# 7月16日汇报PPT

汇报人: 尹冀尧

学号: 2070257





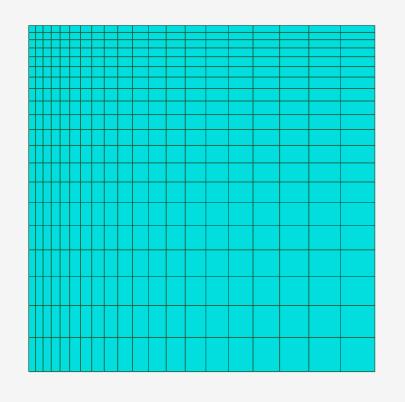


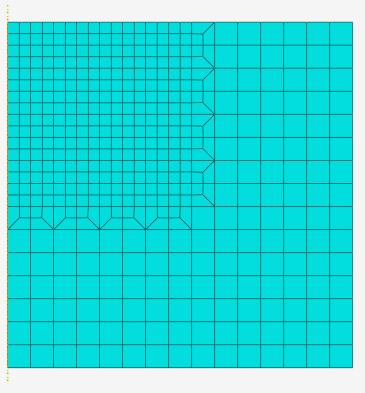
- 1 三种网格划分
- 2 对应的应力场
- 3 充氢实验

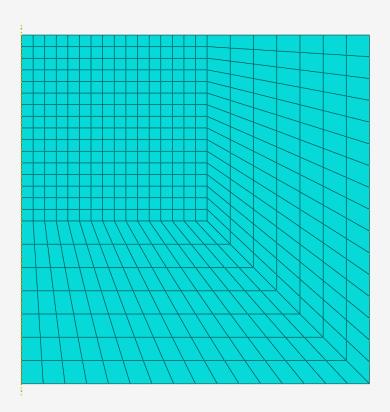
### 1. 三种网格划分











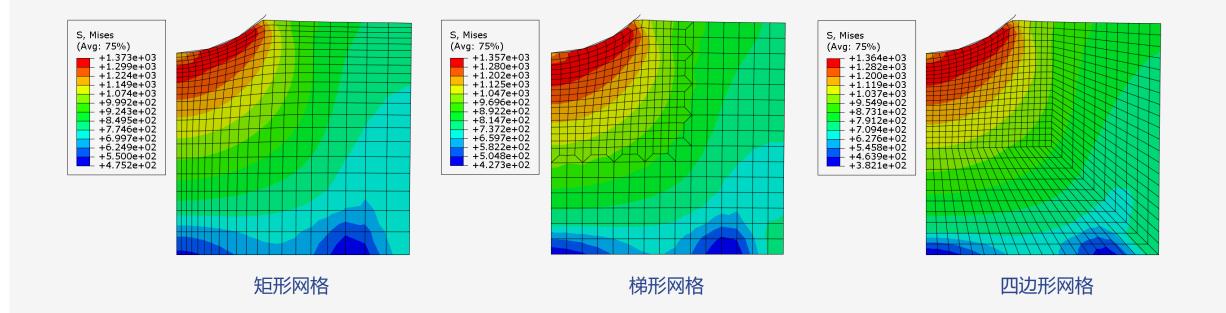
矩形网格

梯形网格

四边形网格

### 2. 对应的应力场(边长15mm,压入2mm)





### 3. 充氢实验



- 阴极:试样(实验前表面需经过砂纸湿磨抛光以改善表面光洁度) 阳极:铂丝(性能稳定,不易发生反应分解)
- 电解充氢时所测出的 $c_0$ 或总氢浓度 $c_H = c_0 + c_t$ 分散性很大,必须取多个试样的平均值。对钢试样,在 $H_2SO_4$ 中充氢容易因阴极腐蚀而发黑,另外容易产生氢鼓泡和裂纹。因此建议用0.2mol/L的NaOH作充氢溶液,<u>可以加0.25g/L的As $_2O_3$ 作毒化剂以增加进入的氢浓度</u>。(可用其他毒化剂替代)
- 关于充氢时间的选择,必须保证氢能到达试样中心(双面充氢),根据公式  $t_c = \frac{B^2}{64D}$  计算最小充氢时间,其中D为扩散系数,单位cm²/s; B为试样厚度,单位cm。 文献中一般为为24h到168h之间,只要充氢电流小于产生氢损伤(如鼓泡、裂纹)的临界电流,则延长充氢时间并没有危害。
- 因为H在钢中扩散速度很快,试样充氢结束0.5 h内要及时进行实验,防止H逸出,确保实验的准确性。(否则需置于液氮中保存)
- <u>随着充氢电流i的升高,进入试样的氢浓度也升高</u>。当c<sub>0</sub>大于临界氢浓度c<sub>c</sub>后在试样表面就出现氢鼓泡和氢致裂纹。
- 可用排油集气法测量试样中的氢浓度,可用FIB-SEM系统上的TOF-SIMS获得氢在试样表面的分布。

