

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

Физико-технический институт  
Направление подготовки - физика  
Кафедра общей физики

**БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

| Тема работы  |
|--|
| <b>Разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO</b> |

УДК 661.93.07.012.08

Студент

| Группа | ФИО                       | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| ОБЗ1   | Бабихина Мария Николаевна |         |      |

Руководитель

| Должность | ФИО                        | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------------------|---------------------------|---------|------|
| Ассистент | Кудияров Виктор Николаевич |                           |         |      |

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

| Должность | ФИО                               | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|-----------|-----------------------------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент    | Меньшикова Екатерина Валентиновна | Кандидат философских наук |         |      |

По разделу «Социальная ответственность»

| Должность | ФИО                        | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------------------|---------------------------|---------|------|
| Профессор | Федорчук Юрий Митрофанович | д.т.н.                    |         |      |

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

| Зав. кафедрой              | ФИО                   | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|----------------------------|-----------------------|---------------------------|---------|------|
| Зав. кафедрой общей физики | Лидер Андрей Маркович | к.ф.-м.н.                 |         |      |

## Запланированные результаты

| Код результата                                    | Результат обучения<br>(компетенции выпускника)   | Требования ФГОС,<br>критериев и/или<br>заинтересованных сторон  |
|---|--|---|
| <i>Общекультурные (универсальные) компетенции</i> |  |   |
| P1  | Способен самостоятельно приобретать новые знания, использовать современные образовательные и информационные технологии, совершенствовать и развивать свой профессиональный уровень, поддерживать здоровый образ жизни  | Требования ФГОС (ОК-1, ОК-2, ОК-7, ОК-8, ОК-11, ОК-19) [2],<br>Критерий 5 АИОР (п. 1.1, 2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>                   |
| P2  | Способен к поиску, обработке и интерпретации с использованием современных информационных технологий данных, необходимых для формирования суждений по соответствующим социальным, научным и этическим проблемам как в коллективе, так и индивидуально (на родном и иностранном языке)         | Требования ФГОС (ОК-3, ОК-4, ОК-8, ОК-14, ОК-15, ПК-10, ПК-12, ПК-13,),<br>Критерий 5 АИОР (пп. 2.1, 2.2, 2.3), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i> |
| P3  | Способен критически переосмысливать свой накопленный социальный и профессиональный опыт, изменять при необходимости профиль своей профессиональной деятельности, следовать этическим и правовым нормам и нести ответственность за последствия своей инженерной деятельности                  | Требования ФГОС (ОК-5, ОК-6, ОК-7, ОК-9, ОК-10, ПК-5, ПК-18), Критерий 5 АИОР (пп. 2.4, 2.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>                   |
| <i>Профессиональные компетенции</i>               |  |   |
| P4  | Способен к овладению и применению базовых знаний в области естественных наук и математики для решения профессиональных задач, к усвоению основных педагогических моделей, форм и приемов педагогического воздействия на личность; закономерностей педагогического мастерства                 | Требования ФГОС (ОК-1, ОК-9, ОК-10, ОК-11, ПК-1, ПК-2, ПК-10), Критерий 5 АИОР (п. 1.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>                        |
| P5  | Способен применить в проектах по тематике, заданной заинтересованными организациями, экспериментальные методы исследования конденсированного состояния вещества, методы анализа поверхности твердых тел и тонких пленок  | Требования ФГОС (ОК-12, ПК-3, ПК-4, ПК-6, ПК-14), Критерий 5 АИОР (п. 1.1, 1.4, 2.2, 2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>                      |
| P6  | Способен применить в проектах по тематике, заданной заинтересованными организациями, современную электронику в электрофизических и плазменных установках, а также учесть взаимодействие излучения и плазмы с веществом, современные достижения водородной энергетики и плазменных технологий | Требования ФГОС (ОК-10, ОК-11, ПК-1, ПК-2), Критерий 5 АИОР (п. 1.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>   |
| P7  | Способен применить в проектах по тематике, заданной заинтересованными организациями, базовые естественнонаучные и математические знания при получении и исследовании наноматериалов  | Требования ФГОС (ОК-12, ПК-3, ПК-4, ПК-6, ПК-14), Критерий 5 АИОР (п. 1.1, 1.4, 2.2, 2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>                      |
| P8  | Способен понимать сущность и значение информации в развитии современного информационного общества, к применению на практике полученных знаний при обработке, анализе и синтезе полученных физических данных в соответствии с профилем профессиональной                                       | Требования ФГОС (ОК-12, ОК-16, ОК-21, ПК-1, ПК-2, , ПК-5, ПК-6, ПК-7), Критерий 5 АИОР (п. 1.1), согласованный с требованиями   |

|     |  |  |
|-----|--|--|
|     | деятельности   | международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>   |
| P9  | Способен понимать и использовать на практике теоретические основы планирования и организации физических исследований, представлять результаты и применять на практике методы управления в сфере природопользования                   | Требования ФГОС (ОК-12, ПК-3, ПК-4, ПК-6, ПК-7, ПК-8, ПК-9, ПК-14), Критерий 5 АИОР (п. 1.1, 1.4, 2.2, 2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i> |
| P10 | Способен формировать суждения о значении и последствиях своей профессиональной деятельности с учетом социальных, правовых, этических и природоохранных аспектов, при необходимости применить ресурсо- и энергосберегающие технологии | Требования ФГОС (ОК-10, ОК-11, ПК-1, ПК-2, ПК-7, ПК-9), Критерий 5 АИОР (п. 1.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EUR-ACE</i> и <i>FEANI</i>                            |

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
 федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
 высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Физико-технический институт  
 Направление подготовки (специальность) - физика  
 Кафедра общей физики

УТВЕРЖДАЮ:  
 Зав. кафедрой  
 \_\_\_\_\_ Лидер А.М.  
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

**ЗАДАНИЕ**  
**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

|                     |
|---------------------|
| Бакалаврской работы |
|---------------------|

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

| Группа | ФИО                       |
|--------|---------------------------|
| 0БЗ1   | Бабихина Мария Николаевна |

Тема работы:

|   |
|---|
| Разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO |
| Утверждена приказом директора (дата, номер)   |

|  |  |
|--|--|
| Срок сдачи студентом выполненной работы: |  |
|--|--|

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

|  |  |
|--|--|
| <p><b>Исходные данные к работе</b><br/> <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>        | <p>Титановый сплав ВТ1-0, условия насыщения водородом из газовой среды с последующим гомогенизирующим отжигом в среде инертного газа, вакуумная установка «Радуга-спектр», автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller LPB фирмы Advanced Material Corporation, анализатор водорода RHEN602 фирмы LECO.</p>  |
| <p><b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b><br/> <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p> | <ul style="list-style-type: none"> <li>– Обзор литературных источников;</li> <li>– Подготовка калибровочных образцов в диапазоне концентраций (0,15 ÷ 4) масс.% водорода;</li> <li>– Выбор оптимальных параметров при измерении высоких концентраций водорода;</li> <li>– Построение калибровочной зависимости на основе серий измерений концентрации</li> </ul> |

|  |  |
|--|--|
|  | <p>водорода в калибровочных образцах;</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Оценка достоверности и погрешности разработанной методики измерения высоких концентраций водорода;</li> <li>– Анализ полученных результатов;</li> <li>– Социальная ответственность;</li> <li>– Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение;</li> <li>– Заключение.</li> </ul> |
|--|--|

**Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы**

| Раздел  | Консультант   |
|---|---|
| Социальная ответственность                                      | Федорчук Юрий Митрофанович, профессор ЭБЖ ИНК                               |
| Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение | Меньшикова Екатерина Валентиновна, доцент МЕН ИСГТ                          |
| Иностранный язык  | Кабрышева Оксана Павловна, старший преподаватель кафедры иностранных языков |

**Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:**

Глава 2. Материалы и методы исследования

|   |  |
|---|--|
| <b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b> |  |
|---|--|

**Задание выдал руководитель:**

| Должность        | ФИО                        | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------------|----------------------------|------------------------|---------|------|
| Ассистент ОФ ФТИ | Кудияров Виктор Николаевич |                        |         |      |

**Задание принял к исполнению студент:**

| Группа | ФИО                       | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| ОБЗ1   | Бабихина Мария Николаевна |         |      |

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА  
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И  
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

|               |                           |
|---------------|---------------------------|
| <b>Группа</b> | <b>ФИО</b>                |
| 0Б31          | Бабихина Мария Николаевна |

|                            |                           |                                  |                     |
|----------------------------|---------------------------|----------------------------------|---------------------|
| <b>Институт</b>            | <b>Физико-технический</b> | <b>Кафедра</b>                   | <b>Общей физики</b> |
| <b>Уровень образования</b> | <b>Бакалавр</b>           | <b>Направление/специальность</b> | 03.03.02 Физика     |

**Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:**

|   |   |
|---|---|
| 1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i> | <i>Амортизационные отчисления – 58 333 руб., стоимость потребления электроэнергии – 34 043,68 руб., заработная плата – 76 443,19 руб. и отчисления на социальные нужды – 20 716,11 руб.</i> |
| 2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>   | <i>Нормы амортизации – 20%, нормы премии по счету заработной платы – 0,3; коэффициент доплат и надбавок – 0,2; районный коэффициент – 1,3; коэффициент дополнительной зарплаты – 12%</i>    |
| 3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>                                  | <i>Отчисления во внебюджетные фонды – 27,1%</i>   |

**Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:**

|   |   |
|---|---|
| 1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i> | <i>Потенциальные потребители результатов исследования Разработка анализа конкурентоспособности Выполнение SWOT-анализа проекта.</i> |
| 2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>  | <i>Составление календарного плана проекта. Определение бюджета НИ</i>   |
| 3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>        | <i>Проведение оценки ресурсной и финансовой эффективности исследования.</i>   |

**Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):**

- Оценка конкурентоспособности технических решений*
- Матрица SWOT*
- Альтернативы проведения НИ*
- График проведения и бюджет НИ*
- Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ*

**Дата выдачи задания для раздела по линейному графику**

**Задание выдал консультант:**

|                  |                                   |                               |                |             |
|------------------|-----------------------------------|-------------------------------|----------------|-------------|
| <b>Должность</b> | <b>ФИО</b>                        | <b>Ученая степень, звание</b> | <b>Подпись</b> | <b>Дата</b> |
| Доцент           | Меньшикова Екатерина Валентиновна | Кандидат философских наук     |                |             |

**Задание принял к исполнению студент:**

|               |                           |                |             |
|---------------|---------------------------|----------------|-------------|
| <b>Группа</b> | <b>ФИО</b>                | <b>Подпись</b> | <b>Дата</b> |
| 0Б31          | Бабихина Мария Николаевна |                |             |

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА  
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

|               |                           |
|---------------|---------------------------|
| <b>Группа</b> | <b>ФИО</b>                |
| ОБ31          | Бабихина Мария Николаевна |

|                            |                           |                                  |                        |
|----------------------------|---------------------------|----------------------------------|------------------------|
| <b>Институт</b>            | <b>Физико-технический</b> | <b>Кафедра</b>                   | <b>Общей физики</b>    |
| <b>Уровень образования</b> | <b>Бакалавр</b>           | <b>Направление/специальность</b> | <b>03.03.02 Физика</b> |

**Тема дипломной работы: Разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO.**

| <b>Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:</b>  |   |
|---|---|
| <p><i>1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения)</li> <li>– опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы)</li> <li>– негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу)</li> <li>– чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)</li> </ul> | <p>1. При работе на анализаторе RHEN602 фирмы LECO на работников возможно воздействие следующих вредных факторов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Микроклимат;</li> <li>- ПЭВМ.</li> </ul> <p>А также опасных факторов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Электрическое напряжение;</li> <li>- Воздействие высокой температуры;</li> <li>- Эксплуатация газовых баллонов (аргон), работающих под давлением.</li> </ul> <p>2. При неисправности в работе анализатора RHEN602 фирмы LECO возможна утечка газа, возгорание, поражения электрическим током.</p>   |
| <p><i>2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме</i></p>  | <p>По данной теме рассматриваются законодательный и нормативные документы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- инструкция №18.16.24 по охране труда при выполнении работ на анализаторе водорода RHEN602;</li> <li>- инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;</li> <li>- инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.</li> </ul> <p>Документы по воздействию ПЭВМ:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;</li> <li>- СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организация работы;</li> <li>- ГОСТ Р 50948-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Общие эргономические требования и требования безопасности;</li> <li>- ГОСТ Р 50949-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Методы измерений и оценки эргономических параметров и параметров безопасности;</li> <li>- ГОСТ Р 50923-96. Рабочее место оператора. Общие эргономические</li> </ul> |

|   |   |
|---|---|
|   | <p>требования и требования к производственной среде. Методы измерения.</p> <p>Микроклимат:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- ГОСТ 30494-96 Здания жилые и общественные помещения. Параметры микроклимата в помещении;</li> <li>- ГОСТ 12.1.005 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;</li> <li>- СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.</li> </ul>  |
| <b>Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:</b>   |   |
| <p><i>1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой;</li> <li>– действие фактора на организм человека;</li> <li>– приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);</li> <li>– предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)</li> </ul> | <p>1. Характеристика факторов изучаемой производственной среды, описывающих процесс взаимодействия человека с окружающей производственной средой:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Воздействие электрического напряжения на организм человека;</li> <li>– Воздействие высокой температуры на организм человека;</li> <li>– Воздействие химических веществ на дыхательные пути и организм человека в целом;</li> <li>– Утечка газа из баллона;</li> <li>– Микроклимат.</li> </ul>  |
| <p><i>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой произведённой среды в следующей последовательности</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– механические опасности (источники, средства защиты);</li> <li>– термические опасности (источники, средства защиты);</li> <li>– электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты);</li> <li>– пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)</li> </ul>                                | <p>2. Анализ опасных факторов проектируемой производственной среды:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– электробезопасность (непосредственное питание установки от сети постоянного тока 220 В; средства защиты, предусмотренные конструкцией установки, соблюдение правил и инструкций по электробезопасности при работе);</li> <li>– термическая опасность (печь нагрева образцов; защита специальной конструкцией установки, изолирующие слои, соблюдение правил безопасности и эксплуатации установки);</li> <li>– пожаровзрывобезопасность (баллоны с газом; соблюдение правил безопасности и эксплуатации установки).</li> </ul> |
| <p><i>3. Охрана окружающей среды:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– защита селитебной зоны</li> <li>– анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы);</li> <li>– анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы);</li> <li>– анализ воздействия объекта на литосферу (отходы);</li> <li>– разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.</li> </ul>   | <p>3. Факторы рабочего места, влияющие на окружающую среду:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Выброс в атмосферу рабочего газа;</li> <li>– Выброс в атмосферу химических веществ;</li> </ul>   |
| <p><i>4. Защита в чрезвычайных ситуациях:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– перечень возможных ЧС на объекте;</li> <li>– выбор наиболее типичной ЧС;</li> <li>– разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</li> <li>– разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС;</li> <li>– разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий</li> </ul>  | <p>4. Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Утечка газа из баллона;</li> <li>– Возникновение возгорания;</li> <li>– Поражение оператора установки электрическим током;</li> <li>– разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.</li> </ul>  |



|   |   |
|---|---|
| <p>5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны</li> </ul> | 5. Правовые вопросы обеспечения безопасности  |
| <b>Перечень графического материала:</b>   |   |
| <p>При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)</p>   | <p>1. Схема расположения оборудования;<br/>2. План размещения светильников на потолке рабочего помещения.</p> |

|   |            |
|---|------------|
| <b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b> | 10.03.2017 |
|---|------------|

**Задание выдал консультант:**

| Должность | ФИО                        | Ученая степень, звание | Подпись | Дата       |
|-----------|----------------------------|------------------------|---------|------------|
| Профессор | Федорчук Юрий Митрофанович | д.т.н.                 |         | 10.03.2017 |

**Задание принял к исполнению студент:**

| Группа | ФИО                       | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| 0БЗ1   | Бабихина Мария Николаевна |         |      |

## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 119 с., 15 рисунков, 36 таблиц, 72 литературных источника, 1 приложение.

Ключевые слова: материалы накопители водорода, концентрация водорода, метод плавления в среде инертного газа, калибровка анализатора водорода, стандартные образцы по водороду.

Объектом исследования является разрабатываемая методика для измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе водорода RHEN602 фирмы LECO, работа которого основана на методе экстракции водорода в среде инертного газа. Анализаторы данной серии обладают достаточно высокой чувствительностью на малых концентрациях водорода. Однако, при измерении высоких концентраций водорода погрешность измерения может быть существенно больше, так как при калибровке используются эталонные образцы с низкой концентрацией.

**Целью работы** является разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода методом плавления пробы в среде инертного газа.

В процессе исследования проводилась подготовка калибровочных образцов в широком диапазоне концентраций. Подбирались оптимальные параметры при измерении высоких концентраций водорода. Осуществлялась калибровка анализатора по полученным калибровочным образцам. Проводилась оценка достоверности и погрешности разработанной методики.

В результате исследования было определено, что необходимо производить ступенчатый нагрев печи для постепенного выхода водорода из материала без превышения порога чувствительности.

В первой главе представлено теоретический обзор выявленной проблемы измерения высоких концентраций и способов калибровки анализаторов серии RHEN. Также проведен анализ способов подготовки стандартных образцов и требований, которые к ним предъявляются.

Во второй главе описаны экспериментальные установки: вакуумная установка для ионной очистки и нанесения покрытий «Радуга-спектр», автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller LPB фирмы Advanced Material Corporation, анализатор водорода RHEN602 фирмы LECO.

В третьей главе описаны результаты проведенного исследования. В разделе подробно описан подбор параметров и степень их варьирования, также описаны теоретические расчеты, которые подтверждают проведенную экспериментальную работу и приведена калибровочная прямая разработанной методики.

В качестве основных конструктивных, технологических и технико-эксплуатационных характеристик можно выделить следующее: значение погрешности концентрации водорода в полученных калибровочных образцах не превышает 5%. Проведенная оценка достоверности и погрешности разработанной методики показала, что значение погрешности не превышает 10%. В качестве побочной цели было установление максимальной массы используемой пробы, значение массы составило  $0,03 \pm 0,002$  грамма при концентрации 4 масс.% водорода.

Степень внедрения: результаты работы представлены в зарубежной статье и на 3 международных конференциях, также работа подавалась на международный конкурс НИР.

Область применения: результаты работы могут быть применены для проведения дальнейших исследований по измерению содержания водорода в различных материалах с большой навеской.

## Содержание

|   |    |
|---|----|
| ВВЕДЕНИЕ .....  | 15 |
| ГЛАВА 1. Литературный обзор .....   | 18 |
| 1.1. Методы измерения концентраций водорода в металлах .....  | 18 |
| 1.2. Создание эталонных образцов по водороду .....  | 20 |
| 1.2.1. Требования, предъявляемые к стандартным образцам .....   | 20 |
| 1.2.2. Прототипный эксперимент.....   | 21 |
| 1.2.3. Подготовка СЭМ №2453 .....   | 22 |
| 1.2.4. Подготовка СЭМ №2452 и №2454 .....   | 23 |
| 1.3. Выводы .....   | 23 |
| ГЛАВА 2. Материалы и методы исследования .....  | 24 |
| 2.1. Ионная очистка и нанесение слоя никеля на вакуумной установке<br>«Радуга-спектр».....  | 25 |
| 2.2. Насыщение исследуемого материала из газовой среды с помощью<br>автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LPB фирмы Advanced<br>Material Corporation..... | 26 |
| 2.4. Определение содержания водорода с помощью анализатора водорода<br>RHEN602 фирмы LECO .....   | 30 |
| ГЛАВА 3. Экспериментальные результаты .....   | 33 |
| 3.1. Подготовка эталонных образцов .....  | 33 |
| 3.1.1. Подбор параметров насыщения титанового сплава ВТ1-0 с<br>нанесенным слоем никеля.....  | 33 |
| 3.1.2. Подбор геометрических размеров образцов проволоки из титанового<br>сплава ВТ1-0.....   | 36 |

|  |    |
|--|----|
| 3.1.3. Подбор параметров насыщения образцов проволоки из титанового сплава ВТ1-0.....                                  | 37 |
| 3.2. Выбор оптимальных параметров при измерении высоких концентраций водорода .....                                    | 39 |
| 3.2.1. Способ нагрева печи анализатора .....   | 40 |
| 3.2.2. Подбор параметров времени нагрева и выдержки печи .....   | 41 |
| 3.2.3. Выбор оптимального размера шага нагрева печи .....  | 42 |
| 3.2.4. Подбор массы используемой навески .....   | 44 |
| 3.3. Построение калибровочной зависимости на основе серий измерений концентрации водорода в эталонных образцах .....   | 46 |
| 3.4. Оценка достоверности разработанной методики измерения высоких концентраций водорода.....                          | 47 |
| ГЛАВА 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....  | 49 |
| 4.1. Целевая аудитория результатов исследования .....  | 49 |
| 4.2. Анализ аналогичных конкурентных технических решений с точки зрения ресурсосбережения и ресурсоэффективности ..... | 49 |
| 4.3. Функционально-стоимостной (FAST) анализ.....  | 51 |
| 4.3. SWOT-анализ.....  | 55 |
| 4.6. Оценка готовности проекта к коммерциализации.....   | 57 |
| 4.7. Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования .....  | 59 |
| 4.8. Инициирование проекта.....  | 59 |
| 4.9. План проекта.....   | 61 |
| 4.10. Бюджет научного исследования .....   | 66 |
| 4.11. Определение сравнительной эффективности исследования .....   | 70 |

|   |     |
|---|-----|
| Выводы .....  | 72  |
| ГЛАВА 5. Социальная ответственность .....                               | 73  |
| Введение.....   | 73  |
| 5.1. Техногенная безопасность .....                                     | 74  |
| 5.2. Анализ вредных факторов.....                                       | 75  |
| 5.2.1. Освещение .....  | 75  |
| 5.2.2. Шум .....  | 80  |
| 5.2.3. Микроклимат.....   | 81  |
| 5.2.4. Электромагнитное поле.....                                       | 83  |
| 5.3. Анализ опасных факторов.....                                       | 85  |
| 5.3.1. Электробезопасность.....   | 85  |
| 5.3.2. Работа с химическими веществами и баллонами .....                | 87  |
| 5.4. Защита в чрезвычайных ситуациях.....                               | 88  |
| 5.5. Пожарная безопасность.....   | 88  |
| 5.6. Организационные мероприятия обеспечения безопасности .....         | 90  |
| 5.7. Безопасность в чрезвычайных ситуациях .....                        | 92  |
| 5.8. Охрана окружающей среды .....                                      | 93  |
| 5.9. Защита в ЧС .....  | 93  |
| 5.10. Особенности законодательного регулирования проектных решений..... | 94  |
| Выводы.....   | 98  |
| ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....  | 100 |
| СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....  | 101 |
| Приложение А .....  | 110 |

## ВВЕДЕНИЕ

Одной из актуальных задач для развития водородной энергетики является разработка перспективных материалов-накопителей водорода (МНВ) [1-6]. При разработке МНВ необходимо подбирать оптимальный элементный и фазовый состав сплавов для того, чтобы разрабатываемые сплавы обладали высокими скоростями сорбции и десорбции водорода, могли накапливать большое количество водорода и были циклически стабильными [7-11]. Металлогидридный способ хранения водорода является серьезной альтернативой другим методам хранения водорода. Уникальное сочетание свойств, таких как: накопление в матрице металла высоких объемных плотностей атомов водорода, широкий рабочий интервал давлений и температур, селективность процесса поглощения водорода, при насыщении водородом происходит изменение физических свойств металла, каталитическая активность и целый ряд других особенностей являются одной из основных причин исследования системы металл-водород [12-18]. Зачастую в качестве данных материалов используют интерметаллические соединения на основе гидридообразующих металлов, например, Zr, Ti, Pd, V и другие, которые могут хранить в себе водород до 4 масс.% [19-28]. Измерение концентрации водорода в МНВ является важным этапом разработки и тестирования материалов.

В настоящее время для измерения концентрации водорода в металлах используются следующие методы: эмиссионная спектроскопия, спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, активационный анализ на основе заряженных частиц, масс-спектральный анализ, высокотемпературный вакуумный отжиг с масс-спектрометрической регистрацией водорода, метод экстракции в среде инертного газа с определением содержания водорода при помощи термокондуктометрической ячейки по градуировочной кривой [29, 30]. При этом последний метод нашел самое широкое распространение как в научных лабораториях, так и на производстве.

Одним из приборов, в котором реализован метод экстракции водорода в среде инертного газа, является анализатор водорода серии RHEN фирмы LECO [31]. Анализаторы фирмы LECO калибруются по эталонным образцам с концентрацией водорода от 6 до 60 ppm, обладают чувствительностью 0,02 ppm и погрешность определения малых концентраций водорода не превышает 10%. Однако, при измерении высоких концентраций водорода погрешность измерения может быть существенно больше, так как при калибровке используются эталонные образцы с низкой концентрацией. Кроме того, измерение высоких концентраций водорода в ряде случаев может не получиться при превышении верхнего порога чувствительности термокондукметрической ячейки.

