

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа ядерных технологий  
 Направление подготовки 03.04.02 Физика  
 Отделение школы (НОЦ) Экспериментальной физики

### МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
<b>Разработка автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом</b>

УДК 539.2:669.788:004.415.2

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ91	Саквин Иван Сергеевич		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

### КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Киселева Елена Станиславовна	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Антоневич Ольга Алексеевна	к.б.н.		

### ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

## Запланированные результаты освоения ООП

Код	Результат освоения ООП
<b>Общекультурные компетенции</b>	
ОК-1	Способность к абстрактному мышлению, анализу, синтезу
ОК-2	Готовность действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения
ОК-2	Готовность действовать в нестандартных ситуациях, нести социальную и этическую ответственность за принятые решения
ОК-3	Готовность к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала
<b>Общепрофессиональные компетенции</b>	
ОПК-1	Готовность к коммуникации в устной и письменной формах, на русском и иностранном языках для решения задач профессиональной деятельности
ОПК-2	Готовность руководить коллективом в сфере своей профессиональной деятельности, толерантно воспринимая социальные, этнические, конфессиональные и культурные различия
<b>Общепрофессиональные компетенции</b>	
ОПК-3	Способность к активной социальной мобильности, организации научно-исследовательских и инновационных работ
ОПК-4	Способность адаптироваться к изменению научного профиля своей профессиональной деятельности, социокультурных и социальных условий деятельности
ОПК-5	Способность использовать свободное владение профессионально-профилированными знаниями в области компьютерных технологий для решения задач профессиональной деятельности, в том числе находящихся за пределами направленности (профиля) подготовки
ОПК-6	Способность использовать знания современных проблем и новейших достижений физики в научно-исследовательской работе
ОПК-7	Способность демонстрировать знания в области философских вопросов естествознания, истории и методологии физики
<b>Профессиональные компетенции</b>	
ПК-1	Способность самостоятельно ставить конкретные задачи научных исследований в области физики и решать их с

<b>Код</b>	<b>Результат освоения ООП</b>
	помощью современной аппаратуры и информационных технологий с использованием новейшего отечественного и зарубежного опыта
ПК-2	Способность свободно владеть разделами физики, необходимыми для решения научно-инновационных задач, и применять результаты научных исследований в инновационной деятельности
ПК-3	Способность принимать участие в разработке новых методов и методических подходов в научно-инновационных исследованиях и инженерно-технологической деятельности
ПК-6	Способность методически грамотно строить планы лекционных и практических занятий по разделам учебных дисциплин и публично излагать теоретические и практические разделы учебных дисциплин в соответствии с утвержденными учебно-методическими пособиями при реализации программ бакалавриата в области физики
ПК-7	Способность руководить научно-исследовательской деятельностью в области физики обучающихся по программам бакалавриата
<b>Профессиональные компетенции университета</b>	
ДПК(У)-1	Способность планировать и проводить фундаментальные исследования в проектах в области ядерно-физических исследований, взаимодействия излучения с веществом, а также модернизация современных и создание методов изучения механических, электрических, магнитных, тепловых свойств твердых тел
ДПК(У)-2	Способность обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа – Инженерная школа ядерных технологий  
 Направление подготовки (специальность) – 03.04.02 Физика  
 Отделение школы (НОЦ) – Отделение экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:  
 Руководитель ООП

\_\_\_\_\_  
 (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
ОБМ91	Саквину Ивану Сергеевичу

Тема работы:

Разработка автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом
---

Утверждена приказом директора (дата, номер)
---

Приказ № 144-32/с от 24.05.2021
---------------------------------

Срок сдачи студентом выполненной работы:
--

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

**Исходные данные к работе**

*(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.).*

Автоматизированный комплекс для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом, работающий в широком диапазоне температур и давлений.

<p><b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b></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>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Изучение существующих схем устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле;</li> <li>– Выбор функциональной схемы устройства;</li> <li>– Разработка принципиальной схемы устройства, отвечающей конкретным параметрам;</li> <li>– Расчет основных узлов устройства на соответствие заявленным параметрам;</li> <li>– Разработка эскиза проекта;</li> <li>– Изготовление основных узлов устройства;</li> <li>– Сборка макета устройства;</li> <li>– Проверка устройства на соответствие заявленным параметрам;</li> <li>– Калибровка объемов основных узлов газового тракта.;</li> <li>– Социальная ответственность;</li> <li>– Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение;</li> <li>– Заключение.</li> </ul>
--	---

**Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы**  
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Социальная ответственность	<b>Антоневич Ольга Алексеевна, доцент ООД ШБИП</b>
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	<b>Киселева Елена Станиславовна, доцент ОСТН ШБИП</b>
Иностранный язык	<b>Зяблова Наталия Николаевна, доцент ОИЯ ШБИП</b>

**Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:**  
**1. Теоретические основы взаимодействия водорода с твердыми телами**

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

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ91	Саквин Иван Сергеевич		

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

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
ОБМ91	Саквину Ивану Сергеевичу

<b>Школа</b>	<b>ИЯТШ</b>	<b>Отделение школы (НОЦ)</b>	<b>ОЭФ</b>
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика

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

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	1. <i>Стоимость расходных материалов;</i> 2. <i>Норматив заработной платы.</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>Коэффициенты для расчета заработной платы.</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>Отчисления во внебюджетные фонды (30,2%).</i>

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

1. <i>Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ</i>	1. <i>Потенциальные потребители результатов исследования;</i> 2. <i>Анализ конкурентных технических решений;</i> 3. <i>SWOT – анализ.</i>
2. <i>Разработка устава научно-технического проекта</i>	1. <i>Цели и результат проекта.</i> 2. <i>Организационная структура проекта.</i> 3. <i>Ограничения и допущения проекта.</i>
3. <i>Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	1. <i>Структура работ в рамках научного исследования;</i> 2. <i>Определение трудоемкости выполнения работ и разработка графика проведения научного исследования;</i> 3. <i>Расчет бюджета научно - технического исследования (НТИ).</i>
4. <i>Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	1. <i>Определение интегрального финансового показателя разработки;</i> 2. <i>Определение интегрального показателя ресурсоэффективности разработки;</i> 3. <i>Определение интегрального показателя эффективности.</i>

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

1. <i>«Портрет» потребителя результатов НТИ</i>
2. <i>Сегментирование рынка</i>
3. <i>Оценка конкурентоспособности технических решений</i>
4. <i>Матрица SWOT</i>
5. <i>График проведения и бюджет НТИ</i>
6. <i>Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НТИ</i>

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

**Задание выдал консультант:**

<b>Должность</b>	<b>ФИО</b>	<b>Ученая степень, звание</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
Доцент ОСГН ШБИП	Киселева Елена Станиславовна	К.Э.Н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>	<b>Подпись</b>	<b>Дата</b>
ОБМ91	Саквин Иван Сергеевич		

## ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

<b>Группа</b>	<b>ФИО</b>
ОБМ91	Саквин Иван Сергеевич

<b>Школа</b>	Инженерная Школа Ядерных Технологий	<b>Отделение (НОЦ)</b>	Отделение экспериментальной физики
<b>Уровень образования</b>	Магистратура	<b>Направление/специальность</b>	03.04.02 Физика

Тема ВКР:

Разработка автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом	
<b>Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:</b>	
<p>1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения</p>	<p>Разработка газовой схемы автоматизированного комплекса Gas Reaction Automated Machine (GRAM) для исследования взаимодействия водорода с твердыми телами. Автоматизированный комплекс будет применяться в лабораторных исследованиях. Макет разработанной газовой схемы автоматизированного комплекса GRAM находится в лаборатории Н1 3 корпуса ТПУ и представляет систему с подключенным газовым баллоном (аргон, водород), турбомолекулярным вакуумным насосом и компрессором сжатого воздуха.</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<p><b>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства;</li> <li>– организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;</li> <li>– инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением. - инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;</li> <li>– ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования;</li> <li>– ГОСТ 22269-76. Система «Человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования.</li> <li>– ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения.</li> <li>– ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности</li> </ul>

