

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

Институт международного образования и языковой коммуникации
Направление подготовки 03.03.02 Физика
Кафедра Общей физики

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Влияние температуры и скорости охлаждения при наводороживании из газовой среды на дефектную структуру титанового сплава ВТ10
УДК 669.195.5:536

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б20	Чжан Чэнхао		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Лаптев Р.С.	к.т.н ассистент		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Конотопский В.Ю.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Пустовойтова М.И.	к.х.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Общая физика	Лидер А.М.	к.ф.-м.н., доцент		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа 150Б20	ФИО Чжан Чэнхао
-------------------------	---------------------------

Институт	Международного образования и языковой коммуникации	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	Физика

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<p>1. <i>Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> – вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) – опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) – негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) – чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера) 	<p>Работа проводилась в лаборатории на подвальном этаже в третьем корпусе Национального исследовательского Томского политехнического университета. Позитронная спектроскопия водород-индуцированных дефектов титановом сплаве.</p> <p>В процессе возникли следующие вредные факторы:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. превышение уровней электромагнитных и ионизирующих излучений 2. отклонение показателей микроклимата в помещении 3. превышение уровней шума; 4. недостаточная освещенность рабочей зоны; и опасный фактор – электрический ток. <p>В работе возникают отходы спирта, которые могут вызвать загрязнение гидросферы. Возможно, возникают пожар и взрыв газовых баллонов, и пожар в процессе работы.</p>
<p>2. <i>Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. СН 2.2.4/2.1.8.562 – 96. 2. СанПиН 2.2.4.548 – 96. 3. ГОСТ 12.1.006 – 84 ССБТ. 4. ГОСТ 12.1. 045 – 84 ССБТ. 5. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278 – 03. 6. СанПиН 2.2.2/2.4.1340– 03.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. <i>Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства) 	<p>В связи с работой насоса в лаборатории возникло превышение уровней шума. По санитарным нормам, допустимым уровнем шума принято считать: 55 децибел (дБ) в дневное время и 40 децибел (дБ) ночью. Одним из средств защита от шума балансировка вращающихся деталей, уменьшение зазоров в зацеплениях механических передач, применение соответствующей смазки.</p>
<p>2. <i>Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности</i></p> <ul style="list-style-type: none"> – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства 	<p>Действие электрического тока на живую ткань носит разносторонний и своеобразный характер. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Пороговый неотпускающий ток составляет 50 Гц (6–16мА). Основные коллективные способы и средства электрозащиты: изоляция токопроводящих</p>

<p>защиты);</p> <ul style="list-style-type: none"> – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения) 	<p>частей (проводов) и ее непрерывный контроль; установка оградительных устройств. Индивидуальные основные изолирующие электрозащитные средства способны длительно выдерживать рабочее напряжение электроустановок.</p>
<p>3. Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <ul style="list-style-type: none"> – перечень возможных ЧС на объекте; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; <p>разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий</p>	<p>В связи с использованием водорода в процессе выполнения работы насыщения водородом углеродного материала, содержащего нано-трубки, существуют опасности пожар и взрыв. Чтобы избежать такой опасности необходимы следующие мероприятия: 1) создание запасов средств индивидуальной защиты и поддержание их в готовности; 2) наличие и поддержание в постоянной готовности системы общего оперативного и локального оповещения и информации о пожаре и взрыве; 3) проектирование, размещение, строительство и эксплуатация объектов инфраструктуры, в том числе и потенциально опасных.</p>
<p>4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны 	<p>1. Организационные мероприятия обеспечения безопасности. 2. Особенности законодательного регулирования проектных решений.</p>

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры экологии и безопасности жизнедеятельности,	Пустовойтова М.И.	Кандидат химических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б20	Чжан Чэнхао		

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

Студенту:

Группа	ФИО
150620	Чжан Чэнхао

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	бакалавр	Направление/специальность	физика

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

<i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	...
<i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	...

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	...
<i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	...
<i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	...

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

<i>Оценка конкурентоспособности технических решений</i>
<i>Альтернативы проведения НИ</i>
<i>График проведения и бюджет НИ</i>
<i>Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ</i>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры менеджмента	Конотопский Владимир Юрьевич	Кандидат экономических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150620	Чжан Чэнхао		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 75 с, 22 рис., 19 табл., 50 источника литературы.

Ключевые слова: Титанового сплава ВТ 1-0, водород, метод электрон-позитронной аннигиляции.

Объектом данного исследования являются дефекты в титановых сплавах ВТ 1-0.

Цель работы – Исследование влияния условий наводороживания из газовой среды на дефектную структуру титанового сплава ВТ1-0

В процессе исследования проводились измерения спектра времени жизни позитронов и Допплеровского уширения аннигиляционной линий. Установлены зависимости аннигиляционных параметров образцов сплавов титана ВТ 1-0 от условий наводороживания.

В результате исследования согласно данным позитронной спектроскопии, при наводороживании из газовой среды при высокой температуре в титановом сплаве ВТ1-0 образуются вакансии (V) и водород-вакансионные комплексы (V-nH). При одинаковой концентрации водорода, изменение температуры или скорости охлаждения не приводит к изменению типа дефектов, изменяется лишь их концентрация.

В первой главе описаны особенности структурных изменений в металлах и сплавах при насыщении водородом.

Во второй главе описаны физические основы методов электрон-позитронной аннигиляции и оборудование, используемое в эксперименте.

В третьей главе описан исследуемый материал, подготовка и проведение эксперимента.

В четвертой главе описан анализ полученных результатов.

В пятой главе описан финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение данной работы.

В шестой главе описана социальная ответственность проведенного исследования.

Оглавление	
Введение.....	8
1. Особенности структурных изменений в металлах и сплавах при насыщении водородом	10
1.1. Влияние водорода на структуру и свойства металлов и сплавов.....	10
1.2. Взаимодействие водорода с титаном	11
1.3. Взаимодействие водорода с дефектами кристаллической структуры....	15
1.4. Дефекты водородного происхождения	18
2. Методы электрон-позитронной аннигиляции и их физические основы	19
2.1. Физические основы методов электрон-позитронной аннигиляции	19
2.1.1. Источники позитронов	19
2.1.2. Движение позитрона в веществе	21
2.1.3. Состояния позитрона в материале	22
2.1.4. Модель захвата позитронов дефектами.....	23
2.1.5. Аннигиляции позитронов на дефектах содержащих водород	26
2.2. Методы электрон-позитронной аннигиляции.....	28
2.2.1. Спектрометрия времени жизни позитронов	28
2.2.2. Анализ спектров времени жизни позитронов.....	30
2.2.3. Спектрометрия доплеровского уширения аннигиляционной линии ..	31
2.2.4. Анализ формы спектров.....	32
3. Материал и методы исследования	36
3.1. Материал исследования	36
3.2. Насыщение водородом из газовой среды	36
3.3 Методы электрон-позитронной аннигиляции.....	37
3.4 Измерение концентрации водорода при помощи анализатора водорода RHEN 602.....	39
3.5 Измерение микротвердости	41
4. Исследование влияния условий наводороживания на временное и импульсное распределения аннигиляции позитронов в титановом сплаве VT1-0	42
5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	48
5.1 Потенциальные потребители результатов исследования	48

5.2 Анализ конкурентных технических решений	49
5.3 Структура работ в рамках научного исследования	51
5.4 Определение трудоемкости выполнения работ	52
5.5 Разработка графика проведения научного исследования	54
5.6 Расчет материальных затрат научно-технического исследования	57
5.7 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ	58
5.8 Основная заработная плата исполнителей темы	58
5.9 Дополнительная заработная плата исполнителей темы	60
5.10 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	60
5.11 Накладные расходы	61
5.12 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта	62
5.13 Выводы.....	63
6. Социальная ответственность	64
6.1 Техногенная безопасность.....	65
6.1.1 Микроклимат	65
6.1.2 Электромагнитные поля	66
6.1.3 Электрическое напряжение.....	67
6.1.4 Воздействие высокой температуры.....	68
6.2 Региональная безопасность.....	68
6.3 Организационные мероприятия обеспечения безопасности.....	68
6.4 Особенности законодательного регулирования проектных решений	69
6.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	71
6.6 Вывод.....	71
Заключение	72
Список литературы.....	72

Введение

Проблема водород-металл изучается в течение длительного времени и работы в этой области по-прежнему остаются востребованными. Широкий спектр вопросов, возникающих при взаимодействии водорода с металлами, вызывает большой интерес исследователей, специализирующихся в области физики твердого тела, физической химии и материаловедения. Растворяясь практически во всех металлах, водород вызывает существенные изменения физико-химических и механических свойств.

Проникая в материал, водород не только активно взаимодействует с дефектами кристаллической решетки, но и индуцирует образование новых дефектов. С увеличением концентрации водорода происходит образование комплексных дефектов типа «вакансия – водород» и «кластер – водород», структура и свойства, которых еще не до конца изучены. При этом на формирование данных комплексов могут влиять не только концентрация водорода, но и условия наводороживания.

Методы позитронной спектроскопии, являются одними из немногих экспериментальных методов, которые позволяют напрямую исследовать дефекты типа «вакансионный дефект-примесь».

В связи с этим, целью данной работы является исследование влияния условий наводороживания из газовой среды на дефектную структуру титанового сплава ВТ1-0.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Подготовка образцов титанового сплава ВТ1-0.
2. Исследование временного и импульсного распределения аннигиляции позитронов в титановом сплаве ВТ1-0 до наводороживания.
3. Исследование временного и импульсного распределения аннигиляции позитронов в титановом сплаве ВТ1-0 после наводороживания из газовой среды.

4. Исследования влияния температуры наводороживания на дефектную структуру титанового сплава ВТ1-0
5. Исследования влияния скорости охлаждения на дефектную структуру титанового сплава ВТ1-0.

1. Особенности структурных изменений в металлах и сплавах при насыщении водородом

1.1. Влияние водорода на структуру и свойства металлов и сплавов

Известно, что водород является очень активным химическим элементом, который сильно реагирует с металлами [1]. Его процесс проникновения в металлы и сплавы осуществляется через ряд последовательных стадий: физическая адсорбция молекул, их диссоциация на атомы, абсорбция атомов, диффузия в объеме, выход атомов на обратной стороне, рекомбинация атомов в молекулы водорода, десорбция молекул [2].

Водород в металле находится в растворенном состоянии, в форме гидридов, захватывается дефектами или входит в состав гидроокиси. При обычных условиях металлы покрыты слоем воды, которая адсорбирована из воздуха. При подготовке образцов путем откачки при 20 °С полностью удалить воду не удастся. Поэтому она остается в микротрещинах, где сила взаимодействия воды с металлом особенно велика. В образцах с развитой поверхностью содержание водорода превышает содержание водорода по сравнению с компактным образцом. Соединения водорода, которые являются ионными диэлектриками, образуются из щелочных металлов. Соединения водорода с редкоземельными металлами имеют ковалентные полупроводники и металлы. В соединениях с переходными металлами преобладает металлическая связь [3, 4, 5].

Диффузия водорода в металлах происходит в виде протонов. Протоны перемещаются в металле под влиянием слабого постоянного электрического поля. Диффузия водорода в металлах протекает очень быстро, так как размеры протонов в сотни тысяч раз меньше размеров атомов. Процессы диффузии водорода в монокристалле почти такой же величины, как и процессы при диффузии в мелкокристаллический образец.

После попадания водорода в металл, под влиянием его потенциального поля происходит ионизация водорода. В результате ионизации в предельных случаях образуются либо положительно заряженные ионы – протоны либо

отрицательно заряженные ионы водорода. В первом случае атом водорода ионизируется до протона, который входит в металлическую решетку, не нарушая ее. Металлические свойства конденсированного тела и тип решетки при этом сохраняются. Во втором случае образуются химические соединения с ионным типом связи, которое обладает специфической решеткой и в нем не обнаруживаются металлические свойства [6, 7].

1.2. Взаимодействие водорода с титаном

Титан, отожженный предварительно в высоком вакууме, начинает поглощать водород уже при комнатной температуре. С повышением температуры скорость поглощения водорода титаном возрастает. Для чистейшего йодидного титана, отожженного при высокой температуре в вакууме, наибольшая скорость поглощения наблюдается при температурах, близких 300 °С [8]. Для технически чистого титана максимум скорости поглощения водорода сдвигается к более высоким температурам порядка 600-800 °С. Уменьшение величины макро- и микрзерна увеличивает скорость поглощения водорода титаном. Было показано, что содержание кислорода и азота в титане замедляет скорость поглощения им водорода.

В результате взаимодействия водорода с титаном образуются бертоллидные фазы, обусловленные появлением продуктов переменного химического состава. Полагается, что гидриды титана являются результатом взаимодействия частично ионизированных атомов водорода с атомами металла. Протонный газ образованный ионизированными атомами водорода, находится в динамическом равновесии с неионизированными атомами водорода.

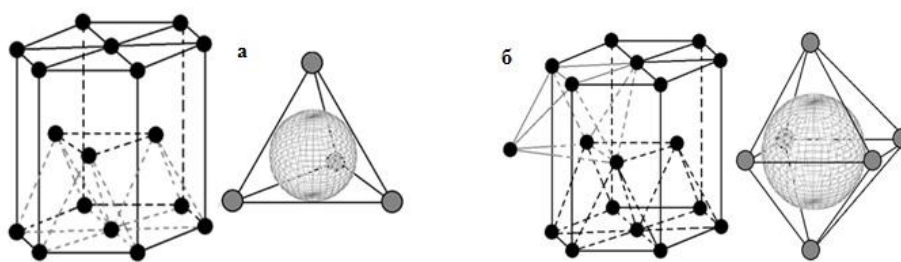


Рисунок 1 – Тетраэдрические (а) и октаэдрические (б) пустоты в гексагональной плотноупакованной решетке α -титана

Твердые растворы внедрения образуются неионизированными атомами водорода. У кристаллической решетки α -титана имеется два типа пустот, в которых могут располагаться внедренные атомы: тетрагональные пустоты с радиусом 0.34 \AA (рисунок 1а) и октаэдрические пустоты с радиусом 0.62 \AA (рисунок 1б).

Так как радиус атомов водорода равен $0,41 \text{ \AA}$, они могут размещаться только в октаэдрических пустотах. Однако при этом параллельно с уменьшением свободной энергии системы благодаря химическому взаимодействию происходит ее повышение, обусловленное большой свободой колебаний атомов водорода в таких пустотах. В связи с этим растворимость в α -титане мала. Даже при достаточно низких концентрациях водорода твердые растворы водорода в α -фазе становятся термодинамическим нестойкими.

