

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

Школа – Инженерно-ядерной технологии
Направление подготовки – Физика конденсированного состояния
Отделение школы (НОЦ) – Экспериментальная физика

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР)
УДК 669:620.19:669.788

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ61	Даулетханов Е.Д.		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОЭФ ИЯТШ	Никитенков Н.Н.	д.ф.-м.н., с.н.с.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Верховская Марина Витальевна	к.э.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

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

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ОЭФ ИЯТШ	Лидер А.М.	д.т.н., доцент		

Томск – 2018 г.

Результаты обучения

Код резул ьтата	Результат обучения (Выпускник должен быть готов)	Требования ФГОС, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Общекультурные (универсальные) компетенции</i>		
P1	Понимает необходимость самостоятельного обучения и повышения квалификации в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-7), критерий 5 АИОР
P2	Проявляет способность эффективно работать самостоятельно в качестве члена команды по междисциплинарной тематике, быть лидером в команде, консультировать по вопросам проектирования научных исследований, а также быть готовым к педагогической деятельности.	Требования ФГОС (ОК-6, ПК-11), критерий 5 АИОР
P3	Умеет находить зарубежных и отечественных партнеров, владеет иностранным языком, позволяющим работать с зарубежными партнерами с учетом культурных, языковых и социально-экономических условий.	Требования ФГОС (ОК-2, ОК-4), критерий 5 АИОР
P4	Проявляет понимание используемых методов, области их применения, вопросов безопасности и здравоохранения, юридических аспектов, ответственности за профессиональную деятельность и ее влияния на окружающую среду.	Требования ФГОС (ОК-3), критерий 5 АИОР
P5	Следует кодексу профессиональной этики, ответственности и нормам научно-исследовательской деятельности.	Требования ФГОС (ОК-5), критерий 5 АИОР
<i>Профессиональные компетенции</i>		
P6	Проявляет глубокие естественнонаучные, математические профессиональные знания в проведении научных исследований в перспективных областях профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-1, ПК-1), критерий 5 АИОР

P7	Принимает участие в фундаментальных исследованиях и проектах в области физики низких температур, конденсированного состояния и материаловедения, а также в модернизации современных и создании новых методов изучения механических, электрических, магнитных и тепловых свойств твердых, жидких и газообразных веществ.	Требования ФГОС (ПК-2), критерий 5 АИОР
P8	Способен обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности.	Требования ФГОС (ПК-4), критерий 5 АИОР
P9	Способен применять полученные знания для решения нечетко определенных задач, в нестандартных ситуациях, использует творческий подход для разработки новых оригинальных идей и методов исследования в области физики конденсированного состояния, низких температур и сжижения природного газа.	Требования ФГОС (ПК-3), критерий 5 АИОР
P10	Способен планировать проведение аналитических имитационных исследований по профессиональной деятельности с применением современных достижений науки и техники, передового отечественного и зарубежного опыта в области научных исследований, умеет критически оценивать полученные теоретические и экспериментальные данные и делает выводы, знает правовые основы в области интеллектуальной собственности.	Требования ФГОС (ОК-4, ПК-6, ПК-7, ПК-8, ПК-9), критерий 5 АИОР
P11	Умеет интегрировать знания в различных и смежных областях научных исследований и решает задачи, требующие абстрактного и креативного мышления и оригинальности в разработке концептуальных аспектов проектов научных исследований.	Требования ФГОС (ОК-5, ПК-10), критерий 5 АИОР

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

Школа – Инженерно-ядерной технологии
Направление подготовки (специальность) – Физика конденсированного состояния
Отделение школы (НОЦ) – Экспериментальная физика

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП
_____ Лидер А.М.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ61	Даулетханов Е.Д.

Тема работы:

Внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР)
Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	<ol style="list-style-type: none">1. Титановый сплав ВТ1-0.2. Установка для плазменно-иммерсионной ионной имплантации водорода.3. Установка для насыщения из водородной плазмы высокочастотного разряда.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	<ol style="list-style-type: none">1. Общие сведения о взаимодействии водорода с титаном (литературный обзор);2. Сравнение накопления водорода титановым сплавом ВТ1-0 после плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР);3. Исследование элементного и фазового состава, и дефектной структуры до и после плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР) титанового сплава в зависимости от режимов;4. Финансовый менеджмент ресурсоэффективность и ресурсосбережение;5. Социальная ответственность.

Перечень графического материала		
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы		
Раздел	Консультант	
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Верховская Марина Владимировна.	
5. Социальная ответственность	Федорчук Юрий Митрофанович	
Раздел на иностранном языке (Приложение А)	Кабрышева Оксана Павловна	
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:		
Приборы и методы исследования		

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОЭФ ИЯТШ	Никитенков Н.Н.	д.ф.-м.н., с.н.с.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ61	Даулетханов Е.Д.		

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

Группа	ФИО
ОБМ61	Даулетханов Ерхат Даулетханулы

Студенту:

Школа	ИЯТ	Отделение	ЭФ
Уровень образования	Магистр	Направление/специальность	03.04.02 Физика конденсированного состояния вещества

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

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

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей)

1. Оценка конкурентоспособности технических решений
2. Матрица SWOT
3. График проведения и бюджет НИИ
4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИИ
5. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования
6. Сравнительная эффективность разработки

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Верховская М.В.	к.э.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ61	Даулетханов Ерхат Даулетханулы		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ61	Даулетханов Ерхат Даулетханулы

Школа	ИЯТ	Отделение	ЭФ
Уровень образования	Магистр	Направление/специальность	03.04.02 Физика конденсированного состояния вещества

Тема дипломной работы: Внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР)

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:
<p>Целью данной работы является исследования механизмов накопления водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда.</p> <p>1. Описание рабочего места на предмет возникновения:</p> <p>а) вредных проявлений факторов производственной среды (производственный шум, микроклимат, освещенность);</p> <p>б) опасных проявлений факторов производственной среды (электрической, пожарной природы).</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:
<p>1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</p> <p>а) физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой;</p> <p>б) действие фактора на организм человека;</p> <p>в) приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);</p> <p>г) предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства).</p>
<p>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности</p> <p>а) механические опасности (источники, средства защиты);</p> <p>б) термические опасности (источники, средства защиты);</p> <p>в) электробезопасность</p> <p>г) пожаробезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения).</p>
<p>3. Охрана окружающей среды:</p> <p>а) анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы);</p> <p>б) анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы);</p> <p>в) анализ воздействия объекта на литосферу (отходы).</p>
<p>4. Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <p>а) перечень возможных ЧС на объекте;</p> <p>б) выбор наиболее типичной ЧС: 1) сильные морозы и 2) попытка несанкционированного проникновения посторонних на рабочее место;</p> <p>в) разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</p> <p>г) разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС;</p> <p>д) разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.</p>
<p>5. 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.

Перечень графического материала:

- 1) Пути эвакуации
- 2) План размещения светильников на потолке рабочего помещения

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

26.02.2018

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ООД	Федорчук Юрий Митрофанович	д.т.н.		26.02.2018

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0БМ61	Даулетханов Ерхат Даулетханулы		26.02.2018

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

Школа – Инженерно-ядерной технологии
Направление подготовки (специальность) – Физика конденсированного состояния
Уровень образования – Магистр
Отделение школы (НОЦ) – Экспериментальная физика
Период выполнения – (осенний / весенний семестр 2017/2018 учебного года)

Форма представления работы:

Внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР)

магистерская диссертация

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
28.02.18	1. Литературный обзор	20
15.03.18	2. Приборы и методы исследования	20
30.03.18	3. Экспериментальная часть	20
15.04.18	4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
30.04.18	5. Социальная ответственность	15
15.05.18	6. Раздел, выполненный на иностранном языке	10

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОЭФ ИЯТШ	Никитенков Н.Н.	д.ф.-м.н., с.н.с		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ОЭФ ИЯТШ	Лидер А.М.	д.т.н., доцент		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 126 с., 26 рис., 27 табл., 111 источников, 1 приложение.

Ключевые слова: плазменно-иммерсионная ионная имплантация, насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда, накопления водорода, титановый сплав ВТ1-0.

Объектом исследования является титановый сплав ВТ1-0 после плазменно-иммерсионной ионной имплантации водорода и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда.

Цель работы – исследование механизмов накопления водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда.

В процессе исследования был проведен литературный обзор по диффузии водорода в титан. Изучена морфология поверхности, структура сплава титана ВТ1-0, рассмотрено распределение элементов, концентрация водорода, термостимулированный выход водорода и других газов до и после имплантации и насыщения водородом.

Установлено, что насыщение водородом из ВЧР-плазмы (температура 400 °С, давление 13 Па, время 95 мин) титанового сплава ВТ1-0 приводит к обогащению образцов водородом до глубины 1,2 мкм, а при внедрении водорода методом ПИИИ (плотность тока пучка $(0,11 \div 0,17)$ А/см², температура $(360 \div 400)$ °С, давление $0,5 \div 1$ Па, время облучения 60 мин) 0,6 мкм; при этом содержание водорода после насыщения в ВЧР-плазме на 17 % больше, чем после ПИИИ. При ПИИИ в зависимости от режима облучения водород захватывается преимущественно поверхностными дефектами и вакансионными кластерами в приповерхностных слоях, а при насыщении из ВЧР-плазмы водород захватывается поверхностными дефектами и диффундирует вглубь образца. При этом насыщение из ВЧР-плазмы и ПИИИ приводит к незначительному изменению кристаллических параметров и не

приводит созданию гидридных фаз. Полученные результаты могут быть использованы для разработки технологий защиты функциональных и конструкционных материалов от водородного охрупчивания.

Содержание

Введение.....	15
Глава 1. Литературный обзор.....	17
1.1. Проникновение и состояние водорода в металлах	17
1.2. Взаимодействие водорода с титаном	18
1.3. Фазовая диаграмма состояний Ti-H	22
1.4. Водородная активность промежуточных участков в титановой решетке	26
1.5. Методы насыщения образцов водородом	27
1.5.1. Насыщение водородом из газовой фазы при нагревании (метод Сивертса).....	27
1.5.2. Электролитическое насыщение водородом	29
Выводы	33
Глава 2. Приборы и методы исследования	34
2.1. Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S»	34
2.2. Анализатор водорода RHEN 602 фирмы LECO	35
2.3. Оптическая спектрометрия плазмы тлеющего разряда «GD-Profilер2»	38
2.4. Установка для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовыделения (НИ ТПУ)	40
2.5. Металлографический оптический микроскоп МЕТАМ ЛВ	43
Выводы	45
Глава 3. Экспериментальная часть.....	46
3.1. Материал и пробоподготовка	46
3.2. Используемые установки для внедрения водорода в титан.....	46
3.2.1. Установка для плазменно-иммерсионной имплантации высокоинтенсивными пучками ионов водорода и параметры, использованные для внедрения водорода	46
3.2.2. Установка для насыщения из водородной плазмы и параметры, использованные для внедрения водорода	49
3.3. Результаты и обсуждение.....	53

3.3.1. Рентгеноструктурный анализ до и после ПИИИ и ВЧР плазмы ...	53
3.3.2. Концентрация водорода в сплаве ВТ1-0 до и после ПИИИ и ВЧР плазмы	55
3.3.3. Послойное распределение элементов в сплаве титана ВТ1-0 после ПИИИ и ВЧР плазмы	56
3.3.4. Температурные спектры газовой выделения из образцов после ПИИИ и ВЧР плазмы.....	58
3.3.5. Структура образцов и топография их поверхности после ПИИИ и ВЧР плазмы.....	63
Выводы	66
Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	67
4.1. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	69
4.2. SWOT-анализ.....	70
4.3. Планирование научно-исследовательских работ.....	72
4.3.1. Разработка графика проведения научного исследования.....	72
4.4. Бюджет научного исследования.....	76
4.5. Организационная структура проекта	82
4.6. Матрица ответственности	83
4.7. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	85
Выводы	89
Глава 5. Социальная ответственность.....	90
5.1. Вредные факторы проектируемой производственной среды.....	90
5.1.1. Производственный шум	90
5.1.2. Микроклимат	91
5.1.3. Расчет искусственной освещенности.....	92
5.2. Выявление опасных факторов проектируемой производственной среды	96

5.2.1. Электробезопасность	96
5.2.2. Пожаровзрывобезопасность.....	98
5.3. Промсанитария на рабочем месте	100
5.4. Охрана окружающей среды	101
5.5. Защита в чрезвычайных ситуациях.....	102
5.6. Правовые вопросы обеспечения безопасности.....	104
Выводы	104
Заключение	105
Список литературы	106
Приложение А	117

Введение

Титан и его сплавы широко используются как конструкционные материалы в различных отраслях промышленности [1–4]. Проникновение и накопление водорода в изделия из титана приводят к изменению их физико-химических и эксплуатационных свойств и, в конечном счете, ведут к водородному охрупчиванию и разрушению [5]. Форма и интенсивность таких изменений зависят от того, в каком состоянии находится водород в материале [6]. Водород в титане может находиться в форме гидридов или в растворенном состоянии [7, 8]. Определение количества, распределения и состояния накопленного водорода при различных методах обработки необходимы для разработок методов по предотвращению водородного охрупчивания.

В российской и зарубежной литературе имеется много работ [9–16], посвященных исследованиям накопления водорода в титановых сплавах при наводороживании из газовой среды и из электролитов. При этом мало работ, посвященных внедрению водорода в титан из плазмы. Однако такие работы являются актуальными для понимания механизмов взаимодействия водорода с материалами при различных способах внедрения водорода. В настоящей работе водород внедрялся из водородной плазмы высокочастотного разряда [17] и из газоразрядной плазмы на основе плазменного источника с накаленным катодом (ПИНК) [18] на установке [19].

Таким образом, цель работы состояла в исследовании механизмов накопления водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- Пробоподготовка образцов титана для эксперимента;

- Облучение образцов (в разных режимах) высокоинтенсивными импульсно–периодическими пучками ионов водорода низкой энергии, извлеченных из газоразрядной ПИНК-плазмы; и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда при повышенной температуре без подачи потенциала на образец.

- Исследование облученных образцов методами оптической спектроскопии плазмы тлеющего разряда «GD-Profilier 2», газоанализатора водорода RHEN 602 фирмы LECO, рентгеноструктурного анализа (РСА), термостимулированного газовыделения водорода (ТСГВ), оптическая микроскопия Метам ЛВ.

Положения, выносимые на защиту:

1. Насыщение водородом из ВЧР-плазмы (температура 400 °С, давление 13 Па, время 95 мин.) титанового сплава ВТ1-0 приводит к обогащению до глубины 1,2 мкм, при внедрении водорода методом ПИИИ (в диапазоне сил тока (0,11÷ 0,17) А/см², температур (360 ÷ 400) °С, при давлении 0,5 ÷ 1 Па в течение 60 минут), эта глубина составляет 0,6 мкм; при этом содержание водорода (0,06 масс.%) в образцах после насыщения в ВЧР-плазме больше (на 17 %) по сравнению с содержанием водорода (0,02÷0,05 масс.%) после ПИИИ при подобранных по максимуму содержания водорода режимах насыщения и внедрения.

2. При ПИИИ (плотность тока пучка 0,11 А/см², температура 360 °С, давление 0,6 Па, время облучения 60 мин.) водород захватывается преимущественно поверхностными и приповерхностными дефектами, созданными имплантируемыми ионами; при насыщении из ВЧР-плазмы водород адсорбируется на поверхности и диффундирует вглубь образца. При этом насыщение из ВЧР-плазмы и ПИИИ приводит к незначительному изменению кристаллических параметров и не приводит созданию гидридных фаз.

Глава 1. Литературный обзор

1.1. Проникновение и состояние водорода в металлах

Водород, попадающий в металл в условиях плавки и разлива, а также химических, электрохимических и газоразрядных процессов является одной из основных причин возникновения в нем таких дефектов как раковины, пузыри, трещины. Одним из самых серьезных последствий наличия водорода в металлах являются также флокены, вопрос о механизме образования которых и мерах борьбы с ними до сих пор недостаточно исследован. Однако и в отсутствие этих макроскопических дефектов водород вызывает заметное ухудшение пластических свойств металла (водородная хрупкость), приводящее нередко к разрушению изделий, работающих в условиях больших (длительных или знакопеременных) приложенных нагрузках. Естественно, что для разработки эффективных мер удаления водорода из металлических изделий (или предупреждения их газонасыщения), а, следовательно, и для улучшения их эксплуатационных свойств необходимо располагать надежной качественной и количественной информацией о температурно-концентрационных зависимостях коэффициентов диффузии, растворимости и проникновения водорода в металлы. Как известно, параметры, характеризующие поведение водорода в металлах, сильно зависят от природы металла, степени его чистоты, количества и вида легирующих элементов, наличия напряжений, макро- и микродефектов, и ряда других факторов, часть из которых можно контролировать лишь приблизительно [20]. Именно этим, по-видимому, объясняется разноречивость сведений, имеющихся в литературе, о свойствах растворенного в металлах водорода, а также о зависимости его легкоподвижной и захваченной в «ловушки» доли от внешних параметров и состава металла. Водород в металлах может находиться в различных состояниях: в виде химического соединения – гидрида или положительно заряженного иона – протона. В случае, когда атом водорода ионизируется до протона, атом входит в

решетку металла, не нарушая ее. При этом тип решетки и металлические свойства металла сохраняются [21,22]. Совершенно по-иному взаимодействуют с водородом Ti, Zr, V, Nb, Ta, Pd и La. В этих металлах не обнаружено полной ионизации атома водорода до протона, а возникающие связи носят промежуточный характер и атом находится в возбужденном или полу ионизованном состоянии [23]. Металлы, абсорбирующие водород в эндотермических реакциях (алюминий, магний, медь, железо и др.) гидридов не образуют, а в экзотермических образуют (титан, цирконий, ванадий, ниобий, тантал) [21]. Наибольшее количество водорода поглощают переходные металлы III группы. При увеличении номера группы общее количество водорода, поглощаемого металлами, уменьшается [21]. Если же металл граничит с электролитом или газоразрядной плазмой, то описанные взаимодействия усложняются специфическими процессами обмена электронами и формированием электрических полей с большими градиентами потенциала [24–26]. Первые теоретические исследования растворимости атомов водорода были приведены, в работах Кривоглаза М.А. [23–27]. Дальнейшие исследования растворимости примеси в упорядочивающихся сплавах проводились в целом ряде работ [20–26, 28–37].

1.2. Взаимодействие водорода с титаном

Титан относится к группе экзотермических металлических окклюдеров, взаимодействие водорода с материалом в этой системе усложняется образованием гидридов, а также наличием аллотропических превращений в металлическом титане. При температурах выше 500 °С в системе титан-водород существуют три фазы: α -фаза (с гексагональной плотноупакованной решеткой), β -фаза (с объемно-центрированной кубической решеткой) и γ -фаза (с гранецентрированной кубической решеткой). В то время как α - и β -фазы являются низко- и высокотемпературными аллотропическими модификациями титана, третья фаза соответствует гидриду титана [41].

Взаимодействие водорода с титаном приводит к образованию продукта переменного химического состава с фазами бертоллидного типа. Эти фазы [42], в отличие от гидридов щелочных металлов, получили название «сплавообразными» гидридами или «псевдогидридами». Предполагается [21], что образование гидридов титана обусловлено взаимодействием возбужденных или частично ионизованных атомов водорода с атомами металла. Автор [43] предполагает, что в этих гидридах между атомами металла появляются «водородные мостики», аналогичные тем, которые наблюдаются в гидриде урана. Кинетика изучения поглощения титаном водорода при высоких температурах имеет более чем столетнюю историю. При температуре близкой к комнатной наводороживания титана почти не происходит, в то время как при более высоких (выше 300 °С) температурах скорость сорбции водорода быстро увеличивается и продолжает расти вплоть до температуры плавления.

После образования на поверхности гидрида титана поглощение водорода происходит с постоянной скоростью [23]. Объясняется это тем, в процессе образования гидрида титана, материал становится хрупкий и растрескивается вследствие возникновения в нем напряжений. Данные напряжения вызваны разностью удельных объемов гидрида и титана, в результате этого создается пористый слой. На скорость поглощения титаном водорода влияет чистота поверхности, так наличие окисной пленки уменьшает скорость сорбции в несколько раз [37]. На кинетику поглощения титаном водорода существенно влияет также зёрненная структура [37–40], например, образец титана с мелкозернистым состоянием в 6 раз интенсивнее поглощает водород, чем образец с крупнокристаллическом. Например, если в установку одновременно поместить образцы с мелко- и крупнозернистой структурами, то при насыщении водородом образец с мелкозернистой структурой поглощает больше водорода, чем образец с крупнозернистой структурой [43–45]. Кинетика поглощения водорода титаном существенно зависит и от формы зерна. Титан, состоящий из вытянутых зерен, в

несколько раз быстрее поглощает водород, чем титан, имеющий равноосную структуру [46]. А также диаметр частиц значительно влияет на кинетику поглощения и выделения водорода [47, 48]. В [48] показано, что образование субмикроструктурной (СМК) структуры в титане приводит к уменьшению эффективного коэффициента диффузии водорода в нем и увеличению способности накапливать водород в объеме, что в основном обусловлено большой длиной границы зерен в образцах СМК по сравнению с крупнозернистыми.

В металлах и сплавах водород присутствует не только в кристаллической решетке основного металла. Он также распределяется в кристаллические и микроструктурные дефекты, такие как вакансии, растворенные атомы, дислокации, границы зерен, пустоты и частицы вторичной фазы. Такой процесс называется захватом, а локализованные зоны представляют собой водородные ловушки [49], под которыми понимаются те области металла, в которых атомы водорода имеют меньшую свободную энергию по сравнению с ее нормальными положениями в решетке. Одной из основных характеристик ловушки является ее энергия связи с водородом. В качестве основной классификации ловушек принято деление их на обратимые и необратимые. Ловушку называют необратимой, если ее энергия связи велика, и обратимой, если она имеет низкую энергию связи. Ограничивающей величиной для обратимой ловушки считается энергия связи для дислокаций: ~ 60 кДж/моль [49]. Водород довольно легко уходит из обратимых ловушек под влиянием каких-либо факторов, в то время как в необратимых он связан столь сильно, что его считают диффузионно-неподвижным (он не покидает необратимые ловушки и при испытаниях на растяжение с малыми скоростями). Из обратимых ловушек водород постепенно уходит уже при комнатной температуре, а из необратимых водород уходит только при значительном увеличении температуры.

Расчеты, проведенные в работе [50] показали, что наименьшая энергия атомов водорода в ГПУ решетке титана достигается в октаэдрических

положениях, при этом отличие от энергии в тетраэдрическом положении мало. Кроме того, в ГПУ титане уже при 600 К водород занимает как октаэдрические, так и тетраэдрические положения. Подрешетка металла в системе металл-водород изменяется в зависимости от концентрации водорода, температуры и скорости охлаждения. Она меняется от α -Ti с ГПУ структурой чистого Ti, через β фазу с ОЦК решеткой, в ГЦК (δ фаза) с отношением параметров решетки $c/a < 1$ (ϵ фаза). Во всех этих фазах тетраэдрические или октаэдрические междоузлия заняты атомами водорода в произвольном порядке [51].

Растворимость водорода в α -фазе титана сильно зависит от температуры, когда температура опускается ниже $300 \div 200$ °С, растворимость резко падает, что составляет менее 0,0029 % при комнатной температуре. Поглощение водорода титаном при повышенных температурах является обратимым процессом. Поэтому для удаления избытка водорода метод вакуумного отжига используется при $750 \div 800$ °С, что позволяет снизить содержание водорода до 0,002 % [52]. В техническом титане при охлаждении ниже $100 \div 150$ °С, когда снижение растворимости особенно велико выпадает гидридная фаза. Гидрид титана может иметь различную форму: при закалке – в форме мелких круглых частиц, а при медленном охлаждении – в виде тонких пластин или 34 штриховых линий. Образование гидроксида сопровождается увеличением объема и появлением микронапряжения, которое может вызвать охрупчивание во время работы оборудования. Следует иметь в виду, что процесс выделения γ - фазы может продолжаться при комнатных и пониженных температурах в течение длительного времени. Растворимость водорода в α - и β -титане увеличивается с повышением температуры; в то время как для γ -фазы (поскольку образование гидроксида является экзотермическим) наблюдается обратная зависимость [50].

Внутренние напряжения в той или иной мере принимают участие в процессах обратимой сорбции водорода и деградации свойств металла. Такое влияние связано с ускорением кинетики диффузии [53]. Растягивающие

напряжения значительно ускоряют абсорбцию водорода, а сжимающие активизируют десорбцию, причем определенную роль играет наличие в микроструктуре двойников.

1.3. Фазовая диаграмма состояний Ti-H

Как уже известна, из-за средней электроотрицательности водород может образовывать различные связи с другими элементами. В случае титана, аналогично другими переходными металлами, металл-водородная связь является металлической. Металлические гидриды существуют в расширенном диапазоне нестехиометрических составов. Гидриды представляют собой тип интерстициальных сплавов, где интерстициальные участки в металлической решетке заняты атомами водорода. Однако мы обычно используем термин гидрид только в том случае, если в сплаве присутствует долговременное упорядочение. Если нет, мы используем термин «случайный интерстициальный сплав». Более подробно этот вопрос обсуждается в специальном разделе о гидридном образовании. Уже в 1866 году было обнаружено, что палладий может поглощать большое количество газообразного водорода [54]. Фактически, это способность, естественная для всех металлических материалов; хотя они сильно различаются по количеству абсорбируемого водорода. Таким образом, создание фазовых диаграмм металл-водородной системы является весьма желательной активностью. Однако существует препятствие, с которым приходится иметь дело, при построении бинарной фазовой диаграммы твердого материала, такого как титан и газ. Ситуация характерна, потому что, когда сплав не всегда окружен атмосферой определенных и неизменных качеств, ситуация, строго говоря, не в состоянии равновесия. Фазовая диаграмма, однако, характеризует состояние равновесия. Теоретически мы должны иметь дело с системой, где внешняя атмосфера рассматривается как резервуар температуры, давления и химического потенциала, альтернативно частиц. Однако такая схема очень трудно достичь для экспериментальных измерений. К счастью,

вышеупомянутое условие не обязательно должно выполняться для каждого типа измерений. Для многих переходных металлов создается водонепроницаемая поверхность, после того как образец подвергается воздействию воздуха, предотвращая высвобождение абсорбированного водорода [55, 56]. Таким образом, эксперименты могут быть выполнены даже при комнатной температуре и в атмосфере Земли. Фазовую диаграмму системы Ti-H можно увидеть на рисунке 1.1.