### 缺少的仪器和药品





#### 电解充氢阶段:

- 铂丝
- NaOH
- 毒化剂
- 去离子水
- 导线和鳄鱼夹
- 电子秤
- 烧杯

#### 测氢浓度阶段:

- 硅油或石蜡油
- 带刻度的滴定管及支架
- 平板玻璃
- 水槽

## 汇报结束, 谢谢

### 电化学充氢装置



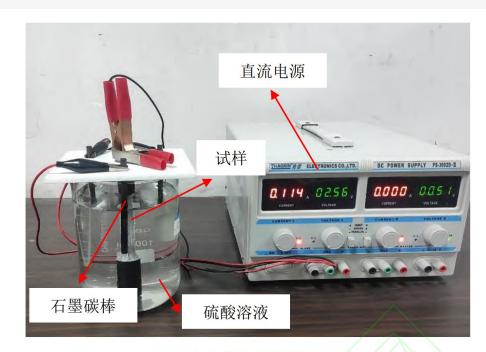


图 3 电化学充氢装置 Fig. 3 Electrochemical hydrogen charging device



图 2 光滑实心圆棒试样 Fig. 2 The smooth solid round bar specimen

#### 3. 充氢实验



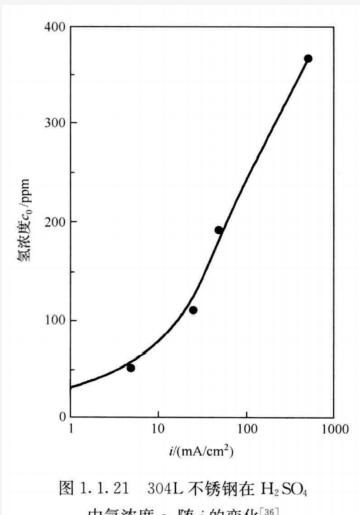
- 阴极: 试样(实验前表面需经过砂纸湿磨抛光以改善表面光洁度) 阳极: 铂丝(性能稳定,不易发生反应分解)
- 电解充氯的排刷出的c。或总载浓度c,=c,+c,分散性很大、必须除多个结构的平均值、对码结构、在H,SO,中充氨容易因用吸增性而发展。 另邻布塞产生整线等限制度。因此推议用O2mo/N的NaOH中充氧语程。可以如O.25g/的As\_O/作者化剂以增加性人的微矩度。(可用 具体单化/附替件)
- 关于充重时间的膨胖。必须原征驾舰到达战样中心(双面充重),根据公式 t<sub>i</sub> = <sup>2</sup>/<sub>14</sub> 计算像小充重时间,其中<u>D为扩散形数</u>。单位cm<sup>2</sup>/s B为战样得意。单位cm<sup>2</sup>、文献中一般为为24的到168h之间,只要无意电流小于产生衰损伤(如散浪、黏纹)的临界电流,别路长充重时间并均容格定。
- 因为H在铜中扩散速度很快,该样充氢结束0.5 h内要及时进行实验,防止H逸出,确保实验的准确性。(否则需置于液氮中保存)
- 随着充氢电流的升高。进入试样的氢浓度也升高。当co大于临界氢浓度c。后在试样表面就出现氢酸泡和氢致裂纹。
- 可用 $\underline{m}$ 油生气法则量试样中的氦浓度,可用FIB-SEM系统上的TOF-SIMS获得 $\underline{a}$ 在试样表面的分布。

[1]褚武炀 乔利杰 李金许. 氨脆和应力腐蚀--基础部分(精)[M]. 科学出版社, 2013.