Для повышения достоверности получаемых результатов при измерении высоких концентраций водорода необходима калибровка анализатора по эталонным образцам с высокими концентрациями водорода. Подготовка подобных эталонных образцов может быть выполнена с применением метода газофазного гидрирования чистых гидридообразующих металлов (например, титан, цирконий) до разных, в том числе максимально возможных, концентраций. В настоящей работе для эталонных образцов был выбран диапазон концентраций до 4 масс.% водорода, верхняя граница которого определяется содержанием водорода в гидриде титана  $TiH_2$  (4 масс.%). Для того чтобы иметь возможность измерять высокие концентрации водорода без превышения порога чувствительности необходимо подобрать оптимальные параметры измерения, при которых скорость экстракции водорода не будет превышать предельную ступень, после которой происходит превышение порога чувствительности.

Принимая во внимание все вышеуказанное, целью настоящей работы является разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода методом экстракции в среде инертного газа.

Задачи:



1. Подготовка калибровочных образцов в диапазоне концентраций до 4 масс.% водорода;
2. Выбор оптимальных параметров при измерении высоких концентраций водорода;
3. Построение калибровочной зависимости на основе серий измерений концентрации водорода в калибровочных образцах;
4. Оценка достоверности и погрешности разработанной методики измерения высоких концентраций водорода.

## **ГЛАВА 1. Литературный обзор**

### **1.1. Методы измерения концентраций водорода в металлах**

В работе [32] рассмотрены некоторые способы обнаружения водорода. Например, каталитический, акустический, оптический, механический способы обнаружения.

Большинство известных принципов зондирования для обнаружения горючих или восстановительных газов применяются к водороду также. Однако, это предполагает возможную перекрестную чувствительность к другим горючим или восстановительным газам. Селективные датчики водорода основаны на конкретных взаимодействиях (каталитическая реакционная способность и растворимость водорода) с некоторыми благородными элементами, такими как палладий или платина. Или сама реакция (теплота реакции, обмен носителей заряда) или в результате чего происходит изменение свойств чувствительного материала (сопротивление, объем расширения и т.п.) могут быть использованы для обнаружения и определения концентрации газообразного водорода. Однако, как уже было сказано, что палладий и платина используются для обнаружения водорода. Данные материалы также подвержены коррозии при взаимодействии с водородом [32].

Также в работе [33] описан способ определения водорода в твердой пробе методом высокотемпературной вакуумной экстракцией с масс-спектрометрической регистрацией водорода. Данный метод основан на постепенном нагреве пробы в вакууме до температуры чуть ниже плавления с регистрацией потока водорода масс-спектрометром. По данному методу абсолютное количество водорода, выделившегося из образца, определяют путем интегрирования экстракционной кривой.

Существуют также и другие различные методы определения содержания водорода. Эти знания о содержании водорода необходимы при создании

конструкционных материалов. Так как при превышении порога содержания водорода материал становится непригодный для эксплуатации [34].

Существуют также такие методы определения содержания водорода, как:

- Гравиметрия, или гравиметрический анализ, - один из методов количественного анализа, в основе которого лежит определение массы одного из компонентов анализируемого материала путем определения массы конечного вещества имеющего известный состав, в который переведен определяемый компонент. Этот вид анализа разделяется на методы осаждения, выделения и отгонки [35, 36];

- Термогравиметрические методы, который основан на определении массы анализируемого вещества во время его непрерывного нагревания в определённом интервале температур. Измерения, как правило, проводятся на специализированных приборах – дериватографах. Эти приборы снабжены термовесами позволяющими непрерывно взвешивать образец, электропечью для нагрева образца, датчиками температуры (термопарами) для измерения температуры. Так же приборы снабжены сравнительным эталоном и самописцем. Самописец непрерывно, в процессе нагрева, фиксирует изменения массы нагреваемого образца [37];

- Волюмометрический анализ (титриметрический) – это объемный анализ, в котором определяется количество (объем) отдельных элементов (компонент) в исследуемом материале. Как правило данному анализу предшествует качественный анализ, когда проверяется только состав анализируемого вещества[38].

По мимо представленных методов определения содержания водорода свое применение анализаторы водорода. Одним из основных производителей газоанализаторов является фирма LECO, Horiba[31, 39]. По представленной на официальных сайтах документации можно сделать вывод, что анализаторы выпускают для измерения малых концентраций водорода в конструкционных материалах. Также данные фирмы производят стандартные образцы для

анализаторов. Однако, максимальное содержание в них водорода составляет 60ppm, что не совсем подходит для решения задач по измерению высоких концентраций водорода. Также ни одна из фирм не представляет к вниманию методику для измерения высоких концентраций водорода в металлах.

Также особое внимание необходимо уделить созданию стандартных образцов на высокие концентрации, которые необходимы для определения точности методики и оценки адекватности анализа и полученного результата.

## **1.2. Создание эталонных образцов по водороду**

Создание эталонных образцов очень сложный технологический процесс, так как при превышении концентрации примерно 125 мг/кг формируется гидрид, что приводит к разрушению конструкции. Контроль качества в производстве требует точное определение водорода в продукте. Анализ обычно выполняется с использованием горячего вакуума с последующим измерением водорода методом газовой хроматографии или масс-спектрометрии.

В научной статье [40] приведены примеры создания эталонных образцов водорода в титане. Описание методик представлено ниже.

### **1.2.1. Требования, предъявляемые к стандартным образцам**

В настоящее время представлено большое количество Межгосударственных стандартов (ГОСТ), которые предъявляют ряд требований к стандартным образцам, так как они должны соответствовать определенным метрологическим характеристикам, например, стабильность, качество и т.д.

Стандартный образец (СО) – это средство для проведения какого-либо анализа представляющего собой материал или вещество с установленными при аттестации свойствами и составом. Стандартные образцы применяют для определения свойств и состава веществ и материалов путём сравнения их со

стандартным образцом. Так же стандартные образцы используют для нанесения шкалы на средства измерения, для аттестации и поверки измерительных средств (инструментов), используемых для измерения соответствующих свойств и состава веществ и материалов. Используются стандартные образцы и для аттестации различных методов выполнения измерений свойств и состава; контроля правильности и точности результатов различных измерений. Стандартный образец должен являться своего рода моделью аттестуемого объекта, то есть быть приближенным по своим химическим и физическим свойствам к данному материалу.

В зависимости от аттестуемой величины все СО разделяются на СО состава, которые подразделяются в зависимости от вещества, и СО свойств, которые подразделяются в зависимости от воспроизводимой физической величины.

Значение аттестуемой характеристики и его погрешности, то есть разности между значением аттестуемой характеристики, установленной при её аттестации, и истинным значением, получаемым при использовании конкретного СО или его части, являются основными метрологическими характеристиками СО.

### **1.2.2. Прототипный эксперимент**

Для подготовки Стандартного Эталонного Материала (СЭМ) была создана прототипная система для водорода с легированным титановым сплавом. Прототип системы для начальных экспериментов был сделан из медных труб и стекла. Кварц трубчатая печь была использована для промежуточного вакуума ( $\approx 0,01$  Па). Давление в примеси водорода измеряли с использованием емкостного манометра, номинально с точностью  $\pm 0,5\%$  от показаний. Титановый сплав Ti6Al4V (содержащий массовые доли  $\approx 90\%$  Ti,  $6\%$  Al и  $4\%$  V) был выбран в качестве материала матрицы, так как это наиболее часто используемый титановый сплав. Так же он нашел широкое применение в

авиационной, космической и других отраслей промышленности, а также в медицине. Сплав, который обычно содержит около 50 мг/кг водорода дегазировали до легирования, при нагревании в вакуумированной трубке печи в течение ночи при температуре выше 1073 К (800 °С), но ниже 882 °С (1155 К).

После понижения температуры системы до комнатной, образцы были удалены из камеры для измерения заготовок по методу активационного анализа по мгновенному гамма-излучению. Затем образцы снова помещались в камеру и система вакуумировалась. Измерялось давление в камере при комнатной температуре, после чего повышали температуру и наблюдали за реакцией поглощения водорода образцом. Затем производился несколько часовой отжиг для более равномерного распределения гидридов.

Количество водорода в продуктах определяли в 100 мг образцов методом активационного анализа по мгновенному гамма-излучению.

### **1.2.3. Подготовка СЭМ №2453**

СЭМ № 2453, с номинальной концентрацией водорода 100 мг/кг. Для подготовки СЭМ, использовалось двенадцать образцов размерами 10 см×30 см×0,1 см листов из сплава Ti6Al4V. Исследуемый материал был очищен, взвешен и дегазирован путем нагревания до 1073 К (800 °С) в вакуумной системе. Измеряют количество водорода добавленного в систему с помощью калиброванного объема, затем материал нагревали до 673 К (400 °С). Реакцию завершили путем повышения температуры до 773 К (500 °С) в течение 6 ч. Диффузия была определена путем отжига при температуре 673 К (400 °С) в течение ночи, затем материал охлаждают до комнатной температуры, после чего давление падает до  $10^{-2}$  Па ( $10^{-7}$  атм). Затем листы взвешивают. Далее анализ этих образцов измеряют методом активационного анализа по мгновенному гамма-излучению, а также некогерентного рассеяния нейтронов.

#### **1.2.4. Подготовка СЭМ №2452 и №2454**

СЭМ № 2452 и СЭМ № 2454, легированный примерно 50 мг/кг и 200 мг/кг водорода, соответственно, были получены с использованием методики, аналогичной той, которая использовалась для СЭМ № 2453. Каждый СЭМ получают, используя следующую процедуру. Общая масса 2,2 кг Ti6Al4V для СЭМ № 2452 или 2,8 кг для СЭМ № 2454 была разделена пополам для обработки. Каждую часть взвешивали и дегазировали при 973 К (700 °С) в вакуумной системе, состоящей из кварцевой печи и нержавеющей стали высокого вакуума в течение 4 дней до 5 г, и к этому времени давление водорода становилось меньше, чем  $10^{-4}$  Па. Анализ материала проводили с помощью метода активационного анализа по мгновенному гамма-излучению. После охлаждения до комнатной температуры, измеренное количество водорода добавленного в систему с помощью калиброванного объема, затем материал нагревали до 773 К (500 °С). Реакцию завершили путем повышения температуры до 873 К (600 °С) в течение 4 дней до 5 г. После охлаждения, остаточное давление водорода было меньше, чем  $10^{-7}$  Па [40].

#### **1.3. Выводы**

Если рассматривать водород с точки зрения хранения, то материалы должны обладать высокой водородной емкостью. И одним из эффективных способов определения содержания водорода и возможности точной оценки количества находящегося внутри материала водорода является метод плавления пробы в среде инертного газа, на котором основана работа практически всех газоанализаторов. На сегодняшний день максимально возможная концентрация водорода в стандартные образцы для калибровки анализаторов составляет 60 ppm, что существенно ниже значений характерных для сплавов-накопителей водорода. Таким образом, актуальными являются исследования в области создания эталонных образцов с высоким (2 – 4 масс.%) содержанием водорода.

## ГЛАВА 2. Материалы и методы исследования

В качестве материала для исследования был выбран титановый сплав ВТ1-0 размерами 20×20×0,7 мм и проволока из титанового сплава ВТ1-0 высотой 3 мм и диаметром 2,5 мм. Пластина титанового сплавов подверглась механической обработке на наждачной бумаге с маркировками по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500 для удаления окисной пленки и подготовки поверхности для дальнейшего эксперимента. Проволока подверглась химическому травлению в растворе 15 мл HF; 3 мл HNO<sub>3</sub>; 50 мл H<sub>2</sub>O для удаления поверхностных загрязнений. После чего пластины и проволока титанового сплава подверглись высокотемпературному отжигу при температуре 750 °С в течение 60 минут.

Пластины титанового сплава подверглись ионной очистке при параметрах: U=1800 В, P=950 Вт, I=0,5 А, p=0,65 Па, t=3 мин, рабочий газ Ar, с последующим нанесением никелевого покрытия при параметрах: U=550 В, P=1400 Вт, I=2 А, p=0,12 Па, t=10 мин, Толщина слоя ~ 0,5 мкм, рабочий газ Ar.

Насыщение пластин из газовой среды проводилось при температуре 550 °С и давлении 2 атм. до концентраций 4 масс.% для титанового сплава. Проволока титанового сплава насыщалась партиями по 18 образцов при температуре 600 °С и давлении 2 атм. до концентрации 1 масс.%. При насыщении проволоки был получен градиент концентрации от 0,15 до 2 масс.%. Содержание водорода определялось двумя независимыми методами: волюмометрическим и гравиметрическим, также применялся метод экстракции водорода в среде инертного газа.

В качестве обоснования выбора материала приведен литературный обзор работ по титановому сплаву ВТ1-0 [41-49], который показал, что данная система является оптимальной для использования в качестве экспериментального материала.



## **2.1. Ионная очистка и нанесение слоя никеля на вакуумной установке «Радуга-спектр»**

Установка предназначена для реализации гибридных технологий ионно-плазменной модификации свойств поверхностных слоев, включая имплантацию ионов газов, нанесение однослойных и многослойных покрытий широкой номенклатуры способом конденсации вещества с ионным ассистированием на изделия.

В вакуумных камерах перед нанесением покрытий производится ионная очистка материала с помощью низкоэнергетического ионного источника. Данный источник создает каскад ускоренных ионов, предварительно ионы ускоряются в диодной системе прямого действия, энергия ионов лежит в диапазоне (0 – 3,5) кэВ, который, бомбардируя поверхность материала, производят очистку поверхности.

В состав установки входят вакуумно-дуговой испаритель и магнетрон, которые выступают в качестве генераторов плазмы.

С помощью магнетрона осуществляется нанесение тонкопленочных покрытий разного рода как металлических, так и оксидных, на различные материалы. Принцип работы магнетрона основан на распылении мишени плазмой газового разряда, находящейся в скрещенных магнитном и электрическом полях.

Вакуумно-дуговой генератор плазмы непрерывного действия предназначен для очистки и активации поверхности обрабатываемых изделий. Покрытия наносятся способом конденсации вещества из плазмы на поверхность обрабатываемого изделия в вакууме с плазменно-иммерсионным ионным ассистированием.

Характеристики модулей, входящих в состав установки позволяют реализовать как совместную, так и последовательную работу всего комплекса электрофизического оборудования.

В среднюю часть камеры через специальную дверь производится загрузка обрабатываемых изделий. Пониженное давление в рабочей камере установки создается вакуумной системой, размещенной вблизи стойки установки. Для предохранения узлов установки от перегрева используется система водоохлаждения.

## 2.2. Насыщение исследуемого материала из газовой среды с помощью автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LPB фирмы Advanced Material Corporation

Насыщение исследуемого материала производилось на установке Gas Reaction Controller LPB фирмы Advanced Material Corporation. Схема автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller, с помощью которого производилось насыщение, представлена на рисунке 1.

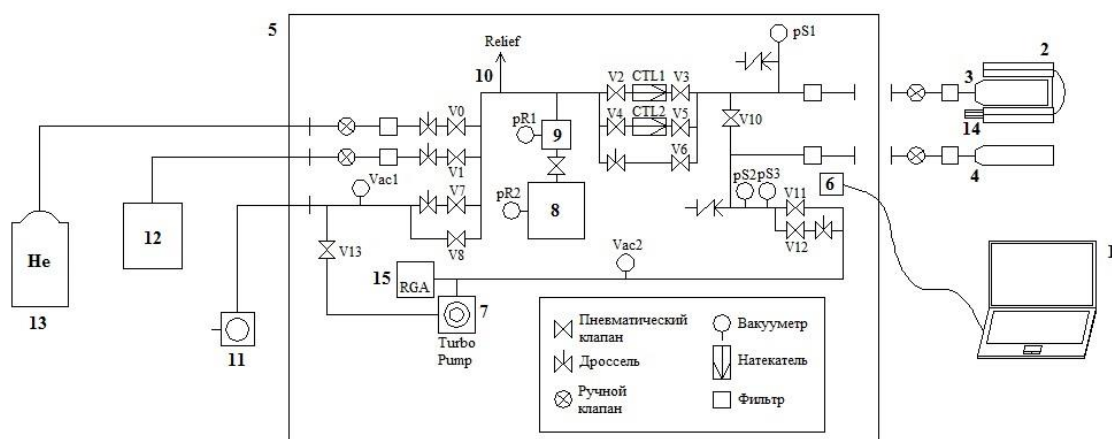


Рисунок 1 – Схема автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller: 1 – компьютер; 2 – высокотемпературная печь; 3 – камера низкого давления; 4 – камера высокого давления; 5 – контроллер; 6 – электронная система управления комплексом; 7 – турбомолекулярный насос; 8 – резервуар низкого давления; 9 – резервуар высокого давления; 10 – система удаления водорода; 11 – вакуумный пост; 12 – генератор водорода; 13 – баллон с гелием; 14 – система охлаждения; 15 – масс-спектрометр.

Автоматизированный комплекс GRC LPB состоит из компьютера со специальным программным обеспечением (1), высокотемпературной печи (2), камеры для образцов низкого (3) и высокого (4) давлений и контроллера (5). Контроллер состоит из электронной системы управления комплексом (6) и вакуумной части. Вакуумная часть в свою очередь состоит из встроенного турбомолекулярного насоса (7), резервуаров низкого (8) и высокого (9) давлений, системы ручных и пневматических клапанов, дросселей, вакуумметров, натекателей и фильтров. В целях безопасности установлена система удаления водорода (10) между резервуарами (низкого и высокого давления) и камерами для образцов. В системе используется вакуумный пост (11) для создания и поддержания вакуума, который состоит из форвакуумного мембранного и турбомолекулярного насосов. В систему может подаваться водород из генератора (12) или гелий из баллона (13). Во избежание повреждения проводов вследствие нагрева между печью и контроллером установлена система охлаждения (14). Также в контроллер встроен масс-спектрометр (15), с помощью которого можно отслеживать десорбирующийся на стенках камеры водород и другие газы, находящиеся в образце.

Автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller разработан для определения количества поглощенного водород различными твердыми и порошкообразными телами в различных диапазонах температур и давлений. Принцип работы GRC представлен на рисунке 2.

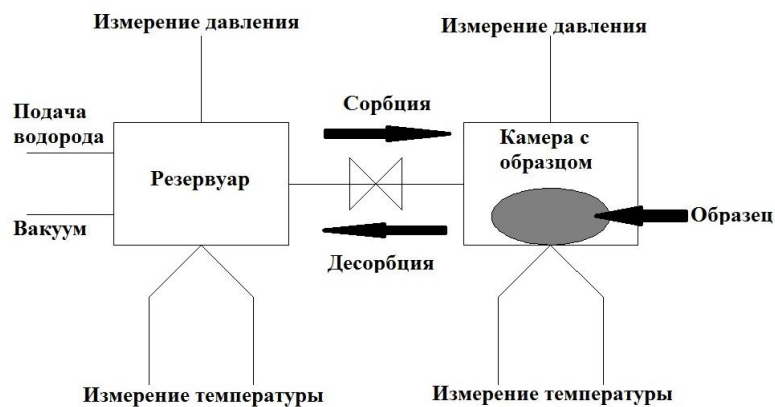


Рисунок 2 – Принцип работы автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller

В резервуар напускается определенное количество водорода и по давлению и температуре определяется молярный объем ( $N_0$ ) этого газа. После чего между резервуаром и реакционной камерой открывается клапан, и водород начинает поступать в камеру. Реакция считается завершенной после внедрения водорода в твердое тело. Производится вычисление общего молярного количества водорода ( $N_g$ ) во всей системе с образцом.

По формуле (1) определяется молярный объем поглощенного твердым телом водорода ( $N_S$ ).

$$N_S = N_0 - N_g \quad (1)$$

При некотором известном содержании количества водорода  $N_{S0}$  в твердом теле, необходимо перед началом реакции внести данное значение водорода в программу. С учетом начальной концентрации водорода в твердом теле формула для расчета молярного объема водорода, поглощенного твердым телом примет другой вид (формула (2)).

$$N_S = N_{S0} + N_0 - N_g \quad (2)$$

По закону идеального газа производится расчет молярного объема водорода и в данном случае точность системы зависит от измерения температуры и давления. При поддержании постоянной температуры основным фактором и необходимым условием является измерение давления. При нормальных условиях точность измеряемого количества водорода составляет  $0,3 \text{ см}^3$  при проведении экспериментов по изучению сорбции водорода на GRC.

Количество водорода в реакционной камере до, в процессе и после реакции с образцом определяется по давлению водорода, его температуре и занимаемому им объему. Уравнение для расчета одного моля газа представлено в формуле (3).

$$\frac{pV}{RT} = 1 + \frac{B(T)}{V} + \frac{C(T)}{V^2} + \frac{D(T)}{V^3} \quad (3)$$

где  $B(T)$ ,  $C(T)$  и  $D(T)$  – второй, третий и четвертый коэффициенты, зависящие от температуры. Расчет коэффициентов представлен в формуле (4)

$$B(T) = B_0 - \frac{A_0}{RT} - \frac{c}{T^3};$$

$$C(T) = -B_0b + \frac{A_0a}{RT} - \frac{B_0c}{T^3}; \quad (4)$$

$$D(T) = \frac{B_0bc}{T^3};$$

Для водорода значение констант:  $A_0 = 0,1975$ ,  $a = -0,00506$ ,  $B_0 = 0,02096$ ,  $b = -0,04359$ ,  $c = 504$ .

Используя уравнения (3) и (4), при известном объеме, давлении и температуре количество молекул газа рассчитывается по формуле (5).

$$n = \frac{\left(\frac{pV}{RT}\right)}{1+B(T)\frac{n}{V}+C(T)\frac{n^2}{V^2}+D(T)\frac{n^3}{V^3}} \quad (5)$$

Значение  $n$  определяется операционным методом. Количество поглощенного водорода определяется как в абсолютном значении ( $\text{см}^3$ ), так и в относительном (массовые проценты). Абсолютное значение количества поглощенного водорода определяется как молярный объем водорода, поглощенного твердым телом (рассчитанный по формуле (1) или (2)), умноженный на 22413,6. Относительное значение количества, поглощенного в массовых процентах ( $wt$ ) определяется по формуле (6).

$$wt = \frac{N_S \cdot M_G}{m \cdot 100} \quad (6)$$

где  $m$  – масса водорода и  $M_G$  – молярная масса газа (2·1,0079 для водорода).

Дополнительным способом измерения концентрации является гравиметрический способ. Принцип действия данного метода основан на определении массы искомой компоненты анализируемого материала путем взвешивания конечного вещества известного состава, в который переведен определяемый компонент [50, 51]. Концентрация водорода в исследуемом материале по гравиметрическому методу определяется по формуле 7.

$$wt = \frac{m_H}{m_{\text{обр}+H}} \cdot 100\% \quad (7)$$

где  $m_H$  – масса водорода,  $m_{\text{обр}+H}$  – масса образца с водородом.

## 2.4. Определение содержания водорода с помощью анализатора водорода RHEN602 фирмы LECO

Одним из методов определения содержания водорода в исследуемом материале является метод экстракции водорода в среде инертного газа (аргон). На данном методе основана работа анализатора водорода RHEN602 фирмы LECO (рисунок 3).



Рисунок 3 – Анализатор водорода RHEN602 [31]

Принцип измерения содержания водорода основан на регистрации изменения теплопроводности в измерительной части термокондуктометрической (ТК) ячейки. На рисунке 4 приведена блок-схема анализатора RHEN602 фирмы LECO. Принцип работы термокондуктометрической (ТК) ячейки основан на измерении теплопроводности проходящего газа. В полость металлического блока детектора по теплопроводности помещена нить накаливания из металла (например, Pt, W, их сплавы, Ni и др.) с высоким температурным коэффициентом сопротивления. Нить начинает нагреваться при прохождении через неё постоянного тока. При омывании нити накала чистым газом-носителем, её температура остается постоянной, так как она теряет постоянное количество теплоты. Как только нить накала начинает омывать газ, содержащий примеси, имеющие другие показатели теплопроводности,

температура нити начинает изменяться. Это приводит к тому, что происходит изменение сопротивления нити. Изменение сопротивления нити измеряют с помощью мостика Уинстона. Мост находится в равновесии, если температура обеих нитей одинакова и сопротивление, соответственно. При изменении состава газа изменяется сопротивление нитей и происходит нарушение равновесия и формируется выходной сигнал. Работа детектора устроена так, что он реагирует на все компоненты, кроме газа-носителя [52, 53].

Работа анализатора начинается с установления пустого графитового тигля на нижний электрод и нажатии кнопки загрузчика. После закрытия электродов начинается процесс очистки тигля от атмосферных газов, который именуется как дигазация. Данный процесс сопровождается протеканием электрического тока через тигель, который разогревает его до высокой температуры, что способствует высвобождению газов, находящихся в графите. Затем образец из верхнего загрузочного устройства опускается в тигель. На тигель подается ток, который способствует высвобождению газов из образца. Для того, чтобы не происходило дальнейшего процесса дегазирования тигля во время анализа. Подается меньшая сила тока.

Для очистки от кислорода газ-носитель из баллона проходит через медь. Затем он проходит через такие реагенты как Lecosorb и Ангидрон, для удаления  $\text{CO}_2$  и влаги, соответственно. Данная процедура очистки газа-носителя проводится для того, чтобы очистить его перед прохождением через опорную часть термокондуктометрической ячейки и попаданием в печь [31].