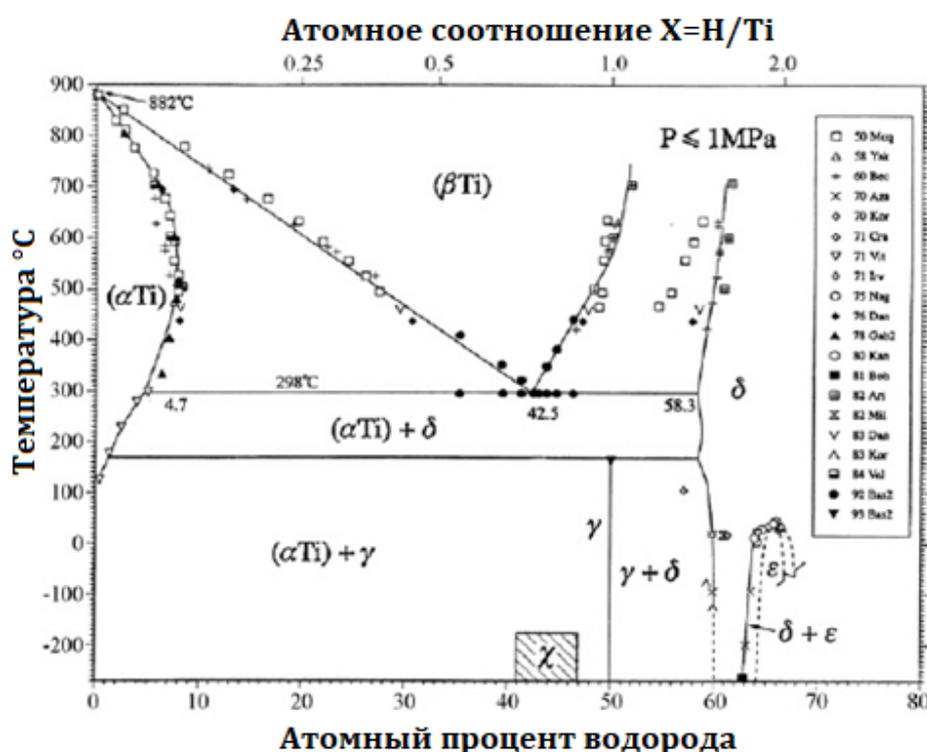


Рисунок 1.1 – Фазовая диаграмма Ti-H для давления H₂ ниже 10 бар [57].

В системе Ti-H происходят следующие фазы [57]:

- α -Ti: случайный интерстициальный сплав H в гексагональной замкнутой (ГПУ) структуре. Как чистая (H-свободная) фаза, α -Ti существует до температуры 882 °C. Максимальная растворимость H в α -Ti составляет 8 ат. % при 550 °C.
- β -Ti: случайный интерстициальный сплав H в объемно-центрированной кубической (ОЦК) структуре. Чистые β -Ti существуют выше температуры 882 °C. H стабилизирует β -Ti. Он подвергается эвтектическому разложению на

$\alpha - \text{Ti} + \delta$ – гидрид при температуре 298 °С. Эвтектическая точка находится при концентрации Н 51 ат. %.

- δ -фаза: Ti-Н фаза с атомами Ti, образующая гранецентрированную кубическую (ГЦК) структуру и атомы Н, занимающие тетраэдрические междоузлия в этой решетке. Он существует в широком диапазоне температур и содержит, по меньшей мере, 58 ат. % от Н. Фаза называется гибридной, так как присутствует дальний порядок и фаза связана с относительно большим изменением энтальпии и энтропии.

- ϵ -фаза: фаза Ti-Н с гранецентрированной тетрагональной (ГЦТ) структурой. Он обладает температурой ниже 37 °С, и концентрацией водорода выше 66,7 ат. %.

- γ -фазы: фаза Ti-Н с гранецентрированной орторомбической структурой (ГЦО). Он имеет лишь частично обратимую перитектическую реакцию $\gamma \rightarrow \alpha + \delta$ при 168 °С и концентрации Н очень близко к 50 ат. %. Известно, что γ -фаза неустойчива и редко обнаруживается.

- ω -фаза: фаза высокого давления, возникающая из α -Ti мартенситным превращением при давлении Н₂ 90 кбар (см. рис. 1.2.).

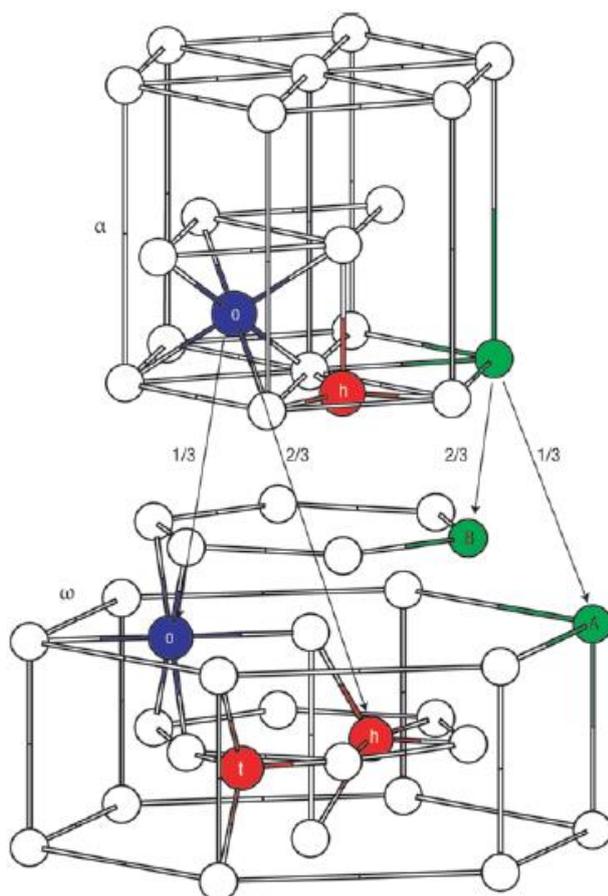


Рисунок 1.2 – Мартенситная трансформация $\alpha \rightarrow \omega$ с интерстициальными сайтами новая локализация [58].

На рисунке 1.3 видно, что δ -гидрид на самом деле представляет собой титановую решетку ГЦК с (Т) местами, занятыми Н. Этот тип решетки также называется флюоритом или просто решеткой типа CaF_2 .

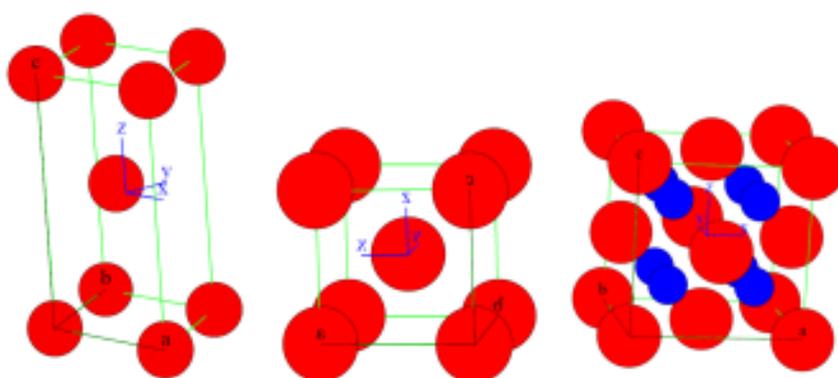


Рисунок 1.3 – Атомные структуры ГПУ α -Ti, ОЦК β -Ti и ГЦК δ -гидрид. Ионы Ti и H обозначены красными и синими кругами соответственно.

1.4. Водородная активность промежуточных участков в титановой решетке

Во всех трех основных кристаллических решетках металлов, т. е. ГЦК, ОЦК и ГПУ, можно найти октаэдрические (О) и тетраэдрические (Т) промежуточные участки. Они представлены на рисунке 1.4. В разнообразных материалах предпочтительный выбор мест предпочтительнее Н. Кроме того, к сожалению, различные исследования часто приходят к разным результатам в отношении заполнения интерстициальных участков водородом [59].

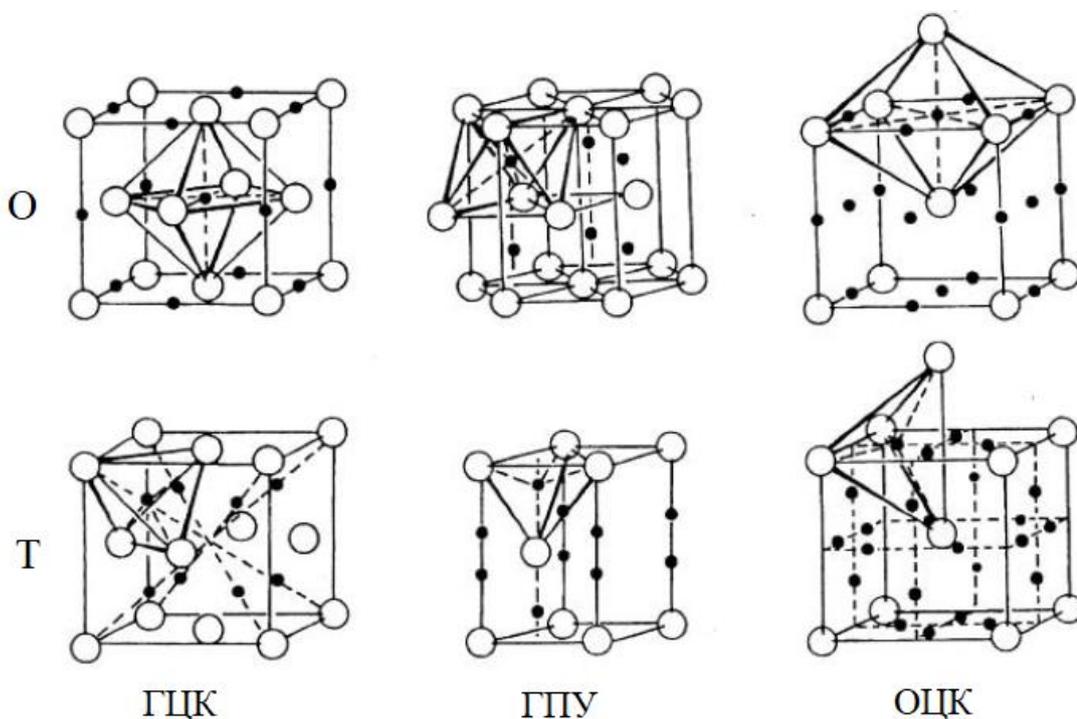


Рисунок 1.4 – Промежуточные участки в гексагональной и кубической решетках [97].

В случае решетки ГПУ, представляющей для нас первостепенный интерес, можно сделать вывод, что каждый атом металла окружен 6 (О) участками и 8 (Т) участками. Таким образом, число (О) участков совпадает с числом всех атомов в решетке. Существуют два кристаллографически эквивалентных (Т) участка, расположенных в направлении $[001]$ выше и ниже каждого атома. Остальные 6 (Т) участки расположены на несколько большем расстоянии от атома. Атомы Ti образуют тетраэдр вокруг участка (Т) и октаэдр вокруг (О) -го узла, см. рис. 1.4. Когда решетка не имеет идеального отношения c/a 1,633, то деформируются тетраэдры и октаэдры. В

случае титана отношение c/a составляет 1,588 и поэтому немного меньше идеального. Соотношение c/a на самом деле сильно влияет на свойства материала. В материалах с отношением c/a ниже идеального значения пирамидальное скольжение становится более важным. Такой материал тогда очень прочен [60]. В таблице 1.1 показаны свойства промежуточных участков в наиболее распространенных металлических решетках. Учитывая немного меньшее отношение c/a в случае Ti, размеры промежуточных участков, представленные в таблице 1.1, будут немного отличаться. Участки (O) в решетке ГПУ больше, чем (T) участки.

Таблица 1.1 – Число атомов на атом металла-хозяина, тип и размер интерстициальных участков в общих металлических решетках. Размер интерстициальных участков выражен в единицах атомного радиуса атомов металла-хозяина.

Структура	ГЦК и ГПУ ($c/a=1.633$)		ОЦК	
	О	Т	О	Т
Тип	О	Т	О	Т
Число на атом	1	2	3	6
Размер	0,414	0,225	0,115	0,291

1.5. Методы насыщения образцов водородом

Старейшим и хорошо изученным способом насыщения водородом является насыщение из газовой (водородной) фазы при высоком давлении и температуре (метод Сивертса). Другой хорошо известный метод является электролитическое насыщение металлов и полупроводников с водородом. Также известен способ внедрения водорода газоразрядной плазмы. В последнее время метод ионной имплантации получил широкое применения, преимущества этого метода оно позволяет внедрение водорода на желаемую глубину. Об этом методе достаточно подробно описаны в обзорах [61, 62].

1.5.1. Насыщение водородом из газовой фазы при нагревании (метод Сивертса)

Когда нагретое поверхность металла взаимодействует, с водородной средой, водород начинает поглощаться поверхностью до того пока не установится равновесная между сорбированным водородом и окружающей

атмосферой, который зависит от давления водорода в камере, этот закон установлен Сивертсом (закон квадратного корня). Водородное равновесное распределение между газовой фазой и металлом достигается по следующей формуле

$$[H_x] = K\sqrt{P_{H_2}} \quad (1.1)$$

где $[H_x]$ – концентрация водорода в твердом растворе; P_{H_2} – давление водорода в газовой фазе; K – коэффициент распределения водорода [63, 64].

Довольно интересным является то, что температурная зависимость скорости сорбции водорода от температуры и давления, где при заданном давлении металлический твердый раствор и гидрид на поверхности раздела находятся в равновесии с газовой фазой [65].

Насыщение образцов водородом (из газовой атмосферы при повышенных температуре и давлении) реализуется на установке РСІ «GasReactionController» [66-68], схема установки приведена на рисунке 1.5. В соответствии с этим методом, образец помещают в рабочую камеру (5) или (8) и устанавливают в печь (7), после этого идет с помощью насоса (9) вакуумная откачка камеры до $\sim 10^{-3}$ торр. При достижении заданного вакуума, вакуумная откачка прекращается, и рабочий объем заполняется чистым водородом, и после рабочая камера нагревается, что приводит к увеличению давления водорода. Практически не происходит при нормальных условиях насыщение водородом в такой установке. При атмосферных давлениях увеличение температуры до точки плавления, относительно незначительно мало увеличивает водородорастворимость, а вот из газовой фазы внедренная в металл концентрация водорода, имеет возможность быть весьма высокой, при синхронном повышении обоих этих факторов.

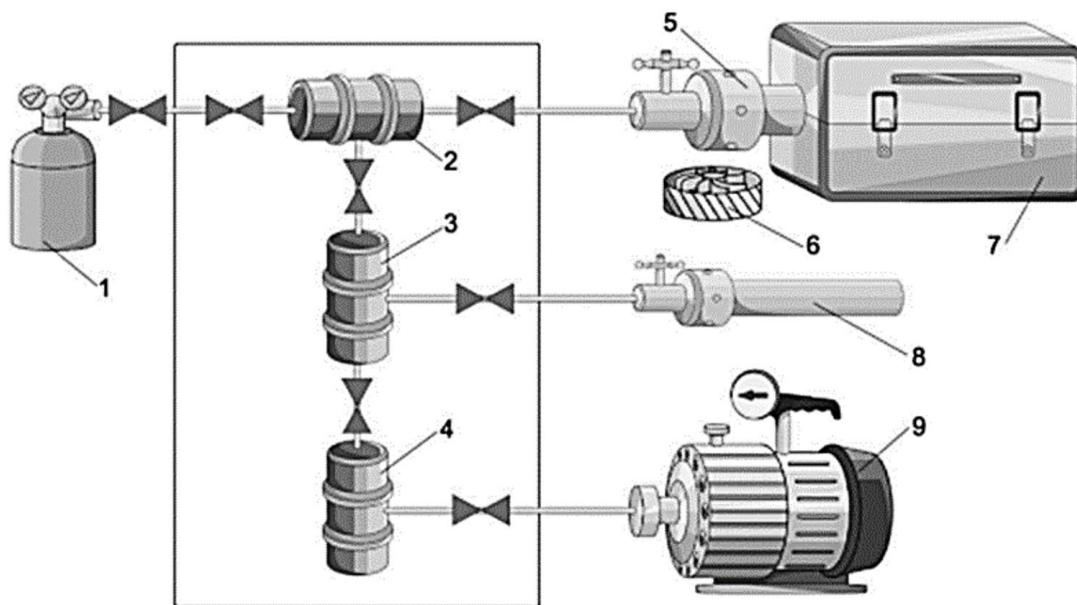


Рисунок 1.5 – Схема автоматизированного комплекса «Gas Reaction Controller» [17]:
 1 – баллон с водородом; 2,3,4, – каналы подачи и откачки водорода; 5 – большая камера; 6 – вентилятор; 7 – печь; 8 – малая камера; 9 – вакуумный насос.

Комплекс «GasReactionController» позволяет определить массу водорода в камере во время насыщения с вакуумным датчиком, то есть, получить данные о сорбции-десорбции газа [68].

1.5.2. Электролитическое насыщение водородом

Изучить влияние водорода на физико-механические свойства материалов, один из самых простых в реализации, но в то же время эффективным методом насыщения водородом является электролиз. Во время электролиза ионы водорода выделяются на образцах, действие которых аналогично действию водорода, диссоциированного при высокой температуре и ионизированного на поверхности металла [69]. При электролитическом насыщении концентрация ионов водорода, выделяемых на катоде, зависит от химического состава электролита, его концентрации и температуры и плотности тока. Геометрические формы насыщаемого образца и его расположение относительно анода также влияют на интенсивность насыщения. Горизонтальное расположение поверхности детали над анодом вызывает увеличение насыщения, углы более насыщенные по сравнению с

поверхностью. Во время электролиза водород, проникающий, накапливается на поверхности металла. Из-за низкого коэффициента диффузии водорода при комнатной температуре он не проникает в образец. Как следствие, водород с большинством металлов в приповерхностном слое образует гидридные фазы [70]. Для повышения эффективности гидрирования электролиз проводят при температуре выше комнатной. При проведении таких экспериментов необходимо использовать специальные конструкции электролизеров. В соответствии с вышесказанным был разработан специальный стенд, который позволяет контролировать такие параметры, как правильное расположение образца в электролитической ячейке, объем и температура электролита. Устройство для электрохимического насыщения образцов водородом показано на рисунке 1.6.

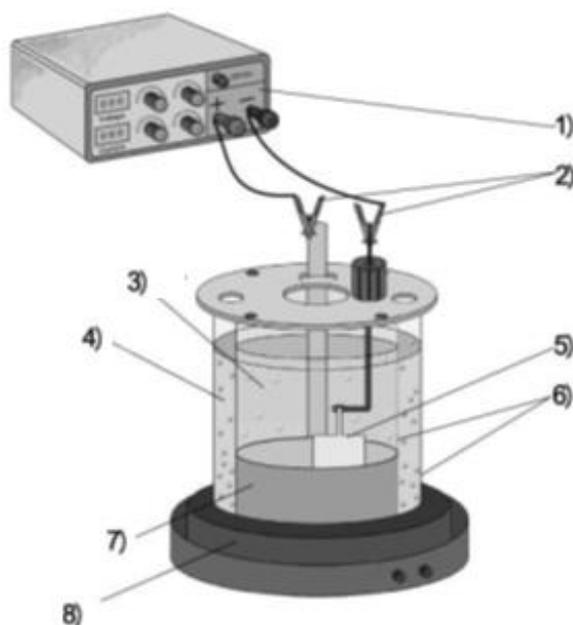


Рисунок 1.6 – Стенд для электролитического насыщения образцов водородом:
1 – источник тока, 2 – клеммы, 3 – электролит, 4 – вода, 5 – образец (катод),
6 – электролитический стакан, 7 – платина (анод), 8 – подогреватель.

Стенд состоит из текущего источника GPS-1830D (1); клеммы (2), которые обеспечивают подключение внешних проводов от источника тока; электролит (3), в экспериментах $1 \text{ I M H}_2\text{SO}_4$ проводящий электрический ток используется после диссоциации на ионы; вода (4); катод (5), который представляет собой образец, насыщенный водородом; два электролитических

стекла (6), которые плотно закрыты специальной крышкой, к которой держатель прикреплен насыщенным образцом, что обеспечивает его неподвижность в электролитической среде; анод (7) из платины. Электролитические чашки расположены на специальном подогревателе (8), необходимого для поддержания постоянной температуры электролита.

Химический состав и структура металла влияет на его наводороживание. Химический состав и структура влияет на диффузию водорода через металл, на его растворимости в решетке металла, т.е. во многом определяют способность металла поглощать водород.

Если сделать предположения об равномерности металлического состава и об идеальности структуры ее решетки, то в данном случае, диффузионный процесс будет идти, равномерно и будет зависеть от плотности упаковки атомов в решетке металла, который характеризует энергетические уровни и интенсивность силовых полей решетки. В реальном металле диффузия протекает селективно и о диффузной гомогенности можно сказать, лишь обобщая эту точку зрения на весь объем металла. На самом деле, металлы состоят из нескольких компонентов, которые образует зерна и их блоки по разному ориентированные в этих зернах решеткой, разделенным «межзерненным веществом». В то же время металлическая решетка имеет большое количество дефектов – дефекты всех видов, от ультрамикроскопических размеров, таких как вакансии, до макроскопических размеров, которые являются полости или трещины с вполне резвившимися поверхностями.

В некотором смысле, электролитическое насыщение водородом аналогично высокотемпературному методу из газовой фазы под высоким давлением. Поскольку путем подбора концентрации электролита и плотности тока на поверхности образца можно получить такую концентрацию водорода над поверхностью материала, которое была бы эквивалентна давлению в тысячу атмосфер при комнатной температуре или при повышенной

температуре при нормальном давлении [71]. Кроме того, электрическое поле способствует более эффективному внедрению водорода в решетку металла.

Высокие концентрации водорода в металлах при электролитическом насыщении определяют следующие факторы:

- состав и состояния электролита;
- состояние и форма поверхности насыщаемого водородом металла;
- структура и химический состав металла;
- наличие напряжений и деформаций;
- время насыщения водородом;
- условия, которые препятствуют десорбции водорода.

Плотность тока, при электролитическом насыщении водородом, определяет интенсивность миграции ионов водорода к катоду [72]. Таким образом эффективность накопления водорода (D_K) с увеличением плотности тока растет и достигает максимального значения, в зависимости от условий поставленного эксперимента. Плотности тока лежат в пределах от 0,01 до 0,1 А/м². Увеличение D_K не приводит к усилению эффекта насыщения водородом, это связано с ограниченной способностью поверхности металла поглощать водород, а также и с образованием сплошной зоны водородных пузырьков вокруг катода, которые препятствуют контакту электролита с поверхностью металла [63].

Выводы

В данной главе была проведена литературный обзор про общие механизмы проникновения и состояние водорода в металлах, а также механизмы взаимодействия водорода с титаном, а также методы насыщения материалов водородом. Проведенный анализ работ по взаимодействию водорода с металлами свидетельствует о том, что в накоплении и распределении водорода важную роль играют дефекты такие как вакансии, растворенные атомы, дислокации, границы зерен, пустоты и частицы вторичной фазы, а также размеры зерен. При насыщении водородом материалов из различной среды, механизмы накопления и распределения отличаются. Например, между насыщением из газовой фазы и электролитическим наводороживанием состоит в разнице концентраций атомов водорода на поверхности металла. Во время насыщения из газовой фазы, атомы водорода образованы диссоциацией молекул водорода, то во время электролитического наводороживания атомарный водород образуется в результате катодной реакции. Концентрация атомов водорода на поверхности металла при электролитическом наводороживании может быть на несколько порядков выше, чем концентрация атомов водорода при насыщении водородом из газовой фазы, даже если давление газа превышает 70 МПа.

Глава 2. Приборы и методы исследования

2.1. Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S»

Для определения фазового состава использовался рентгеновский дифрактометр XRD-7000 (Shimadzu, Япония). В таблице 2.1 представлены технические характеристики дифрактометра.

Таблица 2.1 – Технические характеристики дифрактометра XRD-7000S

Рентгеновская трубка	
Материал и тип анода	Cu , Co , Fe , Cr
Размеры фокуса и максимальная мощность	1,0 x 10,0 мм; максимальная мощность 2,0 кВт; 0,4 x 12,0 мм; максимальная мощность 2,2 кВт; 2,0 x 12,0 мм; максимальная мощность 2,7 кВт
Гониометр	
Тип	Вертикальный (θ - θ)
Минимальный шаг сканирования	0,0001 градуса (θ)
Режимы работы	Непрерывное сканирование, пошаговое сканирование, калибровка, позиционирование, осцилляция по оси тета
Скорость сканирования	0,1~50 градусов/мин (θ s, θ d), 0,1~100 градусов/мин (2θ)
Детектор/счётчик	
Сцинтилляционный счетчик	Сцинтиллятор NaI, количество каналов: 1
OneSight (опция)	Высокоскоростной широкоугольный детектор, количество каналов: 1280

В основе рентгеноструктурного анализа лежит явление дифракции. В этом случае под дифракцией можно понять явление сильного рассеяния волн при определенных углах падения и длинах волн на периодической решётке рассеивателя. Когда на дифракционной решетке рассеивается свет возникает простой случай такого явления. Подобное явление наблюдается при рассеянии рентгеновских лучей, используемых в рентгеновском фазовом анализе, в котором кристаллическая решетка фазы действует как рассеиватель. В этом случае пики интенсивного рассеяния наблюдаются при выполнении условий Вольфа-Брэгга (рисунок 2.1):

$$2d\sin 2\theta = n\lambda, \quad (2.1)$$

где d – расстояние между соседними кристаллографическими плоскостями, θ – угол, под которым наблюдается дифракция, n – порядок дифракции,

λ – длина волны монохроматических рентгеновских лучей, падающих на кристалл.

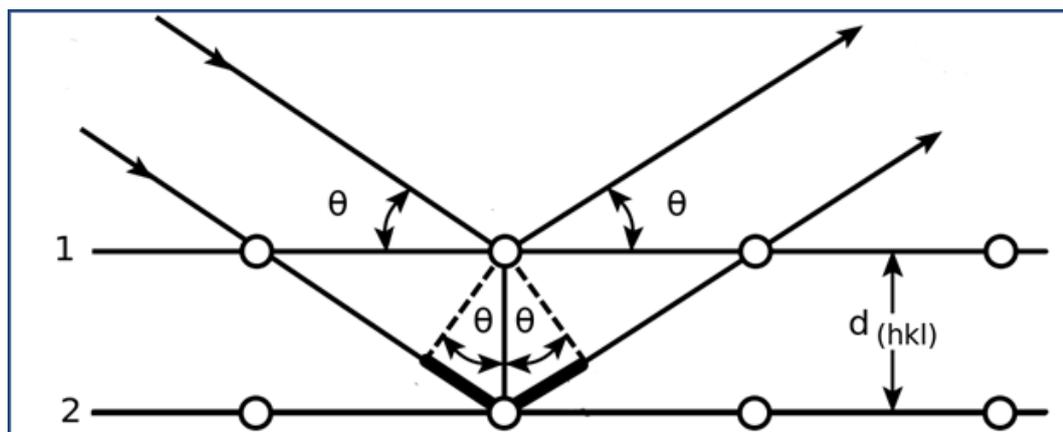


Рисунок 2.1 – Схема падения и отражения рентгеновских лучей

Когда образец взаимодействует с монохроматическим рентгеновским излучением для каждого типа плоскостей, некоторые кристаллиты попадают в «отражающее» положение. В этом случае под углом θ наблюдается дифракционный максимум для заданного типа плоскостей, который характеризуется разной интенсивностью. Угловое положение максимума определяется величиной межплоскостного расстояния. Величина d определяется геометрией кристаллической решетки.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) позволяет определять фазовый состав сплава и параметры решеток, а также и величину областей когерентного рассеяния, и уровень внутренних напряжений [73-76].

