

УДК 53.082.6, 53.082.8
EDN: VVUAPO

PACS: 81.05.-u

Определение и сравнение содержания водорода в промышленных графитовых материалах

© Е. П. Пахомов, В. П. Петровский*

*Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, 125412 Россия*** E-mail: b1p2a3@mail.ru**Статья поступила в редакцию 4.04.2026; после доработки 15.04.2026; принята к публикации 06.08.2026
Шифр научной специальности: 1.3.2*

Изучение содержания водорода в графитовых материалах актуально в связи с его возможным влиянием на физико-механические свойства этих конструкционных материалов, работающих при экстремально высоких температурах. Цель работы – прямое измерение содержания водорода в углеродных материалах (образцы до 1,0 г) и разработка простой методики его определения в промышленных графитовых материалах. Содержание водорода в графите, пиролитическом графите и углерод-углеродном композиционном материале (УУКМ) определено с помощью установки, включающей вакуумную камеру, лазер и осушитель газов (силикагель). Установлено, что материалы содержат 3–5 ат. % (0,3–0,45 мас. %) водорода.

Ключевые слова: водород, графит, лазер, силикагель.

DOI: 10.51368/1996-0948-2026-4-83-87

Введение

Графит и углерод-углеродные композиционные материалы широко используются в составе огнеупорных структур [1, 2], конструкций и деталей, устойчивых к воздействию высокотемпературных газовых [3, 4] и плазменных потоков [5, 6, 7].

Проблема изучения содержания водорода в графитовых материалах актуальна в связи с возможным влиянием водорода на физико-механические свойства таких многофункциональных конструкционных материалов, работающих, как правило, в условиях экстремально высоких температур.

В последние годы наибольшее количество работ, посвященных исследованию влияния водорода на свойства графита, имели сугубо практическую направленность, связанную с применением графита для защиты первой стенки термоядерных реакторов [5–8]. В большинстве исследований обычно предполагается, что процесс взаимодействия атомов водорода с графитом является чисто поверх-

ностным и ограниченным областью температур ниже 1500 К, а возможным содержанием водорода в объеме графитовых материалов чаще всего пренебрегают [5].

Задача данной работы – разработка простой методики определения среднего по объему образца содержания водорода в различных промышленных видах графитовых материалов и сравнение полученных результатов.

На начальном этапе работы для определения содержания водорода использовался анализатор элементного состава CHNS «Eurovector» EA-3000, позволяющий определять содержание в материалах азота, углерода, водорода, азота, серы.

Принцип действия анализатора основан на сжигании навески в несколько миллиграмм анализируемого вещества в чистом кислороде.

Было выполнено три серии измерений. Их результаты приведены в таблице 1. Вероятная погрешность результатов около 0,1–0,2 % по данным разработчика анализатора элементного состава CHNS «Eurovector» EA-3000.

Таблица 1

Содержание водорода (мас. %) в образцах разных графитовых материалов по трем сериям измерений

Материал	1-я серия		2-я серия		3-я серия		Средн.
Графит МПГ-7	0,51	0,58	0,39	0,32	0,39	0,33	0,42
Пиролитический графит	0,37	0,41	0,41	0,35	0,36	0,45	0,39
УУКМ	0,46	0,36	0,57	0,51	0,42	0,45	0,46

Как видно, измерения подтвердили наличие водорода в графитовых материалах и дали его среднее содержание около 0,42 мас. % при разбросе значений около 0,1 %. При этом не выявлено значимого изменения содержания водорода в разных материалах. Недостатком выполненных измерений является малая масса исследуемых материалов (несколько мг), что в условиях их значительной пространственной неоднородности (особенно у УУКМ) может вызывать повышенный разброс результатов.

Полученные данные качественно согласуются с результатами аналогичных измерений, выполненными в НИИГрафит [9], где для материала типа УУКМ после пропиток и карбонизации получено значение 1,1 мас. %, а после высокотемпературной обработки (ВТО) 2500 К – 0,3 мас. %.

Цель настоящей работы – прямое измерение содержания водорода в углеродных материалах с массой образцов до 1,0 грамма.

Методика проведения экспериментов

Определение содержания водорода в графитовых материалах заключается в сжигании образца в атмосфере кислорода с последующим определением количества водяного пара в продуктах сгорания.

На рис. 1 представлена схема экспериментальной установки для измерения содержания водорода в углеродных материалах.