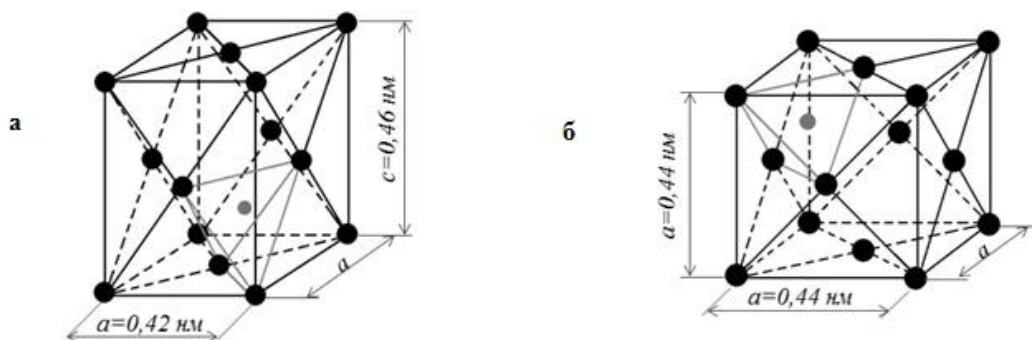


Рисунок 2 – ГЦТ решетка с упорядоченным расположением атомов водорода (а) и ГЦК решетка с произвольным расположением атомов (б)

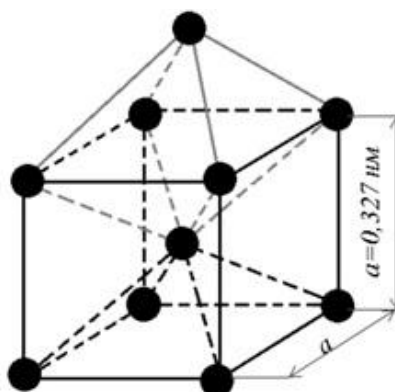


Рисунок 3 – ОЦК решетка β -титана

При понижении температуры до $300-200 \text{ }^\circ\text{C}$ резко падает растворимость водорода в α -титане растворимость водорода. Особенно сильное падение

растворимости наблюдается при 100-150 °С. В связи с этим при охлаждении ниже этих температур в техническом чистом титане выпадает гидрид (δ -фаза). δ -фаза – это гидрид титана, представляющий собой фазу внедрения переменного состава имеющего ГЦТ решетку (рисунок 2а) с упорядоченным расположением атомов водорода (при переходе $\alpha \rightarrow \alpha + \delta$), и ГЦК решетку (рисунок 2б) с произвольным расположением атомов водорода (при переходе $\beta \rightarrow \alpha + \delta$).

Гидрид может выделяться при закалке в форме дисперсных частиц, а при медленном охлаждении – в виде пластинок, обнаруживаемых под микроскопом. Образование гидридов сопровождается увеличением объема и возникновением напряжений второго рода, что приводит к растрескиванию.

β -модификация титана имеет объёмно-центрированный тип решетки, пустоты решетки в которой имеют радиус 0,44 Å и почти точно соответствуют радиусу атома водорода. Благодаря этому повышения свободной энергии, вызванные свободой колебаний атомов в междоузлиях, не происходит. Таким образом, водород хорошо растворяется в β -фазе, тем самым стабилизируя ее. β -фазу при высоком содержании водорода можно также считать твердым раствором на основе гидрида TiH, состав которого отвечает 2,06 % (вес.) водорода. При содержании водорода менее 1,5-2 % гидрид титана полностью растворяется при температуре выше 320 °С и переходит в твердый раствор.

Диаграмма состояния системы титан-водород представлена на рисунке 4 [9]. На оси абсцисс показано содержание водорода в атомных процентах в титане (внизу), содержание водорода в массовых процентах в титане (сверху), на оси ординат показана температурная зависимость в градусах Цельсия.

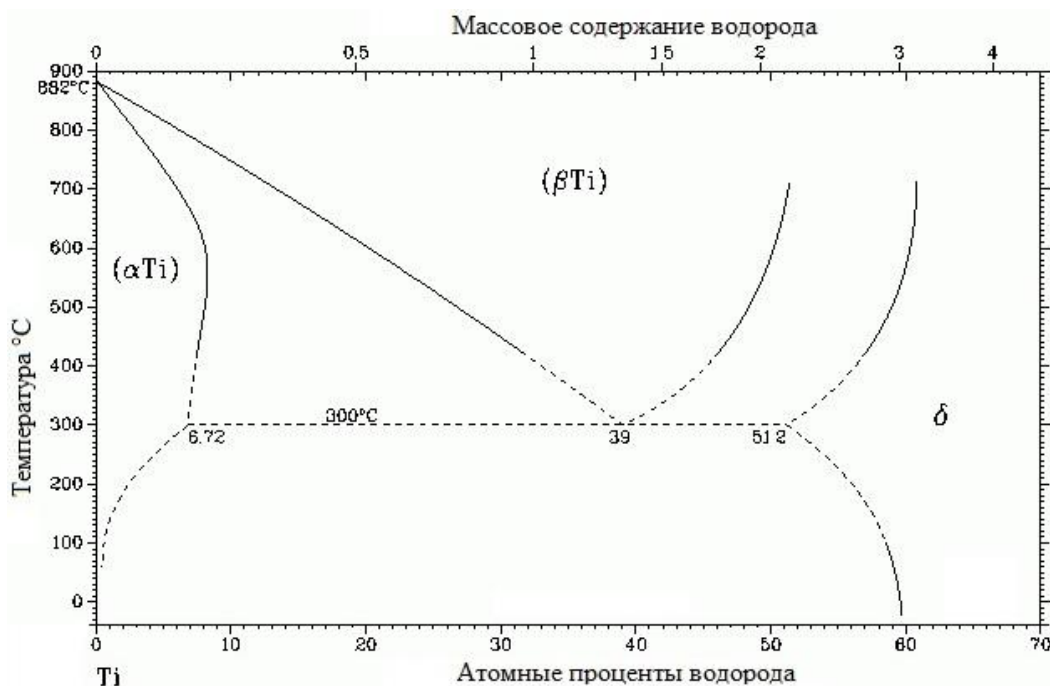


Рисунок 4 – Диаграмма состояния системы титан-водород

Система титан-водород, как выше упоминалось, характеризуется наличием трех фаз: α , β , δ и гетерогенных областей их сосуществования. Из диаграммы состояния видно, что при содержании водорода в титане до 7,9 атомных процента, титан находится в α фазе, и ломаная линия abc показывает предельную растворимость водорода в ГПУ решетке (в α -фазе) титана.

При увеличении содержания водорода в титане α -фаза переходит совместно в $\alpha+\beta$ фазу, при температуре выше 300 °С, а уже при дальнейшем увеличении содержания водорода β -фаза все больше замещает α -фазу и полностью переходит в β -фазу. Из диаграммы видно, что ломаная линия cde соответственно и показывает предельную растворимость водорода в ОЦК решетке (в β -фазе). При содержании водорода в титане от 44 атомных процента и выше β -фаза (при температуре выше 300 °С) переходит в $\beta+\delta$ фазу, где δ -фаза

– это твердый раствор на основе гидрида титана TiH_2 . В дальнейшем, при высоком содержании водорода в титане β -фаза все больше переходит в δ -фазу и полностью переходит в гидрид титана (в δ -фазу), т.е. ломаная линия fgh показывает предельную растворимость титана в гидриде. При понижении температуры титана до комнатной температуры, фазы α , $\alpha+\beta$, β , $\beta+\delta$ полностью переходят в $\alpha+\delta$ фазу, а δ -фаза так и остается твердым раствором на основе гидрида титана TiH_2 .

1.3. Взаимодействие водорода с дефектами кристаллической структуры

При рассмотрении поведения водорода в металлах одно из центральных мест занимают вопросы взаимодействия водорода со структурными микро- и макродефектами.

Под ловушками понимают области металла, в которых атомы водорода обладают пониженной свободной (потенциальной) энергией по сравнению с его нормальными позициями в решетке. В технически чистых металлах ловушками, ответственными за захват водорода, являются точечные дефекты, их комплексы, дислокации, поверхности раздела и объемные дефекты. Основной задачей при изучении взаимодействия водорода с металлами является установление вида дефектов, с которыми происходит взаимодействие, их плотности и энергии связи с ними атомов водорода. Последние две величины чаще всего выступают в роли подгоночных параметров. Менее определенным является вопрос о типе дефектов. Полагается, что в холодно деформированных металлах водород взаимодействует в основном с дислокациями, в закаленных металлах – с вакансиями, в ионно-облученных – с точечными дефектами, небольшими комплексами и порами. Однако такое деление почти всегда является упрощением реальной картины, и во многих случаях следует включать в рассмотрение дефекты разных типов.

Точечные дефекты и их комплексы. Вакансии и их комплексы – эффективные ловушки для водорода. Вакансионные кластеры представляют собой глубокие ловушки для водорода. Анализ взаимодействия атомов

водорода с вакансиями в металлах возможен при допущении, что это взаимодействие ложно быть почти таким же, как при сорбции водорода на поверхности металла. В подтверждение приводятся следующие доводы: энергия образования вакансий и энергия связи атома водорода с поверхностью металла прямо пропорциональна теплоте сублимаций металла; из численного моделирования. Из моделирования взаимодействия атома водорода с вакансией в никеле следует, что атом водорода (протон) должен располагаться не в центре вакансии, а вблизи одной из ее «стенок» на расстоянии $1/8-1/10$ постоянной решетки, т.е. атомы водорода как бы адсорбируются на «поверхности вакансии». Эта модель дает для энергии связи комплекса вакансия-водород значения 0,4-0,6 эВ для большинства металлов [10]. Считается, что различие между вакансией, вакансионным кластером и порой ярче проявляются в более открытых ОЦК-решетках.

Дислокации. Линейные дефекты — цепочки точечных дефектов, дислокации. С точки зрения взаимодействия атомами водорода происхождение дислокаций не имеет значения; важен лишь ее тип и степень отравленности с примесями. Связь растворенных в металле атомов примеси (в том числе атомов водорода) с дислокацией обусловлена суперпозицией сил упругого, электростатического и химического взаимодействия [11]. Существенную роль при этом имеет электронная структура металла.

Подвижность водорода в металле зависит от плотности дислокации и концентрации водорода. Так, в [12] отмечается, что при увеличении степной холодной дислокаций коэффициент диффузии водорода уменьшается, а при увеличении содержания водорода — возрастает, при этом влияние дислокаций на подвижность водорода уменьшается. Теоретические оценки энергии связи атомов водорода с краевыми дислокациями дают значения от 0,08 до 0,30 эВ. Теоретических оценок взаимодействия атомов водорода с винтовыми дислокациями нет, но по аналогии с другими примесями внедрения можно полагать, что будет примерно на порядок меньше, чем в краевых дислокациях.

По экспериментальным оценкам для энергии взаимодействия дислокации с атомами водорода получены значения от 0,1 до 0,47 эВ.

Примесные атомы. Сведения о влиянии примесей на захват водорода дефектами крайне ограничены, зачастую противоречивы, и их нельзя считать достаточными даже для установления каких-либо общих закономерностей, и тем более механизмов влияния. В литературе отмечают, что образование вакансионных скоплений вблизи атома примеси облегчается при увеличении размеров атомов примеси, в результате чего эффект усиления связи становится больше [13].

Взаимодействие атомов примесей водорода с примесями замещения в алюминиевых сплавах, где образуются комплексы Cu-H, Mg-H энергия связи равна 0,06 и 0,07 соответственно. Энергия взаимодействия атомов водорода с растворенными атомами тем больше, чем меньше атомный радиус легирующего элемента по отношению к основе. Это связано с тем, что водород уменьшает возникающую при легировании деформацию решетки.

Атомы примеси, являясь стоками точечных дефектов, могут уменьшать концентрацию свободных точечных дефектов. Конкуренция этих процессов способна приводит к противоположным эффектам. Более того, внедрение газовых примесей может стимулировать образование микрополостей, стабилизированных газом.

Микрополости и блистеры. Объемные ловушки можно разделить на три вида. Во-первых, ими могут быть поры и несплошности, которые образовались при кристаллизации из-за усадки металла или по каким-либо иным причинам. Во-вторых, поры, заполненные водородом, могут быть сформированы из-за распада пересыщенного водорода твердого раствора. В-третьих, пористость может развиваться в металле в процессе поглощения ими водородом из внешней среды, представленной молекулярным водородом, парами воды и т.д. Ловушки этого типа необратимы и ненасыщаемы, т.е. с высокой энергией связи и имеющие свойство неограниченно накапливать в себе водород .

В экспериментах с холоднодеформированными и пористыми, в частности электроосажденными, металлами надежно установлено, что водород эффективно захватывается и прочно удерживается в микрополостях. В облученных металлах микрополости создаются в результате объединения сверхравновесных радиационных вакансий, как во время облучения, так и при последующем отжиге [14]. Большую роль в зарождении и формировании микрополостей играют примесные, и в первую очередь газовые, атомы.

В отечественной литературе поры и несплошности, заполняемые молекулярным водородом, называют коллекторами, в отличие от ловушек, в которых водород находится в атомарном виде. Водород заполняет поры очень быстро.

1.4. Дефекты водородного происхождения

Механизмы, при которых водород разрушает механические свойства металлов, непосредственно зависят от взаимодействия водорода с имеющимися дефектами в структуре решетки. Водород, диффундируя в решетке металла, накапливается в дефектах, в таких как внедренных атомах примеси, дислокациях, границах зерен и т.д.

При попадании водорода в решетку металла, занимая междоузельные пространства, вызывает расширение и искажение кристаллической решетки. Также водород инициирует образование дефектов открытого типа, их движение и коагуляцию в кластеры. В результате чего образуются скопления вакансионных кластеров и образование крупных объемных дефектов [15, 16].

При накоплении водорода в большом количестве в крупных ловушках, атомы водорода образуют молекулу H_2 . Накопленные молекулы создают газообразную фазу, которые в свою очередь образуют высокое давление внутри материала, что способствует к появлению дефектов [17].

2. Методы электрон-позитронной аннигиляции и их физические основы

2.1. Физические основы методов электрон-позитронной аннигиляции

Позитроны, рождаясь в реакции β -распада, проникают в материал. При этом они быстро теряют свою кинетическую энергию до теплового уровня [18]. Термализованный позитрон диффундирует по решетке и, в конечном итоге, аннигилирует с окружающими его электронами. Суммарная энергия аннигилирующей электрон-позитронной пары преобразуется в энергию двух γ -квантов, которые могут быть зарегистрированы детекторами. Скорость аннигиляции позитрона определяется локальной электронной плотностью в месте аннигиляции. Таким образом, позитрон может быть использован в качестве инструмента исследования локальной электронной плотности твердых тел. Более того, позитрон может быть захваченным некоторыми структурными дефектами благодаря отсутствию отталкивающего потенциала положительно заряженных ионов решетки. Таким образом, методы электрон-позитронной аннигиляции (ЭПА) на настоящее время являются одними из самых чувствительных методов (чувствительность 10^{-7} вакансий/атом) для исследования дефектной структуры материалов [19].

2.1.1. Источники позитронов

В качестве источников позитронов для экспериментальной реализации методов ЭПА чаще всего применяются радиоактивные β^+ – изотопы [20,21]. Реакция β^+ - распада описывается следующим уравнением:



где X – материнское ядро, X' – дочернее ядро Z и A – зарядовые и массовые числа, e^+ – позитрон, ν – нейтрино. Основной характеристикой β^+ -распада является непрерывный энергетический спектр испускаемых позитронов. Это происходит потому, что энергия для осуществления распада (Q) затрачивается на энергию позитрона и энергию нейтрино, которая не

регистрируется в эксперименте. Энергетическое распределение излученных позитронов можно описать следующей формулой [22]:

$$\frac{dN}{dE} = D\sqrt{E(E + 2mc^2)}(E + mc^2)(E_{max} - E)^2, \quad (2)$$

где m – масса покоя позитрона, D – нормировочный коэффициент. В формуле (1) не учитывается Кулоновское взаимодействие заряженного позитрона с положительными ядрами решетки. Благодаря этому ускоряющему взаимодействию с ядрами, спектр излучаемых позитронов смещается больше в высокоэнергетическую область, а коэффициент D зависит от энергии позитронов E и от заряда ядра Z .