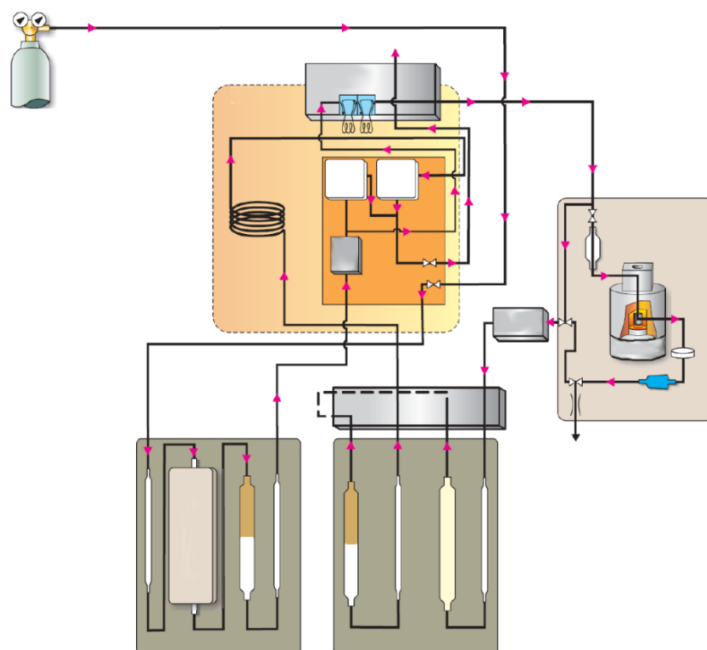


Рисунок 4 – Блок-схема анализатора RHEN602 [31]

По мере нагревания образца, водород выделяется в транспортирующий газовый поток и проходит через участок измерения потока системы. Газ образца из печи проходит через контроллер потока массы и через реагент Schutze, который преобразовывает CO в CO<sub>2</sub>. Потом газ образца проходит через реагенты Lecisorb и Ангидрон, которые удаляют CO<sub>2</sub> и влагу. На колонку молекулярного фильтра поступает очищенный от примесей газ, где в зависимости от размера молекул разделяется на компоненты газа. Через измерительную часть ТК ячейки проходит только водород, который содержится в образце.

Сигнал, получаемый с измерительной части ТК ячейки, оцифровывается с помощью аналогово-цифрового преобразователя и далее передается на ПК для последующей обработки с помощью программного обеспечения [31].

Концентрация водорода, которая определяется по данному методу, рассчитывается по формуле 8.

$$wt = kx + b \quad (8)$$

где  $k$  – калибровочная константа. Данная формула описывает калибровочную прямую, которая получается после проведения серии контрольной калибровки анализатора по определенной концентрации.



## ГЛАВА 3. Экспериментальные результаты

### 3.1. Подготовка эталонных образцов

#### 3.1.1. Подбор параметров насыщения титанового сплава ВТ1-0 с нанесенным слоем никеля

На рисунке 5 представлены кривые сорбции водорода титановым сплавом ВТ1-0 с нанесенным слоем никеля при температурах 350 °С, 450 °С, 550 °С и давлениях 1 атм., 1,5 атм., 2 атм.

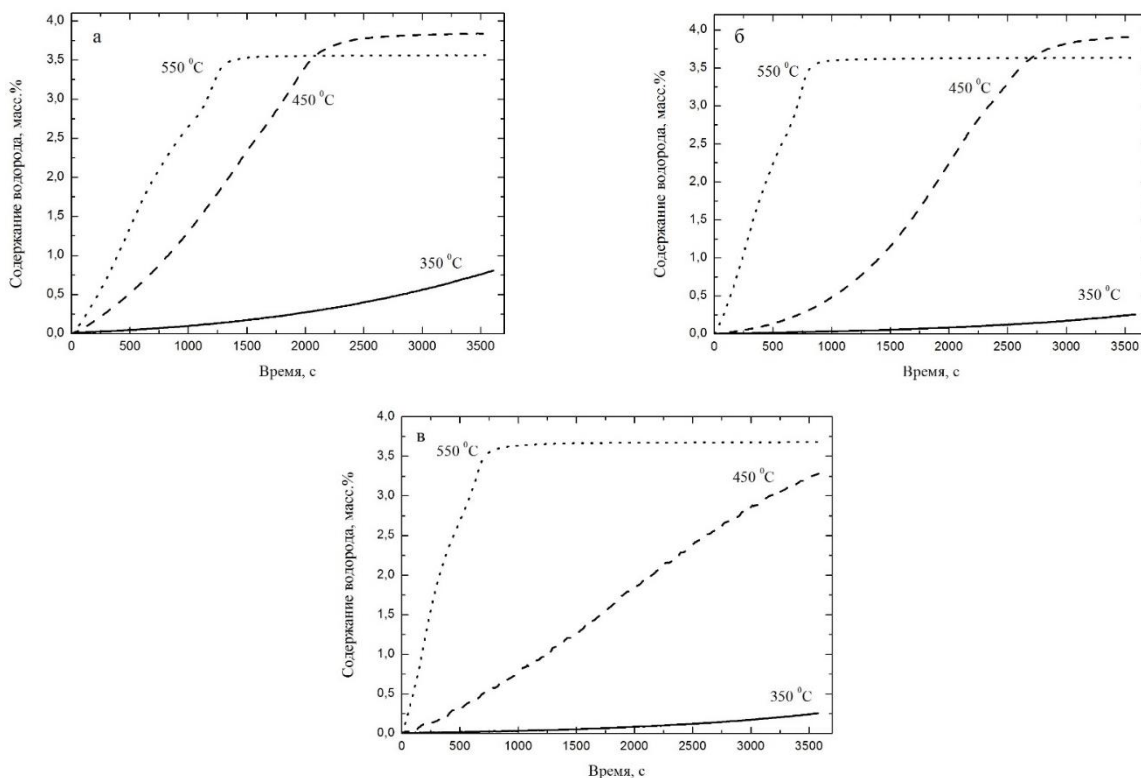


Рисунок 5 – Кривые сорбции водорода титановым сплавом ВТ1-0 с нанесенным слоем никеля при температурах 350 °С, 450 °С, 550 °С и давлениях а) 1 атм., б) 1,5 атм., и в) 2 атм.

Установлено, что скорость сорбции водорода увеличивается с повышением давления при постоянной температуре (рисунок 5). Аналогичный эффект происходит и при увеличении температуры при постоянном давлении. Результаты расчета скорости сорбции водорода сведены в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты изменения скорости сорбции водорода при различных давлениях и температурах

| № | Температура, °С | Давление, атм. | Скорость сорбции ВТ1-0+Ni, ·10 <sup>-3</sup><br>масс.%/с |
|---|-----------------|----------------|--|
| 1 | 350             | 1              | 0,065  |
|   |                 | 1,5            | 0,066  |
|   |                 | 2              | 0,22   |
| 2 | 450             | 1              | 0,99   |
|   |                 | 1,5            | 1,48   |
|   |                 | 2              | 1,78   |
| 3 | 550             | 1              | 2,71   |
|   |                 | 1,5            | 4,39   |
|   |                 | 2              | 4,92   |

Установлено, что при увеличении давления при насыщении образцов из газовой среды с нанесенным слоем никеля энергия активации сорбции водорода увеличивается, что подтверждается результатами, приведенными в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты расчета энергии активации сорбции водорода титановым сплавом ВТ1-0 с нанесенным слоем никеля

| № | Давление, атм. | Температура, °С | Энергия активации адсорбции<br>водорода, кДж/моль |
|---|----------------|-----------------|---|
| 1 | 1              | 350             | 55,16   |
|   |                | 450             |   |
|   |                | 550             |   |
| 2 | 1,5            | 350             | 90,81   |
|   |                | 450             |   |
|   |                | 550             |   |
| 3 | 2              | 350             | 92,54   |
|   |                | 450             |   |
|   |                | 550             |   |

Таким образом, насыщение образцов при постоянном давлении 1 атм. уменьшает энергию активации сорбции водорода в 1,68 раза в отличие от насыщения образцов при постоянном давлении 2 атм.

На рисунке 6 представлены кривые сорбции водорода титановым сплавом ВТ1-0 при температуре 450 °С и давлении 2 атм. с различным временем нанесения покрытия.

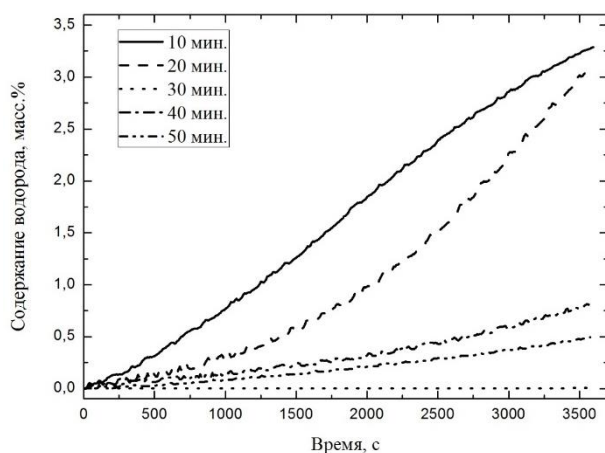


Рисунок 6 – Кривые сорбции водорода титановым сплавом ВТ1-0 при температуре 450 °С и давлении 2 атм. с разным временем нанесения покрытия

Из рисунка 6 видно, что при увеличении времени нанесения покрытия уменьшается скорость сорбции водорода. Результаты измерения скорости сорбции сведены в таблицу 3.

Таблица 3 – Результаты измерения скорости сорбции водорода титановым сплавом ВТ1-0 с нанесенным слоем никеля при температуре 450 °С и давлении 2 атм.

| Время нанесения покрытия, мин | Скорость сорбции ВТ1-0+Ni, $\cdot 10^{-4}$ масс.%/с |
|-------------------------------|---|
| 10                            | 9,90  |
| 20                            | 8,54  |
| 30                            | 3,49  |
| 40                            | 2,12  |
| 50                            | 1,36  |

Таким образом, в зависимости от времени нанесения покрытия меняется скорость сорбции водорода. Так при 10-минутном нанесении покрытия скорость сорбции больше в 7,3 раза, чем при 50-минутном нанесении покрытия.

Исходя из всего вышеизложенного, можно сделать вывод, что оптимальными параметрами для насыщения исследуемого материала будут 550 °С и давление 2 атм.

После насыщения материала при заданных параметрах было получено содержание водорода в материале  $40000 \pm 2000$  ppm.

### 3.1.2. Подбор геометрических размеров образцов проволоки из титанового сплава ВТ1-0

Выбор геометрического размера образцов, основывался на проведенном анализе по определению предельного количества атомов водорода газоанализатора до превышения порога чувствительности. В таблице 4 представлены расчеты количества атомов в стехиометрическом гидриде циркония.

Таблица 4 – Расчет количества атомов

| №  | Содержание водорода, ppm | Дополнительная информация          | Масса водорода · 10 <sup>-4</sup> , г | Количество атомов водорода |
|----|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------------|----------------------------|
| 1  | 15073                    |                                    | 1,06                                  | 6,3 · 10 <sup>19</sup>     |
| 2  | 20318                    |                                    | 3,14                                  | 6,8 · 10 <sup>19</sup>     |
| 3  | 18351                    | Превышение порога чувствительности | 3,23                                  | 1,9 · 10 <sup>20</sup>     |
| 4  | 17297                    |                                    | 0,62                                  | 3,7 · 10 <sup>19</sup>     |
| 5  | 16152                    |                                    | 0,53                                  | 3,2 · 10 <sup>19</sup>     |
| 6  | 17364                    | Превышение порога чувствительности | 3,30                                  | 2 · 10 <sup>20</sup>       |
| 7  | 10515                    | Превышение порога чувствительности | 3,08                                  | 1,8 · 10 <sup>20</sup>     |
| 8  | 12003                    | Превышение порога чувствительности | 3,72                                  | 2,2 · 10 <sup>20</sup>     |
| 9  | 14902                    | Превышение порога чувствительности | 3,71                                  | 2,2 · 10 <sup>20</sup>     |
| 10 | 18949                    | Превышение порога чувствительности | 2,46                                  | 1,5 · 10 <sup>20</sup>     |

По представленным расчетным данным находится максимальное количество атомов водорода, при котором не происходит превышение порога чувствительности газоанализатора, данное значение составляет 6,8 · 10<sup>19</sup>, данному количеству атомов водорода соответствует масса водорода равная 3,14 · 10<sup>-4</sup> г. После определения нужного значения рассчитывается концентрация, которая будет получаться в образцах различной высоты.

Для начала рассчитывался объем цилиндров по формуле 9.

$$V = \pi hr^2 \quad (9)$$

где  $h$  – предполагаемая высота цилиндров, которая варьировалась в пределах от 1 до 10 мм;  $r$  – радиус проволоки, равный 1,23 мм.

После полученного значения объема по формуле 10 рассчитывалась предполагаемая масса образцов.

$$m = V \cdot \rho \quad (10)$$

где  $V$  – объем цилиндров,  $см^3$ ;  $\rho$  – плотность титана, равная  $4,54 \text{ г}/см^3$ .

Рассчитанная масса образца является одним из основополагающих элементов в расчете концентрации (формула 11).

$$C = \frac{m_H}{m_H + m} \cdot 100\% \quad (11)$$

Проведенные расчеты представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Расчет высоты исследуемых образцов

| Объем титана $\cdot 10^{-2}$ , $см^3$ | Высота, см | Масса, г | Содержание водорода, ppm |
|---------------------------------------|------------|----------|--------------------------|
| 0,5                                   | 0,1        | 0,02     | 14340                    |
| 1                                     | 0,2        | 0,04     | 7221                     |
| 1,4                                   | 0,3        | 0,06     | 4826                     |
| 1,9                                   | 0,4        | 0,09     | 3624                     |
| 2,4                                   | 0,5        | 0,11     | 2901                     |
| 2,9                                   | 0,6        | 0,13     | 2418                     |
| 3,3                                   | 0,7        | 0,15     | 2074                     |
| 3,8                                   | 0,8        | 0,17     | 1815                     |
| 4,3                                   | 0,9        | 0,19     | 1614                     |
| 4,8                                   | 1          | 0,22     | 1453                     |

Из представленных результатов видно, что высота образцов соответствующая значению 0,3 см является оптимальной как по изготовлению, так и по насыщению без превышения порога чувствительности.

### 3.1.3. Подбор параметров насыщения образцов проволоки из титанового сплава ВТ1-0

Также экспериментальным путем была выбрана температура, при которой шел процесс насыщения образцов из газовой среды. Были взяты

кривые сорбции водорода титановым сплавом при давлении 2 атм. и температурах: 500, 600, 700 и 800 °С (рисунок 7).

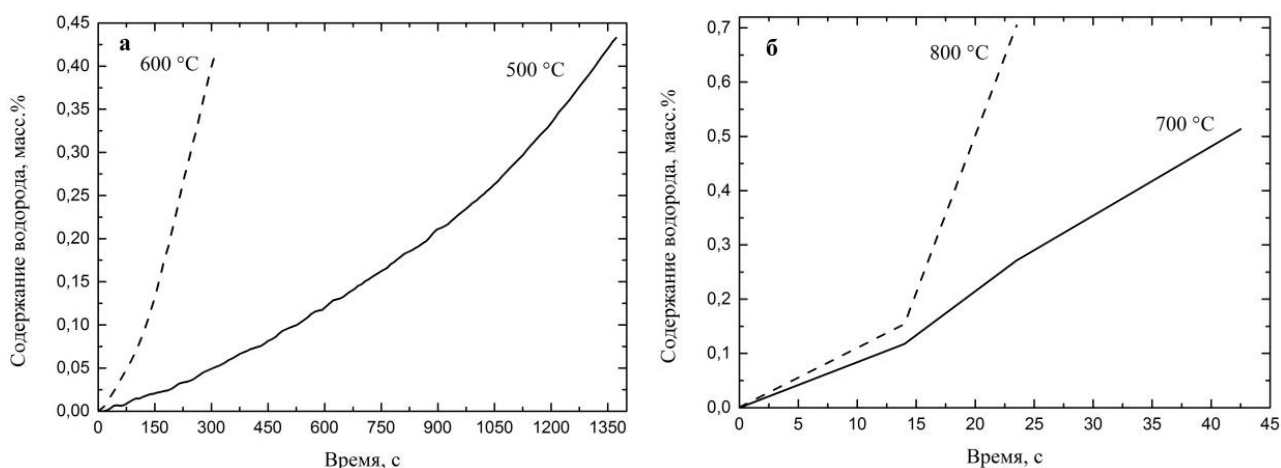


Рисунок 7 – Кривые сорбции водорода титановым сплавом при давлении 2 атм. и различных температурах: а) 500 и 600 °С; б) 700 и 800 °С

По представленным кривым на рисунке 7 можно сделать вывод, что для эксперимента оптимальной температурой будет являться 600 °С, так как при температурах до 600 °С процесс насыщения образцов водородом будет достаточно продолжительный, а при температурах более 600 °С не удастся достаточно точно отследить процесс наводороживания.

После подбора оптимальных параметров насыщения образцов проволоки из титанового сплава ВТ1-0 были произведены серии насыщений и получены концентрации водорода в диапазоне от 0,15 до 2 масс.%. на материалы с подобными размерами трудно нанести покрытие из никеля и поэтому насыщение производилось сериями по 20 образцов до концентрации 1 масс.%. Это производилось для того, чтобы сократить длительности эксперимента и получить градиент концентраций. Результаты наводороживания приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Определение содержания водорода в проволоке титанового сплава ВТ1-0

| Серия | Содержание водорода, масс.% | Серия | Содержание водорода, масс.% |
|-------|-----------------------------|-------|-----------------------------|
| 1     | 0,160±0,008                 | 12    | 1,070±0,054                 |
| 2     | 0,190±0,01                  | 13    | 1,120±0,056                 |
| 3     | 0,210±0,011                 | 14    | 1,260±0,063                 |
| 4     | 0,320±0,015                 | 15    | 1,420±0,071                 |
| 5     | 0,340±0,017                 | 16    | 1,480±0,074                 |
| 6     | 0,480±0,024                 | 17    | 1,560±0,078                 |
| 7     | 0,640±0,032                 | 18    | 1,71±0,086                  |
| 8     | 0,780±0,039                 | 19    | 1,760±0,088                 |
| 9     | 0,790±0,040                 | 20    | 1,860±0,093                 |
| 10    | 0,830±0,042                 | 21    | 2,02±0,1                    |
| 11    | 0,960±0,048                 | 22    | 4,00±0,2                    |

По полученным сериям калибровочных образцов будет проведена калибровка анализатора.

### 3.2. Выбор оптимальных параметров при измерении высоких концентраций водорода

Для разработки методики необходимо установить тот максимальный порог чувствительности датчика, который не должен превышать в процессе анализа, то есть основной идеей разработки методики является искусственное завышение порога чувствительности.

В качестве материала для подбора параметров использовался циркониевый сплав Э110, насыщенный до максимальной концентрации 2 масс.%. В качестве исследуемых параметров были рассмотрены сила тока, время нагрева печи, время интегрирования и анализа.

Время нагрева печи – это время, которое печь будет работать после начала анализа. Данное время складывается из процессов, которые протекают при прохождении тока. К таким процессам относятся: дегазация и сам анализ.

Основная часть времени работы печи относится к этапам увеличения силы тока, так как данный шаг был разбит на несколько ступеней.

Время интегрирования – это время, за которое поток водорода доходит до датчика. Данное время выбиралось произвольно в зависимости от вида кривой и её порогов.

Время анализа – это время, которое отведено на анализ. Также его ещё называют временем интегрирования кривой выхода водорода. Данное время всегда должно быть больше времени интегрирования, также оно складывается из тех ступеней, на которые разбит процесс анализа.

Сила тока – это ток, при котором будет работать анализатор на протяжении всего анализа.

### **3.2.1. Способ нагрева печи анализатора**

Одним из этапов разработки методики является способ нагрева печи. В анализаторе существует метод линейного и ступенчатого нагрева. Плюсом линейного нагрева является то, что нет необходимости задавать начальное значение силы тока. Однако, основным минусом данного метода нагрева является то, что необходимо для материала с какой-то определенной концентрацией свою скорость нагрева. Основным плюсом ступенчатого нагрева печи является то, что со ступенчатым нагревом происходит парциальный выход водорода при каждой температуре, также при данном способе нагрева установление температурной зависимости для водорода, находящегося в различных состояниях.

Таким образом, можно сделать вывод, что для разрабатываемой методики необходимо производить ступенчатый нагрев печи. Однако, для данного метода необходимо установить начальное значение, с которого будет производиться анализ.

Данное начальное значение подбирается по степени плавления плавня. В качестве плавня в данном анализаторе используется олово. Плавень



используется для того, чтобы к твердой пробе равномерно по всему объему подвести тепло и для удержания сыпучей пробы, чтобы в процессе анализа пробу не выдуло из тигля, в который она помещается. Был проведен эксперимент по подбору начального значения температуры, в ходе которого было установлено, что данное значение составляет 200 °С, что соответствует 170 А. Данное значение температуры совпадает с температурой плавления олова.

Также необходимо отметить, что сила тока анализа не должна превышать 700 А, так как процесс дегазации проходит при данной силе тока, то анализ измерения содержания водорода будет заканчиваться на 650 А. Одной из основных задач разбиения интервала нагрева печи от 170 А до 650 А было получение ступенчатого нагрева печи.

### **3.2.2. Подбор параметров времени нагрева и выдержки печи**

Далее необходимо подобрать параметры времени. Время анализа складывается из времени нагрева и выдержки при постоянной силе тока. Для определения оптимального времени нагрева и выдержки проводился дополнительный эксперимент по подбору данного параметра. Основным подбором параметров времени является продолжительность анализа. Необходимо было установить, при каком времени масса исследуемой пробы для анализа может быть максимальной. Предполагалось, что время нагрева не должно превышать и быть равным времени выдержки. Минимальное время нагрева составило 10 секунд. Однако, данного времени недостаточно для нагрева каждой ступени. Поэтому время нагрева было выбрано 15 секунд, так как при данном времени водород равномерно регистрируется датчиком. Подбор времени выдержки начинался с 15 секунд, но чем выше сила тока, тем больше нагревается образец и при выдержке при заданной силе тока происходит превышения порога чувствительности. Как уже было отмечено, процесс анализа не должен занимать много времени и поэтому оптимальным временем

выдержки является 20 с., а нагрева 15 с. Также необходимо отметить, что при выбранных параметрах времени масса исследуемой пробы составляет 0,035 грамм, что намного больше, чем при других исследуемых параметрах.

### 3.2.3. Выбор оптимального размера шага нагрева печи

На следующем этапе необходимо подобрать шаг нагрева печи. После проведения анализа кривых (рисунок 8), полученных методом термодесорбционной спектроскопии циркониевого сплава Э110, было установлено, что оптимальным шагом является шаг 100 °С, соответствующий 60 А.

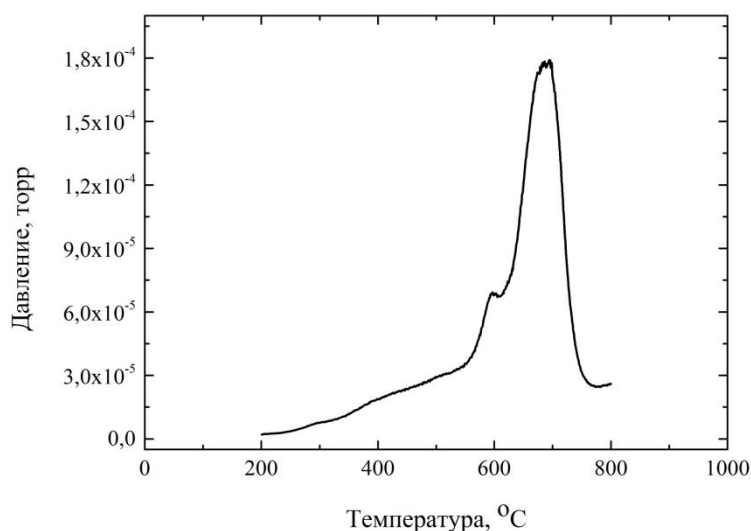


Рисунок 8 – Кривые ТДС циркониевого сплава Э110

Анализ работ [54-59] показал, что первый пик десорбции водорода из циркониевого сплава наблюдается при температуре 600 °С. Данная температура соответствует фазовой границе между областями существования фаз  $\delta$  и  $\beta+\delta$ . Таким образом, на данном этапе ТДС происходит диссоциация гидридов, находящихся в материале.

Ещё один высокотемпературный пик, лежащий в диапазоне температур от 690 °С до 720 °С, соответствует переходу от  $\alpha$ -фазы к  $\beta$ -фазе.

Был проведен предварительный этап исследования по определению температурной зависимости для каждого пика водорода при определении

содержания водорода методом плавления в среде инертного газа при ступенчатом нагреве печи с шагом 100 °С.

Таким образом, после проведенного эксперимента было установлено, что первый пик соответствует диссоциации гидридов. Однако, высокотемпературный пик соответствует температуре 1000 °С. Исходя из представленных результатов, был сделан вывод, что шаг нагрева 100 °С является оптимальным для разработки методики.

Для сравнения были взяты дополнительные значения шага нагрева печи 200 °С и 50 °С, которые эквивалентны 120 А и 30 А соответственно.

Необходимо отметить, что при измерении малых токов в анализаторе может привести к большой вероятности того, что при измерении температуры получится большой доверительный интервал.

На рисунке 9 кривые экстракции водорода для шага тока нагрева печи: а) 200 °С (120 А), б) 100 °С (60 А) и в) 50 °С (30 А).