	при работе в аналитических лабораториях (общие положения)
<p><b>2. Производственная безопасность:</b>  2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов  2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия</p>	<p>Опасные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Подвижные части производственного оборудования;</li> <li>– Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека;</li> <li>– Острые кромки, заусенцы и шероховатость инструментов и оборудования;</li> </ul> <p>Вредные факторы:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Недостаточная освещенность рабочей зоны;</li> <li>– Повышенный уровень электромагнитных излучений;</li> <li>– Умственное перенапряжение;</li> <li>– Повышенный уровень шума на рабочем месте;</li> <li>– Перенапряжение зрительного анализатора;</li> <li>– Повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны;</li> <li>– Повышенный уровень шума.</li> </ul>
<p><b>3. Экологическая безопасность:</b></p>	<p>Атмосфера: выброс газа, вредные испарения (ацетон)  Гидросфера: нет воздействия на гидросферу  Литосфера: выброс паров масла с компрессора сжатого воздуха.</p>
<p><b>4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:</b></p>	<p>Возможные ЧС: пожары вследствие короткого замыкания, возгорание/взрыв водородосодержащей смеси, сильные морозы, диверсии.  Наиболее типичная ЧС: взрыв водородосодержащей смеси, пожар вследствие короткого замыкания.</p>

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

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Антоневич Ольга Алексеевна	к.б.н.		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ91	Саквин Иван Сергеевич		

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
 федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего образования  
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа – Инженерная школа ядерных технологий  
 Направление подготовки (специальность) – 03.04.02 Физика  
 Уровень образования – Магистратура  
 Отделение школы (НОЦ) – Отделение экспериментальной физики  
 Период выполнения \_\_\_\_\_ (осенний / весенний семестр 20\_\_ /20\_\_ 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)
01.02.2021	Изучение существующих схем устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле	15
20.02.2021	Разработка принципиальной схемы устройства, отвечающей конкретным параметрам	12
10.03.2021	Расчет основных узлов устройства на соответствие заявленным параметрам	12
30.03.2021	Разработка эскиза проекта	12
10.04.2021	Сборка макета устройства	12
30.04.2021	Калибровка объемов основных узлов газового тракта	12
25.05.2021	Социальная ответственность	10
25.05.2021	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	10
31.05.2021	Заключение	5

**СОСТАВИЛ:**

**Руководитель ВКР**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

**СОГЛАСОВАНО:**

**Руководитель ООП**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер Андрей Маркович	д.т.н., профессор		

## РЕФЕРАТ

Магистерская диссертационная работа 120 с., 30 рисунков, 22 таблиц, 64 источника, 1 приложение.

Ключевые слова: водородная энергетика, твердое тело, сорбция водорода, аппарат Сивертса, волюметрический метод.

Объектом исследования является автоматизированный комплекс для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом.

Целью работы является разработка программно-аппаратного комплекса для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом

В процессе разработки были изучены схемы существующих устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле. На основе существующих устройств была выбрана функциональная схема.

Учитывая широкий ряд решаемых задач в области водородной энергетике была разработана принципиальная схема, отвечающая заявленным параметрам. Затем был произведен расчет основных узлов устройства на соответствие заявленным параметрам и сборка макета устройства.

Завершающим этим является калибровка объемов основных узлов газового тракта. По полученным данным можно судить о высокой точности экспериментального оборудования.

## Содержание

Введение .....	14
1 Теоретические основы взаимодействия водорода с твердыми телами .....	18
1.1 Накопление водорода из газовой фазы .....	18
1.2 Диффузия водорода .....	22
1.3 Термостимулированное газовыделение .....	29
1.4 Принцип работы гравиметрических устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле .....	33
1.5 Принцип работы волюметрических устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле .....	37
2 Основные компоненты комплексов для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом .....	41
2.1 Пример гравиметрического комплекса для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле .....	41
2.2 Примеры волюметрических комплексов для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле .....	44
3 Разработка автоматизированного комплекса Gas Reaction Automated Machine .....	55
3.1 Разработка газового тракта .....	55
3.2 Калибровка объемов газового тракта .....	62
Выводы по главе 3 .....	66
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение .....	67
4.1 Потенциальные потребители результатов исследования .....	67
4.2 Анализ конкурентных технических решений .....	69
4.3 SWOT-анализ .....	70
4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации .....	71
4.5 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования .....	73
4.6 Инициация проекта .....	74
4.7 Планирование управления научно-исследовательского проекта .....	76
4.8 Бюджет научного исследования .....	78
4.9 Определение ресурсной, финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования .....	81
5 Социальная ответственность .....	85

Введение .....	85
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	85
5.1.1 Специальные правовые нормы трудового законодательства.....	85
5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя .....	87
5.2 Производственная безопасность .....	87
5.3 Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований.....	89
5.3.1 Анализ вредных факторов .....	89
5.3.2 Анализ опасных факторов .....	96
5.3 Экологическая безопасность .....	98
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях .....	98
5.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований .....	98
5.4.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС .....	100
Выводы .....	101
Заключение.....	103
Список использованных источников.....	105
Приложение А.....	112

## Введение

Исследование взаимодействия водорода с твердым телом представляет интерес на протяжении длительного времени. Данное взаимодействие рассматривается относительно двух направлений. С одной стороны, водород оказывает негативное воздействие на кристаллическую структуру твердого тела, следовательно, необходимо разрабатывать различные способы защиты конструкционных материалов от пагубного воздействия водорода [1, 2, 3]. С другой стороны, водород можно рассматривать как альтернативный источник энергии [4, 5, 6]. Следовательно, встает вопрос безопасного хранения и транспортировки водорода. Одними из перспективных методов хранения водорода можно считать химические методы [7, 8, 9, 10]. К таким методам относится хранение водорода в адсорбированном виде на поверхности материала, абсорбированном виде в объеме материала и в химически связанном виде (аммиак, фуллерены и т.д.).

В настоящее время изучено огромное количество материалов и соединений способных накапливать в себе большое количество водорода. Одним из эффективных материалов-накопителей водорода можно считать гидридобразующие металлы и сплавы [11, 12]. Но зачастую данные материалы имеют определенные недостатки, которые ограничивают их использование. Также в качестве материалов накопителей водорода все чаще рассматриваются композитные системы на основе металлов и сплавов, а также органические соединения и структуры, обладающие высокой емкостью. Например, различного рода углеродные наноструктуры (углеродные нанотрубки, фуллерены и т.п.) и металл-органические каркасные структуры MOF (Metal Organic Frameworks) [13, 14]. При исследовании материалов-накопителей водорода важно знать кинетику поглощения водорода (кривые сорбции) и PCI зависимости (зависимость концентрации водорода от давления).

Для исследования сорбционных свойств различных материалов существует различное экспериментальное оборудование, позволяющее проводить эксперименты из различных агрегатных состояний (из электролита, из газовой фазы и из плазмы). При электролитическом наводороживании преобладает исследование только поверхностных процессов взаимодействия металлов с водородом, а внедрение водорода из плазмы может происходить только при малых давлениях, что ограничивает количество сорбированного водорода. Следовательно, наиболее перспективным методом исследования процессов сорбции водорода является внедрение водорода из газовой фазы. Примерами устройств, использующих данный метод, являются волюметрические и гравиметрические комплексы. Данные комплексы способны выполнять исследования в широком диапазоне температур и давлений.

Гравиметрические комплексы способны производить исследование процессов взаимодействия водорода с большим количеством материалов. Данные устройства отличаются достаточно низкой погрешностью измерений, обусловленной использованием точных измерительных приборов и программным обеспечением, учитывающим погрешности измерений физических величин. Гравиметрические комплексы нашли широкое применение в исследовании пористых материалов, в которых сложно определить плотность материала, например, MOF, различные углеродные нано-структуры и т.п. Однако данные устройства имеют ряд недостатков, а именно сложное программно-аппаратное устройство, высокая цена некоторых комплектующих и не высокая максимальная температура исследований (порядка 400 °С).

Волюметрические комплексы также нашли широкое применение в исследовании процессов взаимодействия водорода с твердыми телами. Точность данных устройств ограничивается лишь точностью используемых измерительных приборов. Также они имеют ряд преимуществ, например, при исследовании гидридообразующих материалов можно получить важную

информацию о характере реакции сорбции/десорбции, такую как гистерезис сорбции/десорбции водорода и их скорости. Также в процессе исследования данные устройства позволяют получить информацию о химическом составе образующихся гидридов. Также при исследовании материалов с неизвестной плотностью на базе данных устройств существует экспериментальный метод определения плотности при известной массе.

Учитывая сложившуюся в Российской Федерации ситуацию, существует необходимость разработки новых отечественных устройств для исследования процессов взаимодействия водорода с твердыми телами. Для этого необходимо иметь представление о принципе работы и программно-аппаратном устройстве существующего экспериментального оборудования.

Целью данной работы является разработка программно-аппаратного комплекса для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом.