Для поглощения пара воды (осушения образовавшейся после сгорания образца в кислороде газовой смеси) использовался силикагель по ГОСТ 3956-76 в виде гранул диаметром 2–4 мм, предварительно прошедший термообработку при температуре 150–200 °С. Силикагель способен при атмосферном давлении осушать разные газы (воздух, кислород, углекислый газ, азот, водород, аргон и др.). Предварительно было проверено, что 1 г си-

ликагеля способен поглотить до насыщения 50–60 мг пара, что время его насыщения на открытом воздухе с влажностью 40 % составляет 4–6 часов, а также что вся специально введенная в рабочую камеру дополнительная вода (5–15 мг) при воспроизведении рабочего цикла давала соответствующее увеличение массы силикагеля.

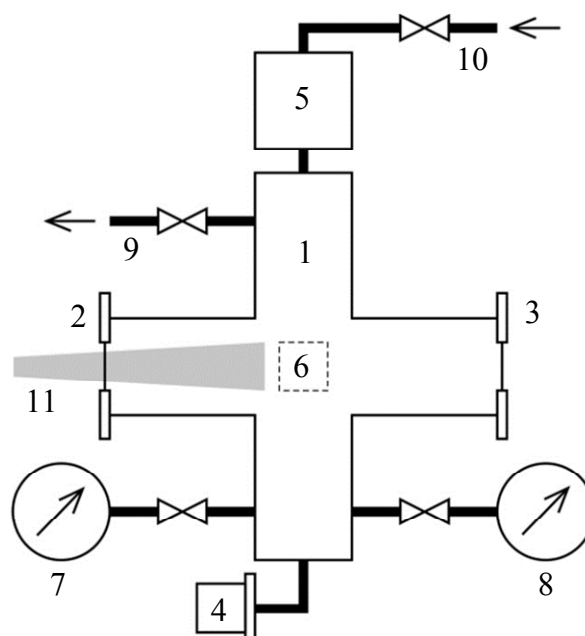


Рис. 1. Схема экспериментальной установки:
1 – вакуумная камера; 2, 3 – оптические окна;
4 – тубус с фланцем для силикагеля; 5 – тубус с фланцем для навески воды; 6 – образец; 7 – вентиль и манометр; 8 – вентиль и вакуумметр; 9 – вентиль для подключения к насосу; 10 – вентиль для подачи кислорода; 11 – лазерное излучение

Последовательность проведения экспериментальных исследований была следующая.

1. Образец графитового материала размером 40×6×2 мм и весом от 0,3 до 1,0 г устанавливался в вакуумной камере.

2. Вакуумная камера из нержавеющей стали объемом около 250 см³ после вакуумирования заполнялась кислородом до давления 0,3–0,7 МПа.

3. Силикагель массой 1–2 г в виде гранул помещался в мешочек из металлической сетки, который располагался в тубусе (диаметром 30 мм и длиной около 50 мм), пристыкованному к вакуумной камере.

4. Процесс сжигания графитового материала обеспечивался воздействием лазерного излучения мощностью 400 Вт в течение 10 секунд.

5. После сгорания части образца (до выжигания кислорода) проводилось осушение камеры в течение требуемого времени (обычно 12–48 часов), после чего давление в камере снижалось до атмосферного. Для каждого значения давления требуемое время осушения должно определяться экспериментально по обеспечению полного поглощения вводимого дополнительно известного количества воды.

6. Камера открывается, быстро извлекается мешочек с силикагелем.

7. Выполняется взвешивание силикагеля каждую минуту в течение 15–30 минут для максимально точного определения исходной массы силикагеля на момент его извлечения

путем экстраполяции получаемой растущей (из-за поглощения пара из воздуха) зависимости массы от времени пребывания на воздухе на время выемки мешочка.

8. Из камеры извлекается и взвешивается остаток частично сгоревшего образца материала.

В получаемые результаты, как показали прямые контрольные измерения, необходимо вводить поправку на поглощение силикагелем влаги из воздуха за время между его первым взвешиванием и установкой в герметичный объем камеры, а затем между выемкой из герметичного объема и взвешиванием. Это время около одной минуты, за которое силикагель набирает около 1 мг влаги из окружающего воздуха помещения (с относительной влажностью около 40 %).

