

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

Инженерная школа ядерных технологий
Направление подготовки: 03.04.02. Физика
Отделение школы (НОЦ): Экспериментальная Физика

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

| Тема работы |
|--|
| Влияние γ - и β -излучения на активность микророшков алюминия |

УДК: 621.793:669.243:669.87:669.11

Студент

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|--------------------------|---------|------|
| ОБМб1 | Рузиева Гюзель Усеиновна | | |

Руководитель

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|-----------------------------|--|---------|------|
| Профессор | Ильин Александр Петрович | Доктор физико- математических наук | | |

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|---------------------------------|-----------------------------------|---------|------|
| Доцент | Верховская Марина Витальевна | Кандидат экономических наук | | |

По разделу «Социальная ответственность»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|-------------------------------|-------------------------------|---------|------|
| Профессор | Федорчук Юрий Митрофанович | Доктор технических наук | | |

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

| Руководитель ООП | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|--|--------------------------|-------------------------------|---------|------|
| Руководитель отделения Экспериментальной физики | Лидер Андрей Маркович | Доктор технических наук | | |

Томск – 2018 г.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ

| Код результата | 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 | Требования ФГОС (ПК-3), критерий 5 АИОР |

| | | |
|-----|---|--|
| | <p>нестандартных ситуациях, использует творческий подход для разработки новых оригинальных идей и методов исследования в области физики конденсированного состояния, низких температур и сжижения природного газа.</p> | |
| P10 | <p>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.</p> | <p>Требования ФГОС (ОК-4, ПК-6, ПК-7, ПК-8, ПК-9), критерий 5 АИОР</p> |
| P11 | <p>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.</p> | <p>Требования ФГОС (ОК-5, ПК-10), критерий 5 АИОР</p> |

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

Инженерная школа ядерных технологий
Направление подготовки (специальность): 03.04.02. Физика
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 |
|--------------------------|

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

Студенту:

| Группа | ФИО |
|--------|---------------------------|
| ОБМ61 | Рузиевой Гюзель Усеиновне |

Тема работы:

| |
|--|
| Влияние γ - и β -излучения на активность микропорошков алюминия |
|--|

| | |
|---|-------------------------|
| Утверждена приказом директора (дата, номер) | 22.05.2018 г., № 3672/с |
|---|-------------------------|

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

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

| | |
|---|---|
| <p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p> | <p>Объект исследования: микропорошки алюминия А6, А6М, А8, А10.</p> <p>Предмет исследования: реакционная способность микронных порошков алюминия после β- и γ- облучения согласно параметрам активности.</p> |
|---|---|

| | |
|--|--|
| <p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p> | <p>Цель работы: экспериментально определить изменение реакционной способности микропорошков алюминия после β- и γ-облучения. Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:</p> <p>Освоить методики физико-химического анализа алюминиевых порошков (ДТА, РФА, микроскопия); Рассчитать параметры активности исходных образцов порошков алюминия; Облучить образцы порошков алюминия γ-излучателем в условиях ограниченного доступа воздуха (дозы 1, 2, 4, 8, 10 Мрад); Облучить образцы потоком β-излучения (дозы 1, 2, 4 Мрад); Записать ДТА облученных образцов А6, А6М, А8, А10 и сравнить их по четырем параметрам активности с исходными порошками; Определить закономерности действия излучений на реакционную способность микропорошков алюминия.</p> |
| <p>Перечень графического материала</p> <p><i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p> | <p>Презентация в Microsoft PowerPoint</p> |
| <p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p> | |
| <p>Раздел</p> | <p>Консультант</p> |
| <p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p> | <p>Доцент отделения социально-гуманитарных наук, кандидат экономических наук Верховская М.В.</p> |
| <p>Социальная ответственность</p> | <p>Профессор отделения общетехнических дисциплин, доктор технических наук Федорчук Ю.М.</p> |
| <p>Иностранный язык</p> | <p>Старший преподаватель отделения иностранных языков Кабрышева О.П.</p> |
| <p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p> | |
| <p>Глава 2. Использованное оборудование и методики исследований</p> | |
| <p>Chapter 2. Used equipment and research methods</p> | |

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

Задание выдал руководитель:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|---|-----------------------------|--|---------|------|
| Профессор отделения Естественных наук ТПУ | Ильин Александр Петрович | Доктор физико- математических наук | | |

Задание принял к исполнению студент:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|--------------------------|---------|------|
| ОБМ61 | Рузиева Гюзель Усеиновна | | |

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

Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки (специальность): 03.04.02. Физика
 Уровень образования: магистр
 Отделение школы (НОЦ): Экспериментальная Физика
 Период выполнения (осенний / весенний семестр 2017/2018 учебного года)

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, 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) |
|---------------|--|------------------------------------|
| 06/11/2017 | <i>Обзор литературы по теме исследования</i> | 20 |
| 24/02/2018 | <i>Изменение структуры и состояния микронных порошков после облучения</i> | 30 |
| 29/03/2018 | <i>Влияние излучения на термическую устойчивость микронных порошков алюминия</i> | 30 |
| 09/05/2018 | <i>Финансовый менеджмент</i> | 5 |
| 10/05/2018 | <i>Социальная ответственность</i> | 5 |
| 14/05/2018 | <i>Разделы, выполненные на иностранном языке</i> | 10 |
| | | <i>Сумма: 100 баллов</i> |

Составил преподаватель:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|---|-----------------------------|--|---------|------|
| Профессор отделения Естественных наук ТПУ | Ильин Александр Петрович | Доктор физико- математических наук | | |

СОГЛАСОВАНО:

| Руководитель ООП | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|--|--------------------------|-------------------------------|---------|------|
| Руководитель отделения Экспериментальной физики | Лидер Андрей Маркович | Доктор технических наук | | |

Реферат

Выпускная квалификационная работа включает: 170 страниц, 34 рисунков, 27 таблиц, 45 источников, 4 приложения.

Ключевые слова: микропорошки алюминия (А6, А6М, А8, А10), электронно-лучевой ускоритель, гамма-излучатель, бета-облучение, гамма-облучение, термограммы микропорошков алюминия, параметры активности.

Объектом исследования являются микропорошки алюминия марок А6, А6М, А8 и А10 со среднеповерхностным диаметром 4,36; 3,53; 2,65 и 2,36 мкм соответственно.

Цель работы заключалась в экспериментальном определении изменения реакционной способности микропорошков алюминия после β - и γ -облучения.

В процессе исследования проводились: рентгенофазовый анализ, дифференциально-термический анализ, сканирующая электронная микроскопия, с элементным анализом.

В работе представлены результаты исследований облученных микропорошков алюминия марок А6, А6М, А8 и А10, в сравнении со свойствами необлученных, исследовано влияние β - и γ -облучения на параметры активности микропорошков алюминия: температуру начала окисления ($t_{но}$), максимальную скорость окисления (V_{max}), степень окисленности (α) и удельный тепловой эффект окисленности (ΔH).

Область применения: порошки алюминия широко применяются в различных областях современной техники: в 3D-печати изделий, в изготовлении деталей в аддитивных технологиях, в водородной энергетике, для приготовления высокоэнергетических материалов. Находят свое применение в технологических процессах и порошковой металлургии.

Экономическая значимость работы: облучение повышает реакционную способность порошков, что снижает время и температуру процессов в порошковой металлургии и других отраслях промышленности. Также она способствует снижению количества отходов сырья и облегчает автоматизацию производства изделий.

Сокращения

ИИ – ионизирующее излучение

ЭЛУ – электронно-лучевой ускоритель

ОСГИ – образцовый спектрометрический гамма-источник

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия

ДТА – дифференциально-термический анализ

ТГ – термограмма

РФА – рентгенофазовый анализ

ВК – вакуумная камера

Оглавление

| | |
|--|----|
| Введение..... | 13 |
| Глава 1 Действие ионизирующего излучения на металлы..... | 16 |
| 1.1 Действие γ -излучения | 16 |
| 1.2 Действие β -излучения | 17 |
| 1.3 Генерирование дефектов структуры в металлах под действием ионизирующего излучения | 20 |
| 1.4 Физико-химические свойства облученных металлов в компактном состоянии и в виде порошков..... | 25 |
| 1.5 Повышение запасенной энергии в порошках после облучения | 26 |
| 1.6 Обоснование цели и задач | 28 |
| Глава 2 Использованное оборудование и методики исследований..... | 29 |
| 2.1 Электронный лучевой ускоритель ЭЛУ-4 | 29 |
| 2.1.1 Схема установки..... | 29 |
| 2.1.2 Физический принцип работы электронного лучевого ускорителя..... | 31 |
| 2.2 Гамма-излучатель ОСГИ..... | 31 |
| 2.2.1 Схема установки..... | 31 |
| 2.2.2 Физический принцип работы гамма-излучателя..... | 33 |
| 2.3 Сканирующий электронный микроскоп | 36 |
| 2.3.1 Схема установки..... | 36 |
| 2.3.2 Физический принцип работы сканирующего электронного микроскопа..... | 38 |
| 2.4 Рентгеновский дифрактометр | 40 |
| 2.4.1 Схема установки..... | 40 |
| 2.4.2 Физический принцип работы дифрактометра | 42 |
| 2.5 Термоанализатор | 45 |
| 2.5.1 Схема установки..... | 45 |
| 2.5.2 Физический принцип работы термоанализатора | 46 |
| 2.5.3 Дифференциально-термический анализ | 47 |
| 2.5.4 Параметры оценки качества пассивирования порошка..... | 49 |
| 2.6 Характеристики и методики облучения порошков..... | 51 |
| Глава 3 Изменение структуры и состояния микронных порошков до и после облучения | 54 |
| 3.1 Облучение γ -излучением: микропорошков алюминия в условно герметичной таре | 54 |
| 3.2 Облучение β -излучением: 1, 2, 4 Мрад в условно герметичной таре..... | 55 |
| 3.3 Анализ облученных образцов с помощью сканирующей электронной микроскопии | 56 |
| 3.4 Рентгенофазовый анализ микропорошков алюминия | 58 |
| 3.5 Выводы по главе 3..... | 61 |

| | |
|--|-----|
| Глава 4 Влияние излучения на термическую устойчивость микронных порошков алюминия после облучения β - и γ -излучениями..... | 62 |
| 4.1 Температура начала окисления..... | 62 |
| 4.2 Максимальная скорость окисления..... | 66 |
| 4.3 Степень окисленности микропорошков..... | 67 |
| 4.4 Удельный тепловой эффект окисления (до 1250 °С)..... | 68 |
| 4.5 Выводы по главе 4..... | 70 |
| Глава 5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..... | 73 |
| 5.1 Потенциальные потребители результатов исследования..... | 74 |
| 5.1.1 Анализ конкурентных технических решений..... | 75 |
| 5.1.2 SWOT-анализ..... | 78 |
| 5.2 Планирование управления научно-техническим проектом..... | 81 |
| 5.2.1 Иерархическая структура работ проекта..... | 81 |
| 5.2.2 Контрольные события проекта..... | 81 |
| 5.2.3 План проекта..... | 82 |
| 5.3 Бюджет научного исследования..... | 85 |
| 5.3.1 Расчёт материальных затрат..... | 85 |
| 5.3.2 Основная заработная плата исполнителей темы..... | 87 |
| 5.3.3 Дополнительная заработная плата исполнителей темы..... | 89 |
| 5.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды..... | 90 |
| 5.3.5 Накладные расходы..... | 91 |
| 5.3.6 Формирование бюджета затрат исследовательского проекта..... | 92 |
| 5.4 Организационная структура проекта..... | 92 |
| 5.5 Матрица ответственности..... | 93 |
| 5.6 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования..... | 95 |
| Глава 6 Социальная ответственность..... | 101 |
| 6.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды..... | 101 |
| 6.1.1 Метеоусловия..... | 101 |
| 6.1.2 Вредные вещества..... | 102 |
| 6.1.3 Производственный шум..... | 106 |
| 6.1.4 Тепловое излучение..... | 107 |
| 6.1.5 Освещенность..... | 108 |
| 6.2 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды..... | 112 |
| 6.2.1 Факторы электрической природы..... | 112 |
| 6.2.2 Факторы пожарной и взрывной природы..... | 114 |

| | |
|--|-----|
| 6.3 Охрана окружающей среды..... | 116 |
| 6.4 Защита в ЧС | 116 |
| 6.5 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности | 117 |
| Заключение | 119 |
| Выводы по диссертации | 121 |
| Список публикаций студента..... | 124 |
| Список использованных источников | 124 |
| Приложение А Раздел ВКР на иностранном языке | 128 |
| Приложение Б Термограммы исходных образцов микропорошков алюминия..... | 153 |
| Приложение В Термограммы микропорошков алюминия после бета-облучения | 155 |
| Приложение Г Термограммы микропорошков алюминия после гамма-облучения..... | 161 |

Введение

Актуальность работы: В настоящее время алюминиевая промышленность РФ выпускает порошки с диаметром частиц от 1 до 100 мкм. Согласно уравнениям скорости реакции, ее величина связана с площадью удельной поверхности ($S_{уд}$): с ее увеличением возрастает скорость процессов. При этом возможно появление нелинейных процессов, в первую очередь, из-за саморазогрева микронных порошков. С повышением дисперсности порошков алюминия повышается их активность в процессах спекания, горения и в технологиях порошковой металлургии. Интерес представляло повысить реакционную способность путем облучения ионизирующими β - и γ -излучениями микронных порошков алюминия.

Объект исследования: микропорошки алюминия А6, А6М, А8, А10.

Предмет исследования: параметры термической активности после облучения микронных порошков алюминия β - и γ -излучением и их реакционная способность.

Научная новизна: 1. Установлено, что после β -облучения максимальной дозой 4 Мрад и γ -излучением 10 Мрад микроструктура и субструктура микропорошков алюминия А6, А6М, А8, А10 остается такой же, как и до облучения. Дефекты структуры, сформированные в момент облучения, быстро релаксируют в исходное состояние.

2. Показано, что после γ -облучения максимальной дозой 10 Мрад микропорошков А6, А6М, А8, А10 не происходило их спекания, изменения формы и размеров частиц, то есть облучение не оказывало физического воздействия при данных плотностях мощности.

3. Установлено, что после β -облучения микропорошков алюминия в них стабилизируется запасенная энергия: максимально для образца А10 188,6

кДж/моль после облучения дозой 2 Мрад. Облучение приводит к формированию двойного электрического слоя, в котором сосредоточена энергия.

4. Показано, что после γ -облучения микропорошков алюминия в них также стабилизируется запасенная энергия: максимально – 204,8 кДж/моль для образца А10 после облучения дозой 2 Мрад.

5. В работе показано, что температура начала окисления согласно дифференциально-термическому анализу снизилась максимально на 205°C после β -облучения. В то же время после γ -облучения температура начала окисления снизилась максимально на 100 °С после облучения микропорошка А6 дозой 1 Мрад. Излучения действуют и на защитную оксидную оболочку, снижая ее термическую устойчивость.

Методы исследования: сканирующая электронная микроскопия, дифференциально-термический анализ, рентгенофазовый анализ.

Цель работы: экспериментально определить изменение реакционной способности микропорошков алюминия после β - и γ - облучения.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие **задачи:**

1. Освоить методики физико-химического анализа алюминиевых порошков (ДТА, РФА, микроскопия);
2. Рассчитать параметры активности исходных образцов порошков алюминия;
3. Облучить образцы порошков алюминия γ -излучателем в условиях ограниченного доступа воздуха (дозы 1, 2, 4, 8, 10 Мрад);
4. Облучить образцы потоком β -излучения (дозы 1, 2, 4 Мрад);

5. Экспериментально исследовать облученные образцы А6, А6М, А8, А10 методами ДТА и сравнить по четырем параметрам активности с исходными порошками;
6. Определить закономерности действия излучений на реакционную способность микропорошков алюминия.

Глава 1 Действие ионизирующего излучения на металлы

В этой главе рассмотрено действие гамма и бета излучений на металлы. Воздействие излучений на металлы меняет многие физические свойства, например, ускоряет наступление фазовых переходов, увеличивает предел упругости и остаточное сопротивление [1].

Глава 1 включает в себя информацию о генерировании дефектов структуры в металлах под действием ионизирующих излучений. Описаны физико-химические свойства облученных металлов в компактном состоянии и в виде порошков. Наряду с этим, также рассмотрен вопрос о повышении запасенной энергии в порошках после облучения.

1.1 Действие γ -излучения

Воздействие γ -излучения на металлы меняет многие физические свойства металлов, например, ускоряет наступление фазовых переходов, увеличивает предел упругости и предел текучести, увеличивает остаточное сопротивление [1].

Согласно современным требованиям радиоэлектронная аппаратура космического назначения должна надежно и устойчиво функционировать в течение 15 лет в условиях воздействий ионизирующих излучений (ИИ) космического пространства. Для увеличения надежности, срока службы и защиты от ионизирующего излучения радиоэлектронной аппаратуры в космических и авиационных аппаратах могут быть использованы радиационно-защитные материалы на алюминиевой основе.

Металлические конструкционные материалы обладают высокими механическими свойствами, но при эксплуатации в режимах воздействия повышенных уровней ИИ, за счет структурных изменений подвергаются значительному разбуханию. Использование металлов, которые мало склонны к разбуханию, можно предотвратить эти структурные изменения. Рациональная

структура композитной алюминий-матричной смеси позволяет обеспечить надежную адгезию частиц в металлической матрице и минимизировать весовые характеристики изделий.

В работе [1] показано, что использование материалов на основе ультрадисперсных порошков может облегчить лучшие защитные характеристики от рентгеновского излучения и от тепловых нейтронов.

Влияние ИИ на материалы приводит к структурным изменениям, таким, как радиационные дефекты, которые ухудшают работоспособность материалов, или полностью их разрушают [2].

1.2 Действие β -излучения

Бета-излучение относится к корпускулярному типу излучения. Это поток электронов или позитронов, которые испускаются при радиоактивном бета-распаде ядер некоторых атомов. Электроны и позитроны образуются в ядре при превращении нейтрона в протон или протона в нейтрон.

К корпускулярному ионизирующему излучению относятся альфа-излучение, электронное, протонное, нейтронное и мезонное излучение. К классу ионизирующего излучения относится корпускулярное излучение, которое состоит из потоков заряженных частиц, таких как бета-частиц, протонов и электронов, с достаточной кинетической энергией, чтобы ионизировать атомы при столкновениях. Нейтроны, не производя ионизацию, при взаимодействии со средой могут производить молекулы среды и ионизированные атомы, а также ускоренные заряженные частицы, такие как электрон и протон. Излучение, которое состоит из потоков ускоренных незаряженных частиц, называют косвенное ионизирующее излучение.

Бета-частицы – это электроны и позитроны, которые испускаются ядрами атомов при бета-распаде. Электроны и позитроны, образующиеся при β -распаде разных элементов от самых легких до тяжелых, и есть β -излучение. Бета-

излучение самый распространенный тип радиоактивного распада ядер. Электроны и позитроны (β -частицы) передают часть своей энергии электронам атомных оболочек, и вырывают электроны с орбит, образуя положительные ионы и ускоренные электроны. Движение электронов при β -распаде происходит с определенной скоростью, которая может быть близка к скорости света. Скорость бета-частиц намного больше скорости альфа-частиц при радиоактивном распаде. У β -частиц пробег в воздухе составляет около 10 м. Плотность ионизации на единицу пробега у альфа-частиц в сотни раз выше, так как бета-частицы реже вступают во взаимодействие с атомами среды. В мягких тканях пробег достигает 10-12 мм. Поглощение происходит слоем алюминия толщиной один миллиметр. На рисунке 1.1 представлен спектр бета-частиц.

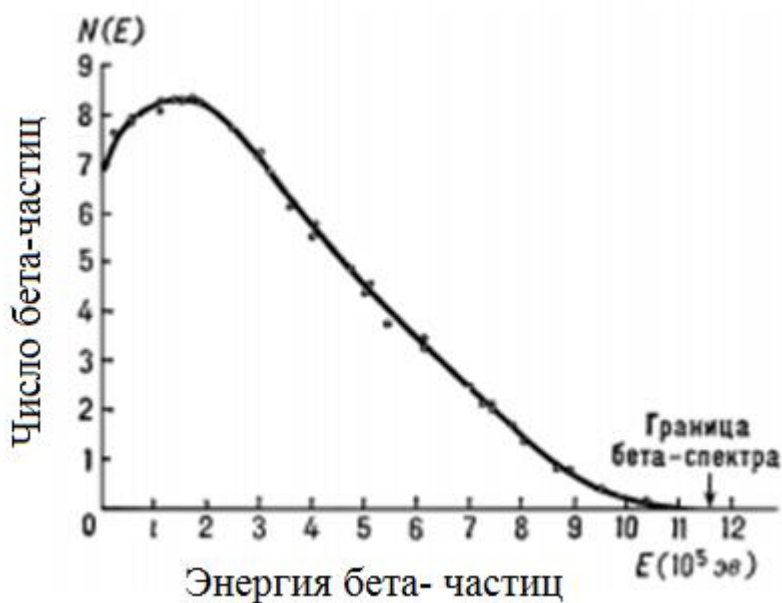


Рисунок 1.1 – Спектр бета-частиц

В отличие от электронного излучения, бета-излучение проходит в сопровождении потоков нейтрино. Позитронное излучение сопровождается аннигиляционным гамма-излучением с энергиями 0,51 или 1,02 МэВ [3].

В Томском Политехническом Университете разработан импульсный электронный ускоритель АСТРА-М [4-6]. С помощью него генерировали поток

ускоренных электронов с кинетической энергией 360 кэВ, для того, чтобы облучить порошки алюминия. На рисунке 1.2 изображена схема эксперимента облучения порошков алюминия.

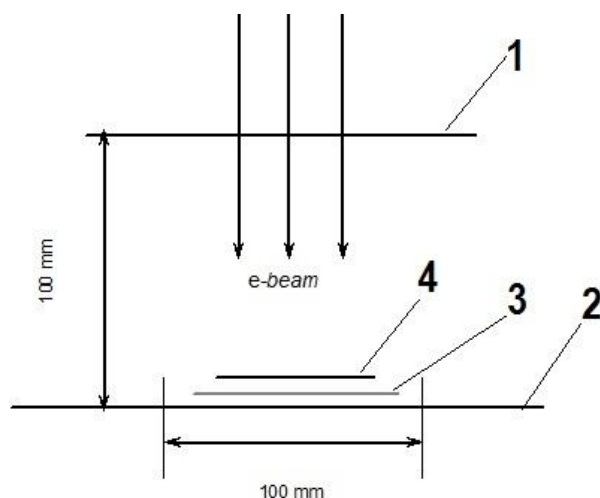


Рисунок 1.2 – Схема эксперимента по облучению порошков алюминия:

1 – выпускное окно ускорителя электронов; 2 – экспериментальный стол; 3 – дозиметрическая пленка; 4 – образец.

От плоскости выпускного окна ускорителя (1) на расстоянии 100 мм, на экспериментальном столе (2) располагался образец (4). С помощью дозиметрической пленки (3) определили, что для диаметра 100 мм по оси выпускного окна за 10 импульсов тока электронного пучка, неоднородность распределения поглощённой дозы по сечению не превышает 5%. При подготовке эксперимента, порошок алюминия (100 мг) помещался в конверт из алюминиевой фольги, линейные размеры которой 5x3 см и толщиной 10 мкм. Количеством импульсов электронного пучка регулировали экспозиционную дозу. Частота следования импульсов составляла 1 Гц. Температура образца при облучении не превышала 40°C. Температуру поверхности образца контролировали с помощью тепловизора.

1.3 Генерирование дефектов структуры в металлах под действием ионизирующего излучения

При радиационном повреждении в металлах происходит образование дефектов: при этом формируются первичные и вторичные дефекты.

Первичный эффект повреждения радиацией кристаллической решётки металлов – это, когда одному из атомов решётки передают достаточно большую кинетическую энергию и одновременно передают дополнительную энергию системе коллективизированных и связанных электронов.

Атом, который получил дополнительную кинетическую энергию (возбужденный) движется сквозь решётку, при этом расталкивая атомы и, оставляя за собой трек, то есть область повреждения, которую составляют смещенные атомы, окруженные облаком возбуждённых электронов. В следствии, результатами первичных эффектов взаимодействий ионизирующих излучений с веществами, являются образования вакансий и междоузельных атомов в решетке.

Вторичные эффекты облучения, которые приводят к наблюдаемым на практике радиационным дефектам определённой конфигурации, относят к точечным дефектам. Данный процесс зависит от реальной структуры кристаллов и энергии, переданной системе коллективизированных и связанных электронов.

Рассматривая такую точку зрения, при воздействии на вещество, в действии, например, γ -излучений или быстрых нейтронов, нет никакой разницы. По всему объёму материала происходит воздействие двух видов излучений из-за достаточно высокой проникающей способности нейтронов и γ -квантов.

Сами нейтроны вызывают смещение атомов в случае нейтронных потоков, в случае же γ -излучения смещение вызывается вторичными электронами. Различие в действии электронов, образованных γ -квантами, вызывающих единичные смещения, и нейтронами, генерирующими каскады

вторичных и более высокого порядка смещений. Расчеты показали увеличение точечных дефектов на 2-3 порядка, что вызвано нейтронами, в отличие от электронов или гамма-квантов, рождающего быстрые электроны. В одно время с генерацией точечных дефектов, от нейтронов и гамма-квантов передается определённая часть их энергии электронам кристаллической решётки. При этом происходит понижение энергии активации процессов в следствии перемещения атомов и дефектов. Кроме того, это приводит к повышению свободной энергии металлической системы. Образование многообразий в структуре, наблюдаемые методами сканирующей электронной микроскопией радиационных дефектов, таких как ассоциации междоузельных атомов и вакансий, дискообразные скопления точечных дефектов, захлопывающихся в петли дислокаций при определённых условиях, и другие дефекты, происходят за счет увеличений подвижностей атомов и дефектов. Также из-за зависимостей от атомных и физических параметров вещества и некоторых других внешних факторов. Когда образуются радиационные дефекты и возникает дополнительная динамическая подвижность элементов системы, происходит перераспределение в микрообластях кристалла относительной плотности коллективизированных и локализованных электронов, что приводит к увеличению подвижности атомов и точечных дефектов. Быстрые заряженные частицы, осколки деления, или ионизированные смещенные атомы характеризуются значительными увеличениями подвижности атомов в зонах радиационных повреждений.

В металлическом твердом теле, в процессе облучения, наблюдали зависимость динамики образований, определённых сложных радиационных дефектов от параметров подвижности атомов. Электронные возбуждения, наведённые излучением, играют важную роль, для увеличения подвижностей дефектов. Это происходит из-за низких диффузионных характеристик атомов и дефектов, в области низких температур. Но, можно отметить, что при облучении даже в области низких температур, временами наблюдается ассоциация

дефектов, которые образуются только в результате диффузионного перемещения атомов или дефектов.

С дефектами происходит ряд превращений, при достаточно высоких температурах, например, они взаимно уничтожаются (аннигилируют), то есть часть дефектов выходит на поверхность металла или на границы зёрен. При адсорбции дефектов дислокациями происходит ускорение выхода дефектов на границы зерен. Образование зубцов, которые тормозят движение дислокаций, происходит при множестве дефектов, перемещающихся вдоль линии дислокации, собираясь вместе. Дислокации закрепляют и упрочняют материалы за счет накопления дефектов.

Точечные дефекты не только адсорбируются дислокациями, но и объединяются, образуя тройные вакансии, дивакансии и комплексы вакансий. Сталкиваясь, точечные дефекты объединяются в прочные комплексы, в то же время вакансии на далеких расстояниях не подлежат взаимодействию. Вакансии по отдельности, в плоскости слоя, при сливании образуют сначала сферические сплюсцивающиеся в дальнейшем полости, либо переходят в своеобразные кольцевые дислокации. Подвижность кольцевой дислокации ограничена и носит диффузионный характер. Также важно, что движению дислокаций обычного типа, таких как краевых и винтовых, препятствует кольцевая дислокация. Упрочнение металла происходит за счет появления кольцевых дислокаций. Данные кольцевые дислокации можно наблюдать при помощи электронного микроскопа.

При упругом столкновении бомбардирующей частицы с атомом, в некоторых случаях последний приобретает энергию E_p , которая превышает некоторую энергию, называемую пороговой энергией смещения E_d . В этом случае, атом, который был возбужден, покидает своё место в решётке. У него есть возможность пройти одно либо несколько межатомных расстояний до того, как он остановится в междоузлии. Перемещаясь, данный атом оказывает на

электронные связи окружающих атомов возбуждающее влияние, но при этом теряется его связь с решёткой. Происходит образование пар Френкеля: вакансия (дырка) – междоузельный атом. У обычных металлов E_d составляет от 20 до 40 эВ. При $E_p \sim E_d$, образуется одна пара Френкеля. Когда $E_p \gg E_d$ создаётся два, три, либо целый каскад однотипных дефектов [7].

При облучении кристаллической решетки потоком тяжелых частиц, энергия, которую приобретает атом вещества, достигает больших значений. В плотноупакованных кристаллических решетках должна сохраняться равномерность среднего расстояния между соударениями и среднего межатомного расстояния, вблизи конца пути первично выбитого атома. В таких случаях, происходит образование области сильного искажения, интерпретируемое, как пик смещения, и атом на пути первично выбитого атома смещается со своего места.

При облучении материалов спектром нейтронов реактора или тяжёлыми частицами с большой энергией, наблюдается ряд элементарных повреждений, которые испытывает кристаллическая решётка.

Модель, основанная на представлении парных столкновений, позволяет оценить усреднённое число смещённых атомов, при отсутствии корректной теории, учитывающей коллективные процессы и совокупности взаимодействий в решётке [8].

Одна из характеристик столкновений – энергия, которая передается бомбардируемому атому. Энергия меняется в зависимости от взаимного направления движения частицы и колебания атома, при столкновении под малым углом, до максимальной величины E_{max} . Максимальную энергию определяют, исходя из закона сохранения энергии и импульса при упругом столкновении:

$$E_{max} = \frac{4EMm}{(M + m)^2}, \quad (1.1)$$

где E – энергия взаимодействующей быстрой частицы, Дж;

m – масса взаимодействующей быстрой частицы, кг;

M – масса атома вещества, кг.

Для электронов с высокой энергией ($E \gg 1 \text{ МэВ}$) учитываются релятивистские эффекты. В этом случае выражение (1.1) принимает вид:

$$E_{max} = \frac{2E \cdot (E + 2m_e c^2)}{M c^2}. \quad (1.2)$$

где m_e – масса электрона, кг;

c^2 – скорость света, м/с².

В электронном газе кристаллической решетки металла возникают локальные возбуждения, наводящиеся дефектами и излучением, кроме точечных дефектов и их конфигураций. Они гипотетически оказывают влияние на термодинамические контакты системы, или ее несколько участков. Это приводит к увеличению наблюдаемой подвижности дефектов, которые существовали до облучения и снова образованных радиационных точечных дефектов. Это объясняет происхождение образований ассоциации точечных дефектов в виде петли дислокаций, или кластеров, подвергнутых воздействию облучения даже в области низких температур [9].

Методы электронной и ионной микроскопии позволяют образовать спектр дефектов, которые после облучения наблюдаются в металлических твердых телах, из-за их взаимодействия между собой и с дефектами кристаллического строения, находящихся в материале. Также спектр дефектов образует воздействие локальных возбуждений в электронной подсистеме кристаллической решетки, инициирующиеся после действия радиации.

Нарушением смещения называются рассмотренные эффекты, которые возникают при смещении атомов в каскаде столкновений. Примесные

нарушения – это совсем другой тип нарушений, связанный с примесными атомами, которые введены в результате превращения ядер мишени, либо при торможении бомбардирующего иона в образце.

Практические проблемы примесного нарушения впервые возникли при облучении материалов для ядерных реакторов. Например, было обнаружено, что металлический уран, который облучен при температуре больше 500°C, существенно увеличивает свой объем. В этом случае, металлографические исследования выявили наличие в металле мелких пор, которые заполнены инертными газами. В большом количестве образование инертных газов в реакторе происходит при делении урана. Каждое из этих нарушений оказывают сильное влияние на свойства материалов.

1.4 Физико-химические свойства облученных металлов в компактном состоянии и в виде порошков

Форма частиц и гранулометрический состав порошка относятся к его физическим свойствам. Формы частиц могут быть сферическими, губчатыми, осколочными, дендритными, тарельчатыми и чешуйчатыми. Форма частиц в основном зависит от способов получения. Форма частиц может оказывать влияния на прочность, плотность и однородность прессовки. Частицы дендритной формы дают наибольшую прочность прессовки. В таком случае, упрочнение порошков при прессовании, вызывают действия сил сцепления, заклинивания частиц, переплетения выступов и ответвлений.

Размеры частиц порошков, которые получены разными методами, колеблются от долей микрометров до долей миллиметров. Чтобы получить прочную прессовку необходимо выбрать порошок с определенными размерами частиц и их набором по крупности. Металлические порошки с частицами одной крупности в практике не встречаются. Относительное содержание фракций частиц различной крупности представляет собой гранулометрический состав порошка. Сочетаясь с иными свойствами, гранулометрический состав при

прессовании оказывает влияние на удельное давление, необходимое, чтобы достичь спеченных изделий и заданных механических свойств [10].

В первую очередь к химическим свойствам порошков относят содержание загрязнений, примесей и основного металла. На химические свойства оказывают влияние и содержание газов в связанном, адсорбированном или растворенном состояниях. Содержание основного металла в порошках достигает значения не ниже 98-99%, такая чистота порошковых металлов для большинства спеченных изделий считается удовлетворительной.

Вредными примесями для железного порошка считаются примеси оксидов марганца, алюминия и кремнезёма. Данные примеси увеличивают износ прессовальных форм и затрудняют прессование порошков.

Увеличение хрупкости порошков, затруднение прессования, происходит из-за присутствия в порошках значительного количества газов, адсорбированных на поверхности частиц, а также из-за попавших внутрь частиц загрязнений, образовавшихся в процессе изготовления и в результате разложения при нагреве. Интенсивное выделение газов при спекании может привести к короблению изделий. Для этого порошки для отгонки газов подвергают вакуумной обработке [11].

1.5 Повышение запасенной энергии в порошках после облучения

Чтобы исследовать энергетически аккумулирующие вещества, требуется теоретическое обоснование возможных предельных величин запасенной энергии в неядерной физических и химических формах.

Старание накопить энергию в твердом теле в виде различных дефектов не дало положительных результатов: предельные концентрации дефектов соответствуют состояниям твердых тел в состоянии их предплавления [12], также накопленная энергия в материале составляла $2/3$ теплоты плавления этого материала [13]. Другой способ представлял собой уменьшение размеров частиц,

однако при этом становится заметным повышение энергии (сравнимо с теплотой плавления) при диаметре частиц 10-30 нм. В этот же промежуток времени, для этого размера кластеров происходит возрастание химической активности, приводящей к их окислению. В вакууме их спекание достигается при малых температурах, при концентрировании же в растворителях спекание протекает с значительным саморазогревом, то есть со взрывом.

Исходя из этого, «закачивание» дефектов в твердое тело и перевод в кластеры, для накопления энергии [14] имеет только теоретическую значимость.

Сложную научную проблему представляет определить абсолютную величину накопленной энергии в порошках. Начнем с того, что, не у всех порошков металлов имеется накопленная энергия, много исследований величины накопленной энергии представлены не квалифицированно [15], в некоторых из таких исследований не приводят данных о происхождении порошка, это имеет отношение и к зарубежным публикациям [16]. Также, например, для проведения бомбовой калориметрии порошков алюминия требуется специальное устройство калориметра [17], отличающегося от конструкции промышленного калориметра (B08MA). Когда происходит калориметрирование порошков алюминия в кислороде (2МПа), то процесс горения сопровождается высокими температурами: происходит сгорание тигля, держателя, внутренней поверхности бомбы. Сравнимость величины накопленной энергии с ошибками измерения на фоне высокой теплоты сгорания порошков алюминия (837 кДж/моль) мешает достижению корректности измерений накопленной энергии. Из-за быстрого сгорания возникает стабилизация метастабильных фаз оксидов алюминия и несгоревшего алюминия. При растворной калориметрии возникает проблема высокой активности порошков алюминия, в процессе термостатирования образцов, это также мешает точному определению величины запасенной энергии.

1.6 Обоснование цели и задач

Целью данной работы было экспериментально определить изменение реакционной способности микропорошков алюминия после β - и γ - облучения. Согласно уравнениям скорости реакции, с увеличением площади реакционной поверхности возрастает скорость процессов. При этом возможно появление нелинейных процессов в первую очередь, саморазогрев порошка. Именно поэтому интерес представляло определить влияние облучения на микронные порошки алюминия, и на их реакционную способность.

Для достижения цели представленной работы были поставлены определенные задачи. Для того, чтобы изучить морфологию, фазовый состав и посчитать параметры активности микропорошков алюминия, необходимо было освоить методику физико-химического анализа, которая включает в себя дифференциально-термический анализ, рентгенофазовый анализ, а также сканирующую электронную микроскопию.

Чтобы провести сравнительный анализ и определить закономерности действия излучений на микропорошки изначально были рассчитаны параметры активности исходных образцов микропорошков алюминия. В данной работе были использованы микропорошки алюминия марок А6, А6М, А8 и А10.

Исследуемые образцы облучали дозами – 1, 2, 4, 8 и 10 Мрад. Так как при увеличении доз наблюдаются более значительные изменения параметров активности образцов.

Глава 2 Использованное оборудование и методики исследований

В данной главе приведены схемы и физические принципы работы использованного оборудования. Описаны современные методики исследований, проведенные с использованием усовершенствованного оборудования. Приведены формулы для расчета четырех параметров активности микропорошков алюминия.

При выполнении экспериментов использовались электронный лучевой ускоритель ЭЛУ-4 Алматинского Государственного университета и гамма-излучатель ОСГИ Казахского Национального Университета им. Аль-Фараби, а также термоанализатор SDT Q 600 Научно-аналитического центра Томского политехнического университета.

Для исследования морфологии и элементного состава был использован сканирующий электронный микроскоп FEI Quanta 200 3D, находящийся в лаборатории ННЛОТ при Казахском Национальном Университете им. Аль-Фараби.

2.1 Электронный лучевой ускоритель ЭЛУ-4

2.1.1 Схема установки

Простейшая электронная пушка состоит из катода, управляющего электрода, первого и второго анода. Схематическое расположение элементов электронно-лучевой трубки представлено на рисунке 2.1.

Катод используется, чтобы создать поток электронов. В трубках ЭЛУ, чаще используются оксидные подогревные катоды, которые по конструкции напоминают небольшой никелевый цилиндр, с подогревателем внутри.

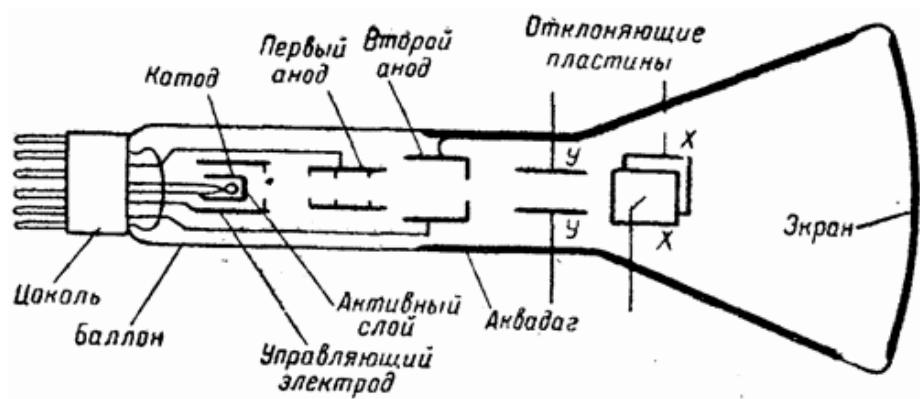


Рисунок 2.1 – Схематическое изображение электронно-лучевой трубки с электростатическим управлением

На катоде есть плоская излучающая поверхность, из-за нанесения активного слоя на дне цилиндра. Поэтому излучение электронов проходит по направлению экрана узким лучом. Внутри баллона к одному из концов нити накала присоединяют вывод катода. Модулятор (управляющий электрод) используется для регулировки яркости светящегося пятна на экране. Управляющий электрод выполнен в виде никелевого цилиндра, который окружает катод. Дно такого цилиндра выполнено в виде диафрагмы, сквозь которую пролетают электроны, которые излучает катод.