Исходя из цели были поставлены следующие задачи:

- Изучение существующих схем устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле;
- Выбор функциональной схемы устройства;
- Разработка принципиальной схемы устройства, отвечающей конкретным параметрам;
- Расчет основных узлов устройства на соответствие заявленным параметрам;
- Разработка эскиза проекта;
- Изготовление основных узлов устройства;
- Сборка макета устройства;
- Проверка устройства на соответствие заявленным параметрам;
- Калибровка объемов основных узлов газового тракта.

В данной работе произведен аналитический обзор принципов работы и аппаратного устройства гравиметрического комплекса (XEMIS-100 фирмы

Hidden Isochema [15]), и нескольких волюметрических комплексов (Gas Reaction Controller фирмы Advanced Materials Corporation [16]; волюметрический комплекс, разработанный лабораторией Purdue Hydrogen Systems [17]; и волюметрический комплекс, разработанный командой H.H.Cheng, X.X.Deng, S.L.Li, W.Chen, D.M.Chen, K.Yang [18]) с целью определения основных принципов работы и нахождения как сильных, так и слабых сторон устройств.

# 1 Теоретические основы взаимодействия водорода с твердыми телами

## 1.1 Накопление водорода из газовой фазы

Существует несколько основополагающих факторов, влияющих на взаимодействие водорода с твердым телом, а именно: состояние поверхности; структура и состав металла; наличие в металле внутренних напряжений; время взаимодействия водорода с материалом; химический состав среды; термодинамическое состояние среды.

Рассмотрим взаимодействие водорода с твердым телом на примере металлов. Взаимодействие водорода с гидридообразующими материалами происходит по общей обратимой реакции (1), при этом давление образования гидридов является функцией температуры (2) [19]:



$$\ln p_{H_2} = \frac{\Delta H_0}{RT} - \frac{\Delta S_0}{R}, \quad (2)$$

где  $\Delta H_0$  и  $\Delta S_0$  – энтальпия и энтропия реакции,  $R$  – универсальная газовая постоянная. Температуру разложения гидрида можно рассчитать, как отношение энтальпии реакции к энтропии  $T_{\text{дес}} = \Delta H_0 / \Delta S_0$ .

При взаимодействии водорода с металлами и сплавами из газовой фазы концентрация поглощенного водорода будет определяться давлением и температурой среды. Также важен химический состав среды так как некоторые компоненты могут являться катализаторами реакции. Одним из таких компонентов является водяной пар.

При взаимодействии водорода с металлами и сплавами в процессе электролиза основополагающими факторами, влияющими на интенсивность взаимодействия, являются химический состав электролита и плотность тока. Следовательно, необходимо подбирать оптимальную концентрацию электролита, про которой количество образующихся ионов водорода будет

максимальным. Плотность тока влияет на интенсивность миграции ионов водорода к катоду. Наилучшие показатели интенсивности вхождения водорода в материал достигаются при плотности тока в 1–10 А/дм<sup>2</sup>. Дальнейшее повышение плотности тока может привести к образованию пузырьков молекулярного водорода, препятствующего проникновению водорода в материал.

Важным фактором, влияющим на интенсивность взаимодействия водорода с металлами и сплавами, является состояние поверхности исследуемого материала. Так скорость реакции оказывается выше для изделий с полированной поверхностью, нежели с шероховатой. Это обуславливается тем, что в процессе обработки поверхности образуются различного рода дефекты. Коррозия приводит к увеличению скорости реакции за счет лучшей адсорбции водорода в окисленных местах.

На процессы сорбции также влияет структура материала и его химический состав. Более плотноупакованные структуры имеют большую энергию связи атомов решетки и как следствие больше водорода может быть связано с атомами решетки. Некоторые легирующие элементы могут понизить температуру реакции, но понизить количество сорбированного водорода. Искажения кристаллической решетки также приводит к повышению способности поглощать водород.

Водород содержится в каждом твердом теле в связанном состоянии (гидриды) или в виде твердого раствора. Наличие водорода в больших концентрациях в материале приводит к водородной хрупкости. В зависимости от состояния водорода в системе причины водородной хрупкости могут иметь различную природу.

Классификация видов водородной хрупкости металлов приведена в таблице 1.

Таблица 1 – Классификация видов водородной хрупкости

<b>Водородная хрупкость первого рода</b> Источники хрупкости имеются в исходном металле из-за повышенного содержания водорода до приложения нагрузки	Первый вид хрупкости	Обусловлен газообразными продуктами, образующимися внутри металла при реакции диффундирующего водорода с примесями и легирующими элементами	Водородная коррозия стали
	Второй вид хрупкости	Обусловлен молекулярным водородом в несплошностях	Газовая пористость
	Третий вид хрупкости	Обусловлен хрупкими продуктами превращения, образующимися при взаимодействии металлов с водородом	Гидридная хрупкость в титане, аустенитных сталях при превращении аустенита в мартенсит
	Четвёртый вид хрупкости	Обусловлен растворённым водородом	Развивается при больших скоростях деформации в Ti, Nb, V
<b>Водородная хрупкость второго рода</b> Причины возникновения – повышенное содержание водорода в металле в процессе деформации	Пятый вид хрупкости	Вызывается продуктами распада нестабильных относительно водорода растворов при длительном воздействии приложенных напряжений	Распад твёрдых растворов с выделением молекулярного водорода при малых скоростях деформации (образование мартенсита в аустенитных сталях)
	Шестой вид хрупкости <sup>1</sup>	Вызывается диффузионно-подвижным, растворённым водородом	Понижение пластичности в определенном интервале температур Провал пластичности в определенном интервале скоростей деформации Расширение интервала провалов пластичности с ростом содержания водорода Смещение провала пластичности в сторону высоких температур с увеличением скорости деформации
Теории водородной хрупкости шестого вида			
Теория высокого давления молекулярного водорода и теория максимальных трехосных напряжений	Облегчение зарождения и распространения трещины за счёт снижения поверхностной энергии (адсорбционная теория)	Теория снижения когезионной прочности металлов растворённым водородом	Теория влияния водорода на механизм, предшествующий пластической деформации

<sup>1</sup> Водородную хрупкость шестого вида чаще всего называют истиной водородной хрупкостью. В данном виде хрупкости диффузионно-подвижный водород вызывает снижение механических свойств металла. Уровень концентрации водорода, при котором проявляется указанное снижение механических свойств, - ниже концентрации, при которых наблюдается при образовании газовой пористости, водородной коррозии или гидридной хрупкости.

Основные механизмы взаимодействия водорода с интерметаллическими соединениями (ИМС) схожи со взаимодействиями с металлами, однако имеют одну отличительную особенность. Водород в процессе гидрирования не

приводит к изменению кристаллической структуры и взаимное расположение атомов схоже с исходным материалом [20].

При исследовании диаграмм давление-состав-температура металлов в процессе сорбции водорода (рисунок 1) можно выделить 3 характерных участка:

1. В системе присутствует только растворенный водород ( $\alpha$ -фаза). Зависимость давления от состава описывается законом Сивертса, а в материале не происходит существенных изменений ( $\sqrt{p_H} = K_H x$ , где  $K_H$  – константа Сивертса,  $x$  – концентрация водорода, растворенного в металле).
2. На данной стадии начинают образовываться гидриды металлов ( $\beta$ -фаза). Материал начинает претерпевать изменения в кристаллической структуре. На диаграмме давление-состав-температура эта стадия выглядит как плато, что говорит о большем поглощении водорода, связанного с изменением относительного содержания фаз.
3. Дальнейшее повышение давления говорит о насыщении материала водородом и существовании только  $\beta$ -фазы.

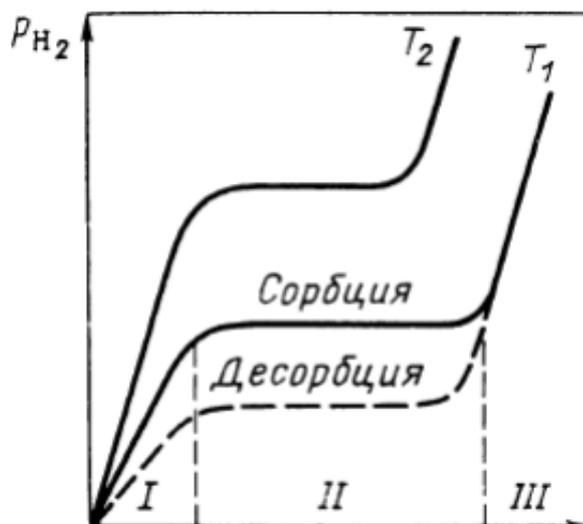


Рисунок 1 – Изотермы давление-состав-температура показывающие характерные участки в процессе сорбции ( $T_2 > T_1$ )

## 1.2 Диффузия водорода

Схему проницаемости водорода можно разделить на пять стадий [21]:

1. Диссоциация молекул водорода и химическая адсорбция атомов на поверхности материала;
2. Абсорбция;
3. Диффузия атомов с входной стороны к выходной;
4. Выход атомов на поверхность материала с выходной стороны;
5. Рекомбинация атомов на поверхности материала и десорбция молекул.

