

РАЗРАБОТКА МЕТОДА СОЗДАНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ (Н) ДЛЯ КАЛИБРОВКИ ОПТИКО-ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Прямушко Т. С., Кудияров В. Н., Лаптев Р. С., Бабикина М. Н.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск

Введение. В последнее время одно из ведущих мест среди перспективных направлений исследований занимает вопрос о разработке альтернативного источника энергии, который будет не только высокоэффективным и экологически чистым, но и ресурсоэффективным [1–2]. Одним из наиболее перспективных источников энергии является водород, при этом вопрос о его безопасном хранении до сих пор остаётся открытым. Для решения данной проблемы проводится множество работ по исследованию материалов-накопителей водорода, которые сопровождаются измерением концентраций водорода в образце, а также получению профилей распределения водорода в объеме образца.

К сожалению, определение концентрации водорода является довольно сложной задачей, поскольку большинство аналитических методик не чувствительны к водороду. Для определения количественного послойного элементного состава в последнее время широко используется метод оптической эмиссионной спектроскопии плазмы тлеющего разряда (GD-OES) [3–4], имеющий высокую аналитическую точность и высокую скорость сканирования (до 9 мкм/мин) [5]. Проведение количественного анализа содержания водорода возможно при наличии аттестованных стандартных образцов, которые отвечали бы требованиям по форме и геометрическому размеру. Кроме того, содержание водорода в таких образцах должно варьироваться в широком диапазоне, однако в современных образцах оно составляет, как правило, 25 ppm [6].

В связи с этим возникает необходимость в создании калибровочных образцов по водороду различных геометрических размеров в широком диапазоне концентраций. В настоящей работе рассмотрена методика подготовки калибровочных образцов по водороду различной формы для оптической эмиссионной спектроскопии плазмы тлеющего разряда.

Материалы и методы.

Разработка стандартных образцов по водороду для оптической эмиссионной спектроскопии плазмы тлеющего разряда осуществлялась на титановом сплаве ВТ1-0. Было подготовлено 5 образцов цилиндрической формы диаметром 10 мм и высотой 10 мм.

Перед насыщением проводилась шлифовка и полировка поверхности образцов. В целях удаления дефектов и снятия внутренних напряжений проводился отжиг, температура отжига $T=800$ °С, время $t=60$ мин. Насыщение проводилось из газовой среды с использованием автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LBP [7]. Параметры насыщения и конечные концентрации водорода в образцах представлены в таблице 1. Главной задачей являлась подборка параметров насыщения для создания образцов с равномерным распределением водорода по всему объему.

Затем проводилось исследование распределения элементов, в частности водорода, в образцах при помощи оптического эмиссионного спектрометра плазмы тлеющего разряда (GD-OES) Profiler-2 фирмы Horiba. Распыление проводилось при давлении 700 Па и мощности разряда 40 Вт. Распыление проводилось с двух сторон для определения равномерности распределения водорода в образце с обеих сторон. Непосредственно перед распылением проводилась плазменная очистка поверхности в течение 30 секунд при давлении 650 Па и мощности разряда 5 Вт.

Таблица 1. Параметры насыщения образцов водородом

Режим	Параметры насыщения
1	T=800 °C, p=0,05 атм, C=0,41 масс.%, 4,5 ч
2	T=800 °C, p=0,1 атм, C=0,43 масс.%, 5 ч
3	T=800 °C, p=0,6 атм, C=0,99 масс.%, 2 ч
4	T=800 °C, p=0,6 атм, C=1,14 масс.%, 1 ч
5	T=800 °C, p=0,6 атм, C=1,39 масс.%, 1 ч

Результаты и обсуждение.

Насыщение образцов в первом и втором режимах проводилось длительное время ($\approx 4,5$ -5 часа), что может быть связано с низким давлением в реакционной камере. В результате концентрации водорода в данных образцах составила $C_1=0,41$ масс.% и $C_2=0,43$ масс.%.

При насыщении в режиме 3 образец насытился до необходимой концентрации $C=0,91$ масс.% за 2 часа. Увеличение скорости сорбции водорода в данном случае можно связать с увеличением давления в реакционной камере. Конечная концентрация водорода в образце – $C_3=0,99$ масс.%.

Наводороживание образца до концентрации $C=0,91$ масс.% в четвертом режиме произошло за 1 час. Конечная концентрация водорода составила $C_4=1,14$ масс.%. Насыщение образца в режиме 5 до концентрации $C=0,91$ масс.% проводилось в течение 1 часа. Конечная концентрация образца составляет $C_5=1,39$ масс.%.