Первым анодом называют цилиндр, состоящий из двух либо трех диафрагм. Первый анод и управляющий электрод на ток луча влияют также как, влияет на анодный ток в электронной лампе управляющая сетка и анод. На управляющие электроды, относительно катода, подается небольшое отрицательное напряжение. Регулировка величины тока луча, и яркости пятна, которое светится на экране трубки, зависит от величины напряжения.

Второй анод, также выполнен в виде цилиндра. Отличается величиной диаметра, и имеет обычно одну диафрагму. Напряжение порядка 300-1000 В подается к первому аноду, а напряжение выше порядка 1000-16000 В, ко второму аноду [18].

2.1.2 Физический принцип работы электронного лучевого ускорителя

Трубка работает по принципу того, что электрическое поле, имеющееся между первым анодом и катодом, действует на электроны, тем самым они, получая ускорение, пролетают в первом аноде, сквозь диафрагму. Электроны, в виде узкого и расходящегося пучка вылетают из первого анода. Электрическое поле, которое находится между первым анодом и вторым анодом, является фокусирующим. Оно меняет траекторию электронов. Электроны на выходе из второго анода, двигаясь, приближаются к оси трубки. Электроны, между вторым анодом и экраном, двигаются по инерции, потому что в ускоряющих полях электронной пушки приобрели энергию. Для пересечения на экране траекторий всех электронов, нужно изменить потенциал первого анода и регулировать напряженность фокусирующего поля. Когда на экран попадают электроны, то энергия электронов частично из кинетической энергии переходит в световую, на экране, благодаря этому появляется пятно. Электроны, которые упали на экран, выбивают из экрана вторичные электроны, улавливающиеся аквадагом (проводящий графитовый слой), который нанесен на внутреннюю поверхность баллона, выполняющий роль электростатического экрана, и предохраняющий электронные потоки трубки. На электронные потоки трубки могут воздействовать внешние электрические поля, по причине того, что аквадаг подсоединен ко второму аноду трубки и заземлен с ним.

Сужению электронного луча способствует диафрагма, помещенная внутрь анода, потому что происходит перехват электронов, которые сильно отклонились от траектории (ось трубки) [18].

2.2 Гамма-излучатель ОСГИ

2.2.1 Схема установки

Гамма-излучатели производят и применяют не только комплектами, которые включают в себя все номинальные значения, а также и отдельными номиналами.

Плоское алюминиевое кольцо с диаметром 25 мм и толщиной 3 мм является источником. Между двумя полиимидными пленками термически загерметизирована активная часть, которая находится в источнике. Общая толщина полиимидных пленок составляет 100 ± 10 мкм, а диаметр активной части в источнике не более 3 мм (рисунок 2.2).

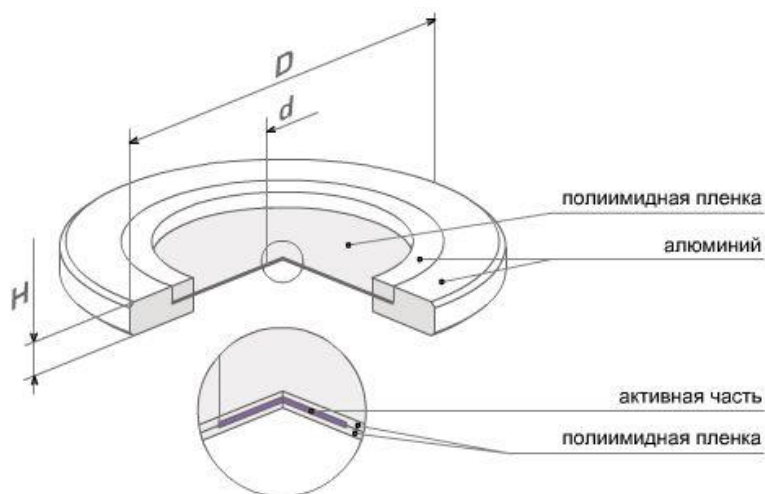


Рисунок 2.2 – Эталонный (образцовый) источник ОСГИ-Р

Образцовые гамма-излучатели, которые используются в установке, всегда укреплены в специальных держателях. Образцовый гамма-излучатель помещается в держатель препаратов таким образом, что когда он помещен с излучателем в диафрагмирующее устройство, то центр гамма-излучателя совпадает с центром диафрагмирующего устройства. Применение гамма-излучателей с различными мощностями доз позволяет получить любую желаемую мощность дозы в указанном выше диапазоне.

Когда изготавливают образцовый гамма-излучатель, то его максимальное отклонение действительного значения активности должно находиться в пределах $+20\%$ от номинального [19].

Следующие условия материалов и геометрических размеров раскрывают технические требования образцовых гамма-излучателей:

- 1) Из кобальта марки К-0 в виде цилиндра изготавливаются излучатели из кобальта-60. Высота и диаметр цилиндров равны $2 \pm 0,04$ мм;
- 2) Излучатели первого разряда помещаются в алюминиевую оболочку толщиной 0,2 мм и помещаются в разъемный алюминиевый пенал;
- 3) Излучатели второго разряда запрессовываются в несъемные алюминиевые пеналы.

Чертежи пеналов приведены на рисунке 2.3.

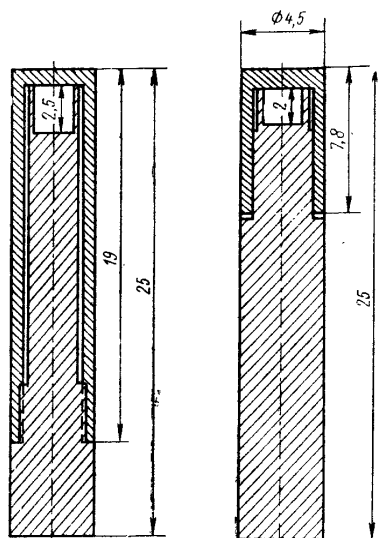


Рисунок 2.3 – Чертежи пеналов образцовых гамма-излучателей кобальта-60

2.2.2 Физический принцип работы гамма-излучателя

За радиоактивный источник γ -кванта принимают β -активный изотоп. В качестве примера на рисунке 2.4 представлены схемы распада ^{60}Co и ^{22}Na . В основном, ядро ^{60}Co распадается на возбужденное состояние 4^+ дочернего ядра ^{60}Ni , посредством разрешенного гамовтеллеровского перехода. Это возбужденное состояние переходит в основное посредством каскада E2-переходов с энергиями гамма-квантов 1173 и 1333 кэВ. Ядро ^{22}Na испытывает β^+ распад. Также, как и в случае ^{60}Co , распад происходит в основном не в возбужденном состоянии дочернего ядра. ^{22}Na – это источник гамма квантов с

энергиями 1275 и 511 кэВ. Образование происходит из-за аннигиляции позитронов.

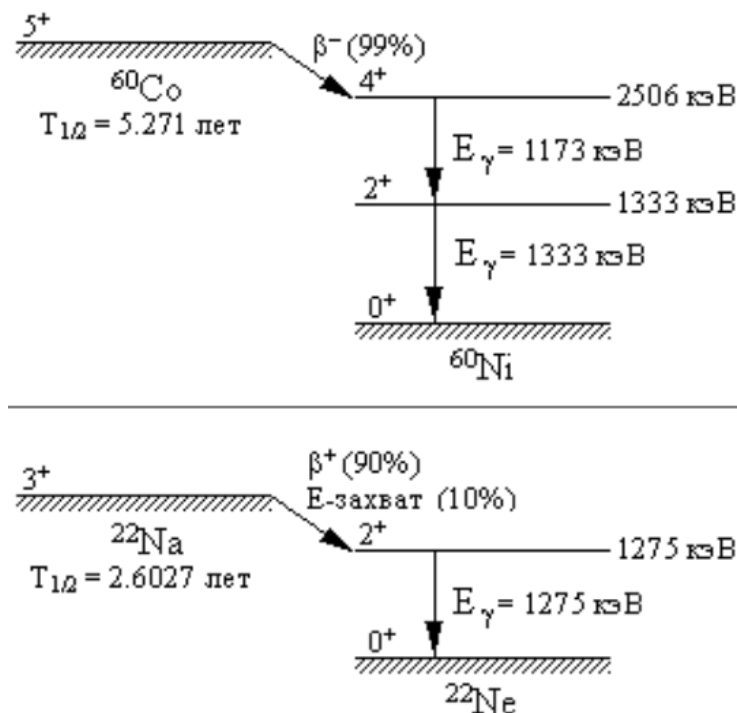


Рисунок 2.4 – Упрощенные схемы распада ^{60}Co и ^{22}Na (показаны только наиболее интенсивные переходы)

Кроме β -активных изотопов в качестве источника гамма-квантов используют изомеры, например, $^{119\text{m}}\text{Sn}$. Период полураспада изомерного состояния $^{119\text{m}}\text{Sn}$ $T_{1/2} = 293.1$ дня, энергия 23.9 кэВ. Собственные ширины гамма-линий меньше энергии гамма квантов: по этой причине радиоактивные источники считаются монохроматическими. Есть вероятность доведения интенсивности радиоактивных источников до 10^{14} фотонов в секунду. В таблице 2.1 приведены β -активные изотопы, использующиеся в установке ОСГИ – образцовый спектрометрический источник, который применяют в качестве рабочего эталона, чтобы сверить и отградуировать средства измерения корпускулярного излучения [20].

Таблица 2.1 – Периоды полураспада и энергия β -частиц изотопов

| Наименование изотопа | Период полураспада, $T_{1/2}$ | Энергия β -частиц изотопов, E_{γ} , кэВ |
|----------------------|-------------------------------|---|
| ^{22}Na | 2.6027 лет | 1274.54 |
| ^{44}Ti | 60.0 лет | 68.9 78.3 1157.0 |
| ^{54}Mn | 312.2 дней | 834.8 |
| ^{55}Fe | 2.741 лет | 5.9 6.5 |
| ^{57}Co | 271.8 дней | 14.4 122.1 136.5 |
| ^{60}Co | 5.271 лет | 1173.2 1332.5 |
| ^{65}Zn | 244.06 дней | 1115.54 |
| ^{88}Y | 106.6 дней | 898.0 1836.1 |
| ^{109}Cd | 461.4 дней | 88.0 |
| ^{113}Sn | 115.1 дней | 255.1 391.7 |
| ^{134}Cs | 2.065 лет | 563.2 569.3 604.7 795.8 |

2.3 Сканирующий электронный микроскоп

2.3.1 Схема установки

Сканирующий электронный микроскоп – это прибор, который предназначен для получения увеличенного изображения объекта, посредством сканирования объекта с помощью сфокусированного пучка электронов и регистрированием сигнала при помощи детектора. Сигнал возникает при взаимодействии электронов с веществом. Схема СЭМ состоит из (рисунок 2.5) источника электронов, оптической системы, которая фокусирует электроны и сканирует, также камеры с образцом и детектора, который регистрирует сигнал, и из системы откачки, необходимой для того, чтобы создать вакуум в микроскопе. Вакуум в камере, колонне и в пушке это необходимое условие для работы микроскопа, потому что электрон не долетит от источника к образцу в воздухе, из-за столкновения с молекулами воздуха на своем пути.

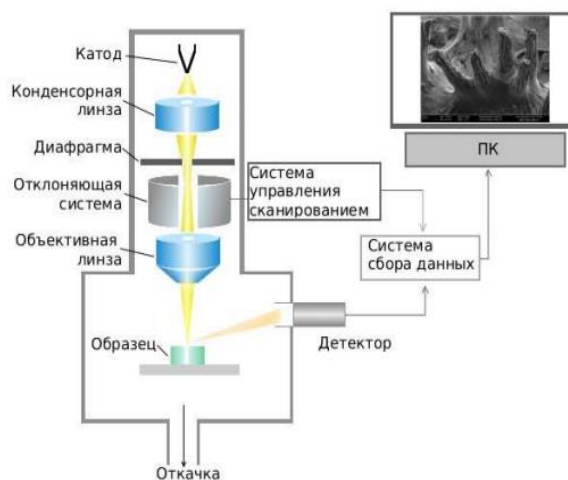


Рисунок 2.5 – Принципиальная схема сканирующего электронного микроскопа

Фокусировка и ускорение в направлении образца происходит тогда, когда электроны, которые испускаются катодом, проходят через систему электронной оптики. В процессе сканирования сфокусированных пучков на поверхности образца возникает эмиссия вторичных электронов, регистрирующихся детектором. Так подается информация о величинах сигнала с детектора и координатах пучка на образце, в систему сбора данных. Чтобы построить

изображение, каждой точке образца приписывают яркость, которая пропорциональна величине сигнала, измеренного в момент, нахождения пучка в этой точке [21, 22].

В случае последовательного способа регистрации воздействие на точки объекта осуществляется поочередно, путем сканирования, а сигнал регистрируется одним детектором. Именно этот способ построения изображения используется в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ).

Второй отличительной особенностью микроскопа является получение увеличенного изображения объекта исследования. Под увеличением понимается отношение расстояния между изображениями двух точек объекта, на изображении к расстоянию между этими точками на объекте (рисунок 2.6).

Размер изображения ограничен размерами монитора, следовательно, для изменения увеличения необходимо изменять размеры области сканирования. Чем меньше область сканирования, тем больше увеличение [23], но не до бесконечности.

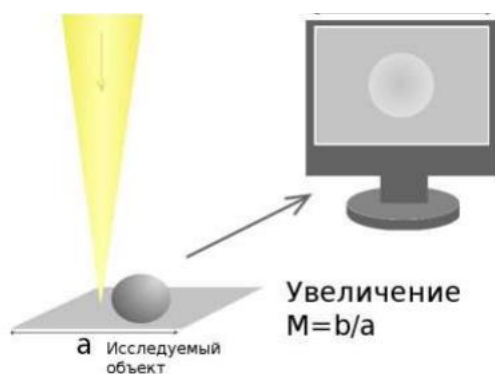


Рисунок 2.6 – Увеличение в сканирующей электронной микроскопии

Основной характеристикой микроскопа является разрешение. Под физическим разрешением микроскопа подразумевается наименьшее расстояние между двумя объектами, при котором их можно различить на изображении. Если расстояние между двумя объектами меньше, чем разрешение микроскопа, то объекты сливаются в один (рисунок 2.7).

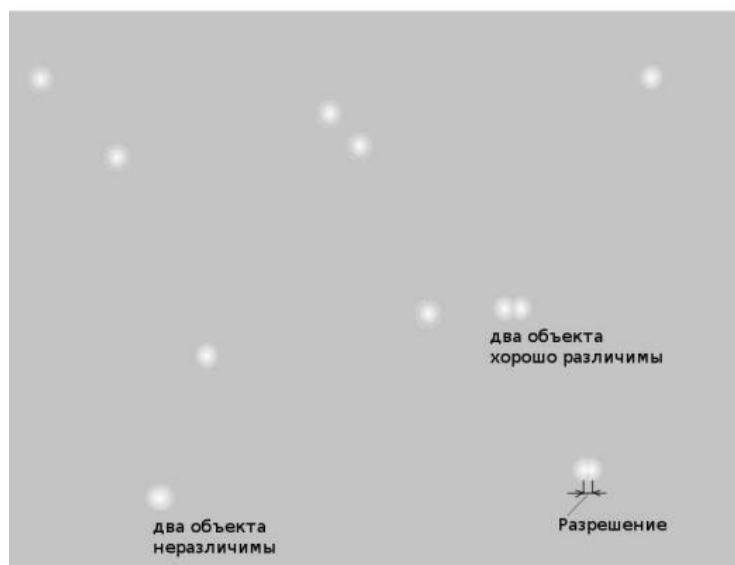


Рисунок 2.7 – Определение разрешения на изображении

Разрешение определяется размерами области, сигнал из которой регистрируется детектором. Размер области взаимодействия электронов с материалом определяется не только размерами электронного пучка, но и процессами взаимодействия электронов с веществом. Для получения качественного изображения необходимо минимизировать размеры электронного пучка, то есть сфокусировать его [24].

2.3.2 Физический принцип работы сканирующего электронного микроскопа

Принцип работы сканирующего электронного микроскопа основывается на взаимодействии электронного пучка с исследуемым веществом. При взаимодействии с материалом образца электроны пучка (зонда) генерируют различные типы сигналов. Например, такие, как вторичные электроны, обратноотраженные электроны, Оже-электроны, характеристическое рентгеновское излучение и так далее. Это излучение и частицы, и есть носители информации о рельефе и материале образца.

Сканирующий электронный микроскоп используют для того, чтобы получить изображения поверхности объекта с высоким пространственным

разрешением (до 0,4 нм), информацию о составе, строении приповерхностных слоев.

Формирование острогофокусированного электронного зонда средних энергий от 200 эВ до 50 кэВ на поверхности образца является функциями электрооптической колонны и электронной пушки, которые составляют основу сканирующего электронного микроскопа. Сканирующие электронные микроскопы обладают большой глубиной резкости, благодаря очень узкому электронному лучу. Глубина резкости СЭМ примерно вдвое больше, чем у оптического микроскопа, это позволяет получить четкие микрофотографии с трехмерным эффектом для объектов, у которых сложная топография. Такое свойство СЭМ весьма полезно для изучения поверхностной структуры образца. В приборе обязательно должна быть установлена вакуумная система. В сканирующем электронном микроскопе есть предметный столик, который позволяет переместить образец как минимум в трех направлениях. Также установлен специальный детектор, который улавливает разные виды сигнала, которые возникли из-за взаимодействия электронов с объектом.

Соответственно, изображения, которые продуцируются сканирующим электронным микроскопом, строятся, используя различные сигналы, зачастую несколько сигналов в одно время. К примеру, как рентгеновские изображения, и изображения вторичных, отраженных электронов.

При детектировании вторичных электронов, используют детектор Эверхарта-Торнли, который позволяет собрать электроны с энергиями около 50 эВ. При регистрации этим детектором, получают изображения, которые обладают меньшим разрешением, но у них есть контраст по среднему атомному номеру, они несут в себе больше информации о внутреннем строении приповерхностных слоев глубиной до нескольких десятков нанометров и о химическом составе.

Для детектирования отраженных электронов некоторые модели микроскопов оснащают высокочувствительными полупроводниковыми детекторами обратно рассеянных электронов. Детекторы вводят под полюсной наконечник, находящийся на специальном стержне. Либо монтируют в нижней поверхности объективной линзы. Используя такой детектор, можно получить изображения топологии поверхности с большим разрешением [25].

2.4 Рентгеновский дифрактометр

2.4.1 Схема установки

Принцип работы рентгеновского дифрактометра основан на дифракции рентгеновских лучей, при прохождении их через кристаллическую решетку исследуемого материала.

На рисунке 2.8 показана принципиальная схема дифрактометра Брегга-Брентано.

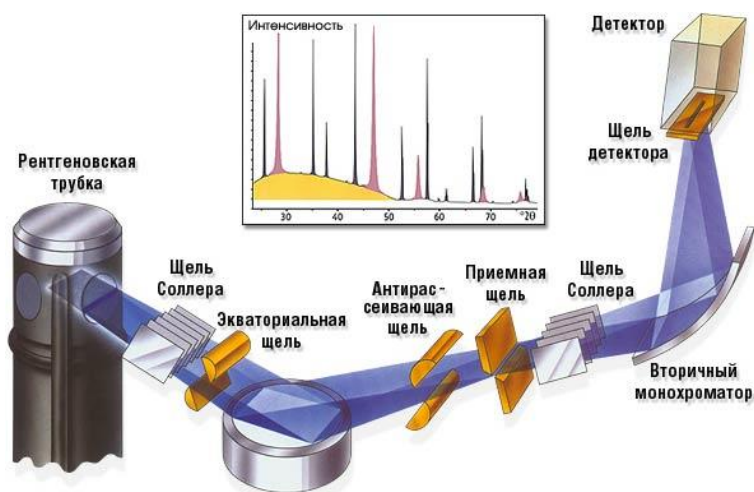


Рисунок 2.8 – Принципиальная схема дифрактометра

Рентгеновские трубка с детектором являются главными компонентами дифрактометра. Размещены они на гониометре. Гониометр – это точная система установки и отслеживания угла излучения в отношении поверхности образца (рис.2.9).

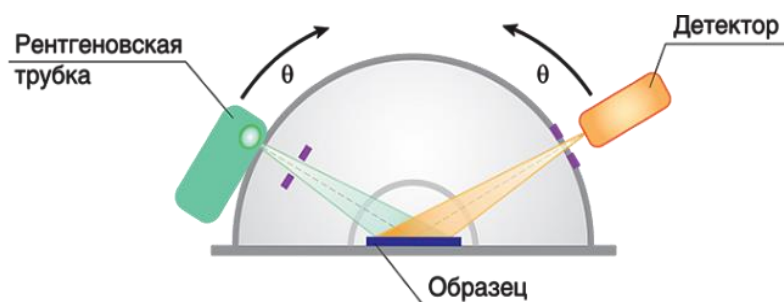


Рисунок 2.9 – Размещение рентгеновской трубки и детектора на гониометре

Одним плечом гониометра определяется угол отражения излучения от образца, то есть детектируемый сигнал, а второе плечо задает угол облучения образца рентгеновской трубкой.

Интенсивность рентгеновского излучения непрерывно регистрируется детектором во время движения. Другие части оптической схемы дифрактометра создают излучению свойства, для оптимизации его в решении тех или иных задач дифрактометрических исследований [26].

На рисунке 2.10 приведена рентгенооптическая схема дифрактометров.

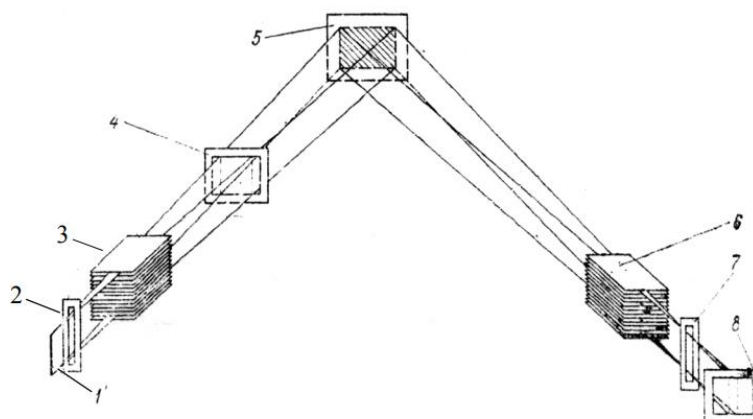


Рисунок 2.10 – Рентгенооптическая схема дифрактометра (штрихом выделена поверхность образца, которая облучалась):

- 1 – фокус рентгеновской трубки; 2, 4 – ограничивающие щели; 3, 6 – щели Соллера;
- 5 – образец; 7 – приемная щель; 8 – щель счетчика

Из фокуса 1 рентгеновской трубки выходят рентгеновские лучи (находятся на окружности фокусировки), которые системой ограничивающих щелей 2, 4 и щелью Соллера 3 сформированы в первый пучок, затем они попадают на исследуемый образец 5, плоскость этого исследуемого образца является касательной к окружности фокусировки. Через щели Соллера 6, приемную щель 7, которая располагается на окружности фокусировки, и ограничивающую щель 8, дифрагированные рентгеновские лучи от образца, который исследуется поступают в счетчик квантов. При использовании сменных вкладышей, ширина прорези которых 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 мм меняется ширина щелей 2 и 7. Для того, чтобы повысить светосилу дифрактометра используют рентгеновские трубки, у которых есть линейчатый фокус, расположение которого перпендикулярное к окружности фокусировки, так как из-за щели Соллера не происходит увеличения расхождения пучков рентгеновского луча. При использовании сменных вкладышей с высотой прорезей 2, 4, 6, 8, 10 и 12, щель 4 позволяет ограничить, по вертикали, рабочую длину линейчатого фокуса. Изменить интенсивность рентгеновского излучения, которое попадает в счетчик, позволяет щель 8, регулируемая по высоте (от 0 до 12 мм) подвижной шторкой.

Когда регистрируется рентгеновская дифракционная картина, кристаллографические плоскости выходят в отражающее положение, которые параллельны плоской поверхности исследуемого образца. Это и является особенностью фокусировки по Бреггу-Брентано [27].

2.4.2 Физический принцип работы дифрактометра

На использовании потока быстролетающих электронов основываются способы получения рентгеновских лучей для структурных исследований. Мощное коротковолновое рентгеновское излучение применяется в основном в дефектоскопии. Получают его с помощью бетатронов и линейных ускорителей электронов. Однако ускорители электронов преимущественно используют в

стационарных установках, они сложны в настройках и громоздки. Рентгеновская трубка считается наиболее распространенным источником рентгеновских лучей. Рентгеновские трубки делят по принципу получения электронных пучков. Когда в результате термоэлектронной эмиссии возникают свободные электроны – это трубки с горячим катодом. Если возникновение свободных электронов происходит в результате автоэлектронной эмиссии, то это трубки с холодным катодом. Рентгеновские трубки этих двух видов бывают разборными, или запаянными с постоянным вакуумом, либо откачиваемые вакуумным насосом. Больше распространяются запаянные рентгеновские трубки с горячим катодом. Состоят они из двух электродов – катод и анод (рис.2.11), а также из стеклянной колбы. В колбе создают высокий вакуум (10^{-7} – 10^{-8} мм.рт.ст.), который обеспечивает свободное движение электронов, от катода к аноду, химическую, электрическую и тепловую изоляции раскаленного катода.

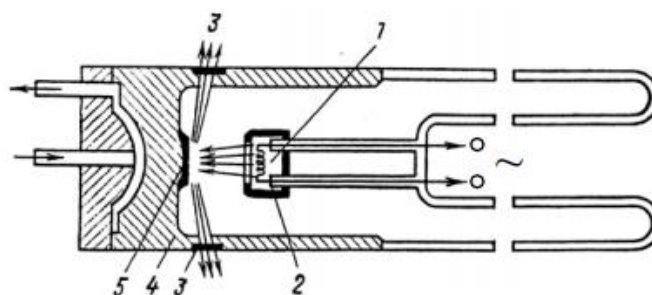


Рисунок 2.11 – Схема рентгеновской трубки БСВ-2:

1 – нить катода; 2 – фокусирующий колпачок; 3 – окно для выпуска рентгеновских лучей; 4 – защитный цилиндр; 5 – зеркало анода

Нить накала и фокусирующий колпачок входят в состав катода рентгеновской трубки. Форма колпачка и нити может быть круглой или линейчатой. Это определяют формами фокусного пятна, которое задается, на аноде трубки. Нить, которая сделана из вольфрамовой стали может разогреваться до 2000 - 2200°C за счет электрического тока. Нить часто покрывается соединениями тория для того, чтобы повысить эмиссионные

характеристики. Оптическими свойствами рентгеновской трубки определяется размер пятна фокуса. Чем меньше размер фокуса, тем больше точнее рентгеноструктурный анализ, и резкость изображения, когда его просвечивают.

Анодом рентгеновской трубки называют медный цилиндр, в торце которого впрессовали зеркало анода. Зеркалом анода является пластинка из материала, с присутствием явления торможения электронов. Зеркало изготавливают из вольфрама для просвечивания в рентгеновской трубе. Чтобы получить выходящий из трубки пучок с максимальной интенсивностью, в рентгеновских трубках торец анода срезан под определенным углом к оси анода. Когда электроны ударяются о зеркало анода, примерно 96% их энергии превращается в тепло, по этой причине анодный цилиндр охлаждается протекающими маслом и водой. Чтобы задержать отраженные от анода электроны и защитить от неиспользованных рентгеновских лучей, анод защищен специальным медным чехлом. Этот чехол состоит из одного или нескольких окошек для выхода рентгеновских лучей. В них вставляются тонкие пластинки из бериллия, не поглощающий рентгеновское излучение, которое генерируется в трубке [28].

С помощью рентгеновской дифрактометрии можно провести фазовый, рентгенофазовый качественный и количественный анализ – это идентификация различных кристаллических фаз и определение их относительных концентраций в смесях. Этот анализ основан на дифракционной картине исследуемых образцов, прецизионном определении параметров элементарной ячейки известного вещества, чтобы обнаружить изоморфные примеси, индицировании рентгенограмм, определении параметров и возможностях пространственной группы для новых соединений [29, 30].

2.5 Термоанализатор

2.5.1 Схема установки

Чтобы провести испытание с использованием дифференциально-термического анализа и термогравиметрии применяются термоанализаторы любой конфигурации, которые обеспечивают условия испытаний по заданной программе, смогут определить и графически записать разности температур пробы материалов и инертных веществ, измерить массу пробы.

На рисунке 2.12 представлена принципиальная схема термоанализатора. Термоанализатор – это обогреваемый блок, в котором устанавливаются два одинаковых тигля. Два тигля устанавливаются на ячейках-держателях, в один из тиглей помещается инертное вещество, а во второй – проба материала. Материал, из которого изготовлен тигель, не должен влиять на результаты испытаний.

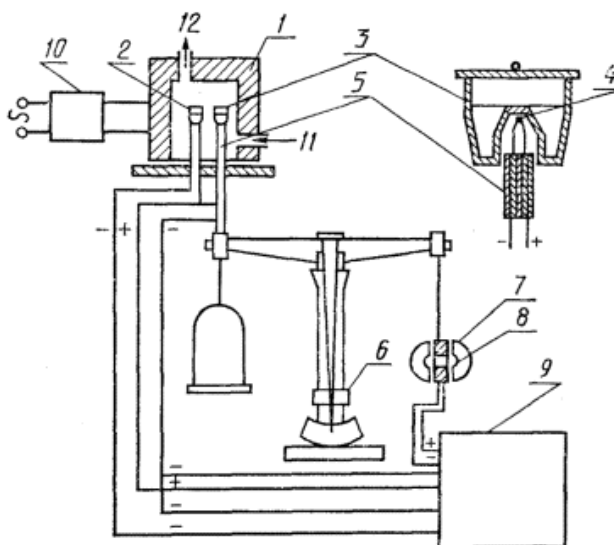


Рисунок 2.12 – Принципиальная схема термоанализатора:

1 – термокамера; 2 – тигель с инертным веществом; 3 – тигель с пробой; 4 – термопара; 5 – керамическая трубка; 6 – весы; 7 – катушка; 8 – магнит; 9 – регистрирующий блок с пишущим устройством; 10 – блок питания и управления нагревом печи; 11 – ввод газа (вакуумирования); 12 – отвод газообразных продуктов

Необходимо, чтобы термоанализатором обеспечивалось измерение массы пробы с допускаемой погрешностью не больше 0.0002 грамма. Необходимо обеспечение постоянной скорости нагрева пробы (от 2 до 20 °С/мин), при этом допускаемая погрешность должна составлять не более 0.2 °С/мин, и измерять температуру инертного вещества и образца с допускаемой погрешностью не больше 0.5 °С.

В термоанализаторе должно быть регистрирующее устройство для непрерывной записи термоаналитических кривых, либо устройство вывода результатов испытаний на ЭВМ.

При необходимости, термоанализатор должен обеспечить проведение испытаний при отрицательных температурах в среде данного состава, либо вакуума. Также обеспечить возможность отбора газообразных продуктов, которые выделились при испытаниях, для их последующего анализа [31].

2.5.2 Физический принцип работы термоанализатора

Принцип работы термоанализатора состоит в процессе одновременного регулируемого нагрева двух чашек. В одной из чашек помещается исследуемое вещество, а во второй эталон. При определенной температуре, которая называется температурой фазового перехода, происходит поглощение, либо выделение теплоты исследуемым образцом. Эту теплоту называют теплотой фазового перехода, которая регистрируется датчиком теплового потока, который измеряет разность тепловых потоков между двумя чашками. Теплоту фазового перехода определяет интеграл этого сигнала. При перерасчете теплоты фазового перехода на единицу массы можно определить удельную теплоту фазового перехода. Точка «тепловой поток – температура» на непрерывно регистрируемой кривой начала отклонения от монотонности, которую определяют по средствам пересечения экстраполяции низкотемпературной ветви пика кривой с базовой линией, принимается за значение температуры фазового перехода.

Термоанализатор это измерительный комплекс, включающий в себя функцию дифференциально-сканирующего калориметра и аналитических весов, с высокой чувствительностью. Благодаря такому конструктивному решению можно одновременно проводить в одном эксперименте и на одном образце измерения теплоты и температуры фазовых переходов, а также регистрировать при этом изменение массы образца, который исследуется. Термоанализаторы выполнены в металлическом корпусе, на которых смонтирована подъемная высокотемпературная печь, и внутри располагаются высокочувствительные весы в термостатированном кожухе, также электрический привод подъемного устройства и электронная схема управления. На измерительном плече весов укреплен калориметрический узел, который смонтирован на длинном стержне с пакетом экранов, которые препятствуют потерям тепла тепловым излучением. В передней части панели корпуса термоанализатора располагается клавиатура управления, а в задней части – ввод для присоединения внешнего устройства и штуцеров для продувания инертными защитными газами, и чтобы подключить хладоноситель с прокачкой. Функционируют термоанализаторы под управлением программного обеспечения, которое устанавливается на персональный компьютер, соединяемый с электронным блоком управления и измерения через разъем USB. Калибровка термоанализатора осуществляется с помощью программного обеспечения, т.е. задают параметры экспериментов, регистрируют их, обрабатывают и сохраняют результаты, затем выводят их на печать [32].

2.5.3 Дифференциально-термический анализ

Метод, который исследует физические и химические превращения, сопровождающиеся выделением, либо поглощением тепла, называется дифференциально-термическим анализом [33].

Измерение разностей температур между эталонным и исследуемым образцом происходит при их одновременном и одинаковом нагреве либо

охлаждении, в этом и заключается сущность метода дифференциально-термического анализа. За эталонный образец берется инертное вещество, не испытывающее фазовые и структурные изменения, при исследуемом диапазоне температур, и с близкими значениями теплоемкостей и теплопроводности, к исследуемому веществу. Таким образом, разность температур между эталонным и исследуемым образцов, которая возникает при их одновременном нагреве либо охлаждении, обуславливается экзо- и эндотермическими превращениями или реакциями в исследуемом образце.

В ходе изменений температур в образце возможно протекание процессов, повлекших изменение энтальпии, например, перестройка кристаллических структур, реакции дегидротации, плавление, испарение, разложения и диссоциации, восстановления и окисления. Эти превращения сопровождаются поглощением или выделением тепла, поэтому температура эталона и образца начинает различаться. Благодаря ДТА можно зафиксировать даже малые изменения температуры образца, из-за того, что регистрирующие термопары от образца и эталона присоединены навстречу друг к другу [34].

Так как ДТА это динамический метод, из-за этого существует ряд факторов, которые влияют на результаты дифференциально-спектральных кривых.

К факторам, которые связаны с измерительными приборами относят: атмосферу печи, размеры и формы печи, материалы и геометрию держателя образца, скорость нагрева, размещение термопар относительно образца.

Обстоятельства, которые отображают характеристики образца: размер частиц, масса образца, теплопроводность, теплоемкость, плотность упаковки частиц образца, усадка образца, степень кристалличности.

2.5.4 Параметры оценки качества пассивирования порошка

Индивидуальные физико-химические свойства определяют по четырем параметрам активности. Все параметры активности получают после обработки данных термического анализа. На рисунке 2.13 представлен вид термограммы, полученный после ДТА.

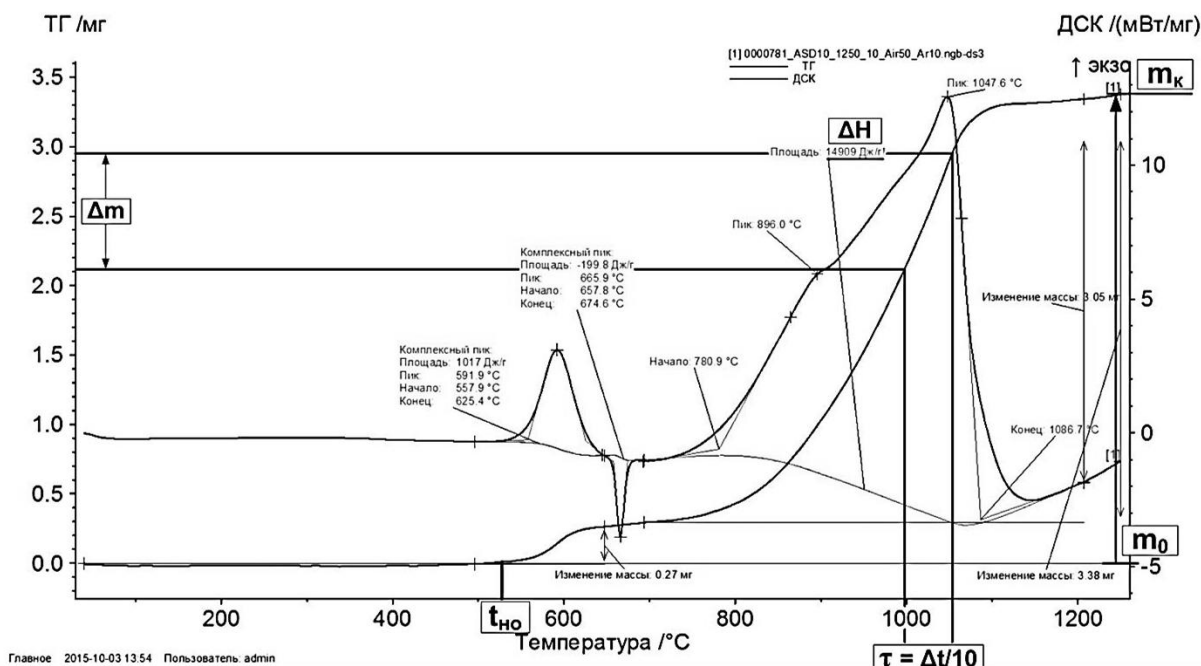


Рисунок 2.13 – Термограмма микропорошка алюминия АСД-10 (масса навески 4,3 мг, скорость нагрева 10°/мин, атмосфера – воздух)

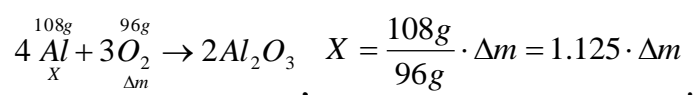
1. Температура начала окисления при нагревании в воздухе (t_{HO}) – температура, при которой начинается увеличение веса. Определяется по зависимости веса от температуры (ТГ). Этот параметр отражает термическую устойчивость (температуру зажигания) порошка в воздухе и является численной характеристикой порошка. Температуру начала окисления определяют по точке отклонения зависимости ТГ от базовой линии.

2. Максимальная скорость окисления (V_{max}) характеризует активность порошка по отношению к окислению. Определяется по зависимости веса от температуры нагрева:

$$V_{max} = \frac{\Delta m}{\Delta t / 10} \text{ [мг/мин]}.$$

Локальная температура в образце порошка, как правило, превышает температуру нагревателя, за счет чего скорость резко возрастает. Размерность скорости: $\Delta m / \Delta t$ определяется на линейном участке по зависимости роста веса (химического связывания кислорода) от температуры нагревателя. Максимальная скорость позволяет сравнивать образцы порошков или фракции одного порошка по способности распространения и выделения теплоты при окислении. При повышении скорости окисления процесс окисления переходит в горение, и затем наблюдается детонация, например, при окислении нанопорошка титана.

3. Степень окисленности порошка (α) – отношение веса окисленного порошка к весу исходной навески (m_0). Измеряется в долях от единицы или в процентах. Рассчитывается по увеличению веса за счет химического связывания кислорода (ТГ зависимость):



$$\text{Содержание алюминия} = \frac{X}{m_0} \cdot 100\%$$

4. Тепловой эффект процесса окисления ΔH определяется автоматически (по программе термоанализатора) и степени термической опасности, а также отражает основные параметры окисления и возможность перехода окисления в режим теплового взрыва [35].

2.6 Характеристики и методики облучения порошков

В данной работе были использованы микропорошки алюминия А6, А6М, А8, А10 для проведения бета- и гамма-облучения, чтобы в дальнейшем изучить влияние облучения на активность микронных порошков алюминия (рис.2.14).