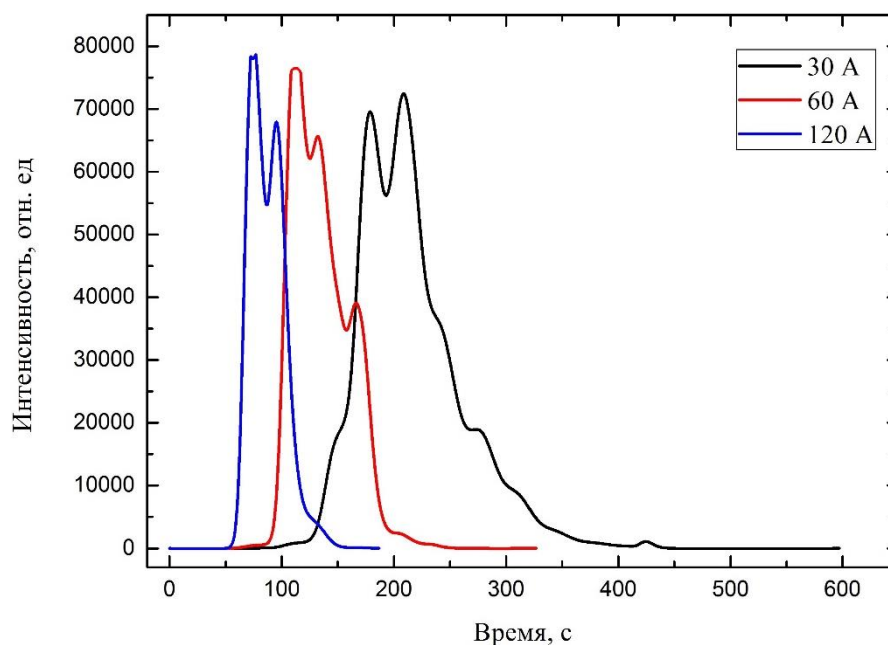


Рисунок 9 – Кривые экстракции водорода для шага тока нагрева печи: а) 200 °С (120 А), б) 100 °С (60 А) и в) 50 °С (30 А)

### 3.2.4. Подбор массы используемой навески

После подбора параметров времени для каждого этапа необходимо определить максимально возможную массу пробы, которую можно использовать для измерений. Однако, для начала были проведены теоретические расчёты по определению времени превышения порога чувствительности при использовании пробы с определенным количеством атомов водорода. Как известно из параметров анализатора предел порога чувствительности составляет 80000 отн.ед. данная величина была взята за основу и дальнейшие расчеты проводились, основываясь на эти данные. Было рассчитано, что при содержании 4 масс.% водорода в титановом сплаве это значение соответствует  $3 \cdot 10^{20}$  атомов. Основываясь на данном количестве атомов произвелся расчет скорости поступления водорода, значение которого составило  $7,9 \cdot 10^{18}$  атом/с. Также был произведен расчет и для разработанной методики с шагом тока нагрева печи 120 А, 60 А и 30 А, значения которых составили  $3,8 \cdot 10^{18}$  атом/с,  $2,7 \cdot 10^{18}$  атом/с и  $1,9 \cdot 10^{18}$  атом/с соответственно. Расчет скорости поступления водорода производился по следующему принципу. Бралась наивысшая точка на графике экстракционной кривой водорода и проводилась перпендикулярная линия. После чего определялось какую часть от общей площади занимает участок восхождения до наивысшей точки и производился перевод в количество атомов водорода, приходящуюся на данный участок. И затем данное количество делилось на время до восхождения к наивысшей точке графика.

Если взять за константу время анализа для разработанной методики с шагом тока нагрева печи 120 А, 60 А и 30 А, которым соответствуют 150 с, 250 с и 600 с, то можно рассчитать за какое время выйдет определенное количество атомов водорода. Результаты расчета представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Определение времени выхода водорода для разного количества атомов

| Количество атомов водорода · 10 <sup>20</sup> | 2,4   | 4,8   | 7,2   | 9,6   |
|---|-------|-------|-------|-------|
| Размер шага                                   |       |       |       |       |
| 120 А   | 63 с  | 126 с | 189 с | 253 с |
| 60 А  | 89 с  | 178 с | 247 с | 356 с |
| 30 А  | 122 с | 245 с | 378 с | 512 с |

Из таблицы 7 видно, что не все значения попадают в рабочий диапазон времен для каждого шага тока нагрева печи.

Для подтверждения теоретических расчетов был проведен эксперимент по определению максимальной массы используемой навески для каждого шага тока нагрева печи. В таблице 8 представлены результаты измерения проб с разной массой для каждого этапа.

Таблица 8 – Определение массы измеряемой пробы для каждого этапа

| Размер шага | Масса 0,01±0,002 г | Масса 0,02±0,002 г | Масса 0,03±0,002 г | Масса 0,04±0,002 г |
|-------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 120 А       | +                  | +                  | –                  | –                  |
| 60 А        | +                  | +                  | +                  | –                  |
| 30 А        | +                  | +                  | +                  | +                  |

По представленным результатам можно сделать следующие выводы:

При шаге нагрева печи 200 °С (120 А) видно, что масса измеряемой пробы составляет 0,02 грамма. В данном режиме не стоит проводить измерение.

При шаге нагрева печи 100 °С (60 А) видно, что максимальная масса пробы, которая может использоваться для измерения содержания водорода составляет 0,03 грамма, также время анализа оптимально подходит для проведения измерений.

При шаге нагрева печи 50 °С (30 А) максимальная масса пробы составляет 0,04 грамма. Однако, учитывая, что максимальное время анализа не может превышать 600 с, данные параметры не могут быть выбраны как основные для проведения измерений, так как процесс определения содержания водорода в материале не должен быть продолжительным по времени.

Для установления точности разработанной методики необходимо иметь в наличии материал с заранее известной точной концентрацией, так как методика разрабатывалась для измерения высоких концентраций, то и материал должен быть с известной высокой концентрацией водорода. Для подобного рода концентраций в качестве стороннего метода для определения содержания водорода может выступать гравиметрический способ, который подробно описан выше. Однако, для определения содержания данным методом необходимо знать массу материала до насыщения и после это один из основных минусов данного метода, по сравнению с методом плавления пробы в среде инертного газа, так как в нем необязательно знать значение массы до насыщения.

### **3.3. Построение калибровочной зависимости на основе серий измерений концентрации водорода в эталонных образцах**

После проведения серий насыщения исследуемого материала была проведена калибровка анализатора с построением калибровочной зависимости.

Калибровка анализатора проводилась по образцам, представленным в таблице 9.

Таблица 9 – Серии калибровочных образцов

| Серия | Содержание, масс.% | Серия | Содержание, масс.% |
|-------|--------------------|-------|--------------------|
| 1     | 0,643±0,032        | 4     | 1,559±0,078        |
| 2     | 1,068±0,053        | 5     | 1,860±0,093        |
| 3     | 1,125±0,056        | 6     | 4,0±0,1            |

И использованием представленных образцов была получена калибровочная зависимость, показанная на рисунке 10, которая описывается уравнением  $y=27,50x-0,13$ .

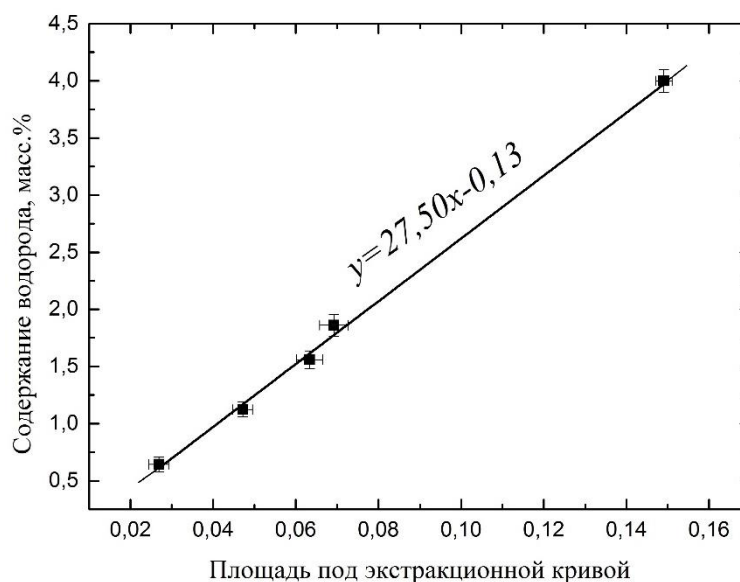


Рисунок 10 – Калибровочная зависимость разработанной методики

Также стоит отметить, что разработанная методика может быть применима для концентраций от 0,5 до 4 масс.% водорода.

### 3.4. Оценка достоверности разработанной методики измерения высоких концентраций водорода

В качестве другого материала использовался стехиометрический гидрид циркония  $ZrH_2$ . Концентрация водорода в данном материале определялась двумя методами волюмометрическим и гравиметрическим методами.

На рисунке 11 представлена калибровочная зависимость с измеренным гидридом циркония

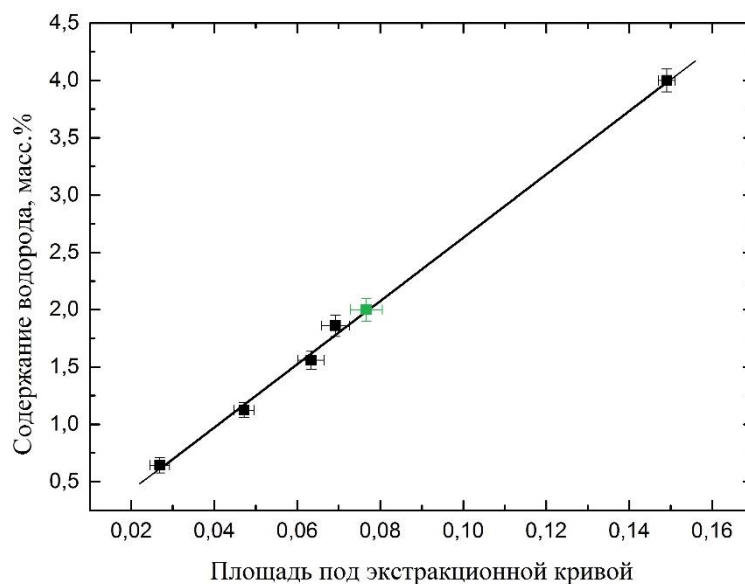


Рисунок 11 – Оценка достоверности разработанной методики

Как видно из рисунка 11 полученное значение концентрации водорода в циркониевом сплаве попадает в доверительный интервал полученной калибровочной прямой. По результатам проверки достоверности погрешность разработанной методики составляет 10%.



## **ГЛАВА 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение**

### **4.1. Целевая аудитория результатов исследования**

Для анализа, заинтересованной в результатах исследования, аудитории необходимо провести сегментирование рынка и тщательно проанализировать его целевой сегмент.

Целевой рынок – части (сегменты) рынка, на котором планируется продвигаться, в будущем, товар. В нашем случае - разработка. Сегмент рынка, в свою очередь, – это группы потенциально заинтересованных, в результатах исследования, лиц или организаций обладающих набором общих признаков.

К потенциальным потребителям результатов исследования можно отнести как потребителей российского, так и международного рынков. На российском рынке потенциальным потребителем изготавливаемой продукции могут выступать университеты, научные центры и производства (например, ВСМПО-АВИСМА, ВНИИНМ им. Бочвара). Международный рынок в качестве потенциального потребителя может представить компанию LECO.

### **4.2. Анализ аналогичных конкурентных технических решений с точки зрения ресурсосбережения и ресурсоэффективности**

С целью успешного вывода разработки на рынок, необходимо постоянно и систематически проводить анализ аналогичных товаров конкурирующих групп, т.к. новые разработки постоянно появляются и изменяются с течением времени.

Анализ группы конкурирующих товаров необходимо проводить с целью внесения, в научное исследование, важных корректировок и исправлений, целью которых является постоянное повышение конкурентоспособности товара (разработки) на рынке.

Рассматривая вышеописанный анализ с точки зрения ресурсосбережения и ресурсоэффективности, мы получаем группу показателей сравнительной эффективности научной разработки и определяем пути и возможности ее развития и востребованности в обозримом будущем.

В качестве разработанного технического решения представленного в данной работе является разработка методика измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода. Данная методика является модифицированной стандартной методики. Однако, основным недостатком стандартной методики является использование навесок малой концентрации. Это используется для того, чтобы не превысить порог чувствительности анализатора. Данный факт был устранен при разработке новой методики.

К1 – методика измерения малых концентраций водорода на анализаторе водорода RHEN602 фирмы LECO.

Для проведения вышеописанного анализа, используем оценочную карту, приведенную в таблице 10.

Таблица 10 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

| Критерии оценки  | Вес критерия | Баллы          |                 | Конкурентоспособность |                 |
|--|--------------|----------------|-----------------|-----------------------|-----------------|
|  |              | Б <sub>Ф</sub> | Б <sub>К1</sub> | К <sub>КФ</sub>       | К <sub>К1</sub> |
| 1  | 2            | 3              | 4               | 6                     | 7               |
| Технические критерии оценки ресурсоэффективности                             |              |                |                 |                       |                 |
| 1) Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)          | 0,2          | 4              | 3               | 0,8                   | 0,6             |
| 2) Помехоустойчивость  | 0,05         | 4              | 4               | 0,2                   | 0,2             |
| 3) Энергоэкономичность   | 0,05         | 4              | 3               | 0,2                   | 0,15            |
| 4) Надежность  | 0,1          | 4              | 3               | 0,4                   | 0,3             |
| 5) Уровень шума  | 0,05         | 5              | 5               | 0,25                  | 0,25            |
| 6) Безопасность  | 0,01         | 5              | 5               | 0,05                  | 0,05            |
| 7) Простота эксплуатации   | 0,05         | 4              | 3               | 0,2                   | 0,15            |
| 8) Качество интеллектуального интерфейса                                     | 0,03         | 5              | 5               | 0,015                 | 0,015           |
| 9) Возможность подключения в сеть ЭВМ  | 0,02         | 5              | 5               | 0,1                   | 0,1             |
| 10) Быстрота обработки полученных результатов                                | 0,1          | 5              | 5               | 0,5                   | 0,5             |
| 11) Компактность   | 0,02         | 5              | 5               | 0,1                   | 0,1             |
| 12) Необходимость контролирования выполняемых процессов оператором установки | 0,05         | 4              | 4               | 0,2                   | 0,2             |
| Экономические критерии оценки эффективности                                  |              |                |                 |                       |                 |

|    |                                   |      |    |    |       |       |
|----|-----------------------------------|------|----|----|-------|-------|
| 1) | Конкурентоспособность продукта    | 0,05 | 4  | 4  | 0,2   | 0,2   |
| 2) | Уровень проникновения на рынок    | 0,02 | 5  | 5  | 0,1   | 0,1   |
| 3) | Цена                              | 0,03 | 4  | 3  | 0,12  | 0,09  |
| 4) | Предполагаемый срок эксплуатации  | 0,02 | 4  | 4  | 0,08  | 0,08  |
| 5) | Послепродажное обслуживание       | 0,01 | 4  | 4  | 0,04  | 0,04  |
| 6) | Финансирование научной разработки | 0,08 | 4  | 2  | 0,32  | 0,16  |
| 7) | Срок выхода на рынок              | 0,05 | 4  | 4  | 0,2   | 0,2   |
| 8) | Наличие сертификации разработки   | 0,01 | 4  | 4  | 0,04  | 0,04  |
|    | Итого                             | 1    | 87 | 80 | 4,115 | 3,525 |

По итогам анализа, представленным в карте сравнения оценок конкурентных разработок (технических решений), можно сделать вывод, что разработанная методика ступенчатого нагрева печи для анализа высоких концентраций опережает своих конкурентов по многим показателям. А именно таким как удобство в эксплуатации, количество потребления энергии, безопасность, простота в эксплуатации и т.д. Экономические показатели оценки эффективности разработки превосходят своего основного конкурента по ряду факторов. Имея в своём арсенале целый ряд преимуществ перед конкурирующими разработками (техническими решениями), представленная методика ступенчатого нагрева печи для анализа высоких концентраций обладает более высокими показателями уровня качества и способности конкурировать с другими разработками при стандартном наборе определяющих параметров.

#### **4.3. Функционально-стоимостной (FAST) анализ**

Сущность данного метода состоит в том, что для создания и эксплуатации любого объекта, выполняющего заданные функции, необходимы затраты. Эти затраты складываются из необходимых, для производства и использования объекта, и затрат дополнительных. Дополнительные затраты, как правило, функционально неоправданны и излишни. Такие затраты возникают из-за присвоения объекту функций, не связанных напрямую с назначением объекта. Также излишние затраты связаны с недоработками в

конструкции и технологических процессов. Возникновение излишних затрат возможно в связи с неправильно подобранными материалами, методами организации труда и т.д.

Проведение Функционально-стоимостного (FAST) анализа состоит из шести этапов:

1. Определение объекта для FAST-анализа;
2. Описание всех функций, которые выполняет объект, как главных, так и вспомогательных;
3. Построение иерархии функций выполняемых исследуемым объектом;
4. Определение себестоимости, выполняемых исследуемым объектом, функций;
5. Создание диаграммы, отражающей функционально-стоимостные характеристики объекта исследования, и ее подробный анализ;
6. Приведение функций, выполняемых объектом, к оптимальному варианту.

Для начала необходимо определиться с объектом исследования. В данной работе объектом исследования будет анализатор, для которого разрабатывается данная методика, описанная в работе. Далее необходимо определить функции данного объекта исследования.

Результаты определения данных функций представлены в таблице 11.

Таблица 11 – Классификация функций, выполняемых объектом исследования

| Выполняемая функция                          | Ранг функции |          |                 |
|--|--------------|----------|-----------------|
|  | Главная      | Основная | Вспомогательная |
| Измерение концентрации водорода              | X            |          |                 |
| Процесс дегазации графитового тигля          |              | X        |                 |
| Подача тока на электрод                      |              |          | X               |
| Опускание исследуемой пробы в тигель         |              | X        |                 |
| Взвешивание пробы и занесение массы в журнал |              |          | X               |

|  |  |   |   |
|--|--|---|---|
| Калибровка анализатора по стандартным образцам |  | X |   |
| Обслуживание анализатора                       |  |   | X |

В таблице 11 приведены основные выполняемые функции и проведена их классификация.

На следующем этапе необходимо определиться со значимостью выполняемых функций объектом. Для данного этапа была составлена матрица смежности функций, представленная в таблице 12.

Таблица 12 – Матрица смежности

|           | Функция 1 | Функция 2 | Функция 3 | Функция 4 | Функция 5 | Функция 6 | Функция 7 |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Функция 1 | =         | >         | >         | <         | >         | <         | >         |
| Функция 2 | <         | =         | <         | <         | <         | <         | <         |
| Функция 3 | <         | >         | =         | <         | >         | >         | >         |
| Функция 4 | >         | >         | <         | =         | >         | >         | >         |
| Функция 5 | >         | >         | >         | <         | =         | <         | <         |
| Функция 6 | >         | >         | >         | >         | >         | =         | <         |
| Функция 7 | <         | >         | >         | <         | >         | >         | =         |

Примечание: «=» – одинаковые функции по значимости; «>» – более значимая; «<» – менее значимая

Далее матрицу, представленную в таблице 12 необходимо перевести в матрицу количественных соотношений функции (таблица 13).

Таблица 13 – Матрица количественных соотношений функции

|   | Функция 1 | Функция 2 | Функция 3 | Функция 4 | Функция 5 | Функция 6 | Функция 7 | ИТОГО       |
|---|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------------|
| Функция 1                                       | 1         | 1,5       | 1,5       | 0,5       | 1,5       | 0,5       | 1,5       | 8           |
| Функция 2                                       | 0,5       | 1         | 0,5       | 0,5       | 0,5       | 0,5       | 0,5       | 4           |
| Функция 3                                       | 0,5       | 1,5       | 1         | 0,5       | 1,5       | 1,5       | 1,5       | 8           |
| Функция 4                                       | 1,5       | 1,5       | 0,5       | 1         | 1,5       | 1,5       | 1,5       | 9           |
| Функция 5                                       | 1,5       | 1,5       | 1,5       | 0,5       | 1         | 0,5       | 0,5       | 7           |
| Функция 6                                       | 1,5       | 1,5       | 1,5       | 1,5       | 1,5       | 1         | 0,5       | 9           |
| Функция 7                                       | 0,5       | 1,5       | 1,5       | 0,5       | 1,5       | 1,5       | 1         | 8           |
| Примечание: 0,5 при «<»; 1,5 при «>»; 1 при «=» |           |           |           |           |           |           |           | $\Sigma=53$ |

Затем требуется определить значимость каждой функции. Производится это путем деления балла, который получила каждая функция, на общую сумму баллов всех функций. Так, для функции 1 относительная значимость равна  $8/53 = 0,15$ ; для функции 2 –  $4/53 = 0,08$ ; для функции 3 –  $0,15$ ; для функции 4 –  $0,17$ ; для функции 5 –  $0,13$ ; функции 6 –  $0,17$  и для функции 8 –  $0,15$ . На рисунке 12 представлена функционально-стоимостная диаграмма для НТИ.

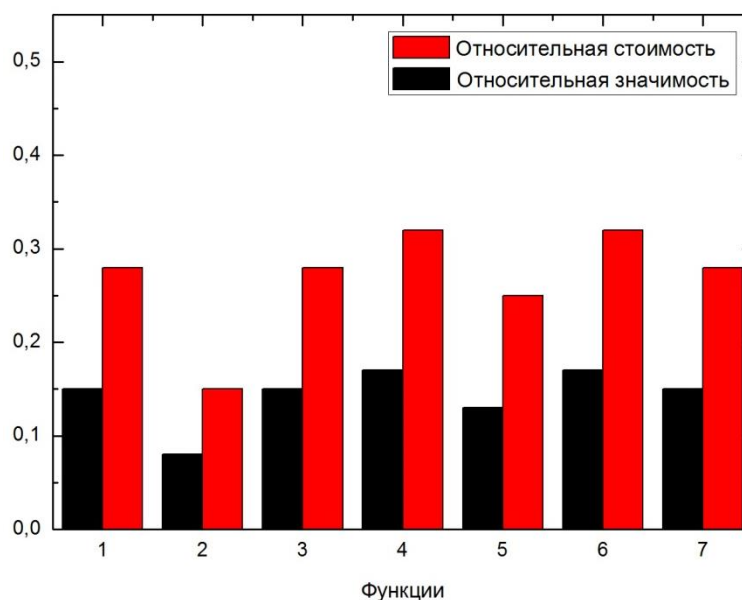


Рисунок 12 – Функционально-стоимостная диаграмма

На представленной диаграмме показана функциональная значимость каждой из представленных функций.

#### 4.3. SWOT-анализ

С целью исследования внешней и внутренней сред разработки применяется анализ комплексный SWOT–анализ научно-исследовательской разработки. Специфика такого анализа характеризуется следующими этапами.

В первую очередь определяются сильные и слабые стороны реализованного, в выпускной работе, проекта. На следующем этапе выявляют возможности проекта, которые включают в себя все предпочтительные ситуации, возникающие в окружающей среде проекта. Последним этапом является выявление угроз для проекта, которые включают в себя все неблагоприятные для проекта ситуации, тенденции или изменения в окружающей среде проекта. В конечном счете, производится анализ интерактивной таблицы в виде записи наиболее коррелирующих слабых и сильных сторон и возможностей.

Итогом данного анализа является матрица SWOT, в которой приведены все составляющие данного проекта.

Таблица 14 – SWOT-анализ

|   |   |   |
|---|---|---|
|   | <p><b>Сильные стороны научно-исследовательской разработки:</b></p> <p>С1. Возможность измерения высоких концентраций водорода с относительно небольшой погрешностью</p> <p>С3. Наличие необходимого оборудования для проведения эксперимента</p> <p>С4. Легкий интерфейс управления.</p> <p>С5. Безопасность проведения исследований.</p> <p>С6. Создание калибровочных образцов на высокие концентрации для калибровки анализатора</p> | <p><b>Слабые стороны научно-исследовательской разработки:</b></p> <p>Сл1. Длительность проведения анализа</p> <p>Сл2. Предварительная подготовка экспериментальных образцов перед анализом</p> <p>Сл3. Дорогостоящее обслуживание</p> <p>Сл4. Длительный срок поставок материалов для проведения научного исследования.</p> <p>Сл5. Увеличение погрешности при измерении низких концентраций водорода</p> |
| <p><b>Возможности:</b></p> <p>В1. Достоверная оценка содержания водорода.</p> <p>В2. Решение фундаментальных задач исследования.</p> <p>В3. Потенциальное использование в других отраслях</p> <p>В4. Исследования взаимодействия водорода с металлом.</p> <p>В5. Повышение стоимости конкурентных разработок.</p> | <p>Возможность измерения высоких концентраций водорода в исследуемых материалах способствует появлению дополнительного спроса на разрабатываемую методику.</p>  | <p>Увеличение времени проведения анализа способствует повышению спроса на конкурентные методики</p>   |



|   |  |  |
|---|--|--|
| <p><b>Угрозы:</b></p> <p>У1. Несвоевременное финансирование научного исследования при дальнейшем развитии проекта.</p> <p>У2. Развитая конкуренция технологий производства.</p> <p>У3. Ограничения на экспорт технологии.</p> <p>У4. Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции.</p> | <p>Проведение аттестации разработанной методики.</p> <p>Получение патента на полезную модель.</p> <p>Внедрение разработанной методики в научно-исследовательские лаборатории</p> | <p>Привлечение дополнительных инвестиций для развития проекта, путем участия в грантах</p> |
|---|--|--|

#### 4.6. Оценка готовности проекта к коммерциализации

На любой стадии цикла жизни научной разработки необходимо проводить оценку степени готовности данной разработки к коммерциализации. Результаты данных исследований приведены в таблице 15.

