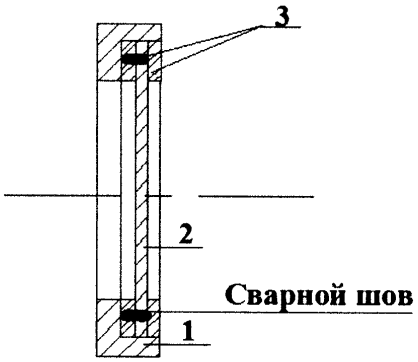
Способ герметизации мембран из сплавов палладия с РЗМ при изготовлении фильтрующих элементов для глубокой очистки водорода, включающий очистку соединяемых поверхностей электрополировкой, сборку пакета, содержащего деталь фильтрующего элемента в виде рамки из нержавеющей стали, промежуточный слой в виде фольги из никеля и мембрану в виде фольги из сплавов палладия с РЗМ, и затем осуществляют герметичную приварку мембраны к рамке, отличающийся тем, что фольгу из никеля при сборке размещают между упомянутыми рамкой и мембраной и дополнительно на мембране из сплава палладия с РЗМ, затем устанавливают полученную сборку между электродами для контактной роликовой сварки и осуществляют герметичную приварку мембраны к рамке в среде защитного газа при пропускании импульсов сварочного тока и приложении давления сжатия, при этом пропускание импульсов сварочного тока осуществляют при постоянно сжатых электродах в течение времени, необходимого для получения перекрытия сварных точек от 20 до 25%.

1



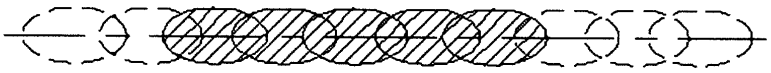
А - А

(1:2,5)



Б-Б

Сварной шов



Фигура 1