Рисунок 2.14 – Микропорошки алюминия А6, А6М, А8, А10

Среднеповерхностный диаметр (d_s) микропорошка алюминия А6 равен 4,36 мкм, а массовая доля частиц в интервале 0,3-11 мкм составляет 98%. Среднеповерхностный диаметр для микропорошка А6М – 3,53 мкм, массовая доля в интервале 0,2-11 – 97 %, для микропорошков А8 и А10, соответственно, d_s – 2,65; массовая доля в интервале 0,2-7 – 97%, d_s – 2,36; массовая доля в интервале 0,18-6 – 96%. Для проведения эксперимента микропорошки каждого вида упаковывали в тонкую алюминиевую фольгу (рис. 2.15).



Рисунок 2.15 – Микропорошки алюминия (А6, А6М, А8, А10) в алюминиевой фольге (8мкм)

Для проведения β -облучения использовался электронный лучевой ускоритель ЭЛУ-4 [36]. На рисунке 2.16 изображен пульт управления ускорителем.



Рисунок 2.16 – Пульт управления ускорителем

Также исследуемые образцы облучали дозами – 1, 2, 4, 8 и 10 Мрад в гамма-излучателе ОСГИ. На рисунке 2.17 изображена последовательная загрузка образцов в гамма-излучатель.



Рисунок 2.17 – Загрузка образца в гамма-излучатель ОСГИ

Изначально не облученные микропорошки каждого вида исследовали с помощью сканирующей электронной микроскопии с системой EDAX [37], для того, чтобы затем провести сравнительный анализ морфологии до и после облучения. На рисунках 2.18 и 2.19 (а, б, в, г) представлены предварительно приготовленные исходные образцы для исследования и полученные СЭМ снимки этих образцов.

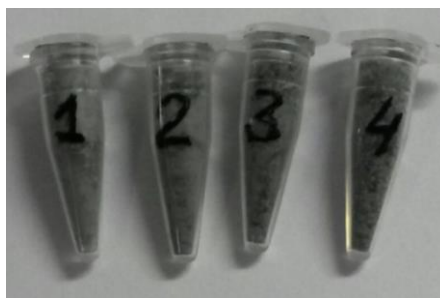


Рисунок 2.18 – Изначально приготовленные образцы для сканирующей электронной микроскопии: 1 – А6; 2 – А6М; 3 – А8; 4 – А10

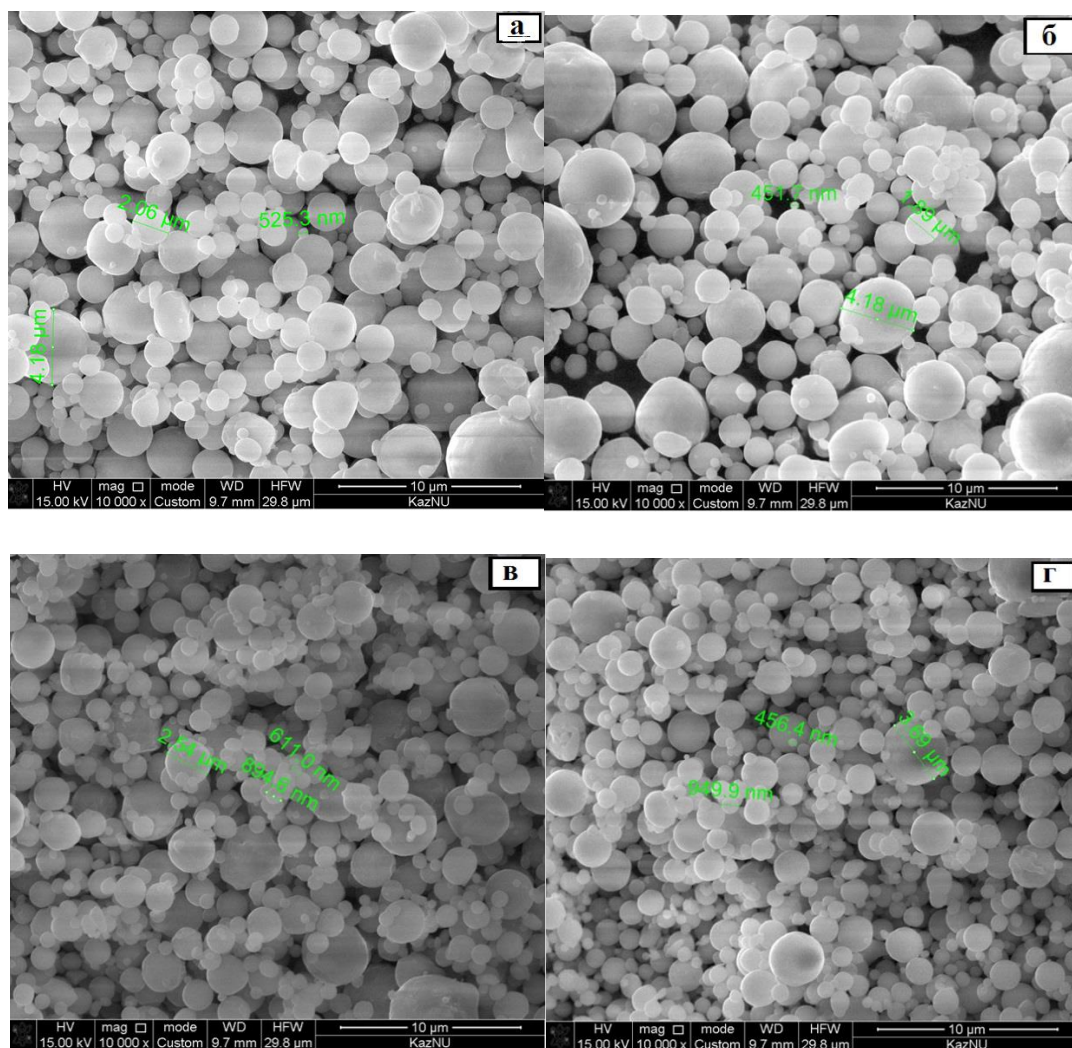


Рисунок 2.19 – Снимки исходных микропорошков алюминия до облучения, СЭМ:

а – микропорошок алюминия марки А6; б – микропорошок алюминия марки А6М; в – микропорошок алюминия марки А8; г – микропорошок алюминия марки А10

Глава 3 Изменение структуры и состояния микронных порошков до и после облучения

В третьей главе описаны результаты исследований микропорошков алюминия. Для облучения образцов потоком электронов использовался электронно-лучевой ускоритель ЭЛУ-4, а для облучения микропорошков алюминия гамма-излучением использовали гамма-излучатель ОСГИ. Для выявления влияния облучения на структуру и состояние микронных порошков алюминия были проведены сканирующий электронный и рентгенофазовый анализы. В дальнейшем, чтобы изучить морфологию облученных порошков, с помощью сканирующего электронного микроскопа FEI Quanta 200 3D, проведены исследования исходных микропорошков алюминия и микропорошков алюминия после облучения потоком электронов и гамма-излучением. Результаты исследования представлены в разделах 3.3, 3.4.

3.1 Облучение γ -излучением: микропорошков алюминия в условно герметичной таре

Для облучения гамма-излучением микропорошков алюминия марок А6, А6М, А8 и А10 использовали гамма-излучатель ОСГИ (г. Алматы). Дозы облучения составляли 1, 2, 4, 8, 10 Мрад.

Микропорошки каждого вида алюминия, массой 1 грамм заворачивали в тонкую (8мкм) алюминиевую фольгу. Для облучения образцов использовали изотоп - Co^{60} активностью 0,027 мКи, имеющего две полосы излучения - 1173 и 1332 кэВ [38]. Интенсивность излучения составляла 350-400 импульсов/мин. Время облучения гамма-излучением для набора доз 1, 2, 4, 8 и 10 Мрад составило 15, 30, 60, 120 и 150 минут. В этих условиях облучение не приводило к возникновению наведенной активности.

Полученные после облучения микропорошки алюминия были исследованы с помощью дифференциально-термического и рентгенофазового анализов, сканирующей электронной микроскопии.

3.2 Облучение β -излучением: 1, 2, 4 Мрад в условно герметичной таре

Проблема в использовании алюминия как реагента заключается в определении активности порошков алюминия. В процессах окисления алюминия необходима высокая скорость: для этого необходимо повысить реакционную способность путем облучения ионизирующим β -излучением. При получении, хранении, переработке и транспортировке порошков алюминия желательна их пониженная активность.

Для облучения β -излучением микропорошков алюминия марок А6, А6М, А8 и А10 использовали электронный ускоритель ЭЛУ-4. Микропорошки каждого вида алюминия массой 1 грамм, также, как и при γ -облучении, заворачивали в алюминиевую фольгу для помещения в вакуумную камеру (рис. 3.1), что препятствовало быстрому окислению образца.

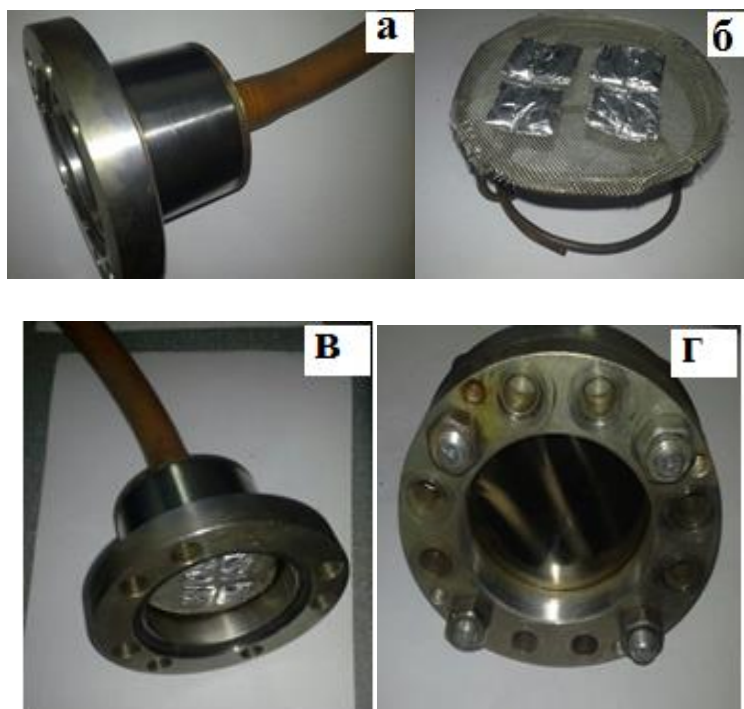


Рисунок 3.1 – Фотографии вакуумной камеры и держателя образцов:

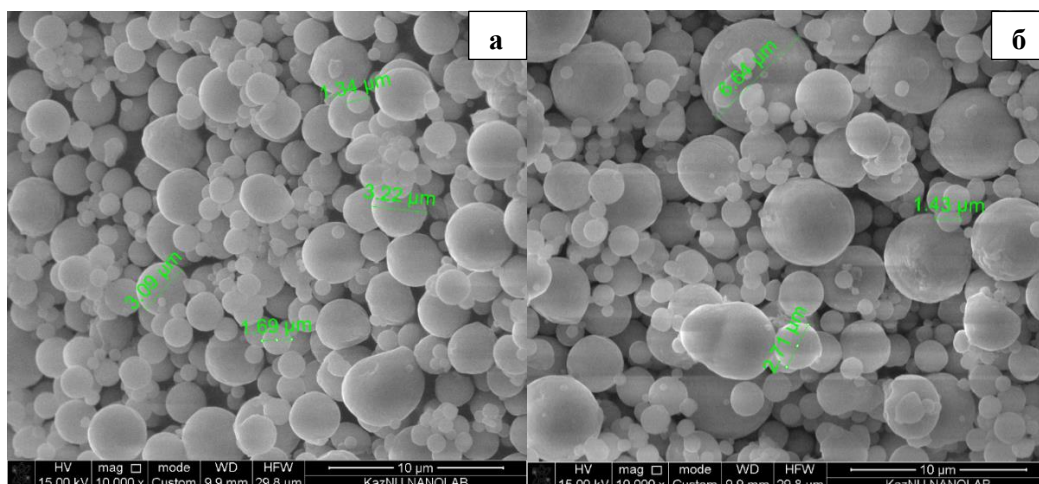
а – незаряженная ВК; б – держатель образцов, завернутых в алюминиевую фольгу; в, г – заряженная ВК;

Вакуумная камера представляет собой ячейку, которая закрывалась с обеих сторон алюминиевой фольгой для прохождения электронов из выходного окна ускорителя на образец. Во внутрь помещался микропорошок алюминия, который дополнительно был завернут в алюминиевую фольгу и закреплен провололочкой для фиксации.

Исследуемые образцы облучали дозами – 1, 2 и 4 Мрад. Время набора дозы облучения 1 Мрад с использованием ЭЛУ-4 составляло 12 минут, 2 Мрад – 24 минуты, 4 Мрад – 48 минут и т.д., энергия потока электронов – 4МэВ, плотность тока составила порядка 0,01мкА/см². После проведения облучения микронных порошков алюминия β - и γ -излучением, для определения их активности использовались следующие параметры: температура начала окисления, максимальная скорость окисления, степень окисленности, удельный тепловой эффект.

3.3 Анализ облученных образцов с помощью сканирующей электронной микроскопии

Облученные микропорошки алюминия β - и γ -излучением были исследованы с помощью сканирующей электронной микроскопии. На рисунке 3.2 представлены микрофотографии микропорошков алюминия, облученных бета-излучением с дозой облучения – 4 Мрад.



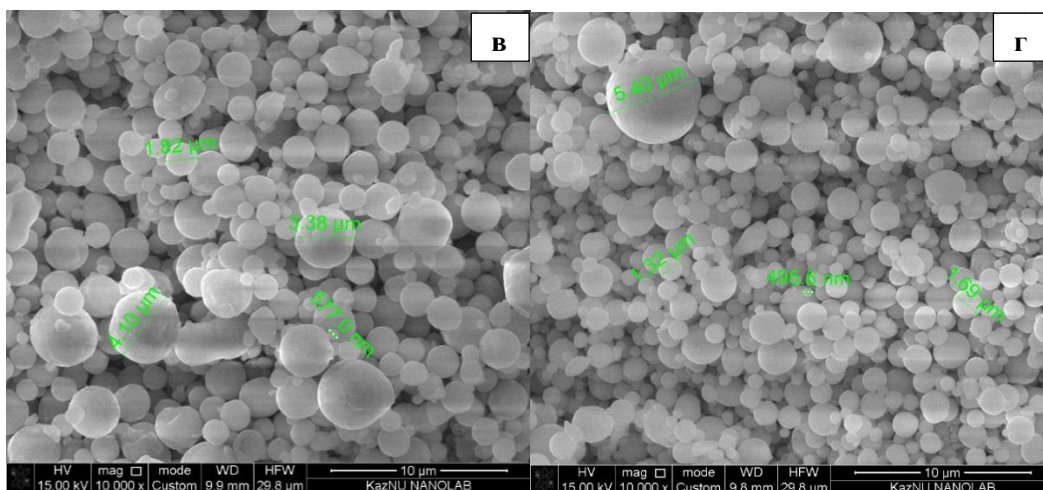
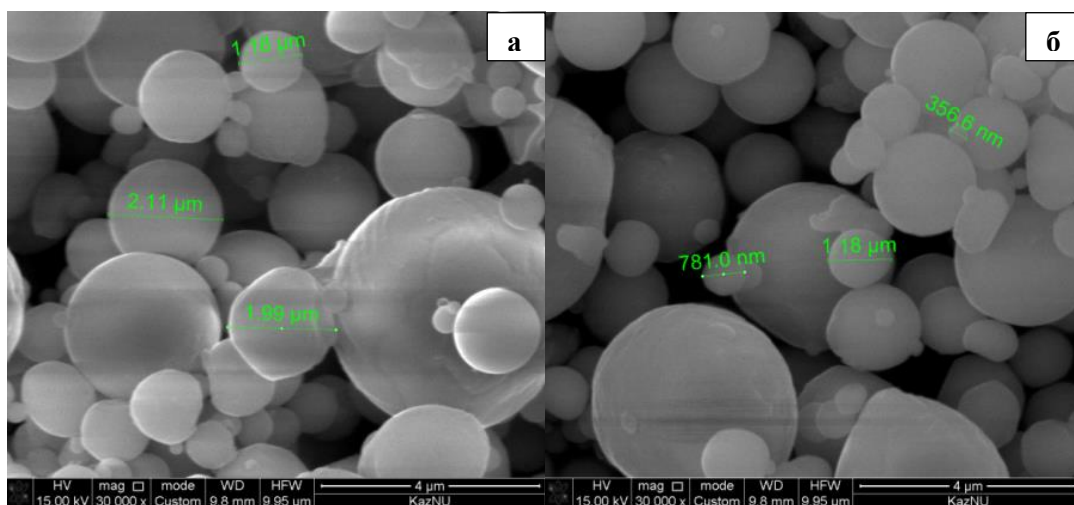


Рисунок 3.2 – Микрофотографии микропорошков алюминия после бета-облучения:

а – А6; б – А6М; в – А8; г – А10. Доза облучения 4 Мрад

Видим, что микропорошки алюминия имеют дисперсность, такую же, как и до облучения. По микрофотографиям порошков алюминия наблюдается разброс по размерам: имеются частицы от нескольких сотен нанометров и до 10 мкм. В целом структура порошков после облучения остается такой же, как и до облучения.

На рисунке 3.3 представлены микрофотографии микропорошков алюминия, облученных гамма-излучением максимальной дозой 10 Мрад.



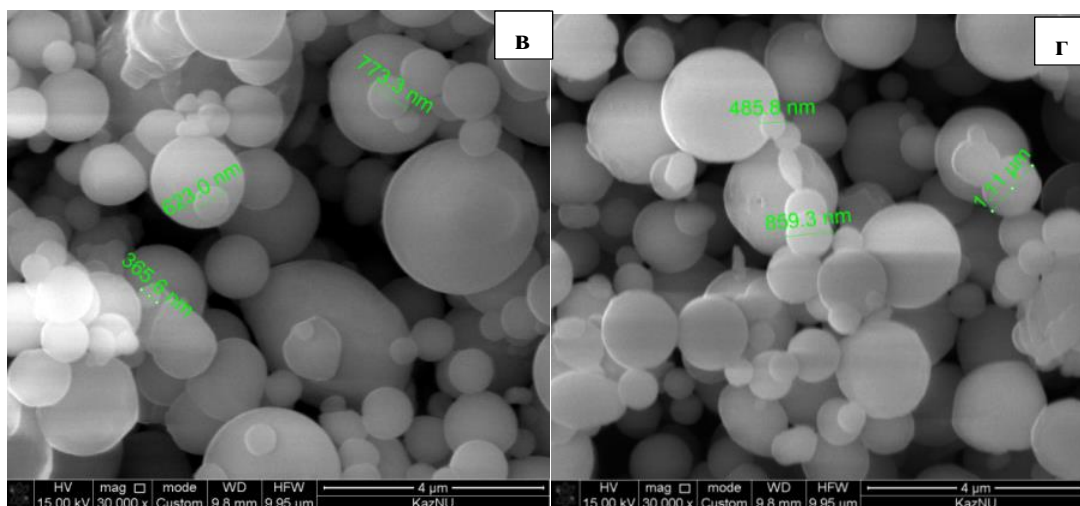


Рисунок 3.3 – Микрофотографии микропорошков алюминия после гамма-облучения:

а – А6; б – А6М; в – А8; г – А10. Доза 10 Мрад

После гамма-облучения при дозах 1, 2, 4, 8 и 10 Мрад образцов А6, А6М, А8 и А10 не наблюдали спекания микропорошков алюминия (рис. 3.3). Также не наблюдается уменьшения размера частиц, даже при максимальных дозах облучения.

3.4 Рентгенофазовый анализ микропорошков алюминия

Для того, чтобы определить фазовый состав микронных порошков алюминия, продуктов их окисления и оценить качественную картину процессов, которые протекают в химическом преобразовании исходных материалов, использовались возможности РФА.

Рентгенофазовый анализ осуществляется с помощью дифрактометра ДРОН-3,0 в фильтрованном $\text{Cu}_{\text{K}\alpha}$ -излучении трубки БСВ-24. Напряжение анод-катод составляло 30-40 кВ, а скорость съемки и анодный ток, соответственно 2-4 град/мин и 15-25 мА. Регистрация дифракционной картины происходит в цифровом виде. Рентгенограммы обрабатывали по стандартным методикам, сравнивая рефлексы исследуемого образца с данными из картотеки ASTM [39].

Одним из важных факторов при получении достоверной рентгеновской картины исследуемого образца является дисперсность порошка, особенно, когда у компонентов заметно различаются коэффициенты поглощения, в зависимости от заряда ядра [40]. В таком случае при использовании крупнозернистых образцов (размер зёрен $> 0,5-1$ мкн), то есть уменьшается относительная интенсивность рефлексов сильно поглощающего вещества (с большим зарядом ядра). С другой стороны, порошки размеров около 1 мкн дают самые узкие гладкие рефлексы [41].

Методом РФА могут быть исследованы порошки с более мелким размером частиц, но, начиная с размера около 100 нм. Они будут давать сильно размытые рефлексy [42]. Порошки крупнее 10-50 мкм, если только они не состоят из более мелких зерен, будут давать зубчатый профиль рефлекса на дифрактограмме, и поэтому образцы из них должны обязательно вращаться во время съёмки.

На рисунке 3.4 и 3.5 представлены дифрактограммы образца микропорошка алюминия марки А6 после бета- и гамма-облучения, дозами 1 и 10 Мрад.

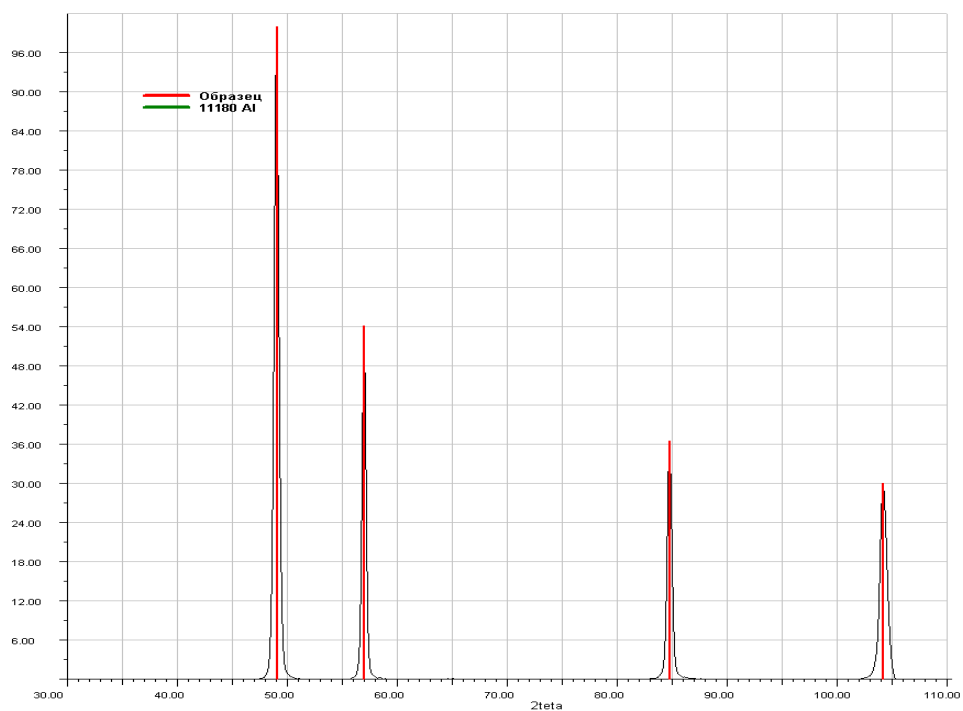


Рисунок 3.4 – Дифрактограмма микропорошка алюминия марки А6, после β -облучения, дозой 1 Мрад

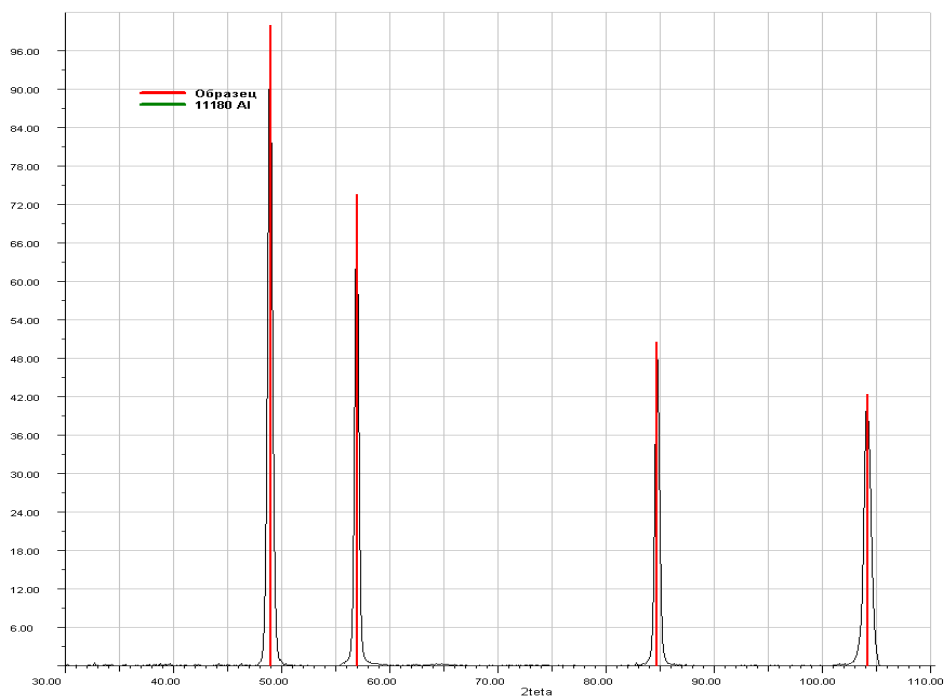


Рисунок 3.5 – Дифрактограмма микропорошка алюминия марки А6, после γ -облучения, дозой 10 Мрад

Сравнивая с исходными дифрактограммами после воздействия ионизирующих излучений на микронные порошки значительных изменений не происходит, что является подтверждением гипотезы о действии излучения на двойной электрический слой [43].

3.5 Выводы по главе 3

1. Согласно микрофотографиям, полученным с помощью сканирующей электронной микроскопии изменения формы частиц микропорошков А6, А6М, А8 и А10 не наблюдали. После бета- и гамма-облучения даже максимальными дозами (4 и 10 Мрад) спекания или повышения дисперсности облученных порошков не происходило.

2. По данным рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа в металлической составляющей частицах микропорошков заметного повышения дефектности структуры (параметр решетки, значения микроискажения) после облучения не происходило.

Глава 4 Влияние излучения на термическую устойчивость микронных порошков алюминия после облучения β - и γ -излучениями

В главе 4 описаны параметры оценки качества пассивирования порошка, что позволяет определить влияние излучения на термическую устойчивость. Индивидуальные физико-химические свойства определяют по четырем параметрам активности: 1) температура начала окисления ($t_{но}$), 2) максимальная скорость окисления (V_{max}), 3) степень окисленности микропорошков ($\alpha, \%$), 4) удельный тепловой эффект (ΔH , до 1250 °С). Параметры активности определяют, исходя из полученных с помощью ДТА термограмм. В качестве примера приведены ТГ исходного образца А6, микропорошка марки А6, после бета- и гамма-облучений (рис. 4.1, 4.2, 4.3). Термограммы микропорошков А6, А6М, А8 и А10 после бета-облучения дозами 1, 2 и 4 Мрад представлены в Приложении В, после гамма-облучения (1, 2, 4, 8 и 10 Мрад) – Приложение Г. Все числовые значения параметров активности микропорошков алюминия после бета-излучения сведены в таблицы 4.1, 4.3, 4.5, 4.7. Для микропорошков после гамма-излучения – 4.2, 4.4, 4.6, 4.8. Результаты описаны в подразделах 4.1, 4.2, 4.3, 4.4.

4.1 Температура начала окисления

Температуру начала окисления определяют по точке отклонения зависимости массы образца от базовой линии. Остальные три параметра облученных образцов рассчитывали также, по полученным термограммам. Для примера представлены термограммы микропорошка А6 (рис. 4.1, 4.2, 4.3), остальные термограммы находятся в приложениях Б, В, Г.

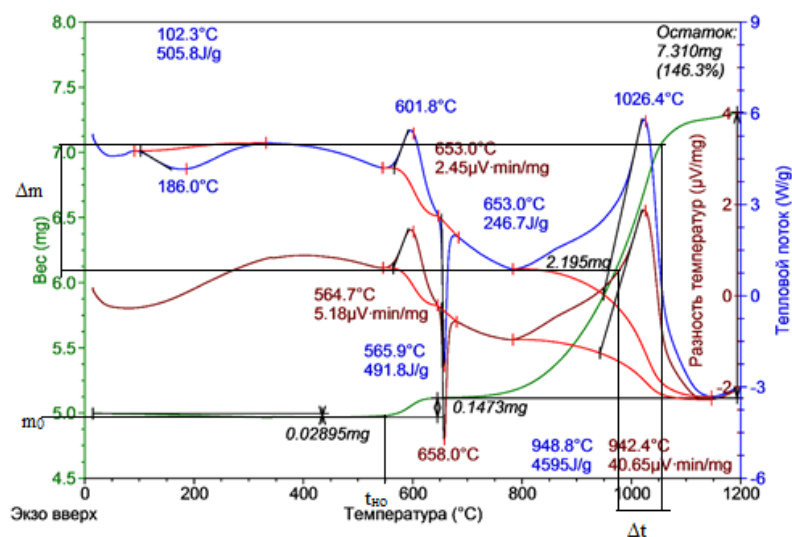


Рисунок 4.1 – Термограмма исходного микропорошка алюминия марки А6 (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 4,9970 мг, атмосфера – воздух)

Из исходного порошка А6 при нагревании десорбируется 0,58% газообразных продуктов. До плавления алюминия окисляется 21,3 массовых % алюминия, что сопровождается экзо-эффектом 491,8 Дж/г. Температурный интервал (между точками) характеризуется постоянной массой (площадкой), после чего происходит рост массы. Температура окисления составляет 550 °С.

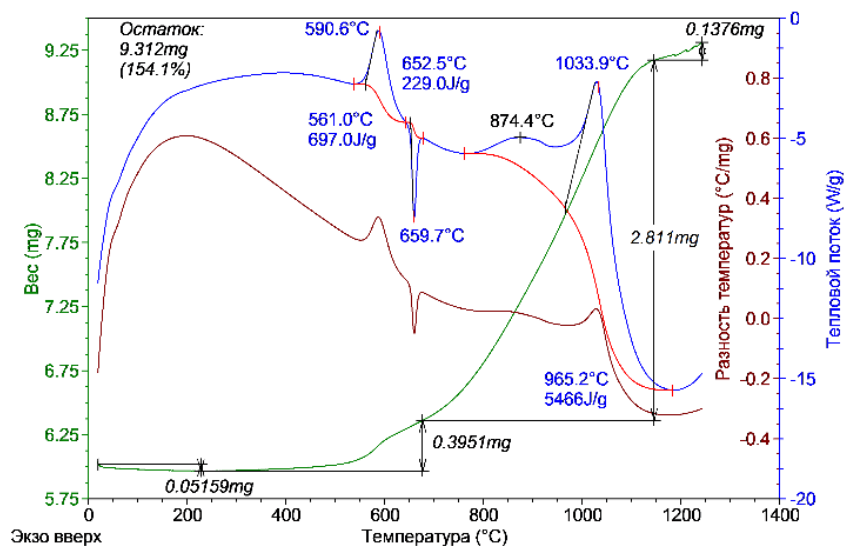


Рисунок 4.2 – Термограммы микропорошков алюминия марки А6 после β -облучения дозой 1 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески (а) – 6,0430 мг, (б) – 5,8125 мг, атмосфера – воздух)

После облучения дозой 1 Мрад масса десорбированных газообразных продуктов возрастает до 0,85 %. Температура начала окисления снизилась с 550 до 345 °С. Масса образца увеличивалась с нарастанием скорости без площадки с постоянной массой.

После облучения γ -излучением дозой 1 Мрад термограмма (рис.4.3) более похожа на термограмму облученного дозой 1 Мрад β -излучением (рис. 4.2).

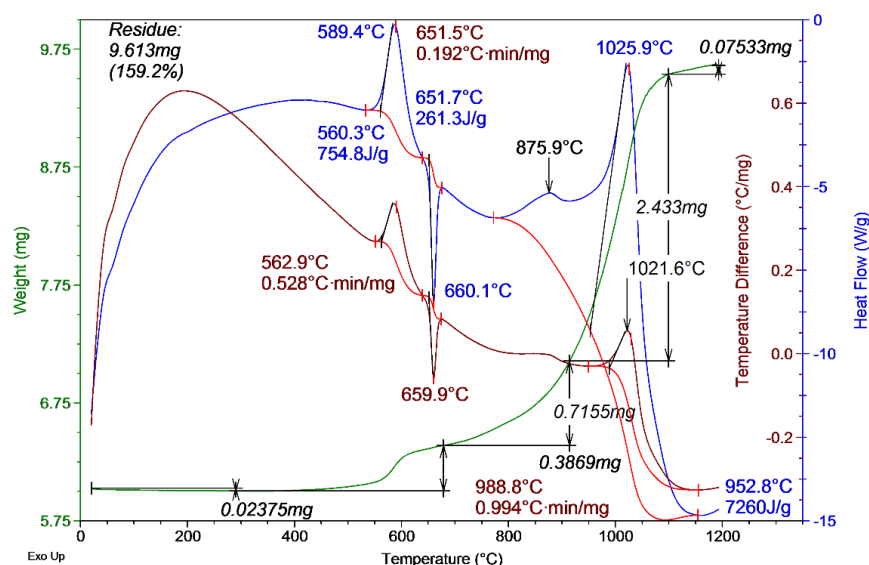


Рисунок 4.3 – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 1 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,0400 мг, атмосфера – воздух)

Температура начала окисления, исходя из обработки ТГ для исходного микропорошка алюминия марки А6 равна 550 °С, для микропорошка А6 после бета- и гамма-облучения (доза – 1 Мрад), соответственно 345 и 450 °С. Расчет для оставшихся других образцов проводится аналогично. Результаты сведены в таблицы 4.1 и 4.2.

Таблица 4.1 – Температура начала окисления микропорошков алюминия после бета-облучения

| Бета - облучение | | | | | |
|--------------------------|-----------|-------|--------------------------|-------|-------|
| $t_{но}, ^\circ\text{C}$ | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | β -облучение и СЭМ | 2Мрад | 4Мрад |
| А6 | 550 | 345 | 575 | 515 | 475 |
| А6М | 530 | 390 | 399 | 560 | 490 |
| А8 | 525 | 425 | 510 | 475 | 448 |
| А10 | 515 | 430 | 455 | 430 | 460 |

Исходя из табличных данных видно, что температура начала окисления для микропорошка А6 максимально снизилась при бета-облучении дозой 1 Мрад. Что касается микропорошков А6М, А8 и А10, для них максимальное снижение температуры начала окисления наблюдается при дозах облучения А6М – 1 Мрад, А8 – 1 Мрад, А10 – при 1 и 2 Мрад.

Таблица 4.2 – Температура начала окисления микропорошков алюминия после гамма-излучения

| Гамма - облучение | | | | | | |
|--------------------------|-----------|-------|-------|-------|-------|--------|
| $t_{но}, ^\circ\text{C}$ | | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | 2Мрад | 4Мрад | 8Мрад | 10Мрад |
| А6 | 550 | 450 | 530 | 548 | 549 | 460 |
| А6М | 530 | 445 | 475 | 510 | 524 | 475 |
| А8 | 525 | 510 | 499 | 510 | 500 | 440 |
| А10 | 515 | 495 | 500 | 590 | 480 | 475 |

После гамма-излучения температура начала окисления микропорошков алюминия А6 и А6М максимально снижается при дозе облучения 1 Мрад. Для микропорошков А8 и А10 снижение температуры начала окисления наблюдается при дозе облучения 10 Мрад.

4.2 Максимальная скорость окисления

Максимальная скорость окисления (V_{max}) определяется по зависимости массы от температуры нагрева, в качестве примера расчета использовали термограмму исходного микропорошка алюминия А6 (Прил. Б – рис. 1Б):

$$V_{max} = \frac{m_2 - m_1}{t_2 - t_1/10} = \frac{7,063 - 6,125}{1050 - 970/10} = \frac{0,938}{8} = 0,117 \frac{\text{мг}}{\text{мин}}$$

Аналогичные расчеты образцов после бета-облучения (дозы облучения: 1, 2, 4 Мрад) и гамма-излучения (1, 2, 4, 8 и 10 Мрад) сведены в таблицу 4.3, 4.4.

Таблица 4.3 – Максимальная скорость окисления микропорошков алюминия до облучения и после облучения потоком электронов

| Бета - облучение | | | | | |
|--------------------|-----------|-------|--------------------------|-------|-------|
| V_{max} , мг/мин | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | β -облучение и СЭМ | 2Мрад | 4Мрад |
| А6 | 0,12 | 0,08 | 0,09 | 0,17 | 0,10 |
| А6М | 0,14 | 0,18 | 0,08 | 0,23 | 0,12 |
| А8 | 0,18 | 0,15 | 0,26 | 0,37 | 0,20 |
| А10 | 0,16 | 0,25 | 0,19 | 0,19 | 0,19 |

Максимальная скорость окисления исследуемых микропорошков алюминия после бета-облучения дозой 2 Мрад максимально возросла для порошков А6, А6М, А8, повышение для микропорошка марки А10 произошло при дозе облучения 1 Мрад.

Таблица 4.4 – Максимальная скорость окисления микропорошков алюминия до облучения и после облучения гамма-излучением

| Гамма - облучение | | | | | | |
|--------------------|-----------|-------|-------|-------|-------|--------|
| V_{max} , мг/мин | | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | 2Мрад | 4Мрад | 8Мрад | 10Мрад |
| А6 | 0,12 | 0,21 | 0,18 | 0,19 | 0,14 | 0,22 |
| А6М | 0,14 | 0,21 | 0,11 | 0,10 | 0,17 | 0,19 |
| А8 | 0,18 | 0,20 | 0,15 | 0,13 | 0,19 | 0,08 |
| А10 | 0,16 | 0,16 | 0,21 | 0,17 | 0,15 | 0,11 |

Рост максимальной скорости окисления после гамма-излучения исследуемых образцов соответственно наблюдается для микропорошков алюминия марок А6М и А8 при дозе облучения 1 Мрад, для микропорошка А6 – 10 Мрад, А10 – 2 Мрад.

4.3 Степень окисленности микропорошков

Степень окисленности порошка (α) рассчитывается по увеличению веса за счет химического связывания кислорода.

В качестве примера показан расчет степени окисленности исходного микропорошка алюминия А6:

$$\alpha = \frac{1,125 \cdot \Delta m}{m_0} \cdot 100\% = \frac{1,125 \cdot 0,938}{4,95} \cdot 100\% = 21,32\%.$$

Расчеты для оставшихся образцов считаются аналогично. Все цифровые значения для образцов после бета- и гамма-облучения сведены в таблицы 4.5 и 4.6.

Таблица 4.5 – Степень окисленности микропорошков алюминия до облучения и после облучения бета-излучением

| Бета - облучение | | | | | |
|------------------|-----------|-------|--------------------------|-------|-------|
| α , % | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | β -облучение и СЭМ | 2Мрад | 4Мрад |
| А6 | 21,32 | 18,88 | 18,86 | 25,00 | 21,86 |
| А6М | 23,31 | 17,79 | 30,60 | 42,16 | 21,13 |
| А8 | 40,25 | 26,09 | 16,54 | 44,40 | 30,29 |
| А10 | 50,89 | 12,54 | 31,69 | 38,63 | 29,57 |

При сравнении степени окисленности микропорошков алюминия до и после бета-облучения, наблюдаем повышение при дозе облучения 2 Мрад для микропорошков А6, А6М и А8. Для микропорошка алюминия А10 повышения степени окисленности не наблюдается.

Таблица 4.6 – Степень окисленности микропорошков алюминия до облучения и после облучения гамма-излучением

| Гамма - облучение | | | | | | |
|-------------------|-----------|-------|-------|-------|-------|--------|
| α, % | | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | 2Мрад | 4Мрад | 8Мрад | 10Мрад |
| А6 | 21,32 | 23,82 | 17,88 | 20,77 | 22,18 | 26,35 |
| А6М | 23,31 | 10,97 | 16,90 | 13,31 | 18,13 | 22,00 |
| А8 | 40,25 | 27,98 | 25,67 | 27,54 | 30,73 | 12,88 |
| А10 | 50,89 | 27,14 | 27,50 | 25,93 | 44,70 | 18,35 |

После гамма-излучения увеличение степени окисленности микропорошков алюминия наблюдается лишь для микропорошка А6 при дозе облучения 10 Мрад. У остальных образцов степень окисленности снижается.