Характерные величины: сгораемая масса углерода – 0,35–0,45 г, увеличение массы силикагеля – 8–13 мг.

Общий вид установки для измерения водорода в графитовых материалах представлен на рис. 2.



а)



б)



в)

Рис. 2. Установка для измерения водорода в графитовых материалах: а) – исходное состояние; б) – момент лазерного поджига; в) – горение образца

Обсуждение результатов

Полученные результаты представлены в таблице 2.

Видно, что содержание водорода в разных образцах, полученных вырезанием из разных мест одного блока материала, существенно разное.

Таблица 2

Результаты измерений содержания водорода в мас. %

Материал	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4	Образец 5	Среднее
МПГ-7	0,32	0,36	0,26	0,31	–	$0,31 \pm 0,03$
УУКМ	0,36	0,45	0,41	0,38	0,38	$0,4 \pm 0,03$

Эти результаты согласуются с ранее полученными и впервые свидетельствуют о возможно большем содержании водорода в УУКМ, проходящем многократную пропитку пеком с последующими карбонизирующими обжигами и, что особенно важно, многократные высокотемпературные графитизирующие обжиги, которые, видимо, способствуют не удалению водорода из материала, а наоборот – насыщению им.

Масс-спектрометрическое исследования состава графитовых материалов, выполненные авторами [10], по нашему мнению, также свидетельствуют о значительном (около 0,5 мас.%) содержании водорода в графите и его наличие в паре в связанном состоянии (в составе углеводородов).

Существенно, что ни разу не было зафиксировано содержание водорода больше 0,51 мас.%.

Заключение

Таким образом, по данным работы [9], измерениям на «Eurovector» ЕС-3000, данным масс-спектроскопии [10] и результатам, полученным в настоящей работе, промышленные графитовые материалы всегда содержат около 3–5 % ат. (0,3–0,45 мас.%) водорода, что очевидно обусловлено технологией их получения (либо при насыщении пеком, либо в атмосфере водорода при газофазном осаждении).

Освоение оперативного мониторинга содержания водорода в промышленных графитовых материалах открывает возможность комплексного исследования влияния данного элемента на физико-механические характеристики материалов, а также на их поведение при высоких температурах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кащеев И. Д., Земляной К. Г., Устьянцев В. М., Поморцев С. А. / Новые огнеупоры. 2015. № 8. С. 8–13.
2. Колесников С. А., Ким Л. В., Воронцов В. А., Проценко А. К., Чеблакова Е. Г. / Новые огнеупоры. 2017. № 8. С. 45–56.
3. Шишков А. А., Панин С. Д., Румянцев Б. В. Рабочие процессы в ракетных двигателях твердого топлива: справочник. – М.: Машиностроение, 1988.
4. Елисеев Ю. С., Крымов В. В., Колесников С. А., Васильев Ю. Н. Неметаллические композиционные материалы в элементах конструкций и производстве авиационных газотурбинных двигателей: учеб. пособие для вузов. – М.: МВТУ им. Н. Э. Баумана, 2007.
5. Денисов Е. А., Компаниец Т. Н. / Журнал технической физики. 2001. Т. 717. Вып. 2. С. 1118–1116.
6. Нечаев Ю. С., Александрова Н. М., Шурыгина Н. А., Чертаева А. О., Денисов Е. А., Костикова Е. К. / Известия РАН. Серия физическая. 2021. Т. 85. № 7. С. 918–926.
<https://doi.org/10.31857/S0367676521070164>.
7. Беграббекова Л. Б., Пунтакова Н. А., Айрапетова А. А., Грунина А. В., Довганюка С. С., Захарова А. М., Саввина Н. О., Грашин С. А. / Поверхность. рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2023. № 12. С. 101–112.
<https://doi.org/10.31857/S1028096023080058>.
8. Федорович С. Д., Карпов А. В., Бубаев В. П., Грашин С. А., Губкин М. К., Слива А. П., Мартыненко Ю. В., Марченков А. Ю., Лукашевский М. В., Заклецкий З. А., Васильев Г. Б., Рогозин К. А., В. Чан Куанг / Физика плазмы. 2021. Т. 47. Вып. 4. С. 316.
<https://doi.org/10.31857/S0367292121030069>
9. Колесников С. А., Антанович А. А., Максимова Д. С., Чеблакова Е. Г. Изостатические технологии в изготовлении углерод-углеродных композиционных материалов / «НИИ конструкционных материалов на основе графита – 60 лет»: сборник статей. – М.: Научные технологии, 2020. ISBN 978-54443-0220-0.
10. Frolov A., Sheindlin M. / Carbon. 2022. Vol. 196. P. 474–482.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2022.03.078>