Для большинства β^+ - источников дочерние ядра остаются в возбужденном состоянии после излучения позитрона и нейтрино. Такие ядра за очень короткое время возвращаются в основное состояния, излучая один или два γ -кванта. Эти ядерные γ - кванты называются вторичными и используются в технологии СВЖП для регистрации момента рождения позитрона. Основные характеристики изотопов, используемых чаще всего в экспериментах ЭПА, представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Основные свойства некоторых источников позитронов, используемых в методах ЭПА [23]

Изотоп	Период полураспада	Выход позитронов	Максимальная энергия позитронов, МэВ	Энергия вторичного γ -кванта, МэВ	Число вторичных γ -квантов
^{13}N	9,96 мин.	1	1,20		0
^{15}O	123 с.	1	1,74		0
^{18}F	110 мин.	0,97	0,635		0
^{19}Ne	17,4 с.	1	2,22		0
^{22}Na	2,6 лет	0,9	0,545	1,274	1
^{26}Al	$8 \cdot 10^5$ лет	0,85	1,17	1,81	1
^{44}Ti	47 лет	0,94	1,47	1,156	1

^{48}V	26 дней	0,50	0,696	1,312+0,983	2
^{58}Co	71 дней	0,15	0,474	0,811	1
^{57}Ni	36 часов	0,46	0,85	1,37	1
^{68}Ge	275 дней	0,88	1,90	1,078	0,017
^{89}Zr	79 часов	0,22	0,9		0

2.1.2. Движение позитрона в веществе

Попадая в материал, позитрон теряет свою кинетическую энергию до значения:

$$E \approx kT, \quad (3)$$

где k – постоянна Больцмана, T – температура.

При высоких энергиях позитрона, потери идут в основном за счет упругого рассеяния позитрона на ионах и неупругого рассеяния на ядрах и электронах вещества [24, 25]. В случае металлов, возбуждение электронов проводимости преобладает при низких энергиях позитронов ($0,1 \text{ эВ} < E < 10^2 \text{ эВ}$) [26]. Когда энергия позитрона становится меньше $0,1 \text{ эВ}$, преобладает рассеивание энергии на фононах [27]. Время, затрачиваемое позитроном на процесс термализации, зависит от энергии позитрона и параметров среды и обычно не превышает нескольких пс [28]. Среднее время жизни позитронов в металлах лежит интервале $100 - 200 \text{ пс}$. Таким образом, время термализации позитрона в материале составляет очень малую часть от общего времени жизни позитронов в этом материале. Это говорит о том, что основную часть жизни позитрон затрачивает диффузию в решетке. Основную часть времени термализации (>50%) позитрон обладает энергией ненамного превышающей энергию термализованного позитрона [29], что важно для возможности захвата нетермализованного позитрона дефектами.

Аннигиляция позитрона с окружающими электронами в металле происходит с очень высокой вероятностью только в случае его термализации. Таким образом, энергия аннигилирующего позитрона пренебрежимо мала по сравнению с энергией электрона, с которым он аннигилирует.

После того, как позитрон приходит в температурное равновесие с окружающей его средой, он продолжает свое движение, рассеиваясь в основном на фонах решетки. Это рассеяние обычно является квазиупругим и не сказывается заметно на среднем импульсе термализованного позитрона. Движение такого позитрона в веществе близко к изотропному и может быть описано теорией случайных блужданий [30]. Средняя длина диффузии позитрона определяется средним расстоянием от точки термализации позитрона до точки аннигиляции и несет информацию об области, исследуемой единственным позитроном. Средняя длина диффузии позитрона для металлов лежит в диапазоне 100-200 нм.

2.1.3. Состояния позитрона в материале

Аннигиляция из свободного состояния – только один из вариантов конца жизни позитрона. В некоторых материалах этого и вовсе не происходит. В большинстве материалов, некоторые или все изначально свободные позитроны вступают во взаимодействие с их окружением. Последствием такого взаимодействия является образование новых позитронных состояний. Различные состояния позитрона обладают различными аннигиляционными характеристиками, отличающимися от аннигиляционных характеристик свободных позитронов. Более того, несмотря на то, что существующие позитронные состояния схожи в одинаковых материалах, их точные аннигиляционные свойства зависят от локальных свойств. Таким образом, эти состояния делают позитроны ценным инструментом исследования структуры материалов [31].

Состояния позитронов проще всего рассматривать на примере поведения позитрона в металле. В идеальной бездефектной решетке металла, термализованные позитроны находятся в Блоховских состояниях, таких же, как и у электронов [32]. Такие позитроны называются «свободными». Перед тем как проаннигилировать, эти позитроны диффундируют по решетке кристалла до тех пор, пока не встретят либо электроны ионных остовов, либо электроны проводимости металла.

Другое состояние позитрона может быть сформировано в том случае, когда в решетке металла присутствует дефект, связанный со свободным объемом. Отсутствие положительно заряженных ионных остовов в дефектах подобного типа создает притягивающий потенциал для положительно-заряженных частиц, в том числе и позитронов. Таким образом, в большинстве металлов вакансии, вакансионные кластеры, дислокации и границы зерен захватывают несколько или большинство (насыщенный захват) позитронов. Позитроны, локализованные в дефектах решетки, называются «захваченными позитронами». Такие позитроны также могут проаннигилировать с электронами проводимости, однако вероятность аннигиляции с электронами ионных остовов ничтожно мала. Таким образом, аннигиляционные характеристики захваченных позитронов значительно отличаются от аннигиляционных характеристик свободных позитронов. Различным типам дефектов-ловушек позитронов соответствуют различные аннигиляционные характеристики.

2.1.4. Модель захвата позитронов дефектами

Применимость методов ПАС к изучению дефектов кристаллического строения в металлах основана на возможности позитронов быть захваченными в *локализованное* состояние в области дефекта. Вакансии, вакансионные кластеры имеют электронную плотность ниже, чем средняя электронная плотность бездефектного кристалла из-за отсутствия ионных остовов в этих дефектах, это сводится к образованию в их окрестности глубокой потенциальной ямы для позитрона. Энергия связи позитрона с такого рода дефектами составляет обычно от одного до нескольких эВ.

Характеристики локализованных состояний позитронов (энергия связи позитрона с дефектом, время жизни позитрона в нём, распределение по импульсам электронно-позитронных пар в окрестности дефекта) достаточно хорошо изучены теоретически. В настоящее время выполнены самосогласованные квантово-механические расчёты из первых принципов времени жизни позитронов в вакансиях простых и переходных металлов, учитывающие многочастичное взаимодействие электрон-позитрон в

окрестности вакансий, которые дают время жизни позитронов, совпадающее с экспериментальными измерениями. По величине времени жизни позитрона в локализованном состоянии можно судить о типе и размере дефекта. В [30] показано, что τ резко растет с увеличением числа вакансий в вакансионном кластере. По величине τ можно судить о размере такого кластера.

В вопросе о природе захвата позитронов дефектами, не имеющими открытого объема, считается, что краевая дислокация представляет собой только неглубокую ловушку для позитронов, то есть энергия связи позитрона с дислокацией мала и при температурах выше комнатных позитрон высвобождается из ловушки на дислокационной линии или захватывается другими дефектами, связанными с дислокацией, в основном вакансиями [33].

Определение концентрации дефектов кристаллического строения проводится обычно с помощью феноменологической модели захвата позитронов дефектами. В простейшем случае, если имеется только один тип дефекта, например вакансии, которые захватывают позитроны, изменение концентрации позитронов через время $t_0 + dt$, где t_0 - начальный момент времени, когда позитрон попал в образец, можно записать следующими кинетическими уравнениями [17]:

$$\begin{aligned} \frac{dN_d}{dt} &= -\lambda_d N_d + N_0 K \\ \frac{dN}{dt} &= -(\lambda_0 + K)N \end{aligned} \quad (4)$$

Здесь n - число позитронов в какой-то момент времени t . N_0 - число позитронов в образце при $t = 0$; K - скорость захвата позитронов дефектом; λ_0 - скорость аннигиляции позитронов в бездефектной части образца; λ_d - скорость аннигиляции позитрона с электронами в районе дефекта; N_d - количество позитронов, захваченных дефектом. Необходимо отметить, что, поскольку энергия связи позитрона с вакансией велика, в этом подходе пренебрегается обратным выходом позитрона из ловушки [34].

Скорость захвата позитронов дефектами пропорциональна концентрации этих дефектов $K = \mu \rho_d$, где $\mu = \sigma v_+$ - удельная скорость захвата, определяемая природой дефекта и материала [17].

Спектр времени жизни позитрона в этой модели захвата позитронов дефектами имеет следующий вид [17]:

$$N(t) = (1 - I_2)\lambda_1 \exp(-\lambda_1 t) + I_2\lambda_2 \exp(-\lambda_2 t) \quad (5)$$

где $\lambda_1 = \frac{1}{\tau_1} = \lambda_d + K$, $\lambda_2 = \frac{1}{\tau_2} = \lambda_d$, λ_1, λ_2 - скорости захвата позитронов первой и второй компоненты соответственно;

Первая компонента связана со временем жизни позитронов в решетке материала, вторая компонента характеризует аннигиляцию позитронов из нелокализованного состояния в области дефекта.

$I_2 = \frac{K}{\lambda_d - \lambda_0 + K}$ - интенсивность второй компоненты. Интенсивность первой компоненты всегда стремится к максимуму - 100%

Информация о природе дефекта и его концентрации определяются параметрами τ_2 и I_2 .

2.1.5. Аннигиляции позитронов на дефектах содержащих водород

На аннигиляцию позитронов в материалах влияет их электронная плотность, таким образом, наличие атомов водорода в дефектах существенно меняет аннигиляционные характеристики позитронов. В работе [35] исследовалось изменение дефектной структуры при наводороживании в Nb. Время жизни позитронов в бездефектном ниобии составляет 128 пс. Было установлено, что при захвате водорода вакансией, атом водорода не локализуется непосредственно в вакансии, а находится в междоузлии на расстоянии от вакансии около 1,2 Å. Существует 6 позиции вокруг вакансии, где может расположиться атом водорода.

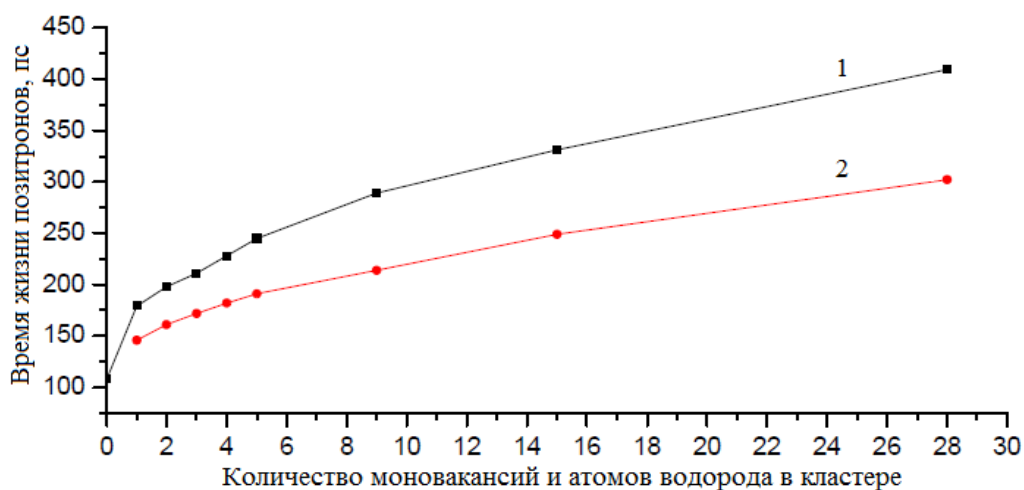


Рисунок 5 – График зависимости времени жизни позитронов от числа моновакансий в вакансионном кластере. 1– пустые вакансионные кластеры, 2–заполненные атомами водорода [32].

Если все позиции равномерно заполняются водородом, то время жизни позитронов, аннигилировавших в этой области, уменьшается от значения $\tau_v = 222$ пс до значения $\tau_{v-6H} = 127$ пс. Для вакансии, окруженной четырьмя атомами водорода, время жизни позитронов составляет $\tau_{v-4H} = 127$ пс.

В [36] были проведены исследования для определения изменения аннигиляционных характеристик в дефектах содержащих водород в образце железа. Время жизни позитронов, аннигилированных из локализованного состояния в области дефекта, больше чем при аннигиляции позитронов из

делокализованного состояния, потому что электронная плотность в дефекте меньше, чем в решетке материала. Время жизни позитронов в идеальной бездефектной решетке железа составляет 108 пс. При исследовании образца с одной моновакансией, время жизни позитронов в моновакансии составило 179 пс, а для моновакансии содержащей один атом водорода – 146 пс. Значение времени жизни позитронов для вакансии с атомом водорода ниже, чем в пустой вакансии аналогичного размера, то есть пустая ловушка сильнее притягивает позитроны. Также были проведены исследования с увеличением размеров дефектов до вакансионных кластеров. Известно, что вакансионные кластеры активно захватывают позитроны, однако если они заполнены водородом, то они захватывают позитроны с меньшей активностью. На рисунке 5 представлен график зависимости количества моновакансии в вакансионном кластере и атомов водорода в нем от времени жизни позитронов. Из графика видно, что время жизни позитронов в пустых вакансионных кластерах на несколько порядков выше, чем в этих же кластерах, но в области, которых локализовались атомы водорода.

2.2. Методы электрон-позитронной аннигиляции

Основными методами изучения материалов методами электрон-позитронной аннигиляции являются: а) спектроскопия времени жизни позитронов (СВЖП) [37]; б) измерение доплеровского уширения аннигиляционной линии (ДУАЛ) [38]; в) анализ спектров углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) [39].

В данной работе применяются два метода ЭПА для исследования дефектной структуры: СВЖП и ДУАЛ. Описание этих методов представлено в следующих двух разделах.

2.2.1. Спектрометрия времени жизни позитронов

Время жизни позитрона в материале является функцией, зависящей от электронной плотности исследуемого материала. Для разных металлов в бездефектном состоянии, среднее время жизни также будет разным. Спектроскопия времени жизни позитронов в настоящее время широко используется для анализа дефектной структуры материалов [40], т.к. электронная плотность в структурных дефектах объемного типа меньше электронной плотности бездефектного кристалла. Таким образом, время жизни позитронов в таких дефектах, как вакансии, вакансионные кластеры и дислокации, выше времени жизни свободного позитрона. Суть метода представлена на рисунке 6 и основана на измерении отрезка времени между двумя событиями: рождением и аннигиляцией позитрона. Для измерения времени жизни чаще всего применяется β^+ -источник, излучающий также вторичный γ -квант одновременно с позитроном. Этот γ -квант является сигналом Старт на временной шкале и свидетельствует о рождении позитрона. Сигналом Стоп является один из двух аннигиляционных γ -квантов с энергией 511 кэВ [34]. Относительно низкая активность источников позитронов позволяет выделить импульсы Старт и Стоп, соответствующие одному позитрону, т.к. предполагается, что в каждый момент времени в веществе находится не более одного позитрона. Среднее время между 2-мя последующими излучениями позитронов составляет примерно 1 микросекунду,

тогда как времена жизни позитронов лежат в диапазоне 0,1-1 нс [41]. Для измерения столь малых промежутков времени необходимо использовать быстрые детекторы и системы сбора данных с точными временными характеристиками. В настоящее время для регистрации γ -квантов в технологии СВЖП применяются сцинтилляционные детекторы, обладающие наилучшими временными характеристиками.