4.4 Удельный тепловой эффект окисления (до 1250 °С)

Тепловой эффект процесса окисления ΔH определяется автоматически (по программе термоанализатора), а также отражает основные параметры окисления и возможность перехода окисления в режим теплового взрыва. Но в данном случае удельный тепловой эффект был посчитан, в сравнении с термограммой исходного микропорошка алюминия А6 (Прил. Б – рис.1Б). Для остальных образцов расчет проводится аналогично этому:

$$\Delta H = - 505,8 + 491,8 + 246,7 - 4595 = - 4362,3 \text{ Дж/г}$$

Единица измерения [Дж/г] переведена в единицу измерения [кДж/моль].

Молярная масса алюминия равна 27 а.е.м.

$$\Delta H = \frac{4362,3 \cdot 27}{1000} = 117,78 \text{ кДж/моль}$$

Числовые значения удельного теплового эффекта для всех образцов после бета- и гамма-облучения представлены в таблицах 4.7 и 4.8.

Таблица 4.7 – Удельный тепловой эффект окисления микропорошков алюминия до облучения и после облучения бета-излучением

| Бета - облучение | | | | | |
|-------------------------|-----------|--------|--------------------------|--------|--------|
| - ΔH , кДж/моль | | | | | |
| Образец | исх. обр. | 1Мрад | β -облучение и СЭМ | 2Мрад | 4Мрад |
| А6 | 117,78 | 160,14 | 93,90 | 291,74 | 230,21 |
| А6М | 121,19 | 136,20 | 96,35 | 170,64 | 178,45 |
| А8 | 159,73 | 261,61 | 264,53 | 339,15 | 255,62 |
| А10 | 231,91 | 309,34 | 300,14 | 420,52 | 298,84 |

Максимальный удельный тепловой эффект изучаемых микропорошков алюминия после бета-облучения наблюдался при дозах облучения 2 Мрад для порошков А6, А8, А10, а также при дозе облучения 4 Мрад для микропорошка алюминия А6М.

Таблица 4.8 – Удельный тепловой эффект окисления микропорошков алюминия до облучения и после облучения гамма-излучением

| Гамма - облучение | | | | | | |
|-------------------------|-----------|--------|--------|--------|--------|--------|
| - ΔH , кДж/моль | | | | | | |
| марка образца | исх. обр. | 1Мрад | 2Мрад | 4Мрад | 8Мрад | 10Мрад |
| А6 | 117,78 | 209,35 | 148,39 | 277,41 | 120,67 | 317,31 |
| А6М | 121,19 | 110,78 | 93,69 | 113,06 | 84,98 | 261,00 |
| А8 | 159,73 | 254,08 | 238,44 | 158,75 | 151,99 | 139,17 |
| А10 | 231,91 | 315,88 | 436,68 | 245,73 | 209,46 | 145,82 |

После гамма-излучения максимальные значения удельного теплового эффекта микропорошков алюминия наблюдаются при дозах облучения 10 Мрад для порошков А6 и А6М, для А8 – при дозе 1 Мрад, для А10 – 2 Мрад.

4.5 Выводы по главе 4

1. Установлено, что снижение температуры начала окисления исследуемых порошков после бета-облучения наблюдается максимально после дозы облучения 1 Мрад для микропорошков алюминия А6, А6М, А8 и А10 соответственно на 205, 140, 100 и 85 °С. После гамма облучения максимальное снижение температуры начала окисления наблюдается при дозе облучения 1 Мрад для микропорошков А6 и А6М соответственно на 100 и 85 °С, для А8, А10 при 10 Мрад – на 85 °С, 40 °С.

2. Максимальная скорость окисления исследуемых микропорошков алюминия после бета-облучения возросла на 0,05; 0,09; 0,19 и 0,09 мг/мин. Максимум скорости окисления для порошков А6, А6М, А8 наблюдается после дозы излучения 2 Мрад, а для порошка А10 после дозы 1 Мрад. Максимальная скорость окисления микропорошков алюминия А6М и А8 после гамма-облучения дозой 1 Мрад увеличивается на 0,07 и 0,02 мг/мин, для образцов А6 и А10 увеличение наблюдается при дозах излучения 10 и 2 Мрад, соответственно, на 0,1 и 0,05 мг/мин.

3. Степень окисленности изучаемых микропорошков после их бета-облучения дозой 2 Мрад возросла на 3,7%; 18,9%; 4,2% соответственно для порошков А6, А6М, А8, а для образца А10 степень окисленности уменьшилась на 12,3%. После гамма-облучения степень окисленности микропорошка алюминия А6 возросла на 5,03% при дозе облучения 10 Мрад. Степень окисленности микропорошков А6М, А8, А10 уменьшилась на 1,31%; 9,52%; 6,19%, соответственно, при дозах облучения 10, 8 Мрад.

4. Удельный тепловой эффект окисления изучаемых порошков алюминия наблюдался после бета-облучения: 174,0; 57,3; 179,4; 188,6 кДж/моль. Эти максимальные значения были получены после облучения микропорошков А6, А8, А10 дозой 2 Мрад, а для порошка А6М – после облучения дозой 4 Мрад. Удельный тепловой эффект окисления исследуемых микропорошков алюминия наблюдается после гамма-облучения: 199,5; 139,8; 94,4; 204,8 кДж/моль. Эти

максимальные значения были получены после облучения микропорошков алюминия А6, А6М – дозой 10 Мрад, А8 – 1 Мрад, А10 – 2 Мрад.

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

Студенту:

| | |
|--------|--------------------------|
| Группа | ФИО |
| ОБМ61 | Рузиева Гюзель Усеиновна |

| | | | |
|---------------------|---------|---------------------------|-----------------|
| Подразделение | ИШЯТ | Отделение | ЭФ |
| Уровень образования | Магистр | Направление/специальность | 03.04.02 Физика |

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

| | |
|---|--|
| <p>1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i></p> <p>2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i></p> <p>3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i></p> | <p>Работа с информацией, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах, статистических бюллетенях и изданиях, нормативно-правовых документах</p> |
|---|--|

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

| | |
|--|---|
| <p>1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i></p> | <p>Оценочная карта конкурентных технических решений</p> |
| <p>2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i></p> | <p>Иерархическая структура работ SWOT-анализ Календарный план-график реализации проекта</p> |
| <p>3. <i>Оценка ресурсной, финансовой, социальной, бюджетной эффективности научного исследования</i></p> | <p>Определение ресурсоэффективности проекта</p> |

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей)

1. *Оценочная карта конкурентных технических решений*
2. *Матрица SWOT*
3. *Иерархическая структура работ*
4. *Календарный план проекта*
5. *Бюджет проекта*
6. *Определение ресурсоэффективности проекта*

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|---|------------------------------|-----------------------------|---------|------|
| Доцент отделения социально-гуманитарных наук ШБИП | Верховская Марина Витальевна | Кандидат экономических наук | | |

Задание принял к исполнению студент:

| | | | |
|--------|--------------------------|---------|------|
| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
| ОБМ61 | Рузиева Гюзель Усеиновна | | |

Глава 5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Целью данного раздела является проектирование и создание конкурентоспособных разработок и технологий, отвечающих предъявляемым требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения. Достижение цели обеспечивается решением задач: разработка общей экономической идеи проекта, формирование концепции проекта; организация работ по научно-исследовательскому проекту; определение возможных альтернатив проведения научных исследований; планирование научно-исследовательских работ; оценки коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения; определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.

Целью данной диссертационной работы является экспериментально определить влияние γ - и электронного излучений на реакционную способность микропорошков алюминия. В настоящее время алюминиевая промышленность РФ выпускает порошки диаметром частиц от 1 до 100 мкм. Согласно уравнениям скорости реакции, ее величина связана с площадью реакционной поверхности ($S_{уд}$): с ее увеличением возрастает скорость процессов. При этом возможно появление нелинейных процессов в первую очередь из-за саморазогрева порошка. С повышением дисперсности порошков алюминия в процессах спекания, горения в порошковой металлургии повышается их активность. Интерес представляло повысить реакционную способность путем облучения ионизирующими β - и γ -излучениями микронных порошков алюминия.

5.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа потребителей результатов исследования необходимо рассмотреть целевой рынок и провести сегментирование. Микропорошки неорганических материалов считаются самостоятельным объектом со своими характеристиками, определяющиеся размерным фактором и структурными особенностями микрочастиц. Из этого следует, что применение микропорошков возможно только в технологиях, которые учитывают или базируются на их специфических свойствах.

Основные области применения улучшенных микропорошков:

- 1) Применение микропорошков в высокоэнергетических материалах и процессах;
- 2) Синтез сплавов и тугоплавких химических соединений;
- 3) Модификация эпоксидных клеев;
- 4) Получение водорода с использованием порошков алюминия;
- 5) Изготовление имплантируемых материалов.

Большая часть микропорошков производится опытными партиями для собственных исследовательских целей, или по специальным заказам. Основные производители – научно-исследовательские институты и вузы. Спрос на микропорошки на внутреннем рынке пока достаточно ограниченный, только небольшое число предприятий в настоящий момент преступили к их использованию при изготовлении собственной продукции. В основном микропорошки закупаются разными научными организациями для проведения собственных исследований. Положительное развитие на рынок оказывает государственная поддержка в области нанотехнологий на государственном уровне, а также значительный объем поступающих инвестиций в данные программы по различным правительственным программам поддержки

нанотехники. В таблице 5.1. показана карта сегментирования рынка услуг микропорошков.

Таблица 5.1 – Карта сегментирования рынка услуг микропорошков

| Размер компании | Области применения микропорошков | | |
|-----------------|----------------------------------|------------------------|----------|
| | Металлургия | Возобновляемые ресурсы | Медицина |
| Крупные | | | |
| Средние | | | |
| Мелкие | | | |

| | |
|--|---|
| | Высокодисперсные металлические порошки («ВМП», г. Екатеринбург) |
| | «Наноиндустрия», г. Москва |
| | «Передовые порошковые технологии», г. Томск |
| | «Промхим», г. Пермь |
| | «Порошковые технологии», г. Новосибирск |
| | ФГУП «Красная звезда», г. Москва |

5.1.1 Анализ конкурентных технических решений

Получение микропорошков можно осуществить механическими, химическими и физико-химическими методами. Однако на промышленном уровне получение микропорошков можно получать механическим дроблением макроматериалов и плазмохимическим методом. В ТПУ разработан уникальный способ получения микропорошков методом электрического взрыва проводника, с дальнейшим усовершенствованием характеристик порошка, путем облучения

электронным излучением. Данный метод является наиболее конкурентоспособным. Оценочная карта анализа представлена в таблице 5.2. Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю экспертным путем по пятибалльной шкале, где 1 – наиболее слабая позиция, а 5 – наиболее сильная. Веса показателей, определяемые экспертным путем, в сумме должны составлять 1. В качестве основных конкурентов были выбраны следующие материалы:

- Материал, разрабатываемый в рамках ВКР (микropорошки алюминия, «Б_ф»);
- Торговая компания «Урал-Металл» (порошки никеля, Б_{к1});
- Каменск-Уральский завод по обработке цветных металлов (порошок медный, Б_{к2})

Говоря о порошковой металлургии, в первую очередь, чтобы заинтересовать покупателя речь заходит о механических свойствах порошков, таких как: износостойкость, жаропрочность, твердость, прочность. Известно, что данные технологии применяют в различных отраслях (медицина, автомобилестроение, и т.д.) и они постоянно подвергаются различному внешнему воздействию. Для того, чтобы увеличить срок службы разработанной технологии покупатель подбирает материалы с более высокими механическими свойствами, чем выше свойства, и проще способ изготовления, тем востребованнее материал. Рассматривая с экономической точности зрения, чтобы внедрить материал на рынок продаж, необходимо по средствам улучшения его характеристик увеличить его конкурентоспособность с другими аналогичными материалами. В порошковой металлургии порошки изготавливаются из различных металлов, поэтому наиболее конкурентоспособными являются те, у которых при низкой стоимости характеристики не уступают дорогостоящим. Исходя из этого в таблице 5.2. представлен анализ, посредством которого можно

наглядно показать заметно отличающийся высокий уровень качества товара, при стандартном наборе определяющих его параметров и действительно заинтересовать покупателя.

Таблица 5.2 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

| 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. Износостойкость | 0,2 | 5 | 3 | 4 | 1 | 0,6 | 0,8 |
| 2. Простота изготовления | 0,04 | 5 | 3 | 4 | 0,2 | 0,12 | 0,16 |
| 3. Жаропрочность | 0,25 | 5 | 3 | 3 | 1,25 | 0,75 | 0,75 |
| 4. Твердость | 0,08 | 5 | 4 | 3 | 0,4 | 0,32 | 0,24 |
| 5. Прочность | 0,07 | 5 | 4 | 4 | 0,35 | 0,28 | 0,28 |
| 6. Широта области применения | 0,15 | 5 | 3 | 4 | 0,25 | 0,45 | 0,5 |
| Экономические критерии оценки эффективности | | | | | | | |
| 1. Конкурентоспособность на рынке | 0,1 | 5 | 3 | 5 | 0,25 | 0,3 | 0,5 |
| 2. Стоимость разработки | 0,08 | 5 | 3 | 3 | 0,32 | 0,4 | 0,32 |
| 3. Уровень проникновения на рынок | 0,03 | 5 | 3 | 5 | 0,15 | 0,09 | 0,15 |
| Итого | 1 | | | | 4,17 | 3,31 | 3,7 |

Итогами данного анализа является выработка конкурентных преимуществ, которые помогут новому материалу найти внимание покупателей. При стандартном наборе определяющих свойств и механических характеристик, которые заинтересовали бы покупателя, таких как износостойкость, прочность, стойкость к ударным нагрузкам, по результатам анализа видно, что наш материал наиболее конкурентоспособен. Так как наш материал является новейшей разработкой, он имеет самые высокие параметры.

5.1.2 SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. В матрице пересечения сильных сторон и возможностей имеет определенный результат: «плюс» – сильное соответствие сильной стороны и возможности, «минус» – слабое соотношение. В таблице 5.3. представлена интерактивная матрица, в которой показано соотношение сильных сторон с возможностями, что позволяет более подробно рассмотреть перспективы разработки.

Таблица 5.3 – Интерактивная матрица

| Возможности проекта | Сильные стороны проекта | | | |
|---------------------|-------------------------|----|----|----|
| | C1 | C2 | C3 | C4 |
| B1 | + | + | + | + |
| B2 | + | + | + | + |
| B3 | + | + | - | - |

В результате составлена матрица SWOT-анализа, представленная в таблице 5.4.

Таблица 5.4 – SWOT-анализ

| | | |
|--|--|---|
| | <p>Сильные стороны проекта:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1.Получение высококачественных изделий; 2.Используются современные и доступные материалы; 3.Новый материал, следовательно, меньше конкурентов; 4.Применяют в различных отраслях промышленности, высокий спрос. | <p>Слабые стороны проекта:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Недостаточность информации и литературы по данной технологии; 2. Сложность регулировать пассивацию микропорошков, вероятность образования оксидной пленки 3. Высокая стоимость проекта (а именно оборудование) |
| <p>Возможности:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ (т.е. использование научного оборудования); 2. Тенденция к увеличению спроса на более высокие механические характеристики материалов; 3. Дополнительный спрос на результаты | <p>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Сильные стороны и возможности»:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Позволяет при наличии спроса быстро нарастить объемы производства 2. Появление дополнительного спроса и финансирования со стороны других государств, обеспеченных актуальностью тематики. | <p>Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Слабые стороны и возможности»:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Наличие дополнительного спроса на результаты расчетов позволит устранить главные недостатки проекта. |

| | | |
|--|--|--|
| исследования. Участие в грантах. | | |
| Угрозы: 1. Возможен низкий спрос на результаты исследования. 2. Вероятность появления более выгодных предложений на рынке. 3. Задержка финансирования проекта. | Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Сильные стороны и угрозы»: 1. Задержка финансирования может внести сбой в режим проведения экспериментов. Но актуальность темы проекта и поиск новых источников финансирования способны решить данную проблему. При низком спросе есть возможность выхода с данным исследованием на международный рынок. | Результаты анализа интерактивной матрицы проекта полей «Слабые стороны и угрозы»: Для предотвращения негативных последствий необходимо вовлечение иностранных инвесторов и сторонних компаний, заинтересованных в разработке данного проекта. |

Результаты SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта. На основе SWOT-анализа можно сделать выводы, что данное научное исследование обладает весомыми сильными сторонами: уникальность метода, получение высококачественных заготовок и образцов. Главной возможностью метода, применяемого в научном исследовании, является появление дополнительного спроса, а также получения грантов, за счет уникальности материала. Таким образом, выполнив SWOT-анализ можно сделать вывод, что на данный момент данного исследования преобладают над его недостатками.

5.2 Планирование управления научно-техническим проектом

5.2.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР)– детализация укрупненной структуры работ, представлена на рисунке 5.1. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего проекта.



Рисунок 5.1– Иерархическая структура работ

5.2.2 Контрольные события проекта

Ключевые события исследовательского проекта, их даты и результаты приведены в таблице 5.5.

Таблица 5.5– Контрольные события проекта

| № | Контрольное событие | Дата | Результат |
|---|---|--------------------------|---------------------------------|
| 1 | Обсуждение плана проекта | 22.09.2017 | Утверждение уч-ков исследования |
| 2 | Обзор литературы (сбор необходимой информации) | 30.10.2017 14.10.2017 | Отчет по изученной литературе |
| 3 | Подготовка необходимого оборудования для исследования | 15.10.2017 16.11.2017 | Готовое оборудование |

| | | | |
|----|--|--------------------------|-----------------------|
| 4 | Подбор и изучение материалов по теме | 17.11.2017 | Отчёт |
| 5 | Проведение эксперимента | 29.12.2017 | Отчёт |
| 6 | Проведение исследований полученных образцов | 24.02.2018 24.03.2018 | Отчёт |
| 7 | Выполнение расчётов и анализ полученных данных | 25.03.2018 15.04.2018 | Отчёт |
| 8 | Обобщение и оценка результатов | 16.04.2018 20.04.2018 | Отчёт |
| 9 | Составление пояснительной записки | 21.04.2018 | Пояснительная записка |
| 10 | Проверка правильности выполнения ГОСТа пояснительной записки | 26.04.2018 27.04.2018 | |
| 11 | Подготовка к защите | 28.04.2018 25.05.2018 | |

5.2.3 План проекта

В рамках планирования исследовательского проекта построен календарный план-график с помощью диаграммы Ганта. В данном случае работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения работ. Линейный график представлен в таблице 5.6.

Таблица 5.6.– Календарный план проекта

| Код работы | Название | Длительность , раб. дни | Дата начала работ | Дата окончания работ | Состав участников |
|------------|---|----------------------------|-------------------|----------------------|--------------------------|
| 1 | Обсуждение плана проекта | 7 | 22.09.2017 | 29.09.2017 | Руководитель, инженер |
| 2 | Обзор литературы | 13 | 30.09.2017 | 14.10.2017 | Инженер |
| 3 | Подготовка необходимого оборудования для исследования | 28 | 15.10.2017 | 16.11.2017 | Инженер |
| 4 | Подбор и изучение материалов по теме | 36 | 17.11.2017 | 28.12.2017 | Инженер |
| 5 | Проведение эксперимента | 43 | 29.12.2017 | 23.02.2018 | Инженер |
| 6 | Проведение исследований полученных образцов | 22 | 24.02.2018 | 24.03.2018 | Инженер |
| 7 | Выполнение расчётов и анализ полученных данных | 18 | 25.03. 2018 | 15.04.2018 | Инженер |
| 8 | Обобщение и оценка результатов | 5 | 16.04.2018 | 20.04.2018 | Инженер |

| | | | | | |
|----|--|----|------------|------------|-----------------------|
| 9 | Составление пояснительной записки | 4 | 21.04.2018 | 25.04.2018 | Руководитель, инженер |
| 10 | Проверка правильности выполнения ГОСТа пояснительной записки | 2 | 26.04.2018 | 27.04.2018 | Руководитель, инженер |
| 11 | Подготовка к защите | 21 | 28.04.2018 | 25.05.2018 | Инженер |

На рисунке 5.2. представлен календарный план-график проведения научного исследования.

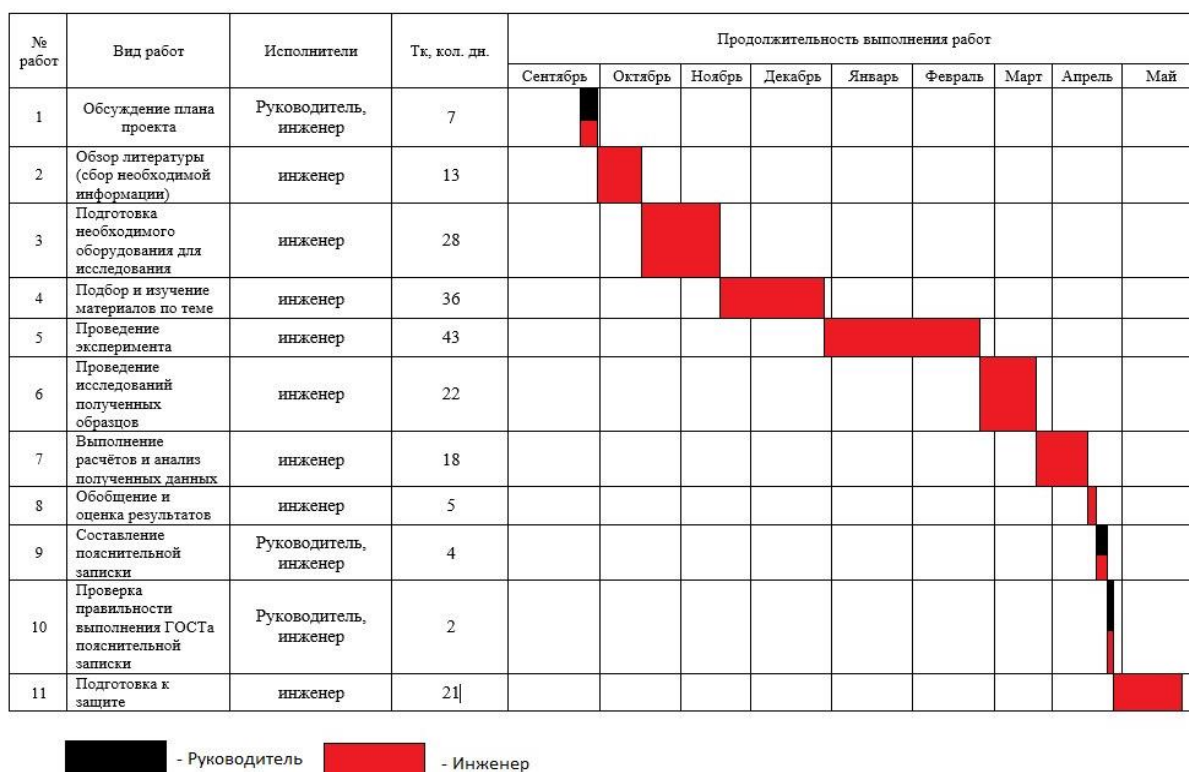


Рисунок 5.2. – Календарный план-график проведения научного исследования

5.3 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета исследования должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением. В процессе формирования бюджета используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы.

5.3.1 Расчёт материальных затрат

Основными затратами в данной исследовательской работе являются затраты на исследования полученных образцов. Результаты расчётов по затратам приведены в таблице 5.7. Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле:

$$Z_M = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{расхи}$$

где m – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении научного исследования;

$N_{расхи}$ – количество материальных ресурсов i -го вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования (шт., кг, м, м² и т.д.);

C_i – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг, руб./м, руб./м² и т.д.);

k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы, принимаются в пределах 15-25 % от стоимости материалов.

Таблица 5.7 – Затраты на материалы

| Наименование | Единица измерения | Количество | Цена за единицу, руб. | Затраты на материалы, З _м ,руб |
|--------------------------|-------------------|------------|-----------------------|---|
| Фильтровальная бумага | шт | 2 | 20 | 40 |
| Оксид алюминия (порошки) | кг | 1-1,5 | 1000 | 1500 |
| Бумага формата А4 | экз | 1 | 250 | 250 |
| Ручка шариковая | шт | 2 | 80 | 160 |
| ПК | шт | 1 | 20000 | 20000 |
| Осциллограф | шт | 1 | 80000 | 80000 |
| Итого | | | | 101950 |

Приборы и оборудование, используемые в данном проекте: термоанализатор для получения термограмм образцов; дифрактометр для проведения рентгенофазового анализ. Затраты по времени и другие затраты для использованного оборудования приведены в таблице № 5.8. Затраты на амортизацию рассчитываются по формуле:

$$A = (Ц \cdot F_{\phi}) / (F_{н} \cdot F_{сс}),$$

где Ц – цена оборудования, руб.;

$F_{н}$ – номинальный фонд времени (рабочее время в году), ч;

$F_{сс}$ – срок службы оборудования, год;

F_{ϕ} – фактическое время занятости оборудования, ч.

$F_n = 247$ дней = 1976 ч. Вычисленная амортизация оборудования представлена в таблице 5.9.

Таблица 5.8 – Затраты на оборудование

| Наименование | Стоимость, руб | Срок службы, лет | Время использования, часы | Амортизация, руб |
|-----------------|----------------|------------------|---------------------------|------------------|
| Термоанализатор | 300000 | 10 | 192 | 2915 |
| Дифрактометр | 2000000 | 20 | 192 | 9717 |
| Итого | | | | 12632 |

5.3.2 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном пункте рассчитывается основная заработная плата руководителя и инженера. Зарботная плата определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы окладов ТПУ.

Пункт включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИИ, и дополнительную заработную плату:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп},$$

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

Основная заработная плата руководителя от предприятия рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p,$$

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

T_p - продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн. (таблица 5.10);

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

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата (12-20 % от $Z_{\text{осн}}$).

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

Для 5-ти дневной недели (инженер):

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} = \frac{12335,7 \cdot 11,2}{223} = 620 \text{ руб.},$$

Для 6-ти дневной недели (руководитель – профессор, со степенью доктор наук):

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} = \frac{47840 \cdot 10,4}{251} = 1982 \text{ руб.}$$

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

Для инженера:

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{ок}} \cdot k_{\text{р}} = 9489 \cdot 1,3 = 12335,7 \text{ руб.}$$

Для руководителя (профессор, со степенью доктор наук):

$$Z_{\text{м}} = Z_{\text{ок}} \cdot k_{\text{р}} = 36800 \cdot 1,3 = 47840 \text{ руб.}$$

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

$k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для города Томска);

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. (таблица 5.9).

Таблица 5.9 – Баланс рабочего времени

| Показатели рабочего времени | Научный руководитель | Инженер |
|--|----------------------|---------|
| Календарное число дней | 365 | 365 |
| Количество нерабочих дней | | |
| - выходные дни | 52 | 104 |
| - праздничные дни | 14 | 14 |
| Потери рабочего времени | | |
| - отпуск | 48 | 24 |
| - невыходы по болезни | 0 | 0 |
| Действительный годовой фонд рабочего времени | 251 | 223 |

Таблица 5.10 – Расчёт основной заработной платы

| Исполнители | З _{ок} , руб. | З _м , руб. | З _{дн} , руб. | Т _р , раб.дн. | З _{осн} , руб. |
|----------------------|---------------------------|--------------------------|---------------------------|-----------------------------|----------------------------|
| Научный руководитель | 36800 | 47840 | 1982 | 8 | 15856 |
| Инженер | 9489 | 12335,7 | 620 | 199 | 123380 |
| Итого | | | | | 139236 |

5.3.3 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Расчет дополнительной заработной платы ведется по следующей формуле:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}}$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,12 – 0,15).

Дополнительная заработная плата руководителя (профессор со степенью доктор наук):

$$Z_{\text{доп}} = 0,13 \cdot 15856 = 2061 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата инженера:

$$Z_{\text{доп}} = 0,13 \cdot 123380 = 16039 \text{ руб.}$$

Расчет дополнительной заработной платы приведен в таблице 5.11.

5.3.4 Отчисления во внебюджетные фонды

В данном пункте рассчитываются обязательные отчисления органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС). Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

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

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

На основании пункта 1 ст.58 закона №212-ФЗ для учреждений, осуществляющих образовательную и научную деятельность в 2017 году водится пониженная ставка – 27,1 %. Отчисления во внебюджетные фонды представлены в таблице 5.11.

Таблица 5.11 – Отчисления во внебюджетные фонды

| Исполнитель | Основная заработная плата, руб. | Дополнительная заработная плата, руб. | Итого |
|--------------------------------|--|--|--------------|
| Научный руководитель | 15856 | 2061 | 17917 |
| Инженер | 123380 | 16039 | 139419 |
| Итого | 139236 | 18100 | 157336 |
| Отчисления, руб (27,1%) | | | |
| Научный руководитель | 4856 | | 42639 |
| Инженер | 37783 | | |

5.3.5 Накладные расходы

Накладные расходы – то все прочие затраты, не вошедшие в предыдущие пункты (ксерокопии, электроэнергия, отопление, услуги связи и др.). Вычисляются по следующей формуле:

$$Z_{\text{накл}} = (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}} + Z_{\text{внеб}}) \cdot k_{\text{нр}},$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы.

$$Z_{\text{накл}} = (139236 + 18100 + 42639) \cdot 0,16 = 31996 \text{ руб.}$$

Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 16%, тогда размер накладных расходов составит 31996 рублей.

5.3.6 Формирование бюджета затрат исследовательского проекта

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект по каждому варианту исполнения приведено в табл. 5.12.

Таблица 5.12 – Расчет бюджета затрат НИИ

| Наименование статьи | Итого | % |
|---|--------|------|
| 1. Амортизация | 12632 | 5,2 |
| 2. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы | 139236 | 56,9 |
| 3. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы | 18100 | 7,4 |
| 4. Отчисления во внебюджетные фонды | 42639 | 17,4 |
| 5. Накладные расходы | 31996 | 13,1 |
| Бюджет затрат НИИ | 244603 | |

Таким образом, затраты на амортизацию составили 12632 рублей, основная заработная плата 139236 рублей, дополнительная заработная плата 18100 рублей, отчисления во внебюджетные фонды 42639 рублей, накладные расходы 31996. Суммарный бюджет затрат научного исследования составил – 244603 рублей. Учитывая перспективность исследования и бюджет НИ ТПУ, было бы целесообразно провести данное научное исследование, т.к. затраты сравнительно небольшие для исследования такого уровня, если предположить, что такие исследования будут проводиться каждый год.

5.4 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 5.3.

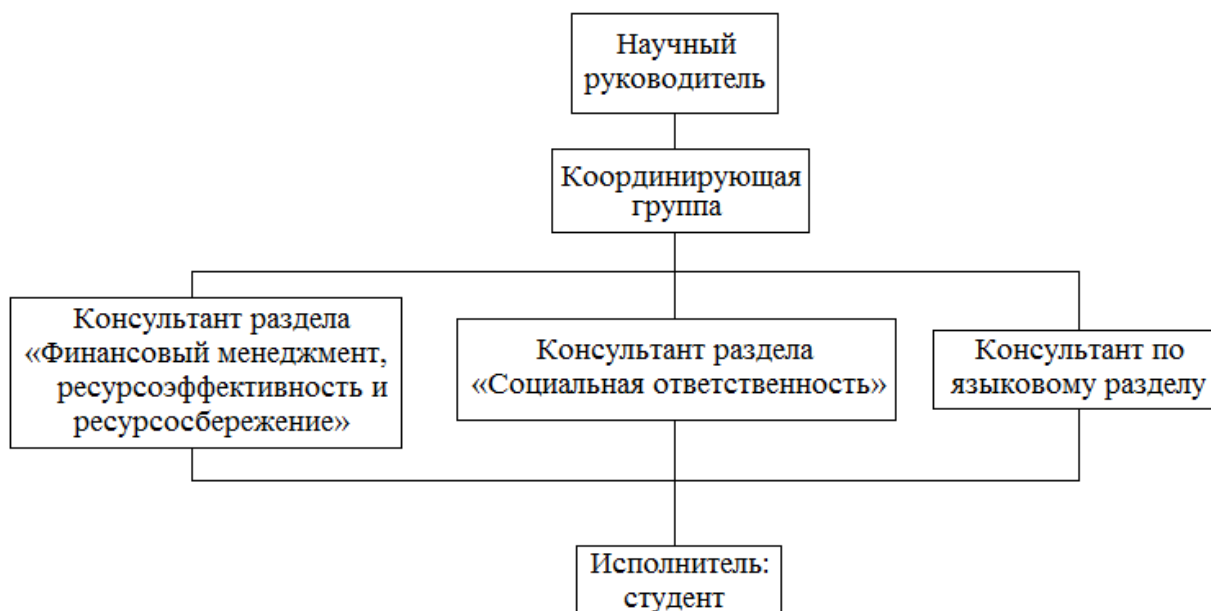


Рисунок 5.3. – Организационная структура научного проекта

5.5 Матрица ответственности

Степень ответственности каждого члена команды за принятые полномочия регламентируется матрицей ответственности. Матрица ответственности данного проекта представлена в таблице 5.13. Степень участия в проекте характеризуется следующим образом:

- ответственный (О)– лицо, отвечающее за реализацию этапа проекта и контролирующее его ход;
- исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта. Утверждающее лицо (У) – лицо, осуществляющее утверждение результатов этапа проекта (если этап предусматривает утверждение);

- согласующее лицо (С) – лицо, осуществляющее анализ результатов проекта и участвующее в принятии решения о соответствии результатов этапа требованиям.

Таблица 5.13 – Матрица ответственности

| Этапы проекта | Научный руководитель | Консультант раздела «Финансовый менеджмент» | Консультант раздела «Соответственность» | Консультант по языковому разделу | Студент |
|--|----------------------|---|---|----------------------------------|---------|
| Разработка технического задания | О | | | | |
| Составление и утверждение технического задания | О | | | | |
| Выбор направления исследований | О | | | | И |
| Подбор и изучение материалов по теме | С | | | | И |
| Выполнение расчётов и анализ полученных данных | | | | | И |
| Выполнение оценки ресурсоэффективности и ресурсосбережения | | С | | | И |
| Выполнение раздела по социальной ответственности | | | С | | И |
| Выполнение перевода части работы на английский язык | | | | С | И |
| Обобщение и оценка результатов | С | | | | И |

| | | | | | |
|--|---|--|--|--|---|
| Составление пояснительной записки | С | | | | И |
| Проверка правильности выполнения ГОСТа пояснительной записки | С | | | | И |
| Подготовка к защите | О | | | | И |

5.6 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 ресурсоэффективности. Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования (таб. 5.14). Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется:

$$I_{финр}^{исп.i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}}$$

где $I_{финр}^{исп.i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

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

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

Суммарный бюджет затрат данного научного исследования составил – 244603 рублей. Бюджет затрат для аналогов: аналог₁ – 325118, аналог₂ – 360032. Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля). Так как разработка имеет одно исполнение, то

$$I_{\text{финр}}^p = \frac{\Phi_p}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{244603}{360032} = 0,68;$$

Для аналогов соответственно:

$$I_{\text{фина1}}^{a1} = \frac{\Phi_{a1}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{325118}{360032} = 0,91; \quad I_{\text{фина2}}^{a2} = \frac{\Phi_{a2}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{360032}{360032} = 1;$$

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i ,$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчёт интегрального показателя ресурсоэффективности представлен ниже.

Таблица 5.14 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

| ПО Критерии | Весовой коэффициент параметра | Текущий проект | Аналог 1 | Аналог 2 |
|--------------------------|-------------------------------|----------------|----------|----------|
| 1.Износостойкость | 0,2 | 5 | 3 | 4 |
| 2. Простота изготовления | 0,04 | 5 | 3 | 4 |
| 3. Жаропрочность | 0,25 | 5 | 3 | 3 |
| 4. Твердость | 0,08 | 5 | 4 | 3 |
| 5. Прочность | 0,07 | 5 | 4 | 4 |
| ИТОГО | | 3,2 | 2,07 | 2,23 |

$$I_{\text{тп}} = 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,04 + 5 \cdot 0,25 + 5 \cdot 0,08 + 5 \cdot 0,07 = 3,2;$$

$$\text{Аналог 1} = 3 \cdot 0,2 + 3 \cdot 0,04 + 3 \cdot 0,25 + 4 \cdot 0,08 + 4 \cdot 0,07 = 2,07;$$

$$\text{Аналог 2} = 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,04 + 3 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,08 + 4 \cdot 0,07 = 2,23.$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки ($I_{\text{финр}}^p$) и аналога ($I_{\text{финаi}}^{ai}$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{\text{финр}}^p = \frac{I_m^p}{I_{\text{финр}}^p}; I_{\text{финаi}}^{ai} = \frac{I_m^{ai}}{I_{\text{финаi}}^{ai}};$$

В результате:

$$I_{\text{финр}}^p = \frac{I_m^p}{I_{\text{финр}}^p} = \frac{3,2}{0,68} = 4,7; I_{\text{фина1}}^{a1} = \frac{I_m^{a1}}{I_{\text{фина1}}^{a1}} = \frac{2,07}{0,91} = 2,3;$$

$$I_{\text{фина2}}^{\text{a2}} = \frac{I_m^{\text{a2}}}{I_{\text{фина2}}^{\text{a2}}} = \frac{2,23}{1} = 2,23;$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта. Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{\text{cp}} = \frac{I_{\text{финр}}^p}{I_{\text{финаi}}^{\text{ai}}}$$

Результат вычисления сравнительной эффективности проекта и сравнительная эффективность анализа представлены в таблице 5.15.

Таблица 5.15 – Сравнительная эффективность разработки

| № | Показатели | Аналог 1 | Аналог 2 | Разработка |
|---|---|----------|----------|------------|
| 1 | Интегральный финансовый показатель разработки | 0,91 | 1 | 0,68 |
| 2 | Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки | 2,07 | 2,23 | 3,2 |
| 3 | Интегральный показатель эффективности | 2,3 | 2,23 | 4,7 |

Таким образом, основываясь на определении ресурсосберегающей, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования, проведя необходимый сравнительный анализ, можно сделать вывод о превосходстве выполненной разработки над аналогами.

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

| | |
|---------------|--------------------------|
| Группа | ФИО |
| 0БМ61 | Рузиева Гюзель Усеиновна |

| | | | |
|----------------------------|-------------|----------------------------------|---------------------|
| Школа | ИШЯТ | Отделение | ЭФ |
| Уровень образования | Магистр | Направление/специальность | 03.04.02. Физика |

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

| | |
|--|--|
| 1. <i>Описание рабочего места (рабочей зоны) на предмет возникновения:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – вредных проявлений факторов производственной среды (микроклимат, освещение, шумы, электромагнитное излучение); – опасных проявлений факторов производственной среды (электрической, пожарной и взрывной природы). |
| 2. <i>Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – электробезопасность; – пожаровзрывобезопасность; – требования охраны труда при работе на ПЭВМ. |

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

| | |
|---|--|
| 1. <i>Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (коллективные и индивидуальные). |
| 2. <i>Анализ выявленных опасных факторов проектируемой произведённой среды в следующей последовательности:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, средства защиты); – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения). |
| 3. <i>Охрана окружающей среды:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – организация безотходного производства |
| 4. <i>Защита в чрезвычайных ситуациях:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – приводятся возможные для Сибири ЧС; – разрабатываются превентивные меры по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации ее последствий. |
| 5. <i>Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</i> | <ul style="list-style-type: none"> – специальные правовые нормы трудового законодательства (ГОСТы, СНИПы и др. законодательные документы). |
| Перечень Графического материала: | <ul style="list-style-type: none"> – пути эвакуации; – план размещения светильников на потолке рабочего помещения. |

| | |
|--|---------------|
| Дата выдачи задания для раздела по линейному графику | 26.02.2018 г. |
|--|---------------|

Задание выдал консультант:

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------------------|-------------------------|---------|--------------|
| Профессор | Федорчук Юрий Митрофанович | Доктор технических наук | | 26.02.2018г. |

Задание принял к исполнению студент:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|--------------------------|---------|--------------|
| ОБМ61 | Рузиева Гюзель Усеиновна | | 26.02.2018г. |

Глава 6 Социальная ответственность

6.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды

В лаборатории, где находятся различные электроустановки, магнетрон, а также используется метан в качестве исходного продукта, могут быть следующие вредные факторы: наличие - а) не комфортных метеоусловий; б) вредных веществ; в) производственного шума; г) недостаточной освещенности; д) электромагнитного излучения;

6.1.1 Метеоусловия

Микроклимат в производственных условиях определяется следующими параметрами: 1) температура воздуха; 2) относительная влажность воздуха; 3) скорость движения воздуха.