2.2. Анализатор водорода RHEN 602 фирмы LECO

При рассмотрении влияния водорода на свойств металлов и сплавов, мы не можем обойти проблемы оценок реальной концентрации водорода при выплавке в различных металлургических агрегатах, то есть оценка риска получения концентраций водорода, который может привести к зарождению дефектов водородного происхождения в металлах и сплавах.

Для обнаружения водорода в металлах разработаны и используются большое количества различных методов, которые различаются в основном,

по методу воздействия на исследуемый образец, а также по методу для анализа выделившегося газа

В данное время для извлечения водорода наиболее распространенными являются, методы нагревания и плавления образцов в вакууме или инертной атмосфере. Для анализирования выделившегося газов, наибольшей степени используется не прямые методы записи, такие как, детектор по теплопроводности, который по сравнению с абсолютными методами имеют большие преимущество по скорости анализа, но, требует проведения предварительного калибровок с применением эталонных образцов или чистых газов.

На основании указанных выше методов определения содержания водорода в металлах, работает анализатор водорода RHEN602, приведенный на рисунке 2.2.



Рисунок 2.2 – Анализатор водорода RHEN602 фирмы LECO [77].

Водород измеряется путем регистрирования изменения теплопроводности газа-носителя в термокондукметрическом (ТК) ячейке. Блок-схема анализатора RHEN602 приведена на рисунке 2.3. В полость металлического блока детектора по теплопроводности помещена нить накаливания из металла (например, Pt, W, их сплавы, Ni и др.) с высоким температурным коэффициентом сопротивления. Нить начинает нагреваться при прохождении через неё постоянного тока. При омывании нити накала

чистым газом-носителем, её температура остается постоянной, так как она теряет постоянное количество теплоты. Как только нить накала начинает омывать газ, содержащий примеси, имеющие другие показатели теплопроводности, температура нити начинает изменяться. Это приводит к тому, что происходит изменение сопротивления нити. Изменение сопротивления нити измеряют с помощью мостика Уинстона. Мост находится в равновесии, если температура обеих нитей одинакова и сопротивление, соответственно. При изменении состава газа изменяется сопротивление нитей и происходит нарушение равновесия и формируется выходной сигнал. Работа детектора устроена так, что он реагирует на все компоненты, кроме газа-носителя [78, 79].

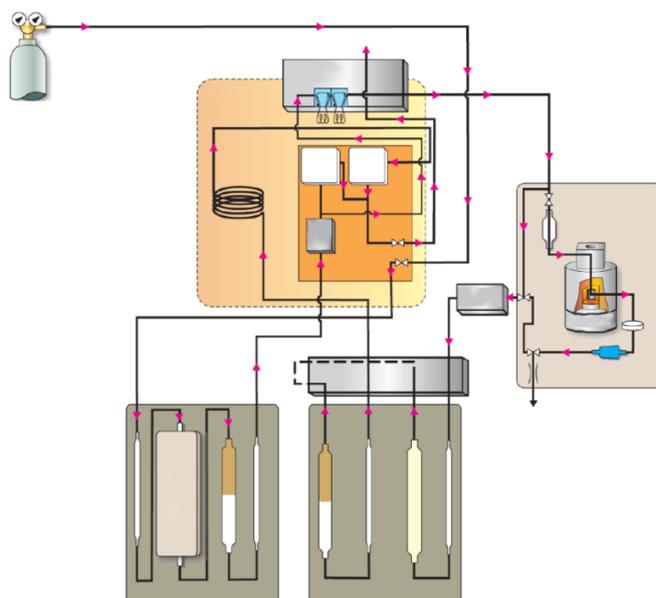


Рисунок 2.3 – Блок-схема анализатора RHEN602 фирмы LECO [80]

После размещения пустого графитового тигля на нижний электрод начинается анализ. После идет очистка тигля от атмосферных газов закрытом электроде. Ток проходит через тигель, нагревая до высокой температуры, что способствует выделению газов, который есть в графите. Эта процедура называется дегазированием. Далее из загрузочного устройства образец вносится в тигель. Затем снова подается на тигель высокий ток, и нагретый тигель и образец, высвобождает газы из образца. Для того, чтобы

предотвратить дальнейшую дегазацию тигля во время анализа, подается ток, сила которого ниже чем тока дегазирования.

Сначала газ-носитель из газового баллона проходит через нагретую медь для удаления кислорода. Затем для очистки CO_2 и влаги он проходит через специальные фильтры. Остаточный газ передается на колонну молекулярного фильтра, который сортирует компоненты газа, в зависимости от размера молекулы. Потом газ образца проходит через измерительную область ТК ячейки, где измеряется содержание водорода. Сигнал, который вырабатывается ТК ячейке передается на аналогово-цифровой преобразователь и дальше на компьютер, и с помощью программы определяется содержания водорода.

Для проведения нагрева и плавления образцов, применяется импульсная печь мощность которого 7,5 кВт с автоматическим регулированием тока, мощности и температуры. Система автоматического управления позволяет установить анализ режимов водорода, начиная от подготовки проб к измерению и заканчивая параметрами измерения испускать газы.

Время анализа составляет около 10 мин, включая процедуру подготовки и анализа. Калибровка производится по эталонным образцам с известным содержанием водорода. Погрешность измеренной величины составляет 0,02 ppm или 2 отн. %.

2.3. Оптическая спектрометрия плазмы тлеющего разряда «GD-Profilер2»

Оптический спектрометр высокочастотного тлеющего разряда «GD-Profilер2» представляет собой оптический эмиссионный спектрометр высокочастотного тлеющего разряда. На рисунке 2.4 представлен внешний вид и принцип работы «GD-Profilер2».

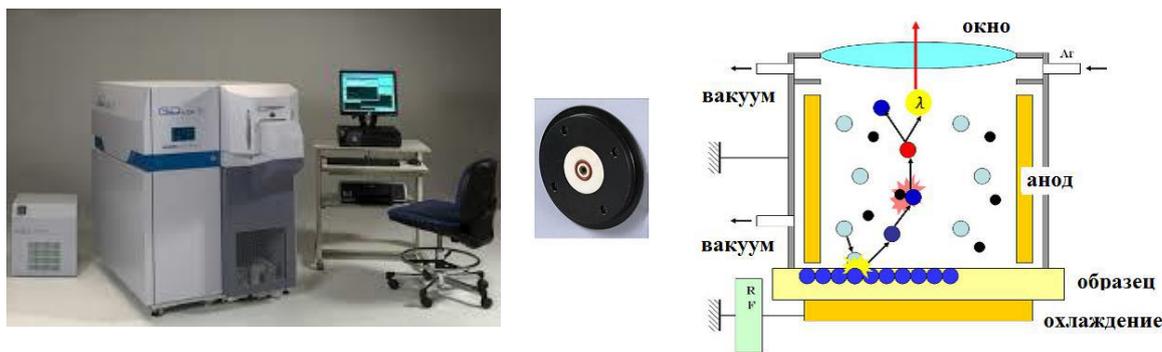


Рисунок 2.4 – Внешний вид (слева) и принцип работы «GD-Profilер2» (справа) [81]

Принцип работы «GD-Profilер2» основан на контролируемом распылении атомов с поверхности образца под воздействием ионов аргона, бомбардирующих площадь диаметром несколько миллиметров (рис. 2.4). Анод представляет собой медную трубку диаметром, как правило, 4 мм. Катодом является образец, располагаемый перед анодом и отделенный от анода керамикой с кольцевым уплотнением. Образец прикладывается к кольцевому уплотнению. Пространство внутри анода вакуумируется, после чего в трубку поступает аргон. Под воздействием электрического поля ионы аргона ускоряются и движутся к образцу, обладая достаточной энергией для распыления поверхности образца. Распыленные частицы, в свою очередь, поступают в плазму и возбуждаются через соударения. Возникающая оптическая эмиссия характеризует элементный состав образца.

Для поддержания плазмы тлеющего разряда в спектрометре Profiler-2 используется радиочастотный генератор. Генератор работает на частоте 13,56 МГц и может функционировать в импульсном режиме, что дает возможность анализировать хрупкие и низко теплопроводные образцы. Геометрия источника тлеющего разряда сконструирована так, что распыляется только образец. Глубина распыления зависит от типа образцов и, как правило, лежит в диапазоне от нескольких нм до 150–200 мкм [82]. В спектрометрах GD-Profilер2 используется полихроматор высокого разрешения Пашена-Рунге.

Спектральный диапазон спектрометра GD-Profilер2 достаточно широк от 120 до 766 нм.

2.4. Установка для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовыделения (НИ ТПУ)

Установка, который предназначена для изучения термостимулированных выделений водорода и водород содержащих газов из металлов разработана сотрудниками НИ ТПУ, более детальное описание представлено в [83].

На рисунке 2.5 представлено схема установки. Состав установки можно условно разделить на следующие системы:

1. Высокая вакуумная система.
2. Системы радиационный воздействию на образец (электронный пушка, устройства для измерения тока электронов).
3. Система, который управляет, нагреванием образца и измерением его температуры.
4. Система управление выпрямлении масс-спектрометра и регистрации сигнала с вторичного электронного умножителя (ВЭУ).

1. Высоковакуумная система

В состав системы высокого вакуума, что позволяет достичь предела (минимальное) давления 10^{-6} Па, включает в себя:

- нагревающая камера образца (2), который служит для размещения в вакууме и нагрева образца при исследовании термический активизированной газовыделении;
- камера масс-спектрометра (7), в котором размещается устройства масс-спектрометра МХ-7304 включает в себя: ионизатор (6), анализатор (8), ВЭУ (9);
- устройства шлюз (14), что позволяет замену образца без разгерметизации масс-спектрометра;
- вентиль высокого вакуума (15) и затвор (17), что позволяет отдельных частей вакуумного системы разгерметизировать, без разгерметизации других частей;

– откачивающие средства: форвакуумный насос НВР-2М (на схеме не показано) и 2 магнито-разрядные насосы (16) (НОРД-250 и НОРД-100);

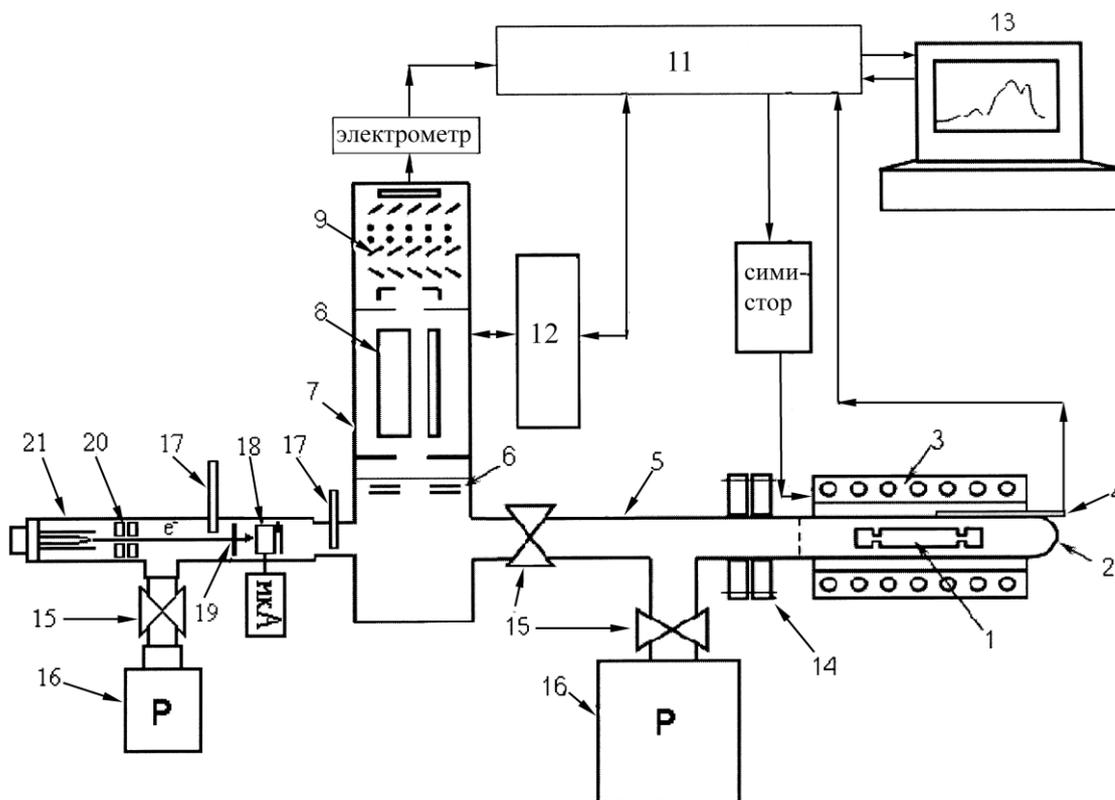


Рисунок 2.5 – Схема вакуумной части установки для исследования термо- и радиационно-стимулированного газовыделения [84]:

1, 18 – исследуемые образцы; 2 – камера нагрева образца; 3 – нагреватель; 4 – термопара; 5 – вакуумная система; 6 – ионизатор; 7 – масс-спектрометр МХ-7304; 8 – масс-анализатор; 9 – вторичный электронный умножитель (ВЭУ-2А); 11 – система автоматизации; 12 – блок управления масс-спектрометром; 13 – компьютер; 14 – шлюз; 15 – вакуумный винтель; 16 – магнито-разрядный насос; 17 – затвор; 19 – флажок (вольфрамовый фольга); 20 – фокусирующая система; 21 – катодный блок электронный пушки.

– камера электронного пушки (21);

– позиции (1) и (18) на схеме, это места где устанавливается исследуемые образцы: при исследовании термостимулированном выделении газа – (1), при исследовании радиационно-стимулированном выделении газа – (18).

2. Система радиационного воздействия на образец

Система радиационный (например, электронный и рентгеновский) воздействию на образца включает в себя высоковакуумную электронную пушку и измерительную систему тока электронов.

Высоковакуумный электронный пушка производит электронный пучок с энергиями 10-100 кэВ, когда ток в пучке 1-150 μA и *содержит*:

– блок, который фокусирует электронный пучок (20);

– высоковакуумный катодный блок (21);

и, *не приведенные в схеме*:

– система, который служит для нагрева катода;

– высоковольтная система, который ускоряет электронов.

Система, который служит для измерения тока электронов состоит из микроамперметра (на рисинке не приведена) и флажка (19). У флажка (19) есть такие функции который позволяет оградить исследуемого образца от воздействия электронного пучка и измерить ток в пучке, не нарушая вакуум.

3. Система управления нагревом образца и измерения температуры образца

Это система включает в себя: симистор (приведена на рис. 2.5), нагреватель (3) и термопары (4), которые управляет система автоматизации (11) а в свою очередь им управляет программа, расположенная в компьютере (13). Нагреватель (3) это кварцевая печь, состоящая из кварцевых трубок, на которой накручены нихромовые спирали, который закрыта асбестовым теплоизолятором; кварцевая печь надевается на камеру нагрева образца (2), который представляет собой цилиндрические трубки, сделанные из нержавеющей стали, присоединенная к вакуумноплотной вакуумной системе. Термопара (4) устанавливается между печью и камерой который нагревает образца. Система автоматизации (11) позволяет производить линейное нагревание образцов от 20 до 1100 $^{\circ}\text{C}$, которое заданная скорость составляет от 0,1 до 5 град/с., и с такой же скоростью, одновременно на термопаре (4) зафиксировать температуру.

4. Система управления разверткой масс спектрометра и записи сигнала с вторичного электронного умножителя

Это система применяется для управления выпрямлением масс-спектрометра (7) и для оценки интенсивностей линий масс-спектра ионов, которые попадает в ВЭУ-2А (9) при термостимулированной

газовыделении. Система содержит в себе усилителя электрометра (по схеме «электрометр»), блок управления масс-спектрометром (12), систему автоматизации (11), который управляется программой установленной в компьютере (13). Система дает такие возможности: а) регистрирования полного спектра масс (от 1 до 250 а.е.м.) газов который есть в камере масс-спектрометра (7), с разрешением 1 М; б) в процессе облучения или нагрева одновременно и без перерыва наблюдать от 1 до 6-ти масс (любые от состава масс-спектра), который выделяется из образца газов. В этом измерений шаги могут изменятся от 1 до 100 точек в секунду [84].

2.5. Металлографический оптический микроскоп МЕТАМ ЛВ

Микроскоп применяется в металлографических лабораториях, научно-исследовательских институтах и предприятиях металлургической, микроэлектронной и машиностроительной промышленности. Микроскопы позволяют рассматривать изображение объекта на демонстрационном экране и производить его фотографирование.

Особенностью микроскопов МЕТАМ ЛВ (рисунок 2.6) является применение новых планапохроматических объективов очень широкого поля без хроматического окраски по контуру, а также широкоугольных окуляров, что позволяет при исследований объектов добиться изображений высокой контрастности.

Микроскопы МЕТАМ ЛВ – это новое поколение инвертированные металлографические микроскопы предназначены для исследования и фотографирования микроструктуры металлов, сплавов. А также можно исследовать другие непрозрачные объекты в отраженном свете других непрозрачных объектов в отраженном свете при косом и прямом освещении в светлом поле, темном поле, и поляризованном свете и по методу дифференциально-интерференционного контраста (ДИК). На таблице 2.2 приведены технические характеристики микроскопа [85].

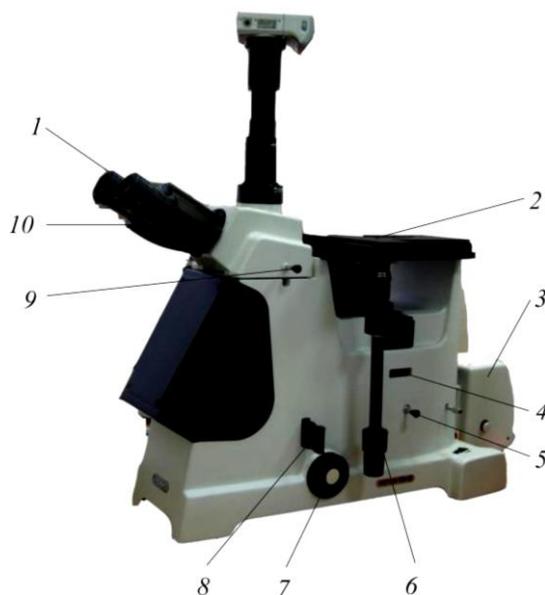


Рисунок 2.6 – МЕТАМ ЛВ: 1 – окуляр; 2 – предметный столик; 3 – фонарь; 4 – паз для установки светофильтра; 5 – рукоятка для открытия полевой диаграммы; 6 – рукоятка для поперечного перемещения; 7 – фокусирующий механизм; 8 – паз для установки сеток; 9 – винт; 10 – тринокулярная насадка [86].

Таблица 2.2 – Технические характеристики микроскопа

Характеристика	Значение
Увеличение, крат	50-1500
Объективы-планахроматы, мм*	5x/0.17; 10x/0.28; 20x/0.50, 50x/0.85; 100x/0.95; 100x/1.32 МИ (входит в комплект МЕТАМ ЛВ); 100/1.32 МИ/0.2 (по заказу)
Длина тубуса	Бесконечность
Линейное поле в плоскости изображения, мм	20
Окуляры широкоугольные, мм**	10/18 и 15/12
Призмы ДИК к объективам	(5,10) и (20,50)
Размеры предметного столика, мм	190x200
Демонстрационный экран (линза Френеля), мм	90x120
Фотографирование на пленку и на пластинку, размер кадра, мм.	24x36 и 90x120
Габаритные размеры, мм	470x410x390
Масса, кг	25

*- увеличение/числовая апертура

** - увеличение/линейное поле [87].

Выводы

В этой главе были рассмотрены приборы и методы исследования, используемые в данном исследовании: рентгеновский дифрактометр XRD-7000S использовался для изучения фазового состава и структурных параметров образцов; для получения распределения элементов по глубине образца, оптическая спектрометрия плазмы тлеющего разряда GD-Profilер2; для измерения концентрации водорода в образцах анализатор водорода RHEN 602 фирмы LECO; для изучения состава внедренных газов и водородных ловушек использовалась установка для исследования термо- и радиационно-стимулированного газовыделения (ТПУ), а также исследования микроструктуры образцов осуществлялось металлографическим микроскопом МЕТАМ ЛВ.

Глава 3. Экспериментальная часть

3.1. Материал и пробоподготовка

Для исследования были подготовлены образцы титана марки VT1-0 с размерами 20×20×1 мм. Поверхность образцов титана до облучения водородом были механически отшлифованы и отполированы для удаления приповерхностных окисных пленок.

После облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда были проведены измерения концентрации водорода при помощи анализатора водорода RHEN602 фирмы LECO [77]. Профили распределения водорода получены на спектрометре плазмы тлеющего заряда [81] GD-Profilер 2 фирмы Horiba. Исследование фазового состава и структурных параметров образцов проводилось на дифрактометре XRD-7000S с использованием рентгеновской линии излучения CuK_α . Полученные спектры рентгеновской дифракции обрабатывались с помощью программного обеспечения POWDER CELL 2.4 [73–76].

Спектры термостимулированной газовой выделенной водорода из образцов были получены на установке для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовой выделенной (НИ ТПУ) [84].

3.2. Используемые установки для внедрения водорода в титан

3.2.1. Установка для плазменно-иммерсионной имплантации высокоинтенсивными пучками ионов водорода и параметры, использованные для внедрения водорода

Исследование механизмов накопления водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы проводилось на установке, схема которой представлена на рисунке 3.1.

Для формирования пучка ионов водорода высокой интенсивности использовался метод, предложенный и впервые описанный в [88]. Метод основан на плазменно-иммерсионном извлечении ионов со свободной границы плазмы, их ускорении в высоковольтном слое разделения заряда и формировании пучка с высокой плотностью тока путем баллистической фокусировки ионов. Фокусировка ионов должна осуществляться в условиях частичной или полной зарядовой нейтрализации пучка при его транспортировке в замкнутом эквипотенциальном пространстве потенциального электрода. Потенциальная система, состоящая из сеточного электрода, в форме поверхности второго порядка и пространства баллистической фокусировки и транспортировки пучка, представляющего собой цилиндр, погружена в плазму. Ионы извлекаются из плазмы и ускоряются в высоковольтном слое пространственного разделения зарядов, формирующемся перед сеточным электродом, при подаче на него отрицательного потенциала смещения. В отличие от традиционных методов плазменно-иммерсионной ионной имплантации (см., например, [89]), в данном случае, сеточный электрод выступает только в роли экстрактора ионов, а не облучаемой мишени. После прохождения через сеточный электрод, ионы входят в пространство дрейфа и направляются на мишень. Выпуклая форма сеточного электрода, при определенных условиях, может обеспечить баллистическую фокусировку ионного пучка. Первые исследования [88] показали, что эффективность фокусировки и транспортировки пучков ионов металлов высокой интенсивности в значительной мере зависит от условий нейтрализации их пространственного заряда.

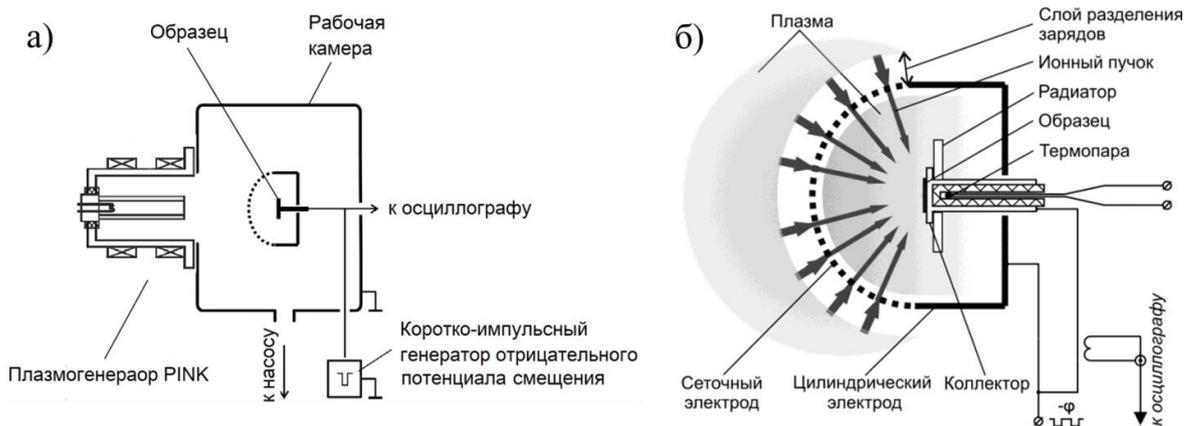


Рисунок 3.1 – Схема экспериментальной установки (а) и ионной имплантации с баллистической фокусировкой (б).

Для формирования пучка ионов водорода высокой плотности использовался металлический сеточный электрод в виде части сферы (рисунок 3.1) с радиусом кривизны 7.5 см, с размером ячейки $1.8 \times 1.8 \text{ мм}^2$ и прозрачностью 70 %. Электрод устанавливался по оси системы на расстоянии 10 см от выхода генератора газоразрядной плазмы. Образцы для облучения устанавливались на расстоянии 7.5 см от сеточного электрода. Сеточный электрод и облучаемые образцы подключались к высокочастотному импульсному генератору напряжения смещения отрицательной полярности. Генератор обеспечивал генерацию импульсов отрицательного потенциала смещения амплитудой 0.9–1.2 кВ, при частоте следования импульсов 10^5 имп/с и длительности импульсов 3–4 мкс. Имплантация проводилась, при температурах в диапазоне от 360 до 800 °С. Температуру образца контролировали термопарой, установленной на обратной стороне образца. Доза ионной имплантации оценивалась как:

$$D = 6.25 \cdot 10^{18} \cdot j \cdot t \cdot f \cdot \tau / Z; \quad (3.1)$$

где, j – плотность ионного тока, t – время экспозиции, f – частота повторения импульсов, τ – длительность импульса, Z – среднее зарядное состояние ионов водорода.