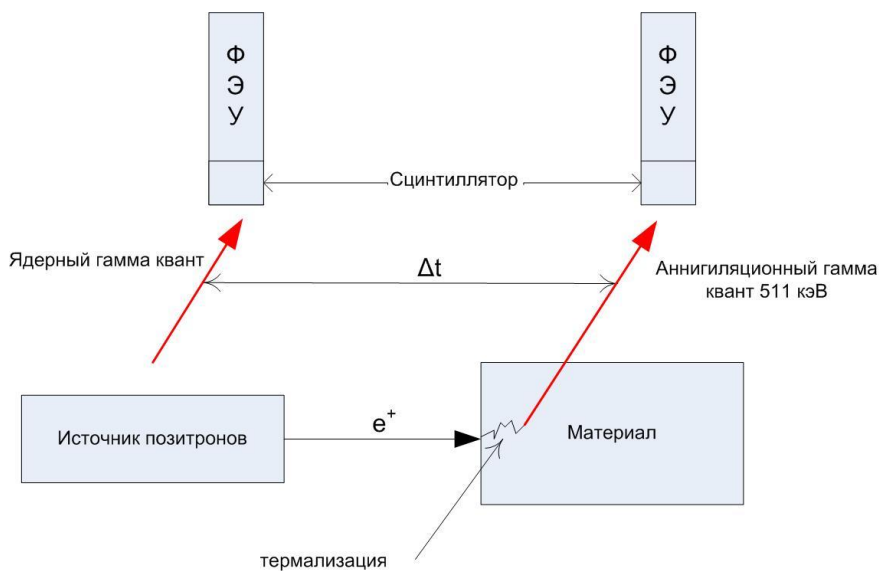


Рисунок 6 – Принцип измерения времени жизни позитрона в материале.

Далее осуществляется обработка сигналов детекторов, заключающаяся в их амплитудной селекции. Систему необходимо настроить таким образом, чтобы с одного детектора отбирались импульсы, соответствующие только событиям Старт, а с другого соответственно только событиям Стоп. Далее отобранные импульсы используются в качестве точек начала и конца отсчета на временной шкале. Полученные значения времени жизни позитронов собираются в спектр времени жизни, где по оси абсцисс откладывается время жизни, по оси ординат – интенсивность. В настоящее время обработка сигналов с детекторов осуществляется с использованием аналоговых либо цифровых модулей. Хотя цифровые схемы и превосходят аналоговые по многим параметрам, последние до сих пор применяются во многих современных лабораториях для исследования материалов методом СВЖП. В данной работе была реализована схема спектрометра на основе аналоговых модулей.

2.2.2. Анализ спектров времени жизни позитронов

Для корректного анализа спектра времени жизни позитронов, необходимо набрать $1-5 \cdot 10^6$ событий в одном спектре. Это может занять от 1 до 10 часов в зависимости от активности используемого источника и геометрии эксперимента. Спектр времени жизни позитронов представляет собой вероятность аннигиляции позитрона через время в момент времени t . При наличии нескольких времен жизни позитронов в веществе, соответствующих разным материалам или состоянием позитронов, спектр можно представить как сумму [34]:

$$-\frac{dN(t)}{dt} = \sum_i I_i e^{-\lambda_i t}, \quad (6)$$

где λ_i – постоянные, соответствующие скорости аннигиляции позитрона в разных состояниях, I_i - соответствующие им интенсивности ($\sum_i I_i = 1$). Время жизни позитрона определяется как величина, обратная скорости аннигиляции $\tau_i = 1/\lambda_i$.

Спектр времени жизни представляет собой свертку идеального экспоненциального спектра (2) и функции разрешения спектрометра. Значение полуширины на полувывоте функции разрешения у большинства современных спектрометров находится в диапазоне 200-250 пс и зависит в основном от размеров сцинтилляторов и ширины порогов дискриминации импульсов. Идеальной формой функции разрешения является функция Гаусса.

Помимо вклада в спектр компонент, соответствующих различным позитронным состояниям, небольшая доля соответствует процессу аннигиляции позитрона в источнике и аннигиляции из связанного состояния с электроном – позитрония. Поэтому, обычно как минимум три компоненты могут быть выделены в экспериментальном спектре времени жизни. Разложение спектра на компоненты осуществляется путем аппроксимации сверткой теоретического спектра. Влияние компонент источника может быть выделено путем измерения бездефектного модельного материала с известным значением времени жизни, отличающимся от времени жизни в источнике.

Результатом обработки спектра времени жизни позитронов является набор времен жизни и интенсивностей, соответствующих каждой компоненте спектра. В случае, если не удастся провести многокомпонентный анализ спектра времени жизни, практически всегда можно определить такой важный количественный параметр, как среднее время жизни позитронов в образце. Этот параметр не зависит от функции разрешения (если это гауссиана) и определяется, как [17]

$$\tau_{ave} = \sum_i I_i \tau_i = \int_0^{\infty} t P(t) dt. \quad (7)$$

2.2.3. Спектрометрия доплеровского уширения аннигиляционной линии

Закон сохранения импульса, применительно к явлению электрон-позитронной аннигиляции, выражается в переходе импульса $e^- - e^+$ пары в импульс аннигиляционных фотонов с энергией 511 кэВ каждый, разлетающихся в противоположные стороны [35]. Благодаря тому, что импульс аннигилирующего позитрона пренебрежимо мал (следствие термализации), основной вклад в импульс $e^- - e^+$ пары вносит импульс электрона. Таким образом, аннигиляционное излучение несет в себе информацию об импульсном распределении электронной структуры в месте аннигиляции позитронов. Среди методов ЭПА имеются 2 метода для исследования импульсного распределения электронной структуры веществ: спектрометрия Доплеровского уширения аннигиляционной линии (ДУАЛ) и анализ углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ). Процесс аннигиляции электрона и позитрона сопровождается излучением двух γ -квантов в противоположные стороны. При рассмотрении системы, связанной с центром масс аннигилирующей пары, суммарный импульс системы равен нулю. В лабораторной системе отсчета, аннигилирующая пара имеет суммарный импульс p , который передается аннигиляционным фотонам так, как это показано на рисунке 7 [17].

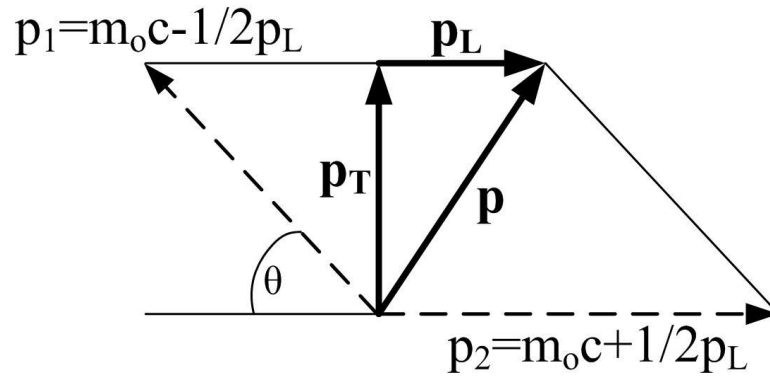


Рисунок 7 – Векторная диаграмма перераспределения импульса от аннигилирующей $e^- - e^+$ пары (p) аннигиляционным γ -квантам (p_1 и p_2). p_L и p_T соответствуют продольной и поперечной составляющей импульса электронной пары

Доплеровский сдвиг (ΔE) энергии аннигиляционных γ -квантов объясняется наличием продольной составляющей импульса $e^- - e^+$ пары p_L . ΔE можно выразить, как [17]:

$$\Delta E = \frac{1}{2} p_L c. \quad (8)$$

Как уже было отмечено выше, p_L соответствует в большей мере импульсу электрона, т.к. импульс аннигилирующего позитрона пренебрежимо мал. Благодаря тому, что вероятность направления импульса p_L в сторону детектора равна вероятности направления от детектора, на практике измеряются как положительные, так и отрицательные значения ΔE , формирующие спектр уширения относительно энергетической линии 511 кэВ.

Поперечная компонента импульса p_T сказывается на отклонении разлета аннигиляционных фотонов от угла 180° . Угловое отклонение регистрируется в экспериментах по методу УРАФ и также может быть пересчитано в значение импульса.

2.2.4. Анализ формы спектров

Захват позитронов дефектами объемного типа оказывает влияние не только на время жизни позитрона, но и на форму спектра Доплеровского

уширения, как показано на рисунке 8. Существует два параметра формы, описывающих Доплеровское уширение аннигиляционной линии.

S-параметр (“Shape”) – параметр, определяющий долю процессов аннигиляции позитрона с валентными электронами. S-параметр рассчитывается как отношение числа событий центральной части спектра N_S , соответствующих аннигиляции с низко-импульсными электронами, к общему числу событий в спектре N_0 за вычетом фона [17]

$$S = \frac{N_S}{N_0}, N_S = \int_{E_0-E_S}^{E_0+E_S} N_D dE. \quad (9)$$

W-параметр (“Wings”) – соответствует доле процессов аннигиляции позитронов с остовными электронами вещества. W-параметр определяется как число событий из фиксированного энергетического интервала N_W , деленное на N_0 ,

$$W = \frac{N_S}{N_0}, N_S = \int_{E_0-E_S}^{E_0+E_S} N_D dE. \quad (10)$$

Пределы для определения S-параметра определяются в окрестности центра аннигиляционной линии $E_0=511$ кэВ, $E_0 \pm E_S$. Пределы для определения W-параметра, E_1 и E_2 , выбираются на спадающих ветвях спектра таким образом, чтобы исключить вклад импульсов валентных электронов. Выбранные пределы должны оставаться постоянными для всех спектров, параметры которых будут сравниваться.

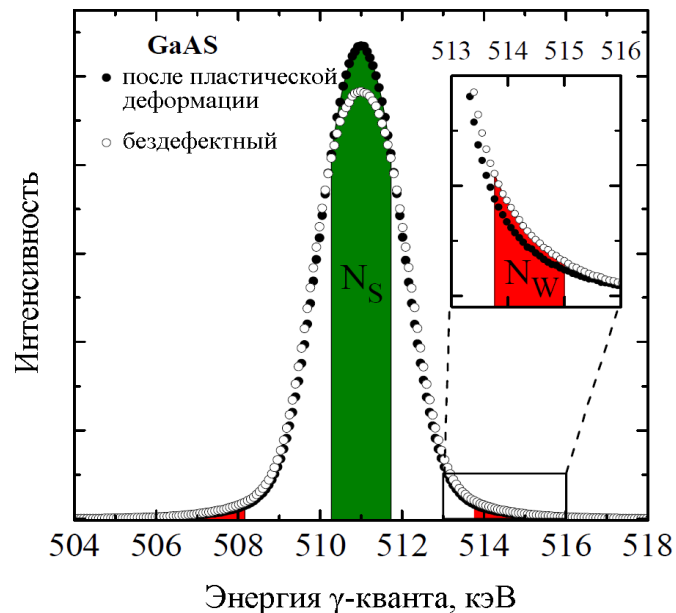


Рисунок 8 – Спектр ДУАЛ для бездефектного образца GaAs и образца после пластической деформации [17].

Из рисунка 8 видно, что пределы для S-параметра выбраны как точки пересечения двух спектров (дефектный и бездефектный образец) в окрестности центральной части спектра. Такой способ выбора пределов для S-параметра определяет максимальную чувствительность метода. Часто, пределы для определения S-параметра выбираются таким образом, чтобы S-параметр для бездефектного образца соответствовал значению 0,5 [17]. Пределы для области W определяются на значительном расстоянии от центральной части и соответствуют области, где спектры сравниваемых материалов максимально отличаются. Как правило, значения S и W нормируются на значения для бездефектного материала S_b и W_b соответственно. Этот подход позволяет более контрастно сравнивать исследуемые образцы по отношению к исходному (бездефектному) образцу. Сравнение параметров формы спектров возможно только в том случае, если все спектры были набраны на одном спектрометре с неизменным энергетическим разрешением, от которого эти параметры зависят.

Параметры формы спектра доплеровского уширения зависят также от концентрации и типа дефектов в материале. Однако, W-параметр более чувствителен к химическому окружению места аннигиляции, нежели к дефектной структуре. Это является следствием того, что основные электроны имеют больший импульс и вносят вклад в основном в области W-параметра.

Химическое окружение места аннигиляции может быть определено путем исследования высокоимпульсной части спектра [42,43,44,45]. Это позволяет, при подкреплении экспериментов математической моделью, исследовать вакансии и вакансионные кластеры, связанные с различными примесями [38]. Помимо S и W параметров для оценки дефектной структуры, также был введен косвенный R -параметр, который зависит только от типа дефектов и не зависит от их концентрации [46]. R -параметр определяется, как [17]:

$$R = \left| \frac{S-S_b}{W-W_b} \right| = \left| \frac{S_d-S_b}{W_d-W_b} \right|. \quad (11)$$

Тем не менее, вместо расчета параметра R , чаще всего используют график зависимости параметра S от W , где тангенс наклона прямой, проходящей через точки $(W_b; S_b)$ и $(W_d; S_d)$ равен численному значению параметра R для одного типа дефектов. Величины W_d и S_d соответствуют такой ситуации, когда все позитроны аннигилируют в дефекте определенного типа (насыщенный захват). В некоторых случаях, анализ линейности графика $S(W)$ может показать, сколько типов дефектов участвовало в захвате позитронов. Более того, доля позитронов, проаннигилировавших в дефекте также может быть оценена [47,48]. В случае существования только одного определенного типа дефектов, S -параметр может быть определен как [43]:

$$S = (1 - \eta)S_b + \eta(S_d), \quad (12)$$

где η – доля позитронов, проаннигилировавших в дефекте, выражающаяся как [17]:

$$\eta = \int_0^{\infty} n_d(t) dt = \frac{K_d}{\lambda_b + K_d}. \quad (13)$$

η может быть определена из одного спектра ДУАЛ, с учетом того, что S_b и S_d уже известны из экспериментов с модельными материалами [17]. Скорость захвата позитронов дефектами может быть определена, как:

$$K_d = \frac{1}{\tau_b} \frac{S-S_b}{S_d-S}. \quad (14)$$

После чего может быть оценена концентрация дефектов позитронов.

3. Материал и методы исследования

3.1. Материал исследования

Для проведения исследований были подготовлены прямоугольные плоские образцы титанового сплава ВТ1-0 с размерами 20×20×1 мм. Образцы были механически отшлифованы, отполированы для удаления поверхностных дефектов. Шлифование осуществлялось с использованием кремневой шлифовальной бумаги с размером зерна 1000, 1500 и 2000 мкм.

Для удаления дефектов и снятия поверхностных напряжений образцы были отожжены в вакууме при температуре 750 °С в течение 60 минут с последующим медленным охлаждением до комнатной температуры.

3.2. Насыщение водородом из газовой среды

Насыщение образцов для термоводородного циклирования осуществлялось по методу Сиверста при помощи автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LP.

Автоматизированный комплекс GRC разработан для определения количества сорбированного газа различными твердыми телами в различных диапазонах температур и давлений. Принцип работы GRC можно понять из рисунка 9.