Таблица 15 – Таблица оценки степени готовности научно-исследовательской разработки к коммерциализации.

| № п/п | Наименование   | Степень проработанности научного проекта | Уровень имеющихся знаний у разработчика |
|-------|--|--|---|
| 1.    | Определен имеющийся научно-технический задел                                     | 4  | 5                                       |
| 2.    | Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела | 4  | 3                                       |
| 3.    | Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке        | 4  | 3                                       |

|     |   |    |    |
|-----|---|----|----|
| 4.  | Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок   | 3  | 3  |
| 5.  | Определены авторы и осуществлена охрана их прав                                   | 5  | 3  |
| 6.  | Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности                         | 5  | 4  |
| 7.  | Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта                                 | 3  | 4  |
| 8.  | Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки                        | 4  | 3  |
| 9.  | Определены пути продвижения научной разработки на рынок                           | 4  | 3  |
| 10. | Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки                       | 3  | 3  |
| 11. | Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок    | 3  | 4  |
| 12. | Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот | 5  | 5  |
| 13. | Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки            | 4  | 5  |
| 14. | Имеется команда для коммерциализации научной разработки                           | 5  | 5  |
| 15. | Проработан механизм реализации научного проекта                                   | 4  | 5  |
|     | <b>ИТОГО БАЛЛОВ</b>   | 60 | 58 |

По результатам анализа можно сделать вывод, что степень проработанности превышает уровень знаний заказчика, что положительно сказывается на динамике внедрения и развития научной разработки.

#### **4.7. Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования**

Одной из основных задач, поставленных в работе, является разработка серии калибровочных образцов на высокие концентрации. В качестве методов коммерциализации данного продукта могут выступать организация собственного или совместного предприятий. Организация собственного предприятия подразумевает выпуск собственного сертифицированного продукта и реализация внедрения как на российском, так и на международном уровне. Сбыт готового продукта на рынок позволит привлечь дополнительное финансирование для развития производства.

#### **4.8. Инициирование проекта**

Группа процессов инициирования состоит из действий, совершаемых для создания новой научно-технической разработки, или перехода в новую фазу уже существующей. В рамках процесса инициирования формулируются начальные цели и содержание предстоящего проекта. Так же определяются первоначальные финансовые ресурсы. Определяются, заинтересованные в проекте стороны, внешние и внутренние, которые будут влиять на итоговый результат научной разработки. В Уставе проекта записывается вся эта информация.

Устав проекта документально закрепляет потребности нового проекта, текущую формулировку потребностей заказчика научно-технической разработки, а также результат (новую услугу или продукт), который в итоге планируется создать.

Результаты данного исследования могут быть интересны не только выпускающей кафедре, но и предприятиям, на базе которых имеются исследовательский лаборатории и институтам, занимающимся исследованиями

взаимодействия водорода с металлами. В таблице 16 представлен список заинтересованных сторон проекта и их ожидания от результата.

Таблица 16 – Стороны заинтересованные в проекте

| Стороны, заинтересованные в проекте       | Ожидания заинтересованных сторон   |
|---|--|
| Кафедра ОФ ТПУ                            | Написание статей в журналы с высоким импакт-фактором по результатам проделанной работы |
| Исследовательские лаборатории и институты | Предложение по внедрению разработанной методики в работу лаборатории                   |
| Фирмы, выпускающие анализаторы водорода   | Предложение продажи разработанной серии калибровочных образцов                         |

Целью проекта является результат работы, полученный при выполнении ряда задач. В таблице 17 приведена информация о целях поставленного проекта и ожидаемых результатах.

Таблица 17 – Цели и результат проекта

|                                       |   |
|---------------------------------------|---|
| Цели проекта:                         | Разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO   |
| Ожидаемые результаты проекта:         | Отработанная методика, прошедшая аттестацию и калибровку  |
| Критерии приемки результатов проекта: | Критерии:   |
|                                       | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Минимальный доверительный интервал</li> <li>2. Высокая степень чувствительность к измерениям</li> </ol>   |
| Требования к результату проекта:      | Требования:   |
|                                       | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Погрешность <math>\approx 10\%</math></li> <li>2. Аттестация на стандартных образцах с известной концентрацией</li> <li>3. Доверительный интервал серии калибровочных образцов для разработанной методики <math>\approx 5\%</math></li> </ol> |

Следующий вопрос, подлежащий рассмотрению, установление лиц, которые входят в группу данного проекта и определить роль каждого, выполняемые им функции и трудозатраты. В таблице 18 приведена информация о рабочей группе проекта.

Таблица 18 – Рабочая группа проекта

| № п/п         | ФИО,<br>основное место<br>работы,<br>должность   | Роль в<br>проекте       | Функции  | Трудозатраты,<br>час. |
|---------------|--|-------------------------|--|-----------------------|
| 1             | Бабихина Мария<br>Николаевна,<br>кафедра Общей<br>физики ФТИ НИ<br>ТПУ, студент              | Исполнитель<br>проекта  | Выполнение всех<br>поставленных задач.<br>Реализация<br>поставленных<br>целей. Подготовка<br>конечного продукта<br>в виде отчета по<br>НИР | 3 905,76              |
| 2             | Кудияров<br>Виктор<br>Николаевич,<br>кафедра Общей<br>физики ФТИ НИ<br>ТПУ, ассистент        | Руководитель<br>проекта | Постановка цели и<br>задачей для<br>выполнения<br>проекта.   | 49                    |
| 3             | Лидер Андрей<br>Маркович,<br>кафедра Общей<br>физики ФТИ НИ<br>ТПУ,<br>заведующий<br>кафедры | Эксперт<br>проекта      | Установление<br>сроков сдачи<br>готового отчета по<br>НИР. Контроль<br>выполнения задач  | 219,6                 |
| <b>ИТОГО:</b> |  |                         |  | <b>4 174,36</b>       |

В результате анализа была определена рабочая группа проекта и определены трудозатраты каждого из участников группы. Также были описаны цели и результаты, предъявляемые к проекту и круг заинтересованных сторон.

#### **4.9. План проекта**

Определяющим фактором выражения основной части стоимости научно-технической разработки являются заработные платы лиц задействованных в реализации проекта. В связи с этим, наиболее важным моментом является максимально точное определение трудозатрат каждого из участников проекта.

Для определения трудоёмкости реализации научного исследования выпускной квалификационной работы используется экспертный способ, основным показателем которого является человеко-день. Для расчета предполагаемого значения трудоёмкости используют следующую формулу (формула 12):

$$t_{ожі} = \frac{3t_{mini} + 2t_{maxi}}{5} \quad (12)$$

где  $t_{ожі}$  – ожидаемая трудоёмкость выполнения  $i$ -ой работы чел.-дн.;

$t_{mini}$  – минимально возможная трудоёмкость выполнения заданной  $i$ -ой работы чел.-дн.;

$t_{maxi}$  – максимально возможная трудоёмкость выполнения заданной  $i$ -ой работы, чел.-дн.

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для научного руководителя (формула 13):

$$t_{ожі} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 5}{5} = 3,2 \text{ чел. – дн.} \quad (13)$$

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для студента-инженера (формула 14):

$$t_{ожі} = \frac{3 \cdot 180 + 2 \cdot 360}{5} = 252 \text{ чел. – дн.} \quad (14)$$

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для эксперта (формула 15):

$$t_{ожі} = \frac{3 \cdot 10 + 2 \cdot 15}{5} = 12 \text{ чел. – дн.} \quad (15)$$

Рассчитав ожидаемую трудоёмкость работ, определим продолжительность каждой работы в рабочих днях  $T_p$ , учитывая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, по следующему соотношения (формула 16):

$$T_{pi} = \frac{t_{ожі}}{ч_i} \quad (16)$$

где  $T_{pi}$  – продолжительность одной работы, раб. дн.;

$ч_i$  – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для научного руководителя (формула 17):

$$T_{pi} = \frac{3,2}{3} = 1,06 \text{ раб. дн.} \quad (17)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для студента-инженера (формула 18):

$$T_{pi} = \frac{252}{3} = 84 \text{ раб. дн.} \quad (18)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для эксперта (формула 19):

$$T_{pi} = \frac{12}{3} = 4 \text{ раб. дн.} \quad (19)$$

Для проведения научного исследования, представленного в выпускной квалификационной работе, выбирают специальную узко направленную научную тему. Для этого строится специальный ленточный график проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Для построения графика необходимо перевести рабочие дни в календарные дни, для чего воспользуемся следующим соотношением (формула 20):

$$T_{ki} = T_{pi}k_{\text{кал}} \quad (20)$$

где  $T_{ki}$  – продолжительность выполнения  $i$ -й работы в календарных днях;

$T_{pi}$  – продолжительность выполнения  $i$ -й работы в рабочих днях;

$k_{\text{кал}}$  – коэффициент календарности, определяющийся выражением (формула 21):

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} \quad (21)$$

где  $T_{\text{кал}}$  – количество календарных дней в году;

$T_{\text{вых}}$  – количество выходных дней в году;

$T_{\text{пр}}$  – количество праздничных дней в году.

Рассчитаем коэффициент календарности (формула 22):

$$k_{\text{кал}} = \frac{365}{365-52-14} = 1,22 \quad (22)$$

Таблица 19 – Временные показатели проведения научного исследования

| Название работы  | Трудоемкость работ   |    |   |                      |    |    |                    |      |      | Исполнит.    |                 |         | Длител. работ в рабочих днях $T_{pi}$ |      |     | Длител. работ в календар. днях $T_{ki}$ |       |   |
|--|----------------------|----|---|----------------------|----|----|--------------------|------|------|--------------|-----------------|---------|---------------------------------------|------|-----|---|-------|---|
|  | $t_{\min}$ , чел-дни |    |   | $t_{\max}$ , чел-дни |    |    | $t_{ож}$ , чел-дни |      |      |              |                 |         |                                       |      |     |   |       |   |
|  | 1                    | 2  | 3 | 1                    | 2  | 3  | 1                  | 2    | 3    | 1            | 2               | 3       | 1                                     | 2    | 3   | 1                                       | 2     | 3 |
| Разработка технического задания                          | 1                    |    |   | 3                    |    |    | 1,8                |      |      | Научный рук. |                 |         | 1,8                                   |      |     | 2,2                                     |       |   |
| Выбор направления исследований                           | 2                    | 28 |   | 5                    | 26 |    | 3,2                | 27,2 |      | Научный рук. | Студент-инженер |         | 1,6                                   | 13,6 |     | 1,95                                    | 16,59 |   |
| Теоретические и экспериментальные исследования           |                      | 24 | 3 |                      | 28 | 5  |                    | 25,6 | 3,8  |              | Студент-инженер | Эксперт |                                       | 12,8 | 1,9 | 15,62                                   | 2,32  |   |
| Обобщение и оценка результатов                           |                      | 28 |   |                      | 39 |    |                    | 32,4 |      |              | Студент-инженер |         |                                       | 32,4 |     | 39,53                                   |       |   |
| Разработка технической документации                      |                      | 23 |   |                      | 36 |    |                    | 28,2 |      |              | Студент-инженер |         |                                       | 28,2 |     | 34,4                                    |       |   |
| Изготовление опытного образца                            |                      | 18 | 8 |                      | 29 | 16 |                    | 22,4 | 11,2 |              | Студент-инженер | Эксперт |                                       | 11,2 | 5,6 | 13,66                                   | 6,83  |   |
| Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР) | 32                   |    |   |                      | 40 |    |                    | 35,2 |      |              | Студент-инженер |         |                                       |      |     | 42,94                                   |       |   |

На основании таблицы 19 построим календарный план-график.



Таблица 20 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме «Методика измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO»

| № работ | Вид работ                                      | Исполнит.                   | $T_{кп}$<br>кал. дн. | Продолжительность выполнения работ |   |   |         |   |   |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
|---------|--|-----------------------------|----------------------|------------------------------------|---|---|---------|---|---|------|---|---|--------|---|---|-----|---|---|
|         |  |                             |                      | январь                             |   |   | февраль |   |   | март |   |   | апрель |   |   | май |   |   |
|         |  |                             |                      | 1                                  | 2 | 3 | 1       | 2 | 3 | 1    | 2 | 3 | 1      | 2 | 3 | 1   | 2 | 3 |
| 1       | Разработка технического задания                | Науч. рук.                  | 2,2                  | ■                                  |   |   |         |   |   |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
| 2       | Выбор направления исследований                 | Студент-инженер, Науч. рук. | 16,59                | ■                                  | ■ |   |         |   |   |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
|         |  |                             | 1,95                 | ■                                  | ■ |   |         |   |   |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
| 3       | Теоретические и экспериментальные исследования | Студент-инженер, Эксперт    | 15,62                |                                    |   | ■ |         |   |   |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
|         |  |                             | 2,32                 |                                    |   | ■ |         |   |   |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
| 4       | Обобщение и оценка результатов                 | Студент-инженер             | 39,53                |                                    |   |   |         |   | ■ |      |   |   |        |   |   |     |   |   |
| 5       | Разработка технической документации            | Студент-инженер             | 34,4                 |                                    |   |   |         |   |   | ■    | ■ | ■ |        |   |   |     |   |   |
| 6       | Изготовление опытного образца                  | Студент-инженер, Эксперт    | 13,66                |                                    |   |   |         |   |   | ■    | ■ | ■ |        |   |   |     |   |   |
|         |  |                             | 6,83                 |                                    |   |   |         |   |   | ■    | ■ | ■ |        |   |   |     |   |   |
| 7       | Оформление отчета по НИР                       | Студент-инженер             | 42,94                |                                    |   |   |         |   |   |      |   |   | ■      | ■ | ■ | ■   | ■ | ■ |

Таблица 21 – Исполнители календарного план-графика

|                      |  |
|----------------------|--|
| Научный руководитель |  |
| Студент-инженер      |  |
| Эксперт              |  |

#### 4.10. Бюджет научного исследования

Расчет материальных затрат включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта:

- приобретаемые со стороны сырье и материалы;
- покупные материалы, используемые в процессе создания научно-технической продукции;
- покупные комплектующие изделия и полуфабрикаты, подвергающиеся в дальнейшем монтажу или дополнительной обработке;
- сырье и материалы, покупные комплектующие изделия и полуфабрикаты, используемые в качестве объектов исследований и для эксплуатации, технического обслуживания и ремонта изделий.

Таблица 22 – Материальные затраты

| Наименование                      | Единица измерения | Количество | Цена за ед., руб. | Сумма, руб. |
|-----------------------------------|-------------------|------------|-------------------|-------------|
| Лист титанового сплава BT1-0      | мм <sup>3</sup>   | 2 800      | 1 900             | 24          |
| Лист циркониевого сплава Э110     | мм <sup>3</sup>   | 8 000      | 25 200            | 1 311       |
| Проволока титанового сплава BT1-0 | мм                | 900        | 3 900             | 78          |
| Халат                             | шт.               | 1          | 500               | 500         |
| Резиновые перчатки                | шт.               | 4          | 21                | 84          |
| Наждачная бумага                  | шт.               | 16         | 60                | 960         |
| Плавиновая кислота                | мл                | 20         | 250               | 5           |
| Азотная кислота                   | мл                | 20         | 250               | 5           |
| Спирт                             | мл                | 100        | 67                | 7           |
| Итого                             |                   |            |                   | 2 974       |

Для выполнения выпускной квалификационной работы использовался анализатор водорода RHEN602 фирмы LECO, работа которого основана на методе экстракции водорода в среде инертного газа, необходимый для проведения работ по научной теме. В качестве расходного материала для данного анализатора используется графитовый тигель, являющийся обязательным материалом для проведения анализа.

Все расчеты по стоимости расходного материала для анализатора представлены в таблице 23.

Таблица 23 – Материальные затраты

| № п/п | Наименование оборудования | Кол-во единиц оборудования | Цена единицы оборудования, руб. | Общая стоимость оборудования, руб. |
|-------|---------------------------|----------------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| 1     | Графитовый тигель обычный | 300                        | 1 000                           | 300 000                            |
| Итого |                           |                            |                                 | 300 000                            |

Средства на приобретение анализатора не затрачивались, так как анализатор уже был приобретен кафедрой. Необходимо рассчитать амортизационные отчисления на данный вид оборудования.

Срок полезного использования анализатора составляет 10 лет, поэтому норма амортизации равна (формула 23):

$$H_a = \frac{1}{n} * 100 = \frac{1}{10} * 100 = 10\% \quad (23)$$

где  $H_a$  – норма амортизации в процентах,  $n$  – срок полезного использования в годах.

Первоначальная стоимость оборудования составляет 7 000 000 рублей. Из этого следует, что годовая сумма амортизации составит (формула 24):

$$A_{\Gamma} = \frac{F_{\Pi} * H_a}{100} = \frac{7\,000\,000 * 10}{100} = 700\,000 \text{ (руб.)} \quad (24)$$

где  $F_{\Pi}$  – первоначальная стоимость.

В таком случае сумма ежемесячных амортизационных расходов составит (формула 25):

$$A_M = \frac{A_{\Gamma}}{12} = \frac{700\,000}{12} = 58\,333 \text{ (руб.)} \quad (25)$$

Срок работы над проектом составляет 4 месяцев. За время работы сумма амортизации составляет (формула 26):

$$A = A_M * 4 = 233\,332 \text{ (руб.)} \quad (26)$$

Потребляемая мощность анализатора составляет 8,8 кВт/час. Длительность ежедневной работы на анализаторе составляет 5 часов. Стоимость электроэнергии в Томске составляет 5,8 рубля за 1 кВт/час.

Следовательно, стоимость электропотребления за 6 месяцев составляет (формула 27):

$$8,8 * 5 * 5,8 * 133,4 = 34\ 043,68 \text{ (руб.)} \quad (27)$$

Для вычисления основной заработной платы необходимо учесть научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, участвующих в выполнении выпускной квалификационной работе.

Для расчета основной заработной платы необходимо сформировать баланс рабочего времени, приведенного в таблице 24.

Таблица 24 – Баланс рабочего времени

| Показатели рабочего времени                  | Руководитель | Студент-инженер | Эксперт |
|--|--------------|-----------------|---------|
| Календарное число дней                       | 365          | 365             | 365     |
| Количество нерабочих дней                    | 52           | 52              | 52      |
| - выходные дни                               | 14           | 14              | 14      |
| - праздничные дни                            |              |                 |         |
| Потери рабочего времени                      |              |                 |         |
| - отпуск                                     | 48           | -               | 48      |
| - невыходы по болезни                        |              |                 |         |
| Действительный годовой фонд рабочего времени | 251          | 299             | 251     |

Таблица 25 – Расчёт основной заработной платы

| Исполнители     | $Z_{б, \text{руб.}}$ | $Z_{дн, \text{руб.}}$ | $T_{р, \text{раб. дн.}}$ | $Z_{м, \text{руб.}}$ | $Z_{осн, \text{руб.}}$ |
|-----------------|----------------------|-----------------------|--------------------------|----------------------|------------------------|
| Руководитель    | 17 000               | 915,7                 | 3,4                      | 22 100               | 3 113,38               |
| Студент-инженер | 9 893                | 447,34                | 133,4                    | 12 860,9             | 59 675,16              |
| Эксперт         | 33 800               | 1 820,62              | 7,5                      | 43 940               | 13 654,65              |
|                 |                      |                       |                          | Итого                | 76 443,19              |

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле 28:

$$Z_{дн} = \frac{Z_{м} \cdot M}{F_{г}} \quad (28)$$

где  $Z_{м}$  – месячный должностной оклад работника, руб.;

$M$  – 10,4 месяца, 6-дневная неделя;

$F_d$  – действительный годовой фонд.

Основная заработная плата ( $Z_{осн}$ ) руководителя и эксперта рассчитывается по следующей формуле 29:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_{раб} \quad (29)$$

где  $Z_m$  – среднедневная заработная плата работника, руб.

$T_{раб}$  – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

Отчисления во внебюджетные фонды является обязательным фактором, согласно законодательству Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Для расчета отчислений во внебюджетные фонды воспользуемся формулой 30:

$$Z_{внеб} = k_{внеб}(Z_{осн} + Z_{доп}) \quad (30)$$

где  $k_{внеб}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды, равный 27,1%.

Таблица 26 – Отчисления во внебюджетные фонды

| Исполнитель                                  | Основная заработная плата, руб. |
|--|---------------------------------|
| Научный руководитель                         | 3 113,38                        |
| Студент-инженер                              | 59 675,16                       |
| Эксперт                                      | 13 654,65                       |
| Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды | 27,1%                           |
| Итого  |                                 |
| Научный руководитель                         | 843,73                          |
| Студент-инженер                              | 16 171,97                       |
| Эксперт                                      | 3 700,41                        |

Формирование бюджета научно-исследовательского проекта является основой для определения бюджета затрат проекта, и формируется исходя их вышеприведенных расчетов. Результатом является таблица 29 расчетов бюджета затрат НИИ.

Таблица 27 – Расчет бюджета затрат НТИ

| Наименование статьи   | Сумма, руб.          |                 |           |
|---|----------------------|-----------------|-----------|
|   | Научный руководитель | Студент-инженер | Эксперт   |
| 1. Материальные затраты НТИ   | 2 974                | 300 000         | 2 974     |
| 2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ<br>амортизация | –                    | 233 332         | –         |
| 3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы                                   | 3 113,38             | 59 675,16       | 13 654,65 |
| 4. Отчисления во внебюджетные фонды   | 843,73               | 16 171,97       | 3 700,41  |
| 5. Накладные расходы  | –                    | 34 043,68       | –         |
| 7. Бюджет затрат НТИ  | 6 931,11             | 643 222,81      | 20 329,06 |
| Итого   | 670 482,98           |                 |           |

#### 4.11. Определение сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный

показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета, с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по формуле 31.

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (31)$$

где  $\Phi_{pi}$  – стоимость  $i$ -го варианта исполнения;  $\Phi_{\text{max}}$  – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по формуле 32.

$$I_{pi} = \sum a_i * b_i \quad (32)$$

где  $a_i$  – весовой коэффициент  $i$ -го варианта исполнения разработки;  $b_i$  – бальная оценка  $i$ -го варианта исполнения разработки.

В таблице 30 представлена сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта. Под исполнением 1 представлена методика измерения малых концентраций водорода, заложенная в программе анализатора.

Таблица 28 – Сравнительная оценка характеристик

| Критерии   | Весовой коэффициент параметра | Данный проект | Исполнение 1 |
|--|-------------------------------|---------------|--------------|
| Способствует росту производительности труда пользователя | 0,25                          | 5             | 5            |
| Соответствует требованиям потребителей                   | 0,15                          | 4             | 4            |
| Энергосбережение   | 0,2                           | 4             | 4            |
| Надежность   | 0,2                           | 5             | 5            |
| Материалоемкость   | 0,2                           | 4             | 4            |
| Интегральный показатель ресурсоэффективности             |                               | 4,45          | 4,2          |

Характеристики имеют схожие критерии, так как методики реализованы для одного прибора. Каждая из представленных методик реализована для определенной задачи, но общие характеристики одинаковы.

Пример расчета интегрального показателя ресурсоэффективности:

$$I_p = 0,25 * 5 + 0,15 * 4 + 0,2 * 4 + 0,2 * 5 + 0,2 * 4 = 4,45$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле 33.

$$I_{\text{исп}} = \frac{I_{pi}}{I_{\text{исп}i}^{\text{финр}}} \quad (33)$$

Сравнительная эффективность проекта определяется по формуле 34.

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{д.п.}}}{I_{\text{исп}}} \quad (34)$$

В таблице 29 представлена сравнительная эффективность разработки.

Таблица 29 – Сравнительная эффективность

| № | Показатели                                       | Данный проект | Исполнитель 1 |
|---|--|---------------|---------------|
| 1 | Интегральный финансовый показатель               | 1             | 1             |
| 2 | Интегральный показатель ресурсоэффективности     | 4,45          | 4,45          |
| 3 | Интегральный показатель эффективности            | 4,45          | 4,45          |
| 4 | Сравнительная эффективность вариантов исполнения | 1             | 1             |

## Выводы

Для исследования накопления водорода в материалах-накопителях водорода, была разработана методика измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO, позволяющая использование проб с большой массой для определения содержания водорода.

Бюджет затрат, приведенный в таблице 27 обусловлен необходимостью разработки экспериментальной методики для определения концентрации водорода в пробах с большой массой.

Полученные в ходе исследования результаты, при затрате 670 482,98 рублей на реализацию, могут быть использованы для дальнейших исследований систем металл-водород. Работа имеет большую практическую ценность и в полной мере способствует решению многих фундаментальных задач.



## **ГЛАВА 5. Социальная ответственность**

### **Введение**

Для выполнения выпускной квалификационной работы на тему «Разработка методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе RHEN602 фирмы LECO» проводилась серия экспериментов с применением различных установок, помогающих решить поставленные задачи, следующего типа: шкаф вытяжной химический, автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller LPB фирмы Advanced Material Corporation, анализатор водорода RHEN602 другие. Разработка и запуск методики, представленной в выпускной квалифицированной работе, проводилась на анализаторе водорода RHEN602 фирмы LECO, применяемого на кафедре Общей физики физико-технического института для определения содержание водорода в металлах методом экстракции водорода в среде инертного газа. Водород измеряется по регистрации изменения теплопроводности в термокондуктометрической ячейке. В связи с этим, детальное рассмотрение правил гигиены и безопасности труда при проведении работ на газоанализаторе RHEN602, особенно необходимо при осуществлении экспериментальных исследований, входящих в выпускную квалификационную работу.