Ионный ток на коллектор измерялся поясом Роговского. Для измерения характеристик напряжения смещения использовался активный делитель

напряжения. Баллистическая фокусировка ионов с помощью полусферического ускоряющего электрода приводит к формированию пучка с неоднородным распределением плотности ионного тока по сечению.

На таблице 3.1. приведены параметры облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы образцов титана на установке рисунок 3.1.

Таблица 3.1 – Параметры облучения одинаковых образцов титана

Образец	Время облучения, мин.	Плотность тока в импульсе, А/см ²	Частота импульсов, имп/с	Смещение на образце, В	Длительность импульсов, мкс	Температура, °С	Доза, ион/см ²
Ti _{пшии10}	60	0.3	10 ⁵	1200	4	800	2.7·10 ²¹
Ti _{пшии11}	60	0.11	10 ⁵	900	3	360	7.4·10 ²⁰
Ti _{пшии12}	60	0.17	10 ⁵	900	3	390	1.1·10 ²¹
Ti _{пшии13}	20	0.11	10 ⁵	900	3	380	2.5·10 ²⁰
Ti _{пшии14}	50	0.17	10 ⁵	900	3	390	9.6·10 ²⁰

На первом этапе подбирались режимы имплантации, при которых в образцах после облучения удерживается максимальное количество водорода. Такими оказались близкие по параметрам облучения образцы Ti_{пшии11} и Ti_{пшии12}. Дальнейшее исследование систем металл-водород проводилось по указанному режиму имплантации.

3.2.2. Установка для насыщения из водородной плазмы и параметры, использованные для внедрения водорода

Установка УНМ-02 НИ ТПУ предназначен для насыщения твердых тел атомарным водородом (тугоплавкие и композиционные материалы, металлы, полупроводники, диэлектрики), с постепенным изменением температуры до 700 °С. Диапазон давлений в период насыщения, если необходима можно изменять или поддерживать от атмосферного до 10⁻³ торр. Он характеризуется сочетанием возможности проведения эксперимента, в замкнутом объеме, и так в потоке газовой фазы при воздействии на исследуемый материал как атомарных (в одном потоке) газовых потоков с одновременной диагностикой

водородной плазмы (ВП), так и молекулярных. Основными особенностями установки является: способность ВЧ-генераторе регулировать мощность до 0,5 Вт, что позволит с высокой точностью до $\Delta\alpha \sim 10^{-6} \%$ изменить степень ионизации (атомизации) газовой фазы, в котором в процессе насыщения, на образец не подается ускоряющий потенциал, как в [90], т.е. образец «плавает» в водородной плазме.

Принципиальная схема вакуумного устройства приведена на рисунке 3.2. Установка включает: вакуумную часть, источника молекулярного водорода, ВЧ генератор который предназначен для возбуждения плазмы, систему подогрева и контроля температуры образцов и систему компьютерного управления.

Вакуумная часть установки состоит из турбомолекулярного насоса (ТМН) 8 (Shimadzu EISO4M) и форвакуумного спирального насоса 11 (ISP – 250С), что позволяет получать вакуум до 10^{-8} торр, давление газа в системе контролируется вакуумметром от атмосферного давления до 10^{-8} торр. Исследуемый образец устанавливается на нагреватель (4), прикрепленного к подвижной штанге (1), и подается в реактор (15), который изготовлен из кварцевого стекла. Потребность в реакторе кварцевого стекла обусловлена нагревом образца до температур ~ 700 °С. Посредством внутреннего нагревателя (4) идет, нагрев образца. Для получения более высокой и стабильной температуры применяется внешний цилиндрический нагреватель (3) сделанное из керамики, который можно свободно перемещать по реактору (15). В качестве источника молекулярного водорода служит генератор чистого водорода ГВЧ-12М1 (чистота водорода 99.9999 %), действие которого основано на процессе электролиза дистиллированной воды в электролизёре, выполненном на твердом электроде – ионообменной полимерной мембране. Суммарная производительность генератора водорода 12 л/ч при задаваемом выходном давлении 5 атм. Из генератора водорода (12) водород подается в реактор (15) через систему натекания (6).

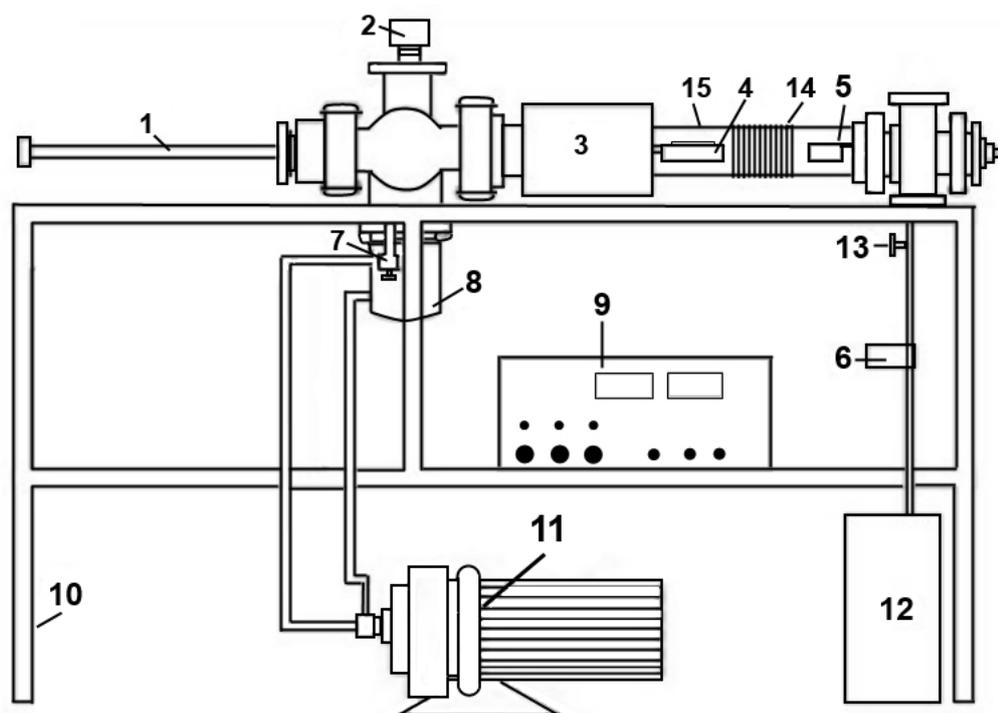


Рисунок 3.2 – Установка для насыщения из водородной плазмы [17]:
 1 – штанга для подвода образца, 2 – вакуумметр, 3 – внешний нагреватель,
 4 – внутренний нагреватель, 5 – зонд для диагностики плазмы, 6 – система для
 натекания водорода, 7 – клапан, 8 – турбомолекулярный насос, 8 – блок управления
 турбомолекулярный насос, 9 – высокочастотный генератор (Combel CB300),
 10 – станина, 11 – спиральный нанос, 12 – генератор водорода, 13 – электромагный
 клапан, 14 – индуктор, возбуждающий ВЧ поле, 15 – кварцевый реактор.

В системе подачи водорода в реактор предусмотрен баллон для хранения очищенного молекулярного водорода. Объём баллона составляет 5 литров и выдерживает избыточное давление до 7600 торр., что дает возможность использовать водород из баллона без включения генератора водорода. Регулировка рабочего давления и расход водорода управляется непосредственно с компьютера через натекатель газов HORIBA SIEC Z500.

Атомизация газов в рабочем объеме проводится в кварцевом реакторе (15) без электродного разряда ВЧ-генератором (9) (ComdelCB300) с плавной регулировкой мощности от 1 до 300 Вт. Напряжение с генератора подается на индуктор (14), возбуждающий ВЧ поле. Индуктор охватывает кварцевую трубку с наружной стороны, что позволяет изменять поглощённую мощность и получать газ с различной степенью ионизации. Для непрерывной и долговременной работы ВЧ-генератора используется система непрерывного водного охлаждения – замкнутого типа. Индуктор размещается на

расстоянии ~15 см от экспонируемого образца между патрубком откачки и ВЧ-генератором, а применяя подвижную штангу (1), закрепленный образец можно помещать вдоль всего реактора. Защита от высокочастотного излучения осуществляется экранированием индуктора, заземленным металлическим кожухом. Для диагностирования ВП используется двойная зонд Ленгмюра (5), который изготовлен в виде параллельных двух пластин.

Нужно отметить свойства который характерно для этого метода, здесь на поверхность образца водород поступает в ионизированном и атомизированном состояний, что нельзя сказать, например, при наводороживаний методом Сивертса.

На таблице 3.2. приведены параметры насыщения из водородной плазмы ВЧР образцов титана на установке рисунок 3.2.

Таблица 3.2 – Параметры насыщение одинаковых образцов титана

Из ВЧР-плазмы			
Образец	Время насыщения, мин.	Температура, °С	Давление, Торр
Ti _{ВЧР}	95	400	10 ⁻¹

Эффективный режим насыщения из ВЧР-плазмы была подобрана в предварительных экспериментах ранее.

3.3. Результаты и обсуждение

3.3.1. Рентгеноструктурный анализ до и после ПИИИ и ВЧР плазмы

Исследование фазового состава и структурных параметров образцов после облучения проводилось на дифрактометре XRD-7000S с использованием рентгеновской линии излучения CuK_α . Полученные спектры рентгеновской дифракции обрабатывались с помощью программного обеспечения POWDER CELL 2.4 [73-76].

Результаты рентгеноструктурного исследования образцов титанового сплава VT1-0 до и после ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы приведены в таблице 3.3. Из результатов (табл.3.3) видно, что после ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы в обнаруженные фазы и объемных содержаниях фаз изменении не наблюдается, а в параметрах решетки и в размерах кристаллитов по области когерентного рассеяния (ОКР) наблюдается незначительные изменения по сравнению исходным образцом.

Таблица 3.3 – Результаты рентгеноструктурного исследования образцов титанового сплава VT1-0 до и после ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы

Название образца	Обнаруженные фазы	Содержание фаз, объем.%	Параметры решетки, Å	Размер кристаллитов по ОКР, нм	Микронапряжение
Ti _{Исходный}	Ti_hexagonal	100	a=2.941 c=4.668	$(1-50) \cdot 10^3$	0.000403
Ti _{ПИИИ1}	Ti_hexagonal	100	a=2.9526 c=4.6843	35.68	0.001036
Ti _{ПИИИ2}	Ti_hexagonal	100	a=2.9515 c=4.6840	46.50	0.000932
Ti _{ПИИИ3}	Ti_hexagonal	100	a=2.9489 c=4.6826	70.26	0.001026
Ti _{ПИИИ4}	Ti_hexagonal	100	a=2.9490 c=4.6836	56.03	0.000462
Ti _{ВЧР}	Ti_hexagonal	100	a=2.9510 c=4.6841	45.00	0.000614

Из рисунка 3.3 видно что на всех образцах титана до и после ПИИИ и ВЧР-плазмы наблюдается фазы только α -Ti, а также узкие и высокие дифракционные пики, это связано тем, что материал хорошо окристаллизованный и однородный по параметрам решетки. При наиболее эффективном режиме ПИИИ, при концентрации водорода в образцах 502,5

ppm, после ВЧР-плазмы 603,5 ppm, искажения кристаллической решетки отсутствуют, несмотря на то, что концентрация водорода значительная.

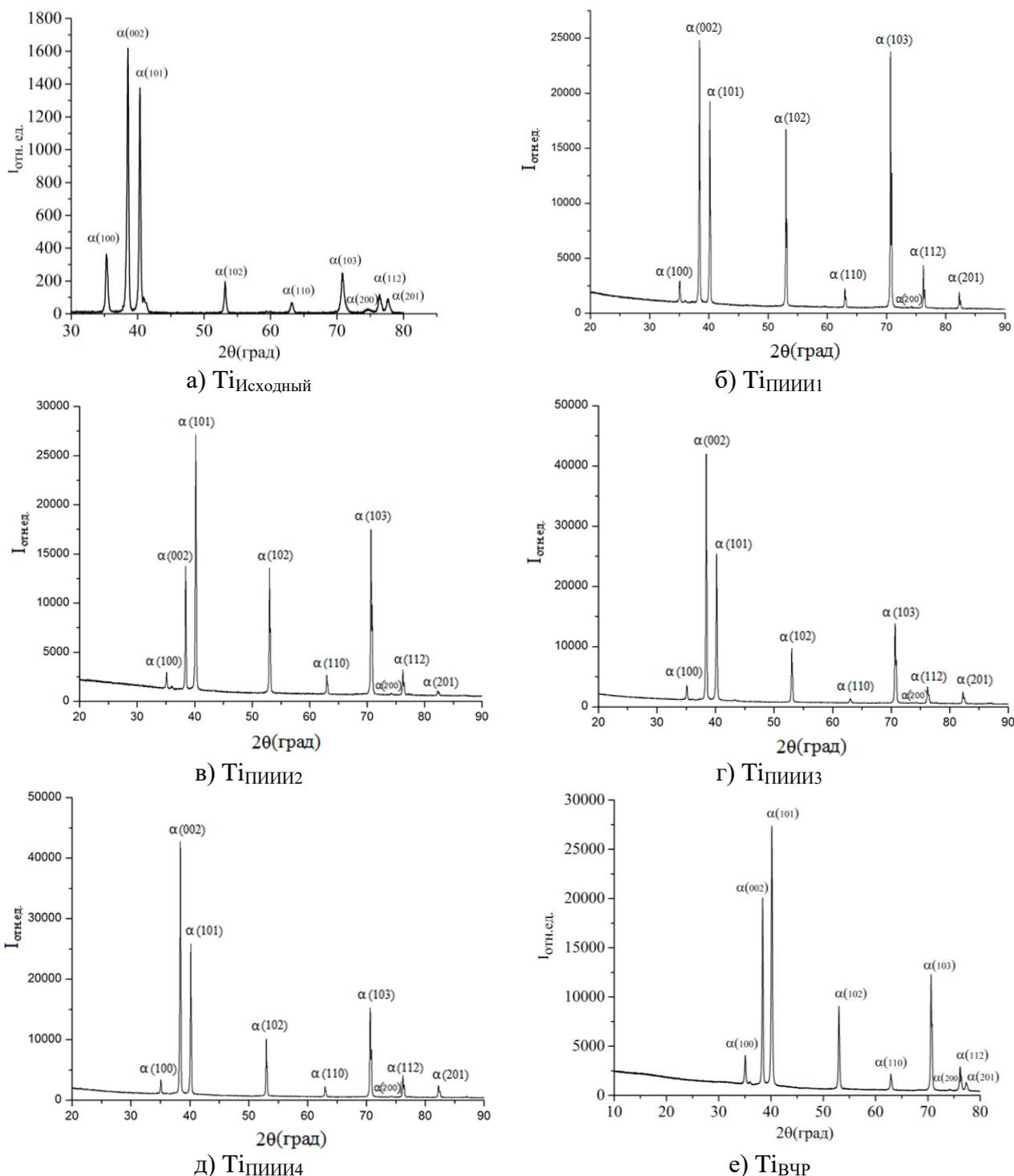


Рисунок 3.3 – Рентгенограмма титановых образцов: а – исходный; б, в, г, д – после облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из ПИНК; е – после насыщения из плазмы ВЧР.

Отсутствие искажений кристаллической решетки и гидридов после ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы водородом свидетельствует о том, что водород находится в растворенном состоянии в результате образования

дефектов или концентрация гидридов настолько мала, что разрешение прибора не позволяет их зарегистрировать.

На работах [91–93] было показано что, водород сильно улавливается дефектами после имплантации. Отсутствие гидридов при ПИИИ можно объяснить, что, при имплантации образуются дефекты, который водород преимущественно улавливаются этими дефектами, и не диффундирует в глубину образца, при насыщении из ВЧР-плазмы водород улавливается поверхностными дефектами и диффундирует вглубь образца.

3.3.2. Концентрация водорода в сплаве VT1-0 до и после ПИИИ и ВЧР плазмы

На образцов титана марки VT1-0 были проведены измерения концентрации водорода при помощи анализатора водорода RHEN 602 фирмы LECO в исходном состоянии и после облучения из ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы. Результаты концентрации водорода приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Результаты концентрации водорода в титановом сплаве VT1-0 до и после ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы

Образцы Ti	Концентрация, ppm
Ti _{Исходный}	74.7
Ti _{ПИИИ1}	502.5
Ti _{ПИИИ2}	236.9
Ti _{ВЧР}	603.2

Как видим из результатов, содержание водорода в образцах после насыщения в ВЧР-плазме больше (на 17 %) по сравнению с содержанием водорода после ПИИИ при подобранных по максимуму содержания водорода режимах насыщения и внедрения. Указанные различия по содержанию водорода в образце титане можно объяснить следующим образом:

- при внедрении водорода методом ПИИИ ускоренные ионы водорода протерпевает сильное обратное рассеяния (из-за большой разницы масс между атомами титана и водорода), и в основном захватывается поверхностными и приповерхностными дефектами, которые образуются при имплантации, так что водорода в образец проникает мало;

- при насыщении водородом из ВЧР-плазмы образец погружается в плазму, при этом на образец не подается потенциал и он не заземлён. Поверхность образца постоянно «омываются» потоком плазмы, ионы и атомы водородной плазмы легко захватываются дефектами поверхности и диффундируют в объём образца под действием градиента их концентрации и температуры образца.

3.3.3. Послойное распределение элементов в сплаве титана ВТ1-0 после ПИИИ и ВЧР плазмы

На рисунке 3.4 приведены профили распределения элементов в образцах титанового сплава ВТ1-0 до и после ПИИИ и насыщения из ВЧР-плазмы в разных режимах внедрения и насыщения (таблица 3.1). В исходном образце высокое содержания водорода составляет на глубинах 0,25 мкм со спадом до 0,45 мкм (рис. 3.4а). На образце $Ti_{ВЧР}$ после ВЧР-плазмы глубина высоких содержания водорода составляет 0,8 мкм со спадом до 1,2 мкм (рис. 3.4б). После ПИИИ титановых образцов (рис. 3.4в,г,д,е) в разных режимах имплантации максимальная глубина высоких содержания водорода составляет 0,5 мкм со спадом до 0,7 мкм.

Таким образом, насыщения из ВЧР-плазмы приводит к значительному обогащению до глубины 1.2 мкм, при внедрении водорода методом ПИИИ, эта глубина составляет 0.6 мкм. Такое распределения водорода по глубине после ПИИИ можно объяснить тем что, водород преимущественно накапливается на поверхностных и приповерхностных дефектах, образующихся после ПИИИ. Соответственно количество дефектов после ПИИИ уменьшается с увеличением глубины материала.

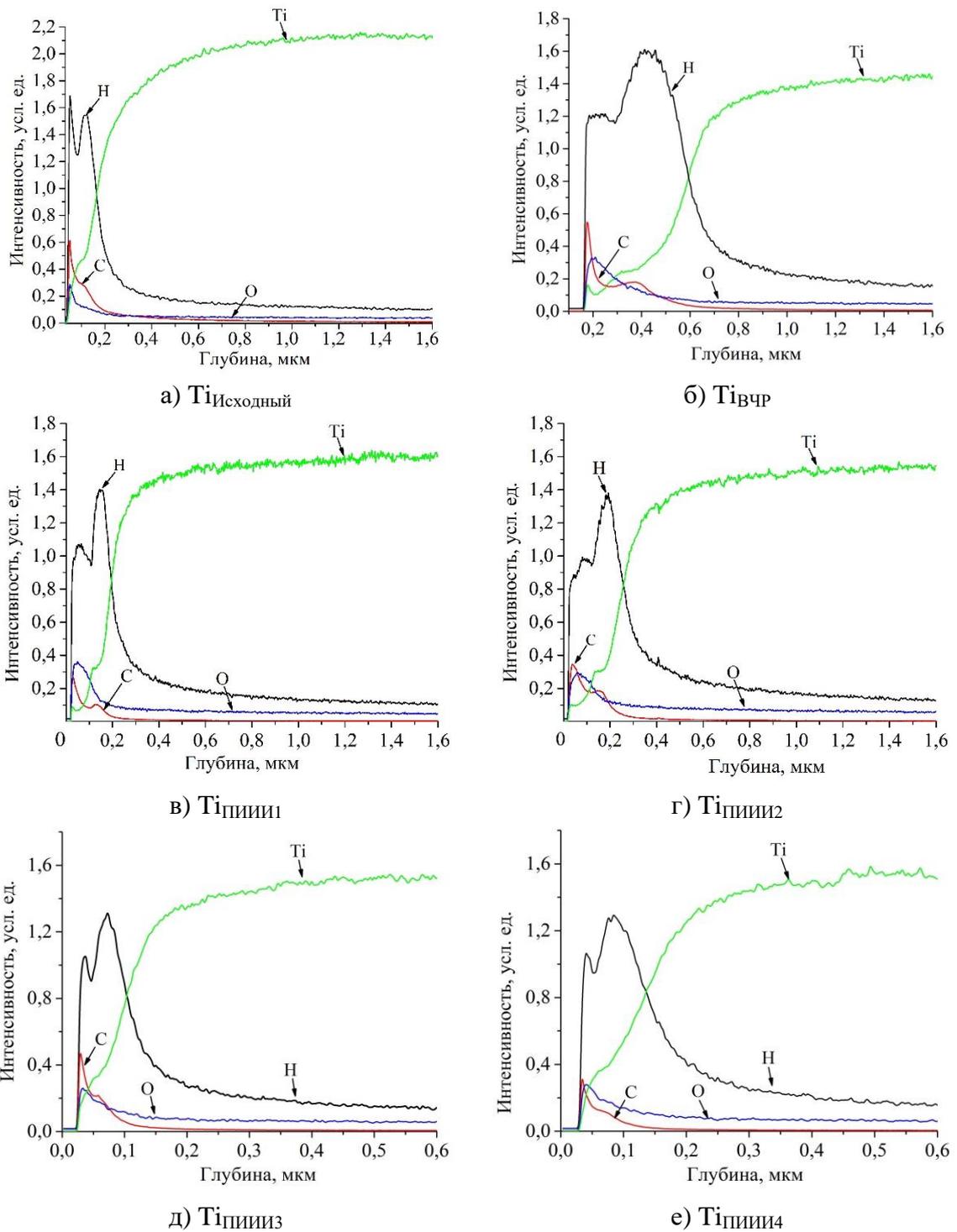


Рисунок 3.4 – Профиль распределения элементов в образцах титанового сплава ВТ1-0 до и после ПIII и ВЧР-плазмы.

У данных образцов содержание водорода меньше (на 17 %) по сравнению с ВЧР-плазмой. После ВЧР-плазмы водород диффундирует большие глубины, за счет градиента их концентрации и температуры образца и захватываются дефектами поверхности и диффундируют в объём образца.

3.3.4. Температурные спектры газовой выделенной из образцов после ПИИИ и ВЧР плазмы

На рисунке 3.5 представлены спектры ТСГВ водорода и водород содержащих молекул из исходного образца.

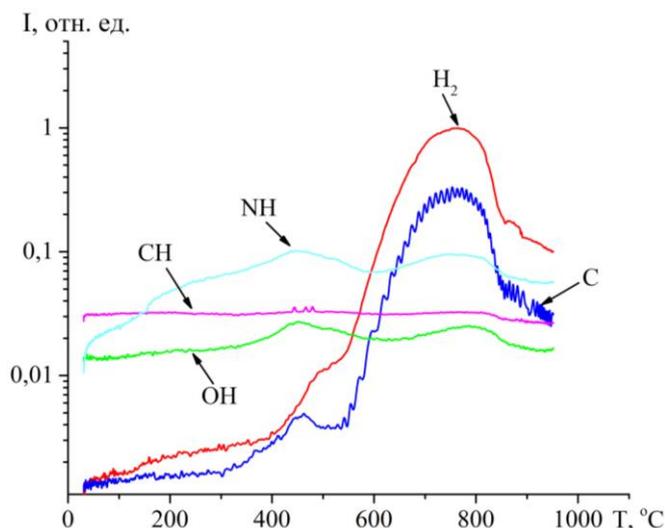


Рисунок 3.5 – Спектры ТСГВ изотопов водорода и других водород содержащих молекул из исходного образца $T_{\text{Исходный}}$.

На рисунках 3.6 и 3.7 приведены спектры ТСГВ водорода и водород содержащих молекул из образцов титанового сплава ВТ1-0 ($T_{\text{ПИИИ1}}$, $T_{\text{ПИИИ2}}$) облученного высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы.

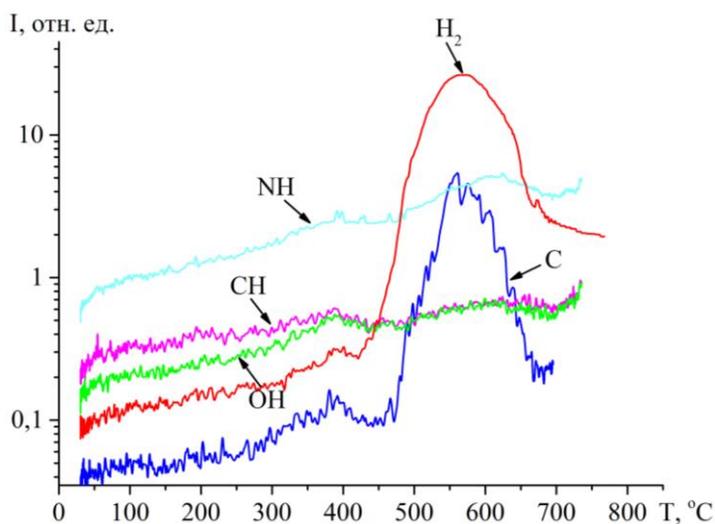


Рисунок 3.6 – Спектры ТСГВ изотопов водорода и других водород содержащих молекул из образцов $T_{\text{ПИИИ1}}$, облученного ионами водорода из газоразрядной плазмы.

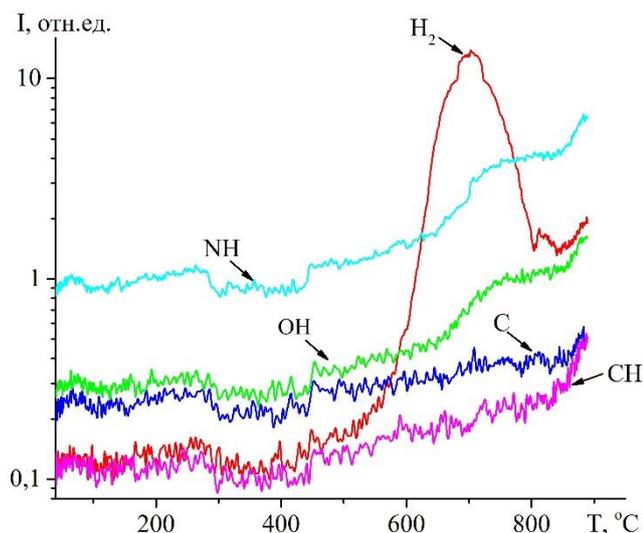


Рисунок 3.7 – Спектры ТСГВ изотопов водорода и других водород содержащих молекул из образцов Ti_{III2} , облученного ионами водорода из газоразрядной плазмы.