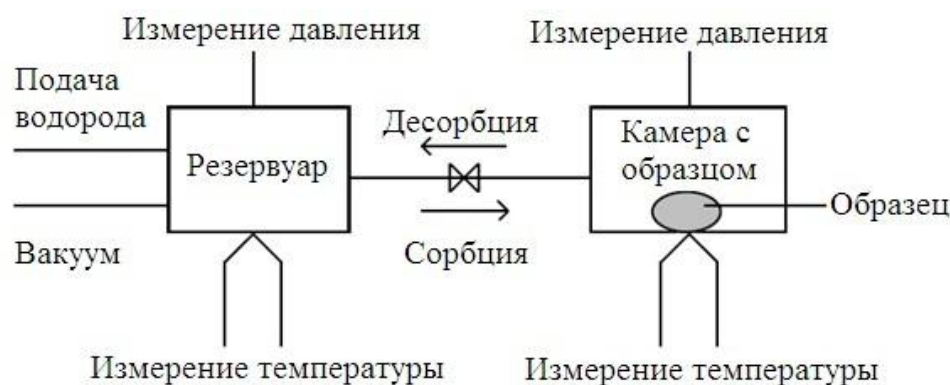


Рисунок 9 – Принцип работы автоматизированного комплекса GRC

Заданное количество водорода напускается в резервуар и определяется его молярный объем (N_0) по давлению и температуре. Затем открывается клапан между резервуаром и реакционной камерой, и водород передается из резервуара в реакционную камеру. После внедрения водорода в твердое тело

реакция завершается, и вычисляется общее молярное количество водорода (N_g) в камере с образцом и в резервуаре.

Эксперименты по изучению процессов сорбции и десорбции водорода выполняются в следующей последовательности: образец взвешивается, масса и плотность заносятся в программное обеспечение комплекса, образец помещается в камеру, камера подсоединяется к вакуумной системе и вакуумируется, осуществляется линейный нагрев (либо охлаждение) с непрерывной откачкой. Затем выполняется напуск водорода в камеру. После завершения режима производится откачка водорода из камеры и охлаждение (либо нагрев).

3.3 Методы электрон-позитронной аннигиляции

Для исследования аннигиляционных параметров, образцы упаковывались в форме т.н. «сэндвич геометрии» образец-источник-образец. Преимуществом данного метода упаковки образцов является то, что позитроны, излучаемые источником позитронов, попадают непосредственно в исследуемый материал. Используемая в данном эксперименте геометрия детекторов (Рисунок 11) позволяет проводить одновременно набор и СВЖ и спектра ДУАЛ.

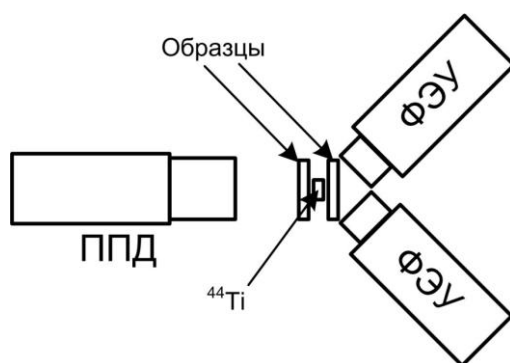


Рисунок 10 – Геометрия детекторов в эксперименте по исследованию аннигиляции позитронов в образцах титанового сплава ВТ1-0

Для исследования времени жизни позитронов на каждой стадии для образцов было набрано образца, по $5 \cdot 10^6$ событий в спектре. Анализ спектров проводился с применением бесплатного программного обеспечения для анализа спектров LT10 [49]. При анализе экспериментальных спектров применялась

мультиэкспоненциальная модель разложения. В качестве эталонного бездефектного образца использовался образец титанового сплава ВТ1-0, отожженный при температуре 750°C. Спектр данного образца раскладывался на 4 экспоненциальные компоненты: титан (исследуемый материал), титан (материал капсулы источника), $^{44}\text{TiCl}$ (материал соли источника), позитроний. Последние три компоненты относились к вкладу источника и фиксировались постоянными для всех спектров. Все спектры раскладывались на 2 компоненты (без компонент источника), характеризуемые временем жизни τ и интенсивностью I каждая. В спектре бездефектного образца вклад всех компонент кроме компоненты никеля фиксировался равным 0%. Разложение осуществлялось серией, в которой также находились образцы всех стадий. Среднее время определяется по формуле 15:

$$\tau_{ave} = \sum_i I_i \tau_i = \int_0^{\infty} tP(t)dt \quad (15)$$

Для исследования Доплеровского уширения аннигиляционной линии образцы помещались в специально изготовленный держатель образцов, закрепленный на расстоянии 20 см от плоскости детектора соосно с детектором. Такой способ размещения образцов обеспечивает отсутствие эффекта наложения импульсов и постоянство разрешения спектрометра, которое зависит от положения образцов относительно детектора. Постоянство энергетического разрешения обеспечивает минимальную погрешность определения параметров формы исследуемых спектров. Разрешение спектрометра определяется как ширина на полувысоте (FWHM) спектра ядерного излучения, соответствующего энергии 1,157 МэВ.

Все измерения проводили на воздухе при комнатной температуре. Пределы для определения параметров формы спектров Доплеровского уширения аннигиляционной линии были установлены согласно методике, описанной в параграфе 2.2.4 Главы 2. Результат представлен на Рисунок 11.

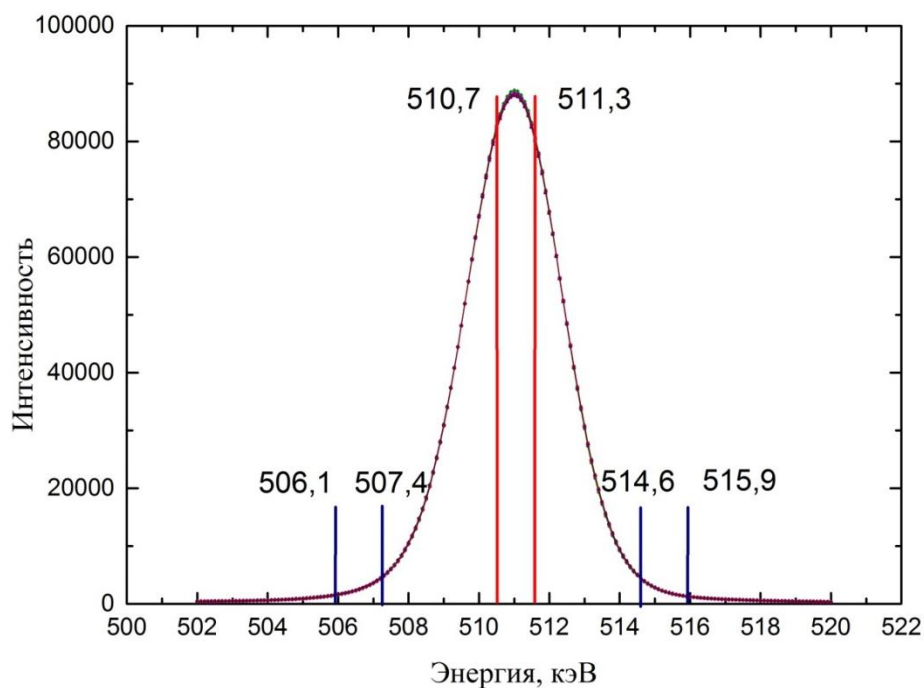


Рисунок 11 – Пределы для определения параметров формы спектров ДУАЛ.

Пределы для определения начала фона были определены согласно литературным данным. Как указано в [17], для стандартной конфигурации спектрометров ДУАЛ, интенсивность фоновых событий начинает вносить значительный вклад в спектр ДУАЛ при значениях энергии, равных 520 кэВ.

3.4 Измерение концентрации водорода при помощи анализатора водорода RHEN 602

Для исследований накопления водорода в дефектах по окончании термоводородного циклирования необходимо определить итоговую концентрацию водорода в образце. Определение содержания водорода проводилось по принципу плавления в среде инертного газа на анализаторе водорода RHEN602 фирмы LECO, представленный на рисунке 12.



Рисунок 12 – Анализатор водорода RHEN602

Водород измеряется по регистрации изменения теплопроводности газаносителя в термокондукметрической (ТК) ячейке. Блок-схема RHEN602 приведена на рисунке 13.

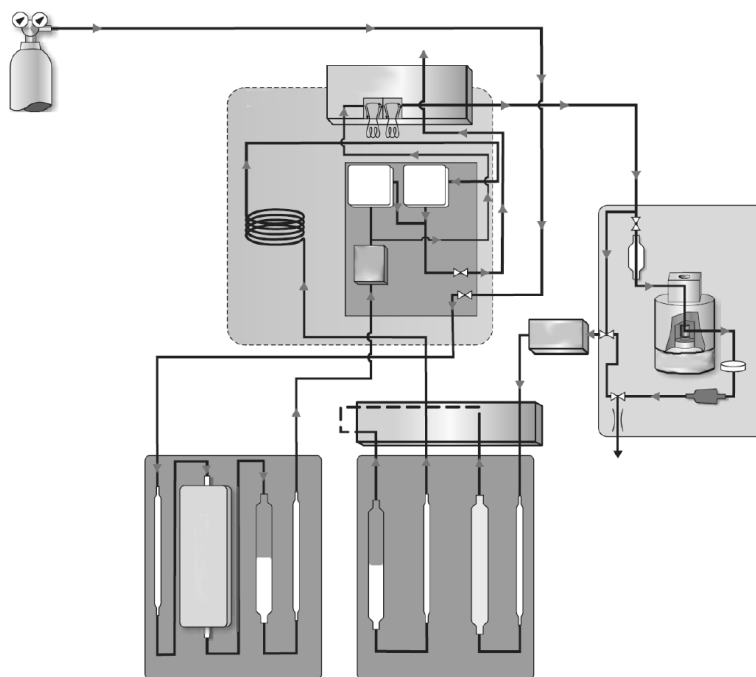


Рисунок 13 – Блок-схема анализатора RHEN602

Анализ начинается после помещения пустого графитового тигля на нижний электрод. Электроды закрываются, и выполняется очистка тигля от атмосферных газов. Ток проходит через тигель, разогревая его до высокой температуры, которая способствует высвобождению газов, находящихся в графите. Эта процедура получила название дегазирование. Далее образец вносится из загрузочного устройства в тигель. Потом вновь подается на тигель высокий ток, разогревающий тигель и образец, высвобождая газы из образца.

Чтобы предотвратить дальнейшее дегазирование тигля во время анализа, подается ток, сила которого ниже тока дегазирования.

Газ-носитель из газового баллона сначала проходит через нагретую медь для очистки от кислорода. Потом он проходит через специальные фильтры для удаления CO₂ и влаги. Остающийся газ передается на колонну молекулярного фильтра, которая разделяет компоненты газа, в зависимости от размера молекулы. Затем газ образца проходит через измерительную часть ТК ячейки, где измеряется содержание водорода. Сигнал, вырабатываемый ТК ячейкой передается на аналогово-цифровой преобразователь и потом на компьютер, и при помощи программы производится определение содержания водорода.

3.5 Измерение микротвердости

После наводороживания измерялась твердость образцов методом Виккерса. На рисунке 18 представлена зависимость твердости от глубины. Измерение твердости образцов проводилось на микротвердомере MICROHARDNESS TESTER HV-1000 по методу Виккерса. Виккерса определяется при помощи индентера пирамидальной формы с противолежащим углом 136°, полная формула приведена ниже:

$$HV = \frac{1.8544F}{d^2} \quad (16)$$

где HV – твёрдость по методу Виккерса (кг/мм²); F – испытательное усилие; d – средняя длина диагонали отпечатка (мм).

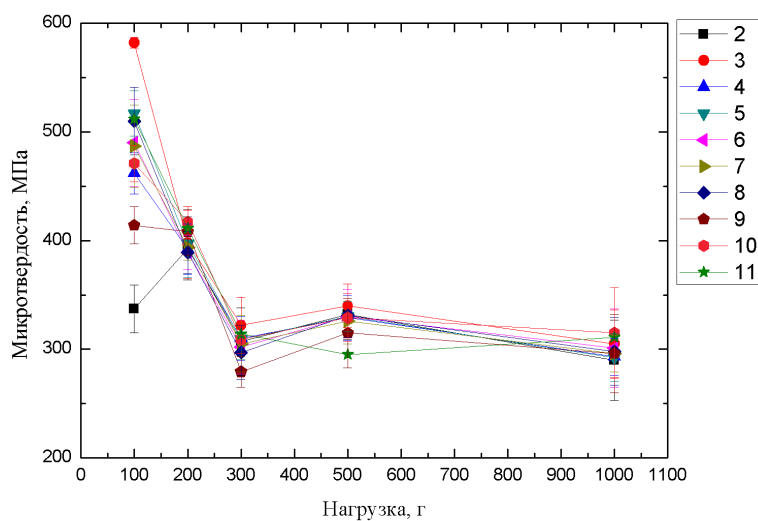


Рисунок 14 – Зависимость твёрдости от глубины

4. Исследование влияния условий наводороживания на временное и импульсное распределения аннигиляции позитронов в титановом сплаве ВТ1-0

На рисунке 15 и 16 представлены спектры временного и импульсного распределения аннигиляции позитронов до наводороживания.

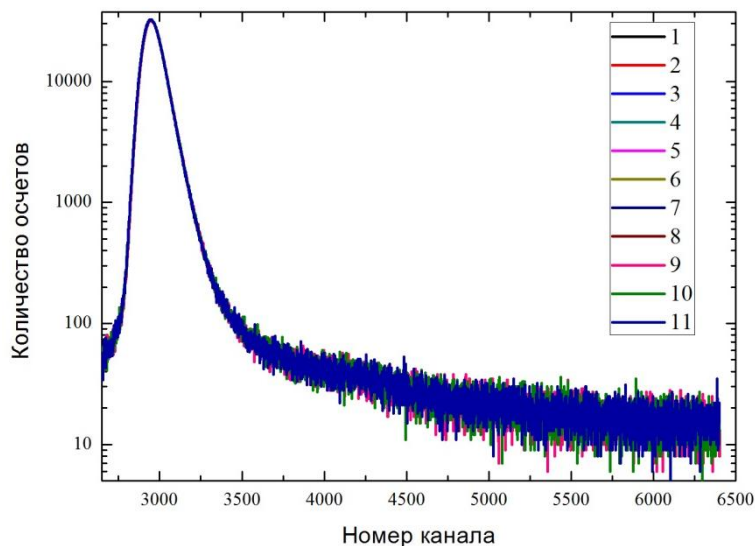


Рисунок 15 – Спектры временного распределения аннигиляции позитронов до наводороживания

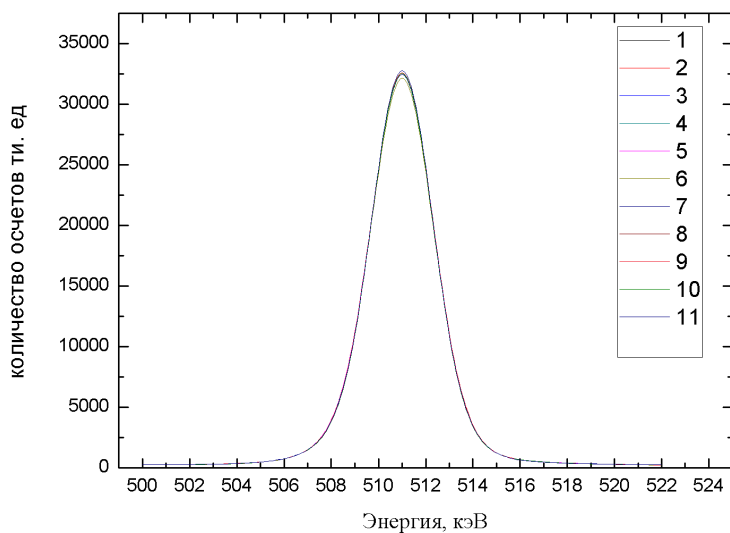


Рисунок 16 – Спектры импульсного распределения аннигиляции позитронов в образцах титанового сплава ВТ1-0 до насыщения водородом

Среднее время жизни позитронов в титановом сплаве ВТ1-0 до наводороживания составило $\tau_{\text{ср}} = 147 \pm 1$ пс.