### 304L不锈钢在 $H_2SO_4$ 中氢浓度随i的变化(含 $As_2O_3$ )







中氢浓度  $c_0$  随 i 的变化 [36]

#### 3. 充氢实验

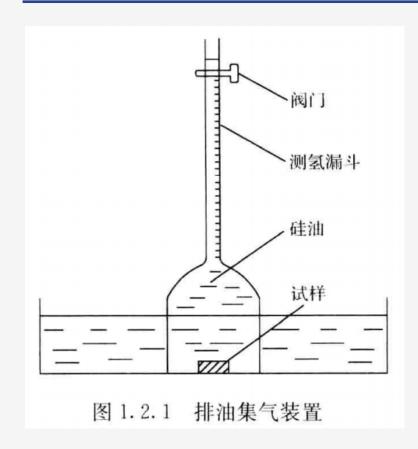


- 阴极: 试样(实验前表面需经过砂纸湿磨抛光以改善表面光洁度) 阳极: 铂丝(性能稳定,不易发生反应分解)
- · 电解充氯时所测出的Co或总氯浓度CH=Co+Ct分散性很大,必须取多个试样的平均值。对钢试样,在H2SO4中充氯容易因阴极腐蚀而发展。 另外容易产生复数泡和裂纹。因此建议用0.2mol/L的NaOH作充氦溶液,可以加0.25g/L的As<sub>2</sub>O<sub>2</sub>作毒化剂以增加进入的氦浓度。(可用
- 关于充氯时间的选择,必须保证氦能到达试样中心(双面充氦),根据公式  $t_c = \frac{s^2}{640}$  计算最小充氮时间,其中 $\frac{D}{s}$ 为扩散系数,单位cm²/s; B为运样厚度,单位cm。 文献中一般为为24h到168h之间,只要充氮电流小于产生氮损伤(如酸泡、裂纹)的临界电流,则延长充氮时
- · 因为H在铜中扩散速度很快,该样充氨结束0.5 h内要及时进行实验,防止H逸出,确保实验的准确性。(否则需置于液氮中保存)
- 随着充氢电流的升高,进入试样的氢浓度也升高。当Co大于临界氢浓度Co后在试样表面就出现氢鼓泡和氢致裂纹。
- 可用排油集气法测量试样中的氦浓度,可用FIB-SEM系统上的TOF-SIMS获得氦在试样表面的分布。

[1]褚武扬 乔利杰 李金许. 医脆和应力腐蚀--基础部分(精)[M]. 科学出版社, 2013.

### 排油集气装置





根据稳态放 $H^2$ 体积V,就可求出室温时扩散出试样的氢浓度 $c_0$ ,称为可扩散氢浓度。如果把测完可扩散氢浓度 $c_0$ 的试样再加热至 $1000^{\circ}C$ ,则可测出氢陷阱中的浓度 $c_t$ 。总浓度 $c_H = c_0 + c_t$ 。

氢扩散模拟中氢浓度用归一化浓度  $\varphi$  来表征。利用排油集气法<sup>[19]</sup>估计了充氢 144h 试样的(氢饱和状态)氢浓度,其数值为 1.86ppm。考虑到试样内部充入的氢不能全部排出,因此近似设充氢时试样边界氢的浓度为 2ppm(>1.86ppm),溶解度设定为 1ppm mm  $N^{-1/2}$  [15]。于是,浓度 c 和归一化浓度  $\varphi$  是相等的。扩散系数 D 参考相关文献[20-23],取  $1 \times 10^{-4}$  mm²/s。



### 车轮钢添加毒化剂与否氢浓度随i的变化





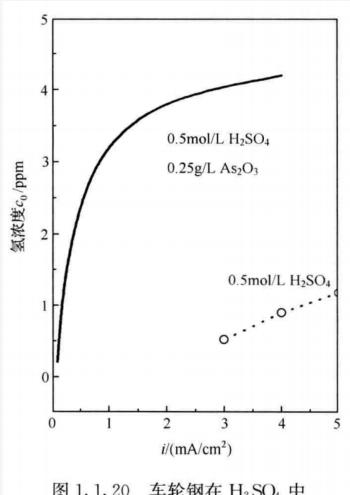


图 1.1.20 车轮钢在  $H_2$   $SO_4$  中可扩散氢浓度  $c_0$  随 i 的变化 [35]