Стандартные образцы должны быть однородными, то есть иметь равномерное распределение элементов по всему объему. Исходя из этого, первым этапом исследования образцов является определение равномерности распределения водорода. На рисунке 1 представлены профили распределения водорода в образцах с различными концентрациями.

Как видно из графиков, линии водорода для образцов с концентрацией $C_1=0,41$ и $C_2=0,43$ масс. % имеет одинаковую форму. При распылении поверхности в течение 5 секунд наблюдается явно выраженный пик ($0,25$ - $0,30$ В), который связан с накоплением водорода преимущественно у поверхности. Затем происходит резкий спад интенсивности до $0,03$ В и ее выравнивание при значении $0,05$ В (рисунок 1). При этом значения интенсивности с первой и второй сторон отличаются друг от друга.

Для образца с концентрацией $C_3=0,99$ масс. % в первые 5 секунд распыления так же наблюдается явно выраженный пик интенсивности ($0,30$ - $0,35$ В), затем интенсивность спадает и выходит на постоянный уровень $\approx 0,10$ В. В данном случае при распылении образца с обеих сторон в течение 45 секунд не наблюдается изменений в профиле распределения водорода, из чего можно предположить, что водород в данном образце имеет равномерное распределение.

При повышении концентрации водорода до $C_4=1,14$ масс. % профиль распределения водорода в образце имеет значительные изменения относительно образцов с малыми концентрациями (рисунок 1). В данном случае при распылении не наблюдается резких изменений интенсивности линии водорода. После 5 секунд распыления интенсивность резко возрастает (до $\approx 0,35$ В), затем линия выходит на насыщение. Следует отметить, что при измерении стороны 1 значительного уменьшения линии интенсивности с течением времени не наблюдается. Однако, для стороны 2 наблюдается постепенное уменьшение интенсивности после 10 секунд распыления до $\approx 0,27$ В, что свидетельствует о неравномерном распределении водорода в данном образце.