Также, при создании проекта рабочих мест, обязательно следует учесть следующие факторы: уровень освещенности, температура воздуха и уровень влажности в помещении, атмосферное давление, уровень шума, присутствие вредных веществ, наличие электромагнитных полей и другие требования к организации рабочего места. При создании проекта лаборатории нужно уделить соблюдать требования по охране окружающей среды, а именно, организовать максимально возможное безотходное производство. Необходимо, также учесть возможность возникновения чрезвычайной ситуации. Так как научно-исследовательская лаборатория находится в городе Томске, то наиболее

типичной чрезвычайной ситуацией для данного региона является экстремально низкие температуры воздуха.

В процессе выполнения данной выпускной квалификационной работы было использовано несколько рабочих помещений. Часть работ, связанная с аналитической и расчетной деятельностью, проводилась в научно-учебной аудитории третьего корпуса ТПУ. Данное помещение оборудовано необходимой техникой для выполнения исследований, использования стандартного и специфического программного обеспечения. В данном разделе для этого рабочего помещения будет приведен расчет таких производственных факторов, как освещенность.

### **5.1. Техногенная безопасность**

В этом разделе рассмотрены различные аспекты вопросов, тесно связанных с созданием рабочего места в полном соответствии с существующими нормами техники производственной безопасности, нормами санитарии и требованиями по охране окружающей среды.

Помещение, с которым располагается анализатор имеет линейные размеры  $5,8 \times 5,31$  м и высоту 3 м и располагается на цокольном этаже. В помещении есть два окна размерами  $1,8 \times 1,5$  м, которые обеспечивают достаточное проникновение солнечного света, с противоположной стороны окон находится дверной проем. На рисунке 13 представлено расположение оборудования. В аудитории необходимое для исследований оборудование.

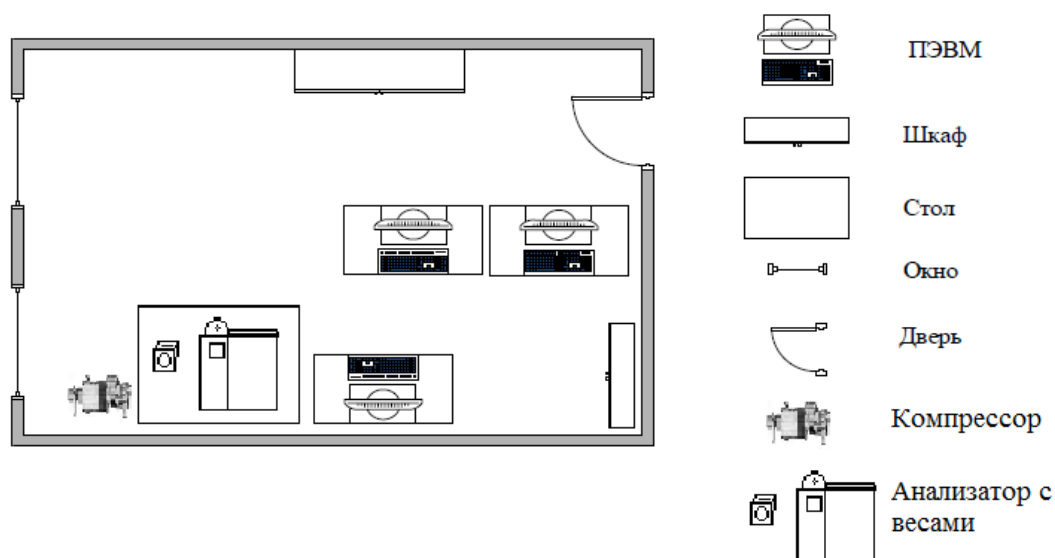


Рисунок 13 – Схема расположения оборудования

Определения содержания водорода в образцах осуществлялось анализатором водорода RHEN602 – это инструмент на платформе Windows, для определения концентрации водорода в образце, методом экстракции водорода в среде инертного газа, работа которого производится за счет питания от сети переменного тока напряжением 220 В. Работая на газоанализаторе RHEN602 возможно воздействие вредных и опасных факторов, негативно влияющих на здоровье сотрудников. К первой группе факторов можно отнести микроклимат помещения, освещение рабочей зоны, электромагнитное поле и шум. В качестве второй группы факторов необходимо рассмотреть возможность поражения электрическим током, взаимодействие с химическими веществами и работа с баллонами.

## 5.2. Анализ вредных факторов

### 5.2.1. Освещение

Уровень освещенности, на рабочем месте, должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным по яркости. Световой спектр должен максимально соответствовать дневному освещению, так как оно оптимально

соответствует человеческой физиологии. Очень высокий уровень освещенности, так же, как и недостаточный, приводит к быстрому утомлению зрения. Освещение должно быть равномерным на всей площади рабочего места, так как при переносе взгляда с более освещенных на менее освещенные участки рабочего места и наоборот происходит понижение остроты зрения на достаточно долгий промежуток времени. Требования к уровню освещенности в производственных помещениях утверждены сводом правил [60].

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего (равномерного или локализованного) и комбинированного (общего и местного) освещения. Выбор между равномерным и локализованным освещением проводится с учётом особенностей производственного процесса и размещения технологического оборудования. Система комбинированного освещения применяется для производственных помещений, в которых выполняются точные зрительные работы. Применение одного местного освещения на рабочих местах не допускается.

Учитывая особенности процесса работы на газоанализаторе RHEN602 (не требуется освещения для проведения работ высокой точности) возможно применение схемы общего равномерного освещения.

Источники света, применяемые для искусственного освещения, делят на две группы – газоразрядные лампы и лампы накаливания.

Для общего освещения, как правило, применяются газоразрядные лампы как энергетически более экономичные и обладающие большим сроком службы. Наиболее распространёнными являются люминесцентные лампы. По спектральному составу видимого света различают лампы дневной (ЛД), холодно-белой (ЛХБ), тепло-белой (ЛТБ) и белой цветности (ЛБ). Наиболее широко применяются лампы типа ЛБ. При повышенных требованиях к передаче цветов освещением применяются лампы типа ЛХБ, ЛД. Лампа типа ЛТБ применяется для правильной цветопередачи человеческого лица. В данном случае используется лампа ЛХБ.

При выборе типа светильников следует учитывать светотехнические требования, экономические показатели, условия среды.

Наиболее распространёнными типами светильников для люминесцентных ламп являются:

Открытые двухламповые светильники типа ОД, ОДОР, ШОД, ОДО, ООД – для нормальных помещений с хорошим отражением потолка и стен, допускаются при умеренной влажности и запылённости.

Наилучшими вариантами равномерного размещения светильников являются шахматное размещение и по сторонам квадрата (расстояния между светильниками в ряду и между рядами светильников равны).

При равномерном размещении люминесцентных светильников последние располагаются обычно рядами – параллельно рядам оборудования. При высоких уровнях нормированной освещённости люминесцентные светильники обычно располагаются непрерывными рядами, для чего светильники сочленяются друг с другом торцами.

Таким образом, была выбрана лампа ЛД, для которой световой поток и мощность составляют 1650 Лм и 30 Вт, соответственно. Тип ламп был выбран ОД 2×30 размерами 933×204 мм.

Размещение светильников в помещении определяется следующими параметрами:

$H=3$  – высота помещения;

$h_c=0,2$  – расстояние светильников от перекрытия (свес) (м);

$h_n = H - h_c = 2,8$  – высота светильника над полом, высота подвеса (м);

$h_{рп}=0,7$  – высота рабочей поверхности над полом (м);

Расчётная высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле 35:

$$h = h_n - h_{рп} = 2,8 - 0,7 = 2,1 \quad (35)$$

$L$  – расстояние между соседними светильниками или рядами (если по длине (А) и ширине (В) помещения расстояния различны, то они обозначаются  $L_A$  и  $L_B$ ). Расстояние определяется по формуле 36:

$$L = \lambda * h = 1,4 * 2,1 = 2,94 \quad (36)$$

$l$  – расстояние от крайних светильников или рядов до стены.

Оптимальное расстояние  $l$  от крайнего ряда светильников до стены рекомендуется принимать равным  $L/3$  (формула 37).

$$l = \frac{L}{3} = \frac{2,94}{3} = 0,98 \quad (37)$$

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина  $\lambda = L/h$ , уменьшение которой удорожает устройство и обслуживание освещения, а чрезмерное увеличение ведёт к резкой неравномерности освещённости. Для люминесцентных без защитной решётки типов ОД, ОДО интегральный критерий  $\lambda = 1,4$ .

Необходимо произвести расчет числа рядов и количества светильников в ряду.

Число рядов светильников в помещении:

$$N_A = \frac{A}{L} = \frac{5,8}{2,94} \approx 2 \quad (38)$$

Число светильников в ряду:

$$N_B = \frac{B}{L} = \frac{5,31}{2,94} \approx 2 \quad (39)$$

Так как помещение больше имеет прямоугольную форму, то разумнее добавить в каждый ряд по одному дополнительному светильнику, тем самым уменьшив расстояние между светильниками в ряду до 50 см. Это позволит усилить освещенность помещения для более благоприятной работы на анализаторе.

Таким образом, общее число светильников в помещении:

$$N = N_a * N_b = 3 * 2 = 6 \quad (40)$$

На рисунке 14 изображен план лаборатории и расположения источников света с люминесцентными лампами.

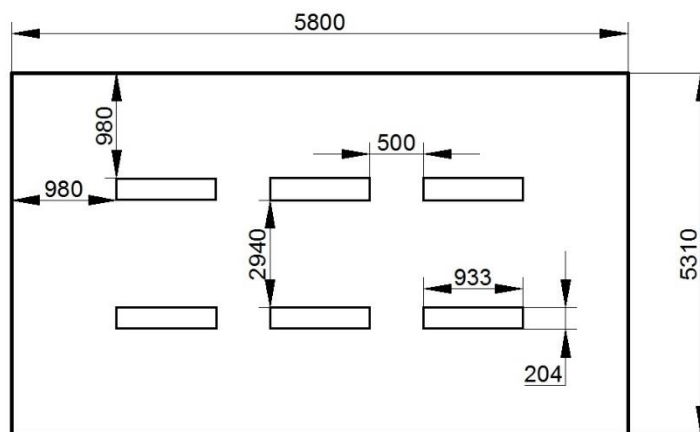


Рисунок 14 – План расположения источников света

Расчет общего равномерного уровня искусственного освещения горизонтальной поверхности рабочего места производится способом коэффициента светового потока:

$$\phi_{\Pi} = \frac{E_n S K_z Z}{N n} = \frac{200 \cdot 30,8 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{12 \cdot 0,53} = 1598 \text{ Лм} \quad (41)$$

где  $E_n$  – нормируемая минимальная освещённость по СНиП 23-05- 95,  $E_n=200$  Лк (Характеристика зрительной работы VI: Грубая (очень малой точности));  $S$  – площадь освещаемого помещения,  $\text{м}^2$ ;  $K_z$  – коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника (источника света, светотехнической арматуры, стен и пр., т. е. отражающих поверхностей), наличие в атмосфере цеха дыма, пыли,  $K_z=1,5$  (Помещения с малым выделением пыли);  $Z$  – коэффициент неравномерности освещения, отношение  $E_{\text{ср}}/E_{\text{min}}$ . Для люминесцентных ламп при расчётах берётся равным 1,1;  $N$  – число ламп в помещении, 12;  $n$  – коэффициент использования светового потока, 0,53.

Коэффициент использования светового потока показывает, какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность. Он зависит от индекса помещения  $i$ , типа светильника, высоты светильников над рабочей поверхностью  $h$  и коэффициентов отражения стен  $\rho_c$  и потолка  $\rho_n$ .

Индекс помещения определяется по формуле 42:

$$i = \frac{S}{h(A+B)} = \frac{30,8}{2,1 \cdot 11,11} = 1,3 \quad (42)$$

Коэффициент отражения стен (свежепобеленное состояние стен с окнами без штор):  $\rho_c = 50 \%$ ;

Коэффициент отражения потолка (свежепобеленное состояние потолка):  
 $\rho_n = 70 \%$ ;

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% \leq 20\% \quad (43)$$

$$\frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% = \frac{1650 - 1598}{1650} \cdot 100\% = 3,2\%.$$

Таким образом:  $-10\% \leq 3,2\% \leq 20\%$ , необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

### 5.2.2. Шум

Шум – колебания, как правило, беспорядочные, разнообразной физической природы. Такие колебания, отличающиеся сложностью спектральной и временной структуры. Длительное воздействие шумовых колебаний на человека может привести к ослаблению слуха, а в некоторых случаях – к полной его потере. Установлено, что загрязнение шумовыми колебаниями среды, на рабочем месте, негативно влияет на людей. Как следствие, у работающих, понижается внимание, увеличиваются затраты энергии при идентичной физической нагрузке, тормозятся психические реакции и т.п. Как итог - понижается производительность труда, страдает качество выполняемой работы.

Уровни шума на рабочих местах пользователей персональных компьютеров не должны превышать значений, утверждённых [61, 62]. Рабочая зона соотносится с категорией «Высококвалифицированная работа, требующая сосредоточенности, административно-управленческая деятельность, измерительные и аналитические работы в лаборатории; рабочие места в помещениях цехового управленческого аппарата, в рабочих комнатах



конторских помещений, в лабораториях». Максимально допустимые уровни звука, уровни звукового давления и эквивалентные уровни звука для такой категории приведены в таблице 30.

Таблица 30 – Максимально допустимые уровни звука, уровни звукового давления и эквивалентные уровни звука. [63].

| Уровни звукового давления в октавных полосах со среднегеометрическими частотами [Гц] |    |     |     |     |      |      |      |      | Уровни звука в [дБ] |
|--|----|-----|-----|-----|------|------|------|------|---------------------|
| 31,5   | 63 | 125 | 250 | 500 | 1000 | 2000 | 4000 | 8000 | 60                  |
| 93   | 79 | 70  | 68  | 58  | 55   | 52   | 52   | 49   |                     |

При значениях выше допустимого уровня необходимо предусмотреть средства коллективной (СКЗ) и индивидуальной защиты (СИЗ).

К СКЗ относятся: устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования; изоляция источников шума от окружающей среды средствами звуко- и виброизоляции, звуко- и вибропоглощения; применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения. В качестве материала можно использовать минеральную вату, гипсокартон, стекловату, базальтовую вату, древесное волокно, вспененный полиэтилен и др. К СИЗ – применение спецодежды, спецобуви и защитных средств органов слуха: наушники, беруши, антифоны.

### 5.2.3. Микроклимат

Микроклиматом производственных помещений – называют метеорологические условия внутри помещений. Эти условия определяются действующим на организм человека рядом факторов. В этот ряд входят температура воздуха, влажность, скорость движения воздуха и тепловое излучение. Так же на микроклимат влияет набор физических факторов, оказывающих влияние на состояние человека. Это теплообмен человека с окружающей средой и факторы, определяющие самочувствие. Такие факторы как работоспособность, здоровье и производительность труда. [64].

Терморегуляция – способность человеческого организма, при изменении микроклимата, регулировать процесс теплообмена с окружающей средой. Тем самым поддерживать температуру тела на стабильно постоянном уровне. Регуляция теплообмена производится путем изменения количества тепла, вырабатываемого внутри организма, а также увеличением или уменьшением теплоотдачи в окружающую среду. В наиболее комфортных, для человека, условиях количество выделяемого тепла, за единицу времени, равно количеству отданного тепла. Это состояние организма именуется тепловым балансом.

Человеческий организм перегревается или переохлаждается в том случае, если параметры, окружающей человека среды, имеют отклонения от комфортных параметров.

Перегрев организма наступает при высокой температуре воздуха и высокой относительной влажности, которые сопровождаются низкой подвижностью воздушной массы. Симптомами перегрева являются – учащение пульса, ощущение слабости, сильное потоотделение, увеличение температуры тела, иногда головная боль.

Переохлаждение организма возникает при наличии низкой температуры воздуха и высокой влажности в сочетании с высокой подвижностью воздушной массы. При наступлении переохлаждения снижается температура тела, происходит сужение кровеносных сосудов, возникают сбои в работе сердечно-сосудистой системы [65].

Санитарными нормами, установленными для производственных помещений [66] утверждены оптимальные и допустимые интервалы температуры воздуха, относительной влажности и скорости движения воздушных масс. Нормативы установлены с учетом тяжести выполняемой работы и времени года.

В таблице 31 отражены наиболее оптимальные климатические параметры в производственных помещениях для категории легких работ. К таковым относятся работы, которые выполняются сидя и не требуют высокого физического напряжения.

Таблица 31 – Оптимальные климатические параметры.

| Период года | Температура, °С | Относительная влажность воздуха, % | Скорость движения воздуха, м/с, не более |
|-------------|-----------------|------------------------------------|--|
| Холодный    | 22-24           | 40-60                              | 0,1                                      |
| Теплый      | 23-25           | 40-60                              | 0,1                                      |

Допускается наличие, в закрытых помещениях, микроклиматических показателей которые способны вызывать изменения теплового баланса организма. При условии, что не нарушается состояние здоровья, но возможно возникновение ощущения дискомфорта и снижение работоспособности. Допустимые параметры устанавливаются в производственных помещениях, где по каким-либо причинам, обеспечение оптимальных климатических параметров невозможно.

Допустимые нормы для работ легкой категории приведены в таблице 32.

Таблица 32 – Допустимые параметры микроклимата.

| Период года | Температура, °С            |                            | Относительная влажность, % | Скорость движения воздуха, м/с, не более |                            |
|-------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|--|----------------------------|
|             | Ниже оптимального значения | Выше оптимального значения |                            | Ниже оптимального значения               | Выше оптимального значения |
| Холодный    | 20-21                      | 24,1-25                    | 15-75                      | 0,1                                      | 0,1                        |
| Теплый      | 21-22                      | 25,1-26                    | 15-75                      | 0,1                                      | 0,1                        |

#### 5.2.4. Электромагнитное поле

Электромагнитное поле – это силовое поле, образованное вокруг электрического тока, эквивалентное электрическому полю и магнитному полю, расположенным под прямыми углами друг к другу [67].

Источниками электромагнитного излучения являются приборы работающие от электрического тока. Например: линии электропередач компьютеры, телефоны, и т.д.

Помещение, в котором располагается научно-исследовательское оборудование, оснащено персональными компьютерами. Исходя из этого

основным источником электромагнитного излучения, в помещении лаборатории, является компьютер. В таблице 33 представлены частоты излучения ПК. [68].

Таблица 33 – Частоты излучения ПК

| Источник   | Диапазон частот       |
|--|-----------------------|
| <p>Монитор:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Сетевой трансформатор блока питания</li> <li>• Статический преобразователь напряжения в импульсном блоке питания                             <ul style="list-style-type: none"> <li>• Блок кадровой развертки и синхронизации</li> <li>• Ускоряющее анодное напряжение монитора (только для мониторов с ЭЛТ)</li> </ul> </li> </ul> | 50 Гц                 |
|  | 20-100 кГц            |
|  | 48-160 Гц             |
|  | 0 Гц (Электростатика) |
| Системный блок   | 50 Гц – 1000 МГц      |
| Устройства ввода/вывода информации   | 0 Гц, 50 Гц           |
| Источники бесперебойного питания   | 50 Гц, 20 – 100 кГц   |

В России система стандартов по электромагнитной безопасности складывается из ГОСТ [69, 70] и СанПиН. Максимально допустимые параметры плотности потока энергии электромагнитного поля составляют – 25 мкВт/см<sup>2</sup> в течение 8 часов, 100 мкВт/см<sup>2</sup> максимальное значение не превышает 1000 мкВт/см<sup>2</sup>.

Длительное воздействие электромагнитного излучения на организм человека ведёт к нарушениям процессов в центральной нервной системе, сбоям в работе сердечно-сосудистой системы. Возможно появление катаракты хрусталика глаза, ломкости ногтей и выпадения волос. Первыми симптомами воздействия электромагнитных полей являются быстрая утомляемость, слабость, головные боли, понижение частоты пульса и повышение температуры тела.

## **5.3. Анализ опасных факторов**

### **5.3.1. Электробезопасность**

Воздействие электрического тока на человека носит разносторонний и своеобразный характер. Прохождение электрического тока через организм может вызвать у человека раздражение кожных покровов и повреждения различных внутренних органов. Пороговое значение неотпускающего электрического тока составляет 10-15 мА. Проходя через живые ткани организма человека, электрический ток производит электролитическое, термическое, механическое, световое, биологическое, световое воздействие на организм.

Термическое воздействие электрического тока характеризуется повышением температуры кожных покровов и мышечной ткани вплоть до ожогов.

Электролитическое воздействие тока на человека проявляется в разложении жидкостей организма, в том числе крови, на различные составляющие и, как следствие, нарушение их химико-физического состава.

Механическое воздействие электрического тока заключается в расслоении, разрыве тканей организма под воздействием электродинамического эффекта, а также мгновенного, похожего на взрыв, образования пара из жидкости тканей и крови. Так же механическое воздействие электрического тока характеризуется сильным сокращением мышечных тканей, вплоть до их разрыва.

Биологическое воздействие электрического тока проявляется в раздражении живых тканей организма человека и сопровождается судорожными сокращениями мышц.

Световое воздействие возникает при появлении электрической дуги и приводит к ожогу слизистой оболочки глаз.

С целью обеспечения максимальной защиты от поражения электрическим током необходимо доскональное соблюдение правил технической эксплуатации электроустановок и проведение мероприятий по защите от электротравм.

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока.

Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В с присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (особо опасные помещения).

Лаборатория относится к помещению с особой опасностью поражения электрическим током. В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены. Недоступность токоведущих частей достигается путем их надежной изоляции, применения защитных ограждений, расположения токоведущих частей на недоступной высоте. К СКЗ относятся заземление и разделение электрической сети с помощью трансформаторов – в результате изолированные участки сети обладают большим сопротивлением изоляции и малой емкостью проводов относительно земли, за счет чего значительно улучшаются условия безопасности.

Основными электрозащитными средствами в электроустановках напряжением до 1000 В являются изолирующие штанги, указатели напряжения, а также изолирующие устройства и приспособления для ремонтных работ. Также безопасными номиналами являются  $U=12\div 36$  В,  $I=0,1$  А,  $R_{\text{заземления}}=4$  Ом.

К дополнительным изолирующим электрозащитным средствам относятся диэлектрические перчатки, резиновые коврики и дорожки, изолирующие подставки на фарфоровых изоляторах и переносные заземления.

Освобождение пострадавшего от действия тока напряжением свыше 1000 В может быть произведено только одним способом. Это отключение соответствующей части электрической установки специально обученными людьми.

### **5.3.2. Работа с химическими веществами и баллонами**

Водород является легким газообразным химическим элементом, который при взаимодействии с воздухом может превратиться во взрывоопасную смесь. ПДК водорода в воздухе, согласно СНиП РФ равна 10 % от минимального уровня взрываемости 0,04 об.%. Водород по опасности относится к классу 2.

При работе на газоанализаторе в качестве газа-носителя используется особо чистый аргон. Газообразный и жидкий аргон получают из воздуха и остаточных газов аммиачных производств.

Газообразный аргон не оказывает опасного воздействия на окружающую среду. Он тяжелее воздуха и может накапливаться в слабо проветриваемых помещениях у пола. При этом снижается содержание кислорода в воздухе, что вызывает кислородную недостаточность и удушье. Однако, ПДК на данный газ не предусмотрен. Аргон по опасности относится к классу 2. Также необходимо проводить проверку баллонов на наличие неисправностей так как при утечке газа из баллона возможно удушье, поэтому необходимо знать и неукоснительно соблюдать правила пользования газовыми приборами. Проверить целостность газового баллона и прочность его крепления, наличие видимых повреждений. Вентиль газового баллона и резьба должны находиться в исправленном состоянии, редуктор должен соответствовать газу в баллоне.

Для удобства работы в помещении необходима нормировка параметров микроклимата. Необходимо применение защитных мероприятий по способам и средствам защиты от высоких и низких температур, системы отопления, вентиляции и кондиционирования воздуха, искусственное освещение и т.п.

#### **5.4. Защита в чрезвычайных ситуациях**

При обнаружении неисправностей работы газоанализатора RHEN602 необходимо выполнить следующие действия:

- выйти из программы;
- отключить питание компьютера;
- отключить газоанализатора RHEN602 от электросети;
- известить об этом вышестоящего руководителя;

В случае обнаружения утечки газа из баллона немедленно прекратить подачу газа из баллона и сообщить об аварийной ситуации непосредственному руководителю.

При возникновении возгорания необходимо немедленно прекратить работу, закрыть баллон с газом, отключить электрооборудование, позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 010, сообщить о случившемся руководителю подразделения и приступить к тушению огня первичными средствами пожаротушения.

При поражении работника электрическим током необходимо как можно скорее освободить пострадавшего от воздействия электрического тока, проверить состояние пострадавшего и вызвать при необходимости скорую помощь, до приезда скорой помощи оказать пострадавшему необходимую первую помощь или, при необходимости, организовать доставку пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение, о произошедшем несчастном случае поставить в известность руководителя структурного подразделения.