Иллюстрация данной схемы показана на рисунке 2. Для облегчения описания процессов данная схема является крайне примитивной.

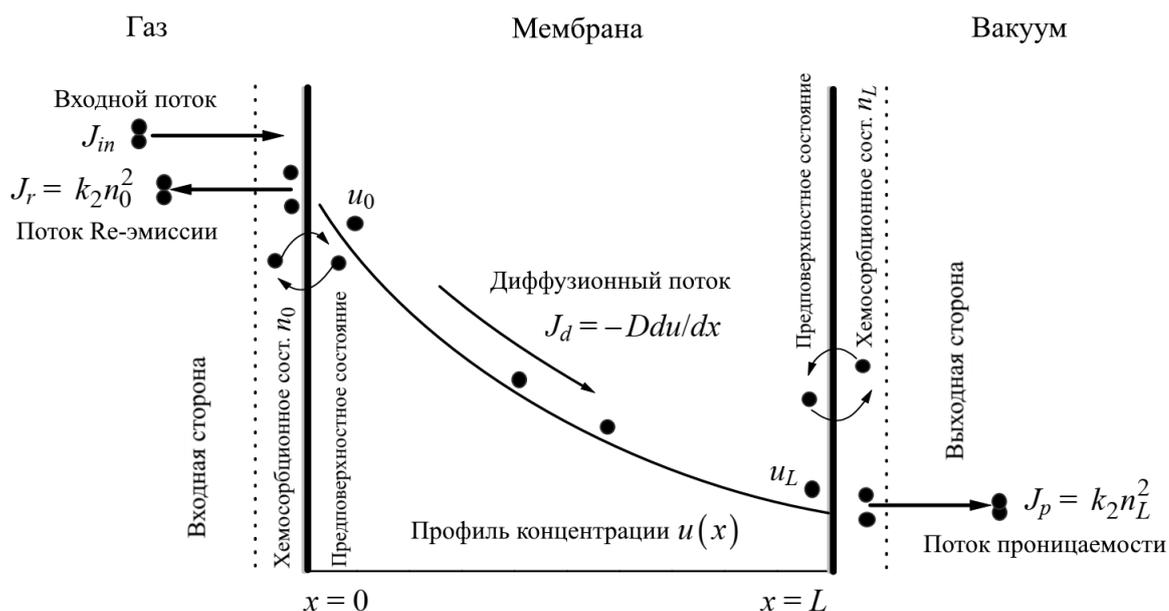


Рисунок 2 – Иллюстрация схемы проницаемости

Одной из особенностей диффузии водорода в металлах является её высокая скорость [22, 23, 24]. Это связано с небольшим атомарным объемом водорода. На поверхности металлов водород диссоциирует, и перемещается по междоузлиям кристаллической решетки металлов в виде отдельных атомов. Для перехода от одного междоузлия к другому водороду необходимо

преодолеть потенциальный барьер, равный 0,1–1 эВ. Собственной энергии частицы обычно недостаточно для преодоления данного энергетического барьера, поэтому переход по междоузлиям происходит при передаче атому водорода энергии от соседних атомов металла [25, 26, 27]. Исходя из этого коэффициент диффузии подчиняется закону Аррениуса:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right), \quad (3)$$

Рисунок 3 показывает движение водорода по кристаллической решетке металла.

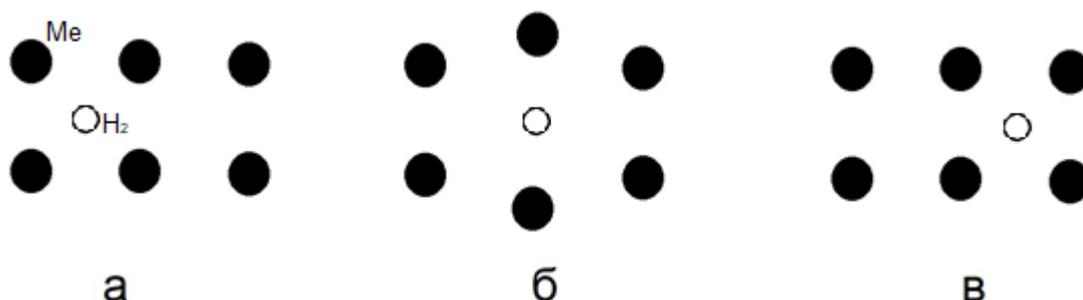


Рисунок 3 – Схематическое представление положения водорода внутри металла при переходе в соседнее междоузлие: а, в – атом водорода находится в равновесном состоянии; б – атом водорода расположен между соседними междоузлиями

В реальности кристаллическая решетка металлов имеет различного рода дефекты, затрудняющие движение атомов водорода в материале. Такими дефектами могут быть вакансии, дислокации, границы зерен, и т.д. В порах и трещинах водород может накапливаться в виде газа.

В традиционном понимании дефекты являются центрами захвата атомов водорода. Это приводит к тому, что водород накапливается около дефектов и мешает проникновению атомов сквозь образец.

В идеальной кристаллической решетке атомы водорода занимают междоузельные положения, однако их потенциальная энергия вблизи дефектов зачастую оказывается ниже. Разница между внутренней энергией

атома находящегося в междоузельном положении и в дефекте называется энергией связи атома водорода с дефектом  $E_b$ . Энергия необходимая для того, чтобы атом покинул дефект складывается из энергии активации диффузии и энергии связи водорода с дефектом  $E_t = E_b + E_d$ .

Концентрация водорода в дефектах повышается за счет притока из междоузлий и уменьшается за счет преодоления потенциального барьера. Один из видов записи изменения концентрации в дефектах:

$$\frac{dc_t}{dt} = 4\pi R \left[ (n_t - c_t) c D_0 e^{-\frac{E_d}{kT}} - c_t \mu n_a D_0 e^{-\frac{E_t}{kT}} \right], \quad (4)$$

где  $c$  – концентрация в растворе,  $n_t$  – концентрация дефектов,  $c_t$  – концентрация в дефектах. Данное уравнение описывает захват водорода дефектами (первое слагаемое) и выход водорода из дефектов (второе слагаемое).

В случае если поток атомов водорода, захватываемого дефектами, примерно равен потоку водорода, покидающего дефекты, можно рассчитать концентрацию захваченных в ловушки атомов следующим соотношением:

$$c_t = \frac{n_t c}{n_q + c}, \quad (5)$$

где  $n_q = \mu \cdot n_a \cdot \exp(-E_b/kT)$ . При высокой энергии связи водорода с дефектами концентрация свободного водорода много меньше общей концентрации водорода в растворе ( $n_q \ll c$ ) и концентрация захваченного дефектами водорода равна общей концентрации дефектов в материале ( $c_t = n_t$ ), т.е. весь водород будет захвачен ловушками. При малой энергии связи водорода с дефектами –  $n_q \gg c$ , и концентрация захваченного в ловушки водорода пропорциональна концентрации свободного водорода:

$$c_t = \frac{n_t c}{n_q}, \quad (6)$$

Уравнение диффузии в поле дефектов имеет вид:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} - \frac{\partial c_t}{\partial t}. \quad (7)$$

Если считать, что дефекты равномерно распределены по всей толщине материала и в каждой точке пространства существует локальное равновесие между свободным и связанным водородом, то

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_{eff} \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}, \quad (8)$$

где  $D_{eff}$  – эффективный коэффициент диффузии в поле ловушек, равный

$$D_{eff} = D \left(1 + \frac{n_t}{n_q}\right)^{-1} = D \left[1 + \frac{n_t}{n_a} \frac{1}{\mu} \exp\left(\frac{E_b}{kT}\right)\right]^{-1}. \quad (9)$$

Данное уравнение является модифицированным вторым законом Фика в котором используется эффективный коэффициент диффузии, связанного с захватом водорода в ловушки в процессе диффузии. Данное уравнение справедливо лишь при низких концентрациях водорода в металле и малой степени заполнения ловушек водородом.