#### 3. 充氢实验



- 阴极: 试样(实验前表面需经过砂纸湿磨抛光以改善表面光洁度) 阳极: 铂丝(性能稳定,不易发生反应分解)
- 电解充塞时所测出的c.或总数次度c,=c,+c,分款性很大、必须收多个结构的平均值、对明结料、在H,SO,中充复各层因用规律性而发展。 另外容置产生截差规模域、因此建议用O,2mo/H,的NaOH件充载密模、可以加0,25g/L的Ast\_O,作者化剂以增加性人的整体度。 同用 被他率从问题中
- 关于充重时间的膨胖。必须原征驾舰到达战样中心(双面充重),根据公式 t<sub>i</sub> = <sup>2</sup>/<sub>14</sub> 计算像小充重时间,其中<u>D为扩散形数</u>。单位cm<sup>2</sup>/s B为战样得意。单位cm<sup>2</sup>、文献中一般为为24的到168h之间,只要无意电流小于产生衰损伤(如散浪、黏纹)的临界电流,别路长充重时间并均容格定。
- 因为H在铜中扩散速度很快, 试样充氢结束0.5 h内要及时进行实验, 防止H逸出, 确保实验的准确性。(否则需置于液氮中保存)
- 随着充氢电流I的升高。进入试样的氢浓度也升高。当co大于临界氢浓度c。后在试样表面就出现氨酸泡和氨致裂纹。
- 可用排油集气法测量试样中的氦浓度,可用FIB-SEM系统上的TOF-SIMS获得氦在试样表面的分布。

[1]褚武扬 乔利杰 李金许. 医脆和应力腐蚀--基础部分(精)[M]. 科学出版社, 2013.

### 充氢后Cr15不锈钢表面氢分布



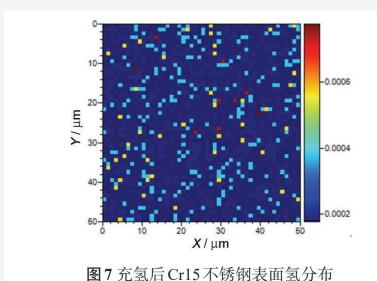


Fig.7 Surface distribution of hydrogen on Cr15 stainless steel after hydrogen charging

利用TOF-SIMS对在20mA/cm<sup>2</sup> 电流密度下充氢24h的Cr15钢试样进行检测,表面氢分布如图7所示。可见,H在试样表面上的分布并不均匀,亮点处代表氢含量分布最多的位置,可以粗略看出亮点大部分分布在晶界位置,晶界可能作为氢陷阱对扩散氢进行捕捉。

#### 3. 充氢实验



- 阴极: 试样(实验前表面需经过砂纸湿磨抛光以改善表面光洁度) 阳极: 铂丝(性能稳定,不易发生反应分解)
- 电解不能取时间出的心或想象发露。==c+c分常性很大、必须数多个战机的干燥器、对钢战机、在450。中与氯异导因用尿腐蚀而发展。 另外容易产生最熟的混凝、因此建议用0.2mo/1.87NaOH作无数语变。可以如0.25g/1.00Ass\_0/中毒化剂以用加供入的整体度。可用 操作率(内附替代)
- · 因为H在钢中扩散速度很快,试样充氢结束0.5 h内要及时进行实验,防止H逸出,确保实验的准确性。(否则需置于液氮中保存)
- 随着充氢电流1的升高,进入试样的氢浓度也升高。当Co大于临界氢浓度C。后在试样表面就出现氨数泡和氢致裂纹
- 可用排油集气法测量试样中的复浓度,可用FIB-SEM系统上的TOF-SIMS获得氢在试样表面的分布。

### 扩散系数DL和溶解度s的测定



#### 一种临氢钢的氢扩散系数测定

赵和明<sup>1</sup>, 王 洪<sup>1</sup>, 张 鲲<sup>2</sup>, 骆晓伟<sup>2</sup>, 胡书春<sup>2</sup>, 陈晓浪<sup>2</sup>, 杜怀明<sup>3</sup> (1 新余钢铁集团有限公司, 江西 新余 338001; 2. 西南交通大学材料科学与工程学院, 四川 成都 610031; 3. 四川理工学院 材料腐蚀与防护四川省重点实验室, 四川 自贡 643000)