На рисунке 3.8 приведены спектры ТСГВ водорода и водород содержащих молекул из образца титанового сплава ВТ1-0 после насыщения из ВЧР-плазмы.

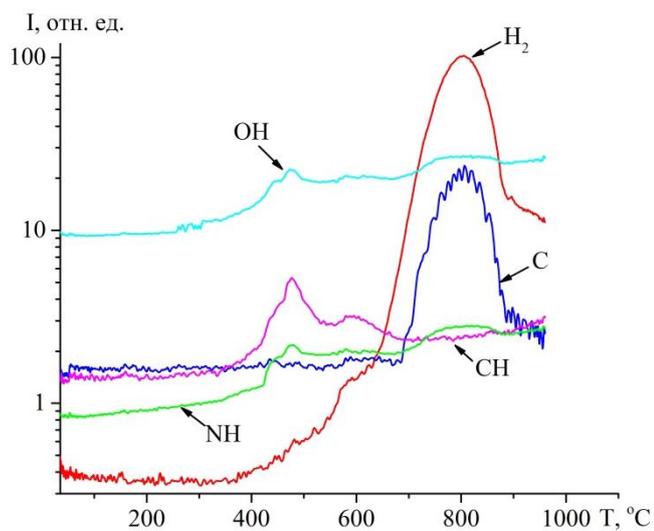


Рисунок 3.8 – Спектры ТСГВ изотопов водорода и других водород содержащих молекул из образца Ti_{VCR} насыщенного в водородной плазме ВЧР.

Качественное (визуальное) сравнение кривых, принадлежащих одним и тем же молекулам и (или) атомам до и после ПИИИ и ВЧР-плазмы показывает, что:

а) на исходном образце соответственно интенсивность выделяемых газов до 1 отн. ед. (рис. 3.5), после ПИИИ в зависимости от режима имплантации, на образцах Ti_{PIII1} , Ti_{PIII2} (рис. 3.6–3.7) интенсивность выделяемых газов

значительно различаются, после ВЧР-плазмы интенсивность выхода газов значительно выше по сравнению с ПИИИ около 100 отн. ед.;

б) величина выхода молекул по отношению к водороду также сильно различаются в зависимости от способа внедрения водорода. Здесь видно, что больше всего по отношению к водороду молекул выходит после насыщения ВЧР-плазме.

Более подробный анализ можно сделать, используя таблицу 3.5, в которой представлены относительные величины выходов водорода (H), углерода (C) и водородсодержащих молекул CH, NH, OH, полученные интегрированием кривых рисунков 3.5–3.8, с использованием инструментов пакета ORIGIN 9.1.

На рисунке 3.9 представлены спектры термостимулированного газовыделения изотопа водорода (ТСГВ) H_2 из образцов титанового сплава BT1-0 до и после внедрения двумя методами: исходный образец (кривая 1 – $T_{i\text{Исходный}}$); облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы при разных параметрах внедрения (2 – $T_{i\text{ПИИИ1}}$, 3 – $T_{i\text{ПИИИ2}}$) ($T_{i\text{ПИИИ1}}$: плотность тока – 0.11 A/cm^2 , доза – $7.4 \cdot 10^{20}$ ион/ cm^2 , температура образца – $360 \text{ }^\circ\text{C}$ и $T_{i\text{ПИИИ2}}$: плотность тока – 0.17 A/cm^2 , доза – $1.1 \cdot 10^{21}$ ион/ cm^2 , температура образца – $390 \text{ }^\circ\text{C}$); из плазмы ВЧР (кривая 4 – $T_{i\text{ВЧР}}$): давление в плазменном реакторе – $\sim 10^{-1}$ торр, температура образца – $400 \text{ }^\circ\text{C}$, время насыщения – 95 мин.

В температурном спектре исходного образца $T_{i\text{Исходный}}$ (рис.3.9, кривая 1) соответственно низкоинтенсивный пик который соответствует температуре $736 \text{ }^\circ\text{C}$, при энергии активации 2.9 эВ . В температурном спектре водорода из образца $T_{i\text{ПИИИ1}}$ (рис.3.9, кривая 2) наблюдается два пика, один низко интенсивный, соответствующий температуре $400 \text{ }^\circ\text{C}$ и один высоко интенсивный при температуре пика $567 \text{ }^\circ\text{C}$. Что соответствует энергии активации десорбции 1.9 эВ и 2.4 эВ . Это указывает на то, что в этих образцах при облучении формируются, как минимум 2 типа водородных

ловушек. При десорбции водорода из образца $Ti_{ПИИИ2}$ наблюдается пик, который соответствует температуре $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, при энергии активации 2.8 эВ . Столь разное поведение спектров 2, 3 обусловлено более высокой внедренной дозой и температурой облучения. На 4-м спектре пик соответствует температуре $803\text{ }^{\circ}\text{C}$, при энергии активации десорбции 3.1 эВ . Здесь по видимому водород захвачен дефектами в объеме образца. Отличие поведения кривой 4 от 2 и 3, объясняется по-видимому механизмом внедрения водорода, состоящим в следующем. При облучении низкоэнергетичными ионами водорода из газоразрядной плазмы, большая часть ионов рассеивается на поверхности и в объем не проходит. Это можно объяснить тем что, при ПИИИ образуется поверхностные и приповерхностные дефекты (дислокации, вакансионные кластеры) которые являются ловушками водорода. Плазма ВЧР «омывает» при тепловых энергиях поверхность образца и водород захватывается дефектами поверхности с последующей диффузией на дефекты объема.

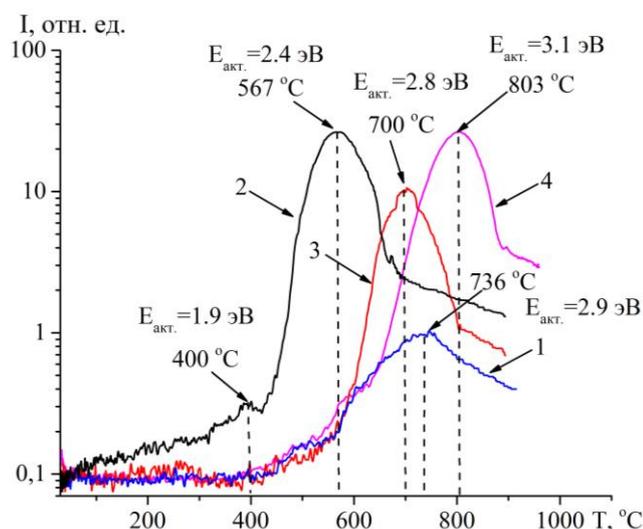


Рисунок 3.9 – Спектры ТСГВ H_2 из образцов титанового сплава VT1-0 до и после ПИИИ и ВЧР-плазмы: 1 – $Ti_{\text{Исходный}}$, 2 – $Ti_{\text{ПИИИ1}}$, 3 – $Ti_{\text{ПИИИ2}}$; 4 – $Ti_{\text{ВЧР}}$.

Существенные различия в спектрах ТСГВ объясняются образованием различного типа ловушек при существенно разных параметрах имплантации при ПИИИ и насыщении из ВЧР-плазмы. Предполагается что, при $400, 567$ и $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ – водород захвачен на поверхностные и приповерхностные дефекты

(дислокации, границы зерен, вакансионные кластеры) [94-95], 803 °С – водород на дефектах в объеме образца.

Таблица 3.5 – Результаты интегрирования кривых ТСГВ, относительный выход I_i/I_H (где I_i – интегралы выходов С и водород содержащих молекул, I_H – интеграл выхода Н) в сравнении с концентрацией водорода в образцах (в ppm), полученных на установке RHEN602.

Образец	Значение интегрального выхода (усл. ед.) и относительно к Н выхода (отн. ед.)				
	Н	С	СН	НН	ОН
$T_{i\text{Исходный}}$	571	96	28	170	295
I_i/I_H	-	-	0.049	0,297	0,626
Концентрация водорода	74.7 ppm				
$T_{i\text{ПИИИ1}}$	3932	390	110	455	627
I_i/I_H	-	-	0.059	0.247	0.368
Концентрация водорода	502.5 ppm				
$T_{i\text{ПИИИ2}}$	1549	57	131	252	610
I_i/I_H	-	-	0.109	0.210	0.508
Концентрация водорода	236.9 ppm				
$T_{i\text{ВЧР}}$	4234	122	172	559	687
I_i/I_H	-	-	0.072	0.233	0.262
Концентрация водорода	603.2 ppm				

Из таблицы 3.5 видно что, как была отмечено выше из образца $T_{i\text{ВЧР}}$ после ВЧР-плазмы интегральные величины выхода Н (соответственно концентрация водорода) и водородсодержащих молекул (СН, НН, ОН) больше по сравнению ПИИИ. Кроме того, на образце $T_{i\text{ПИИИ1}}$ углерода больше всего по сравнению с другими образцами. А также по сравнению с образцом $T_{i\text{ПИИИ2}}$ интегральные величины выхода водорода (Н) и водородсодержащих молекул НН, ОН выше. Таким образом, можно сказать что, интенсивности выходов водорода, углерода и водород содержащие молекулы существенно различаются, это очевидно связано механизмом внедрение водорода и их параметров.

3.3.5. Структура образцов и топография их поверхности после ПИИИ и ВЧР плазмы

Микроструктура образцов $Ti_{\text{ПИИИ}}$ предварительно подвергнутые химическому травлению следующими составами: 5 мл HF, 3 мл HNO_3 , 50 мл H_2O , после облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы исследовалось методами оптической металлографии (микроскоп Метам ЛВ). На рисунке 3.10 показана микроструктура поперечного шлифа поликристаллического титана в исходном состоянии (при разных увеличениях), а также после ПИИИ, и ТСГВ. Как видно из рисунка в микроструктуре исходного образца наблюдается зерна с ограниченными криволинейными границами [96]. Микроструктуре после облучения высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы «ПИИИ» и после ТСГВ можно наблюдать что они не сильно отличаются, в обоих случаях образцы рекристаллизовались, и зерна сильно укрупнились, а также на правой стороне образца где подал пучок после ПИИИ (рис. 3.10 б) наблюдается следы термического воздействия, а после ТСГВ эти следы не наблюдаются.

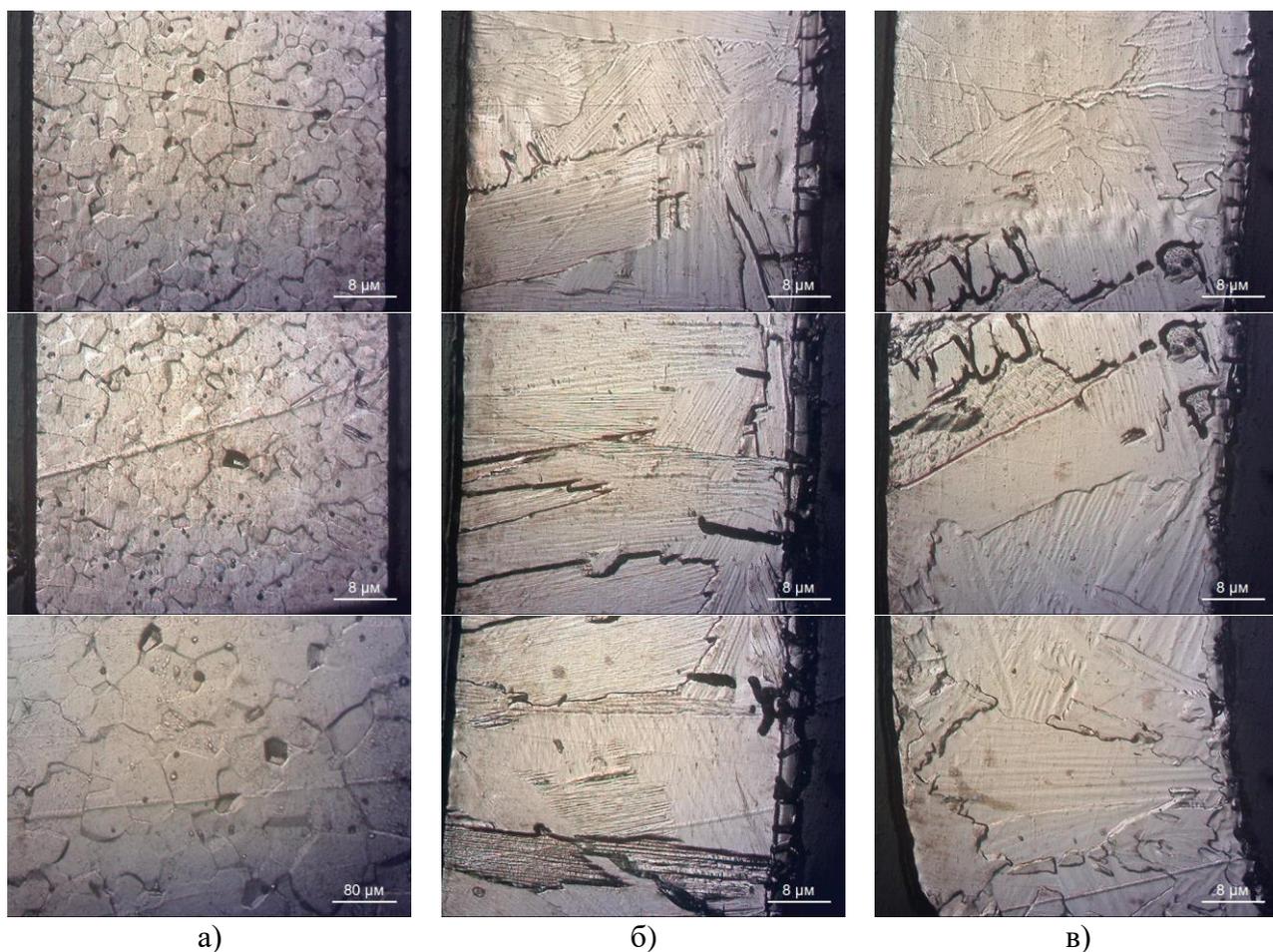


Рисунок 3.10 – Микроструктура образцов Ti_{PIIIIO} : а) исходном состоянии; б) после ПИИИ; в) после ТСГВ.

На рисунке 3.11 приведены микроструктура образцов титанового сплава VT1-0 до и после ПИИИ (в разных режимах облучения) и ВЧР-плазмы. На микроструктуре образца $Ti_{ВЧР}$ (рис. 3.11б) после ВЧР-плазмы, не наблюдается значительные изменения. Микроструктуре образца Ti_{PIIII} (рис. 3.11в) после имплантации выявились зерна (средний размер которого составляет 10-50 мкм), как будто после химического травления. На других образцах (рис. 3.11б,в,г) после имплантации выявления зерён не наблюдается, но наблюдается неравномерности, то есть поверхностные дефекты.

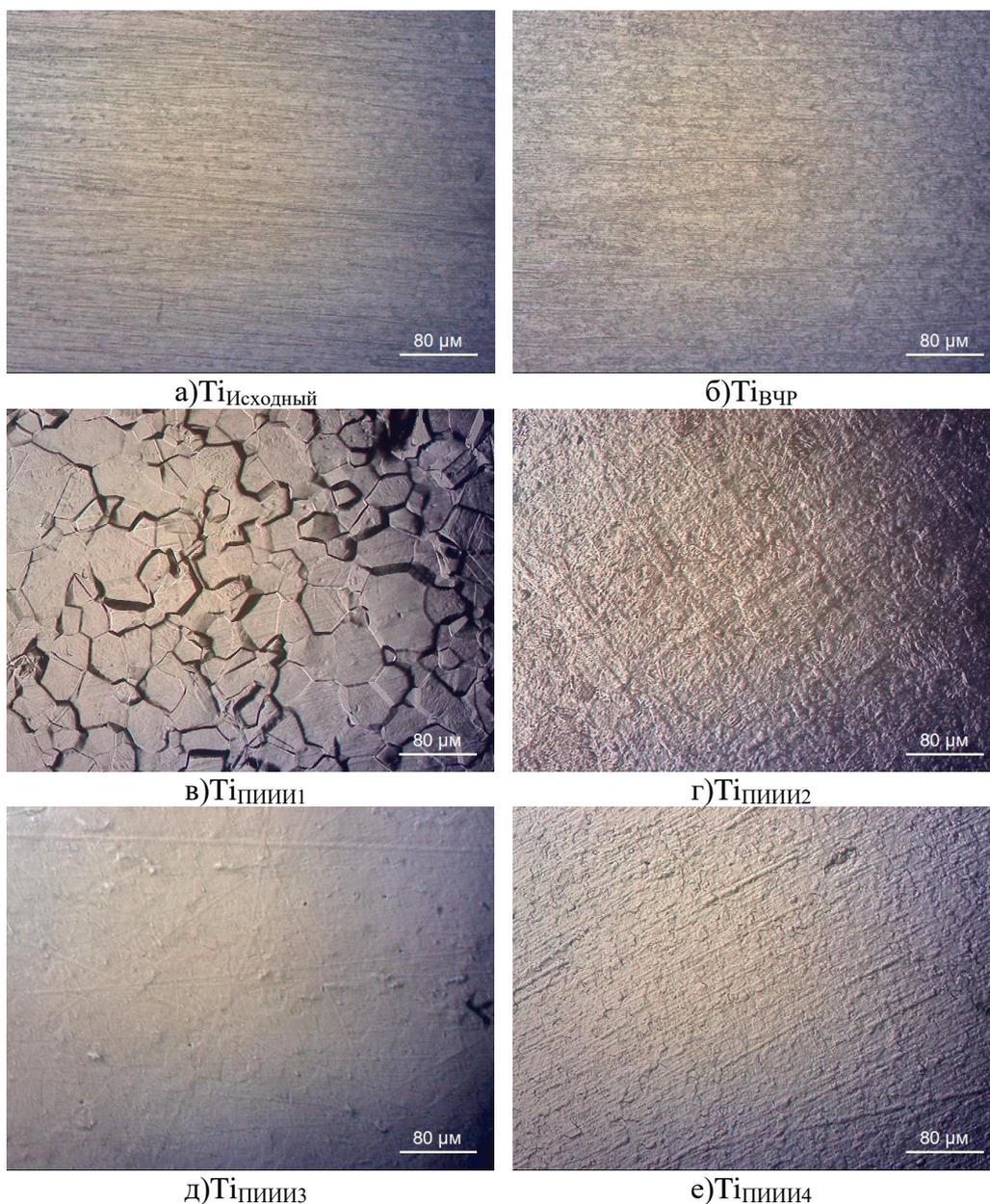


Рисунок 3.11 – Микроструктура образцов титанового сплава VT1-0 до и после ПИИИ и ВЧР-плазмы.

Таким образом, при ПИИИ титанового образца $Ti_{\text{ПИИИ}0}$ указанными параметрами облучения (табл. 3.1) приводит рекристаллизации микроструктуры и увеличению размеров зерен (рис. 3.10), также содержание водорода составляет 52 ppm, это даже меньше чем в исходном образце, т.е. это связано, очевидно с высокой температурой 800 °С и дозой облучения. При ПИИИ более низкой дозе в зависимости режимов имплантации наблюдается формирования различной микроструктуры.

Выводы

Из экспериментальных данных можно сделать следующие выводы:

- 1) Насыщение из ВЧР-плазмы титанового сплава VT1-0 приводит к значительному обогащению до глубины 1,2 мкм, при внедрении водорода методом ПИИИ эта глубина составляет 0,6 мкм; при этом содержание водорода в образцах после насыщения в ВЧР-плазме на 17 % больше, по сравнению с содержанием водорода после ПИИИ при подобранных по максимуму содержания водорода режимах насыщения и внедрения.
- 2) При ПИИИ водород захватывается преимущественно поверхностными и приповерхностными дефектами (дислокации, границы зерен, вакансионные кластеры); при насыщении из ВЧР-плазмы водород захватывается поверхностными дефектами и диффундирует вглубь образца.
- 3) Насыщение водородом из ВЧР-плазмы и облучения ПИИИ приводит к незначительному изменению кристаллических параметров и не приводит созданию гидридных фаз.

Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Темой магистерской работы является внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации (ПИИИ) и насыщение из плазмы высокочастотного разряда (ВЧР).

Целью данной работы является исследования механизмов накопления водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и насыщение из водородной плазмы высокочастотного разряда.

К потенциальным потребителям результатов исследования можно отнести университеты, научные центры и производства (в области ядерной, термоядерной и водородной энергетики).

ПИИИ – это метод модификации твердого тела путем внедрения ускоренных ионов из газоразрядной плазмы путем приложения высокого напряжения импульсного тока к образцу.

Насыщение из плазмы ВЧР – это метод насыщения твердых тел атомарным водородом с постепенным изменением температуры, при этом на образец не подается ускоряющий потенциал, т.е. образец «плавает» в водородной плазме.

В качестве конкурентов методов ПИИИ и насыщение из ВЧР-плазмы для внедрения водорода в титан (ф) могут выступать методы насыщения водородом из газовой среды (метод Сивертс) (к1) и из электролитов (к2).

Для оценки конкурентности использованы следующие критерии:

- 1) Повышение производительности изделий – путем применение новейших технологии улучшение свойств производимого материала;
- 2) Энергоэкономичность – затрата прибора на электрическую энергию;
- 3) Уровень шума – шум машины оказывает негативное влияние на здоровья человека, чем меньше уровень шума при осуществлении эксперимента, тем лучше метод;

4) Надежность – свойство объекта сохранять во времени в установленных пределах значения всех параметров, характеризующих способность выполнять требуемые функции в заданных режимах и условиях применения, технического обслуживания, ремонтов, хранения и транспортировки;

5) Безопасность – приборы и материалы возможно опасны для человека, например, методы ПИИИ и ВЧР-плазмы предполагает работу с вакуумными и ионно-плазменными устройствами, а также с баллонами;

6) Простота эксплуатации – эта критерия связана с количеством этапов проведения исследования;

7) Ремонтопригодность приборов – сложность ремонта приборов;

8) Потребность в материальных ресурсах – количество образцов, необходимое для проведения исследования и получения результатов;

9) Насыщения атомарным водородом из ВЧР-плазмы;

10) Простота анализа данных – количество данных, средство для анализа данных и количество информации, которые надо получить из данных при эксперименте методами ПИИИ- и ВЧР-плазмы;

11) Возможность облучения образцов методом ПИИИ в высоких плотностях тока;

12) Стоимость прибора для осуществления метода.

Целесообразно проводить данный анализ с помощью оценочной карты, пример которой приведен в таблице 4.1.

4.1. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений
(разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _Ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _Ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Повышение производительности изделий	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,35
2. Энергоэкономичность	0,18	4	3	4	0,8	0,51	0,54
3. Уровень шума	0,06	5	4	5	0,25	0,2	0,22
4. Надежность	0,1	5	4	4	0,5	0,3	0,3
5. Безопасность	0,09	4	4	4	0,40	0,37	0,37
6. Простота эксплуатации	0,06	5	3	4	0,30	0,26	0,28
7. Ремонтпригодность приборов	0,06	4	5	5	0,3	0,35	0,35
8. Потребность в материальных ресурсах	0,07	5	4	4	0,32	0,28	0,28
9. Насыщения атомарным водородом из ВЧР-плазмы	0,1	5	4	4	0,6	0,4	0,4
10. Простота анализа данных	0,06	5	4	4	0,22	0,2	0,2
11. Возможность облучения образцов методом ПИИИ в высоких плотностях тока	0,06	5	4	4	0,16	0,12	0,14
12. Стоимость установки для осуществления исследования	0,06	4	4	5	0,2	0,3	0,5
Итого	1	56	47	49	4,55	3,69	3,93

По итогам анализа, представленным в карте сравнения оценок конкурентных разработок технических решений, можно сделать вывод, что методы вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации и насыщение из плазмы высокочастотного разряда опережает своих конкурентов по многим показателям. А именно таким как возможность насыщения атомарным водородом из ВЧР-плазмы и облучения образцов методом ПИИИ в высоких плотностях тока, количество потребления энергии, безопасность, простота в эксплуатации и т.д.

4.2. SWOT-анализ

Таблица 4.2 –SWOT-анализ

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>С1.Актуальность темы.</p> <p>С2. Наличие необходимого оборудования для проведения эксперимента.</p> <p>С3.Заявленная энергоэффективность технологии.</p> <p>С3. Безопасность проведения исследований.</p> <p>С4.Наличие полученных результатов и выводов.</p> <p>С5. Внедрение водорода в материал из плазменной среды.</p> <p>С6.Квалифицированный персонал.</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>Сл1.Отсутствие тестирования технологии в реальных рабочих условиях</p> <p>Сл2.Отсутствие необходимого оборудования для проведения полного испытания опытного образца</p> <p>Сл3. Длительный срок тестирования опытного образца</p> <p>Сл.4. Длительный срок поставок материалов (образцов) для проведения научного исследования.</p>
<p>Возможности:</p> <p>В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ</p> <p>В2.Снижение таможенных пошлин на сырье и материалы, используемые при научных исследованиях</p> <p>В3.Решение фундаментальных задач исследования.</p> <p>В4.Исследования взаимодействия водорода с металлами.</p>	<p>СиВ:</p> <p>1.Исследования механизмов накопления и распределения водорода в титане при облучении высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и из водородной плазмы высокочастотного разряда даст возможность для разработки методов по предотвращению водородного охрупчивания.</p>	<p>СЛиВ:</p> <p>1.Использование инновационной инфраструктуры ТПУ для тестирования технологии в реальных рабочих условиях</p> <p>2.Приобретение необходимого оборудования для проведения испытаний опытного образца</p> <p>3.Сокращение срока тестирования опытного образца</p> <p>4. Детальная проработка эксперимента, с целью более эффективного использования оборудования и расходных материалов для снижения финансовых затрат</p>
<p>Угрозы:</p> <p>У1. Развитая конкуренция технологий производства.</p> <p>У2.Введение дополнительных государственных требований к сертификации технологии</p>	<p>СВиУ:</p> <p>1.Продвижение технологии с целью создания спроса</p> <p>2.Создание конкурентных преимуществ готовой технологии</p> <p>3.Сертификация и стандартизация технологии</p>	<p>СЛиУ:</p> <p>1.Приобретения необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца</p> <p>2. Продвижение технологии с целью создания спроса</p> <p>3.Создание конкурентных преимуществ готовой технологии</p> <p>4.Сертификация и стандартизация технологии</p>

Использование интерактивной матрицы помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей SWOT. Интерактивные матрицы проекта представлены в таблицах 4.3-4.6.

Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-».