При экспериментальном определении коэффициента диффузии, например по времени задержки, часто наблюдается излом на прямолинейных зависимостях, описываемых законом Аррениуса (рисунок 4). При низких температурах дефекты активно захватывают водород, и измеряемая в эксперименте кажущаяся энергия активации для диффузии соответствует энергии активации эффективного коэффициента диффузии, равной  $E_t = E_b + E_d$ . При высоких температурах дефекты не удерживают водород, и не влияют на диффузию. Следует обратить внимание на то, что здесь возможна ошибка, связанная с тем, что при низких температурах дефекты могут оказаться в состоянии, близком к насыщению водородом, и значение  $E_t$ , вычисленное по наклону зависимости  $\ln D_{eff}$  от  $(1/T)$ , будет заниженным.

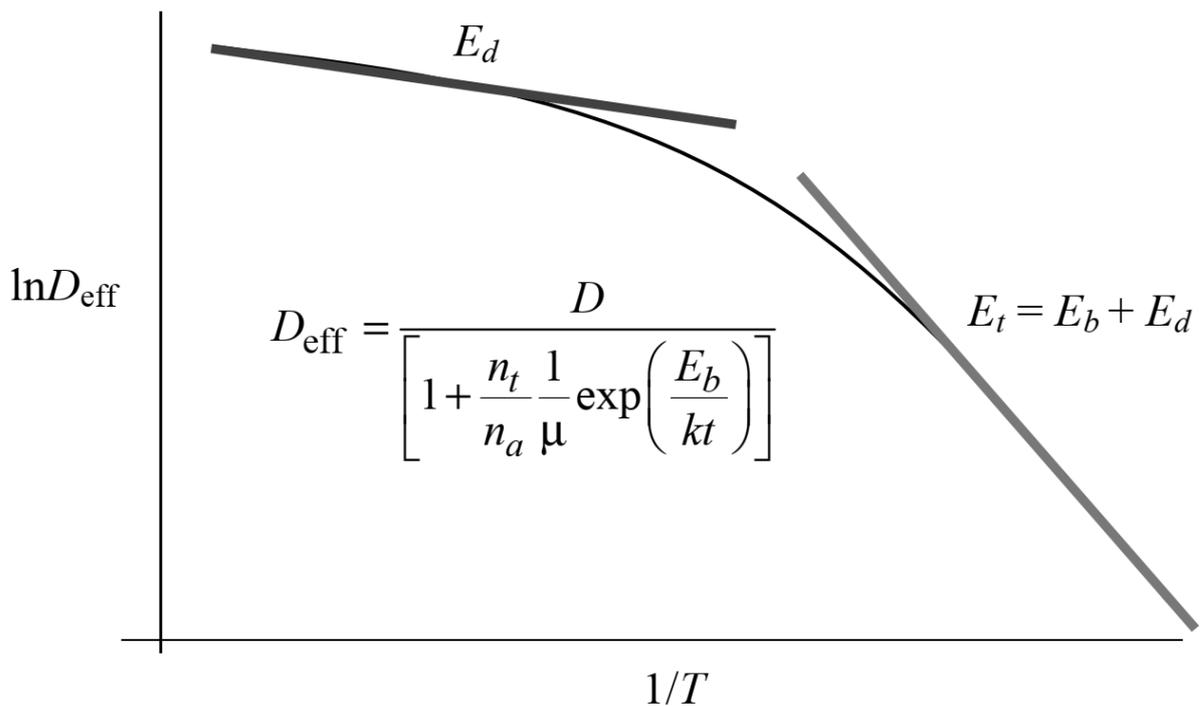


Рисунок 4 – Схематичное изображение излома на прямолинейных зависимостях, описываемых законом Аррениуса для коэффициента диффузии. Показаны две температурные области, в которых влияние дефектов существенно (низкие температуры) и несущественно (высокие температуры) [28]

Анализируя роль дефектов в проницаемость водорода важно отметить, что их присутствие приводит к увеличению времени задержки диффузии и уменьшению общего потока проникающих частиц лишь на начальной стадии, но при установлении стационарного режима проникающие потоки материала с дефектами и без будут одинаковыми.

Время задержки диффузии связано с накапливанием водорода в материале. По мере диффузии вглубь образца происходит захват водорода различного рода дефектами. Общее количество водорода в металле в этом случае превышает количество свободного водорода, фигурируемого в модели эффективного коэффициента диффузии. Это приводит к тому, что после заполнения всех дефектов водородом их влияние на проникновение становится незначительным.

Поры, в отличие от ноль-мерных, одномерных и двумерных дефектов, имеют свободную поверхность и объем. Поэтому они могут захватывать водород в хемосорбированное состояние на поверхности и накапливать водород в молекулярном состоянии в объеме поры.

Переходы атомов водорода из растворенного состояния на поверхность пор, десорбция с поверхности поры в ее объем и обратные процессы диссоциативной хемосорбции на поверхности поры из ее объема и переход с поверхности в растворенное состояние описываются точно также как аналогичные процессы на входной или выходной сторонах мембраны. При этом поверхность пор, как правило, является чистой, поэтому энергия активации хемосорбции мала, и процессы на поверхности пор происходят быстро.

Уравнение диффузии в поле пор можно качественно записать так же, как и уравнение диффузии в поле точечных дефектов, введя в нем два члена, один из которых ответственен за захват в поры, а второй – за освобождение из пор за счет обратного растворения молекулярного водорода в решетку

$$\frac{\partial n(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 n(x,t)}{\partial x^2} + (2K_a p(x) - K_r n^2(x,t)) \frac{n_p S_p}{(1+n_p V_p)}, \quad (10)$$

здесь  $n$  – концентрация растворенного водорода в металле;  $V_p$  – средний объем поры;  $S_p$  – средняя площадь поверхности поры;  $n_p$  – концентрация пор в материале. Произведение концентрации пор и среднего объема пор определяет долю объема пор от общего объема мембраны, т. е. пористость материала:  $\eta = n_p V_p$ .

Уравнение для давления водорода в порах запишется как

$$\frac{\partial p(x,t)}{\partial t} = \left( \frac{K_r n^2(x,t)}{2} - K_a p(x) \right) \frac{S_p}{V_p} kT, \quad (11)$$

Если размеры пор малы, то длина свободного пробега молекул водорода в поре может оказаться больше характерного размера пор. В этом случае газ в поре уже не будет идеальным. Однако формула  $p = nkT$ , которая определяет поток абсорбции, остается в силе и в этом случае. На рисунке 5

показана модель расчета проницаемости в поле пор и профили концентрации в растворе и давления в порах в различные моменты времени.

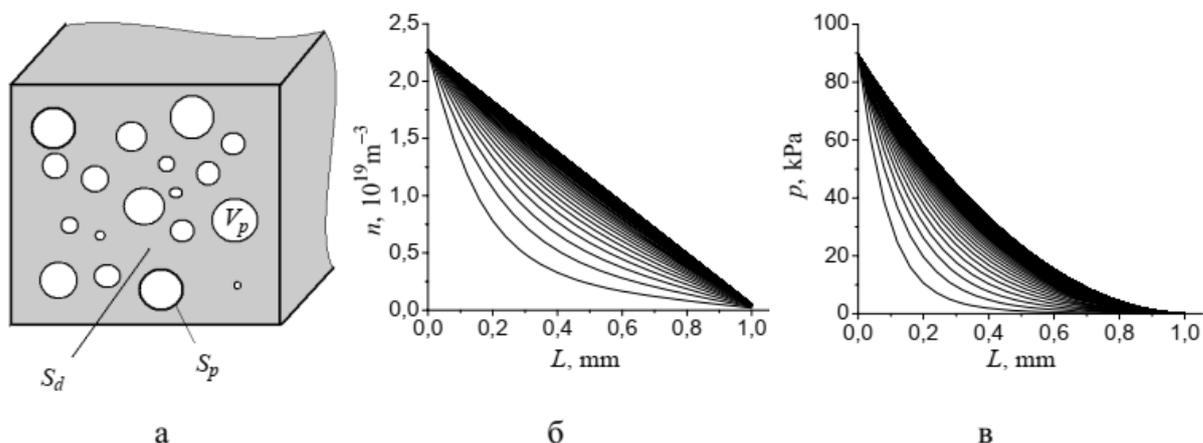


Рисунок 5 – Модель расчета проницаемости в поле пор (а) и профили концентрации в растворе (б) и давления в порах (б) в различные моменты времени [28]

Поведение водорода при диффузии через пористую среду и при диффузии через среду с обычными ноль-мерными дефектами имеют как общие, так и отличительные черты. С течением времени профиль концентрации становится линейным, что соответствует выходу проникающего потока на стационарный уровень. Однако, профиль концентрации молекулярного водорода в порах нелинейный. Это связано с тем, что вход в дефекты из раствора пропорционален концентрации в растворе, а вход из раствора в объем пор пропорционален квадрату концентрации в растворе. Это приводит к следующему соотношению между давлением в поре и концентрацией в растворе

$$p(x) = S^2 n^2(x). \quad (12)$$

При стационарном потоке водорода сквозь мембрану давление водорода в порах будет связано соотношением Сивертса с концентрацией водорода. Таким образом давление водорода в порах прямо пропорционально квадрату концентрации водорода в материале.