滴 要] 研究氢在临氢钢中的扩散行为有助于准确评估该材料在临氢环境中的服役寿命。采用双电解池电化学氢渗透法测试了氢在临氢钢中的扩散系数 D,并利用基于半无限扩散模型的氢渗透修正公式,分析了试样厚度、充氢电流密度和测试温度等因素对氢渗透率测定值的影响规律。结果表明:氢陷阱会降低氢扩散系数,试样厚度对氢扩散系数测量值没有明显影响,充氢电流密度越大,表征氢扩散系数与理论值越接近,氢扩散系数随测试温度升高而增大,D=0.044 5 exp  $\left[-25$  230/(RT)]。

#### 2. 氢在 A 类金属(溶解吸热)中的溶解度

由上述可知,若氢溶解在金属中是吸热反应,即  $\Delta H > 0$ ,则这类金属称为 A 类 金属,如 Fe、Ni、Cu、Al、Mg、Zn、Mo、Pt 等。测量氢在金属中溶解度的方法有很多种,其中之一是利用图 1. 1. 24 的气相充氢装置,在一定的 T 和 p 下测出浓度。早期测出的氢在 A 类金属中的溶解度见表 1. 2.  $2^{[14]}$ 。对 Fe,在  $910^{\circ}$ C 时发生  $\alpha \rightarrow \gamma$  的相变,溶解度有突变,在  $\alpha$ -Fe 中  $\alpha$ -Fe 中  $\alpha$ -Fe 中则为 $\alpha$ -Fe 中则为 $\alpha$ -Fe 中则为 $\alpha$ -Fe 中则为 $\alpha$ -S 转变时  $\alpha$ -Fe 中则为 $\alpha$ -S 转变时  $\alpha$ -Fe 中则为 $\alpha$ -S 转变时。应当指出,每个人测出的溶解度并不相同,温度越低,偏差越大,见图 1. 2.  $\alpha$ -Fe 电据式(1. 2.  $\alpha$ -Fe 中间)

$$lnc_{\rm H} = ln(A\sqrt{p}) - (\Delta H/R)/T$$
 (1. 2. 26)

文献中DL一般介于1·10-3~1·10-6[mm²/s]

氢在奥氏体中溶解度高,扩散系数低, 而在铁素体或马氏体中溶解度低,但扩散系数高

#### 3. 充氢实验



- 阴极: 试样(实验前表面需经过砂纸湿磨抛光以改善表面光洁度) 阳极: 铂丝(性能稳定,不易发生反应分解
- 电解子感谢护纲出的c.或炒整浓度.c.=c=c+c分散性明光、必须除多个成林的干燥器、对钢成体、在4-50、中与氨基甲因即用腐蚀而发展。 另外每基产生重数差和裂歧。因此推议用0.2mo/l.b3NaOH作充图溶液。可以如0.25g/1.0hx-0./作者化用以增加由入的整液度。(可用 排除率化的排除)
- 关于充建时间的现象。必须保证据超速运送样中()(双面充载),根据公式 t;= = <sup>t\*</sup> 计算最小充载时间,其中2分扩散基度。单位cm/s
  股为法样厚度、单位cm, 文献中一般为为24的到168h之间,只要充载电流小于产生重损的(约散想、裂纹)的临界电流,则延长充载时间将投充危险。
- 因为H在铜中扩散速度很快,试样充氩结束0.5 h内要及时进行实验,防止H逸出,确保实验的准确性。(否则需置于液氮中保存)
- 随着充氢电流的升高。进入试样的氢浓度也升高。当Co大于临界氢浓度C。后在试样表面就出现氢数泡和氢致裂纹。
- 可用排油集气法测量试样中的复次度,可用FIB-SEM系统上的TOF-SIMS获得氢在试样表面的分布。

[1]褚武扬 乔利杰 李金许. 氨脆和应力腐蚀--基础部分(精)[M]. 科学出版社, 2013.