Таблица 2 – Параметр спектров временного распределения аннигиляции позитронов и доплеровского уширения аннигиляционной линии в образцах титанового сплава ВТ1-0 после высокотемпературного вакуумного отжига

Среднее время жизни, пс	S	W
147 ±1	0,5106 ±0,0003	0,03006 ±0,00008

Таким образом, согласно данным ВРАП и ДУАЛ, после высокотемпературного вакуумного отжига образцы становятся практически идентичными, относительная погрешность не превышает 1 %.

Наводороживание осуществлюсь из газовой среды в диапазоне температур (500 - 700) °С и различными скоростями охлаждения. Кривые сорбции и охлаждения представлены на рисунке 17 и 18.

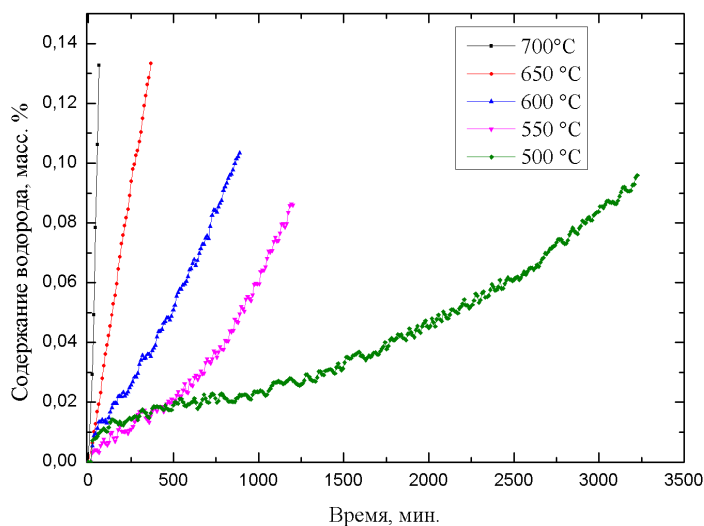


Рисунок 17 – Зависимость содержания водорода от времени

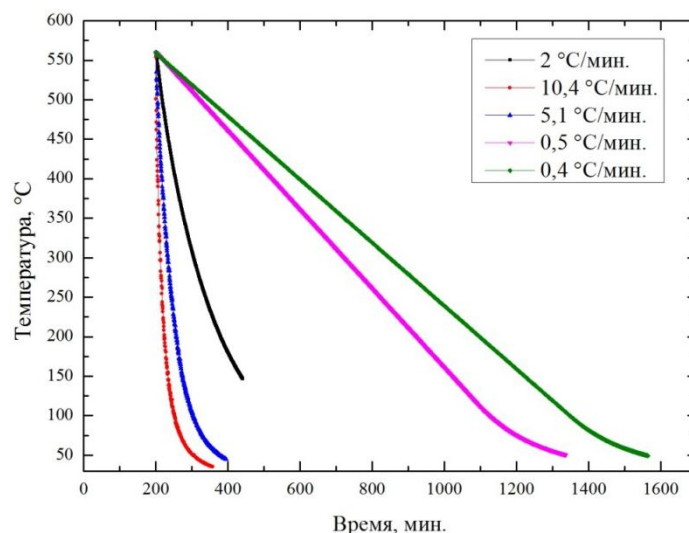


Рисунок 18 – Зависимость температуры от времени

Из графиков видно, что с увеличением температуры наводороживания в диапазоне (500 ÷ 700) °C происходит существенное увеличение скорости сорбции водорода. Скорость охлаждения определялась и углом наклона кривых охлаждения. При этом были получены значения 0,4/0,5/2/5,1/10,4 °C/мин.

Результаты определения абсолютного содержания водорода в образцах представлены в таблице 3.

Таблица 3. Содержание водорода в образцах

№	Содержание водорода, масс. %
1	0,018
2	0,017
3	0,068
4	0,088
5	0,089
6	0,100
7	0,079
8	0,097
9	0,088
10	0,069
11	0,101

Таким образом, среднее значение концентрации водорода в образцах составило $0,09 \pm 0,01$ масс. %.

На рисунках 19–20 представлены зависимости изменения аннигиляционных характеристик от температуры наводороживания в титановом сплаве ВТ1-0.

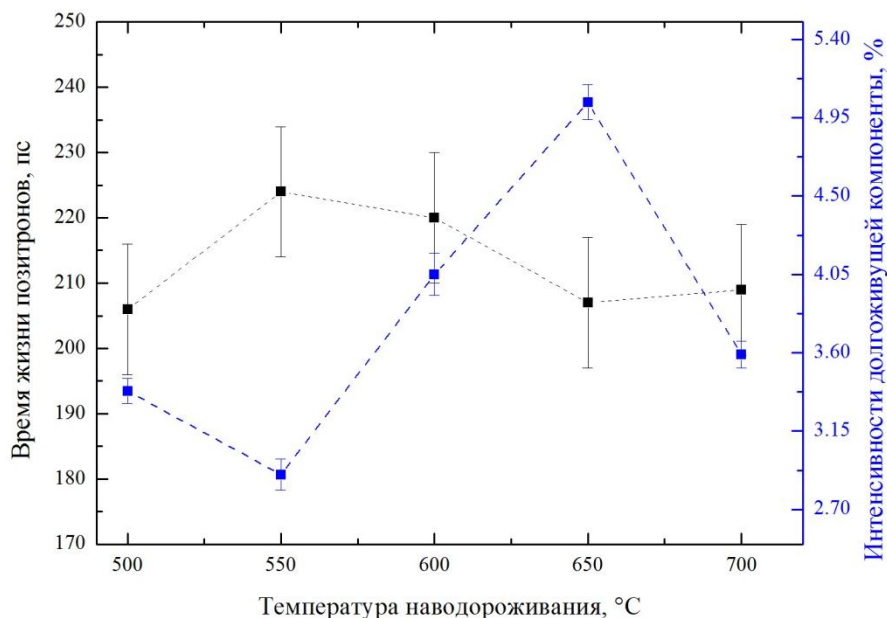


Рисунок 19 - Зависимость времени жизни позитронов и интенсивности долгоживущей компоненты от температуры наводороживания

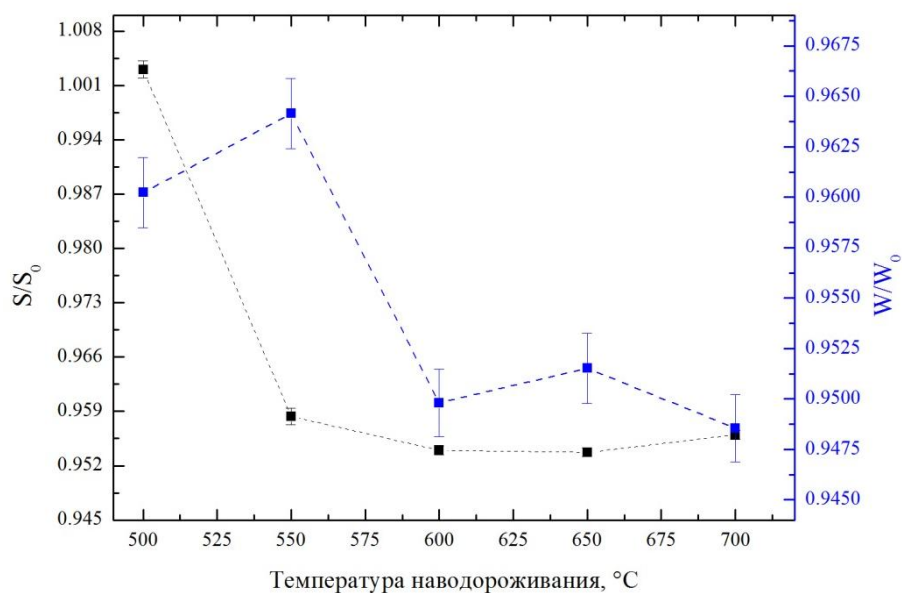


Рисунок 20 – Зависимость относительного изменения параметров формы ДУАЛ от температуры наводороживание после наводороживания

Из графика хорошо видно, что с увеличением температуры временная компонента не изменяется, изменяется лишь ее интенсивность, при этом S параметр сначала снижается, а затем остается постоянным, а W изменяется обратным образом.

На рисунках 21-22 представлены зависимости изменения аннигиляционных характеристик от скорости охлаждения в титановом сплаве BT1-0 после наводороживания из газовой среды.

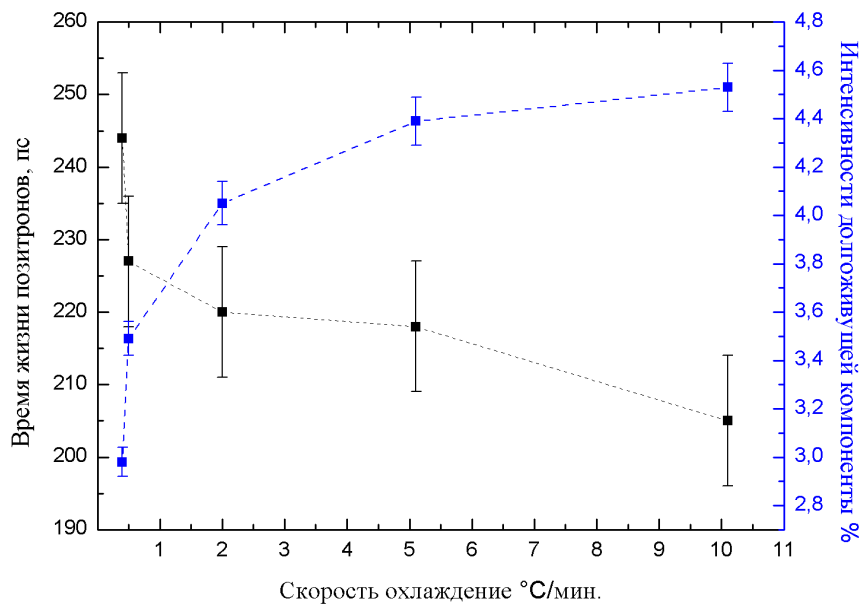


Рисунок 21 – Зависимость времени жизни позитронов и интенсивности долгоживущей компоненты от скорости охлаждения

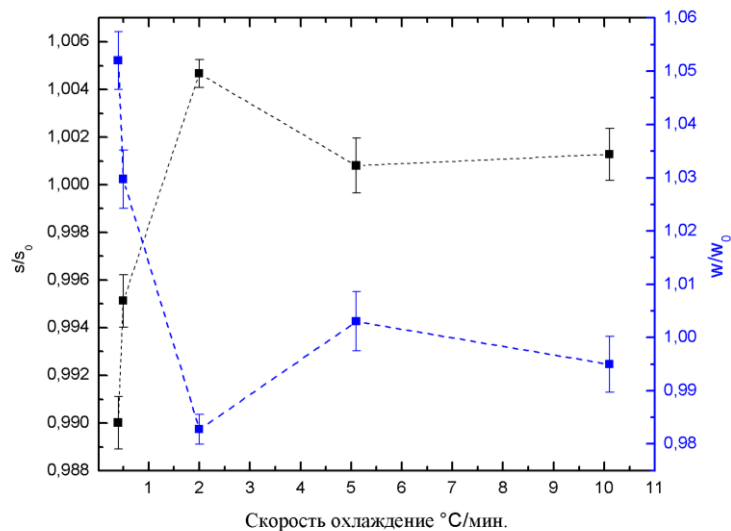


Рисунок 22 – Зависимость относительного изменения параметров формы
ДУАЛ от скорости охлаждения

Видно, что с ростом скорости охлаждения временная компонента практически не изменяется, при этом ее интенсивность увеличивается, S параметр сначала растет, а W уменьшается, а затем кривые выходят на насыщение.

Таким образом, можно заключить, что согласно данным позитронной спектроскопии, при наводороживании из газовой среды при высокой температуре в титановом сплаве VT1-0 образуются вакансии (V) и водород-вакансионные комплексы ($V-nH$) [50]. При одинаковой концентрации водорода, изменение температуры или скорости охлаждения не приводит к изменению типа дефектов, изменяется лишь их концентрация.

5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

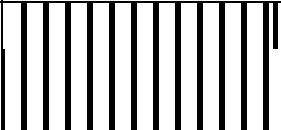
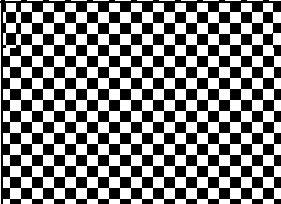
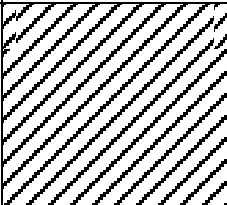
5.1 Потенциальные потребители результатов исследования

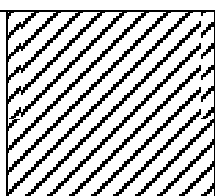
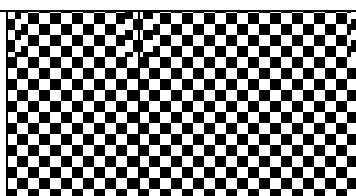
Для введения результатов выпускной квалификационной работы на тему «Разработка экспериментальной установки спектрометра ЭПА для исследования электрохимической проницаемости водорода через металлические фольги» на целевой рынок, необходимо прежде всего произвести анализ потребителей результатов исследования и в свою очередь выявить сегмент рынка.

Для выявления определенной части рынка или группы потребителей, обладающих определенными общими признаками, необходима реализация сегментирования, т.е. формирование определенных групп, испытывающих необходимость в данном товаре.

Реализация сегментирования рынка услуг по спектру проведения научных исследований в области проницаемости водорода через металлические фольги по следующим критериям представлена в таблице 4.

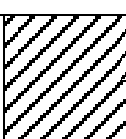
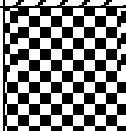
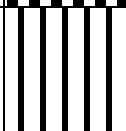
Таблица 4 – Карта сегментирования рынка услуг по спектру проведения исследований проницаемости водорода через металлические фольги

		Спектр проведения научных исследований проницаемости водорода через металлические фольги			
		Широкий температурный диапазон проведения эксперимента	Непродолжительные сроки проведения эксперимента	Быстрый анализ полученных данных	Исследование защитных покрытий и модификаций поверхностного слоя
Методика исследования	Методика электрохимического проникновения				
	методика электрохимического проникновения и масс - спектрометрического анализа				

	Методика проникновения в газовой среде при высоких давлениях и температуре			
--	--	---	--	---

На карте сегментирования рынка услуг по спектру проведения исследований проницаемости водорода через металлические фольги приведены следующие научно-исследовательские институты и лаборатории, представленные в таблице 5.

Таблица 5 – Научно-исследовательские институты и лаборатории

Международная научно-образовательная лаборатория технологии водородной энергетики НИ ТПУ г. Томск	
Международная научно-образовательная лаборатория «Водородная энергетика и плазменные технологии» НИ ТПУ г. Томск	
Национальный научный центр Харьковский физико-технический институт г. Харьков	

5.2 Анализ конкурентных технических решений

Для успешного выхода на рынок, необходимо проводить систематический анализ конкурирующих товаров, т.к. новые разработки постоянно пребывают с течением определенного промежутка времени.