При высокой температуре воздуха в помещении кровеносные сосуды кожи расширяются, происходит повышенный приток крови к поверхности тела, и выделение тепла в окружающую среду значительно увеличивается. При низкой температуре окружающего воздуха реакция человеческого организма иная: кровеносные сосуды кожи сужаются, приток крови к поверхности тела замедляется, и теплоотдача конвекцией и излучением уменьшается. Таким образом, для теплового самочувствия человека важно определенное сочетание температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха в рабочей зоне. Повышенная влажность воздуха ($\varphi > 85\%$) затрудняет терморегуляцию организма, т.к. происходит снижения испарения пота, а пониженная влажность ($\varphi < 20\%$) вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей. Оптимальные и допустимые показатели температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха в рабочей зоне производственных помещений должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 6.1. [ГОСТ 12.1.005-88]. Для обеспечения оптимальных и допустимых показателей микроклимата в холодный период года следует применять средства защиты

рабочих мест от остекленных поверхностей оконных проемов, чтобы не было охлаждения. В теплый период года необходимо предусмотреть защиту от попадания прямых солнечных лучей.

Работы делятся на три категории тяжести на основе общих энергозатрат организма. Работа, относящаяся к инженерам – разработчикам, относится к категории легких работ. Допустимые значения микроклимата для этого случая даны в таблице 6.1.

Таблица 6.1. – Требования к микроклимату

| Период года | Категория работы | Температура, °С | Относительная влажность, % | Скорость движения воздуха, м/с |
|-------------|------------------|-----------------|----------------------------|--------------------------------|
| Холодный | средняя | 19 – 24 | 15 - 75 | ≤ 0.1 |
| Теплый | средняя | 20 - 28 | 15 - 75 | ≤ 0.2 |

Одними из основных мероприятий по оптимизации микроклимата и состава воздуха в производственных помещениях являются обеспечение надлежащего воздухообмена и отопления, тепловая изоляция нагретых поверхностей оборудования, воздухопроводов и гидротрубопроводов.

6.1.2 Вредные вещества

Процесс облучения микропорошков алюминия электронным излучением, с помощью электронно-лучевого ускорителя частиц, связан с различными по классу опасности пунктами. Для обеспечения безопасности работы источники вредных воздействий на человека предусматривается размещать в отдельных помещениях. Площадь исследовательской лаборатории на одного рабочего превышает 4,5 м², а объем превышает 30 м³. Здание экспериментального цеха перекрывается железобетонными блоками, стены сборные, панели толщиной 300

мм. Общая характеристика условий работы экспериментального цеха приведена в таблице 6.2.

Таблица 6.2. – Общая характеристика условий работы физико-химической исследовательской лаборатории

| Наименование цеха | Санитарный класс производства | Класс пожароопасности по правилам устройства электроустановок | Класс взрывоопасности по правилам устройства электроустановок | Класс помещения по опасности поражения электрическим током | Категория производства по удельной пожарной нагрузке |
|-------------------------------|-------------------------------|---|---|--|--|
| Исследовательская лаборатория | V | II – III | B – I – a | Помещение повышенной опасности | B1 |

По степени воздействия на организм человека вредные вещества подразделены на четыре класса опасности: 1 - вещества чрезвычайно опасные, 2 - вещества высоко опасные, 3 - вещества умеренно опасные, 4 - вещества мало опасные, в соответствии с классификацией ГОСТ 12.1.007-76. «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности». Класс опасности вредных веществ устанавливается в зависимости от норм и показателей, указанных в таблице 6.3.

Таблица 6.3. – Класс опасности вредных веществ в зависимости от норм и показателей

| Наименование показателей | Норма для класса опасности | | | |
|---|----------------------------|----------|------------|-------------|
| | 1-го | 2-го | 3-го | 4-го |
| Предельно допустимая концентрация (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны, мг/м ³ | Менее 0,1 | 0,1-1,0 | 1,1-10,0 | Более 10,0 |
| Средняя смертельная доза при введении в желудок, мг/кг | Менее 15 | 15-150 | 151-5000 | Более 5000 |
| Средняя смертельная доза при нанесении на кожу, мг/кг | Менее 100 | 100-500 | 501-2500 | Более 2500 |
| Средняя смертельная концентрация в воздухе, мг/м ³ | Менее 500 | 500-5000 | 5001-50000 | Более 50000 |
| Коэффициент возможности ингаляционного отравления (КВИО) | Более 300 | 300-30 | 29-3 | Менее 3 |
| Зона острого действия | Менее 6,0 | 6,0-18,0 | 18,1-54,0 | Более 54,0 |
| Зона хронического действия | Более 10,0 | 10,0-5,0 | 4,9-2,5 | Менее 2,5 |

В соответствии с СанПиНом 2.6.1.2573-2010 «Гигиенические требования к размещению и эксплуатации ускорителей электронов с энергией до 100 МэВ», при работе ускорителя основными факторами радиационной опасности

являются: выведенный из ускорителя пучок ускоренных электронов; тормозное излучение; фотонейтроны; другие виды ионизирующего излучения. При работе ускорителя имеют место также и другие физические и химические факторы опасности: тепловыделение от оборудования и коммуникаций; озон и окислы азота, образующиеся в результате радиолиза воздуха под действием ионизирующего излучения ускорителя. Предельная допустимая среднесуточная концентрация (ПДКсс) озона составляет 0,03 мг/м³, оксида азота - 0,06 мг/м³. Исходя из таблицы 6.3. данные вещества относят к 1 классу опасности. В соответствии с ГОСТом 12.4.120-83. «Средства коллективной защиты от ионизирующих излучений».

СКЗ:

- Защита временем (основана на сокращении времени работы с источником, что позволяет уменьшить дозы облучения персонала);
- Защита расстоянием (чем больше расстояние от источника, тем больше процессов взаимодействия излучения с атомами и молекулами, что в конечном итоге приводит к снижению дозы облучения персонала);
- Защита экранами (наиболее эффективный способ защиты изготовления экранов применяют различные материалы, а их толщина определяется мощностью излучения);

СИЗ:

- Средства защиты рук: (просвинцованные резиновые перчатки с гибкими нарукавниками);
- Средства защиты органов дыхания: (Респираторы или противогазы);
- Средства защиты глаз: (Очки закрытого типа, с микронными пленочками);
- Средства защиты для ног: (пластиковые бахилы, с включением бора);

- Средства защиты головы: (каска защитные, шапки);
- Костюмы изолирующие: (пневмокостюмы, гидроизолирующие костюмы).

6.1.3 Производственный шум

Вентиляция производственных помещений предназначена для уменьшения запыленности, задымленности и очистки воздуха от вредных выделений производства, а также для сохранности оборудования. Она служит одним из главных средств оздоровления условий труда, повышения производительности и предотвращения опасности профессиональных заболеваний. Система вентиляции обеспечивает снижение содержания в воздухе помещения пыли, газов до концентрации, не превышающей ПДК. Проветривание помещения проводят, открывая форточки. Проветривание помещений в холодный период года допускается не более однократного в час, при этом нужно следить, чтобы не было снижения температуры внутри помещения ниже допустимой. Воздухообмен в помещении можно значительно сократить, если улавливать вредные вещества в местах их выделения, не допуская их распространения по помещению. Для этого используют приточно-вытяжную вентиляцию. Кратность воздухообмена не ниже 3.

Предельно допустимый уровень (ПДУ) шума - это уровень фактора, который при ежедневной (кроме выходных дней) работе, но не более 40 часов в неделю в течение всего рабочего стажа, не должен вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Соблюдение ПДУ шума не исключает нарушения здоровья у сверхчувствительных лиц. Допустимый уровень шума ограничен ГОСТ 12.1.003-83 и СанПиН 2.2.4/2.1.8.10-32-2002. Максимальный уровень звука постоянного шума на рабочих местах не должно превышать 80 дБА. В нашем случае этот параметр соответствовал значению 75 дБА. При значениях выше допустимого уровня необходимо предусмотреть СКЗ и СИЗ.

СКЗ:

- устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования;
- изоляция источников шума от окружающей среды средствами звуко- и виброизоляции, звуко- и вибропоглощения;
- применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения;

СИЗ:

- применение спецодежды, специальной обуви и защитных средств органов слуха: наушники, беруши, антифоны.

6.1.4 Тепловое излучение

В лаборатории в результате технологического процесса имеет место тепловое излучение от печей, дегазирующих камер, магнетрона. Материалом теплоизоляции используется пенофол. При нагревании и охлаждении утеплителя не выделяются вредные газы, материал защищает помещение от влажности, звуковых волн, сквозняков и радиации.

Интенсивность теплового облучения работающих от нагретых поверхностей технологического оборудования, осветительных приборов, инсоляции на постоянных и непостоянных рабочих местах не должна превышать 35 Вт/м^2 при облучении 50% поверхности тела и более, 70 Вт/м^2 - при величине облучаемой поверхности от 25 до 50% и 100 Вт/м^2 - при облучении не более 25% поверхности тела в соответствии с требованиями стандарта ГОСТ 12.1.005. -88. Для снижения теплового излучения по ГОСТ 12.4.123 – 83 предусматриваются следующие меры СКЗ и СИЗ:

СКЗ:

- тепловая изоляция горячих поверхностей с температурой наружной поверхности более 45 °С;
- специальная сигнальная окраска для предохранения работающих от ожогов;
- ограждения по ГОСТ 12.2.062-82;
- вентиляция;

СИЗ:

- применение спецодежды, специальной обуви и защитных средств:(брезентовые или суконные костюмы, очки со светофильтрами, щитки из органического стекла и др.)

6.1.5 Освещенность

В помещении исследовательской лаборатории предусматривается освещение в соответствии со СНиП 23 – 05 – 95:

- искусственное, комбинированная система. Источники освещения: газоразрядные ртутные лампы низкого давления;
- рабочее, для освещения помещения в соответствии с характером выполняемых работ применяют люминесцентные лампы низкого давления дневного света с исправленной цветностью ЛДЦ, и дневного света ЛД со светильниками рассеянного света типа ОД, ОДОР, пыле водозащищённые типа ПВЛМ, ППР;
- аварийное, для продолжения работ при отключении рабочего освещения (питание от независимого источника энергии, аккумуляторных батарей) с лампами накаливания в универсальных светильниках прямого света типа Астра, УПМ – 15, светильник типа ПСХ;

– эвакуационное (по основным проходам и лестничным клеткам).

Согласно СНиП 23-05-95 в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 200 Лк.

Правильно спроектированное и выполненное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, оказывает положительное психологическое действие на человека и способствует повышению производительности труда.

На рабочей поверхности должны отсутствовать резкие тени, которые создают неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажает размеры и формы объектов различия, в результате повышается утомляемость и снижается производительность труда.

Для защиты от слепящей яркости видимого излучения применяют защитные очки, щитки, шлемы. Очки не должны ограничивать поле зрения, должны быть легкими, не раздражать кожу, хорошо прилегать к лицу и не покрываться влагой.

Расчёт общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока, учитывающим световой поток, отражённый от потолка и стен. Длина помещения $A=6.5$ м, ширина $B=7$ м, высота $=3,5$ м. Высота рабочей поверхности над полом $h_p = 1,0$ м. Согласно СНиП 23-05-95 необходимо создать освещенность не ниже 200 Лк, в соответствии с разрядом зрительной работы.

Площадь помещения: $S = A \times B$, где A – длина, м; B – ширина, м; $S = 45,5$ м².

Коэффициент отражения свежепобеленных стен с окнами, без штор $\rho_c=50\%$, свежепобеленного потолка $\rho_{\Pi}=70\%$. Коэффициент запаса,

учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым выделением пыли равен $K_3 = 1,5$. Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп $Z = 1,1$. Выбираем лампу дневного света ЛД-30, световой поток которой равен $\Phi_{ЛД} = 1800$ Лм. Выбираем светильники с люминесцентными лампами типа ОДОР-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1227 мм, ширина – 265 мм. Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , которая для люминесцентных светильников с защитной решёткой лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем $\lambda = 1,1$, расстояние светильников от перекрытия (свес) $h_c = 0,5$ м. Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_n - h_p,$$

где h_n – высота светильника над полом, высота подвеса,

h_p – высота рабочей поверхности над полом.

Наименьшая допустимая высота подвеса над полом для двухламповых светильников ОДОР: $h_n = 3,5$ м. Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = H - h_p - h_c = 3,5 - 1 - 0,5 = 2,0 \text{ м.}$$

Расстояние между соседними светильниками или рядами определяется по формуле:

$$L = \lambda \cdot h = 1,1 \cdot 2 = 2,2 \text{ м.}$$

Число рядов светильников в помещении:

$$Nb = \frac{B}{L} = \frac{7}{2,2} = 3,18 \approx 3.$$

Число светильников в ряду:

$$Na = \frac{A}{L} = \frac{6,5}{2,2} \approx 3.$$

Общее число светильников:

$$N = Na \cdot Nb = 3 \cdot 3 = 9.$$

Расстояние от крайних светильников или рядов до стены определяется по формуле:

$$l_1 = \frac{L}{3} = \frac{2,2}{3} = 0,73 \text{ м},$$

$$l_2 = \frac{A-L \cdot 2 - 3 \cdot y}{2} = \frac{6,5 - 2,2 \cdot 2 - 3 \cdot 0,265}{2} = 0,65 \text{ м}.$$

Размещаем светильники в два ряда. На рисунке 6.1. изображен план помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами.

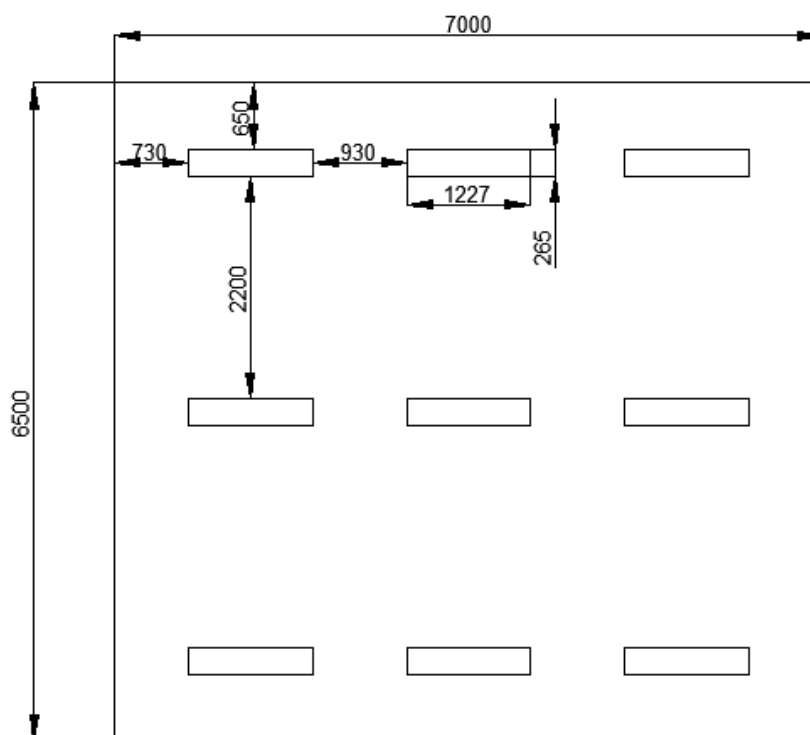


Рисунок 6.1. – План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами

Индекс помещения определяется по формуле:

$$i = \frac{A \cdot B}{h \cdot (A + B)} = \frac{6,5 \cdot 7}{2 \cdot (6,5 + 7)} = 1,69.$$

Коэффициент использования светового потока, показывающий какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность, для светильников типа ОДОР с люминесцентными лампами при $\rho_{\text{П}} = 70\%$, $\rho_{\text{С}} = 50\%$ и индексе помещения $i = 1,6$ равен $\eta = 0,47$. Потребный световой поток группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле:

$$\Phi_{\text{п}} = \frac{E \cdot A \cdot B \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{200 \cdot 6,5 \cdot 7 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{18 \cdot 0,47} = 1775 \text{ лм.}$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}} / \Phi_{\text{ЛД}} \cdot 100\% \leq 20\%;$$

$$\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}} / \Phi_{\text{ЛД}} \cdot 100\% = 1800 - 1775 / 1800 \cdot 100\% = 1.4\%.$$

Таким образом: $-10\% \leq 1.4\% \leq 20\%$, необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

6.2 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды

6.2.1 Факторы электрической природы

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги, электромагнитного поля и статистического электричества. Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В, с присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (помещения особо опасные). В отношении опасности поражения людей электрическим током различают:

1. Помещения без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность.

2. Помещения с повышенной опасностью, которые характеризуются наличием в них одного из следующих условий, создающих повышенную опасность: сырость, токопроводящая пыль, токопроводящие полы (металлические, земляные, железобетонные, кирпичные и т.п.), высокая температура, возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей металлоконструкциям, технологическим аппаратам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования - с другой.

3. Особо опасные помещения, которые характеризуются наличием оборудования свыше 1000 В и одного из следующих условий, создающих особую опасность: особой сырости, химически активной или органической среды, одновременно двух или более условий повышенной опасности. Территории размещения наружных электроустановок в отношении опасности поражения людей электрическим током приравниваются к особо опасным помещениям.

При подключении локального заземления к нейтрали трансформатора / генератора в системе TN суммарное сопротивление заземления (локального + всех повторных + заземления трансформатора / генератора) должно быть не более 4 Ом (ПУЭ 1.7.101). Напряжение составляет менее 36 В. Сила тока должна быть менее 0,1 ампера. Исследовательская лаборатория относится к классу повышенной опасности по поражению электрическим током от 380 В до 0,4 кВ, напряжение освещения 220 В, напряжение ручных ламп не более 12 В.

Общее требование по электробезопасности выполнять в соответствии с ГОСТ 12.1.019 – 79 и ПУЭ. Для обеспечения электробезопасности предусматривается СКЗ и СИЗ:

СКЗ:

- заземление, зануление токоведущих частей оборудования по ГОСТ12.1.030 – 81 и ПУЭ; Сопротивление заземляющего устройства, к которому присоединены нейтрали генераторов

(трансформаторов) или выводы однофазного источника питания электроэнергией, с учетом естественных заземлителей и повторных заземлителей нулевого провода должно быть не более 2,4 и 8 Ом соответственно, при междуфазных напряжениях 660, 380 и 220 В трехфазного источника питания или 380,220 и 127 В однофазного источника питания.

- ограждение и изоляция оборудования и токопроводов по ГОСТ 12.1.030– 81 и ПУЭ;
- недоступность проводов (двойная изоляция);
- автоматическое отключение и блокировка при аварии.

СИЗ:

- диэлектрические перчатки, боты, резиновые коврики и дорожки, изолирующие подставки на фарфоровых изоляторах и переносные заземления.

К общей системе заземления подключают все металлические части оборудования, не находящиеся под напряжением, но которые могут оказаться под током вследствие замыкания под корпус.

6.2.2 Факторы пожарной и взрывной природы

Исследовательская лаборатория относится к категории В1 по НПБ –105–95, III степени огнестойкости здания с пределом огнестойкости СНиП 21.01 –97*: ограждений R 120, перекрытий RYE 60, лестничных клеток RYE 120. Основными причинами пожаров являются: возгорание пожароопасных веществ; замыкание электропроводки; электрогазосварочные работы; возгорание электродвигателей.

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства

пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды. Огнетушители водо-пенные (ОХВП-10) используют для тушения очагов пожара без наличия электроэнергии. Углекислотные (ОУ-2) и порошковые огнетушители предназначены для тушения электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В. Кроме того, порошковые применяют для тушения документов. Для тушения токоведущих частей и электроустановок применяется переносной порошковый огнетушитель, например, ОП-5. В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений на высоте не более 1,35 м. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей. Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации (рис.6.2.), порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к запасному (эвакуационному) выходу.

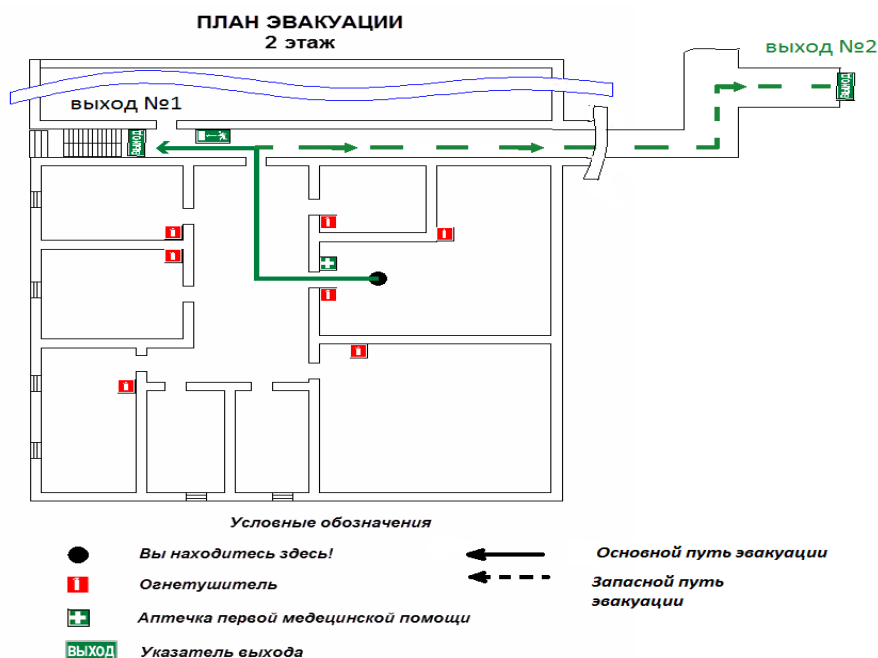


Рисунок 6.2. – План эвакуации в случае чрезвычайной ситуации

6.3 Охрана окружающей среды

Охрана окружающей среды – это комплексная проблема и наиболее активная форма её решения – это сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства. Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор водорода в специальные емкости (в настоящее время он выпускается в воздух). Так же необходимо позаботиться о отдельных контейнерах для отходов бытового характера: отдельные мусорные баки для бумаги, стекла, металлических частей, пластика. Необходимо заключить договор с компанией, вывозящей мусор, чтобы она обеспечивала доставку разделенных отходов фирмам, занимающимся переработкой отходов. Над каждым рабочим местом имеется вытяжная система, которая снабжена специальными фильтрами для очистки воздуха от микрочастиц. После происходит утилизация или очистка фильтров в специализированных компаниях согласно технологическому процессу.

6.4 Защита в ЧС

Производство находится в городе Томске с континентально-циклоническим климатом. Природные явления (землетрясения, наводнения, засухи, ураганы и т. д.), в данном городе отсутствуют. Возможными ЧС на объекте в данном случае, могут быть сильные морозы и диверсия. Для Сибири в зимнее время года характерны морозы. Достижение критически низких температур приведет к авариям систем теплоснабжения и жизнеобеспечения, приостановке работы, обморожениям и даже жертвам среди населения. В случае переморозки труб должны быть предусмотрены запасные обогреватели. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась. При возникновении диверсии или ЧП, в здании лаборатории должны быть предусмотрены резервные дизельные электрогенераторы, для обеспечения бесперебойной подачи электроэнергии. Эвакуации с территории

лаборатории осуществляется на личном автотранспорте или пешком, для этого существуют все условия, 2 дороги, ведущие к корпусу, стоянка для личного автотранспорта. Служебный транспорт не предусмотрен.

На случай возникновения чрезвычайной ситуации (землетрясение, наводнение, пожары, химическое либо радиоактивное заражение и т.п.) должен быть предусмотрен следующий комплекс мероприятий:

- рассредоточение и эвакуация;
- укрытие людей в защитных сооружениях;
- обеспечение индивидуальными средствами защиты;
- организация медицинской помощи пострадавшим;
- организация служебного транспорта для эвакуаций людей;

6.5 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

1. ГОСТ 12.1.007-76. «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

2.ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

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

4. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.

5. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки.

6. ГОСТ 12.4.123-83. Средства коллективной защиты от инфракрасных излучений. Общие технические требования.

7. ГОСТ Р 12.1.019-2009. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
8. ГОСТ 12.1.030-81. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление.
9. ГОСТ 12.1.004-91. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.2.037-78. Техника пожарная. Требования безопасности.
10. СанПиН 2.1.6.1032-01. Гигиенические требования к качеству атмосферного воздуха.
11. ГОСТ 30775-2001 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Классификация, идентификация и кодирование отходов.
12. СНиП 21-01-97. Противопожарные нормы.
13. ГОСТ 12.4.154. Система стандартов безопасности труда. Устройства, экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты.
14. СНиП 23-05-95 "Естественное и искусственное освещение".

Заключение

Проблема в использовании алюминия как горючего заключается в определении активности порошков алюминия. В процессах окисления алюминия необходима высокая скорость, а при получении, хранении, переработке и транспортировке порошков алюминия желательна их пониженная активность.

Под активностью подразумевается содержание металлического алюминия в порошке [44], не вызывающее проблем в случае грубодисперсных порошков. С увеличением дисперсности порошков происходит снижение содержания металла, но возможно увеличение скорости окисления. Существенная проблема при использовании грубодисперсных порошков заключается в агломерации, не догорании и двухфазных потерях [45]. Повысить активность грубодисперсных порошков можно сплавлением с редкоземельными элементами, легирование поверхности частиц тугоплавкими металлами, введением в порошки катализаторов окисления. У всех этих методов есть один недостаток: вводимые дополнительные компоненты являются энергетическим балластом, снижающим теплоту сгорания горючего. Другим способом повышения реакционной способности порошков алюминия за счет увеличения площади их поверхности является использованием пудр (частицы-чешуйки). Однако плоские частицы пудр ухудшают физико-механические характеристики топливных композиций и увеличивают пожаро- и взрывоопасность при переработке последних. В связи с этим актуальной проблемой является использование новых видов сферических алюминиевых порошков, сочетающих в себе высокую активность при относительно высоком содержании металла. В нашем случае выбраны микронные порошки алюминия А6, А6М, А8 и А10, полученные распылением расплава алюминия в г. Шелехов (Иркутский алюминиевый завод).

Исходя из всего вышеизложенного, интерес представляет повысить реакционную способность путем облучения ионизирующими β - и γ -излучениями микронных порошков алюминия. Целью данной работы было экспериментально

определить изменение реакционной способности микропорошков алюминия после β - и γ - облучения. Для достижения поставленной цели были поставлены следующие задачи:

- 1) Рассчитать параметры активности исходных образцов порошков алюминия;
- 2) Облучить образцы порошков алюминия γ -излучением в условиях ограниченного доступа воздуха (дозы – 1, 2, 4, 8 и 10 Мрад);
- 3) Облучить образцы потоком β -излучения (дозы – 1, 2 и 4 Мрад);
- 4) Экспериментально исследовать облученные образцы А6, А6М, А8, А10 методами ДТА и сравнить по четырем параметрам активности с исходными порошками;
- 5) Определить закономерности действия излучений на микропорошки.

Для определения активности порошков предлагается использовать следующие параметры: температуру начала окисления, максимальную скорость окисления, степень превращения (степень окисленности) алюминия в определенном температурном интервале, приведенный тепловой эффект – отношение площади экзо-эффекта под кривой ДТА к приросту массы. Такие параметры для оценки активности порошков были получены при обработке результатов неизотермического окисления в условиях программируемого нагрева (окислитель-воздух).

Выводы по диссертации

1. На основе анализа данных установлено, что в сравнении с металлами в массивном состоянии β - и γ -облучение оказывает влияние на реакционную способность микропорошков алюминия А6, А6М, А8 и А10 при окислении в воздухе.

2. Экспериментально показано, что микропорошки алюминия имеют дисперсность, такую же, как и до облучения β - и γ -излучением, дозами 1, 2, 3, 4, 8 и 10 Мрад. Спекания микропорошков не наблюдалось, как и уменьшения размера частиц, даже при максимальных дозах облучения. В целом микроструктура и субструктура микропорошков после воздействия ионизирующих излучений заметно не менялась.

3. Установлено, что снижение температуры начала окисления исследуемых порошков после бета-облучения наблюдалось максимально после облучения дозой 1 Мрад для микропорошков алюминия А6, А6М, А8 и А10, соответственно, на 205, 140, 100 и 85 °С. После гамма-облучения максимальное снижение температуры начала окисления наблюдалось после облучения дозой 1 Мрад для микропорошков А6 и А6М, соответственно, на 100 и 85 °С, для А8, А10 при 10 Мрад – на 85 и 40 °С, соответственно.

4. Показано, что максимальная скорость окисления исследуемых микропорошков алюминия после бета-облучения возросла на 0,05; 0,09; 0,19 и 0,09 мг/мин. Максимум скорости окисления для порошков А6, А6М, А8 наблюдался после бета-облучения дозой 2 Мрад, а для порошка А10 после дозы 1 Мрад. Максимальная скорость окисления микропорошков алюминия А6М и А8 после гамма-облучения дозой 1 Мрад увеличилась на 0,07 и 0,02 мг/мин, для образцов А6 и А10 – после облучения дозами 10 и 2 Мрад, соответственно, на 0,1 и 0,05 мг/мин.

5. Показано экспериментально, что степень окисленности изучаемых микропорошков после их бета-облучения дозой 2 Мрад возросла на 3,7%; 18,9%;

4,2%, соответственно, для порошков А6, А6М, А8, а для порошка А10 степень окисленности уменьшилась на 12,3%. После гамма-облучения степень окисленности микропорошка алюминия А6 возросла на 5,03% при облучении дозой 10 Мрад. Степень окисленности микропорошков алюминия А6М, А8, А10 уменьшилась на 1,31%; 9,52%; 6,19%, соответственно, при облучении дозами 10, 8, 8 Мрад;

6. Согласно ранее проведенным исследованиям установлено, что в результате облучений в частицах алюминия сформировался двойной электрический слой с запасенной энергией. За величину запасенной энергии принимали разность между тепловым эффектом при окислении облученного образца и тепловым эффектом при окислении исходного необлученного образца. После β -облучения удельный тепловой эффект окисления изучаемых порошков алюминия превышает тепловой эффект окисления на: 174,0; 57,3; 179,4; 188,6 кДж/моль после облучения микропорошков А6, А8, А10 дозой 2 Мрад, а для порошка А6М – после облучения дозой 4 Мрад. После гамма-облучения тепловой эффект окисления исследуемых микропорошков алюминия равен: 199,5; 139,8; 94,4; 204,8 кДж/моль. Эти максимальные значения были получены после облучения микропорошков алюминия А6, А6М – дозой 10 Мрад, А8 – 1 Мрад, А10 – 2 Мрад. Полученные данные объясняются стабилизацией накопленной энергии в двойном электрическом слое с положительным зарядом в приповерхностном слое частицы алюминия.

7. Активированные микропорошки алюминия будут эффективно использоваться в различных областях современной техники: в 3D-печати изделий, в изготовлении деталей в аддитивных технологиях, в водородной энергетике и для приготовления высокоэнергетических материалов, в технологических процессах и порошковой металлургии. Проблема в использовании алюминия как реагента заключается в повышении активности порошков алюминия. В процессах окисления алюминия необходима высокая скорость: для этого необходимо повысить реакционную способность путем

облучения ионизирующим β - и γ -излучением. При получении, хранении, переработке и транспортировке микропорошков алюминия желательна их пониженная активность. Облучение повышает реакционную способность порошков, что снижает время и температуру процессов в порошковой металлургии и других областях использования.

Список публикаций студента

1. Рузиева Г. У., Ильин А. П., Исмаилов Д. В. // Действие электронного и гамма облучений на микropоpошки алюминия // Тезисы IV Международных Фарабиевских чтений. – Алматы. – 10 – 13 апреля 2017 г. – С. 336
2. In the press. Rusieva G., Ismailov D., Ilyin A., Mostovshchikov A., Tronin V., Kupchishin A. // The Influence of the High-energy Electron Beam Irradiation on the Thermal Properties of the Aluminum Micron Powders // Тезис на The 6th International Conference on Nanomaterials and Advanced Energy Storage Systems (INESS-2018).

Список использованных источников

1. Артемьев В.А. Об ослаблении рентгеновского излучения ультрадисперсными средами // ГНИИ Технологии материалов. Письма в ЖТФ. – 1997. – Т. 23, № 6.
2. Ястребинский Р.Н., Самойлова Ю.М., Павленко В.И., Демченко О.В. Использование высокодисперсного оксида алюминия для синтеза радиационно-стойких полимерных композитов // Успехи современного естествознания. – 2015. – С. 532 – 535.
3. Турова А.А., Павленко В.И., Ястребинский Р.Н. Использование тяжелых металлов при разработке материалов для защиты от корпускулярного излучения // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2015. – № 12 – 7. – С. 1183 – 1186.
4. Egorov I., Esipov V., Remnev G. et al. A high-repetition rate pulsed electron accelerator // IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. – 2013. – V. 20, № 4. – P. 1334 – 1339.
5. Egorov I.S., Kaikanov M.I., Lukonin E.I. et al. The Astra repetitive-pulse electron accelerator // Instruments and Experimental Techniques. – 2013. – V. 56, № 5. – P. 568 – 570.

6. Egorov I.S., Esipov V.S, Lukonin E.I. et al. A self-triggering system for a cold-cathode thyratron in a pulse voltage generator // Instruments and Experimental Techniques. – 2014. – Т. 58. № 1. – Р. 64 – 66.
7. Фистуль В.И. Новые материалы: состояние, проблемы, перспективы. М.: «МИСИС», 1995.
8. Шалаев А.М., Адаменко А.А. Радиационно-стимулированное изменение электронной структуры. М.: Атомиздат, 1977.
9. Томпсон М. Дефекты и радиационные повреждения в металлах. М.: Мир, 1971.
10. Кипарисов С.С. Порошковая металлургия. М., 1980. – 14 с.
11. Урьев Н.Б. Физико-химические основы технологии дисперсных систем и материалов. М., 1988.
12. Гюнтеродт Г., Бек Г. Металлические стекла, ионная структура, электронный перенос и кристаллизация. М.: Мир, 1983. – 376 с.
13. Ильин А.И., Краношин В. С. // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1985. – № 6. – 5 с.
14. Петров Ю.И. Физика малых частиц. М.: Наука, 1982. – 359 с.
15. Федоров С.Г., Гусейнов Ш.Л., Стороженко П.А. // Российские нанотехнологии. 2008. – Т. 5, № 9 – 10. – 27 с.
16. Mench M. M., Yeh C. L., Kuo K. K. // 29th International Annual Conf. of ICT. Karlsruhe, Germany, 1998. – 30 p.
17. Ключников В.А., Шебалин А.И., Сухушин Ю.Н. и др. // Физикохимия ультрадисперсных порошков. Томск: Изд-во ТГУ, 1990. – 24 с.
18. Ковалев В.П. Вторичные излучения ускорителей электронов. М.: Атомиздат, 1979. – С. 37 – 74.
19. Ссылка на страницу: <http://ritverc.ru/products/detail.php?ID=1123>
20. Ишханов Б.С., Капитонов И.М. Взаимодействие электромагнитного излучения с атомными ядрами. Изд. МГУ. – 1979.

21. Гоулдстейн, Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. М.: Мир, 1984.
22. Weilie Zhou. Scanning Microscopy for Nanotechnology / Weilie Zhou (Ed.) Zhong Lin Wang (Ed.) Springer. – 2006. – 522 p.
23. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования. М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
24. Кристал М.М. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического. М.: Техносфера, 2009. – 208 с.
25. Ссылка: <https://nanotechnology.sfedu.ru/mod/page/view.php?id=227>.
26. Уманский Я.С. Рентгенография металлов и полупроводников. М.: Metallurgy, 1969. – 496 с.
27. Хохлова А.Ф. Физика твердого тела: Лабораторный практикум. 1 том. Методы получения твердых тел и исследования их структуры. М.: Высшая школа, 2001. – 364 с.
28. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: Metallurgy, 1970.
29. Васильев Е.К., Нахмансон М.М. Качественный рентгенофазовый анализ. Новосибирск: Наука, 1986.
30. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний. Т. 1–2. М.: Недра, 1966.
31. Уэндландт У. Термические методы анализа. М.: Мир, 1978. – С. 145 – 212.
32. Уэндландт У. Термические методы анализа // Пер. с англ. под редакцией Степанова В.А. и Берштейна В.А. Издательство «Мир», 1978. – 526 с.
33. Хеммингер В., Хене Г., Калориметрия. Теория и практика. М.: Химия. 1989. – 175 с.
34. Попов А.И., Михалев Н.И. Атомная структура некристаллических полупроводников. М.: Издательство МЭИ, 1992.

35. Ильин А.П., Громов А.А. Яблуневский Г.В. Об активности порошков алюминия // Физика горения и взрыва. – 2001. – Т. 37, № 4. – С. 58 – 62.
36. Лебедев А.Н., Шальнов А.В. Основы физики и техники ускорителей. – Т.3. Линейные ускорители. М.: Энергоатомиздат, 1983.
37. Практическая электронная растровая микроскопия. Под ред. Дж. Гоулдстейна и Х. Яковица. М., 1978.
38. Сергеев В.О. Практикум по ядерной физике, Спб, 2006.
39. Волков Н.В., Филиппов В.П., Яльцев В.Н. Методы исследования структурно-фазового состояния материалов. – 2008. – Т. 3, № 1/8. – С. 319 – 320.
40. Кузенкова М.А., Курдюмов А.В., Макаренко Г.Н. и др. Структурные изменения при спекании ультрадисперсных порошков нитрида алюминия // Порошковая металлургия. – 1981. – № 10. – С. 35 – 40.
41. Буланов В.Я., Кватер Л.И., Долгаль Т.В. и др. Диагностика металлических порошков. М.: Наука, 1983. – 278 с.
42. Похил П.Ф., Мальцев В.М., Зайцев В.М. Методы исследования процессов горения и детонации. М.: Наука, 1969. – 301 с.
43. Ильин А.П., Роот Л.О., Мостовщиков А.В. Повышение запасенной энергии в нанопорошках металла // Журнал технической физики. – 2012. – Т.8, №.8. – С. 140 – 142.
44. Сарнер С. Химия ракетных топлив. М.: Мир, 1969. – 446 с.
45. Похил П.Ф., Беляев А.Ф., Фролов Ю.В. и др. Горение порошкообразных металлов в активных средах. М.: Наука, 1972. – 293 с.

Приложение А Раздел ВКР на иностранном языке

Chapter 2 Used equipment and research methods

Студент

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|--------------------------|---------|------|
| 0БМ61 | Рузиева Гюзель Усеиновна | | |

Руководитель ВКР: Ильин Александр Петрович

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|-----------------------------|--|---------|------|
| Профессор | Ильин Александр Петрович | Доктор физико- математических наук | | |

Консультант-лингвист Отделения иностранных языков ШБИП

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

Chapter 2 Used equipment and research methods

In this chapter, schemes and physical principles of work of used equipment are described in more detail. Modern methods of research conducted using advanced equipment are described. Formulas for calculating four aluminum micropowders activity parameters are given.

During experiments, the ELU-4 electron accelerator of the Almaty State University and the OSGI gamma-emitter of the Al-Farabi Kazakh National University have been used, as well as the SDT Q 600 thermal analyzer of the Scientific and Analytical Center of Tomsk Polytechnic University.

For the morphology and elemental composition study, a FEI Quanta 200 3D scanning electron microscope was used, located in the NNLOT laboratory of the Al-Farabi Kazakh National University.

2.1 Electron beam accelerator (ELU-4)

2.1.1 Installation diagram

The simplest electron gun consists of the cathode, the control electrode, the first and the second anode. The schematic arrangement of the elements of the cathode-ray tube is shown in Fig. 2.1.