PACS: 81.05.-u

Determination and comparison of hydrogen content in industrial graphite materials

E. P. Pakhomov and V. P. Petrovskiy*

Joint Institute for High Temperatures of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 125412 Russia

*E-mail: b1p2a3@mail.ru

Received 4.04.2026; revised 15.04.2026; accepted 06.08.2026

The study of hydrogen content in graphite materials is relevant due to its potential impact on the physical and mechanical properties of these structural materials operating at extremely

high temperatures. The objective of this study was to directly measure hydrogen content in carbon materials (samples up to 1.0 g) and develop a simple method for its determination in industrial graphite materials. The hydrogen content in graphite, pyrolytic graphite, and carbon-carbon composite material (CCCM) was determined using a setup including a vacuum chamber, laser, and gas dehydrator (silica gel). It was found that the materials contain 3–5 at.% (0.3–0.45 wt.%) hydrogen.

Keywords: hydrogen, graphite, laser, silica gel.

REFERENCES

1. Kashcheev I. D., Zemlyanoi K. G., Ustyantsev V. M., and Pomortsev S. A., New refractories, № 8, 8–13 (2015).
2. Kolesnikov S. A., Kim L. V., Vorontsov V. A., Protsenko A. K., and Cheblakova E. G., New refractories, № 8, 45–56 (2017).
3. Shishkov A. A., Panin S. D., and Rumyantsev B. V. Working Processes in Solid-Fuel Rocket Engines: Handbook. Moscow: Mechanical Engineering, 1988.
4. Yeliseyev Yu. S., Krymov V. V., Kolesnikov S. A., and Vasilyev Yu. N. Nonmetallic composite materials in structural elements and the production of aircraft gas-turbine engines: textbook for universities. Moscow: Bauman Moscow State Technical University, 2007.
5. Denisov E. A. and Kompaniets T. N., Journal of Technical Physics **717** (2), 1118–116 (2001).
6. Nechaev Yu. S., Aleksandrova N. M., Shurygina N. A., Cheretaeva A. O., Denisov E. A., and Kostikova E. K., Izvestiya RAN. Series physical **85** (7), 918–926 (2021). <https://doi.org/10.31857/S0367676521070164>.
7. Begrambekova L. B., Puntakova N. A., Airapetova A. A., Grunina A. V., Dovganyuk S. S., Zakharova A. M., Savvina N. O., and Grashin S. A., Surface. X-ray, synchrotron and neutron studies, № 12, 101–112 (2023). <https://doi.org/10.31857/S1028096023080058>.
8. Fedorovich S. D., Karpov A. V., Bubaev V. P., Grashin S. A., Gubkin M. K., Sliva A. P., Martynenko Yu. V., Marchenkov A. Yu., Lukashevsky M. V., Zakletsky Z. A., Vasiliev G. B., Rogozin K. A., and V. Chan Kuang, Plasma Physics **47** (4), 316 (2021). <https://doi.org/10.31857/S0367292121030069>.
9. Kolesnikov S. A., Antanovich A. A., Maksimova D. S., Cheblyakova E. G. Isostatic Technologies in the Production of Carbon-Carbon Composite Materials. "Research Institute of Graphite-Based Structural Materials – 60 Years". Collection of Articles. Moscow: Scientific Technologies, 2020. ISBN 978-54443-0220-0.
10. Frolov A. and Sheindlin M., Carbon **196**, 474–482 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2022.03.078>

Об авторах

Пахомов Евгений Пантелеевич, д.т.н., профессор, ведущий научный сотрудник, Объединенный институт высоких температур РАН (125412, Россия, Москва, ул. Ижорская, 13, стр. 2). E-mail: evg-pakhomov@yandex.ru SPIN-код: 9153-6091, AuthorID: 18282

Петровский Виктор Павлович, д.т.н., старший научный сотрудник, заведующий лабораторией, Объединенный институт высоких температур РАН (125412, Россия, Москва, ул. Ижорская, 13, стр. 2). E-mail: b1p2a3@mail.ru SPIN-код: 8097-8642, AuthorID: 10769