Результатом анализа конкурирующих товаров, являются важные коррективы и поправки, вносимые в научное исследование, с целью постоянного повышения спроса и преимущества на рынке.

Рассматривая данный анализ со стороны ресурсоэффективности и ресурсосбережения, следует ряд оценок сравнительной эффективности научной разработки и определение ее развития и конкурентоспособности в будущем.

Для выполнения данного анализа, воспользуемся оценочной картой, приведенной в таблице 6.

Таблица 6 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкуренто- способность		
		БФ	БК1	БК2	ККФ	КК1	КК2
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1) Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,2	0,2	0,1	0,1	0,04	0,02	0,02
2) Помехоустойчивость	0,05	0,02	0,03	0,04	0,001	0,0015	0,002
3) Энергоэкономичность	0,05	0,04	0,03	0,01	0,002	0,0015	0,0005
4) Надежность	0,1	0,06	0,05	0,08	0,006	0,005	0,008
5) Уровень шума	0,05	0,05	0,03	0,01	0,0025	0,0015	0,0005
6) Безопасность	0,01	0,01	0,007	0,009	0,0001	0,0001	0,0001
7) Простота эксплуатации	0,05	0,04	0,03	0,03	0,002	0,0015	0,0015
8) Качество интеллектуального интерфейса	0,03	0,01	0,02	0,02	0,0003	0,0006	0,0006
9) Возможность подключения в сеть ЭВМ	0,02	0,01	0,02	0,015	0,0002	0,0004	0,0003
10) Быстрота обработки полученных результатов	0,1	0,1	0,05	0,08	0,01	0,005	0,008
11) Компактность	0,02	0,02	0,005	0,005	0,0004	0,0001	0,0001
12) Необходимость контролирования выполняемых процессов оператором установки	0,05	0,02	0,02	0,03	0,001	0,001	0,0015
Экономические критерии оценки эффективности							
1) Конкурентоспособность продукта	0,05	0,03	0,04	0,05	0,002	0,002	0,0025
2) Уровень проникновения на рынок	0,02	0,01	0,01	0,02	0,0004	0,0002	0,0004
3) Цена	0,03	0,02	0,01	0,008	0,0006	0,0003	0,0002
4) Предполагаемый срок эксплуатации	0,02	0,03	0,02	0,02	0,0002	0,0004	0,0004
5) Послепродажное обслуживание	0,01	0,008	0,006	0,003	0,0001	0,0001	0,0001
6) Финансирование научной разработки	0,08	0,07	0,05	0,03	0,0056	0,004	0,0024
7) Срок выхода на рынок	0,05	0,04	0,03	0,03	0,002	0,0015	0,0015
8) Наличие сертификации разработки	0,01	0,008	0,006	0,005	0,0001	0,0001	0,0001
Итого	1	0,796	0,564	0,595	0,0765	0,0467	0,0506

Итогом данного анализа, приведенного в оценочной карте сравнения конкурентных технических решений (разработок), следует, что электрохимический метод исследования проницаемости водорода через

металлические фольги превосходит своих конкурентов по многим критериям, в частности, как удобство в эксплуатации, энергоэкономичность, безопасность, простота эксплуатации и т.д. Экономические критерии оценки эффективности также превосходят своих конкурентов по многим факторам. Обладая рядом преимуществ перед конкурирующими товарами, электрохимическая мембранная методика исследования проницаемости обладает высоким уровнем качества и конкурентоспособности при стандартном наборе определяющих его параметров.

5.3 Структура работ в рамках научного исследования

Для достижения и выполнения конкретной цели при выполнении научных исследований в выпускной квалификационной работе, необходимо формирование рабочей группы. По каждому виду запланированных работ устанавливается соответствующая должность исполнителей. В таблице 7 приведен перечень этапов и работ в рамках проведения научного исследования в выпускной работе.

Таблица 7 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Научный руководитель
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Научный руководитель
	3	Выбор направления исследований	Студент
	4	Календарное планирование работ по теме	Студент
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Студент
	6	Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов	Студент
	7	Разработка экспериментальной модели	Студент
	8	Изготовление необходимы	Инженер

		конструкций и деталей	
	9	Сборка экспериментальной установки и отработка методики работы	Студент
	10	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Студент
Обобщение и оценка результатов	11	Оценка эффективности полученных результатов	Студент
	12	Определение целесообразности проведения ОКР	Студент
Проведение ОКР			
Разработка технической документации	13	Выбор и расчет конструкции и основных частей	Студент
	14	Оценка эффективности производства и применения проектируемого изделия	Студент
	15	Проектирование основных экспериментальных компонентов	Студент
Изготовление опытного образца	16	Изготовление опытного образца	Инженер
	17	Лабораторные испытания стенда	Студент
Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	18	Составление пояснительной записки	Студент
	19	Составление и оформление научных публикаций	Студент

5.4 Определение трудоемкости выполнения работ

Главным фактором отражения основной части стоимости научной разработки являются трудовые зарплаты. Исходя из этого, важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования.

Для оценки трудоёмкости выполнения научного исследования выпускной квалификационной работы используют экспертный путь, определяемый человеко-днями. Для определения ожидаемого значения трудоёмкости используют следующее соотношение:

$$t_{ожі} = \frac{3t_{mini} + 2t_{maxi}}{5}, \quad (17)$$

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:

$$t_{ожі} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 5}{5} = 3,2 \text{ чел. -дн.} \quad (18)$$

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для студента:

$$t_{ожі} = \frac{3 \cdot 180 + 2 \cdot 360}{5} = 252 \text{ чел. -дн.} \quad (19)$$

Произведем оценку трудоёмкости выполнения научного исследования для инженера:

$$t_{ожі} = \frac{3 \cdot 10 + 2 \cdot 15}{5} = 12 \text{ чел. -дн.} \quad (20)$$

Рассчитав ожидаемую трудоёмкость работ, определим продолжительность каждой работы в рабочих днях T_{pi} , учитывая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, по следующему соотношения:

$$T_{pi} = \frac{t_{ожі}}{Ч_i}, \quad (21)$$

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:

$$T_{pi} = \frac{3,2}{3} = 1,06 \text{ раб. дн.} \quad (22)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для студента:

$$T_{pi} = \frac{252}{3} = 84 \text{ раб. дн.} \quad (23)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для инженера:

$$T_{pi} = \frac{12}{3} = 4 \text{ раб. дн.} \quad (24)$$

5.5 Разработка графика проведения научного исследования

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:

$$T_{ki} = T_{pi} k_{\text{кал}}, \quad (25)$$

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:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (26)$$

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:

$$k_{\text{кал}} = \frac{365}{365 - 51 - 66} = 1,471 \quad (27)$$

5	Разработка технической документации	Студент	13,8						
6	Изготовление опытного образца	Студент, Инженер	10,9						
			5,4						
7	Оформление отчета по НИР	Студент	17,3						

Таблица 10 – Исполнители календарного план-графика

Научный руководитель	
Студент	
Инженер	

5.6 Расчет материальных затрат научно-технического 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 11 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Количество			Цена за ед., руб.			Затраты на материалы, (З _м), руб.		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3

Оргстекло	см ³			25			21			525	
Болт	шт.		4			12			48		
Гайка	шт.		4			7			28		
Шайба	шт.		4			5			20		
Стеклоанодная колба	шт.		2			160			320		
Трубка электрохимическая	см.		30			3			90		
Прокладка резиновая	шт.		4			30			120		
Герметик силиконовый	шт.		1			128			120		
Серная кислота	см ³	1000				2,2			2200		
Лист титана ВТ10	см ²	20				19			1000		
Медные провода	см.		30			2			60		
Вольтметр	шт.		1			560			560		
Халат для электрохимии	шт.	1				490			490		
Резиновые перчатки	шт.	5				21			105		
Итого									4575	1366	525

5.7 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

Для выполнения выпускной квалификационной работы, был приобретен специальный контрольно-измерительный прибор – вольтметр SVL0005, и 8 грамм платины, необходимых для проведения работ по научной теме

Все расчеты по приобретению вольтметра и платины, приведены в таблице 12.

Таблица 12 – Материальные затраты

№ п/п	Наименование оборудования			Кол-во единиц оборудования			Цена единицы оборудования, тыс. руб.			Общая стоимость оборудования, тыс. руб.		
							1	2	3	1	2	3
2	Платина			8 гр.			1500			12000		
Итого										12000		

5.8 Основная заработная плата исполнителей темы

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 19.

Таблица 13 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Студент	Инженер
Календарное число дней	365	365	365
Количество нерабочих дней - выходные дни - праздничные дни	73	73	73
Потери рабочего времени - отпуск - невыходы по болезни	31	62	31
Действительный годовой фонд рабочего времени	261	230	261

Таблица 14 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	З _{гс} , руб.	З _{дн} , руб.	Г _р , раб. дн.	З _{осн} , руб.	З _{зп} , руб.
Руководитель	14584	2900,5	10	9479,8	19806,8
Студент	1700	606,8	51,8	1700	2500
Инженер	7292	2900,5	5	9479,8	11806,8
			Итого		102013,6

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_{м} \cdot M}{F_{г}}, \quad (31)$$

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

M – 10,4 месяца, 6-дневная неделя;

$F_{г}$ – действительный годовой фонд.

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

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{окд}} \cdot 0,5 + k, \quad (32)$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$Z_{\text{окл}}$ – рабочий оклад работника;

k – Районный коэффициент, равный 30% от $Z_{\text{окл}}$.

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) инженера рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{окд}} + k, \quad (33)$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$Z_{\text{окл}}$ – рабочий оклад работника;

k – Районный коэффициент, равный 30% от $Z_{\text{окл}}$.

5.9 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Дополнительная заработная плата исполнителей выпускной работы учитывается согласно Трудовому кодексу РФ, т.е. выплат связанных с обеспечением гарантий и компенсаций.

Для расчета дополнительной заработной платы воспользуемся следующей формулой:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}}, \quad (34)$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы, равный 0,14.

Таблица 15 – Расчёт дополнительной заработной платы

Исполнители	$Z_{\text{осн}}$, руб.	$Z_{\text{доп}}$, руб.
Научный руководитель	9479,8	1327
Студент	-	-
Инженер	9479,8	1327

5.10 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

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:

$$Z_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}}(Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}), \quad (35)$$

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

Таблица 16 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Научный руководитель	19479,8	1327
Инженер	19479,8	1327
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	27,1%	
Итого		
Научный руководитель	12868,8	
Инженер	12868,8	

5.11 Накладные расходы

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$Z_{\text{накл}} = k \cdot \sum Z_{\text{зп}} = 17482,2, \quad (36)$$

где k – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 70-80%.

5.12 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Формирование бюджета научно-исследовательского проекта является основой для определения бюджета затрат проекта, и формируется исходя их вышеприведенных расчетов. Результатом является таблица 23 – расчет бюджета затрат НИИ.

Таблица 17 – Расчет бюджета затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.		
	Научный руководитель	Студент	Инженер
1. Материальные затраты НИИ	10175	1366	10025
2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	12000	1560	
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	19479,8	1700	9479,8
4. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	1327	–	1327
5. Отчисления во внебюджетные фонды	28168,8	–	2868,8
6. Накладные расходы	18742	–	8742
7. Бюджет затрат НИИ	137592,6	3626	22942,6
Итого	204652,5		

5.13 Выводы

Для исследования водородной проницаемости через металлические фольги методом электрохимического проникновения, была разработана и сконструирована экспериментальная установка спектрометра ЭПА, позволяющая исследовать проницаемость водорода через металлические фольги, а также производить сравнение методов защиты от проникновения водорода и оценку их эффективности при исследовании процессов сорбции водорода металлическими фольгами до нанесения защитным покрытий и после, с использованием электрохимической мембранной методики.

Бюджет затрат, приведенный в таблице 15 обусловлен необходимостью разработки экспериментальной методики для быстрого и качественного исследования водород проницаемости в металлических фольгах, а также непосредственной реализации оценки различных защитных покрытий, необходимых для дальнейшего исследования при высоких температурах.

Полученные в ходе исследования результаты, при затрате 204652,5 рублей на реализацию, могут быть использованы для дальнейших исследований систем металл-водород в условиях высоких температур, а также в целях разработки защитных методик подготовки образцов посредством нанесения покрытий и модификации поверхностного слоя. Работа имеет большую практическую ценность и в полной мере способствует решению многих фундаментальных задач

6. Социальная ответственность

Система металл-водород является предметом изучения на протяжении. Потому что с одной стороны исследование процесса взаимодействия водорода с поверхностью и кристаллической структурной металла представляет собой несомненный интерес. При давлении 150 атм. и температуре 343°C, вода разделяется на водород и кислород. При данных условиях водород способен диффундировать внутрь титанового сплава. Внутри титанового сплава водород может находиться в виде твердого раствора до наступления предела растворимости. Растворяясь в металле, водород является одной из причин появления дефектов, ухудшающих свойства материала. Водород, количество которого превысит растворимость, может образовать с титанитом химическую связь - гидрид титана. Из-за меньшей плотности и большей хрупкости, гидрид приводит к разрушению целостности зерна α -титана. Фазовый состав сплавов влияет на их способность поглощать водород. Система титан-водород характеризуется наличием трех фаз: α , β , δ и гетерогенных областей их сосуществования. Водород оказывает существенное влияние на свойства конструкционных материалов, проникая и накапливаясь при использовании их в различных агрессивных средах и при некоторых технологических процессах их производства. Таким образом, необходимо разрабатывать методы снижения диффузии водорода, продлевая срок эксплуатации топливных стержней. Для этого необходимо знать, как водород влияет на внутреннюю структуру титанового сплава, характеризующуюся электронной и дефектной структурой.

Методы электрон-позитронной аннигиляции (ЭПА) являются самыми чувствительными методами для исследования дефектной и электронной структуры материалов. В данной работе использованы две методики ЭПА. Результаты апробации экспериментальных возможностей разработанного спектрометрического комплекса для исследования и контроля структурных дефектов в системах металл-водород на примере титанового сплава ВТ1-0, насыщенного водородом из газовой среды при различных температурах (773К - 973К) содержащий водорода с концентраций в 0,66 ат. %..

6.1 Техногенная безопасность

Работа установки спектрометра ЭПА осуществляется за счет питания от сети переменного тока напряжением 220 В, экспериментальные исследования проводятся в газовой среде (гелий, водород). При проведении работ на установки спектрометров ЭПА возможно воздействие вредных факторов таких, как:

- Микроклимат;
- Электромагнитные поля
- Освещение
- шум
- эргономика

Также возможно воздействие следующих опасных производственных факторов:

- Электрическое напряжение;
- Воздействие высокой температуры;
- Эксплуатация газовых баллонов (азот, аргон), работающих под давлением.

6.1.1 Микроклимат

Основными факторами, характеризующими микроклимат производственной среды, являются: температура, подвижность и влажность воздуха.

Эти параметров от нормы приводит к ухудшению самочувствия работника, снижению производительности труда и к возникновению различных заболеваний.

Работа в условиях высокой температуры сопровождается интенсивным потоотделением, что приводит к обезвоживанию организма, потере минеральных солей и водорастворимых витаминов, вызывает серьезные и стойкие изменения в деятельности сердечно-сосудистой системы, увеличивает частоту дыхания, а также оказывает влияние на функционирование других органов и систем – ослабляется внимание, ухудшается координация движений,

замедляется реакция и т.д. При работе на газоанализаторе важно отметить, что запрещается прикасаться к высоко разогретым элементам экспериментального комплекса, во избежание получения термических ожогов при работе.