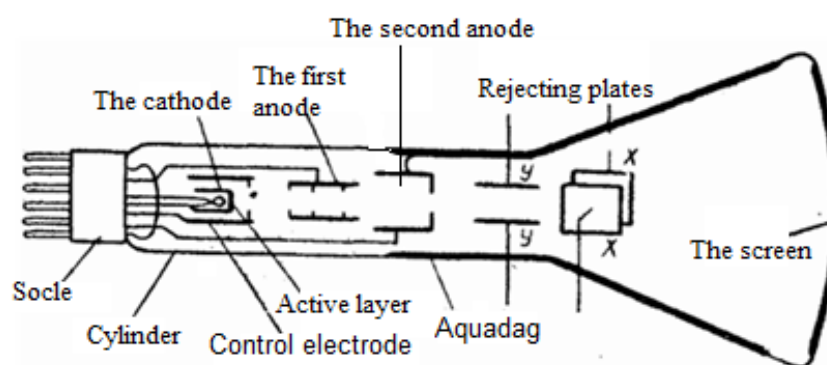


Figure 2.1 – Schematic representation of an electron-beam tube with electrostatic control

A cathode is used to create a stream of electrons. In ELU tubes, heating oxide cathode is often used, which resembles a small nickel cylinder, with a heater inside. The flat emitting surface at a cathode is obtained by the application of an active layer at the bottom of the cylinder. Therefore, the emission of electrons passes in the direction of the screen as a narrow beam. Inside a cylinder, a cathode terminal is connected to one of the ends of the filament. The modulator (control electrode) is used to adjust the brightness of the glowing spot on the screen. The control electrode is made in the form of a nickel cylinder, which surrounds the cathode. The bottom of such a cylinder is made in the form of a diaphragm, through which electrons, emitted in a cathode, pass.

The first anode is a cylinder consisting of two or three diaphragms. A first anode and control electrode affect the beam current in the same way anode and control grid affect anode current in the electron tube. A small negative voltage, relative to a cathode, is applied to control electrodes. The adjustment of the beam current magnitude, and the brightness of the spot that glows on the screen of the tube, depends on the magnitude of the voltage.

The second anode is also made in the form of a cylinder. It differs in diameter, and usually has one diaphragm. Voltage of 300-1000V is applied to the first anode, and the voltage of 1000-16000V, to the second anode [1].

2.1.2 Physical principle

The tube operates on the principle that the electric field between the first anode and the cathode affects the electrons, which thereby obtain acceleration and fly in a first anode, through the diaphragm. Electrons, in the form of a narrow and divergent beam, are being emitted from the first anode. Electric field between the first anode and the second anode is a focusing field. It changes the trajectory of the electrons. Electrons moving at the exit from the second anode, approach the axis of a tube. Electrons, between the second anode and the screen, move by inertia, because they acquired

energy in the accelerating fields of the electron gun. To intersect the trajectories of all the electrons on the screen, it is necessary to change the potential of the first anode and to adjust the intensity of the focusing field. When electrons get on the screen, the energy of electrons is partially transferred from the kinetic energy to the light energy, due to this a spot appears on the screen. Electrons that have fallen onto the screen are knocking out of the screen secondary electrons which are trapped by the aquadag (conductive graphite layer), which is applied to the inner surface of the cylinder, which acts as an electrostatic shield, and protects the electron flows of the tube. Electron flows can be affected by external electric fields, because the aquadag is connected to the second anode of the tube and grounded along with it.

The narrowing of the electron beam is facilitated by the diaphragm placed inside the anode, because interception of electrons that are strongly deviated from the trajectory takes place (tube axis) [1].

2.2 OSGI Gamma emitter

2.2.1 Installation diagram

Gamma-emitters are produced and used not only as kits that include all nominal values, but also as independent units.

A flat aluminum ring with a diameter of 25 mm and a thickness of 3 mm is the source. Between the two polyimide films, the active part is thermally sealed, which is located in the source. The total thickness of polyimide films is $100 \pm 10 \mu\text{m}$, and the diameter of the active part in the source is not more than 3 mm (Figure 2.2).

The exemplary gamma emitters which are used in the installation are always fixed in special holders. Exemplary gamma emitter is placed in the sample holder in a way when it is placed with the emitter into the diaphragm device, the center of the gamma emitter coincides with the center of the diaphragm device. The use of gamma

emitters with different dose rates makes it possible to obtain any desired dose rate in the above range.

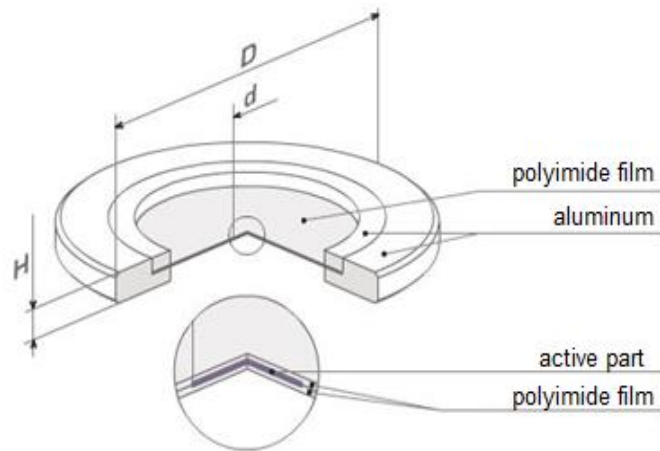


Figure 2.2 – Reference (exemplary) source OSGI-R

When an exemplary gamma emitter is manufactured, its maximum deviation of the actual activity value should be within + 20% of the nominal value [2].

The following conditions of materials and geometric dimensions explain the technical requirements of exemplary gamma emitters:

- 1) Cobalt-60 emitters are made of K-0 type cobalt in the form of a cylinder. The height and diameter of the cylinders are 2 ± 0.04 mm;
- 2) The emitters of the first category are placed in an 0.2 mm thick aluminum shell and placed in a detachable aluminum case;
- 3) Emitters of the second category are pressed into non-removable aluminum canisters.

Drawings of the canisters are shown in Figure 2.3.

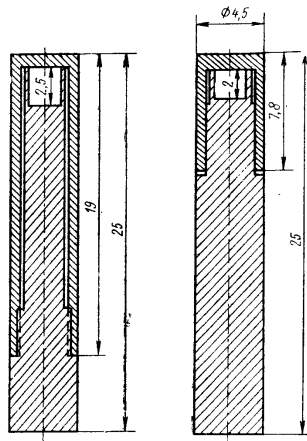


Figure 2.3 – Drawings of the canisters of exemplary cobalt-60 gamma-emitter

2.2.2 Physical principle

A beta-active isotope is taken as the radioactive source of the γ -quantum. As an example, figure 2.4 shows the decomposes schemes of ^{60}Co and ^{22}Na . In general, the ^{60}Co nucleus decomposition into the excited 4+ state of the ^{60}Ni product nucleus by means of an allowed Gamovteller transition. This excited state goes over into the ground state by means of a cascade of E2 transitions with gamma-quntum energies of 1173 and 1333 keV. The ^{22}Na nucleus experiences $\beta +$ decomposition. Also, as in the case of ^{60}Co , the decomposition occurs mainly on the excited state of the product nucleus. ^{22}Na is the source of gamma rays with energies of 1275 and 511 keV. The formation occurs due to positron annihilation.

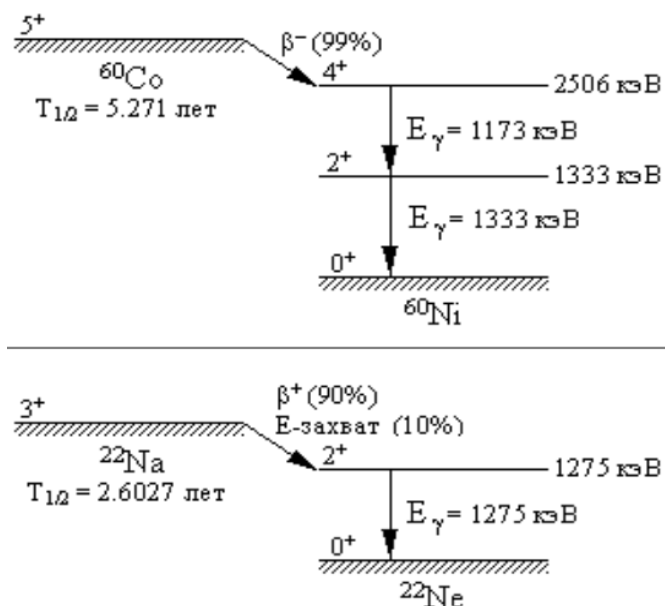


Figure 2.4 – Simplified decomposition schemes for ^{60}Co and ^{22}Na . Only the most intensive transitions are shown

In addition to β -active isotopes, isomers such as $^{119\text{m}}\text{Sn}$ are used as the source of gamma quanta. The half-life of the isomeric state of $^{119\text{m}}\text{Sn}$ is $T_{1/2} = 293.1$ days, the energy is 23.9 keV. The proper widths of gamma lines are less than the energy of gamma quanta, for this reason radioactive sources are considered to be monochromatic. There is a probability of bringing the intensity of radioactive sources to 10^{14} photons per second. In the table 2.1 the β -active isotopes used in the OSGI installation are given, an exemplary spectrometric source that is used as working standards to verify and calibrate the equipment for measuring photon radiation [3].

Table 2.1 – Half-lives and energy of β -particles of isotopes used in an exemplary spectrometric source

| Isotope name | Half life, $T_{1/2}$ | The energy of beta particles of isotopes, E_{β} , keV |
|------------------|----------------------|---|
| ^{22}Na | 2.6027 years | 1274.54 |

| | | |
|-------------------|-------------|------------------------|
| ^{44}Ti | 60.0 years | 68.9 78.3 1157.0 |
| ^{54}Mn | 312.2 days | 834.8 |
| ^{55}Fe | 2.741 years | 5.9 6.5 |
| ^{57}Co | 271.8 days | 14.4 122.1 136.5 |
| ^{60}Co | 5.271 years | 1173.2 1332.5 |
| ^{65}Zn | 244.06 days | 1115.54 |
| ^{88}Y | 106.6 days | 898.0 1836.1 |
| ^{109}Cd | 461.4 days | 88.0 |
| ^{113}Sn | 115.1 days | 255.1 391.7 |

2.3 Scanning electron microscope

2.3.1 Installation diagram

A scanning electron microscope is a device that is designed to make an enlarged image of an object, by means of object scanning using a focused electron beam and recording the signal with a detector. A signal comes up when electrons interact with matter. The SEM circuit consists of an electron source, an optical system that focuses the electrons and makes scans, also the sample chamber and the detector that detects the signal, and the pumping system, which is necessary to create vacuum in the microscope (Figure 2.5). Necessary condition for the microscope operation is vacuum in the chamber, column and in the gun, because an electron won't reach the sample in the air, due to a collision with air molecules on its way.

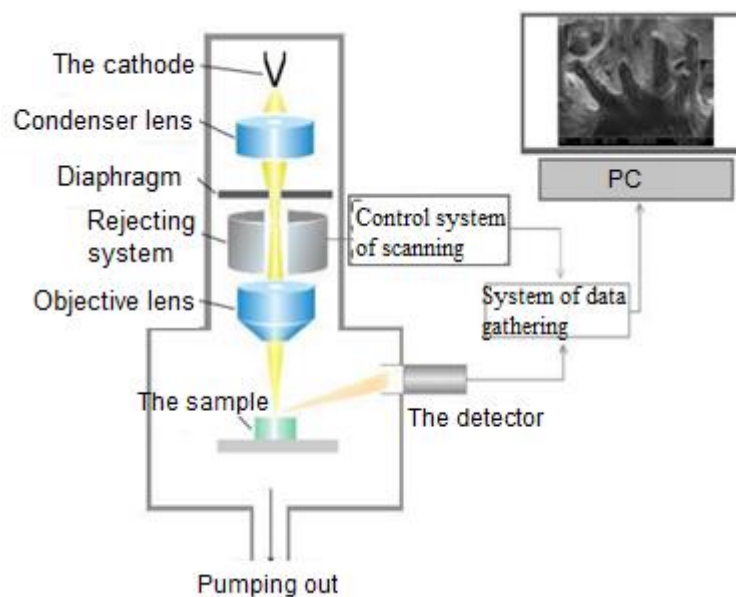


Figure 2.5 – Schematic diagram of scanning electron microscope

Focusing and acceleration in the direction of the sample occurs when the electrons that are emitted by the cathode pass through the system of electronic optics. During scanning of focused beams on the surface of a sample, secondary electrons are being emitted and registered by the detector. This provides information to the data

gathering system about the signal values from the detector and the beam coordinates on the sample. To build an image, brightness is assigned to each point of the sample that is proportional to the magnitude of the signal measured at the moment the beam is at this point [4, 5].

In the case of a sequential method, recording of the impact on the object points is carried out in sequence by scanning, and the signal is recorded by one detector. This method of imaging is used in the scanning electron microscope (SEM).

The second distinctive feature of the microscope is obtaining an enlarged object of investigation image. Enlarging means increasing the ratio of the distance between the images of two object points on the image, to the distance between these points on the object (Figure 2.6). The size of the image is limited by the size of the monitor, therefore, to change the magnification, the size of the scan area must be changed. The smaller a scan area, is the larger it's magnification [6].

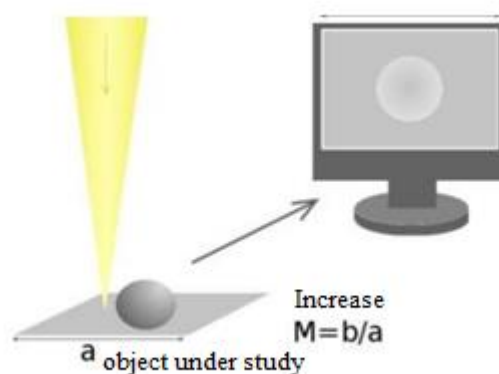


Figure 2.6 – Increase in scanning electron microscopy

The main characteristic of the microscope is the resolution. The physical resolution of the microscope means the shortest distance between two objects, at which they can be seen in the image. If the distance between two objects is less than the resolution of the microscope, then objects merge into one (Figure 2.7).



Figure 2.7 – Determining the resolution of the image

The resolution is determined by the size of the area, the signal from which is recorded by detector. The size of the electrons interaction area with a material is determined not only by the electron beam dimensions, but also by the processes of interaction of electrons with matter. To obtain a high-quality image, it is necessary to minimize the dimensions of an electron beam, which means, to focus it [7].

2.3.2 Physical principle

The principle of the scanning electron microscope work principle is based on the interaction of an electron beam with the substance under study. When interacting with the sample material, beam electrons (probes) generate different types of signals. For example, such as secondary electrons, back-reflected electrons, Auger electrons, characteristic X-ray radiation, and so on. This radiation and particles are the carriers of information about the relief and material of the sample.

Scanning electron microscope is used to obtain images of the surface of an object with a high dimensional resolution (up to 0.4 nm), information on the composition, structure of the near-surface layers.

The formation of a highly focused electron probe of medium energies from 200 eV to 50 keV on the sample surface is a function of the electrooptical column and electron gun, which form the basis of the scanning electron microscope. Scanning electron microscopes have a great depth of field, due to a very narrow electron beam. SEM depth of field is about twice as large as that of an optical microscope, this makes it possible to obtain clear photomicrographs with a three-dimensional effect for objects with complex topography. This property of SEM is very useful for studying the surface structure of a sample. The device must have a vacuum system installed. A scanning electron microscope consists of a table, which allows you to move the sample in, at least, three directions. A special detector is also installed, which receives different kinds of signal, which come up because of electrons interaction with the object.

Therefore, images that are made by a scanning electron microscope are constructed using different signals, often several signals at one time. For example, such as X-ray images, and images of secondary electrons.

For detecting secondary electrons, the Everhart-Thornley detector is used, which allows to collect electrons with energies of about 50 eV. Images made by this detector have a lower resolution, but they have a contrast in the average atomic number, they carry more information about the internal structure of the near-surface layers to a depth of several tens of nm and the chemical composition.

To detect reflected electrons, some models of microscopes are equipped with highly sensitive semiconductor detectors of backscattered electrons. The detectors are inserted under the pole piece located on a special rod or mounted in the lower surface of the objective lens. Using such a detector, it is possible to obtain images of the surface topology with a high resolution [8].

2.4 X-ray diffractometer

2.4.1 Installation diagram

The operation principle of the X-ray diffractometer is based on X-ray diffraction during passing through the crystal lattice of the material under study.

In Figure 2.12 a schematic diagram of the Bragg-Brentano diffractometer is shown.

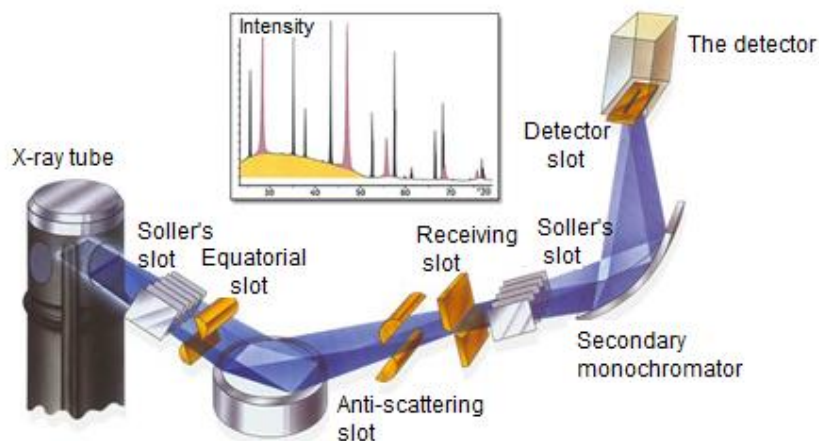


Figure 2.12 – Schematic diagram of the diffractometer

X-ray tubes with a detector are the main components of the diffractometer. They are placed on a goniometer. The goniometer is an accurate system for setting and tracking the radiation angle with respect to the sample surface (Fig. 2.13).

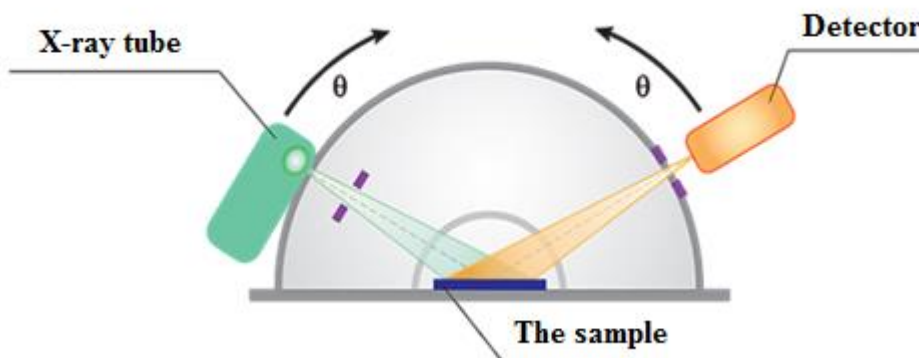


Figure 2.13 – Placement of an X-ray tube and a detector on a goniometer

One arm of the goniometer determines the sample's radiation reflection angle, i.e. detected signal, and the second arm determines the angle of the sample exposure by the X-ray tube.

The intensity of the X-ray radiation is continuously recorded by the detector during the movement. Other parts of the optical scheme of the diffractometer create radiation properties, to optimize it in solving various problems of diffractometric studies [13]. In Figure 2.14 X-ray optical scheme of diffractometers is given.

X-rays from the focus 1 of X-ray tube (located on the focusing circle), which are formed by the system of confining slots 2, 4 and the Soller 3 slit, form the first beam, then they enter the sample 5, the plane of this test sample is tangent to the focusing circle. Through the Soller slits 6, the receiving slot 7, which is located on the focusing circle, and the limiting gap 8, the diffracted X-rays from examined sample enter the quantum counter. With the use of replaceable inserts, the width of the slots of which are 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 mm, the width of slits 2 and 7 varies. To increase the aperture of the diffractometer, X-ray tubes are in use that have a line focus whose position is perpendicular to circle of focusing, since there is no increase in the divergence of the beams of the X-ray beam due to the Soller slit. Using of replaceable inserts with slot height 2, 4, 6, 8, 10 and 12, slot 4 allows to limit, vertically, the working length of the line focus. Changing of of X-rays intensity, which fall into the counter, is possible due to a slit 8, adjustable in height (from 0 to 12 mm) by using movable shutter.

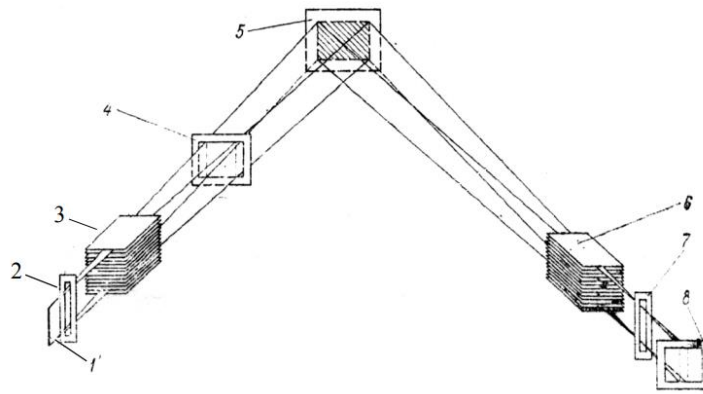


Figure 2.14 – X-ray optical scheme of the diffractometer (the surface of the sample that was irradiated with a stroke was singled out):

1 - focus of the X-ray tube; 2, 4 - limiting gaps; 3, 6 – Soller slit; 5 - sample; 7 - receiving slot; 8 - slot of the counter. With the use of replaceable inserts, the width of the slots of which are 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 mm, the width of slits 2 and 7 varies. To increase the aperture of the diffractometer, X-ray tubes are in use that have a line focus whose position is perpendicular to circle of focusing, since there is no increase in the divergence of the beams of the X-ray beam due to the Soller slit. Using of replaceable inserts with slot height 2, 4, 6, 8, 10 and 12, slot 4 allows to limit, vertically, the working length of the line focus. Changing of of X-rays intensity, which fall into the counter, is possible due to a slit 8, adjustable in height (from 0 to 12 mm) by using movable shutter. When an x-ray diffraction pattern is recorded, the crystallographic planes set into a reflecting position, which are parallel to the plane surface of the sample under study. This is a feature of Bragg-Brentano focusing [14].

2.4.2 Physical principle

Methods for obtaining X-rays for structural studies are based in using the flow of fast-flying electrons. Powerful short-wave X-ray radiation is used mainly in flaw detection. It is obtained with betatrons and linear electron accelerators. However, electron accelerators are mainly used in stationary installations, they are complicated one in terms of settings and cumbersome. X-ray tube is considered to be the most

common source of X-rays. X-ray tubes have different types according to the principle of obtaining electron beams. When free electrons appear, as a result of thermionic emission, these are tubes with a hot cathode. If the appearance of free electrons occurs as a result of field emission, then it is a tube with a cold cathode. X-ray tubes of these two types are demountable, or sealed with a constant vacuum, or pumped out by a vacuum pump. Sealed X-ray tubes with a hot cathode are more widely distributed. They consist of two electrodes - a cathode and an anode (Fig.2.15.), as well as a glass bulb. The bulb creates high vacuum (10^{-7} - 10^{-8} mm Hg), which provides free movement of electrons from the cathode to the anode, chemical, electrical and thermal insulation of the incandescent cathode.

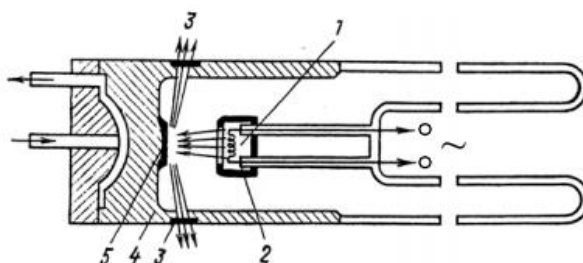


Figure 2.15 – Scheme of the X-ray tube BSV-2:

- 1 - the filament of the cathode; 2 - focusing cap; 3 - window for the X-rays release; 4 - the protective cylinder; 5 - anode mirror

The filament and the focusing cap are part of the X-ray tube cathode. The shape of the cap and filament can be round or linear. This is determined by the shapes of the focal spot that is set at the tube anode. A filament that is made of tungsten steel can be heated up to 2000 - 2200 °C due to electric current. The filament is often coated with thorium compounds in order to increase the emission characteristics. Optical properties of the X-ray tube determine the size of the focus spot. The less the focus size is, the more accurate X-ray diffraction analysis, and the image contrast during translucence are.

The anode of the x-ray tube is called a copper cylinder, at the end of which the anode mirror was pressed. The anode mirror is a plate of material, with the presence of the electron deceleration phenomenon. Mirror is made of tungsten for X-ray transmission. To obtain the beam emerging from the tube of maximum intensity, the anode end in X-ray tubes is cut at a certain angle to the anode axis. When electrons hit an anode mirror, about 96% of their energy turns into heat, for this reason the anode cylinder is cooled by oil and water. To detain the electrons reflected from the anode and to protect from unused X-rays, the anode is coated by a special copper sheath. This cover consists of one or more windows for the X-rays output. Thin beryllium plates are inserted in those windows that do not absorb X-rays, which are generated in the tube [15].

An x-ray method was developed to determine crystalline materials by X-ray diffraction spectrum. It was first developed in 1938. Independently from each other, this discovery was made by AK Boldyrev and VP Mikheev in the USSR, as well as by JD Hanavalt and H. V. Rinn, PK Frevel in the USA.

In the X-ray phase analysis method, which is based on the phenomenon of X-ray diffraction in a crystal lattice, radiation with wavelengths similar to interatomic distances in the crystal is used. Any node of the crystal lattice scatters the incident X-ray radiation. In this case, a total amplitude of scattering by atoms appears between the waves. To find the conditions for diffraction maximum appearance, crystals can be imagined as a set of parallel and standing at an equal distance from the atomic planes. The orientation of such planes in crystals is given by Miller indices (hkl). The system of parallel planes in the crystal lattice can be carried out in different ways. The systems of such planes will correspond to interplanar distances. Suppose, that one of such systems receiving X-ray at an angle of q . This angle freely passes through a monatomic layer, which is partially reflected at the same angle q . The waves that are reflected by different planes (Fig. 2.16) interfere each other (interact).

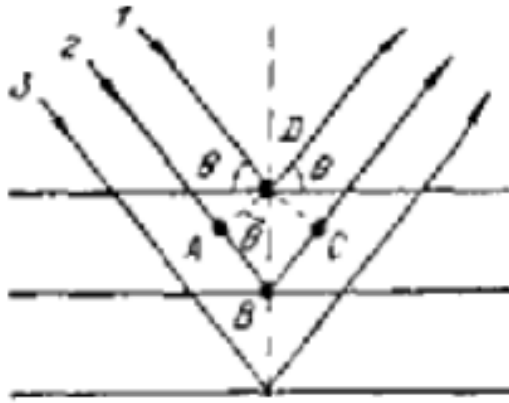


Figure 2.16 – Scheme of X-ray reflection from atomic planes

Amplitudes of such waves and relative phases determine the resultant interference of coherent waves. If the attenuation of the X-ray radiation is neglected at the moment of its penetration deep into the crystal, the amplitudes of the waves reflected by the planes of the same series are assumed to be the same. The relative phases of the waves depend on the angle of incidence-reflection q and on the interplanar distance d_{hkl} . The path difference between rays 1 and 2 will be $\Delta = AB + BC = 2d \sin q$, and their relative phase $j = \Delta/\lambda$ is periodic with period λ .

In the typical case, the neighboring planes reflect in different phases. For rays 1,3 the path difference is doubled, for 1,4 - tripled and so on. It is possible to choose a plane k , for which $\Delta = \lambda/2$, but only in the case of a set of reflecting planes. I.e. it reflects in the opposite phase relatively to the first plane: rays 1 and k extinguish each other. In the same way rays 2, 3 are faded away. This means that the intensity of the resultant wave is zero. And when the path difference is an integer number of wavelengths $\Delta = n\lambda$, then the reflected rays will amplify each other to the maximum. When the value of Δ is revealed, we obtain the Wolf-Bragg equation: $n\lambda = 2d_{(hkl)} \sin q$.

This equation shows that planes from atoms reflect X-rays differently, from how a mirror reflects visible light.

It is assumed that X-rays:

1. are reflected from the atoms by planes, but in reality they are scattered by each crystal electron independently;
2. they are not refracted during the transition from the crystal to air and vice versa;
3. as they penetrate deep into the crystal, they do not attenuate.

In addition, it is considered that:

1. the bond with the nucleus is weak, the electrons of the atom scatter as free electrons;
2. dispersion occurs on a stationary electron, i.e. the incident radiation oscillations period is much shorter than the period of the electron's motion along the orbit.

For each substance at a given wavelength, the set of reflection intensities I_{hkl} and the corresponding interplanar distances d_{hkl} turns out to be characteristic, which makes it possible to identify the phases in the sample (qualitative analysis). In the early 40s of the last century the first card file of powder diffraction patterns was created, in which it was possible to search for matter by the 3 most intense reflections and corresponding interplanar distances, by chemical formula, or by card number.

Phase, X-ray phase qualitative and quantitative analysis is the identification of various crystalline phases and determination of their relative concentrations in mixtures. This analysis is based on the diffraction pattern of the examined samples, the precise determination of the unit cell parameters of a known substance in order to detect isomorphic impurities, the identification of radiographs, the determination of parameters, and the possibilities of a spatial group for new compounds [16, 17].

X-ray phase analysis includes the following principles:

1. Powder diffraction pattern is considered an individual characteristic of a crystalline substance;

2. Each crystalline phase gives always the same diffraction spectrum, which is characterized by a set of interplanar distances d and corresponding intensities of lines I , which are inherent only in this crystalline phase;
3. X-ray diffraction spectrum of a individual phases mixture is a superposition of their diffraction spectra;

It is possible to quantify the ratio of crystalline phases that are present in the examined sample by diffraction spectrum of the mixture.

2.5 Thermo-analyzer

2.5.1 Installation diagram

To conduct the test using differential thermal analysis and thermogravimetry, thermal analyzers of any configuration that provide test conditions for a given program can be used to determine and graphically record the temperature differences between a sample of materials and inert substances, and measure the mass of the sample.

In Figure 2.8 a schematic diagram of the thermal analyzer is presented. The thermal analyzer is a heated unit in which two identical crucibles are installed. Two crucibles are mounted on holding cells, an inert substance is placed in one of the crucibles, and sample of material is placed in the second. The material of crucible should not affect test results.

It is necessary for thermo-analyzer to provide a sample mass measurement with an allowable error of not more than 0.0002 grams. It is necessary to ensure a constant heating rate of the sample (from 2 to 20 °C / min), while the allowable error should not exceed 0.2 °C / min, and measure the temperature of the inert substance and sample with an allowable error of not more than 0.5 °C.

The thermal analyzer should have a recording device for continuous recording of thermoanalytical curves (TC), or a device for outputting the results of tests to computer.

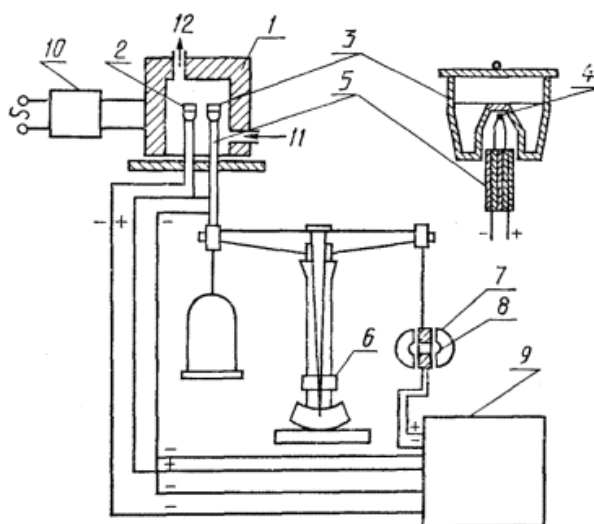


Figure 2.8 – Schematic diagram of the thermal analyzer:

1 - a thermocamera; 2 - a crucible with an inert substance; 3 - crucible with a sample; 4 - thermocouple; 5 - ceramic tube; 6 - scales; 7 - coil; 8 - magnet; 9 - recording unit with recording device; 10 - power supply and heating control unit; 11 - gas inlet (evacuation); 12 - withdrawal of gaseous products

If necessary, the thermal analyzer shall ensure that tests are carried out at subzero temperatures in a given composition or vacuum environment and to select the gaseous products that were released during the tests, for their analysis [9].

2.5.2 Physical principle

The principle of the thermal analyzer is simultaneous controlled heating of two cups. In one of the cups examined a sample is placed, and in the second an exemplary sample. At a certain temperature, which is called the phase transition temperature, absorption or release of heat by the sample takes place. This heat is called the heat of the phase transition, which is detected by a heat flow sensor, which measures the difference in heat flux between the two cups. The heat of the phase transition is determined by the integral of this signal. When recalculating the heat of a phase transition per mass unit, one can determine the specific heat of phase transition. The point of heat flow-temperature on a continuously recorded curve of the beginning of

the deviation from monotonicity, which is determined by means of crossing the curve peak low-temperature branch extrapolation to the baseline, is taken as the value of the phase transition temperature.

The thermal analyzer is a measuring complex, which includes the function of a differential-scanning calorimeter and high sensitivity analytical scales. Due to this constructive solution it is possible to simultaneously carry out measurements of the heat and temperature of the phase transitions, and also to register the mass change of the sample that is being investigated. Thermal analyzers are made in a metal case on which a high-temperature lifting furnace is mounted, and inside there are highly sensitive scales in the thermostated housing, as well as the electrical drive of the lifting device and the electronic control circuit. On the measuring arm of scales, a calorimetric assembly is mounted, which is installed on a long rod with a package of screens that prevent heat loss by thermal radiation. In the front part of the thermal analyzer case panel there is a control keyboard, and in the back part there is an input for connecting an external device and blow-off sockets with inert protective gases, and for connecting the coolant with pumping. Thermal analyzers are running under software control, which is installed on a personal computer connected to the electronic control and measurement unit via the USB connector. Calibration of the thermal analyzer is carried out by means of software, i.e. set the parameters of experiments, register them, process and save the results, then print them out [10].

2.5.3 Differential-thermal analysis

A method that investigates physical and chemical transformations, accompanied by emission or absorption of heat, is called differential thermal analysis [11].

The measurement of the temperature differences between the exemplary sample and the sample under study occurs when they are simultaneously and equally heated or cooled, and this is the essence of the differential thermal analysis method.

The exemplary sample is taken by an inert substance that does not undergo phase and structural changes, under the investigated temperature range, and with similar heat capacities and thermal conductivities, to the substance under study. Thus, the temperature difference between the exemplary sample and the sample under study, which occurs when they are simultaneously heated or cooled, is due to exo- and endothermic transformations or reactions in the sample under study.

During temperature changes in the sample, processes that entail a change in the enthalpy, for example, restructuring of crystal structures, dehydration reactions, melting, evaporation, decomposition and dissociation, reduction and oxidation, are possible. These transformations are accompanied by absorption or emission of heat, so the temperature of the exemplary sample and examined sample begins to differ. Because of DTA, even small changes in sample temperature can be recorded, because the recording thermocouples connected to the examined and exemplary samples are connected to each other [12].

Since DTA is a dynamic method there is a number of factors that affect the results of differential-spectral curves.

The factors associated with measuring instruments are the following: furnace atmosphere, furnace dimensions and shape, materials and geometry of the sample holder, heating rate, placement of thermocouples relative to the sample.

The circumstances that reflect the characteristics of the sample: the particle size, the sample mass, the thermal conductivity, the heat capacity, the packing density of the sample particles, the shrinkage of the sample, the degree of crystallinity.

2.5.4 Parameters for assessing the quality of passivation of a powder

Individual physical and chemical properties are determined by four parameters of activity. All the activity parameters are obtained after processing the thermal analysis data. Figure 2.9 shows the type of thermogram obtained after DTA.

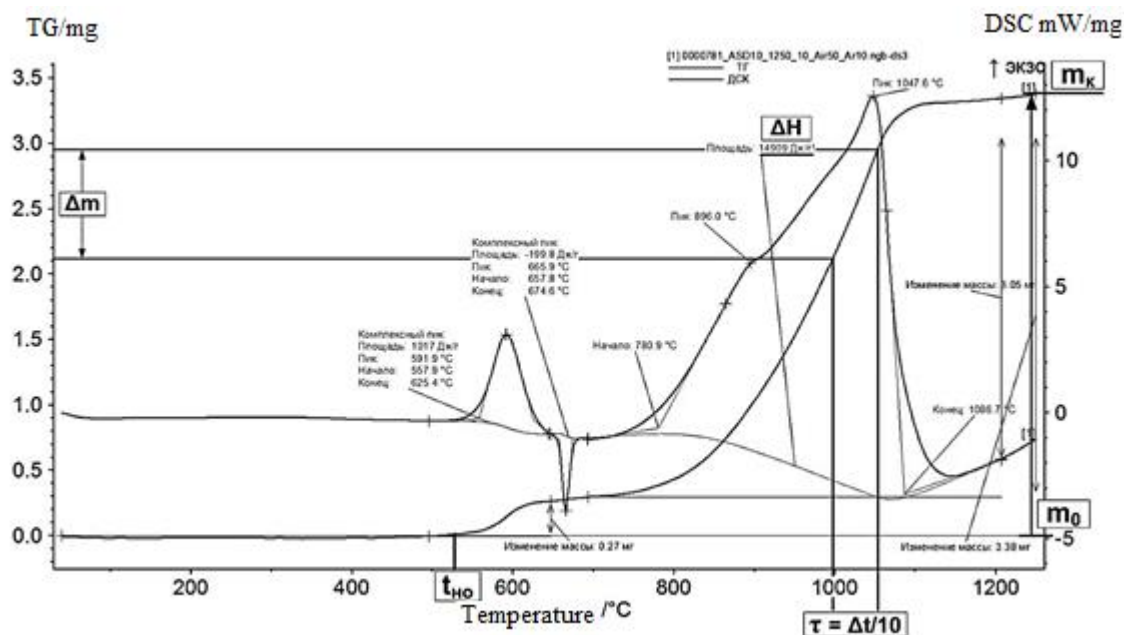


Figure 2.9 – The thermogram of aluminum micropowder ASD-10 (4.3 mg weight, heating rate $10^\circ / \text{min}$, atmosphere-air)

1. Temperature of the oxidation beginning when heated in air ($t_{\text{но}}$) - temperature at which weight gain begins. Temperature is determined by the dependence of weight on temperature (TG). This parameter reflects the thermal stability (ignition temperature) of the powder in air and is a numerical characteristic of the powder. The temperature of oxidation beginning is determined from the deviation point of the TG dependence on the baseline.

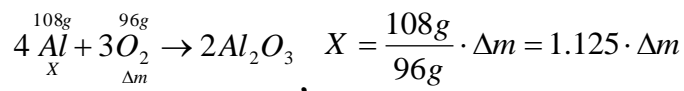
2. The maximum oxidation rate (V_{max}) characterizes the activity of the powder with respect to oxidation. Determined by the dependence of weight on the heating

temperature:
$$\frac{\Delta m}{\Delta t / 10} = V_{\text{max}} \text{ [mg/min]}$$

The local temperature in the powder sample exceeds the temperature of the heater, due to which the rate sharply increases. Velocity dimension: $\Delta m / \Delta \tau$ is determined in the linear section by the dependence of the weight increase (chemical oxygen binding) on the heater temperature. The maximum speed makes it possible to compare samples of powders or fractions of the same powder by the ability to spread and release heat during

oxidation. With an increase in the oxidation rate, the oxidation process passes into combustion, and then detonation is observed, for example, in the oxidation of titanium nanopowder.

3. The degree of powder oxidation (α) is the ratio of the oxidized powder weight to the weight of the initial sample (m_0), measured in fractions of a unit or in percent. Calculated by weight gain due to the chemical binding of oxygen (TG dependence).



$$\text{Aluminum content} = \frac{X}{m_0} \cdot 100\%$$

3. Thermal effect of the oxidation process ΔH is determined automatically (according to the thermal analyzer program) and the degree of thermal hazard, and also reflects the main oxidation parameters and the possibility of oxidation transition into the thermal explosion regime.