Таблица 4.3 – Интерактивная матрица проекта

Возможности проекта		С1	С2	С3	С4	С5	С6
	В1	+	+	-	-	+	+
	В2	0	+	0	-	+	+
	В3	+	+	+	+	0	+
	В4	+	+	+	+	+	+

Таблица 4.4 – Интерактивная матрица проекта

Возможности проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4
	В1	0	+	-	-
	В2	0	+	+	+
	В3	+	+	+	+
	В4	+	+	+	+

Таблица 4.5 – Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта							
Угрозы проекта		С1	С2	С3	С4	С5	С6
	У1	+	+	+	-	-	-
	У2	-	-	0	+	+	+

Таблица 4.6 – Интерактивная матрица проекта

Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4
	У1	-	-	0	+
	У2	+	+	+	+

Таким образом, выполнив SWOT-анализ можно сделать вывод, что на данный момент преимущества используемых методов преобладают над его недостатками по сравнению с другими методами, при этом следует обратить внимание на следующие преимущества методов внедрения водорода из ПИИИ – облучения водородом при высоких плотностях тока и насыщения атомарным водородом из ВЧР-плазмы. А также возможность исследования процессов взаимодействия водорода с титаном при внедрении водорода из

плазменной среды. Эти сильные стороны позволяют в большой степени устранить угрозы.

4.3. Планирование научно-исследовательских работ

Таблица 4.7 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб.	Содержание работ	Должность исполнителя
Выдача задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследования	2	Подбор и изучение теории и материалов по теме	инженер
	3	Выбор направления исследования	инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	4	Разработка системы для облучения титана высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы и из водородной плазмы высокочастотного разряда.	инженер
Практические вопросы	5	Планирование проверки разработанной системы	Руководитель, инженер
Проектные работы	6	Исследование исходного образца	инженер
	7	Облучения титана высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы	инженер
	8	Насыщение титана из водородной плазмы высокочастотного разряда.	
	9	Исследование облученных образцов методами систем металл-водород	инженер
Обсуждение результатов	10	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, инженер
	11	Определение целесообразности проведения НИР	Руководитель инженер
Оформление отчета	12	Составление пояснительной записки	инженер
Защита отчета	13	Подготовка защиты ВКР	инженер

4.3.1. Разработка графика проведения научного исследования

Для выполнения научных исследований была сформирована рабочая группа, в состав которой входили преподаватель и инженер (магистр). По каждому виду работу устанавливалась соответствующая должность исполнителя.

Важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования. Ожидаемое значение трудоемкости:

$$t_{ожі} = \frac{3t_{min} + 2t_{maxі}}{5}, \quad (4.1)$$

где, $t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы;

t_{min} – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы;

$t_{maxі}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы.

Для обоснованного расчета заработной платы необходима продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p :

$$T_{pi} = \frac{t_{ожі}}{ч_i}, \quad (4.2)$$

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

Группа процессов планирования состоит из процессов, осуществляемых для определения общего содержания работ, уточнения целей и разработки последовательности действий, требуемых для достижения данных целей.

В рамках планирования научного проекта необходимо построить календарный график проекта. Для планирования НТИ была выбрана диаграмма Ганта. Она представляет собой тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{кал}, \quad (4.3)$$

Коэффициент календарности:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{365}{365 - 105 - 13} = 1,48$$

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.

Все рассчитанные значения представлены в таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Временные показатели проведения научного исследования

Название	Трудоемкость работ			Исполнители	Длительность работ в рабочих днях T_{pi}	Длительность работ в календарных днях T_{ki}
	t_{\min} , чел-дни	$t_{\max i}$	$t_{ожi}$			
1	1	2	1,4	Руководитель	1,4	2
2	12	20	15,2	инженер	15,2	23
3	2	5	3,2	инженер	3,2	5
4	4	7	5,2	инженер	5,2	8
5	4	7	5,2	Руководитель, инженер	2,6	4
6	5	8	6,2	инженер	6,2	10
7	7	12	9	инженер	9	14
8	6	11	8	инженер	8	13
9	12	18	14,4	инженер	14,4	25
10	1	2	1,4	Руководитель, инженер	0,7	1
11	3	5	3,8	Руководитель инженер	1,9	3
12	7	12	9	инженер	9	14
13	7	12	9	инженер	9	14

График строится в виде таблицы 4.9 с разбивкой по месяцам за период времени полтора выполнения научного проекта. При этом работы на графике выделены различной штриховкой в зависимости от исполнителей, ответственных за ту или иную работу.

Таблица 4.9 –Календарный план-график проведения НИРМ по теме

Этапы и подэтапы	Содержание работ	Т _к , кал. дн.	Время выполнения работ											
			Февр.		Март		Апрель		Май		Июнь			
1	1	2	■											
2	2	23	■											
	3	5	■											
3	4	8	■											
4	5	4			■									
5	6	10			■									
	7	14			■		■							
	8	13					■							
	9	25					■							
6	10	1					■							
	11	3					■							
7	12	14					■							
	13	14					■							
Итого дней		136												

4.4. Бюджет научного исследования

Сырье, материалы, покупные изделия (за вычетом отходов)

Таблица 4.10 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Спирт	100 мл (90 %)	2	45	90
Двухсторонний скотч		1	70	70
Абразивная бумага для полировки	Диаметр 300 мм	80	500	40000
Клей эпоксидный универсальный ЭДП	140 гр.	1	135	135
Всего за материалы				40295
Транспортно-заготовительные расходы (5 %)				2014,7
Итого по статье См				42309,7

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В ходе выполнения НТИ никакое дополнительное оборудование для проведения исследований не было приобретено. Все использованное оборудование являлось собственностью кафедры. Необходимо рассчитать амортизационные отчисления для использованных оборудования.

Амортизационное отчисление рассчитывается по следующей формуле:

$$A = \frac{C_{\text{перв}} \times N_a}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}} \cdot 100} \cdot T_{\text{раб-обор}}, \quad (4.4)$$

где $C_{\text{перв}}$ – первоначальная стоимость оборудования;

N_a – норма амортизационных отчислений (в процентах);

$T_{\text{раб-обор}}$ – количество рабочих дней использования оборудования.

В этапе научной работы 7 была использована установка для облучения титана высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы. Из таблицы 9 получено:

$$T_{\text{раб-обор}} = 9$$

$$A = \frac{6500000 \times 10 \%}{365 - 105 - 13 \cdot 100} \cdot 9 = 236,84 \text{ руб}$$

В этапе научной работы 8 была использована установка для насыщения из водородной плазмы ВЧР. Из таблицы 9 получено:

$$T_{\text{раб-оборот}} = 6,2$$

$$A = \frac{1500000 \times 10 \%}{365 - 105 - 13 \cdot 100} \cdot 6,2 = 37,65 \text{ руб}$$

В этапах научной работы 9 были использованы установки:

- Анализатор водорода RHEN 602 фирмы LECO ($T_{\text{раб-оборот}} = 3,4$);
- Установка для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовыделения ($T_{\text{раб-оборот}} = 4,8$);
- Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S ($T_{\text{раб-оборот}} = 3,4$);
- Оптическая спектрометрия тлеющего разряда «GD-Profilер2» ($T_{\text{раб-оборот}} = 2,8$).

Таким образом, амортизационное отчисление для анализатора водорода RHEN 602 фирмы LECO:

$$A = \frac{7000000 \times 10 \%}{365 - 105 - 13 \cdot 100} \cdot 3,4 = 96,36 \text{ руб}$$

Для установки для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовыделения:

$$A = \frac{2000000 \times 10 \%}{365 - 105 - 13 \cdot 100} \cdot 4,8 = 38,87 \text{ руб}$$

Для рентгеновского дифрактометра «XRD-700S:

$$A = \frac{900000 \times 10 \%}{365 - 105 - 13 \cdot 100} \cdot 3,4 = 12,39 \text{ руб}$$

Для оптической спектрометрии тлеющего разряда «GD-Profilер2»:

$$A = \frac{8500000 \times 10 \%}{365 - 105 - 13 \cdot 100} \cdot 2,8 = 96,36 \text{ руб}$$

Амортизационное отчисление оборудования приведены в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Амортизационное отчисление оборудования

№	Наименование	Первоначальная цена $C_{перв}$, руб.	Норма амортизационных отчислений H_a , %	Количество рабочих дней использования оборудования $T_{раб-обор}$	Амортизационное отчисление, руб
1	Установка для облучения титана высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов водорода низкой энергии из газоразрядной плазмы	6 500 000	10	9	236,84
2	Установка для насыщения из водородной плазмы ВЧР	1 500 000	10	9	37,65
3	Анализатор водорода RHEN 602 фирмы LECO	7 000 000	10	3,4	96,36
4	Установка для изучения термо- и радиационно-стимулированного газовыделения	2 000 000	10	4,8	38,87
5	Рентгеновский дифрактометр «XRD-7000S»	900 000	10	3,4	12,39
6	Оптическая спектрометрия тлеющего разряда «GD-Profilер2»	8 500 000	10	2,8	96,36
Итого					518,47

Основная заработная плата

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением проекта, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату.

$$C_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.5)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата;

$Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата.

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{раб}}, \quad (4.6)$$

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

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

$Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}}, \quad (4.7)$$

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

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 24 раб. дня $M = 11.2$ месяца, 5-дневная неделя; при отпуске в 48 раб. дней $M = 10.4$ месяца, 6-дневная неделя;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (табл.4.12).

Таблица 4.12 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	53	105
- праздничные дни	13	13
Потери рабочего времени		
- отпуск	48	24
- невыходы по болезни	–	–
Действительный годовой фонд рабочего времени	251	223

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{ок}} \cdot K_{\text{р}}, \quad (4.8)$$

где $Z_{\text{ок}}$ – заработная плата по окладу, руб.;

k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Руководителем данной научно-исследовательской работы является сотрудник с должностью профессора и ученой степенью доктор технических наук, заработная плата по окладу которого составляет 36800 рублей.

$$Z_m = Z_{ок} \cdot k_p = 36800 \cdot 1,3 = 47840 \text{ руб.}$$

Следовательно, можно получить среднедневную заработную плату научного руководителя:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} = \frac{47840 \cdot 10,4}{251} = 1982 \text{ руб.}$$

А основная заработная плата ($Z_{осн}$) руководителя:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_{раб} = 1982 \cdot 6,6 = 13081 \text{ руб.}$$

Инженер получает оклад, равный 9489 руб./месяц. Среднедневная зарплата составляет:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} = \frac{9489 \cdot 1,3 \cdot 11,2}{223} = 619,55 \text{ руб.}$$

Основной заработок инженера, за время преддипломной практики, равен:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_{раб} = 619,55 \cdot 75,6 = 46837,98 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10–15 % от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{доп} = K_{доп} \cdot Z_{осн}, \quad (4.9)$$

где $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата, руб.;

$K_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной зарплаты;

$Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.

Дополнительная заработная плата руководителя:

$$Z_{\text{доп}} = K_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} = 0,12 \cdot 13081 = 1569,72 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата инженера:

$$Z_{\text{доп}} = K_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} = 0,12 \cdot 46837,98 = 5620,56 \text{ руб.}$$

Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды:

$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}})$, где $k_{\text{внеб}} = 27,1$ % коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Таблица 4.13 – Отчисления на социальные нужды

	Руководитель	Инженер
Зарплата	14650,72	52458,54
Отчисления на социальные нужды	3970,34	14216,26

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. Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = K_{\text{накл}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}), \quad (4.10)$$

где $K_{\text{накл}}$ – Накладные расходы в ТПУ составляют 16 % от суммы основной и дополнительной зарплаты работников, участвующих в выполнении темы.

Для научного руководителя накладные расходы:

$$C_{\text{накл}} = K_{\text{накл}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,16 \cdot (13081 + 1569,72) = 2344,11 \text{ руб.}$$

Для инженера накладные расходы:

$$C_{\text{накл}} = K_{\text{накл}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) = 0,16 \cdot (46837,98 + 5620,56) = 8393,36 \text{ руб.}$$

Полученный расчет бюджета затрат представлен в таблице 4.14.

Таблица 4.14 – Расчет бюджета затрат.

Наименование статьи	Научный руководитель, руб.	Инженер, руб.	Итого, руб.
Материальные затраты	-	42309,7	42309,7
Амортизационное отчисление оборудования	-	518,47	518,47
Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	13081	46837,98	59918,98
Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	1569,72	5620,56	7190,28
Отчисления на социальные нужды	3970,34	14216,26	18186,60
Накладные расходы	2344,11	8393,36	10737,47
Бюджет затрат	20965,17	175224,96	138861,5

4.5. Организационная структура проекта

Организационная структура проекта представляет собой временное структурное образование, создаваемое для достижения поставленных целей и задач проекта и включающее в себя всех участников процесса выполнения работ на каждом этапе.

Данной исследовательской работе соответствует функциональная структура организации. То есть организация рабочего процесса выстроена иерархически: у каждого участника проекта есть непосредственный руководитель, сотрудники разделены по областям специализации, каждой группой руководит компетентный специалист (функциональный

руководитель). Организационная структура научного проекта представлена на рисунке 4.1.

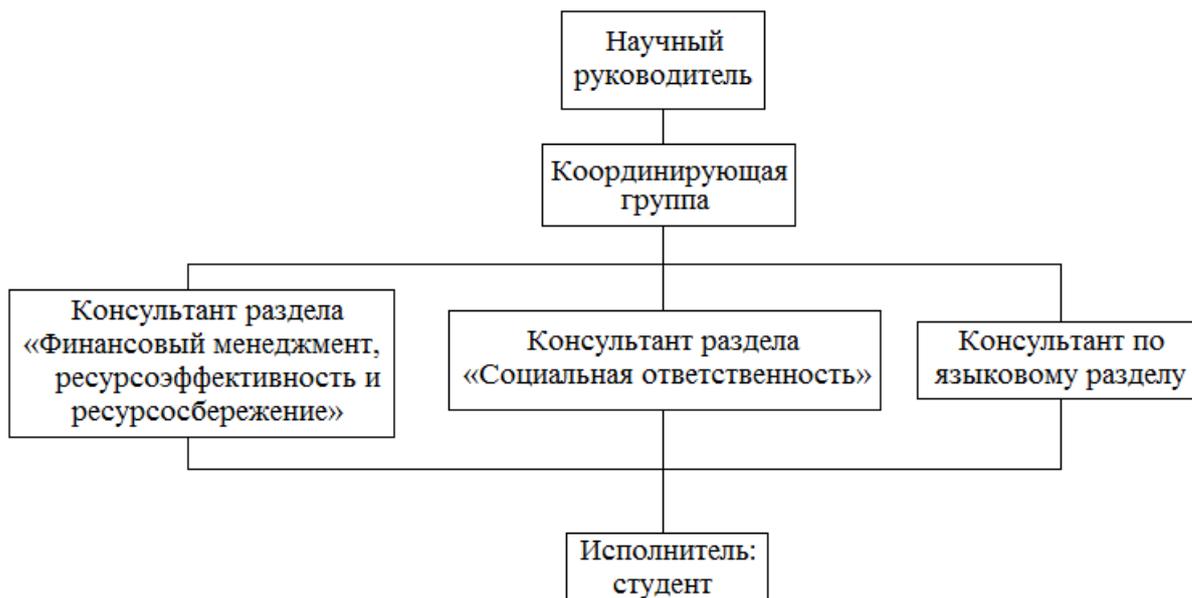


Рисунок 4.1 – Организационная структура научного проекта

4.6. Матрица ответственности

Степень ответственности каждого члена команды за принятые полномочия регламентируется матрицей ответственности. Матрица ответственности данного проекта представлена в таблице 4.15.

Таблица 4.15– Матрица ответственности

Этапы проекта	Научный руководитель	Консультант раздела «Финансовый менеджмент»	Консультант раздела «Соответственность»	Консультант по языковому разделу	Магистр
Составление и утверждение технического задания	О				
Подбор и изучение теории и материалов по теме	С				И
Выбор направления исследования	О				
Проверочный эксперимент					И
Исследование исходного образца					И
Исследование образцов, после облучение высокоинтенсивными импульсно – периодическими пучками ионов низкой энергии и из водородной плазмы высокочастотного разряда.					И
Выполнение оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения		С			И
Выполнение раздела по социальной ответственности			С		И
Выполнение перевода части работы на английский язык				С	И
Оценка эффективности полученных результатов	С				И
Определение целесообразности проведения НИР	С				И
Составление пояснительной записки	С				И
Подготовка защиты ВКР	О				И

Степень участия в проекте характеризуется следующим образом:

- 1) ответственный (О)– лицо, отвечающее за реализацию этапа проекта и контролирующее его ход;
- 2) исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта.
- 3) Утверждающее лицо (У) – лицо, осуществляющее утверждение результатов этапа проекта (если этап предусматривает утверждение);
- 4) согласующее лицо (С) – лицо, осуществляющее анализ результатов проекта и участвующее в принятии решения о соответствии результатов этапа требованиям.

4.7. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

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

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета, с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по формуле 4.11.

$$I_{\Phi}^p = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}}, \quad (4.11)$$

где I_{Φ}^p – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i-го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Так как разработка имеет одно исполнение, то

$$I_{\Phi}^p = \frac{\Phi_p}{\Phi_{max}} = \frac{138861,5}{170591,56} = 0,81$$

Для аналогов соответственно:

$$I_{\Phi}^{a1} = \frac{\Phi_{a1}}{\Phi_{max}} = \frac{170591,56}{170591,56} = 1$$

$$I_{\Phi}^{a2} = \frac{\Phi_{a2}}{\Phi_{max}} = \frac{147651,8}{170591,56} = 0,87$$

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное удешевление стоимости разработки в разгах (значение меньше единицы, но больше нуля). Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p, \quad (4.12)$$

где I_m^a – интегральный показатель ресурсоэффективности для аналога;

I_m^p – интегральный показатель ресурсоэффективности для разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го параметра;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i -го параметра для аналога и разработки,

устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности рекомендуется проводить в форме таблицы, пример которой приведен ниже.

Таблица 4.16 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
1. Повышение производительности изделий	0,2	5	4	3
2. Энергоэкономичность	0,4	4	3	4
3. Насыщения атомарным водородом из ВЧР-плазмы	0,05	5	4	4
4. Возможность облучения образцов методом ПИИИ в высоких плотностях тока	0,3	5	3	4
5. Удобство в эксплуатации	0,05	5	3	4
ИТОГО	1	24	17	19

$$I_m^p = 5 * 0,2 + 4 * 0,4 + 0,05 * 5 + 0,3 * 5 + 0,05 * 5 = 4,7$$

$$I_1^A = 4 * 0,2 + 3 * 0,4 + 4 * 0,05 + 3 * 0,3 + 3 * 0,05 = 3,25$$

$$I_2^A = 3 * 0,2 + 4 * 0,4 + 4 * 0,05 + 4 * 0,3 + 4 * 0,05 = 3,8$$

Интегральный показатель эффективности разработки ($I_{финр}^p$) и аналога ($I_{фина}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле 4.13.

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p} \cdot I_{фина}^a = \frac{I_m^a}{I_\phi^a}, \quad (4.13)$$

В результате получим

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p} = \frac{4,7}{0,81} = 5,8$$

$$I_{финр}^{a1} = \frac{I_m^{a1}}{I_\phi^{a1}} = \frac{3,25}{1} = 3,25$$

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^{a2}}{I_\phi^{a2}} = \frac{3,8}{0,87} = 4,36$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта. Сравнительная эффективность проекта определяется по формуле 4.14.

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^P}{I_{\text{фина}}^a}, \quad (4.14)$$

где $\mathcal{E}_{\text{ср}}$ – сравнительная эффективность проекта;

$I_{\text{финр}}^P$ – интегральный показатель разработки;

$I_{\text{фина}}^a$ – интегральный технико-экономический показатель аналога.

Таким образом, получим:

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^P}{I_{\text{финр}}^{a1}} = \frac{5,8}{3,25} = 1,78$$

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^P}{I_{\text{финр}}^{a2}} = \frac{5,8}{4,36} = 1,33$$

В таблице 4.15 представлена сравнительная эффективность разработки.

Таблица 4.17 – Сравнительная эффективность разработки

№	Показатели	Аналог 1	Аналог 2	Разработка
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,87	0,81
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	3,25	3,8	4,7
3	Интегральный показатель эффективности	3,25	4,36	5,8
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,78	1,33	1

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет судить о приемлемости существующего варианта решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

Выводы

В данной главе был проведен расчет затрат на выполнение научно-исследовательской работы. В процессе формирования бюджета были использованы группировки по материальным затратам (42309,7 руб.), по амортизационному отчислению оборудования (578,47 руб.), затратам по основной заработной плате исполнителей (59918,98 руб.), затратам по дополнительной заработной плате (7190,28 руб.), отчислениям на социальные нужды (18186,60 руб.). Таким образом, всего бюджет составил 138861,5 руб. Основываясь на определении ресурсосберегающей, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования, проведя необходимый сравнительный анализ, можно сделать вывод о превосходстве выполненной разработки над аналогами. Полученные в ходе исследования результаты, могут быть использованы для дальнейших исследований систем металл-водород, а также имеет практическую ценность и в полной мере способствует решению многих фундаментальных задач.

Глава 5. Социальная ответственность

В связи с различными чрезвычайными ситуациями, происходящими на предприятии, соответственно очень важным является обеспечение безопасности рабочих мест на предприятии, и предотвращение возможных опасных ситуаций.

Для выполнения выпускной квалификационной работы по теме внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации и из плазмы высокочастотного разряда предполагает работу с вакуумными и ионно-плазменными устройствами, а также с баллонами. В соответствие с этим данная глава предполагает рассмотрение правил безопасной работы при выполнении основных этапов при внедрении водорода в титан, а также их последующего исследования. Рассмотрены условия работы с установкой, выделены опасные и вредные производственные факторы, а также существующие средства и методы защиты, описаны организационные и технические мероприятия, проводимые перед началом работы.

5.1. Вредные факторы проектируемой производственной среды

При проведении работ на установке возможно воздействие вредных факторов таких, как [98]:

- 1) Производственный шум.
- 2) Микроклимат.
- 3) Освещенность.

5.1.1. Производственный шум

При насыщении из водородной плазмы на установке «УНМ-02» [99] кафедры общей физики НИ ТПУ, одними из основных частей которой являются форвакуумный и турбомолекулярный насосы, создающие производственный шум. Воздействие шума в первую очередь влияет на

органы слуха, нервную и сердечно сосудистую систему [100]. В соответствии с ГОСТ 12.1.003-83 допустимый уровень шума при сосредоточенной умственной работе составляет 75 дБА. Зоны с уровнем звука или эквивалентным уровнем звука выше 80 дБА обозначены знаками безопасности по ГОСТ 12.4.026 [101].

Методы и средства коллективной защиты в зависимости от способа реализации подразделяются на строительно-акустические, архитектурно-планировочные и организационно-технические и включают в себя:

1. изменение направленности излучения шума;
2. рациональную планировку предприятий и производственных помещений;
3. акустическую обработку помещений;
4. применение звукоизоляции.

В качестве материала можно использовать минеральную вату, гипсокартон, стекловату, базальтовую вату, древесное волокно, вспененный полиэтилен и др.

Наиболее эффективны средства индивидуальной защиты, как правило, в области высоких частот. Средства индивидуальной защиты включают в себя противозумные вкладыши (беруши), наушники, шлемы и каски, специальные костюмы.

5.1.2. Микроклимат

При работе установки включены охлаждающие системы и одновременно с этим процессом происходит нагрев вакуумной камеры, что приводит к изменению микроклимата в помещении. Параметрами, характеризующими микроклимат, являются [102]:

1. температура воздуха;
2. относительная влажность воздуха;
3. скорость движения воздуха.

Выполняемые работы относятся к Iб категории работ. К данной категории относятся работы с интенсивностью энергозатрат 121–150 ккал/ч (140–174 Вт), производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением.

Температура наружных поверхностей технологического оборудования, ограждающих устройств, с которыми соприкасается в процессе труда человек, не превышает 45 °С.

Оптимальные и допустимые величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений представлены в таблицах 5.1–5.2.

Таблица 5.1 – Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Температура воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
холодный	19–22	40–65	≤ 0,1

Таблица 5.2 – Допустимые величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Температура воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
холодный	15–28	20–80	≤ 0,5

Для создания оптимальных метеорологических условий применяется кондиционер, который поддерживает оптимальные параметры микроклимата автоматически, независимо от меняющихся условий. В холодное время года для поддержания в помещении оптимальной температуры воздуха применяется отопление.

5.1.3. Расчет искусственной освещенности

Правильно спроектированное и рационально выполненное освещение производственных помещений оказывает положительное воздействие на работающих, способствует повышению эффективности и безопасности

труда, снижает утомление и травматизм, сохраняет высокую работоспособность.

Основной задачей данной части является определение требуемой мощности электрической осветительной установки для создания заданной освещенности.

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего (равномерного или локализованного) освещения и комбинированного (общего и местного) освещения. При учете особенностей процесса работ с установкой вихревого тока ЗМА (ТПУ, Россия) (не требует освещения для работ высокой точности) допускается применение системы общего равномерного освещения.

Длина помещения $A=6000$ мм, ширина $B=4200$ мм.

Выбираем лампу дневного света ЛХБ, световой поток которой равен $\Phi_{\text{лд}} = 3100$ Лм при мощности 40 Вт.

Выбираем светильники с люминесцентными лампами типа ОД-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1230 мм, ширина – 266 мм.

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , которая для люминесцентных светильников с защитной решёткой лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем $\lambda=1,1$.

Высота помещения: $H = 3600$ мм.

Расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 400$ мм.

Высота светильника над полом, высота подвеса:

$$h_n = H - h_c = 3600 - 400 = 3200 \text{ мм}$$

Высота рабочей поверхности над полом: $h_{\text{рп}} = 1000$ мм.

Расчетная высота, высота светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{\text{рп}} = 3200 - 1000 = 2200 \text{ мм}$$

Для двухламповых светильников ОД при одиночной установке или прерывных рядах из одиночных светильников в соответствии с

требованиями наименьшая допустимая высота подвеса над полом составляет 3,5 м. Рассчитанная величина $h = 2200$ мм не соответствует требованиям.

Расстояние между светильниками определяется как (5.1):

$$L = \lambda \cdot h = 1,1 \cdot 2,2 = 2,42 \text{ м} \quad (5.1)$$

Число рядов светильников в помещении (5.2):

$$N_b = B/L = 4,2/2,42 = 1,7 \approx 2 \quad (5.2)$$

Количество рядов светильников определим по формуле (5.3):

$$N_a = A/L = 6/2,42 = 2,5 \approx 3 \quad (5.3)$$

Общее число светильников:

$$N = N_a \cdot N_b = 3 \cdot 2 = 6 \quad (5.4)$$

Расстояние от крайних светильников до стены определяется по формуле:

$$l = L/3 = 2,42/3 = 0,8 \text{ м} \quad (5.5)$$

Число ламп в помещении:

$$N = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{\Phi_{ЛД} \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 25,2 \cdot 1,8 \cdot 1,1}{3100 \cdot 0,42} = 11,50 \approx 12 \quad (5.6)$$

Расчет искусственного освещения показал, что нужно 12 ламп для освещения, т.е. 6 светильников ОД-2-40.