Высокая относительная влажность при высокой температуре воздуха способствует перегреванию организма, при низкой же температуре увеличивается теплоотдача с поверхности кожи, что ведет к переохлаждению. Низкая влажность вызывает неприятные ощущения в виде сухости слизистых оболочек дыхательных путей работающего.

При нормировании метеорологических условий в производственных помещениях учитывают время года, физическую тяжесть выполняемых работ, а также количество избыточного тепла в помещении. Оптимальные и допустимые метеорологические условия температуры и влажности устанавливаются согласно СанПин 2.2.4.548-96, представляющий в таблице 17.

Таблица 18 – Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений (СанПиН 2.2.4.548-96)

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхности, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	Ia(до139)	22-24	21-25	60-40	0,1
Теплый	Ia(до139)	23-25	22-26	60-40	0,1

Для удобства работы в помещении необходима нормирование 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.

6.1.2 Электромагнитные поля

Дипломная работа выполнялась с применением персональных компьютеров (ПЭВМ) типа IBM PC. Основным вредным фактором,

воздействию которого подвергается инженер-исследователь при работе за компьютером, является электромагнитное излучение.

Безопасные уровни излучений регламентируются нормами СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03 и представлены в таблице 19.

Таблица 19 – Временные допустимые уровни (ВДУ) электромагнитных полей, создаваемых ПЭВМ на рабочих местах

Наименование параметров	Нормы в диапазоне частот	ВДУ
Напряженность электрического поля	5 Гц - 2 кГц	25 В/м
	2 кГц - 400 кГц	2,5 В/м
Плотность магнитного потока	5 Гц - 2 кГц	250 нТл
	2 кГц - 400 кГц	25 нТл
Напряженность электростатического поля		15 кВ/м

При вредном воздействии ПЭВМ на организм человека происходит нагрузка на зрение, заболевание кожи лица, нервные и психические заболевания и т.д. Допустимая напряжённость электрического поля: 25 В/м (5Гц-2кГц) и 2,5 В/м (2-400 кГц). Для защиты от электромагнитных полей используются различные фильтры. Ориентация свет проемов должна быть северо-восточной или северной. Источники искусственного освещения: люминесцентные лампы типа ЛБ и ДРЛ. Оптимальные параметры микроклимата. При работе с ПЭВМ уровень звука не должен превышать значений, установленных для данных видов работ. Кроме этого, для ослабления влияния рассеянного рентгеновского излучения от монитора ПК рекомендуется использовать защитные фильтры (экраны).

6.1.3 Электрическое напряжение

Воздействие электрического напряжения на человека связано с протеканием через него тока. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Пороговый не отпускающий ток составляет 50 Гц (6-16мА). Защита от воздействия электрического тока осуществляется путем проведения организационных, инженерно-технических и лечебной-профилактических мероприятий.

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.

6.1.4 Воздействие высокой температуры

Запрещается открывать крышку нагретой печи, дотрагиваться до камеры, а также необходимо одевать спецодежду, во избежание получения термических ожогов при работе с установкой, в которую помещен исследуемый образец.

6.2 Региональная безопасность

Лабораторная работа всегда связана с постоянным образованием различных отходов: отходы инструмента, технологической оснастки, абразивных материалов, отходы бумаги и т.д.

При работе с установкой спектрометров ЭПА возможно образование отходов: бумага и металл (титанового сплава ВТ1-0). Бумагу используют для записи результатов экспериментов. Эти отходы могут вызвать загрязнение литосферы. Для охраны поверхностных и подземных вод от загрязнения и истощения, можно использовать бумагу повторно и перерабатывать отходы металлов методом повторного изготовления.

6.3 Организационные мероприятия обеспечения безопасности

Для обеспечения безопасности перед началом работы необходимо правильно надеть спецодежду, подготовить для работы необходимый инструмент и приспособления, приготовить рабочий стол. Также необходимо проверить отсутствие внешних повреждений электрооборудования, наличие и исправность контрольных, измерительных и сигнальных приборов, компьютера, тумблеров, переключателей и т.п. При выявлении неисправностей, не допускается проводить ремонт самостоятельно, необходимо доложить руководителю лаборатории. Наладка прибора и его ремонт осуществляется

только сервис инженерами.

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 установкой спектрометров ЭПА должна производиться в чистом помещении, свободном от пыли, паров, кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей, вызывающий коррозию. Недопустимо наличие открытого огня около прибора.

- После окончания работы с установкой необходимо:
- Закрывать вентили газовых баллонов;
- Убедиться, что все клапаны контроллера закрыты;
- Выйти из программы, отключить питание компьютера;
- Отключить установку спектрометров ЭПА и насос от электросети;
- Проверить целостность газовых баллонов, их закрепление, отсутствие утечки газа.

6.4 Особенности законодательного регулирования проектных решений

К работе на установки спектрометров ЭПА допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинские противопоказания, прошедшие обучение безопасности труда и инструктаж на рабочем месте.

К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний норма и правил работы с электроустановками, правил безопасности работы с газовыми баллонами, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы на установки спектрометров ЭПА, имеющие не менее II группы по электробезопасности и получившие допуск к работе с газовыми баллонами.

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:

- инструкция № 2-25 по охране труда при выполнении работ на установки спектрометров ЭПА;
- инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 2000 В;
- инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.

Документы по воздействию ПЭВМ:

- инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;
- СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организация работы;
- ГОСТ Р 50948-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Общие эргономические требования и требования безопасности;
- ГОСТ Р 50949-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Методы измерений и оценки эргономических параметров и параметров безопасности;
- ГОСТ Р 50923-96. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения.

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.

6.5 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

При обнаружении неисправной работы установки спектрометров ЭПА необходимо прекратить работу, выйти из программы, отключить питание компьютера, отключить насос, установку спектрометров ЭПА от электросети и известить об этом руководителя.

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.

6.6 Вывод

В ходе рассмотрения безопасности и гигиены труда при осуществлении работ по наводороживанию с помощью установки спектрометров ЭПА, были выявлены вредные и опасные факторы рабочей зоны, причины и средства защиты, рассмотрены чрезвычайные ситуации и поведение в них.

Заключение

В результате данной работы можно сделать вывод о том, что явление аннигиляции позитронов, применимо для исследования система водород металла. Методы электрон-позитронной аннигиляции (ЭПА) являются самыми чувствительными методами для исследования дефектной и электронной структуры материалов. В данной работе использованы две методики ЭПА: (1) Метод спектрометрии по времени жизни позитронов (2) Метод спектрометрии доплеровского уширения аннигиляционной линии.

Изменения аннигиляционных характеристик свидетельствуют об образовании дефектов и их концентрации.

В данной работе при помощи ЭПА оказывает, что температура наводороживание и скорость охлаждения влияет на дефектную структуру титанового сплава. Согласно данным позитронной спектроскопии, при наводороживании из газовой среды при высокой температуре образуются вакансии (V) и водород-вакансионные комплексы (V-nH). При одинаковой концентрации водорода, изменение температуры или скорости охлаждения не приводит к изменению типа дефектов, изменяется лишь их концентрация.

Список литературы

1. Liang C. P., Gong H. R. Fundamental influence of hydrogen on various properties of alpha-titanium // International Journal of Hydrogen Energy. 2010. No. 35. P. 3812-3816;
2. Гельд П.В., Рябов Р.А., Кодес Е.С. Водород и несовершенства структуры металла. М.: Metallurgy, 1979. 221 с.
3. Schutz R. W., Watkins H. B. Recent developments in titanium alloy application in the energy industry // Materials Science and Engineering: A. 1998. Volume 243, Issues 1-2. P. 305-315;
4. Yamada M. An overview on the development of titanium alloys for non-aerospace application in Japan // Material Science and Engineering: A. 1996. Volume 213, Issues 1-2. P. 8-15;
5. Brewer W. D., Bird R. K., Wallace T. A. Titanium alloys and processing for high speed aircraft // Materials Science and Engineering: A. 1998. V. 243, Is. 1-2. P. 299-304;
6. Zhou Y. G., Zeng W. D., Yu H. Q. An investigation of a new near-beta forging process for titanium alloys and its application in aviation components // Materials Science and Engineering: A. 2005. Volume 393, Issues 1-2. P. 204- 212;
7. Xu J. J., Cheung H. Y., Shi S. Q. Mechanical properties of titanium hydride // Journal of Alloys and Compounds. 2007. No. 436. P. 82-85;
8. Gulbransen E.A., Andrew K.F.J. Metals, I, 1940, №10, p. 741-749;
9. Bulletin of Alloy Phase Diagrams Vol. 8 No. 119.
10. Л.В. Спивак. Водород в металлах: учеб. Пособие: в 2 ч./ Пермский гос. Ун-тЮ – Пермь, 2011. – Ч.1, 177с
11. Фридель Ж. Дислокации. М: Мир, 1967, 644 с., Хирт Дж., Лотте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972, 600 с
12. Sticking G. J., Huber B.//Ber. Bussenges. phys. Chem. 1983, Bd. 87. P.418-424;

13. Myers S.M., Picraux S.T., Stoltz R.E.//Hydrogen effects in metals. N.Y.:L.: Met.Soc. АЕМЕ. 1981. N4p/87-95;
14. Черников В.Н., Захаров А.П., Писарев А.А.// Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1980ю Т. 44. С. 1210-1216;
15. D. Peng. Positron Annihilation Studies of Hydrogen-Induced Defects in Post-Deformation Hydrogen-Charged Polycrystalline Cobalt. Phys. stat. sol. (a) 135, 103 (1993);
16. Y. C. Wu, Y. Itoh, and Y. Ito. Positron Annihilation Studies on the Interaction between Hydrogen and Defects in Nickel. phys. stat. sol. (b) 193, 307 (1996);
17. J.-Y. Zhang and J. Mitroy. Positron Scattering and Annihilation from the Hydrogen Molecule at Zero Energy. Physical review letters, PRL 103, 223202 (2009);
18. Dupasquier A., Mills A.P. Positron Spectroscopy of Solids//Proceedings International School of Physics «Enrico Fermi», Course CXXV. – 1993.
19. Krause-Rehberg R., Leipner H.S. Positron Annihilation in Semiconductors /Springer-Verlag. – Berlin, 1999. – 378;
20. А.Н.Климов. Ядерная физика и ядерные реакторы. — Москва: Энергоатомиздат, 1985. — С. 352
21. Coleman P. G. Positron beams and their applications/World Scientific. – UK, 2002. - 322 p;
22. Широков Ю.М. Ядерная Физика / Наука. – М: 1980;
23. MacKenzie I.K., in: Proceedings International School of Physics «Enrico Fermi», Course LXXXIII. – 1983. – P. 196;
24. Perkins A., Carbotte J.P. - Phys. Rev. B. – 1970. – 1. – P. 101; Valkealahti S., Nieminen R.M. – Appl. Phys. B. – 1983. – 32. – P. 95;
25. Беспалов В.И. Взаимодействие ионизирующих излучений с веществом. – изд.2-е, перераб. и доп. - Томск. - 2006. – С. 368;
26. Ritchie R.H. - Phys. Rev. – 1959. – 144. – P. 644;
27. Jensen K.O., Walker A. – J. Phys.: Condens. Matter – 1990. – 2. – P. 9757;

28. Brandt W., in: Proceedings International School of Physics «Enrico Fermi», Course LXXXIII. – 1983. – P. 1;
29. Ritchie R. H. Interaction of charged particles with a degenerate Fermi-Dirac electron gas //Physical Review. – 1959. – Vol. 114. – №. 3. – P. 644.
30. Nieminen R.M., Oliva J. - Phys. Rev. B. – 1980. – 22. – P. 2226;
31. Vertes A., Nagy S. Klencsar Z, Lovas R.Z., Rosch F. Handbook of Nuclear Chemistry. – London: Springer, 2011. – P. 2096;
32. Киттель Ч. Введение в физику твердого тела. – М.: Наука, 1978. – С.
33. Батурин А.А. Позитронная спектроскопия В2-соединений титана и сплавов системы In-Ti, испытывающих термоупругие мартенситные превращения. Диссертация на соискание уч. степени канд. физ-мат. наук. Томск, 2001 г.
34. Positron in solids / Ed. P. Hautojarvi. – Berlin^ Springer Verlag, 1979. – 255p;
35. J. Čížek, , I. Procházka, S. Daniš1, W. Anwand, A. Mücklich, R. Gemma. Defect studies of hydrogen loaded Nb:bulk metals and thin films. Phys. stat. sol. (c) 4, No. 10, 3485–3488 (2007);
36. L. Petrov, N. Nankov, E. Popov, T. Troev. Positron Life Time Calculations of Defect in α -Iron Containing Hydrogen. 2008 AIP Conf. Proc. vol 996 p 177.
37. Saarinen K., Hautojarvi P., Corbel C. Identification of Defects in Semiconductors// Academic Press. – 1998. - New York;
38. Графутин В. И., Прокопьев Е. П., Применение позитронной аннигиляционной спектроскопии для изучения строения вещества// Успехи физических наук. – 2002. - Т.172(1). - с. 67-84;
39. Bisi A., Faini G., Gatti E., Zappa L. Positron lifetime in metals. - Phys. Rev. Letters. – 1960. – 2, V5. – P. 59-60;
40. Abdel-Hady E. E. Application of the Positron Lifetime Spectroscopy to the Study of Microstructural Defects in Steel. - Egypt. J. Sol. – 2003. – 2, V26. – P. 165-174;

41. Reino Aavikko. Positron Lifetime Spectroscopy: Digital Spectrometer and experiments in SiC. – Helsinki University of Technology. - 2006. – P. 52;
42. Alatalo M., Kauppinen H., Saarinen K., Puska M.J., Mäkinen J., Hautojärvi P., Nieminen R.M. - Phys. Rev. B. – 1995. – 51. – P. 4176;
43. Asoka-Kumar P., Alatalo M., Ghosh V.J., Kruseman A.C., Nielsen B., Lynn K.G. - Phys. Rev. Lett. – 1996. – 77. – P. 2097;
44. Kauppinen H., Baroux L., Saarinen K., Corbel C., Hautojärvi P. - Phys.: Condens. Matter – 1997. – 9. – P. 5495;
45. Gebauer J., Lausmann M., Staab T.E.M., Krause-Rehberg R., Hakala M., Puska M.J. - Phys. Rev. B – 1999. – 60. – P. 1464;
46. Mantl S., Triftshäuser W. - Phys. Rev. B – 1978. – 17. – P. 1645;
47. Liskay L, Corbel C., Baroux L., Hautojärvi P., Bayhan M., Brinkmann A.W., Tatarenko S. - Appl. Phys. Lett. – 1994. – 64. – P. 1380;
48. Saarinen K., Laine T., Skog K., Mäkinen J., Hautojärvi P., Rakennus K. Uusimaa P., Salokatve A. - Appl. Phys. Lett. – 1996. – 77. – P. 3407;
49. Giebel D., Kansy J. LT10 program for solving basic problems connected with defect detection. Physics Procedia. - 2012. - 35. - P. 122 – 127;
50. R. Laptev, A. Lider, Y. Bordulev, V. Kudiiarov, G. Garanin, Hydrogenation-induced microstructure changes in titanium, J. Alloys Compd. 645 (2015) S193–S195.