### 1.3 Термостимулированное газовыделение

При нагреве материала происходит удаление сорбированных частиц с поверхности. Используя масс-спектрометрический анализ возможно зарегистрировать удаленные частицы в газовой фазе. Каждому связанному состоянию примесных частиц соответствует некоторая температура, выше которой эти состояния не могут уже существовать. Термодесорбционная спектроскопия чаще всего используется для определения энергии связи примеси с веществом в различных состояниях. Данный метод считается разрушающим так, как в процессе анализа меняется как структура материала, так и его химический состав. Однако, если температура анализа не достигает температуры плавления материала, то данный метод считается условно не разрушающим. Эксперименты по термодесорбции можно условно разделить на два метода:

1. Нагрев происходит достаточно медленно. За счет этого выделяемый газ успеваает откачиваться по мере нагрева. Данный метод называется температурно-программируемым и является более информативным. На кривых зависимости давления от температуры наблюдаются характерные пики выхода газа, связанные с состоянием адсорбата с материалом.

2. Изменение температуры может происходить достаточно быстро (порядка десятых секунды). В этом случае скорость откачивания системы будет меньше скорости десорбции газов из материала. На кривой зависимости давления от температуры, десорбция газов уже будет выглядеть как плато. Такой способ производства экспериментов по десорбции водорода обычно называется импульсным и анализируется таким образом, как будто термодесорбция производилась в замкнутой системе без откачивания. Метод

импульсной десорбции получил широкое распространение при анализе изотопов водорода в металлах.

Скорость выделения примеси с поверхности площадью  $S$  определяется уравнением Аррениуса:

$$\frac{F_F}{S} = -\frac{dn}{dt} = n^\chi v_\chi \exp\left(-\frac{E_d}{RT}\right) \quad (13)$$

где:  $n$  – концентрация частиц на поверхности;  $v_\chi$  – частотный фактор;  $\chi$  – порядок реакции.

В общем случае можно ожидать, что для термодесорбции величина  $\chi$  равна 1 или 2. Для молекулярного адсорбата, например CO, скорость десорбции будет линейно зависеть от числа участвующих в десорбции поверхностных частиц, т.е. ожидается десорбция первого порядка ( $\chi = 1$ ). Если двухатомная молекула десорбируется с воссоединением молекулы, необходимо, чтобы два атома соседствовали друг с другом: вероятность такого события пропорциональна квадрату поверхностной концентрации атомов. Это пример реакции второго порядка ( $\chi = 2$ ). Для кривой нагрева, имеющей вид  $1/T = a + bt$ , получаем

$$\frac{\Delta N}{\Delta N_\infty} = 1 - \exp(-X) \quad \text{для } \chi = 1 \quad (14)$$

или

$$\frac{\Delta N}{\Delta N_\infty} = \frac{n_0 X}{1 + n_0 X} \quad \text{для } \chi = 2 \quad (15)$$

Во всех случаях  $X$  имеет вид  $C(\exp(Bt)-1)$ , где  $C$  и  $B$  постоянны;  $\Delta N_\infty$  – изменение плотности за бесконечный промежуток времени.

Искомый порядок десорбции  $\chi$  можно получить построением зависимости  $\ln\left(n^{-\chi} \frac{dn}{dt}\right)$  от  $1/RT$ . График зависимости  $\ln\left(\frac{dn}{dt}\right)_{n=const}$  от  $1/T$  дает энергию активации десорбции для фиксированной поверхностной концентрации, однако без какого-либо указания на порядок реакции.

Исходя из уравнения Аррениуса (13), мы получаем условие максимальной скорости десорбции, дифференцируя его и полагая  $d^2n/dt^2=0$  при  $T=T_{\max}$ . Для реакции первого порядка получается выражение

$$E_d/RT_{\text{макс}}^2 = v_1(dt/dT)\exp(-E_d/RT_{\text{макс}}) \quad (16)$$

Функция нагрева  $dt/dT$  (величина, обратная скорости нагрева) является экспериментально измеряемым параметром, и если значение  $v_1$  задано, то уравнение (16) для  $E_d$  можно решить. Следует отметить, что величина  $n$  – поверхностная плотность адсорбированных молекул или атомов – не входит в уравнение (16). Это означает, что температура, соответствующая пику, не зависит от заполнения поверхности. Сдвиг этой температуры с изменением степени заполнения можно использовать для обнаружения процесса второго порядка, так как дифференцирование уравнения для скорости такого процесса приводит к выражению, непосредственно содержащему  $n$ :

$$E_d/RT_{\text{макс}}^2 = 2n_{\text{макс}}v_2(dt/dT)\exp(-E_d/RT_{\text{макс}}) \quad (17)$$

В общем случае кривые десорбции второго порядка симметричны относительно  $T_{\text{макс}}$ , так что  $n_{\text{макс}}$  – поверхностная плотность при  $T_{\text{макс}}$  – точно равна  $n_0/2$ , где  $n_0$  – начальная концентрация частиц, покрывающих поверхность. Таким образом, можно написать

$$E_d/RT_{\text{макс}}^2 = n_0v_2(dt/dT)\exp(-E_d/RT_{\text{макс}}) \quad (18)$$

Различие между поведением процессов первого и второго порядков отчетливо демонстрируют спектры, приведенные на рисунке 6. Первый пик, отмеченный  $\beta_1$ , явно представляет собой пик первого порядка, поскольку он не сдвигается при изменении концентрации, тогда как пик  $\beta_2$  при увеличении степени заполнения сдвигается в область более низких температур. Такой анализ возможен только в случае простых спектров, когда константа скорости не зависит от степени заполнения. В случае, когда  $E_d$  является функцией  $n$ , величина  $T_{\text{макс}}$  будет изменяться с изменением  $n_0$ .

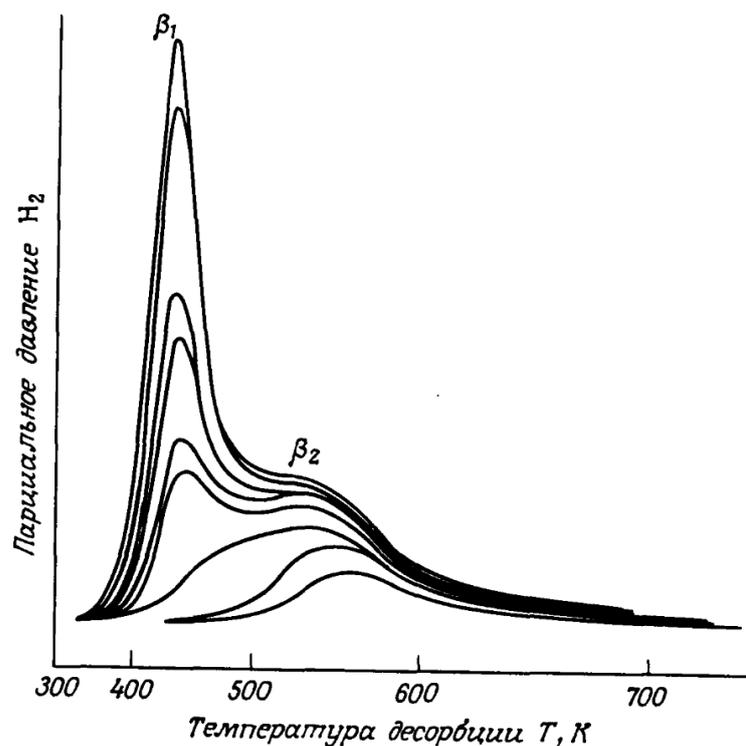


Рисунок 6 – Кривые термодесорбции Н с поверхности W [100], выявляющие состояния  $\beta_1$  и  $\beta_2$ . Каждая кривая соответствует различной начальной степени заполнения поверхности

Энергия активации десорбции и предэкспоненциальный множитель могут быть определены из экспериментов, в которых изменяется скорость нагрева. Для процессов первого или второго порядков с постоянным начальным заполнением дифференцирование уравнений (17) или (18) дает

$$\frac{d \ln(T_{\text{макс}}^2 dt/dT)}{d(1/T_{\text{макс}})} = \frac{E_d}{R} \quad (19)$$

Таким образом, энергия активации десорбции может быть определена из наклона графика зависимости  $\ln(T_{\text{макс}}^2 dt/dT)$  от  $1/T_{\text{макс}}$ . Тогда предэкспоненциальный множитель  $\nu$  можно найти, подставляя  $E_d$  в уравнение (13).