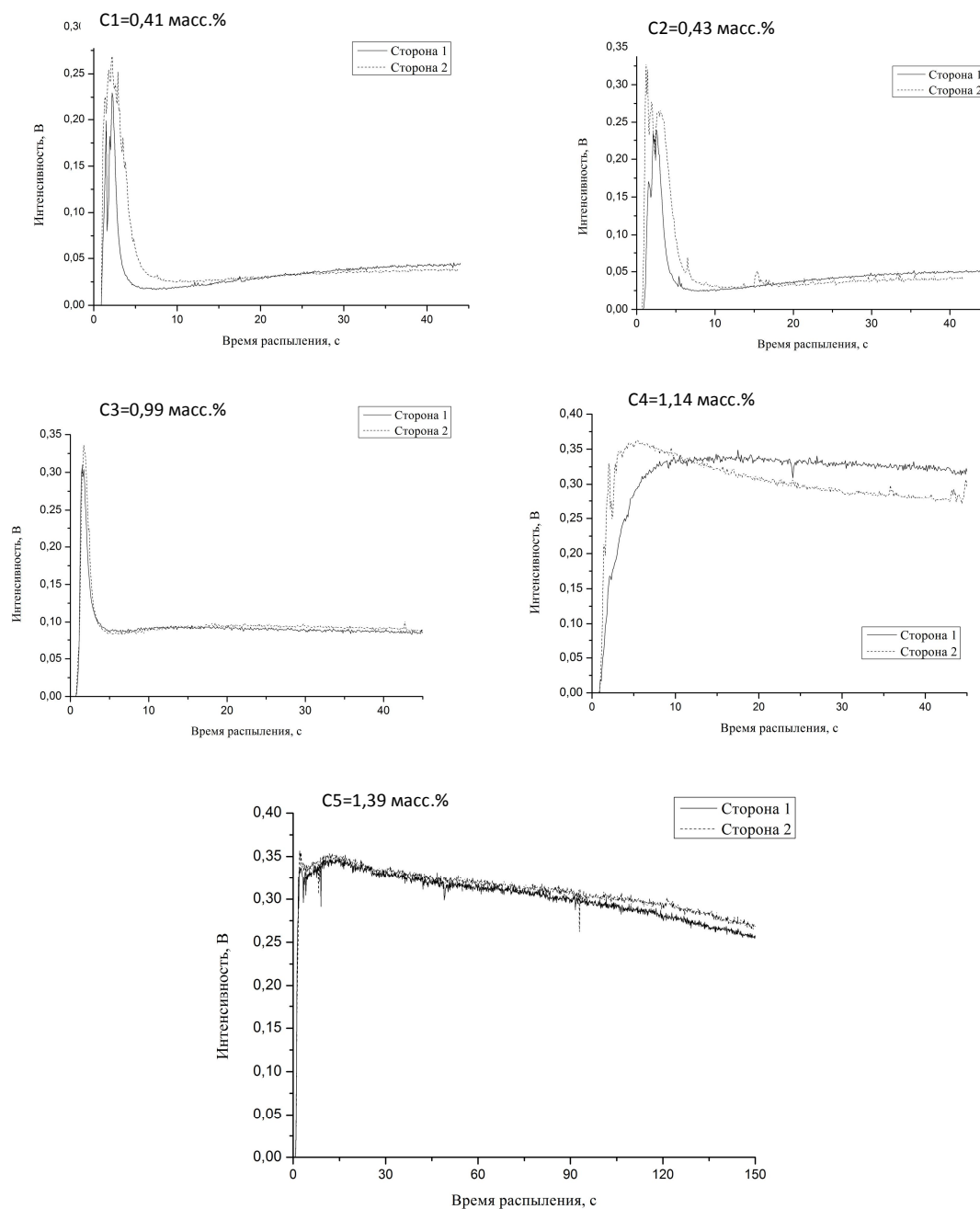


Рис.1. профили распределения интенсивности выхода водорода для образцов с различными концентрациями

Для того чтобы проверить предположение о неравномерном распределении водорода вглубь материала, образец с наибольшей концентрацией ($C_5=1,39$ масс. %) был распылен в течение 150 секунд (рисунок 1). В данном случае также наблюдается резкое возрастание интенсивности линии водорода в течение 5 секунд распыления до 0,35 В. Затем происходит постепенное снижение интенсивности, и при распылении в течение 150 секунд значение интенсивности уменьшается до $\approx 0,27$ В. Линии интенсивности для обеих сторон не отличаются друг от друга. Глубина кратера после распыления поверхности не превышает 50 мкм.

При анализе профилей распределения водорода в образцах было установлено, что с увеличением времени наводороживания линии распределения водорода имеют более равномерный характер.

Заключение. В ходе данного исследования было установлено, что для насыщения водородом образцов технически чистого титанового сплава VT1-0 толщиной 10 мм необходимо осуществление наводороживания при давлениях не ниже 0,6 атм. По результатам, полученным на спектрометре плазмы тлеющего разряда, показано, что после наводороживания образцов в данных режимах приводит к неравномерному распределению водорода по объему материала. При этом увеличение времени насыщения, увеличивается равномерность распределения водорода по объему образца. Для установления влияния давления в реакционной камере и толщины образца на равномерность распределения водорода необходимо проведение дополнительных исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. <http://www.o8ode.ru>
2. Широких Е. И. Концепция алюмоводородной энергетики // Вест. Ижев. гос. с.-х. акад. – 2008. – № 3 (17). – С. 68-76.
3. Шапон П. Определение общего содержания элементов и анализ слоев с помощью оптической спектроскопии высокочастотного тлеющего разряда. // Аналитика и контроль. - 2007 - Т. 11. – № 1. - С. 46-51.
4. Пупышев А. А. Тлеющий разряд по Гримму. Физические основы, исследование. // Аналитика и контроль. - 2007. - Т. 11. – № 2 - 3. - С. 74-130.
5. Nakamura H. Measurement of deuterium and helium by glow-discharge optical emission spectroscopy for plasma-surface interaction studies // Fusion Engineering and Design. 2012. V. 87. – № 7–8. P. 1091-1094.
6. Пушилина Н.С., Кудияров В.Н., Николаева А.Н. Разработка методики подготовки калибровочных образцов по водороду для оптической эмиссионной спектрометрии плазмы тлеющего разряда // Известия высших учебных заведений. – 2014.
7. Kudiiarov V.N., Gulidova L.V., Pushilina N.S., Lider A.M. Application of automated complex Gas Reaction Controller for hydrogen storage materials investigation // Adv. Mater. Res. – 2013. – Т. 740. – P. 690-693.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ВЕНТИЛЬНЫХ И АСИНХРОННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ

Сафонов В. В.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск

В настоящее время вентильные двигатели (ВД), которые находят все более широкое применение в различных областях современной техники благодаря своей надежности, обусловленной отсутствием скользящих электрических контактов и хорошим регулировочным характеристикам, не уступающим характеристикам традиционных электрических машин, однако в настоящее время асинхронные двигатели также имеют хорошие показатели. Но не смотря на это в космической, авиационной, нефтяной и газовой отрасли необходимо использование вентильных двигателей.

Цель работы – провести сравнительный анализ характеристик вентильных и асинхронных двигателей разных мощностей для космической и авиационной техники,