#### **5.5. Пожарная безопасность**

Самым распространенным видом ЧС является пожар. Под пожаром понимают неконтролируемое горение, причиняющее материальный ущерб, вред жизни и здоровью людей, интересам общества, государству.



По взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В1 - В4, Г и Д, а здания - на категории А, Б, В, Г и Д. По пожарной опасности наружные установки подразделяются на категории Ан, Бн, Вн, Гн и Дн.

Согласно НПБ 105-03 лаборатория относится к категории А – вещества и материалы, способные взрываться и гореть при взаимодействии с водой или кислородом воздуха [71].

По степени огнестойкости данное помещение относится к 1-й степени огнестойкости по СНиП 2.01.02-85 [72] (выполнено из кирпича, которое относится к трудно сгораемым материалам). Возникновение пожара при работе с электронной аппаратурой может быть по причинам как электрического, так и неэлектрического характера.

Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, статическое электричество и т. д. Для устранения причин возникновения и локализации пожаров в помещении лаборатории должны проводиться следующие мероприятия:

- а) использование только исправного оборудования;
- б) проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности;
- в) отключение электрооборудования, освещения и электропитания при предполагаемом отсутствии обслуживающего персонала или по окончании работ;
- г) содержание путей и проходов для эвакуации людей в свободном состоянии.

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды.

Огнетушители водо-пенные (ОХВП-10) используют для тушения очагов пожара без наличия электроэнергии. Углекислотные (ОУ-2) и порошковые огнетушители предназначены для тушения электроустановок, находящихся под

напряжением до 1000 В. Кроме того, порошковые применяют для тушения документов.

Для тушения токоведущих частей и электроустановок применяется переносной порошковый огнетушитель, например ОП-5.

В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации, порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к выходу.

## **5.6. Организационные мероприятия обеспечения безопасности**

Для обеспечения безопасности работы на газоанализаторе необходимо соблюдать требования инструкций, правила внутреннего трудового распорядка, режим труда и отдыха, а также знать местонахождение аптечки первой помощи и уметь правильно ее использовать при несчастных случаях.

Перед началом работы необходимо надеть спецодежду и подготовить рабочее место, произвести внешний осмотр газоанализатора RHEN602. Также необходимо проверить отсутствие внешних повреждений электрооборудования, наличие и исправность контрольных, измерительных и сигнальных приборов, компьютера, тумблеров, переключателей и т.п. При нахождении неисправностей необходимо доложить вышестоящему сотруднику, работающему на данной установке, либо руководителю лаборатории.

В дальнейшем необходимо проверить не только сам прибор, но и дополнительные элементы экспериментальной установки, баллоны, их прочность крепления, отсутствие утечки газа, исправность вентилей и их

резьбы, а также показания манометров и редукторов, состояние фильтров. Если требуется их замена, сообщить это сотруднику, отвечающему за техническое обслуживание установки. Проверить исправность компьютера и системы охлаждения газоанализатора.

Запрещается приступать к работе, если выявлены неисправности любого используемого оборудования, если истек срок очередного освидетельствования баллона, истек срок проверки манометра, если персонал не прошел в установленном порядке обучение и проверку знаний безопасности труда.

Работа с газоанализатором должна производиться в чистом помещении, свободном от пыли, паров, кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающий коррозию.

При работе на установке необходимо следить за состоянием баллонов, их закреплением. При обнаружении опасных ситуаций: повышение давления после редуктора, обнаружение пропусков, принять срочные меры для их устранения. Запрещается производить подтяжку гаек редукторов на баллоне, работающих под давлением. Во время работы необходимо следить за показаниями манометров.

Если во время работы произошел несчастный случай, нарушился технологический процесс, возникли опасные или вредные факторы, которые могут нанести вред здоровью или угрожают жизни персонала, необходимо остановить работу оборудования и срочно сообщить об этом руководителю работ.

После окончания работы с газоанализатором RHEN602 необходимо:

- закрыть воду;
- закрыть вентиль газового баллона;
- выйти из программы;
- отключить питание компьютера;
- отключить газоанализатор от электросети;
- проверить целостность газовых баллонов, их закрепление, отсутствие утечки газа;

- проверить общее состояние помещения, убедиться в возможности загорания;
- осмотреть и привести в порядок рабочее место, вымыть теплой водой с мылом руки и лицо.

### **5.7. Безопасность в чрезвычайных ситуациях**

При обнаружении неисправностей работы газоанализатора RHEN602 необходимо выполнить следующие действия:

- выйти из программы;
- отключить питание компьютера;
- отключить газоанализатора RHEN602 от электросети;
- известить об этом вышестоящего руководителя;

В случае обнаружения утечки газа из баллона немедленно прекратить подачу газа из баллона и сообщить об аварийной ситуации непосредственному руководителю.

При возникновении возгорания необходимо немедленно прекратить работу, закрыть баллон с газом, отключить электрооборудование, позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 010, сообщить о случившемся руководителю подразделения и приступить к тушению огня первичными средствами пожаротушения.

При поражении работника электрическим током необходимо как можно скорее освободить пострадавшего от воздействия электрического тока, проверить состояние пострадавшего и вызвать при необходимости скорую помощь, до приезда скорой помощи оказать пострадавшему необходимую первую помощь или, при необходимости, организовать доставку пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение, о произошедшем несчастном случае поставить в известность руководителя структурного подразделения.

## **5.8. Охрана окружающей среды**

Охрана окружающей среды – комплексная проблема и наиболее активной формой ее решения является сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства.

Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор водорода в специальные емкости (в настоящее время он выпускается в воздух).

Так же необходимо позаботиться о отдельных контейнерах для отходов бытового характера: отдельные мусорные баки для бумаги, стекла, металлических частей, пластика, резины и т. д. Необходимо заключить договор с компанией, вывозящей мусор, чтобы она обеспечивала доставку разделенных отходов фирмам, занимающимся переработкой отходов.

## **5.9. Защита в ЧС**

Производство находится в городе Томске с континентально-циклоническим климатом. Такие природные явления, как землетрясения, наводнения, засухи, ураганы, в данном городе отсутствуют.

Возможными чрезвычайными ситуациями на объекте, в данном случае, могут быть сильные морозы, которые характерны для Сибири и диверсии. Достижение критически низких температур может привести к авариям систем теплоснабжения и жизнеобеспечения, приостановке работы или обморожениям. В случае переморозки труб должны быть предусмотрены запасные обогреватели. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась.

Чрезвычайные ситуации, возникающие в результате диверсий, возникают все чаще. Зачастую такие угрозы оказываются ложными, но случаются взрывы и в действительности.

Для предупреждения вероятности осуществления диверсии предприятие необходимо оборудовать системой видеонаблюдения, круглосуточной охраной, пропускной системой, надежной системой связи, а также исключения распространения информации о системе охраны объекта, расположении помещений и оборудования в помещениях, системах охраны, сигнализаторах, их местах установки и количестве. Должностные лица раз в полгода проводят тренировки по отработке действий на случай экстренной эвакуации.

#### **5.10. Особенности законодательного регулирования проектных решений**

К работе с газоанализатором допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющих медицинских противопоказаний, прошедших вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на рабочем месте. К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний правил электробезопасности, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы с использованием газоанализатора, ознакомленные с инструкцией по эксплуатации прибора имеющие не менее II группы по электробезопасности и получившие допуск к работе с газовыми баллонами, работающими под давлением.

Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности, правил безопасной работы с газовыми баллонами проводится с работниками не реже 1 раза в 12 месяцев, повторный инструктаж на рабочем месте – не реже 1 раза в 3 месяца.

Проведение всех видов инструктажа должно оформляться в Журнале регистрации инструктажа установленного образца, с обязательными подписями получившего и проводившего инструктаж, с указанием даты проведения инструктажа, наименования и номеров инструкции на виды работ, по которым проводится инструктаж.

По данной теме рассматриваются законодательный и нормативные документы;

Опасность поражения электрическим током:

- инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;
- ГОСТ 12.1.038-82 Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов.

Нормативными значениями напряжения прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном (неаварийном) режиме электроустановки, для ГОСТа 12.1.038-82, не должны превышать значений, указанных в таблице 34.

Таблица 34 – Нормативные параметры тока

| Ток рода           | U, В     | I, мА |
|--------------------|----------|-------|
|                    | не более |       |
| Переменный, 50 Гц  | 2,0      | 0,3   |
| Переменный, 400 Гц | 3,0      | 0,4   |
| Постоянный         | 8,0      | 1,0   |

- ГОСТ 12.1.045-84 Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.
  - ГОСТ 7399-97 Провода и шнуры на напряжение до 450/750 В.
  - ГОСТ 13109-97 Нормы качества электрической энергии в системах электроснабжения общего назначения.
  - ГОСТ 58571.3-94 Электроустановки зданий. Требования по обеспечению безопасности. Защита от поражения электрическим током.
  - СНиП 31-110-2003 Проектирование и монтаж Электроустановок жилых и общественных зданий.
  - СНиП 3.05.06-85 от 01.07.1986 г. Электротехнические устройства.
- Опасность действия высокой температуры:
- ГОСТ 2408.4-98 Топливо твердое минеральное. Метод определения углерода и водорода сжиганием при высокой температуре.

– ГОСТ 12.2.007.0-75 Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

– ГОСТ 30331.4-95 Часть 4. Требования по обеспечению безопасности. Защита от тепловых воздействий.

Нормативными значениями максимальных температур доступных для прикосновения частей электрооборудования при нормальных условиях работы, для ГОСТа 30331.4-95 Часть 4, приведены в таблице 35.

Таблица 35 – Нормативными значениями максимальных температур

| Доступные для прикосновения части электрооборудования                            | Материал доступных частей | Максимальные температуры, °С |
|--|---------------------------|------------------------------|
| Ручки управления   | Металл                    | 55                           |
|  | Не металл                 | 65                           |
| Части, не предназначенные для удерживания руками                                 | Металл                    | 70                           |
|  | Не металл                 | 80                           |
| Части, не предназначенные для прикосновения при нормальных условиях обслуживания | Металл                    | 80                           |
|  | Не металл                 | 90                           |

– ГОСТ Р ИСО 6942-2007 Одежда для защиты от тепла и огня. Методы оценки материалов и пакетов материалов, подвергаемых воздействию источника теплового излучения.

Опасность поражения химическими веществами:

– ГОСТ Р ИСО 17491-4-2009 Одежда специальная для защиты от химических веществ.

– ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

Опасность при работе с газовыми баллонами:

– инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.

– ГОСТ Р ИСО 11439-2010 Газовые баллоны. Баллоны высокого давления для хранения природного газа. Технические условия.



– ГОСТ 9909-81 Основные нормы взаимозаменяемости. Резьба коническая вентиля и баллонов для газов.

Нормативными значениями номинальных профилей резьбы (наружной и внутренней) и размеры его, для ГОСТа 9909-81, приведены в таблице 36.

Таблица 36 – Нормативными значениями номинальных профилей резьбы

| Шаг Р | H = 0,96 Р | H <sub>1</sub> = 0,64 Р | H/6 = 0,16 Р | R = 0,13 Р |
|-------|------------|-------------------------|--------------|------------|
| 1,814 | 1,742      | 1,161                   | 0,290        | 0,249      |

– ГОСТ Р 51982-2002 Регуляторы давления для газовых аппаратов с давлением на входе до 20 кПа. Общие технические требования и методы испытаний.

Микроклимат:

– ГОСТ 30494-96 Здания жилые и общественные помещения.

Параметры микроклимата в помещении.

– ГОСТ 12.1.005 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

– СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.

– ГОСТ 12.1.005-88 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

– ГОСТ 30494-96 Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях.

– СНиП 23-05-95 от 01.01.1996. Естественное и искусственное освещение.

– СНиП 21-01-97 от 1998-01-01 Пожарная безопасность зданий и сооружений.

При введении в эксплуатацию нового оборудования сотрудники, которые будут работать на нем, должны пройти внеплановый инструктаж по правилам эксплуатации и безопасной работе на данном оборудовании.

## **Выводы**

В результате рассмотрение безопасности работы и гигиены труда при осуществлении эксплуатации газоанализатора RHEN602, для определения содержания водорода в металлах методом экстракции водорода в среде инертного газа, были рассмотрены важные факторы техногенной безопасности, такие как опасность поражения электрическим током, химическими веществами, опасность поражения действием высокой температуры. Также были рассмотрены различные чрезвычайные ситуации при работе на газоанализаторе и поведение в них, а также правила работы с установкой в целях предотвращения несчастных случаев. В целях практической работы, был произведен расчет искусственной освещенности рабочей зоны газоанализатора RHEN602. В результате расчета искусственного освещения было выявлено, что лампы ЛД типа ОД мощностью 30 Вт, применяемые для освещения при работе с газоанализатором RHEN602, соответствуют нормам.

Приложение А

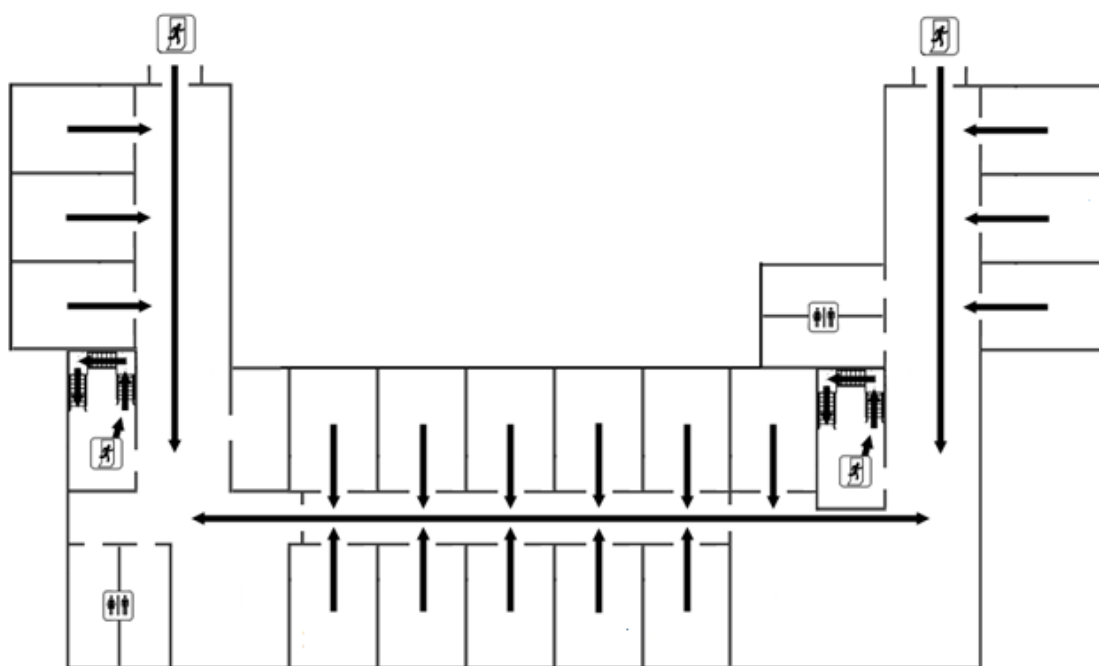


Рисунок 15 – План эвакуации людей при пожаре

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Настоящая работа посвящена разработке методики измерения высоких концентраций водорода в материалах-накопителях водорода на анализаторе водорода RHEN602 фирмы LECO. По результатам исследования можно сделать следующие выводы:

1. Подготовлены серии калибровочных образцов в диапазоне концентраций от 0,16 до 4 масс.% водорода.

2. Подобраны параметры измерения высоких концентраций водорода:

✓ Время нагрева и выдержки составляет 15 и 20 секунд, соответственно;

✓ Оптимальный шаг тока нагрева печи составляет 60 А;

✓ Масса рекомендуемой навески равна  $0,030 \pm 0,001$ .

3. Была проведена калибровка анализатора по полученным калибровочным образцам. Построенная калибровочная зависимость описана уравнением  $y=27,50x-0,13$ , имеющим линейную зависимость площади под экстракционной кривой от концентрации водорода. Также установлено, что разработанная методика может быть применима при измерении содержания водорода от 0,5 до 4 масс.% водорода.

4. Оценка достоверности проводилась с использованием образцов стехиометрического гидрида циркония. При измерении данных образцов полученные данные легли в доверительный интервал 10%.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Borzenko V., Eronin A. The use of air as heating agent in hydrogen metal hydride storage coupled with PEM fuel cell / V. Borzenko, A. Eronin //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 48. – p. 23120-23124.
2. García-Triviño P. et. al. Optimized operation combining costs, efficiency and lifetime of a hybrid renewable energy system with energy storage by battery and hydrogen in grid-connected applications / P. García-Triviño, L. M. Fernández-Ramírez, A. J. Gil-Mena, F. Llorens-Iborra, C. A. García-Vázquez, F. Jurado //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 48. – p. 23132-23144.
3. Ortiz A.L., Zaragoza M.J. M., Collins-Martínez V. Hydrogen production research in Mexico: A review / A. L. Ortiz, M. J. M. Zaragoza, V. Collins-Martínez //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 48. – p. 23363-23379.
4. Ramírez-Dámaso G. et. al. A DFT study of hydrogen storage on surface (110) of Mg  $1-x$  Al  $x$  ( $0 \leq x \leq 0.1$ ) / G. Ramírez-Dámaso, I.E. Ramírez-Platón, E. López-Chávez, F.L. Castillo-Alvarado, A. Cruz-Torres, F. Caballero, R. Mondragón-Guzmán, E. Rojas-Hernández //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 48. – p. 23388-23393.
5. Ortiz A.L. et. al. Thermodynamic analysis and process simulation for the H<sub>2</sub> production by dry reforming of ethanol with CaCO<sub>3</sub> / A. López Ortiz, R.B. Pallares Sámano, M.J. Meléndez Zaragoza, V. Collins-Martínez //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Vol. 40. – №. 48. – p. 17172-17179.
6. Liu W., Aguey-Zinsou K.F. Hydrogen storage properties of in-situ stabilised magnesium nanoparticles generated by electroless reduction with alkali metals / W. Liu, K. F. Aguey-Zinsou //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Vol. 40. – №. 47. – p. 16948-16960.

7. Bouazizi N. et. al. Synthesis and properties of ZnO-HMD@ ZnO-Fe/Cu core-shell as advanced material for hydrogen storage / N. Bouazizia, T. Boudharaad, R. Bargouguib, J. Vieillardb, S. Ammare, F. Le Derfb, A. Azzouz //Journal of Colloid and Interface Science. – 2017. – Vol. 491. – p. 89-97.
8. Köse D.A. et. al. The new metal complex templated polyoxoborate (s)(POB (s)) structures. Synthesis, structural characterization, and hydrogen storage capacities / D. A. Kösea, Ö. Yurdakula, O. Şahinb, Z. Öztürk //Journal of Molecular Structure. – 2017.
9. Колачев Б.А., Шалин Р.Е., Ильин А.А. Сплавы-накопители водорода / Б.А. Колачев, Р.Е. Шалин, А.А. Ильин – Справочник. М.:Металлургия. 1995. – 384 с.
10. Zhang Y. et. al. Hydrogenation thermokinetics and activation behavior of non-stoichiometric Zr-based Laves alloys with enhanced hydrogen storage capacity / Y. Zhang, J. Li, T. Zhang, , T. Wu, H. Kou, X. Xue //Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – Vol. 694. – p. 300-308.
11. Suárez-Alcántara K. et al. Hydriding and dehydriding in air-exposed Mg Fe powder mixtures / K. Suárez-Alcántaraa, A.F. Palacios-Lazcanob, T. Funatsuc, J.G. Cabañas-Moreno //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 48. – p. 23380-23387.
12. Chen X. et. al. Hydrogen storage properties of a Mg-La-Fe-H nano-composite prepared through reactive ball milling / X. Chena, J. Zoua, b, X. Zenga, W. Ding //Journal of Alloys and Compounds. – 2017.
13. Ma M. et. al. Hydrogen storage and hydrogen generation properties of CaMg 2-based alloys / M. Maa, R. Duana, L. Ouyanga, X. Zhua, Z. Chena, C. Penga, M. Zhu //Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – Vol. 691. – p. 929-935.
14. Suárez-Alcántara K. et. al. Mg–M–LiH alloys prepared by mechanical milling and their hydrogen storage characteristics / K. Suárez-Alcántaraa, A.F. Palacios-Lazcanob, T. Funatsuc, J.G. Cabañas-Moreno //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Vol. 40. – №. 48. – p. 17344-17353.

15. Hino S. et. al. Metal aluminum amides for hydrogen storage—Crystal structure studies / S. Hino, H. Grovea, T. Ichikawab, Y. Kojimab, M. H. Sørbya, B. C. Hauback //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Vol. 40. – №. 47. – p. 16938-16947.
16. Тарасов Б.П., Лотоцкий М.В., Яртусь В.А. Проблема хранения водорода и перспективы использования гидридов для аккумулялирования водорода / Б. П. Тарасов, М. В. Лотоцкий, В. А. Яртусь //Российский химический журнал. – 2006. – Т. 50. – №. 6. – С. 34-48.
17. Кулик О.П., Чернышев Л.И. Водородная энергетика: хранение и транспортировка водорода (обзор), С. 1-67.
18. Pundt A., Kirchheim R. Hydrogeninmetals: microstructuralaspects / A. Pundt, R. Kirchheim //Annu. Rev. Mater. Res. – 2006. – Vol. 36. – p. 555-608.
19. Перевезенцев А.Н. и др. Гидриды интерметаллических соединений и сплавов, их свойства и применение в атомной технике / А.Н. Перевезенцев, Б.М. Андреев, В.К. Капышев, Л.А. Ривкис, М.П. Малек, В.М. Быстрицкий, В.А. Столупин //Физика элементарных частиц и атомного ядра. – 1988. – Т. 19. – №. 6. – С. 1386.
20. Ажажа В.М. и др. Материалы для хранения водорода: анализ тенденции развития на основе данных об информационных потоках / В.М. Ажажа, М.А. Тихоновский, А.Г. Шепелев, Ю.П. Курило, Т.А. Пономаренко, Д.В. Виноградов //Вопросы атомной науки и техники. – 2006.
21. Milanović I. et. al. Microstructure and hydrogen storage properties of MgH<sub>2</sub>–TiB<sub>2</sub>–SiC composites / I. Milanović, S. Milošević, Ž. Rašković-Lovre, N. Novaković, R. Vujasin, L. Matović, J. F. Fernández, C. Sánchez, J. G. Novaković //Ceramics International. – 2013. – Vol. 39. – №. 4. – p. 4399-4405.
22. Fernandez A., Deprez E., Friedrichs O. A Comparative study of the role of additive in the MgH<sub>2</sub> vs. the LiBH<sub>4</sub>–MgH<sub>2</sub> hydrogen storage system / A. Fernandez, E. Deprez, O. A. Friedrichs //International journal of hydrogen energy. – 2011. – Vol. 36. – №. 6. – p. 3932-3940.

23. Friedrichs O. et. al. Influence of particle size on electrochemical and gas-phase hydrogen storage in nanocrystalline Mg / O. Friedrichsa, L. Kolodziejczyk, J.C. Sánchez-López, A. Fernández, L. Lyubenova, D. Zander, U. Köster, K.F. Aguey-Zinsou, T. Klassen, R. Bormann //Journal of Alloys and Compounds. – 2008. – Vol. 463. – №. 1. – p. 539-545.
24. Leardini F. et. al. Realistic simulation in a single stage hydrogen compressor based on AB<sub>2</sub> alloys / F. Leardini, J. Bodega, J.R. Ares, J.F. Fernandez //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 23. – p. 9780-9788.
25. Kumar S. et al. Development of vanadium based hydrogen storage material: A review / S. Kumara, A. Jain, T. Ichikawa., Y. Kojima, G.K. Dey //Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2017. – Vol. 72. – p. 791-800.
26. Shao H. et. al. Nanotechnology in Mg-based materials for hydrogen storage / H. Shao, G. Xin, J. Zheng, X. Li, E. Akiba //Nano Energy. – 2012. – Vol. 1. – №. 4. – p. 590-601.
27. Zhang T. et. al. Hydrogen absorption behavior of Zr-based getter materials with Pd Ag coating against gaseous impurities / T. Zhang, Y. Zhang, M. Zhang, R. Hu, H. Kou, J. Li, X. Xue //International Journal of Hydrogen Energy. – 2016. – Vol. 41. – №. 33. – p. 14778-14787.
28. Tarnawski Z., Kim-Ngan N. T. H. Hydrogen storage characteristics of Ti–and V–based thin films / Z. Tarnawski, N. T. H. Kim-Ngan //Journal of Science: Advanced Materials and Devices. – 2016. – Vol. 1. – №. 2. – p. 141-146.
29. Проценко О.М. Опыт разработки методики измерения содержания водорода в титановых сплавах / О.М. Проценко, Ф.Н. Карачевцев, Е.А. Механик//Электронный научный журнал «Труды ВИАМ». – 2014. - №12. – с. 1-5.
30. Григорович К.В. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах / К. В. Григорович //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2007. – Т. 73. – №. 1. – С. 23-34.



31. Определение общего и поверхностного водорода методом плавления в атмосфере инертного газа: [Электронный ресурс] // LECO Corporation – представительство в России. 2012. – Режим доступа: <http://ru.leco-europe.com/product/rhen602/>.