Для процесса второго порядка значение  $E_d$  также можно определить по измерению сдвига вылечены  $T_{\text{макс}}$  с изменением  $n_0$  при постоянной скорости нагрева. График зависимости  $\ln(n_0 T_{\text{макс}}^2)$  от  $1/T_{\text{макс}}$  будет иметь наклон, равный  $E_d/R$ . В принципе можно получить  $E_d$  непосредственно из уравнения (16),

принимая для  $\nu$  его идеальное значение  $10^{13} \text{ с}^{-1}$ . Однако это потенциально опасный путь, поскольку предэкспоненциальный множитель содержит энтропийный член  $\exp(\Delta S/R)$ , который может изменять значение  $\nu$  на несколько порядков величины.

Разрешение пиков для различных энергий десорбции считается приемлемым если пики разделены расстоянием, равным удвоенной сумме их полуширин.

Также на разрешение влияет скорость нагрева материала. При уменьшении скорости нагрева разрешение увеличивается, но уменьшается высота самого пика. Еще одним фактором, влияющим на разрешение, является скорость откачки газа из камеры. При недостаточной скорости откачки разрешение будет падать.

#### **1.4 Принцип работы гравиметрических устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле**

Материалы с низкой плотностью, сильнопористые материалы или материалы для которых плотность и объем трудно определить экспериментально или даже оценить, трудно исследовать с использованием техники Сивертса. Однако именно эти материалы зачастую представляют наибольший интерес для применения в качестве накопителей различных газов.

Гравиметрический метод предполагает некоторые преимущества по сравнению с методом Сивертса, поскольку вес образца непрерывно измеряется в процессе исследования [29, 30]. Исследуемый образец, как правило, помещается в некое ведро, которое подвешено с одной стороны уравновешивающего рычага к проволоке, стержню или муфте. На другой стороне рычага используется аналогичная система подвески с весом тары, приблизительно равной весу образца. Упрощенная схема прибора показана на рисунке 7 [31].

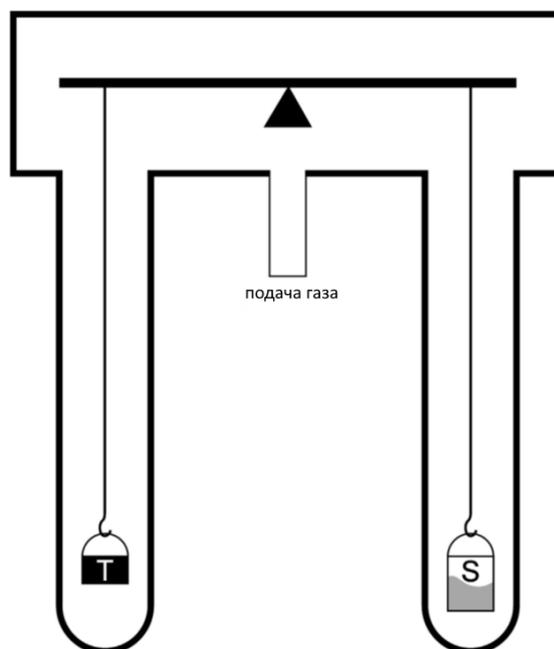


Рисунок 7 – Упрощенная схема гравиметрического устройства, в котором используется симметричный баланс, когда образец (S) и масса тары (T) подвешены в газе

Затем весы эффективно измеряют разницу в весе между образцом и тарой. Давление газа обычно повышается парциально, но можно использовать любой механизм повышения давления, например, поршневой усилитель или регулятор потока. Поглощение определяется по увеличению массы образца из-за адсорбированного газа. Однако этот вес должен быть скорректирован с учетом общей выталкивающей силы образца с абсорбированным газом. Для расчета данной силы необходимо знать температуру и давление газа, вытесняемого объемом образца, а также сам объем образца. Это эквивалентно коррекции объема для учета пустот в методике Сиверста и, следовательно, требует знания объема образца как функции поглощения газа. Объемы фиксированных приспособлений (балансира, проволочные опоры, ковши и т.п.) с обеих сторон также должны быть определены для расчета положительных и отрицательных эффектов выталкивающей силы при каждом используемом давлении и температуре.

При определении количества сорбированного газа учитывается погрешность в измерении различных величин. В общем, при условии, что

величины  $x$  не коррелированы и оценки погрешности  $u$  отдельных значений эквивалентны статистическим погрешностям, тогда общая погрешность в функции от  $N$  переменных может быть рассчитана как квадратный корень из дисперсии, определяемой как

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i), \quad (20)$$

где  $u^2(y)$  – дисперсия значения функции  $y = f(x_1, \dots, x_N)$ , а  $u^2(x_i)$  – дисперсия отдельных значений  $x_i$ .

Если  $n$  – число молей газа в системе с объемом  $V$  при давлении  $P$  и температуре  $T$ , то погрешность  $\delta n$  можно рассчитать из уравнения неидеального газа.

$$\left( \frac{\delta n}{n} \right)^2 = \left( \frac{\delta P}{P} \right)^2 + \left( \frac{\delta V}{V} \right)^2 + \left( \frac{\delta T}{T} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z}{Z} \right)^2, \quad (21)$$

где  $\delta P$  – абсолютная погрешность в измерении давления (и аналогично для других величин), а  $Z$  – сжимаемость для неидеального газа.  $(\delta P/P)$  – представляет относительную погрешность при измерении давления.

В гравиметрическом методе производится измерение веса образца и, после компенсации эффекта силы выталкивания, можно определить вес поглощенного газа. В процессе поглощения при определенном давлении весы измеряют разницу между весом образца и силой выталкивания (значение которой обычно представляется в единицах массы)

$$M_B^k = m^k - \frac{B^k}{g}, \quad (22)$$

где  $M_B^k$  – это измерение на весах на этапе  $k$ ,  $m^k$  – масса образца (плюс поглощенный газ) в конце этапа  $k$ , а  $B^k$  – сила выталкивания на этапе  $k$  (при условии, что баланс соблюден без учета массы образца при  $P = 0$ ).

Из выражения (22) можно получить массу образца плюс поглощенный газ.

$$m^k = M_B^k + \frac{B^k}{g}. \quad (23)$$

Данное выражение можно выразить как

$$m^k = m^0 + \Delta m^k, \quad (24)$$

где  $m^0$  – первоначальная масса образца при  $P = 0$ , а  $\Delta m^k$  – масса поглощенного газа на шаге давления  $k$ .

$$\begin{aligned} m^k &= m^0 + \Delta m^k = M_B^k + \frac{B^k}{g} \\ \Delta m^k &= M_B^k + \frac{B^k}{g} - m^0 \end{aligned} \quad (25)$$

Это справедливо как для традиционного двустороннего баланса, так и для одностороннего баланса (без тары). Сила выталкивания – это вес вытесненного газа,

$$\frac{B^k}{g} = \frac{M_g P^k V_s}{R Z_s^k T_s^k} - \frac{M_g P^k V_t}{R Z_t^k T_t^k} + \frac{M_g P^k V_x^k}{R Z_s^k T_s^k}, \quad (26)$$

где  $M_g$  – это молярный вес используемого газа,  $g$  – ускорение свободного падения,  $V_s$  и  $V_t$  – общий объем компонентов (исключая образец) на стороне образца и тары весов соответственно,  $V_x^k$  – объем образца на шаге  $k$ ,  $P^k$  – давление в системе,  $Z_s^k = Z(P^k, T_s^k)$  и  $Z_t^k = Z(P^k, T_t^k)$  – сжимаемость газа на стороне образца и тары соответственно, а  $T_s^k$  и  $T_t^k$  – температуры газа на стороне образца и тары соответственно.