Расчёт общего равномерного освещения. Для произведения расчёта общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности используется метод коэффициента светового потока, который учитывает световой поток, отражённый от потолка и стен. Световой поток лампы накаливания или группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле:

$$\Phi_{\Pi} = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 25,2 \cdot 1,8 \cdot 1,1}{12 \cdot 0,42} = 2970 \text{ Лм} \quad (5.7)$$

где E_H – нормируемая минимальная освещенность (лк); S – площадь освещаемого помещения (м^2); K_3 – коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника; для помещения с малым выделением пыли

принимается равным 1,5; z – коэффициент неравномерности освещения, отношение E_{cp}/E_{min} для люминесцентных ламп при расчётах берётся равным 1,1; N – число ламп в светильнике (шт); η – коэффициент использования светового потока (%).

Коэффициент использования светового потока показывает, какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность. Он зависит от индекса помещения, типа светильника, высоты светильников над рабочей поверхностью и коэффициентов отражения стен ρ_c и потолка $\rho_{п}$.

Индекс помещения определяется по формуле (5.8):

$$i = \frac{A \cdot B}{h \cdot (A + B)} = \frac{6 \cdot 4,2}{2,2 \cdot (6 + 4,2)} = 1,1 \quad (5.8)$$

Для коэффициентов отражения берутся приблизительные значения: $\rho_c = 50 \%$ и потолка $\rho_{п} = 30 \%$. Значения коэффициента использования светового потока светильников с люминесцентными лампами примем равным 53 %.

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10 \% \leq \frac{\Phi_{лд} - \Phi_{п}}{\Phi_{лд}} \leq 20 \%$$

$$\frac{\Phi_{лд} - \Phi_{п}}{\Phi_{лд}} \cdot 100 \% = \frac{3100 - 2970}{3100} \cdot 100 \% = 4,2 \%$$

Таким образом: $-10 \% \leq 4,2 \% \leq 20 \%$, необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

Для планирования расположения светильников нужно рассчитать расстояние между светильниками и расстояние от светильника до края помещения.

Расстояние между светильниками по длине помещения L_a определяется по формуле:

$$\frac{2 \cdot L_a + 3 \cdot 266 + 2 \cdot L_a}{3} = 6000 \text{ мм}$$

Электробезопасность должна обеспечиваться конструкцией электроустановок, техническими способами и средствами защиты. Электроустановки и их части выполнены таким образом, чтобы работающие не подвергались опасным и вредным воздействиям электрического тока и электромагнитных полей, и соответствовать требованиям электробезопасности.

Помещения разделяются на три класса опасности. Используемое помещение относится к классу с повышенной опасностью, так как в данном помещении возможно одновременное прикосновения человека к имеющей соединение с землей металлоконструкцией здания с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования, с другой стороны. В лаборатории находятся электрические установки с классами напряжения до 1 кВ, в которых, согласно ГОСТ12.1.038-82 ССБТ, предельно допустимые безопасные значения тока, напряжения и сопротивления не должны превышать значений $I < 0.1 \text{ А}$, $U < 36 \text{ В}$ и $R_{\text{заземл.}} < 4 \text{ Ом}$ соответственно [104].

Для предотвращения поражения электрическим током следует проводить следующие мероприятия:

1. содержать оборудование в работоспособном состоянии и эксплуатировать его в соответствии с нормативно-техническими документами;
2. своевременно проводить техническое обслуживание;
3. соблюдать технику безопасности при работе с оборудованием;
4. проводить инструктаж для работников.

В качестве мероприятий по обеспечению безопасности работы с электрооборудованием могут быть использованы:

1. изоляция токоведущих частей;
2. малое напряжение в электрических цепях;
3. защитное заземление, зануление, защитное отключение;
4. применение разделяющих трансформаторов;

5. использование оболочек и блокировок для предотвращения возможности случайного прикосновения к токоведущим частям и ошибочных действий или операций;

6. защитные средства и предохранительные приспособления.

Индивидуальные защитные средства подразделяются на основные и дополнительные. К основным защитным изолирующим средствам в установке до 1000 В относятся изолирующие штанги, клещи изолирующие и электроизмерительные указатели напряжения, диэлектрические перчатки, слесарно-монтажный инструмент с изолирующими рукоятками. К дополнительным изолирующим защитным средствам относятся средства, которые дополняют основные средства защиты, а также могут служить для защиты от напряжения прикосновения и шагового напряжения. Дополнительными защитными средствами в установках до 1000 В служат диэлектрические галоши, диэлектрические коврики, изолирующие подставки [105].

5.2.2. Пожаровзрывобезопасность

Согласно НПБ 105-03 используемое помещение относится к категории пожароопасной В4, т.е. в которых находятся горючие (деревянные столы и стулья) и трудногорючие жидкости, вещества и материалы (в том числе пыли и волокна), но удельная пожарная нагрузка на участке находится в интервале 1-180 МДж·м⁻².

Помещение, в котором находится установка, оснащено аварийными выходами, обеспечено средствами пожаротушения, сигнализацией оповещения пожара.

На рисунке 5.2 представлен план эвакуации 204 аудитории 3 корпуса, где находится установка УНМ-02 НИ ТПУ для насыщения из водородной плазмы. По плану видны основные эвакуационные выходы и огнетушители.

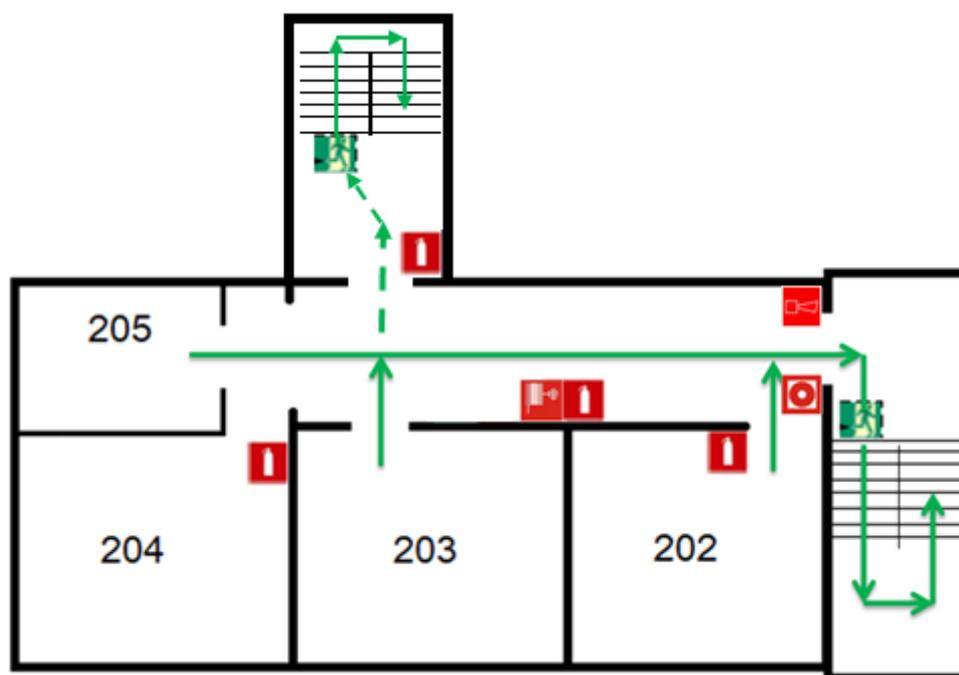


Рисунок 5.2 – План эвакуации из рабочего помещения

Работники допускаются к работе только после прохождения инструктажа о мерах пожарной безопасности, во всех помещениях вывешены таблички с указанием номера телефона вызова пожарной охраны и таблички с направлением пути эвакуации и план эвакуации.

В лаборатории расположены огнетушители порошковые ОП-4(з)-АВСЕ-02 (предназначен для тушения твердых, жидких и газообразных веществ и электроустановок до 1000 вольт) [106, 107].

Причинами возникновения пожара могут быть:

1. Нарушение правил эксплуатации электрического оборудования;
2. Курение в неустановленных местах;
3. Перегрузка электрических сетей;
4. Нарушение правил пожарной безопасности;
5. Неправильное хранение возгорающихся веществ.

При работе на установке используются баллоны с аргоном и азотом. Эксплуатация баллонов связана с рядом опасных факторов. Наполненный сжатым газом баллон обладает большой энергией, и если в нем образуется отверстие, то газ истекает из него с критической скоростью.

Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, находящихся под высоким давлением описаны. В целях безопасности, выполнены общие правила эксплуатации баллонов:

1. Баллоны установлены вертикально и надежно закреплены в таком положении металлическим хомутом, а также защищены от падения на них сверху каких-либо предметов.

2. Баллоны с газом, устанавливаемые в помещении находятся от радиаторов отопления и других отопительных приборов на расстоянии не менее 1 метра и от печей и других источников тепла с открытым огнем не менее 5 метров. При невозможности выдержать необходимое расстояние, необходимо применять защитные экраны, предохраняющие баллоны от местного разогрева, располагая баллон не ближе 0.1 м от экрана. Установленные баллоны также необходимо предохранять от действия солнечных лучей [108].

3. Выпуск газов из баллона производится через редуктор, предназначенный исключительно для данного газа и окрашенный в соответствующий цвет.

5.3. Промсанитария на рабочем месте

При выполнении выпускной квалификационной работы по теме внедрение водорода в титан методами вакуумной плазменно-иммерсионной ионной имплантации и из плазмы высокочастотного разряда предполагает работу с химическими веществами (углекислый газ, газообразный водород и т.п.). Химические вещества по определению представляют собой некоторую опасность, если неправильно их использовать и не соблюдать меры предосторожности. Чтобы точно знать, что можно ожидать от того или иного вещества, существуют классификации химических веществ по степени опасности. Согласно установленным требованиям ГОСТ 12.1.007-76 химические вещества разделены на четыре класса по уровню токсичности и их воздействию на живые организмы, в частности на людей и животных.

Класс опасности зависит от таких факторов, как предельно допустимая концентрация (ПДК), коэффициент возможности ингаляционного отравления (КВИО), средняя смертельная доза при нанесении на кожу или попадании в желудок. Еще один документ, регулирующий уровень опасности химических веществ, – это СанПиН 2.1.4. 1074-01.

По степени воздействия на организм вредные вещества подразделяются на четыре класса опасности:

- 1-й – вещества чрезвычайно опасные;
- 2-й – вещества высокоопасные;
- 3-й – вещества умеренно опасные;
- 4-й – вещества малоопасные.

Углекислый газ нетоксичен, но при вдыхании его повышенных концентраций в воздухе по воздействию на воздуходышащие живые организмы его относят к удушающим газам (англ.) русск. По ГОСТу (ГОСТ 8050-85) углекислота относится к 4-му классу опасности, ПДК 9000 мг/м³, 4000 ppm. Незначительные повышения концентрации, вплоть до 2–4 %, в помещениях приводят к развитию у людей сонливости и слабости [109].

Водород – бесцветный горючий газ без запаха. Плотность водорода при нормальных условиях – 0,0899 кг/м³, плотность по воздуху – 0,0695. Водород физиологически инертен, при высоких концентрациях вызывает удушье, коррозионно неактивен, при нормальных условиях химически малоактивен, термически устойчив. Химическая активность водорода увеличивается при повышении температуры, под действием ультрафиолетового и радиоактивного излучений. По ГОСТу (ГОСТ19433) класс опасности относится 2-му классу, подкласс 2.3, классификационный шифр 2311 [110].

5.4. Охрана окружающей среды

В настоящее время одним из важных вопросов в любой сфере деятельности является вопрос экологичности. Экологичность отхода

представляет собой способность отхода не оказывать отрицательного воздействия на окружающую среду за пределами допустимых значений.

В настоящий момент ведутся активные работы по переработке отходов, их утилизации или обеспечения повторного использования. Переработка является процессом деятельности, направленным на изменение физического, химического состояния отхода для дальнейшего обращения с отходами.

В данной работе отходами являются металлические порошки (алюминий, титан, медь), полученные вследствие чистки камеры и других компонентов установки.

Утилизация металлических отходов состоит из нескольких технологических операций, включающих в себя:

- демонтаж конструкций и сбор металлических отходов;
- транспортировку отходов на перерабатывающее предприятие;
- проверка металлических отходов (в т.ч. дозиметрическая);
- отделение отходов чёрных металлов от отходов цветных металлов;
- отделение различных примесей неметаллического характера;
- заключительный контроль отходов;
- Переработка.

5.5. Защита в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация (ЧС) – обстановка на определенной территории, сложившаяся в результате аварии, опасного природного явления, катастрофы, стихийного или иного бедствия, которые могут повлечь или повлекли за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей или окружающей природной среде, значительные материальные потери и нарушение условий жизнедеятельности людей. ЧС бывают техногенные и природные. Техногенные ЧС вызваны производственной деятельностью человека, в то время как природные ЧС возникают по причине природных явлений и процессов. Так, к техногенным чрезвычайным ситуациям

относятся пожары и взрывы на производстве, аварии с выбросом химически опасных или радиоактивных веществ и т.д. Природные ЧС могут возникнуть ввиду наводнения, заморозка, урагана и т.д. Рассмотрим две наиболее типичных чрезвычайных ситуации, которые могут произойти на предприятии.

Первый случай: остановка производства в результате сильных морозов.

Меры по предупреждению ЧС:

1. Повышение устойчивости системы электроснабжения. В первую очередь целесообразно заменить воздушные линии электропередач на кабельные (подземные) сети, использовать резервные сети для запитки потребителей, предусмотреть автономные резервные источники электропитания объекта (передвижные электрогенераторы).

2. Использование запасных автономных источников теплоснабжения, заглубления теплотрасс.

3. Обеспечение устойчивости систем водоснабжения (устройство дублирования водопитания, кольцевание системы, заглубление водопроводов, обустройство резервных емкостей и водохранилищ, очистка воды от вредных веществ и т.п.).

4. Обеспечение устойчивости системы водоотведения. Повышение устойчивости системы канализации достигается созданием резервной сети труб, по которым может отводиться загрязненная вода при аварии основной сети. Насосы, используемые для перекачки загрязненной воды, комплектуются надежными источниками электропитания.

Второй случай: диверсия. Для обеспечения безопасности работника, предотвращения хищений и проникновения посторонних лиц на предприятие следует использовать ряд мер безопасности:

1. Организовать контрольно-пропускной пункт.

2. Установить системы видеонаблюдения в производственных цехах, а также на всех входах и выходах из здания.

3. Установить оповещающие системы безопасности при несанкционированном проникновении на предприятие в нерабочее время.

5.6. Правовые вопросы обеспечения безопасности

К работе на установке УНМ-02 НИ ТПУ для насыщения из водородной плазмы допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинских противопоказаний, прошедшие обучение безопасности труда и инструктаж на рабочем месте. К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний, норм и правил работы с электроустановками, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы на установке, имеющие не менее III группы по электробезопасности.

Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности 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.

Выводы

В данной главе были рассмотрены условия работы с установкой, выделены опасные и вредные производственные факторы, а также существующие средства и методы защиты, описаны организационные и технические мероприятия, проводимые перед началом работы. Проведен расчет освещенности помещения, который удовлетворяет требуемым нормам общего равномерного освещения.

Заключение

В данной магистерской диссертации представлено исследование механизмы накопления водорода в титановый сплав ВТ1-0 при внедрении водорода методами ПИИИ и ВЧР-плазмы. В процессе исследования проведен литературный обзор про механизмы взаимодействия водорода с металлами, в частности с титаном, а также методы насыщения материалов водородом. В экспериментальной части работы продемонстрированы использованные установки для внедрения водорода, а также результаты исследования после внедрения водорода в титановый сплав ВТ1-0. Установлено, что насыщение водородом из ВЧР-плазмы титанового сплава ВТ1-0 приводит к обогащению до глубины 1,2 мкм, при внедрении водорода методом ПИИИ эта глубина составляет 0,6 мкм. При этом концентрация водорода в образцах после насыщения в ВЧР-плазме на 17 % больше по сравнению с содержанием водорода после ПИИИ при подобранных по максимуму содержания водорода режимах насыщения и внедрения. При ПИИИ в зависимости от режима облучения водород захватывается преимущественно поверхностными и приповерхностными дефектами, а при насыщении из ВЧР-плазмы водород захватывается поверхностными дефектами и диффундирует вглубь образца. При этом насыщение из ВЧР-плазмы и ПИИИ приводит к незначительному изменению кристаллических параметров и не приводит созданию гидридных фаз. Указанные закономерности при ПИИИ можно объяснить сильным обратным рассеянием ускоренных ионов водорода поверхностью, а также образованием поверхностных и приповерхностных дефектов, которые являются «ловушками» водорода, так что водорода в образец проникает мало. В то же время, при погружении образца в плазму ВЧР, ионы и атомы водорода легко захватываются, дефектами поверхности и диффундируют в объём образца. Таким образом, полученные результаты могут быть использованы для разработки технологий защиты функциональных и конструкционных материалов от водородного охрупчивания.

Список литературы

1. Gurrappa I. // Mater. Characterization. 2003. Vol. 51. N 2–3. P. 131–139.
2. Schutz R.W., Watkins H.B. // Mater. Sci. Engineer.: A. 1998. Vol. 243. N 1–2. P. 305–315.
3. Yamada M. // Mater. Sci. Engineer.: A. 1996. Vol. 213. N 1–2. P. 8–15.
4. Brewer W.D., Bird R.K., Wallace T.A. // Mater. Sci. Engineering: A. 1998. V. 243. N 1–2. P. 299–304.
5. Madina V., Azkarate I. // Intern. J. Hydrog. Energy. 2009. Vol. 34. P. 5976–5980.
6. Lunarska E., Chernyayeva O., Lisovytskiy D. et al. // Mater. Sci. Engineer.: C. 2010. Vol. 30. P. 181–189.
7. Furuya Y., Takasaki A., Mizuno K. et al. // J. Alloys and Compounds. 2007. Vol. 446–447. P. 447–450.
8. Eliezer D., Tal-Gutelmacher E., Cross C.E. et al. // Mater. Sci. Engineer. A. 2006. Vol. 421. P. 200–207.
9. Кудияров В.Н., Лидер А.М., Пушилина Н.С., Тимченко Н.А. Особенности накопления и распределения водорода при насыщении титанового сплава ВТ1-0 электролитическим методом и из газовой среды // Техническая физика. - 2014. - №9.
10. Перевалова О.Б., Панин А.В., Кретова О.М. Водород в техническом титане // 2013.
11. Кудияров В.Н., Лидер А.М. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса «GasReactionController» // Фундаментальные исследования, 2013. – №10. – P 3466–3471.
12. Petr Hruska,* Jakub Cizek, Jan Knapp, Frantisek Lukac, Oksana Melikhova, Silvie Maskova, Ladislav Havela, Jan Drahoukoupil., Characterization of defects in titanium created by hydrogen charging // International journal of Hydrogen Energy. - 2017. - № 42. - P. 22557 -22563.

13. V.I.Pokhmurskii, V.A.Vynar, Ch.B.Vasyliv, N.B.Ratska., Effects of hydrogen exposure on the mechanical and tribological properties of α -titanium surfaces // *Wear*. - 2013. - № 306. - P. 47-50.
14. Бурнышев И. Н., Калюжный Д. Г. О катодном наводороживании титана / *Химическая физика и мезоскопия*, Т. 16, № 2, С. 250-256, 2014.
15. Бурнышев И. Н., Калюжный Д. Г., Лыс В. Ф., Тарасов В. В. Влияние катодного наводороживания на фреттинг-изнашивание титанового сплава ВТЗ-1 И СТАЛИ 40Х / *Химическая физика и мезоскопия*, Т. 17, № 4, С. 565-573, 2015.
16. Методы исследования систем металл-водород: учебное пособие / Ю.П. Черданцев, И.П. Чернов, Ю. И. Тюрин. – Томск: Изд-во ТПУ, 2008. – 286 с.
17. Сыпченко В. С. Взаимодействие водорода с тонкой плёнкой Al[2]O[3] на нанокристаллическом титане: диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук: спец. 01.04.07 / В. С. Сыпченко; Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ); науч. рук. Н. Н. Никитенков. – Томск, 2016.
18. Н.Н. Коваль, П.М. Щанин // http://ipms.bsnet.ru/conferenc/krnd_sem/doc-2/Kovalj.pdf.
19. Ryabchikov A.I., Sivin D.O. Investigation of behaviour of the vacuum arc microdroplets near and on the surface of the potential electrode during short-pulsed high-frequency plasma-immersion ion implantation // *Известия высших учебных заведений. Физика*. - 2012. - №12. - С. 76-83.
20. Гельд П.В., Рябов Р.А. Водород в металлах и сплавах. – М: «Металлургия», 1974. –272 с.
21. Галактионова Н.А. Водород в металлах. – М: Metallurgizdat, 1967 г. – 302с.
22. Гутцов Н.Т. Труды научно-технического общества черной металлургии. – М.: Metallurgizdat, 1955. – Т. 4. – 105 с.

23. Баумбах Х., Крениг М., Тюрин Ю.И., Чернов И.П., Черданцев Ю.П. Неравновесные система металл-водород. Титан, нержавеющая сталь. Томск: Изд-во Томского гос. ун-та. 2002. – 350 с.
24. Меркулова Г. А. Металловедение и термическая обработка цветных сплавов: учеб. пособие. Красноярск: Сиб. федер. ун-т, 2008. – 312 с.
25. Бокрис Дж.О. Кинетика электрических процессов. – «Некоторые проблемы современной электрохимии». – М: ИЛ, 1958, – С. 209 – 321.
26. Феттер К., Электрохимическая кинетика. М.: «Химия», 1967. – 856 с.
27. Матысина З.А., Щур Д. В. Водород и твердофазные превращения в металлах, сплавах и фуллеритах. – Д.: 2002. – 420 с.
28. Mintz M.H., Bloch J. A kinetics model for hydrogen-metal reactions controlled by a phase transformation step // J. Chem. Physics. – 1983. – V. 78, – № 11. – P. 6569 – 6583.
29. Гельд П.В., Рябов Р.А., Кодес Е.С. Водород и несовершенства структуры металла. – М: «Металлургия», 1979. – 221 с.
30. Карненко Г.В., Крипякевич Р.П. Влияние водорода на свойства стали. – М: Metallurgy, 1962. – 198 с.
31. Besenbacher F., Bottiger J., Myers S.M. Defect trapping of ion-implanted deuterium in nickel. J.Appl. Phys.:1982. – V.53, – P. 3536 – 3546.
32. Thomas V. Hydrogen Effects in Metals. Ed. Bernstein I.M., Thompson A.W. Met. Soc. AIME, 1981. – P. 77 – 85.
33. Швед М.М. Измерение эксплуатационных свойств железа и стали под давлением водорода. Киев: Наукова думка, 1985. – 120 с.
34. Сыпченко В.С., Никитенков Н.Н., Сигфуссон Т.И., Тюрин Ю.И., Кудрявцева Е.Н., Хашхаш А.М., Чернов И.П., Хоружий В.Д. Особенности накопления водорода в металлах при насыщении в плазме, электролите и в водородной атмосфере под давлением // Известия РАН. Серия физическая – М. 2012. – Т.76 – №6. – С. 794 – 797
35. Кудияров В.Н., Лидер А.М., Пушилина Н.С., Кренинг Х.В. Особенности распределения водорода в титане ВТ1-0 в зависимости от способа

- насыщения: электролитическим способом и методом Сивертса // Альтернативная энергетика и экология, 2012. – №. 11. – С. 10-15.
36. Winkler A., Rendulic K D. Adsorption kinetics for hydrogen adsorption on nickel and coadsorption of hydrogen and oxygen // Ibid. 1982. – V. 118. –№ 1/2. – P. 19 –31.
37. Андриевский Р.А. Материаловедение гидридов. М: Металлургия, 1986. – 128 с.
38. Гапонцев А.В., Кондратьев В.В. Диффузия водорода в неупорядоченных металлах и сплавах// Успехи физических наук. 2003. – Т. 173. – №10. – С. 1107 – 1129.
39. Сыпченко В.С., Никитенков Н.Н., Кудрявцева Е.Н., и др. Особенности плазменного насыщения нано кристаллических и крупнокристаллических образцов титана водородом и дейтерием // Известия РАН. Серия физическая – М. 2012. – Т.76 – №6. – С. 803– 806
40. Степанова Е.Н., Грабовецкая Г.П., Мишин И.П., Сыпченко В.С., Мельникова Т.Н., Мазыкин А.А. Формирование ультрамелкозернистого состояния в сплаве Zr–1Nb методом, сочетающим обратимое легирование водородом и горячую пластическую деформацию // Известия высших учебных заведений «Физика», 2014. – Т. 57. – № 11/2. – С. 140-145.
41. Мороз, С. Насыщения водородом металлов / С. Мороз. Т. Э. Мингин // Сб. Металловедение. – Вып.2. – Судпромгиз, 1958. – С. 3-24.
42. Zou J. X. , Grosdidier T., Chuang K. , Dong Z. Mechanisms of nanostructure and metastable phase formations in the surface melted layers of a HCPB-treated D2 steel // ActaMaterialia, 2006. – V. 54. – №. 20. – P. 5409 –5419.
43. Андриевский Р.А., Глезер А.М. Физ. мет.и материаловедение. 1999. Т. 88. № 1. С. 50–73. – 200. – Т.89. – № 1. – С. 91–112.
44. Nikitenkov N.N., Tyurin Yu.I., Sigfusson T.I., Kudryavtseva E.N., Sypchenko V.S., Dushkin I.V., Khoruzhii V.D., Grabovetskaya G.P., Stepanova E.N., Chistyakova N.V. Features of the Plasma Saturation of Nanocrystalline and Coarse-Crystalline Titanium Samples with Hydrogen and Deuterium// Bulletin

- of the Russian Academy of Sciences. Physics, 2012. – V.76. –№.6. – p. 803–806.
45. Zou J. X. , Grosdidier T., Chuang K. , Dong Z. Mechanisms of nanostructure and metastable phase formations in the surface melted layers of a HCPBE-treated D2 steel // *ActaMaterialia*, 2006. – V. 54. – №. 20. – P. 5409 –5419.
46. Черданцев Ю.П., Чернов И.П., Тюрин Ю.И. Методы исследования систем металл-водород: учебное пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2008. – 286 с.
47. Гапонец, А. В. Диффузия водорода в неупорядоченных металлах и сплавах / А. В. Гапонец, В.В. Кондратьев // *Успехи физических наук*, 2003. – Т. 173. – №10. – С. 1107-1129.
48. Грабовецкая, Г. П. Диффузия водорода в субмикроструктурном титане / Г. П. Грабовецкая, Н. Н. Никитенков, И. П. Мишин, И. В. Душкин, Е. Н. Степанова, В. С. Сыпченко // *Известия Томского политехнического университета*, 2013. – Т. 322. – № 2. – С. 55-59.
49. Ажажа, В. М. Накопление и удержание водорода и дейтерия в сплавах циркония и низкоэнергетических сталях с добавками гетерных сплавов / В. М. Ажажа, П. Н. Вьюгов, И. Е. Копанец, С. Д. Лавриненко, Н. Н. Пилипенко, В. В. Ружицкий, А. П. Свиноаренко, Г. Д. Толстолуцкая, А. П. Пальцевич, И. К. Походня, С. Н. Степанюк, В. И. Швачко // *Вопросы атомной науки и техники*, 2006. – № 1. – Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (15) –С.41-48.
50. Коттерилл, П. В. Водородная хрупкость металлов / П. В. Коттерилл. – М.: Металлургиздат, 1963. – 245 с.
51. Галактионова, Н. А. Водород в металлах / Н. А. Галактионова. – М.: Металлургиздат. – 1958. – 450 с.
52. Цвиккер, У. Титан и его сплавы / У. Цвиккер. – Пер. с нем. О.П. Елютина, С.Г. Глазунова – М.: Металлургия, 1979. – 512 с.
53. Власов, Н. М. Водородная проницаемость металлов при наличии внутренних напряжений / Н. М. Власов, И. И. Федик // *Международный*

- научный журнал «Альтернативная энергетика и экология», 2006. – №12(44). – С. 39-43.
54. The Editors of Encyclop_dia Britannica. Thomas graham, 2006.
55. Yuh Fukai. The Metal-Hydrogen System. Springer Berlin Heidelberg, 1993.
56. Lizhi Liu. Surface Hardening of Titanium Alloys by Gas Phase Nitridation Under Kinetic Control. PhD thesis, 2005.
57. F. D. Manchester. Phase Diagrams of Binary Hydrogen Alloys. ASM International, 2000.
58. Richard G. Hennig, Dallas R. Trinkle, Johann Bouchet, Srivilliputhur G. Srinivasan, Robert C. Albers, and John W. Wilkins. Impurities block the to martensitic transformation in titanium. Nature Materials, 4(2):129{133, jan 2005.
59. Damien Conn_etable, Julitte Huez, _Eric Andrieu, and Claude Mijoule. Firstprinciples study of di_usion and interactions of vacancies and hydrogen in hcp-titanium. Journal of Physics: Condensed Matter, 23(40):405401, sep 2011.
60. K. Linga Murty. E_ect of c/a-ratio on crystallographic texture and mechanical anisotropy of hexagonal close packed metals. Materials Science Forum, 426-432:3575–3580, 2003.
61. Черданцев Ю.П., Чернов И.П., Тюрин Ю.И. Методы исследования систем металл-водород: учебное пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2008. – 286 с.
62. Мартыненко Ю.В., Рязанов А.И., Фирсов О.Б., Явлинский Ю.Н. Взаимодействие атомных частиц с твердым телом // Вопросы теории физики плазмы. 1983. – Вып. 42. – С. 205 – 266.
63. Баумбах Х., Крениг М., Тюрин Ю.И., Чернов И.П., Черданцев Ю.П. Неравновесные система металл-водород. Титан, нержавеющая сталь. Томск: Изд-во Томского гос. ун-та. 2002. – 350 с.
64. Mintz M.H., Bloch J. A kinetics model for hydrogen-metal reactions controlled by a phase transformation step fi J Ghem Physics. – 1983. – V. 78. № 11. – P.6569 – 6583.