Приложение Б Термограммы исходных образцов микропорошков алюминия

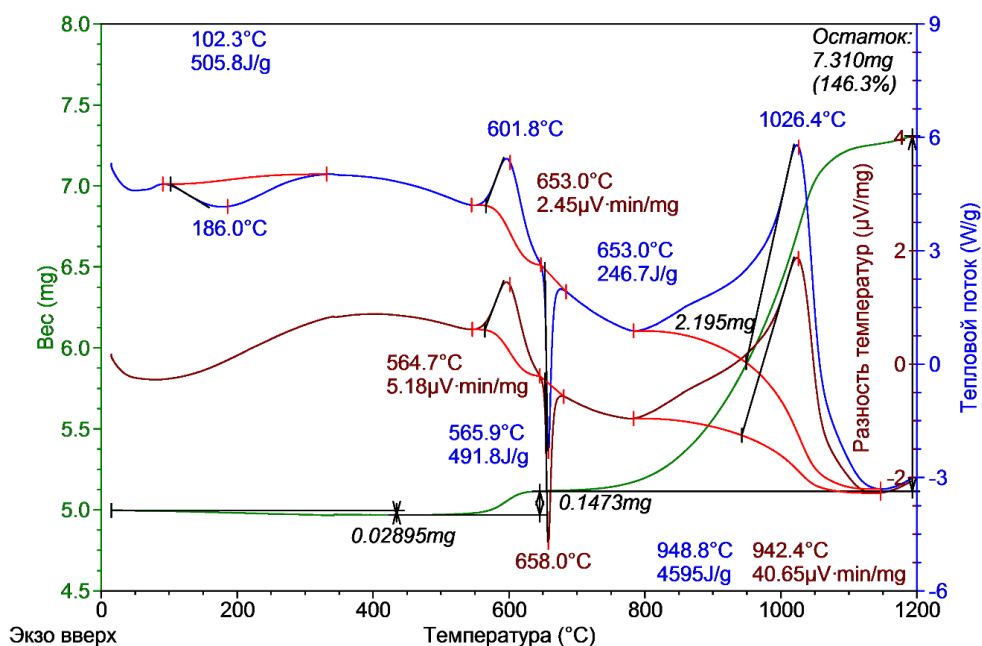


Рисунок 1Б – Термограмма исходного микропорошка алюминия марки А6 (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 4,9970 мг, атмосфера – воздух)

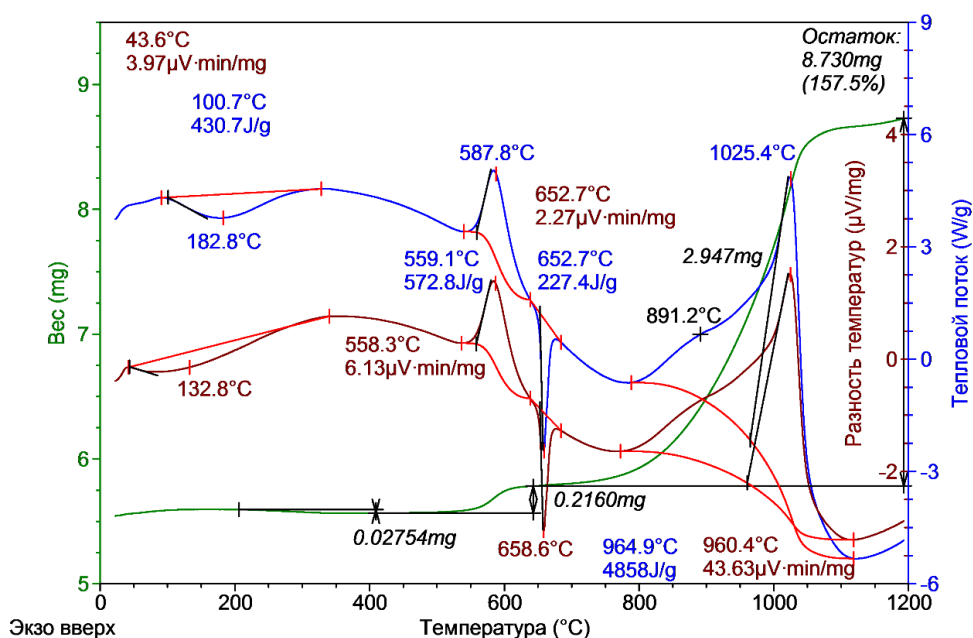


Рисунок 2Б – Термограмма исходного микропорошка алюминия марки А6М (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,55 мг, атмосфера – воздух)

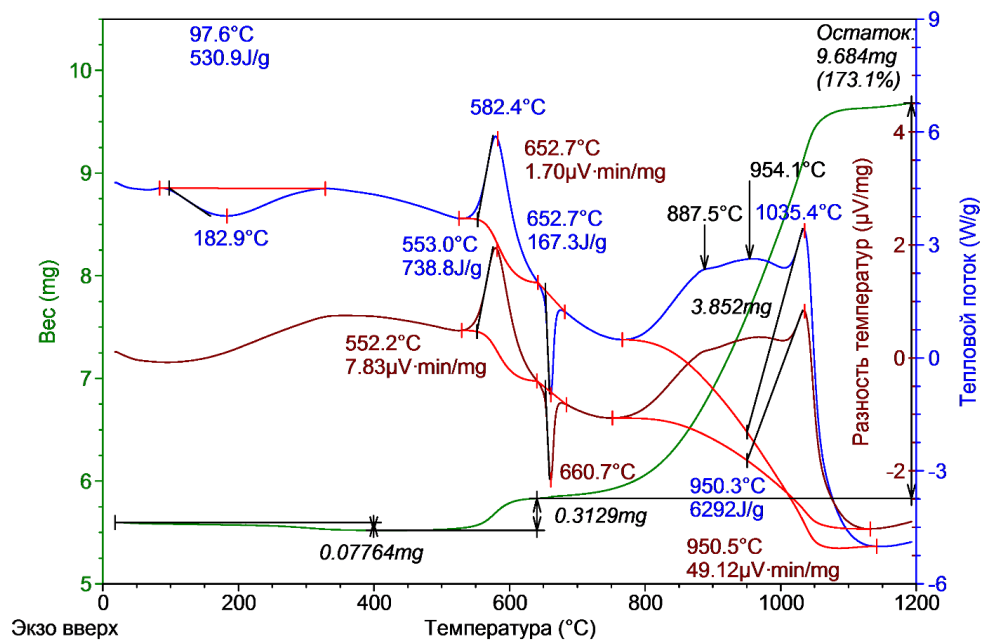


Рисунок 3Б – Термограмма исходного микропорошка алюминия марки А8 (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,5960 мг, атмосфера – воздух)

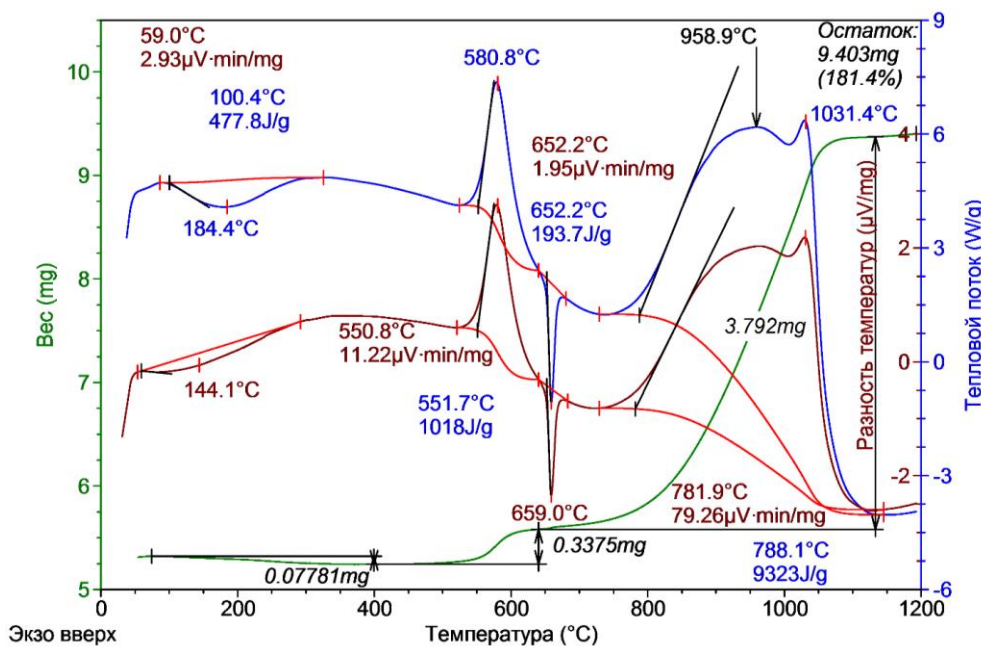


Рисунок 4Б – Термограмма исходного микропорошка алюминия марки А10 (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,25 мг, атмосфера – воздух)

Приложение В Термограммы микропорошков алюминия после бета-облучения

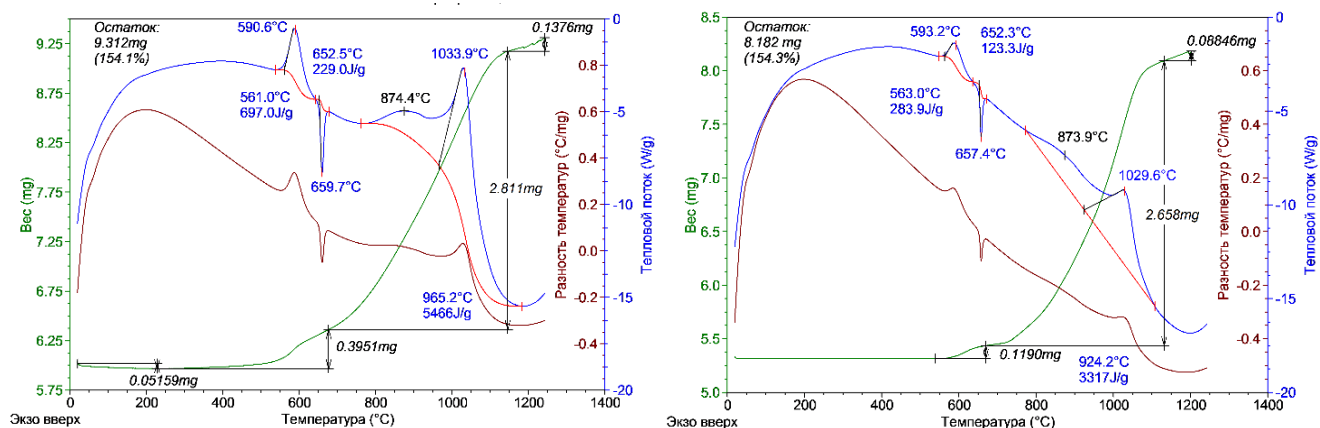


Рисунок 1В – Термограммы микропорошков алюминия марки А6 после β -облучения дозой 1 Мрад (а) и этого же образца после облучения в сканирующем микроскопе (б), (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески (а) – 6,0430 мг, (б) – 5,8125 мг, атмосфера – воздух)

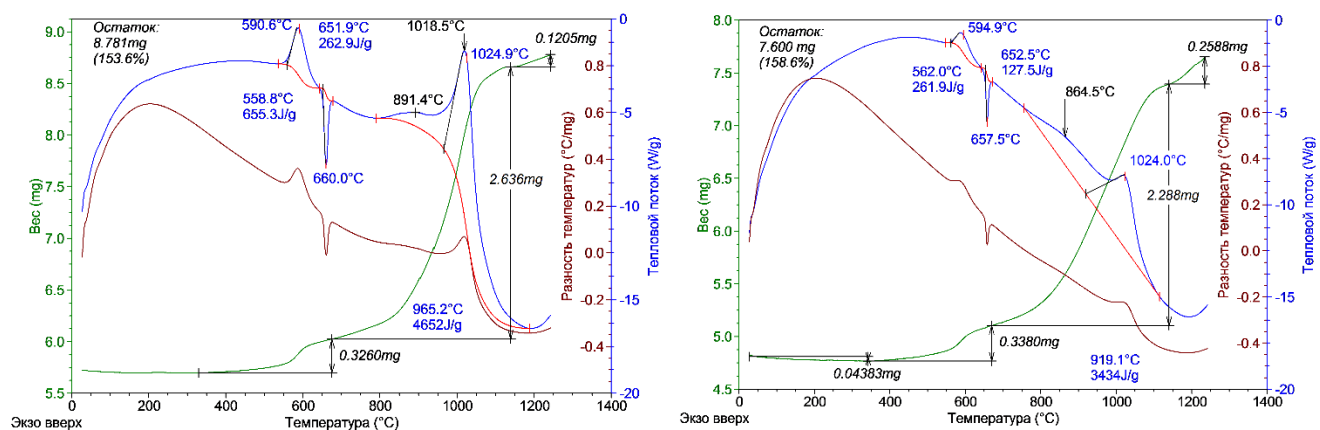


Рисунок 2В – Термограммы микропорошков алюминия марки А6М после β -облучения дозой 1 Мрад (а) и этого же образца после облучения в сканирующем микроскопе (б), (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески (а) – 5,7180 мг, (б) – 4,77 мг, атмосфера – воздух)

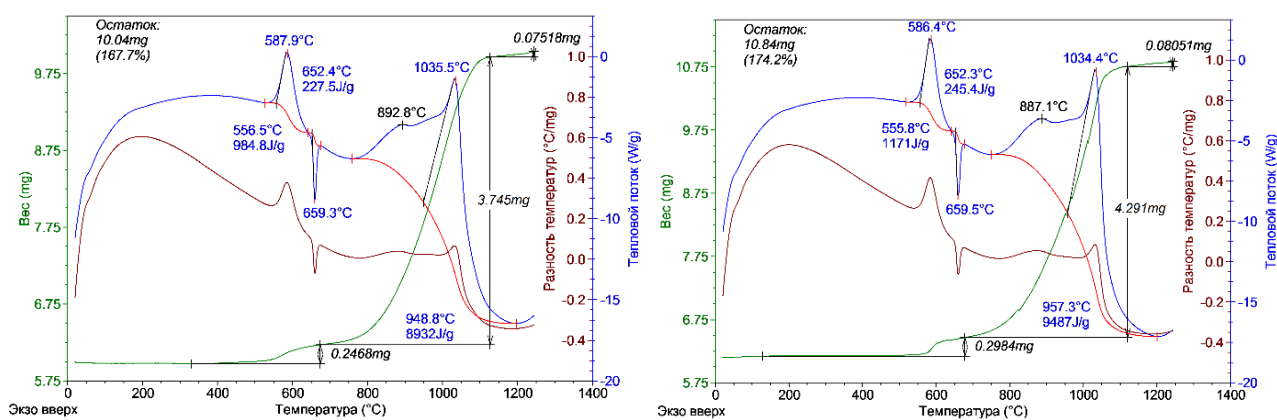


Рисунок 3В – Термограммы микропорошков алюминия марки А8 после β -облучения дозой 1 Мрад (а) и этого же образца после облучения в сканирующем микроскопе (б), (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески (а) – 5,9870 мг, (б) – 6,2210 мг, атмосфера – воздух)

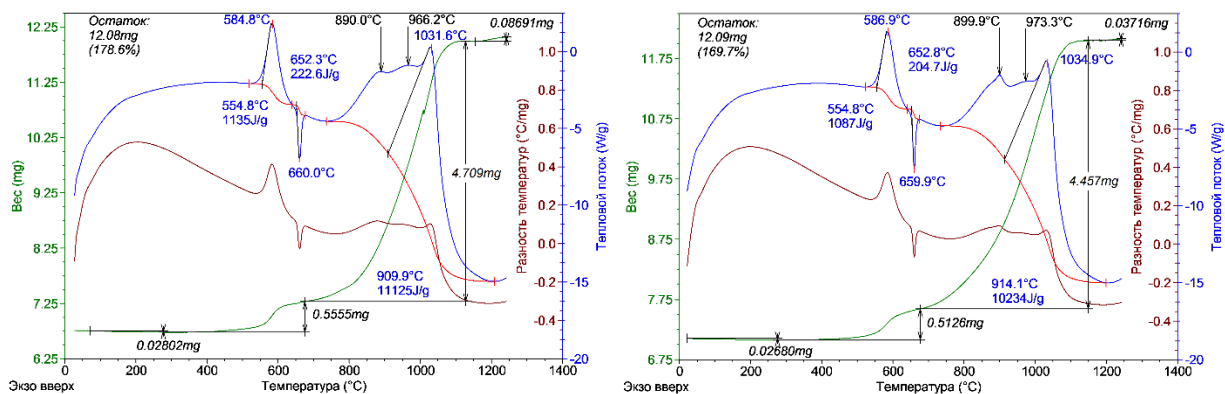


Рисунок 4В – Термограммы микропорошков алюминия марки А10 после β -облучения дозой 1 Мрад (а) и этого же образца после облучения в сканирующем микроскопе (б), (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески (а) – 6,7620 мг, (б) – 7,1210 мг, атмосфера – воздух)

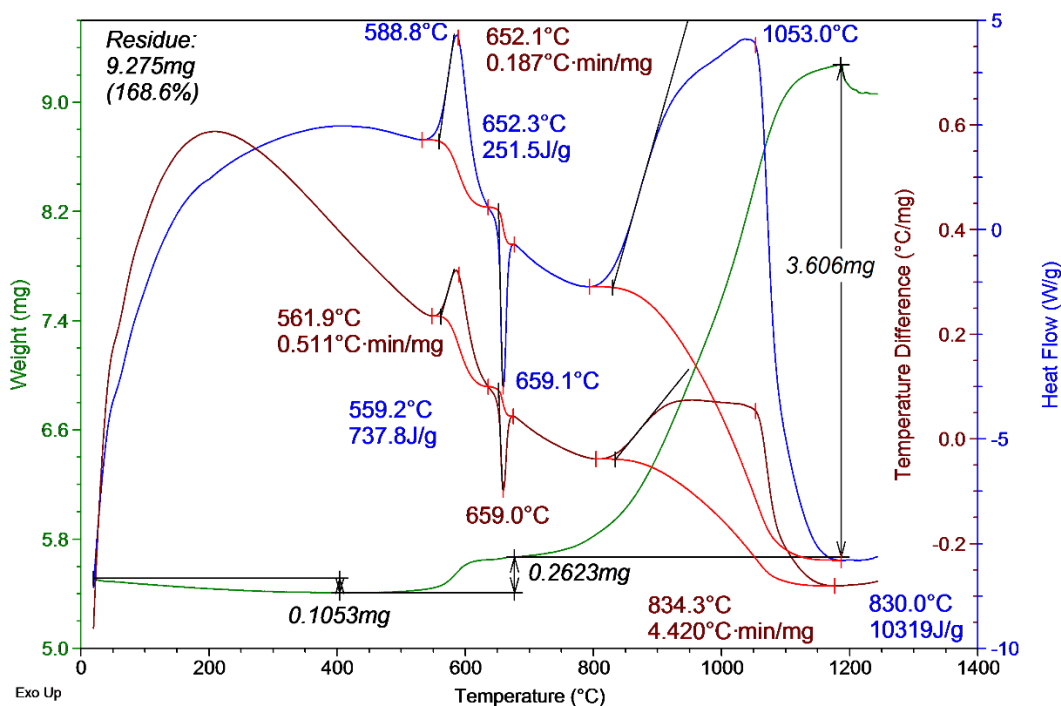


Рисунок 5В – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 после β -облучения дозой 2 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 5,5010 мг, атмосфера – воздух)

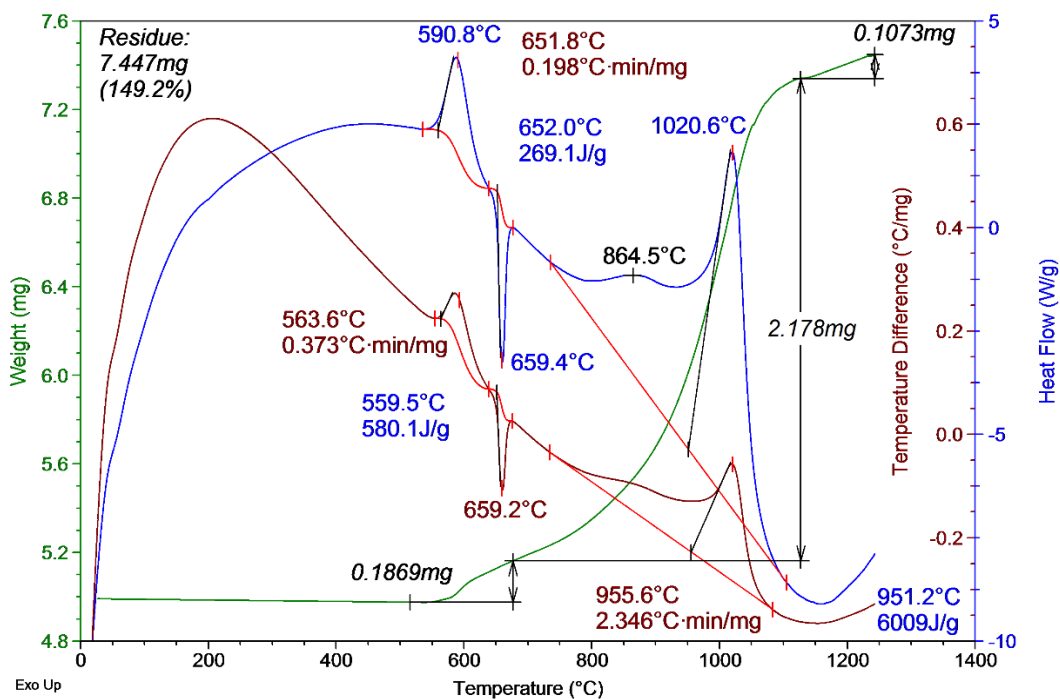


Рисунок 6В – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М после β -облучения дозой 2 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 4,9910 мг, атмосфера – воздух)

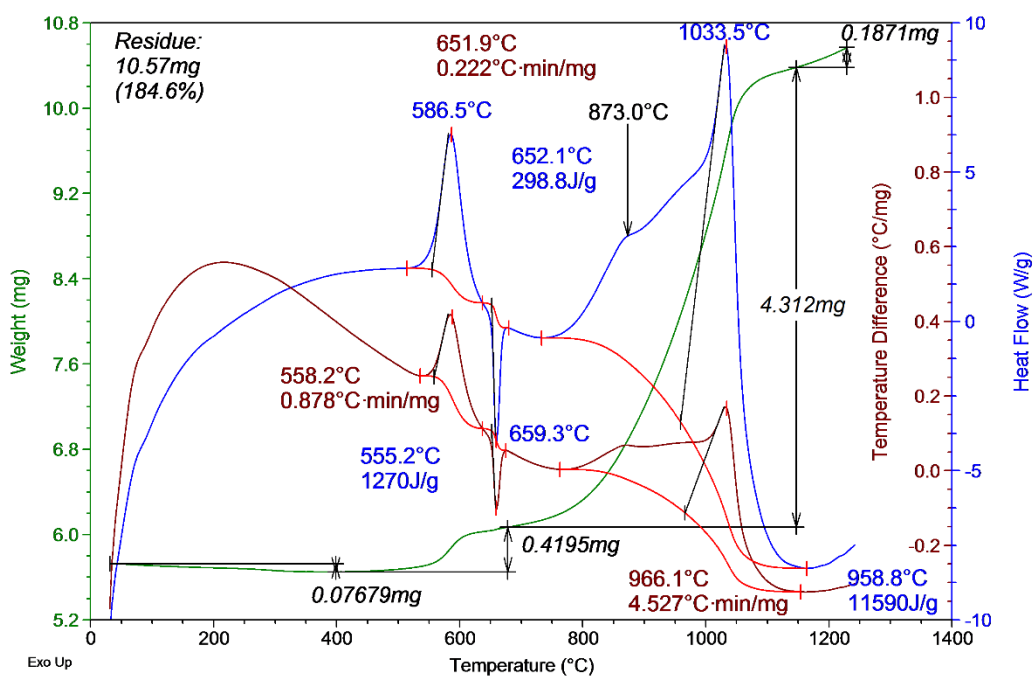


Рисунок 7В – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 после β -облучения дозой 2 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 5,7240 мг, атмосфера – воздух)

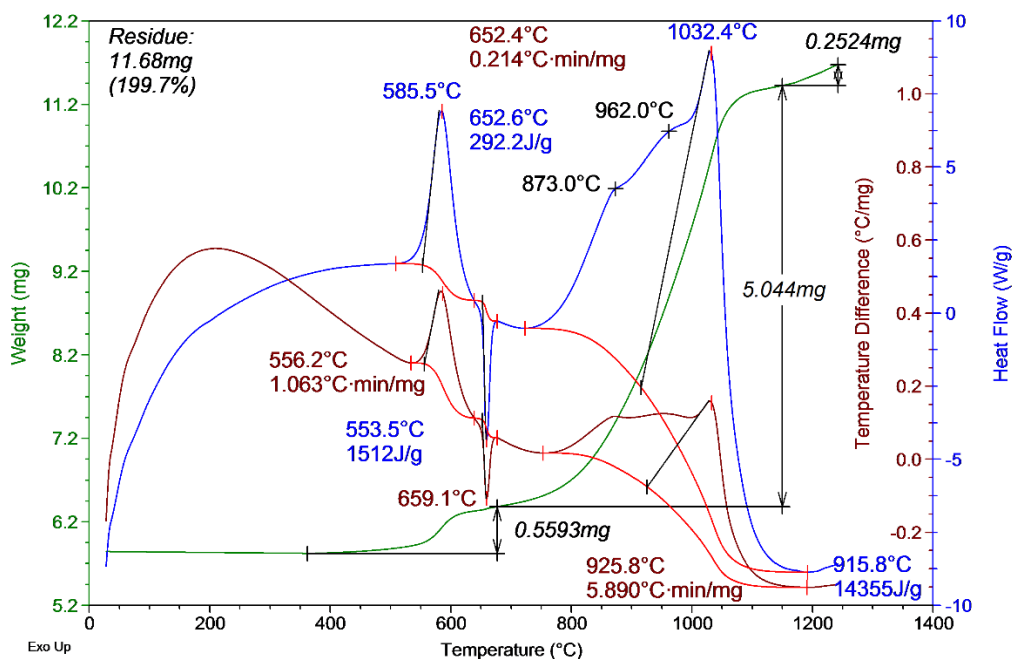


Рисунок 8В – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 после β -облучения дозой 2 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 5,8470 мг, атмосфера – воздух)

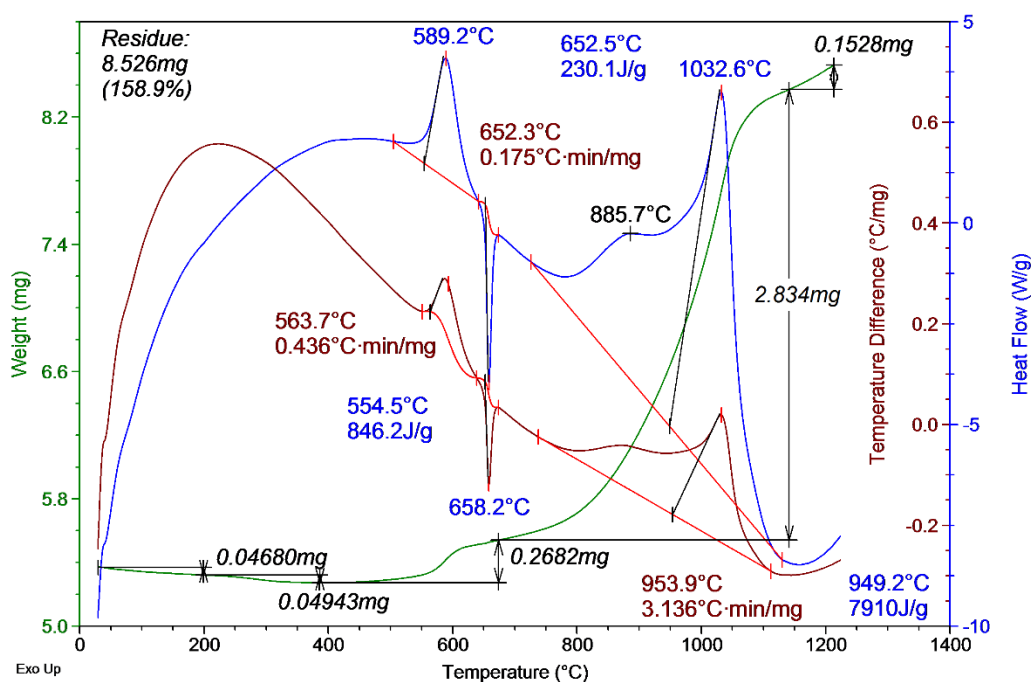


Рисунок 9В – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 после β -облучения дозой 4 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 5,3670 мг, атмосфера – воздух)

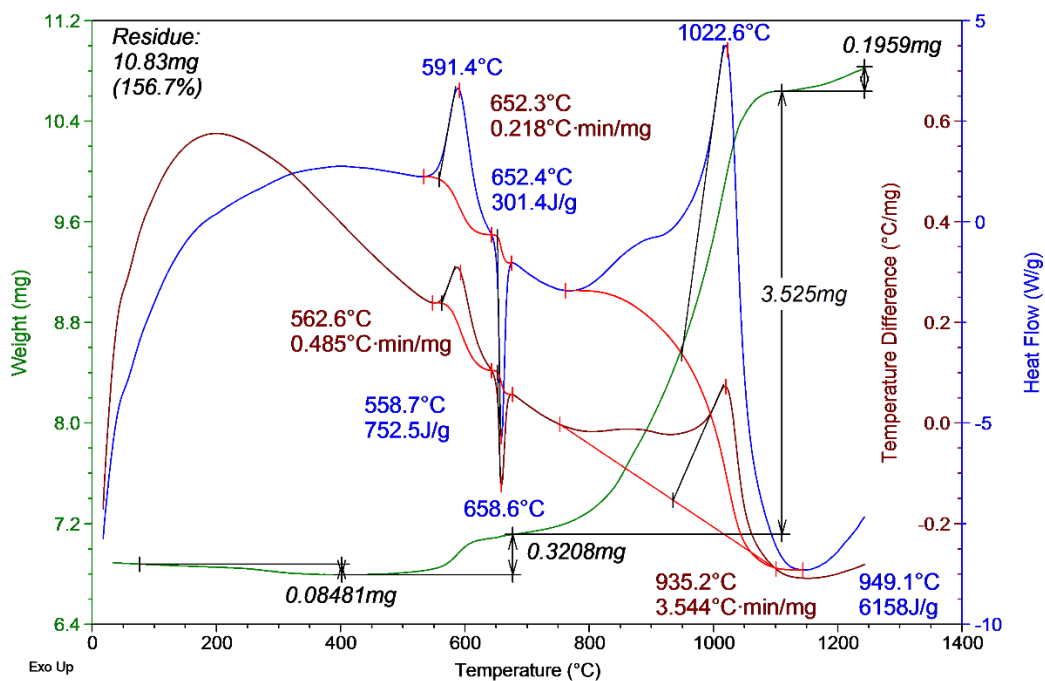


Рисунок 10В – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М после β -облучения дозой 4 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 6,9120 мг, атмосфера – воздух)

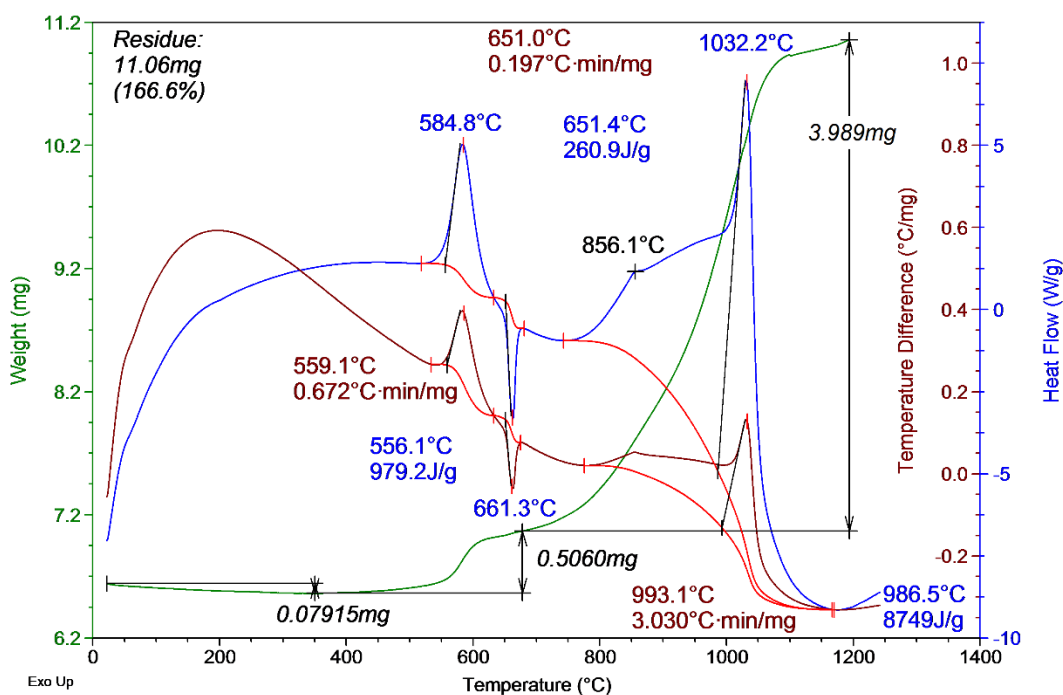


Рисунок 11В – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 после β -облучения дозой 4 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 6,6380 мг, атмосфера – воздух)

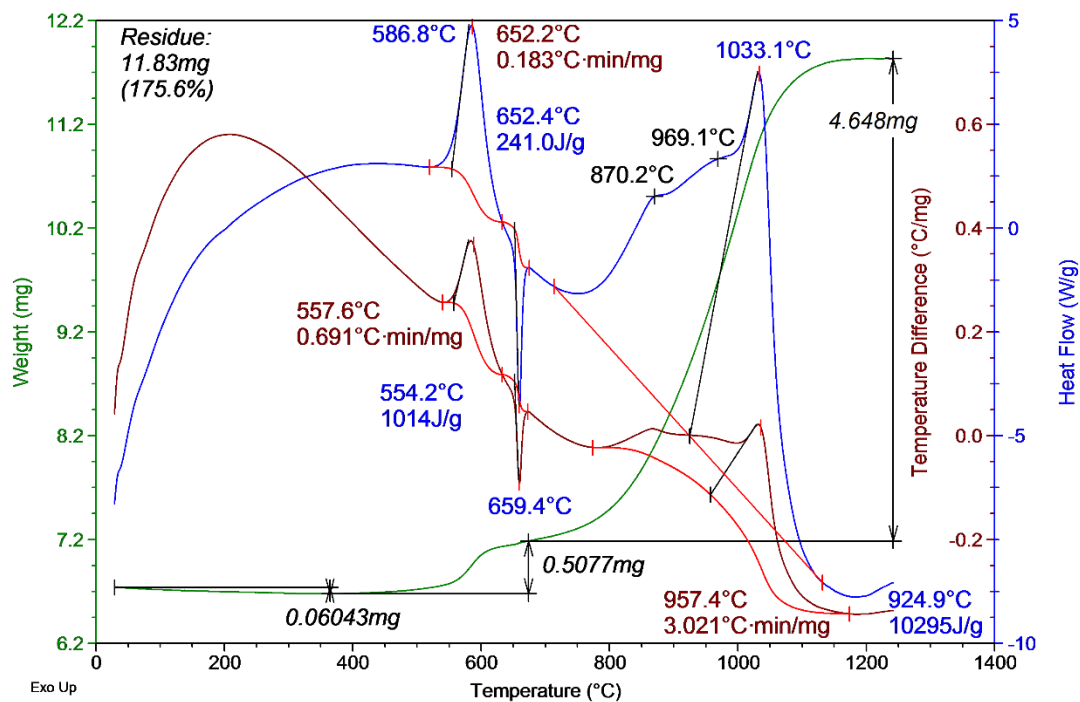


Рисунок 12В – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 после β -облучения дозой 4 Мрад (скорость нагрева $10^\circ/\text{мин}$, масса навески 6,7370 мг, атмосфера – воздух)

Приложение Г Термограммы микропорошков алюминия после гамма-облучения

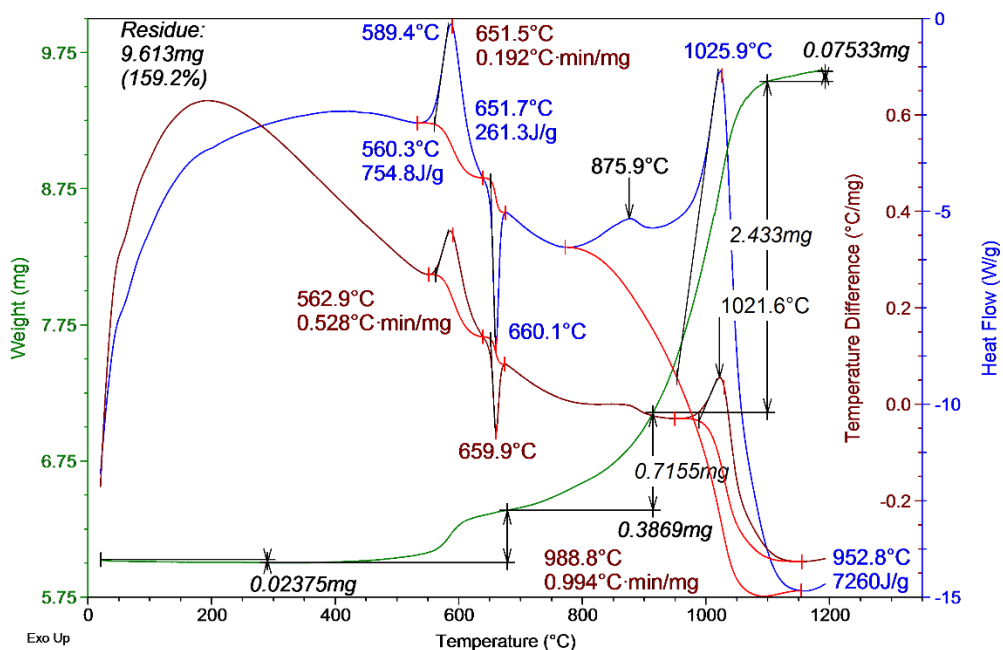


Рисунок 1Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 1 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,0400 мг, атмосфера – воздух)

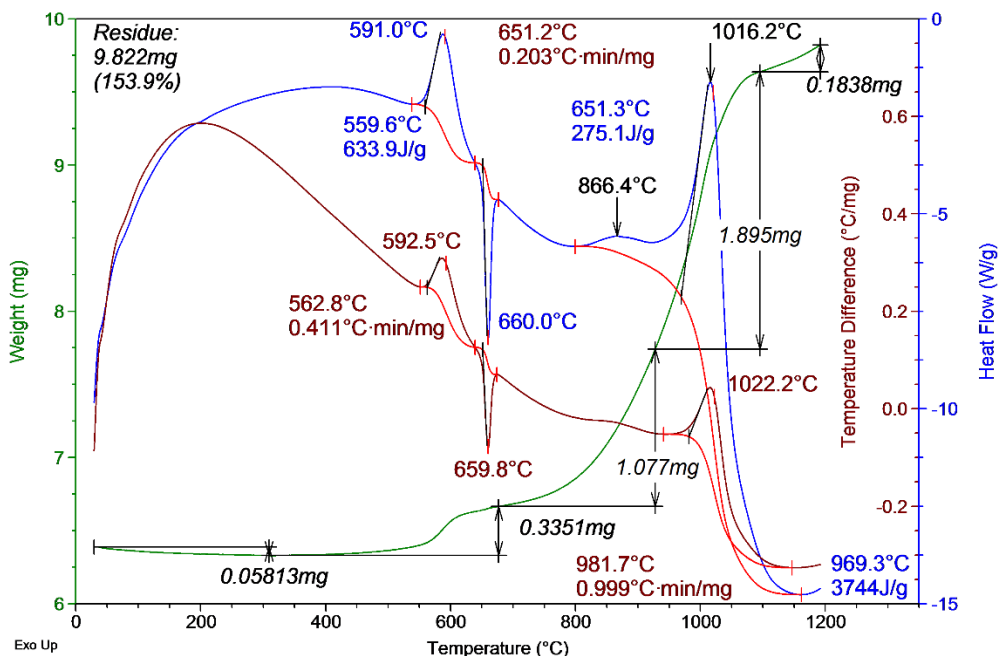


Рисунок 2Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М облученного гамма-излучением. Доза облучения – 1 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,3820 мг, атмосфера – воздух)