32. Hübert T. et. al. Hydrogen sensors—a review / T. Hübert, L. Boon-Brett, G. Black, U. Vanach //Sensors and Actuators B: Chemical. – 2011. – Vol. 157. – №. 2. – p. 329-352.

33. Полянский А.М., Полянский В.А., Попов-Дюмин Д.Б. Новый эталон для абсолютных измерений содержания водорода в твердой пробе: [Электронный ресурс] – Режим доступа к ст.: <http://www.electronbeamtech.com/ruspage/pab/etalon.pdf>

34. Физическое материаловедение. Том 6. Часть 1. Конструкционные материалы ядерной техники: Учебник для вузов. / Под общей ред. Б.А. Калина П.А. Платонов, И.И. Чернов, Я.И. Штромбах. – М.: МИФИ, 2008. – 672 с.

35. Методические указания к лабораторным работам по аналитической химии «Гравиметрические методы анализа» / Сост. Т.Н. Ермолаева. – Липецк: ЛГТУ, 2004. – с. 35.

36. Манахова С.В. Основы количественного анализа: учеб. пособие / С.В. Манахова, Н.В. Шкаева. - Архангельск: Северный (Арктический) федеральный университет, 2010. – с. 128.

37. Шаталова Т.Б., Шляхтин О.А., Веряева Е. Методы термического анализа / Т.Б. Шаталова, О.А. Шляхтин, Е. Веряева //Метод. разработка.– Московский Государственный университет им. М.В. Ломоносова. – 2011. – С. 72.

38. Kadlecová L. Volumetricanalysis–Selectedtasks.

39. Элементные анализаторы [Электронный ресурс]/Horiba Scientific – Режим доступа: <http://www.horiba.com/ru/scientific/products/elemental-analyzers/oxygennitrogenhydrogen/>

40. Paul R.L., Lindstrom R. M. Preparation and Certification of Hydrogen in Titanium Alloy Standard Reference Materials / R.L. Paul, R.M. Lindstrom

//Metallurgical and Materials Transactions A. – 2012. – Vol. 43. – №. 12. – p. 4888-4895.

41. Mikhaylov A.A. et. al. Titanium defect structure change after gas-phase hydrogenation at different temperatures and cooling rates / A.A. Mikhaylov, R.S. Laptev, V.N. Kudiiarov, T.L. Volokitina //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2016. – Vol. 1783. – №. 1. – p. 020152.

42. Kudiiarov V.N. et. al. Investigation of hydrogenation parameters influence on the hydrogen sorption rate by titanium with nickel layer / V.N. Kudiiarov, M.S. Syrtanov, E.B. Kashkarov, M.N. Babikhina //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLCAIP Publishing, 2016. – Vol. 1772. – p. 040009

43. Laptev R.S. et. al. Hydrogenation-induced microstructure changes in titanium / R.S Laptev, A.M. Lider, Yu.S. Bordulev, V.N. Kudiiarov, G.V. Garanin //Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – Vol. 645. – p. S193-S195.

44. Stepanova E.N. et. al. Effect of hydrogen on the structural and phase state and defect structure of titanium alloy / E.N. Stepanova, Yu.S. Bordulev, V.N. Kudiiarov, R.S. Laptev, A.M. Lider, J. Xinming //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2016. – Vol. 1772. – №. 1. – p. 030016.

45. Chernov I.P. et. al. Properties of the VT1-0 titanium surface modified by a pulsed ion beam / I.P. Chernov, P.A. Beloglazova, E.V. Berezneeva, I V. Kireeva, N.S. Pushilina, G.E. Remnev, E.N. Stepanova //Technical Physics. – 2015. – Vol. 60. – №. 7. – p. 1039-1043.

46. Larionov V.V., Lider A.M., Laptev R.S. Control of changes in the defect structure of titanium saturated with hydrogen / V.V. Larionov, A.M. Lider, R.S. Laptev //IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2016. – Vol. 135. – №. 1. – p. 012025.

47. Lider A.M. et. al. Thermo-Electromotive Force and Electrical Resistivity of Hydrogenated VT1-0 Titanium Alloy / A.M. Lider, V.V. Larionov, M. Kroening, V.N. Kudiiarov //IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2016. – Vol. 132. – №. 1. – p. 012004.

48. Macin V., Christ H. J. Influence of hydride-induced microstructure modification on mechanical properties of metastable beta titanium alloy Ti 10V-2Fe-3Al / V. Macin, H.J. Christ //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Vol. 40. – №. 47. – p. 16878-16891.
49. Vizcaíno P. et. al. Terminal solid solubility determinations in the H–Ti system / P. Vizcaínoa, I.A. Lopez Vergara, A.D. Banchik, J.P. Abriata//International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Vol. 40. – №. 47. – p. 16928-16937.
50. Методические указания к лабораторным работам по аналитической химии «Гравиметрические методы анализа» / Сост. Т.Н. Ермолаева. – Липецк: ЛГТУ, 2004. – с. 35.
51. Манахова С.В. Основы количественного анализа: учеб. пособие / СВ. Манахова, Н. В. Шкаева. - Архангельск: Северный (Арктический) федеральный университет, 2010. – с. 128.
52. Коротких А.Г. Теплопроводность материалов / А.Г. Коротких - Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011.
53. Волков Д.П., Кораблев В.А., Заричняк Ю.П. Приборы и методы для измерения теплофизических свойств веществ / Д.П. Волков, В.А. Кораблев, Ю.П. Заричняк – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, 2006.
54. Кудияров В.Н. и др. Особенности накопления и распределения водорода при насыщении титанового сплава ВТ1-0 электролитическим методом и из газовой среды / В.Н. Кудияров, Н.С. Пушилина, А.М. Лидер, Н.А. Тимченко //Журнал технической физики. – 2014. – Т. 84. – №. 9.
55. Никитенков Н.Н. и др. Исследования накопления водорода в циркониевом сплаве методом термостимулированного газовыделения / Н.Н. Никитенков, И.П. Чернов, Ю.И. Тюрин // Известия Томского политехнического университета. – 2006. – Т. 309. – №. 4.
56. Вудраф Д. и др. Современные методы исследования поверхности. – мир, 1989.

57. Hultquist G. et. al. Hydrogen in metals studied by thermal desorption spectroscopy (TDS) / G. Hultquist, M.J. Graham, J.L. Smialek, B. Jönsson //Corrosion Science. – 2015. – Vol. 93. – p. 324-326.

58. Ma M. et. al. Decomposition kinetics study of zirconium hydride by interrupted thermal desorption spectroscopy / M. Ma, L. Liang, B. Tang, W. Xiang, Y. Wang, Y. Cheng, X. Tan //Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – Vol. 645. – p. S217-S220.

59. Ershova O.G. et. al. Hydrogen-sorption and thermodynamic characteristics of mechanically grinded  $TiH_{1.9}$  as studied using thermal desorption spectroscopy / O.G. Ershova, V.D. Dobrovolsky, Yu.M. Solonin, O.Yu. Khyzhun //Journal of Alloys and Compounds. – 2011. – Vol. 509. – №. 1. – p. 128-133.

60. СП 52.13330.2011 Естественное и искусственное освещение.

61. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы». Минздрав России, Москва. – 2003.

62. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки. Минздрав России, Москва. – 1996.

63. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки. Минздрав России, Москва. – 1996.

64. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Минздрав России, Москва. – 1997.

65. Беляков Г.И. Охрана труда и техника безопасности: учебник для прикладного бакалавриата. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Издательство Юрайт, 2016. – 404 с

66. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.

67. Белов С.В. Безопасность жизнедеятельности и защита окружающей среды (техносферная безопасность): учебник для бакалавров. – 4-е изд., перераб. и доп. – М.: Издательство Юрайт, 2013. – 682 с.

68. ГОСТ12.1.002-84. Электрические поля промышленной частоты. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах. Издательство стандартов, Москва. – 1984.

69. ГОСТ12.1.002-84. Электрические поля промышленной частоты. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах. Издательство стандартов, Москва. – 1984.

70. ГОСТ 12.1.006-84. Система стандартов безопасности труда. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля. Издательство стандартов, Москва. – 1984.

71. НПБ 105-03. Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности.

72. СНиП 2.01.02-85. Противопожарные нормы. Огнестойкость зданий, сооружений и пожарных отсеков.

## Приложение А

### Раздел 2

#### Материалы и методы исследования

Студент:

| Группа | ФИО                       | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| ОБЗ1   | Бабихина Мария Николаевна |         |      |

Консультант кафедры ОФ:

| Должность                  | ФИО                   | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|----------------------------|-----------------------|---------------------------|---------|------|
| Зав. кафедрой общей физики | Лидер Андрей Маркович | к.ф.-м.н.                 |         |      |

Консультант – лингвист кафедры иностраннных языков:

| Должность  | ФИО                       | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|--|---------------------------|---------------------------|---------|------|
| Старший преподаватель кафедры иностранных языков | Кабрышева Оксана Павловна |                           |         |      |

## Chapter 2. The research methodology

Titanium alloy VT1-0 with the size of 20×20×0.7 mm and wire of titanium alloy VT1-0 with a height of 3 mm and a diameter of 2.5 mm were chosen as the material for the study. The plates of titanium alloy were machined on sandpaper with ISO-6344 600, 1500, 2000 and 2500 markings to remove the oxide film and prepare the surface for further experiment. The wire was chemically etched in a solution of 15 ml of HF; 3 ml HNO<sub>3</sub>; 50 ml H<sub>2</sub>O to remove surface contaminants. After that, the plates and wire of the titanium alloy were subjected to high-temperature annealing at a temperature of 750 °C for 60 minutes.

The plates of titanium alloy underwent ion purification at the following parameters: U = 1800 V, P = 950 W, I = 0.5 A, p = 0.65 Pa, t = 3 min, working gas Ar., Followed by nickel coating At the parameters: U = 550 V, P = 1400 W, I = 2 A, p = 0.12 Pa, t = 10 min, Layer thickness ~ 0.5 μm, working gas Ar.

The saturation of the plates from the gaseous medium was carried out at the temperature of 550 °C and the pressure of 2 atm. to the concentration of 4 wt.% for a titanium alloy. The wire of the titanium alloy was saturated in batches of 18 samples at a temperature of 600 °C and a pressure of 2 atm. to the concentration of 1 wt.%. The saturation wire was obtained from the concentration gradient of 0.15 to 1.5 wt.%. The hydrogen content was determined by two independent methods: volumetric and gravimetric, and a method of extracting hydrogen in an inert gas medium was also used.

As a justification for the choice of material, a literature review of papers on titanium [41-49] is given, which showed that this system is optimal for use as an experimental material.

## **2.1. Ion-beam cleaning and nickel coating deposition on a vacuum installation "Raduga-spectrum"**

The device is intended for realization of hybrid technologies of ion-plasma modification of surface layers properties, including implantation of gas ions, deposition of single-layer and multilayer coatings of a wide nomenclature by condensation of a substance with ion assisting on products.

In vacuum chambers, before the coating is applied, ionic cleaning of the material is carried out using a low-energy ion source. This source creates a cascade of accelerated ions, previously ions are accelerated in a diode system of direct action, the ion energy lies in the range (0 – 3.5) keV, which, bombarding the surface of the material, produces surface cleaning.

The unit consists of a vacuum arc evaporator and a magnetron, which act as plasma generator.

With the help of a magnetron, thin-film coatings of various kinds, both metallic and oxide, are applied to various materials. The principle of the magnetron is based on the sputtering of the target by a plasma of a gas discharge located in crossed magnetic and electric fields.

Vacuum-arc plasma generator of continuous action is designed for cleaning and activating the surface of the processed products. Coatings are applied by the method of condensing the substance from the plasma to the surface of the workpiece in vacuum with plasma-immersion ion assisting.

The characteristics of the modules that are part of the plant make it possible to implement both joint and consistent operation of the entire complex of electrophysical equipment.

In the middle part of the chamber, through a special door, the workpieces to be processed are loaded. The reduced pressure in the working chamber of the unit is created by a vacuum system located near the installation stand. To protect the units of the unit from overheating, a water cooling system is used.



## 2.2. Saturation of the test material from the gaseous medium with the help of the automated complex Gas Reaction Controller LPB by Advanced Material Corporation

Saturation of the test material was carried out in the Gas Reaction Controller LPB by Advanced Material Corporation. The scheme of the automated complex Gas Reaction Controller, with the help of which saturation was performed, is shown in Figure 1.

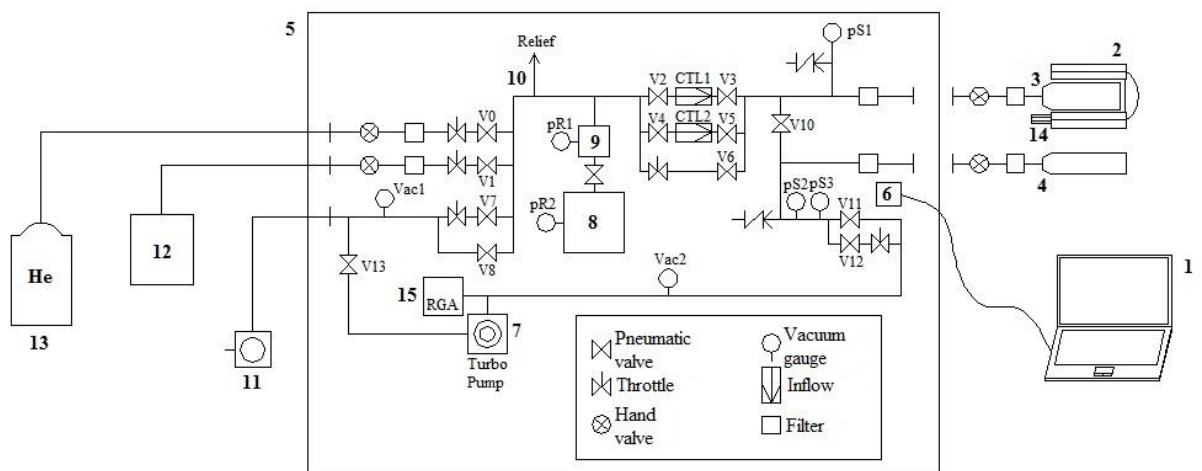


Figure 1 – Scheme of the automated complex Gas Reaction Controller: 1 – computer; 2 – high temperature furnace; 3 – low pressure chamber; 4 – high pressure chamber; 5 – controller; 6 – electronic control system of the complex; 7 – turbomolecular pump; 8 – low pressure tank; 9 – high pressure tank; 10 – hydrogen removal system; 11 – vacuum station; 12 – hydrogen generator; 13 – balloon with helium; 14 – cooling system; 15 – mass spectrometer.

Automated complex GRC LPB consists of a computer with special software (1), a high-temperature furnace (2), a chamber for samples of low (3) and high (4) pressures and a controller (5). The controller consists of an electronic control system for the complex (6) and a vacuum part. The vacuum part in turn consists of an integrated turbomolecular pump (7), reservoirs of low (8) and high (9) pressures, a system of manual and pneumatic valves, chokes, vacuum gauges, sprays and filters. For safety reasons, a hydrogen removal system (10) is installed between the tanks

(low and high pressure) and sample chambers. The system uses a vacuum station (11) to create and maintain a vacuum, which consists of a fore-vacuum membrane and turbomolecular pumps. The system can be supplied with hydrogen from the generator (12) or helium from the cylinder (13). To avoid damage to the wires, a cooling system is installed between the furnace and the controller (14). A mass spectrometer (15) is also integrated in the controller, through which hydrogen and other gases in the sample desorbed on the chamber walls can be monitored.

Automated complex Gas Reaction Controller is designed to determine the amount of hydrogen absorbed by various solid and powdered bodies in various temperature and pressure ranges. The principle of GRC is shown in Figure 2.

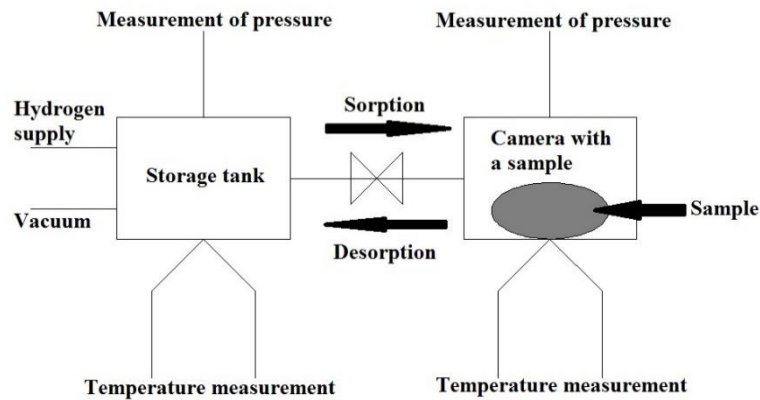


Figure 2 – The principle of operation of the automated complex Gas Reaction Controller

A certain amount of hydrogen is poured into the tank and the molar volume ( $N_0$ ) of this gas is determined from the pressure and temperature. Then a valve opens between the reservoir and the reaction chamber, and hydrogen begins to flow into the chamber. The reaction is considered complete after the introduction of hydrogen into the solid. The calculation of the total molar amount of hydrogen ( $N_g$ ) in the entire system with the sample is performed.

According to formula (1), the molar volume of hydrogen absorbed by the solid ( $N_s$ ) is determined.

$$N_s = N_0 - N_g \quad (1)$$

If some hydrogen content  $N_{S0}$  is known in a solid, then before the start of the reaction it is necessary to introduce a given value of hydrogen into the program.

Taking into account the initial concentration of hydrogen in the solid, the formula for calculating the molar volume of hydrogen absorbed by the solid takes another form (formula (2)).

$$N_S = N_{S0} + N_0 - N_g \quad (2)$$

According to the ideal gas law, the molar volume of hydrogen is calculated, and in this case the accuracy of the system depends on the measurement of temperature and pressure. While maintaining a constant temperature, the main factor and the necessary condition is the measurement of pressure. Under normal conditions, the accuracy of the measured amount of hydrogen is 0.3 cm<sup>3</sup> when performing experiments to study hydrogen sorption on GRC.

The hydrogen pressure, its temperature and the volume occupied by it, determines the amount of hydrogen in the reaction chamber before, during and after the reaction with the sample. The equation for calculating one mole of gas is given in formula (3).

$$\frac{pV}{RT} = 1 + \frac{B(T)}{V} + \frac{C(T)}{V^2} + \frac{D(T)}{V^3} \quad (3)$$

where B(T), C(T) and D(T) are the second, third and fourth temperature dependent coefficients. The calculation of the coefficients is given in formula (4).

$$\begin{aligned} B(T) &= B_0 - \frac{A_0}{RT} - \frac{c}{T^3}; \\ C(T) &= -B_0b + \frac{A_0a}{RT} - \frac{B_0c}{T^3}; \\ D(T) &= \frac{B_0bc}{T^3}; \end{aligned} \quad (4)$$

For hydrogen, the value of the constants:  $A_0 = 0,1975$ ,  $a = -0,00506$ ,  $B_0 = 0,02096$ ,  $b = -0,04359$ ,  $c = 504$ .

I use equations (3) and (4), for a known volume, pressure, and temperature, the number of gas molecules is calculated by formula (5).

$$n = \frac{\left(\frac{pV}{RT}\right)}{1 + B(T)\frac{n}{V} + C(T)\frac{n^2}{V^2} + D(T)\frac{n^3}{V^3}} \quad (5)$$

The value of  $n$  is determined by the operating method. The amount of absorbed hydrogen is determined both in absolute value (cm<sup>3</sup>) and in relative (mass

percent). The absolute value of the amount of absorbed hydrogen is defined as the molar volume of hydrogen absorbed by the solid (calculated by formula (1) or (2)) multiplied by 22413.6. The relative value of the quantity absorbed in mass percent (*wt*) is determined by the formula (6).

$$wt = \frac{N_S \cdot M_G}{m \cdot 100} \quad (6)$$

Where *m* is the mass of the sample and *M<sub>G</sub>* is the molar mass of the gas (2\*1.0079 for hydrogen).

An additional method of measuring the concentration is the gravimetric method. The principle of operation of this method is based on the determination of the mass of the desired component of the analyzed material by weighing a finite substance of a known composition into which the component to be determined is transferred [64, 65]. The concentration of hydrogen in the material under investigation according to the gravimetric method is determined by the formula 7.

$$wt = \frac{m_H}{m_{s\text{amp}+H}} \cdot 100\% \quad (7)$$

Where *m<sub>H</sub>* is the mass of hydrogen, *m<sub>o6p+H</sub>* is the mass of the sample with hydrogen.

#### **2.4. Determining the content of hydrogen using a hydrogen analyzer RHEN602 by LECO**

Hydrogen analyzer RHEN602 by LECO, shown in Figure 3, is used to determine the hydrogen content in sample extraction method a hydrogen environment of inert gas (argon).



Figure 3 – A hydrogen analyzer RHEN602 [31]

The hydrogen is measured by recording the change in the thermal conductivity of the carrier gas in the thermal conductivity cell. The block diagram of RHEN602 is shown in Figure 4. The principle of operation of the thermocondensing (TK) cell is based on the measurement of the thermal conductivity of the passing gas. A filament of metal (for example, Pt, W, their alloys, Ni, etc.) with a high temperature coefficient of resistance is placed in the cavity of the detector's metal block for thermal conductivity. The thread begins to heat up when a direct current passes through it. When washing the filament with a clean carrier gas, its temperature remains constant, as it loses a constant amount of heat. As soon as the filament begins to wash the gas containing impurities that have other parameters of thermal conductivity, the temperature of the filament begins to change. This leads to a change in the resistance of the thread. The change in yarn resistance is measured with a Wheatstone bridge. The bridge is in equilibrium if the temperature of both threads is the same and the resistance, respectively. When the gas composition changes, the resistance of the threads changes and an imbalance occurs and an output signal is formed. The detector operates in such a way that it reacts to all the components except the carrier gas [66, 67].

The analysis starts with setting an empty graphite crucible on the lower electrode and pressing the loader button. After the electrodes are closed, the process of cleaning the crucible from atmospheric gases begins, which is referred to as digestion. This process is accompanied by the flow of electric current through the crucible, which heats it to a high temperature, which promotes the release of gases in

graphite. Then the sample from the upper charging device is lowered into the crucible. The crucible is fed with a current that promotes the release of gases from the sample. To ensure that there is no further process of degassing the crucible during the analysis. A lower current is supplied.

For purification from oxygen, the carrier gas from the balloon passes through copper. It then passes through reagents such as Lecosorb and Anhydron, to remove  $\text{CO}_2$  and moisture, respectively. This procedure for cleaning the carrier gas is carried out in order to clean it before passing through the support part of the thermocondensing cell and entering the furnace [31].

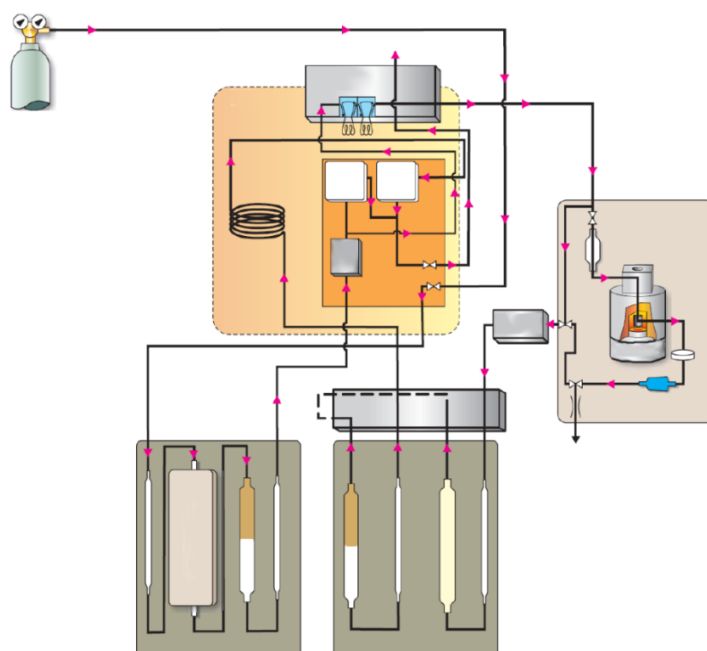


Figure 4 – Block diagram of the analyzer RHEN602 [31]

As the sample is heated, hydrogen is released into the transport gas stream and passes through the system flow measuring section. The sample gas from the furnace passes through the mass flow controller and through the Schütze reagent, which converts  $\text{CO}$  into  $\text{CO}_2$ . Then the sample gas passes through reagents Lecosorb and Anhydron, which remove  $\text{CO}_2$  and moisture. The remaining gas is transferred to the molecular filter column, which separates the gas components, depending on the size of the molecule. Then the sample gas passes through the measuring part of the cell TC, where the hydrogen content is measured.

The signal generated by the TC cell is transmitted to the analog-to-digital converter and then to the computer, and with the help of the program, the hydrogen content is determined [31].

The concentration of hydrogen, which is determined by this method, is calculated by the formula 8.

$$wt = kx + b \quad (8)$$

where  $k$  is the calibration constant. This formula describes the calibration line, which is obtained after conducting a series of control calibration of the analyzer at a certain concentration.

In this chapter, the main methods for introducing hydrogen into metals and determining the concentration of hydrogen are considered. It can be argued that with the gas-phase hydrogenation method it is possible to prepare samples with different hydrogen concentration. Volumetric and gravimetric methods will allow to determine the concentration obtained.