65. Матысина З.А., Щур Д. В. Водород и твердофазные превращения в металлах, сплавах и фуллеритах. – Д.: 2002. – 420 с.
66. Blach T.P., Grey E. MacA. Sieverts apparatus and methodology for accurate determination of hydrogen uptake by light-atom hosts // *Jornal of alloys and Compounds*. – 2007. – V. 446-447. – P. 692 –697.
67. Evard E.A., Gabis I.E. A. P. Voyt. Study of the kinetics of hydrogen sorption and desorption from titanium // *Jornal of Allays and Compounds*, 2005. – V. 404 – P. 335 – 338.
68. Кудияров В.Н., Лидер А.М. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса «GasReaction Controller» // *Фундаментальные исследования*, 2013. – №10. – С 3466–3471.
69. Фиошин М.Я., Павлов В. Н., Электролиз вне органической химии, – М.: Мир, 1976. -101 с.
70. Lunarska Ellina, Chernyayeva O., Lisovytskiy D., Zachariasz R. Softening of α -Ti by electrochemically introduced hydrogen // *Materials Science and Engineering*. 2010. P. 181-189.
71. Сыпченко В.С., Никитенков Н.Н., Кудрявцева Е.Н., и др. Особенности плазменного насыщения нанокристаллических и крупнокристаллических образцов титана водородом и дейтерием // *Известия РАН. Серия физическая* – М. 2012. – Т.76 – №6. – С. 803– 806.
72. Реми Г. Курс неорганической химии. М: Мир, – 1972. Т. 1(2). – 824 с.
73. Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел / А. И. Китайгородский. - М.; Л.: Гостехиздат, 1952. - 588 с.
74. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ //М.: МИСиС, 1994, 328с. – 1994.
75. Миркин Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – Гос. изд-во физико-математической литературы, 1961.
76. Бокий Г. Б., Порай-Кошиц М. А. Рентгеноструктурный анализ //М.: Изд-во МГУ. – 1964. – Т. 1. – С. 620.

77. Кудияров В.Н. Изучение влияния ионизирующего излучения на перераспределение водорода в титановом сплаве ВТ1-0: диссертация на соискание квалификации магистра / В.Н. Кудияров; Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ); науч. рук. Лидер А. М./ – Томск, 2013.
78. Коротких А.Г. Теплопроводность материалов / А.Г. Коротких - Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011.
79. Волков Д.П., Кораблев В.А., Заричняк Ю.П. Приборы и методы для измерения теплофизических свойств веществ / Д.П. Волков, В.А. Кораблев, Ю.П. Заричняк – Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики, 2006.
80. Определение общего и поверхностного водорода методом плавления в атмосфере инертного газа: [Электронный ресурс] // LECO Corporation – представительство в России. 2012. – Режим доступа: <http://ru.leco-europe.com/product/rhen602/>.
81. Нехин М., Кузнецов А., Шапон П. Спектрометр тлеющего разряда Profiler-2 – мощный аналитический инструмент послойного анализа материалов//Аналитика. – 2012. – Т. 5. – №. 4. – С. 34-43.
82. Пупышев А.А. Тлеющий разряд по Гримму. Физические основы, исследование. // Аналитика и контроль. - 2007. - Т. 11. – № 2 - 3. - С. 74-130.
83. Никитенков Н.Н., Хоружий В.Д., Хашхаш А.М., Чернов И.П., Тюрин Ю.И. Термостимулированная десорбция из образцов, насыщенных атомарным и молекулярным водородом // Труды XIX Междунар. конф. Взаимодействие ионов с поверхностью. ВИП-2009, Звенигород, 2009. М.: 2009, Т.1. – С. 152–154.
84. Никитенков Н.Н., Хоружий В.Д. Исследование выхода изотопов водорода методами термогазовыделения: методические указания к лабораторным работам/ Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2007. – 49 с.

85. <http://alekomed.ru/product/metallograficheskiy-mikroskop-metam-lv-41-42/>
86. http://www.microscope-plus.ru/lomo-metam_lv.html
87. Глухова К.Л., Долгодворов А.В. Исследование микроструктуры композиционного конструкционного материала на этапе получения углепластика // Вестник ПНИПУ. Аэрокосмическая техника. - 2014. - № 37.
88. Ryabchikov A.I., Ananin P.S., Dektyarev S.V., Sivin D.O., Shevelev A.E. // Vacuum. – 2017. – V. 143. – P. 447–453.
89. Ryabchikov A.I., Ryabchikov I.A., Stepanov I.B., Sivin D.O. // Vacuum– 2005. – V. 78 (2-4). – P. 445 – 449.
90. Айрапетов А.А., Беграмбеков Л.Б., Вергазов С.В. и др. Захват и удержание кислорода и дейтерия в углеграфитовом композите при облучении в дейтериевой плазме с примесью кислорода // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез, 2009. – Вып. 3. – С. 25 – 29.
91. Jambon F. et al. SIMS and TEM investigation of hydrogen trapping on implantation defects in a nickel-based superalloy //Journal of Nuclear Materials. – 2015. – T. 466. – С.120-133.
92. Procházka I. et al. Defect studies of H⁺ implanted niobium //Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – T. 645. – С. S69-S71.
93. Anders A. Approaches to rid cathodic arc plasmas of macro-and nanoparticles: a review //Surface and Coatings Technology. – 1999. – T. 120. – С. 319-330.
94. A. Lopez-Suarez, * C.E. Valencia, J. Lopez-Patino, M.C. Vargas, B.E. Fuentes., Improvement of titanium hydrogenation by low energy ion irradiation // International journal of Hydrogen Energy. - 2015. - №40. - С. 4194-4199.
95. T Wang, D Grambol, R Grötzschel, F Herrmann, U Kreißig, F Eichhorn, G Brauer, W Möllera., Mobility and retention of implanted hydrogen in Ti225 titanium alloy // Surface and Coatings Technology. - 2002. - №158-159. - С. 139-145.

96. Перевалова О.Б., Панин А.В., Кретова О.М. Водород в техническом титане // 2013.
97. H. Kozima. Cold fusion phenomenon in open, nonequilibrium, multi-component systems – self-organization of optimum structure. In Reports of cold fusion research laboratory, 2012.
98. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 28.12.2013).
99. Сыпченко В.С., Никитенков Н.Н., Тюрин Ю.И., Хоружий В.Д., Сигфуссон Т.И. Исследование влияния параметров низкотемпературной водородной плазмы на эффективность насыщения материалов водородом // Известия высших учебных заведений «Физика». 2014, – Т. 57. – № 11/3. – с. 110 – 116.
100. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки. Минздрав России. – Москва. – 1996.
101. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Минздрав России. – Москва. – 1997.
102. ГОСТ12.1.002-84. Электрические поля промышленной частоты. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах. Издательство стандартов. – Москва. – 1984.
103. ГОСТ 12.1.006-84. Система стандартов безопасности труда. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля. Издательство стандартов. – Москва. – 1984.
104. ГОСТ 12.1.045-84. Система стандартов безопасности труда. Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля. Издательство стандартов. – Москва.1984.
105. Федеральный закон Российской Федерации от 21.12.1994 N 69-ФЗ (ред. от 12.03.2014) "О пожарной безопасности".

106. Федеральный закон Российской Федерации от 22 июля 2008 г. N 123ФЗ "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности".
107. ПБ 03-576-03 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».
108. ГОСТ 12.2.085-2002 «Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. Требования безопасности».
109. Химические вещества: в чем их опасность? Классификация согласно СанПиН и ГОСТу. Источник: <http://greenologia.ru/othody/sinteticheskie/ximicheskie-veshhestva.html>.
110. ГОСТ Р 51673-2000 Водород газообразный чистый. Технические условия. https://znaytovar.ru/gost/2/GOST_R_516732000_Vodorod_gazoo.html.
111. Horiba GD-Profilier-2: Glow Discharge Optical Emission Spectrometer- Access mode: <https://www.moles.washington.edu/maf/research-tools/gdoes/>

Приложение А

Chapter 2. Devices and methods of research

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ61	Даулетханов Ерхат Даулетханулы		

Руководитель магистерской диссертации

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОЭФ ИЯТШ	Никитенков Н.Н.	д.ф.-м.н., с.н.с.		

Консультант-лингвист отделения иностранных языков ШБИП

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ШБИП	Кабрышева Оксана Павловна			

2. Devices and methods of research

2.1. XRD-7000S X-ray diffractometer

X-ray diffractometer XRD-7000 (Shimadzu, Japan) was used to determine the phase composition. Table 2.1 presents the technical characteristics of the diffractometer.

Table 2.1 – Specifications of the XRD-7000 diffractometer

X-ray tube	
Material and type of anode	Cu , Co , Fe , Cr
Focus size and maximum power	1.0 x 10.0 mm; maximum power 2.0 kW; 0.4 x 12.0 mm; maximum power 2.2 kW; 2.0 x 12.0 mm; maximum power 2.7 kW
Goniometer	
A type	Vertical (θ - θ)
Minimum scanning step	0.0001 degree (θ)
Modes of operation	Continuous scanning, step-by-step scanning, calibration, positioning, theta axis oscillation
Scanning speed	0.1 ~ 50 degrees / min (θ s, θ d), 0.1 ~ 100 degrees / min (2θ)
Detector / Counter	
Scintillation counter	NaI scintillator, number of channels: 1
OneSight (optional)	High-speed wide-angle detector, number of channels: 1280

X-ray diffraction analysis is based on the phenomenon of diffraction. In this case, diffraction can be understood as the phenomenon of strong wave scattering at certain angles of incidence and wavelengths on the periodic lattice of the scatterer. When a diffraction grating is scattered by light, a simple case of such a phenomenon arises. A similar phenomenon is observed in the scattering of X-rays used in X-ray phase analysis, in which the crystal lattice of the phase acts as a scatterer. In this case, the intense scattering peaks are observed under the Wolf-Bragg conditions (Figure 2.1):

$$2d\sin 2\theta = n\lambda, \quad (2.1)$$

where, d is the distance between adjacent crystallographic planes, θ is the angle at which diffraction is observed, n is the diffraction order, λ is the wavelength of monochromatic X-rays incident on a crystal.

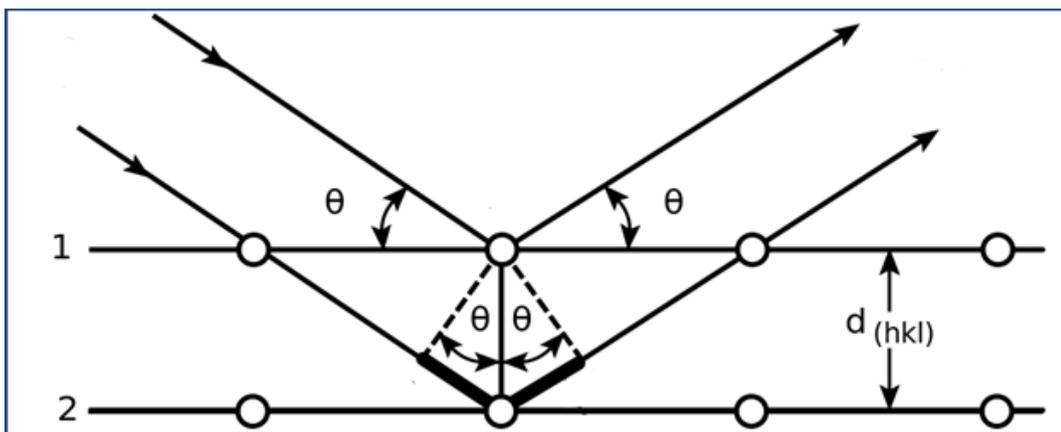


Figure 2.1 – Scheme of incidence and reflection of X-rays

When a sample interacts with monochromatic X-rays for each type of plane, some of the crystallites fall into a "reflecting" position. In this case, at an angle θ , a diffraction maximum is observed for a given type of plane, which is characterized by a different intensity. The angular position of the maximum is determined by the value of the interplanar distance. The value of d is determined by the geometry of the crystal lattice.

X-ray diffraction analysis (XRD) makes it possible to determine the phase composition of the alloy and the lattice parameters, as well as the magnitude of the coherent scattering regions, and the level of internal stresses [73-76].

2.2. Determining the content of hydrogen using a hydrogen analyzer RHEN602 by LECO

Hydrogen analyzer RHEN602 by LECO, shown in Figure 2.2, is used to determine the hydrogen content in sample extraction method a hydrogen environment of inert gas (argon).



Figure 2.2 – A hydrogen analyzer RHEN602 [77]

The hydrogen is measured by recording the change in the thermal conductivity of the carrier gas in the thermal conductivity cell. The block diagram of RHEN602 is shown in Figure 2.3. The principle of operation of the thermocondensing (TK) cell is based on the measurement of the thermal conductivity of the passing gas. A filament of metal (for example, Pt, W, their alloys, Ni, etc.) with a high temperature coefficient of resistance is placed in the cavity of the detector's metal block for thermal conductivity. The thread begins to heat up when a direct current passes through it. When washing the filament with a clean carrier gas, its temperature remains constant, as it loses a constant amount of heat. As soon as the filament begins to wash the gas containing impurities that have other parameters of thermal conductivity, the temperature of the filament begins to change. This leads to a change in the resistance of the thread. The change in yarn resistance is measured with a Wheatstone bridge. The bridge is in equilibrium if the temperature of both threads is the same and the resistance, respectively. When the gas composition changes, the resistance of the threads changes and an imbalance occurs and an output signal is formed. The detector operates in such a way that it reacts to all the components except the carrier gas [78].

The analysis starts with setting an empty graphite crucible on the lower electrode and pressing the loader button. After the electrodes are closed, the process of cleaning the crucible from atmospheric gases begins, which is referred

to as digestion. This process is accompanied by the flow of electric current through the crucible, which heats it to a high temperature, which promotes the release of gases in graphite. Then the sample from the upper charging device is lowered into the crucible. The crucible is fed with a current that promotes the release of gases from the sample. To ensure that there is no further process of degassing the crucible during the analysis. A lower current is supplied.

For purification from oxygen, the carrier gas from the balloon passes through copper. It then passes through reagents such as Leco sorb and Anhydron, to remove CO_2 and moisture, respectively. This procedure for cleaning the carrier gas is carried out in order to clean it before passing through the support part of the thermocondensing cell and entering the furnace [79].

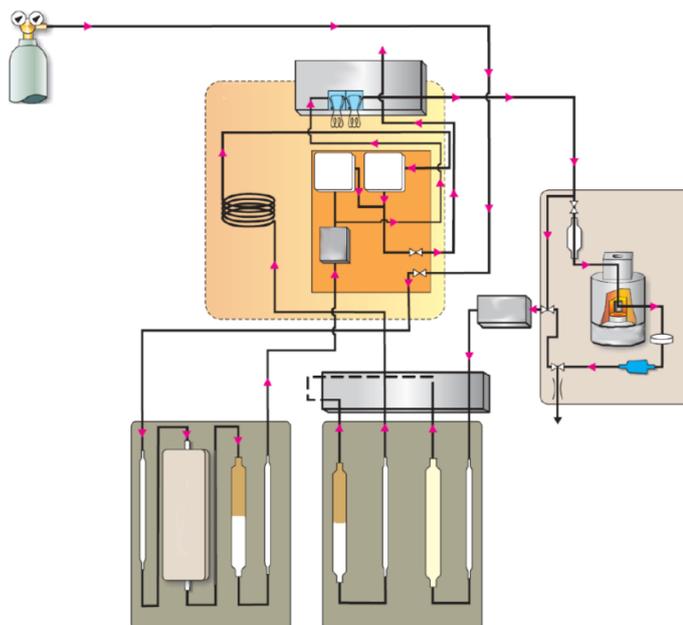


Figure 2.3 – Block diagram of the analyzer RHEN602 [80]

As the sample is heated, hydrogen is released into the transport gas stream and passes through the system flow measuring section. The sample gas from the furnace passes through the mass flow controller and through the Schutze reagent, which converts CO into CO_2 . Then the sample gas passes through reagents Leco sorb and Anhydron, which remove CO_2 and moisture. The remaining gas is transferred to the molecular filter column, which separates the gas components, depending on

the size of the molecule. Then the sample gas passes through the measuring part of the cell TC, where the hydrogen content is measured.

The signal generated by the TC cell is transmitted to the analog-to-digital converter and then to the computer, and with the help of the program, the hydrogen content is determined [80].

The concentration of hydrogen, which is determined by this method, is calculated by the formula 2.1.

$$wt=kx+b \quad (2.1)$$

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

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

2.3. Optical spectrometry of a glow discharge plasma "GD-Profilier2"

Glow Discharge Optical Emission Spectrometry uses a high-power RF plasma to sputter a crater into nearly any material, and measures the atomic emission of the sputtered material as it is excited within the plasma. This technique therefore gives depth-resolved elemental analysis up to ~1 mm deep with down to 10 nm resolution. Figure 2.4 shows the appearance and working principle of "GD-Profilier2".

2.4. Installation for the study of thermo- and radiation-stimulated gas evolution (NI TPU)

The method of thermally out gassing (TOG)

Is based on the fact that heating a surface in vacuum to certain temperatures, the chemical and physical bonds between the adsorbed molecules and the surface are destroyed resulting in the concentration reduction of the molecules near the surface.

The method of radiation-stimulated out gassing (RSG) involves the kinetic energy transferred to an atom or a molecule in a collision with an electron or X-ray radiation. Direct transmission pulse can cause desorption only in case of physical adsorbed particles, but may not have any noticeable effect on the chemical adsorbed particles.

The functional diagram of the installation for the study of thermal and radiation-induced gas evolution is shown in Figure 2.2.

It is placed on the welded frame and consists of a high-vacuum chamber and pump, heating and electron irradiation system samples, mass spectrometers. The vacuum pump system achieves a minimum pressure equal to 10^{-7} torr, in all analytical chambers. Study gassing with linear heating was conducted by an external heating nichrome heater chamber (heating to the temperature ~ 1000 ° C). The external heater 12 is a quartz tube, which is wound a spiral of nichrome, covered insulator. The sample temperature is measured in the heating chamber by a chromel-alumel thermocouple 23.

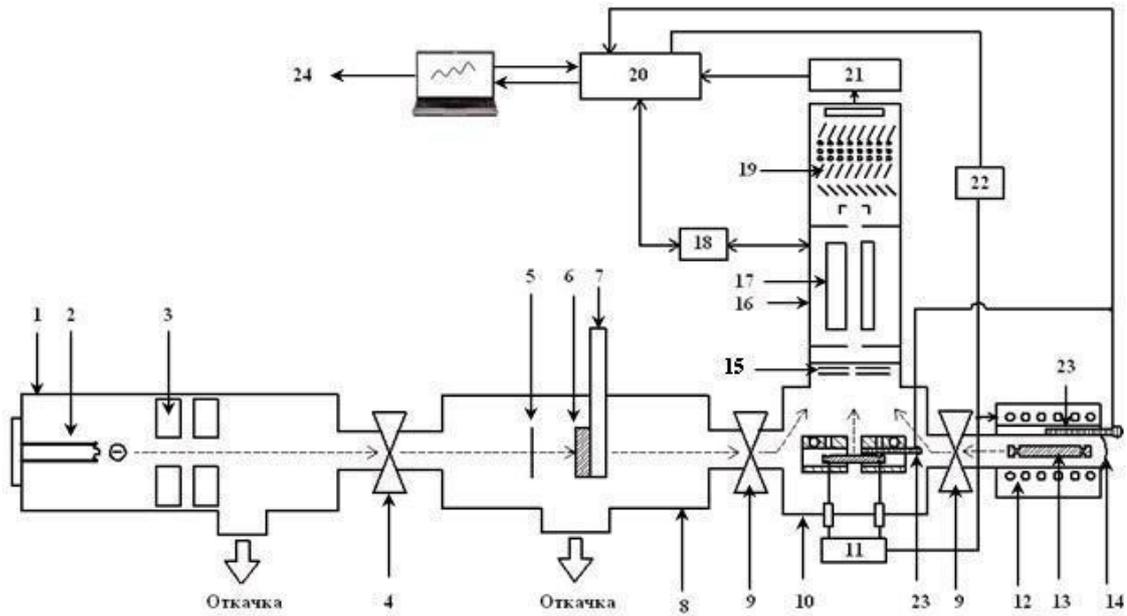


Figure 2.6 – Functional diagram of the setup for the study of thermal and radiation stimulated outgassing [9]: 1 - electron gun; 2 - cathode electron gun unit; 3 - focusing system of the electron gun; 4 - high-vacuum valve; 5 - box (tungsten foil for measuring the electron current); 6 - sample for radiation-stimulated research; 7 - sample cooling device; 8 - titanium vacuum chamber; 9 - high-vacuum valves; 10 - chamber for high temperature heating of the sample (2000°C and above); 11 - high temperature heating unit; 12 - external heater; 13 - sample for low-temperature heating (up to 1000°C); 14 – external heating chamber; 15 - Ionizer mass spectrometer; 16 - mass spectrometer; 17 - quadrupole mass analyzer of the mass spectrometer; 18 – control unit of the mass spectrometer; 19 – mass spectrometer detector (secondary electron multiplier); 20 - the automation system; 21 – signal amplifier with electron multiplier; 22 – external heating unit; 23 – thermocouples; 24 – Computer.

Figure 2.7 shows the experimental design for the study of radiation-stimulated gas evolution:

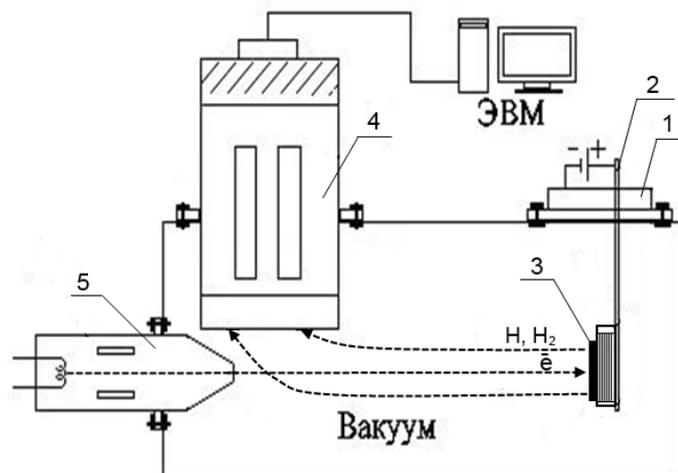


Figure 2.7 – Apparatus for the study of radiation-stimulated outgassing: 1 – removable flange with a sample heater; 2 – power supply to the heating element; 3 – the sample; 4 – mass spectrometer; 5 – the electron gun.

The impact of accelerated electrons in the samples was carried out by a research complex shown in figure 2.6. The energy can be produced in which the irradiation with accelerated electrons is in the range of 10-120 keV, and the current at the surface can be changed to 1 mA. Electron current measurements made directly with the sample, and the sample is located in front of the tungsten foil (Figure 2.7 is not represented) allowing the sample overlap from direct electron irradiation surface, without breaking the vacuum [84].

Conclusions

In this chapter, the tools and research methods used in this study were studied: the XRD-7000S X-ray diffractometer was used to study the phase composition and structural parameters of samples, to obtain the distribution of elements along the depth of the sample, the optical spectrometry of the GD-Profilier2 glow discharge plasma. To measure the hydrogen concentration in the samples of the hydrogen analyzer RHEN 602 from LECO, a device for studying thermo- and radiation-stimulated gas evolution (TPU) was used to study the composition of the introduced gases and hydrogen traps, as well as to study the microstructure of the samples, a metallographic microscope METAM LV was used.