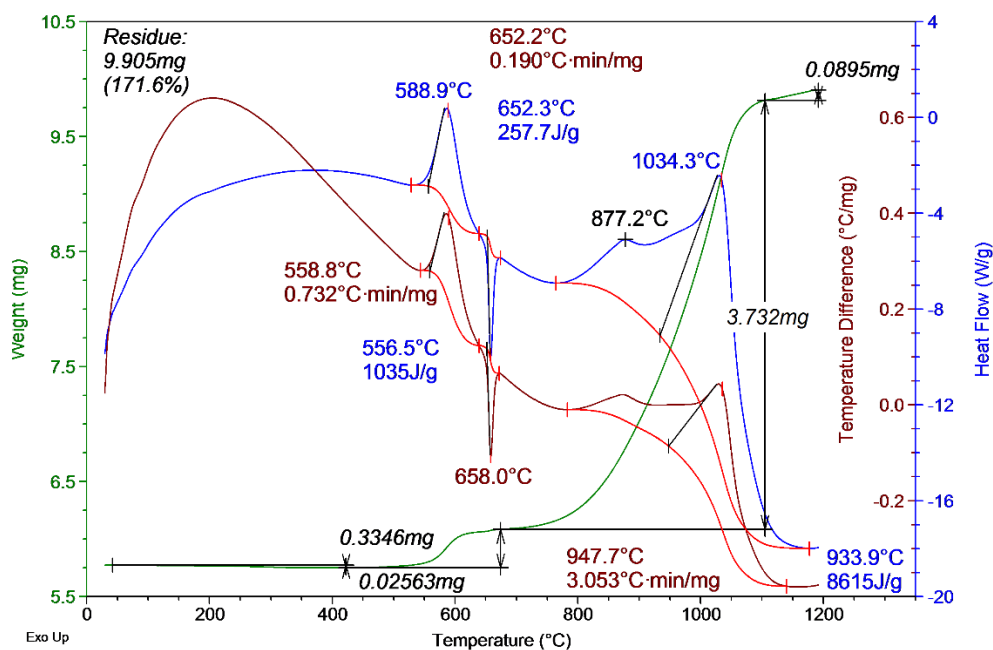


Рисунок 3Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 1 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,7720 мг, атмосфера – воздух)

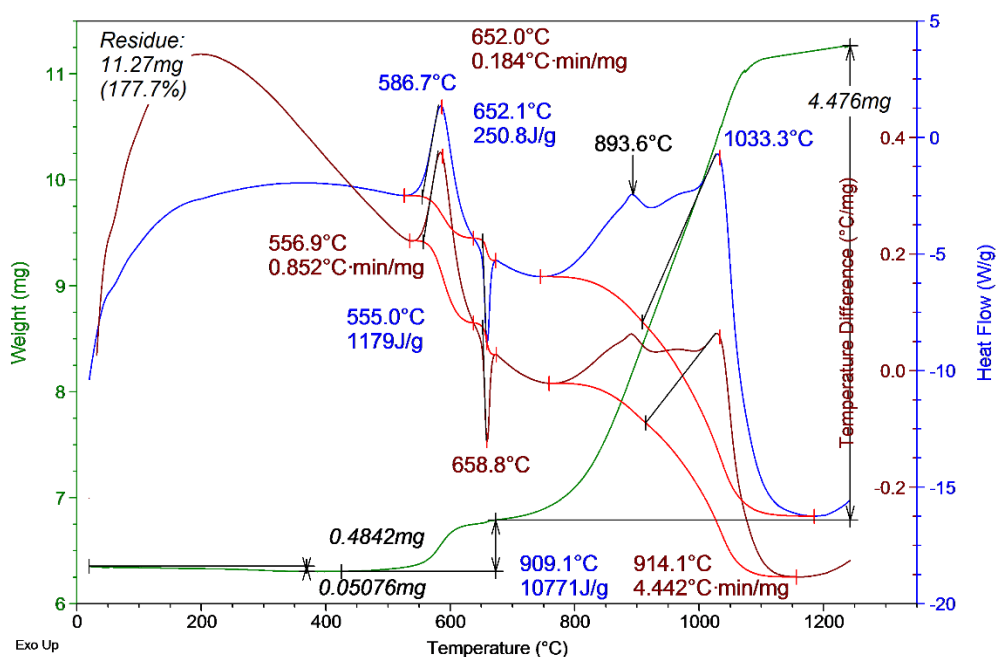


Рисунок 4Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 1 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,3390 мг, атмосфера – воздух)

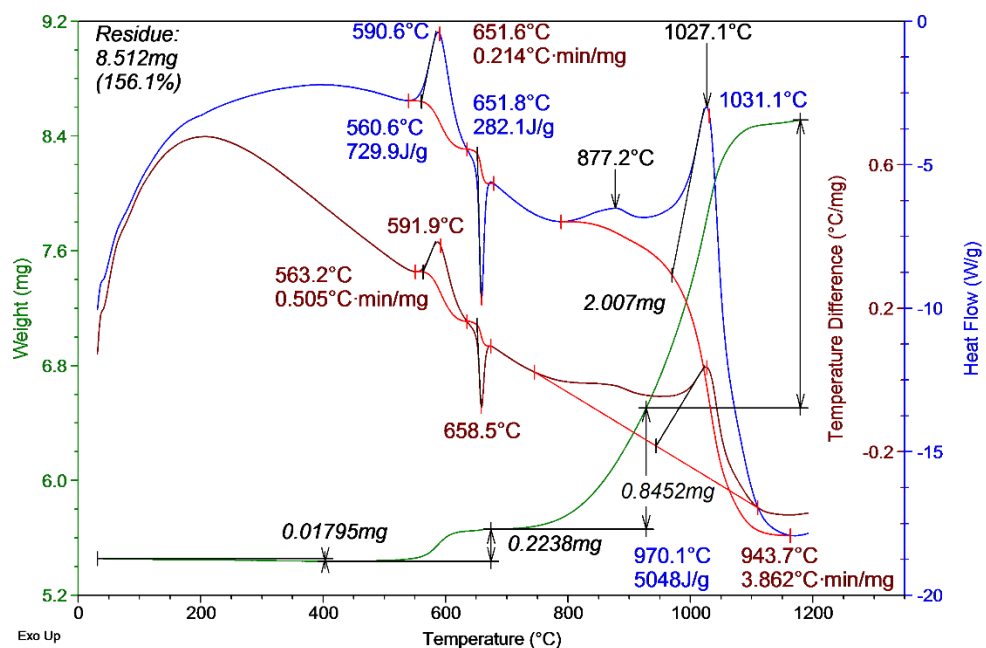


Рисунок 5Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 2 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,4540 мг, атмосфера – воздух)

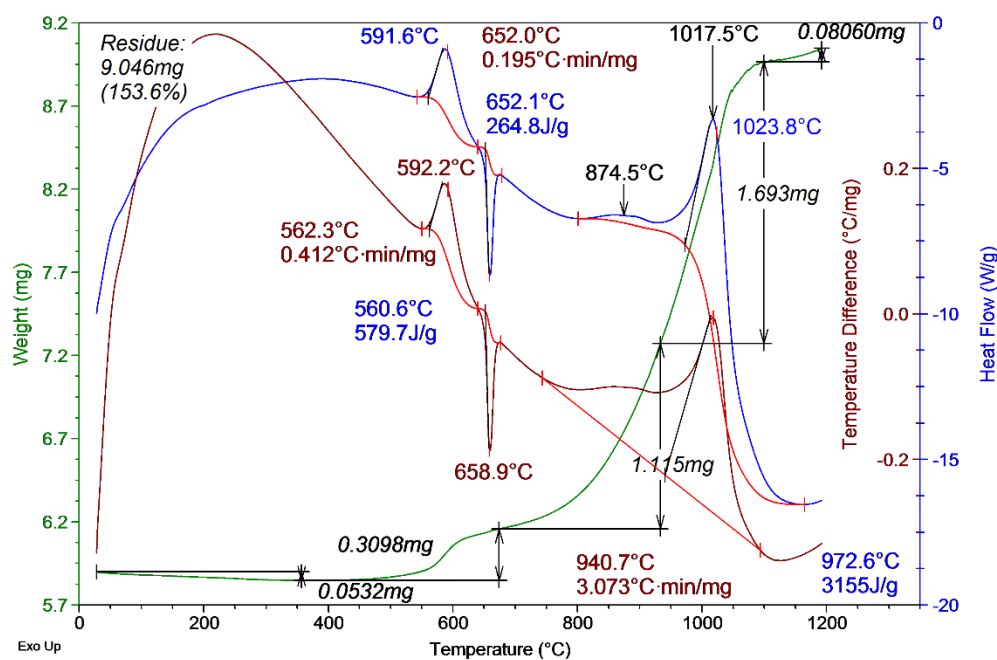


Рисунок 6Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М облученного гамма-излучением. Доза облучения – 2 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,8880 мг, атмосфера – воздух)

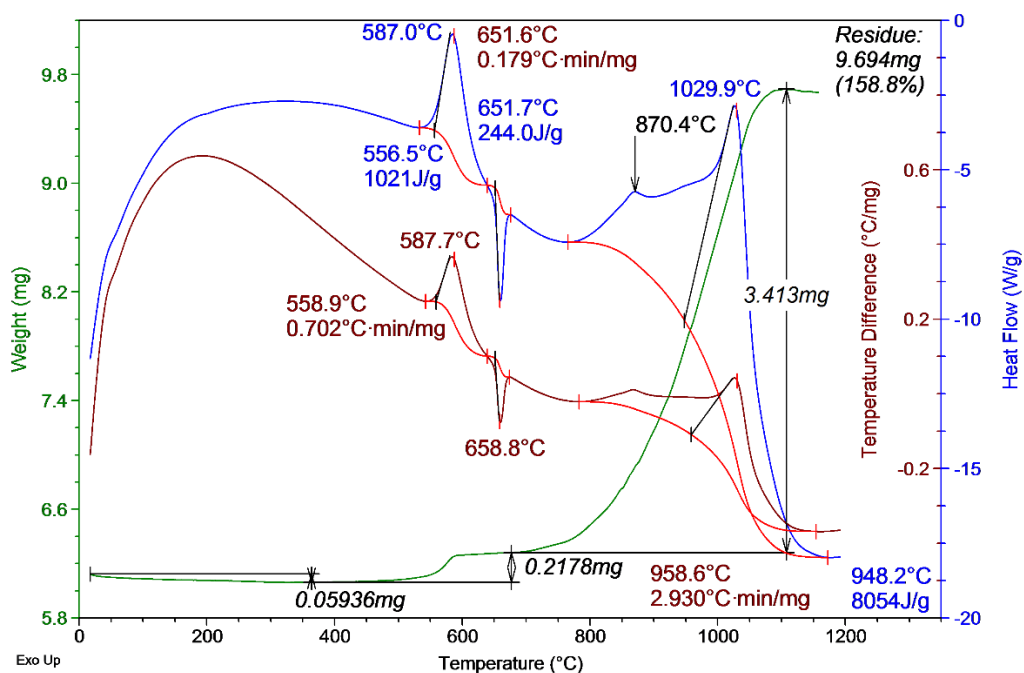


Рисунок 7Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 2 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,1030 мг, атмосфера – воздух)

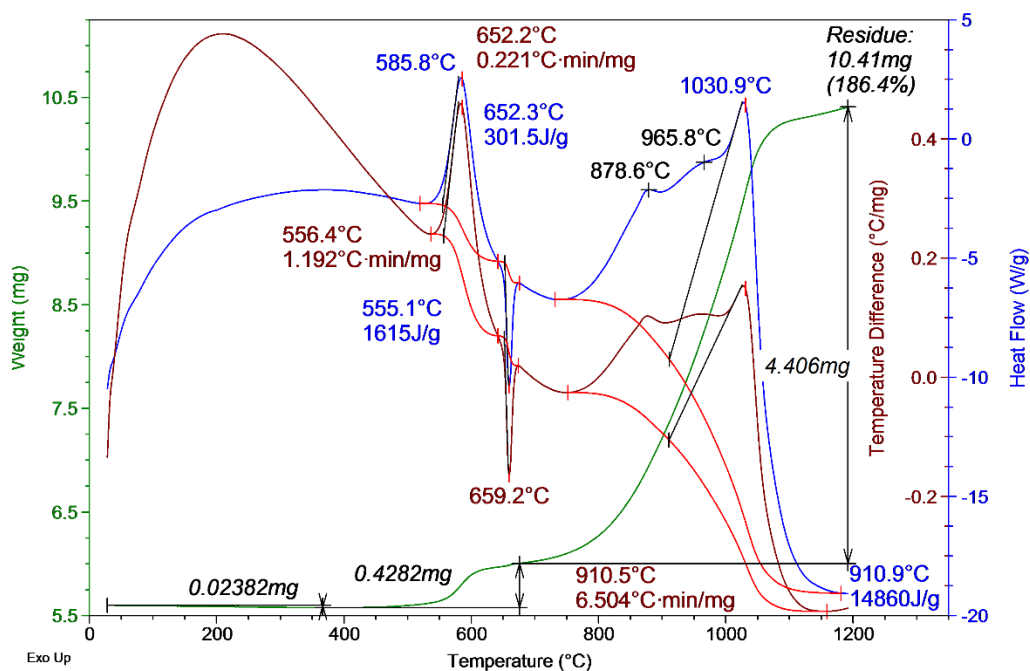


Рисунок 8Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 2 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,5840 мг, атмосфера – воздух)

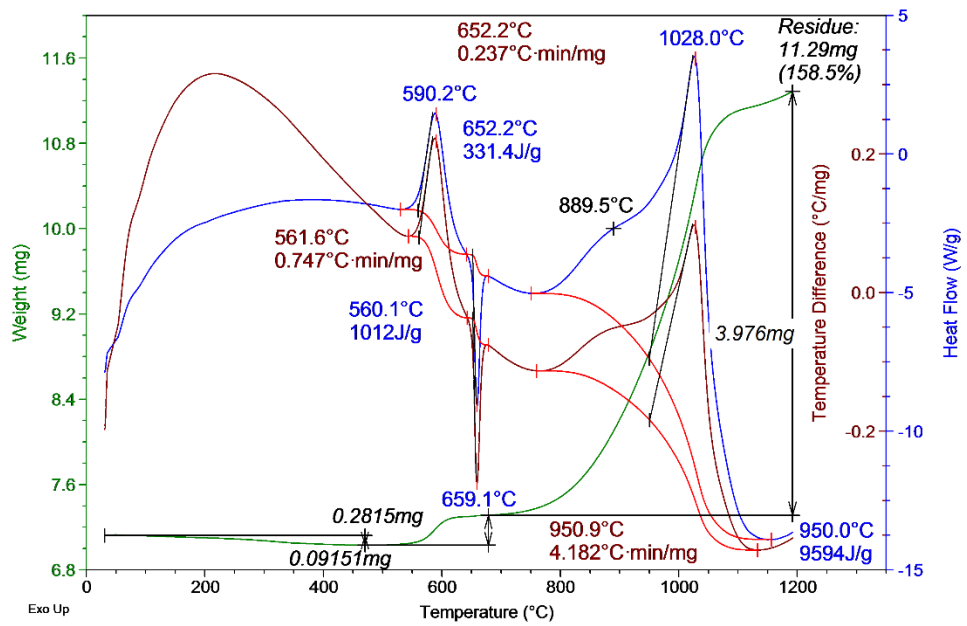


Рисунок 9Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 4 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 7,1210 мг, атмосфера – воздух)

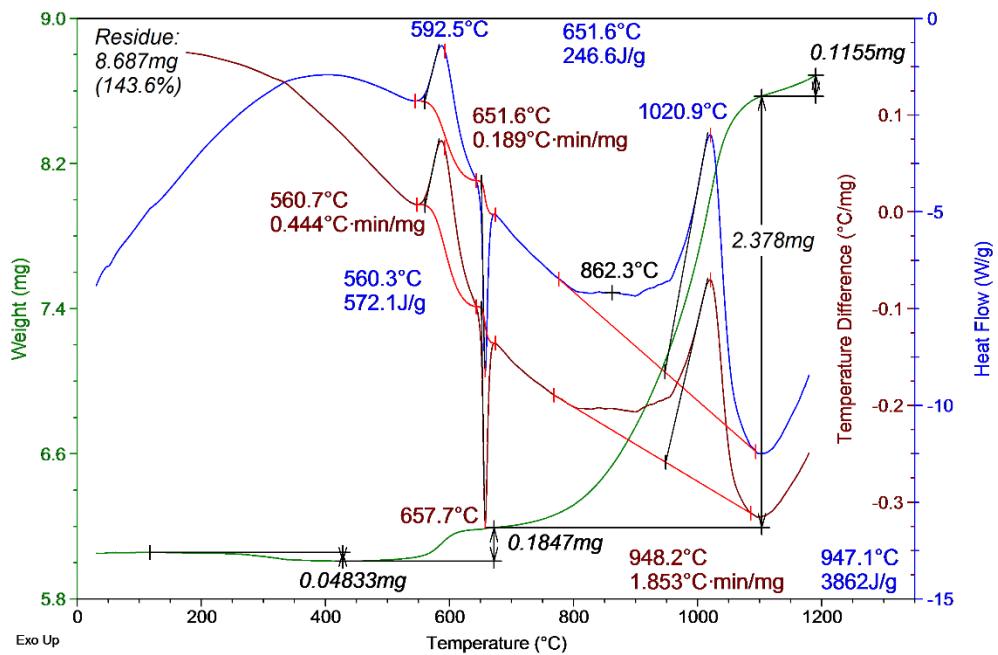


Рисунок 10Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М облученного гамма-излучением. Доза облучения – 4 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,0490 мг, атмосфера – воздух)

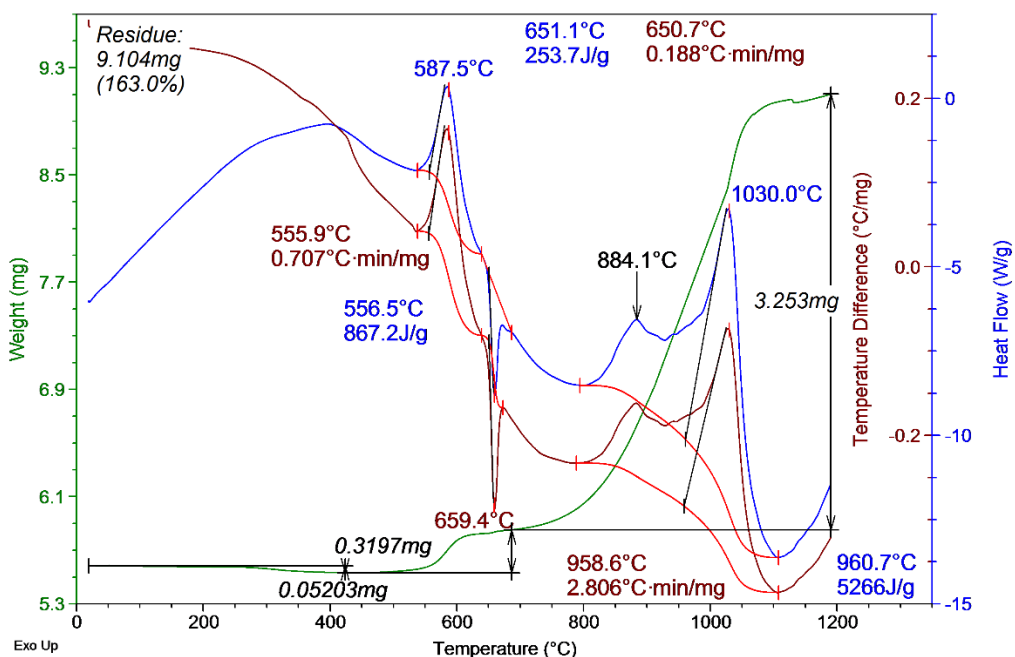


Рисунок 11Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 4 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,5860 мг, атмосфера – воздух)

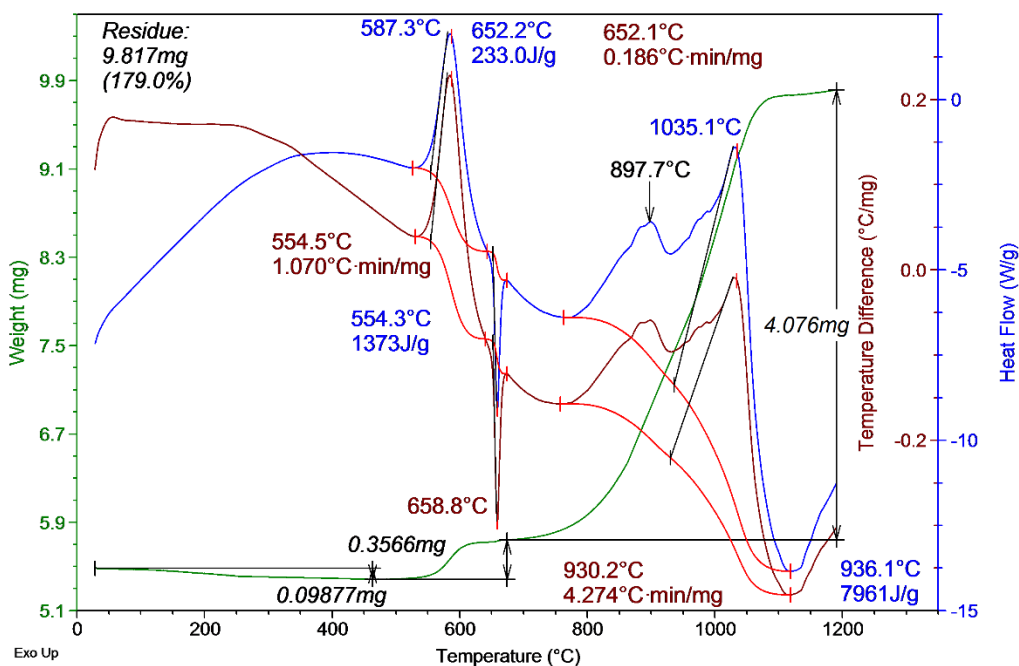


Рисунок 12Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 4 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,4830 мг, атмосфера – воздух)

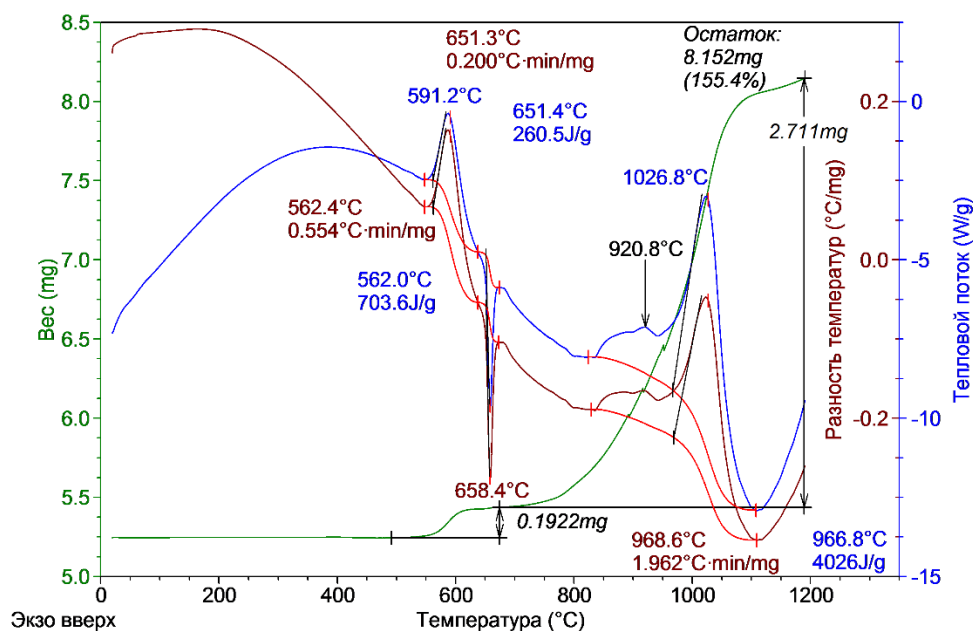


Рисунок 13Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 8 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,2460 мг, атмосфера – воздух)

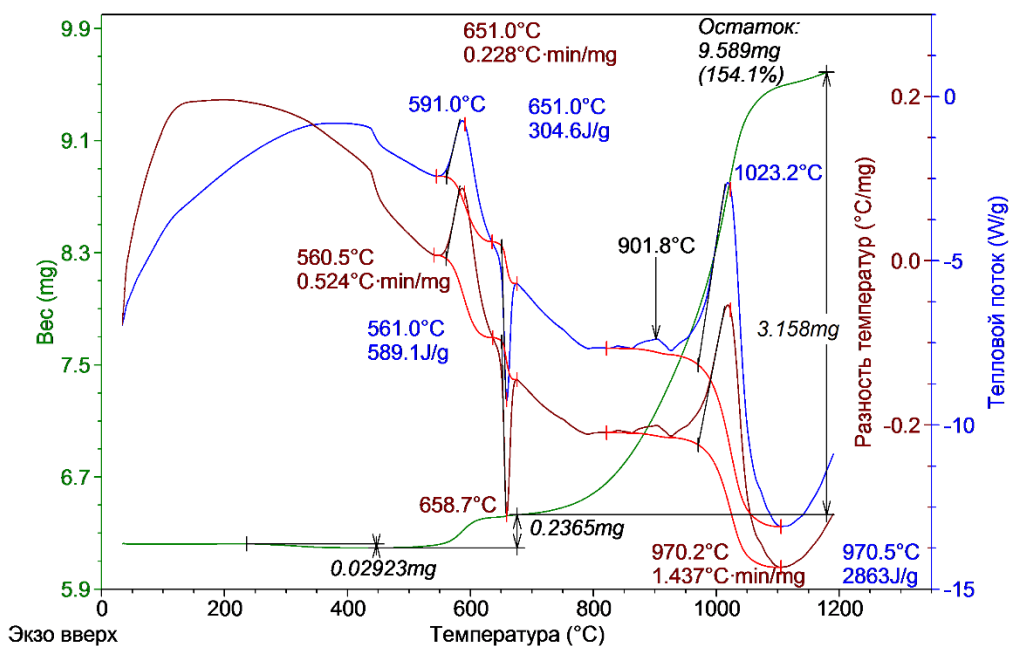


Рисунок 14Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М облученного гамма-излучением. Доза облучения – 8 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,2240 мг, атмосфера – воздух)

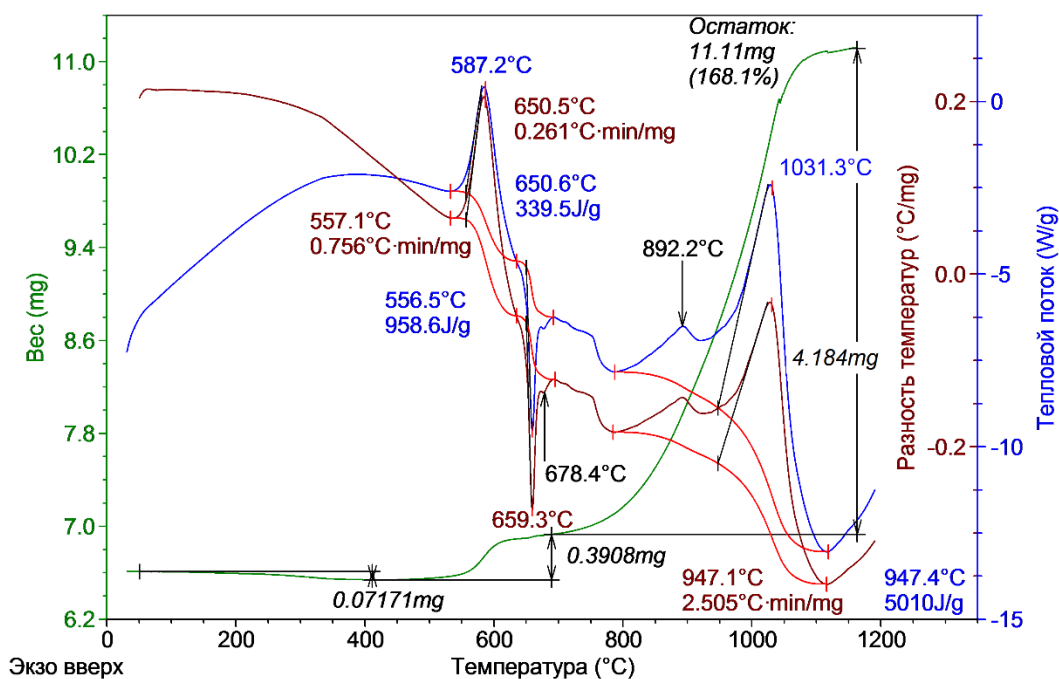


Рисунок 15Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 8 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,6130 мг, атмосфера – воздух)

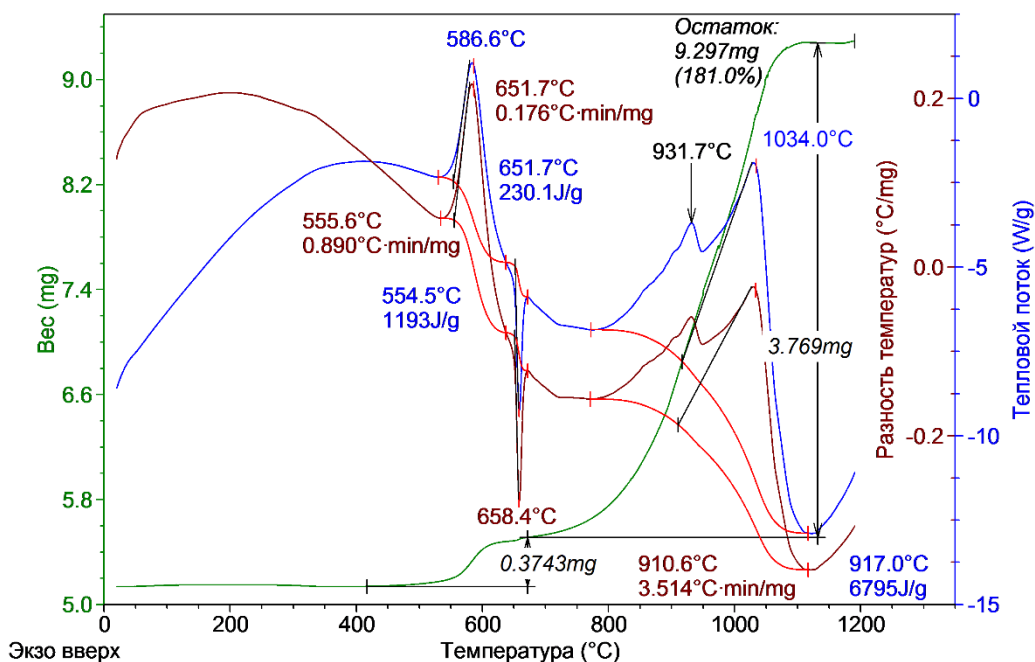


Рисунок 16Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 8 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,1360 мг, атмосфера – воздух)

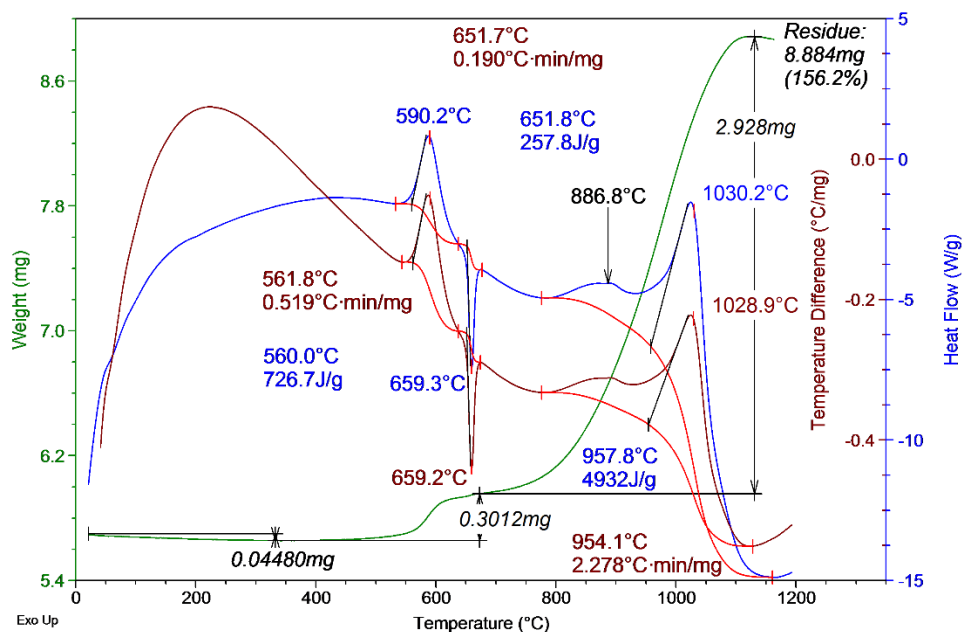


Рисунок 17Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 10 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 5,6890 мг, атмосфера – воздух)

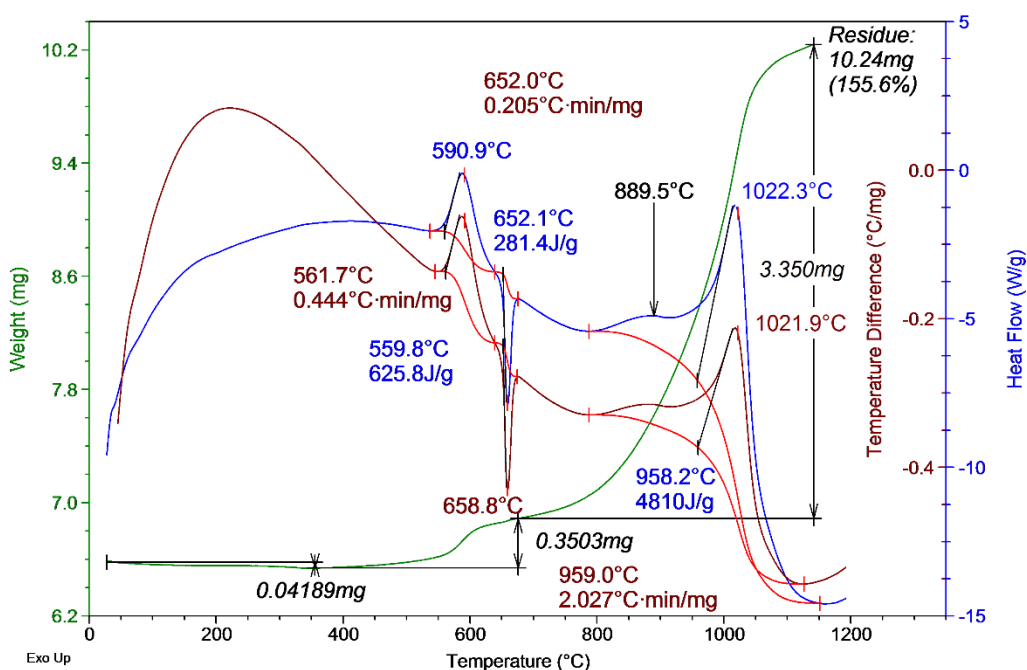


Рисунок 18Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А6М облученного гамма-излучением. Доза облучения – 10 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,5790 мг, атмосфера – воздух)

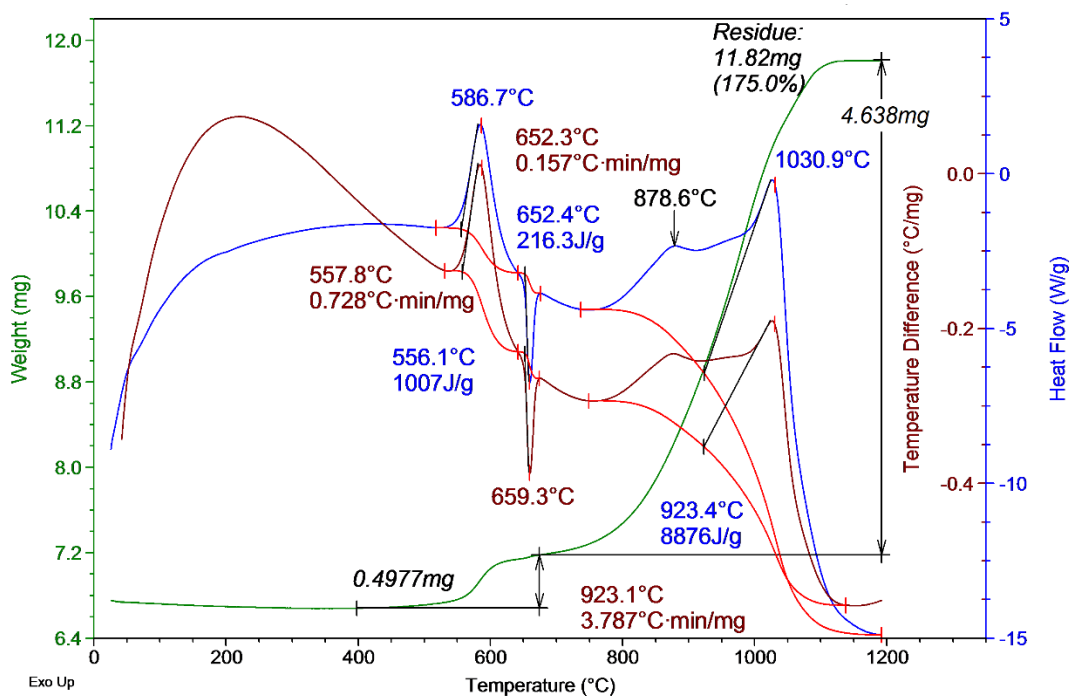


Рисунок 19Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А8 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 10 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,7510 мг, атмосфера – воздух)

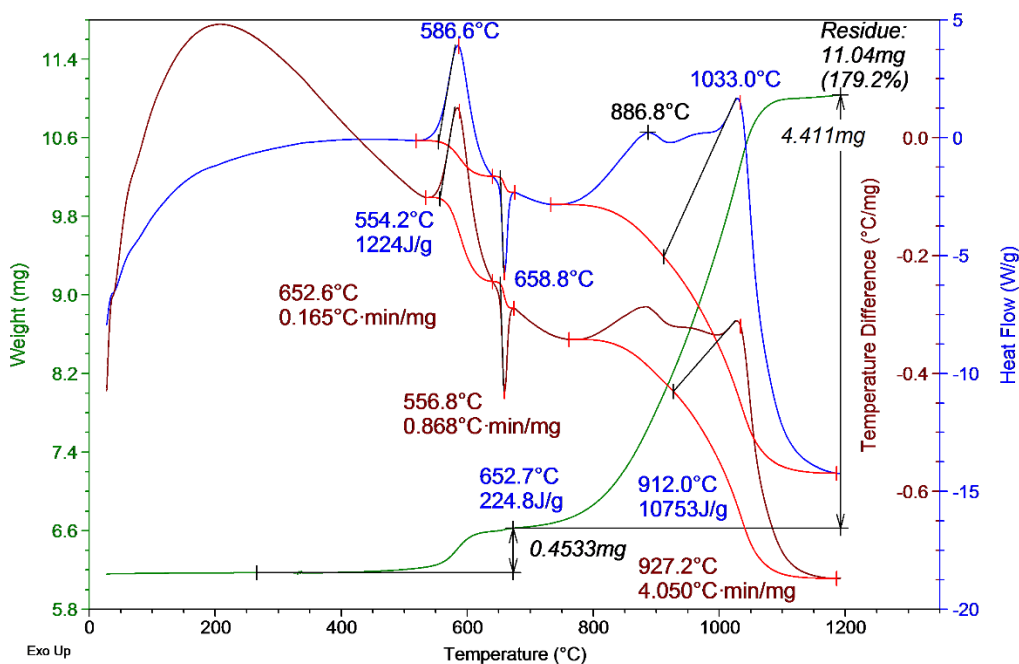


Рисунок 20Г – Термограмма микропорошка алюминия марки А10 облученного гамма-излучением. Доза облучения – 10 Мрад (скорость нагрева 10°/мин, масса навески 6,1570 мг, атмосфера – воздух)