Из уравнений (25) и (26) можно определить общее поглощение газа (в молях) на этапе  $k$ ,

$$n_{abs}(k) = \frac{\Delta m^k}{M_g} = \frac{P^k V_s}{R Z_s^k T_s^k} - \frac{P^k V_t}{R Z_t^k T_t^k} + \frac{P^k V_x^k}{R Z_s^k T_s^k} + \frac{M_b^k}{M_g} - \frac{m^0}{M_g}. \quad (27)$$

Исходя из этого и используя уравнения (20) и (21), можно рассчитать абсолютную погрешность поглощения:

$$\begin{aligned} (\delta n_{abs}(k))^2 &= \left( \left( \frac{\delta P^k}{P^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta V_s}{V_s} \right)^2 + \left( \frac{\delta T_s^k}{T_s^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z_s^k}{Z_s^k} \right)^2 \right) \left( \frac{P^k V_s}{R Z_s^k T_s^k} \right)^2 + \\ &+ \left( \left( \frac{\delta P^k}{P^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta V_t}{V_t} \right)^2 + \left( \frac{\delta T_t^k}{T_t^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z_t^k}{Z_t^k} \right)^2 \right) \left( \frac{P^k V_t}{R Z_t^k T_t^k} \right)^2 + \\ &+ \left( \left( \frac{\delta P^k}{P^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta V_x}{V_x} \right)^2 + \left( \frac{\delta T_s^k}{T_s^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z_s^k}{Z_s^k} \right)^2 \right) \left( \frac{P^k V_x^k}{R Z_s^k T_s^k} \right)^2 + \\ &+ \left( \left( \frac{\delta M_b^k}{M_b^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta M_g}{M_g} \right)^2 \right) \left( \frac{M_b^k}{M_g} \right)^2 + \left( \left( \frac{\delta m^0}{M_b^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta M_g}{M_g} \right)^2 \right) \left( \frac{m^0}{M_g} \right)^2. \end{aligned} \quad (28)$$

Следует отметить, что  $P^k V_s / R Z_s^k T_s^k$ ,  $P^k V_t / R Z_t^k T_t^k$  и  $P^k V_x^k / R Z_s^k T_s^k$  – это число молей газа, вытесненных суммой фиксированных объемов на стороне образца, суммой фиксированных объемов на стороне тары и объем образца на этапе  $k$ , соответственно.

Это обеспечивает относительно простое выражение, которое можно использовать для расчета погрешности поглощения газа в гравиметрическом методе и может быть включено в любую электронную таблицу, которая рассчитывает поглощение.

В приведенном выше уравнении (28) поглощение рассчитывается в молях газа. Как правило, экспериментальные результаты выражаются либо молярным отношением (таким как Н/М), где моли поглощенного газа делятся на моли образца, либо массовым отношением wt.%, которое рассчитывается как отношение массы поглощенного газа к массе образца плюс газ. Для расчета wt.% используется следующее выражение:

$$wt\% = \frac{m_g}{m_0 + m_g} \times 100 = \frac{n_{abs} \times M_g}{m_0 + (n_{abs} \times M_g)}, \quad (29)$$

где  $m_g$  – масса поглощенного газа, а  $m_0$  – начальная масса образца.

## **1.5 Принцип работы волюметрических устройств для исследования процессов сорбции и десорбции водорода в твердом теле**

Волюметрические устройства нашли широкое применение для исследования процессов сорбции/десорбции водорода в твердом теле [32, 33, 34]. Данные комплексы способны производить исследования в широком диапазоне давлений и температур. На рисунке 8 представлен принцип работы волюметрического комплекса [35].

Первым делом заданное количество водорода, которое будет внедряться в твердое тело, напускается в резервуар. После этого по таким параметрам, как давление и температура, определяется молярный объем газа ( $N_0$ ). Для передачи водорода из резервуара в реакционную камеру с образцом

предусмотрен клапан между ними. Завершение реакции происходит, когда определенное количество водорода проникнет в твердое тело. В итоге в резервуаре и в камере с исследуемым образцом производится вычисление общего молярного количества водорода ( $N_g$ ). Количество поглощенного образцом водорода вычисляется как разность молярного объема газа, напускаемого в камеру, и молярного количества водорода по завершению реакции:

$$N_s = N_0 - N_g. \quad (30)$$

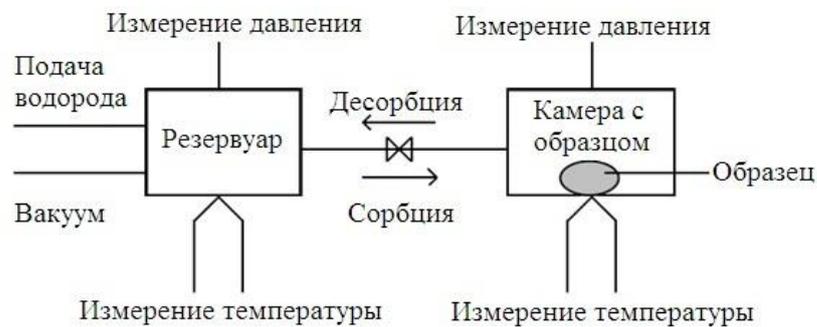


Рисунок 8 – Принцип работы волюметрического комплекса

В исследовании процессов сорбции водорода необходимо учитывать начальную его концентрацию в материале ( $N_{s0}$ ) и прибавить к общему количеству сорбированного материалом водорода. Уравнение 30 в данном случае принимает следующий вид:

$$N_s = N_{s0} + N_0 - N_g. \quad (31)$$

Точность волюметрических устройств зависит от измерительных приборов, использующихся для регистрации термодинамических параметров системы. Данная зависимость связана с использованием уравнения идеального газа в расчетах молярного объема водорода. Следовательно, для повышения точности определения количества поглощенного образцом водорода необходимо поддерживать постоянную температуру на протяжении всего эксперимента [36]. При нормальных условиях точность измерения количества абсорбированного водорода на GRC в ходе проведения исследования составляет  $0,3 \text{ см}^3$ .

Разное количественное соотношение водорода в реакционной камере в зависимости от стадии исследования (до, в процессе и после эксперимента) определяется по трем параметрам газа. Уравнение для одного моля газа выглядит следующим образом:

$$\frac{pV}{RT} = 1 + \frac{B(T)}{V} + \frac{C(T)}{V^2} + \frac{D(T)}{V^3}. \quad (32)$$

Здесь  $B(T)$ ,  $C(T)$  и  $D(T)$  – второй, третий и четвертый коэффициенты, определяющиеся из уравнения Beattie and Bridgeman, содержащее пять специальных газовых постоянных, которые входят в следующие расчетные формулы:

$$B(T) = B_0 - \frac{A_0}{RT} - \frac{c}{T^3}, C(T) = -B_0b + \frac{A_0a}{RT} - \frac{B_0c}{T^3}, D(T) = \frac{B_0bc}{T^3}. \quad (33)$$

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

Для расчета количества молекул газа, находящихся в камере с известным объемом при заданных давлении и температуре, рассчитывается по следующей формуле исходя из уравнений 32 и 33:

$$n = \left(\frac{pV}{RT}\right) / \left\{1 + B(T)\frac{n}{V} + C(T)\frac{n^2}{V^2} + D(T)\frac{n^3}{V^3}\right\}. \quad (34)$$

Количество молекул водорода  $n$  определяется операционным методом. Количество адсорбированного водорода твердым телом можно определить в абсолютном ( $\text{см}^3$ ) и относительном (масс. %) значении. Для расчета абсолютного значения количества адсорбированного водорода необходимо рассчитанный с использованием формулы 30 или 31 молярный объем водорода умножить на 22413,6. Для расчета относительного значения адсорбированного водорода необходимо воспользоваться формулой:

$$wt = \frac{N_S \cdot M_G}{m \cdot 100} \text{ (масс. \%)}. \quad (35)$$

В данной формуле  $M_G$  это молярная масса газа;  $m$  – масса исследуемого образца. Для определения соотношения ( $x$ ) количества адсорбированных атомов газа к атомам исследуемого образца определяется по формуле:

$$x = \frac{2N_S}{n/M} = \frac{2M}{M_G} \frac{wt}{100} = \frac{M \cdot wt}{100.79}. \quad (36)$$

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

Цель дипломной работы: Разработка газовой схемы автоматизированного комплекса Gas Reaction Automated Machine (GRAM) для исследования процессов взаимодействия водорода с твёрдыми телами.

Целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является определение перспективности и успешности научно-исследовательского конструкторского проекта.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Определить потенциальных потребителей результатов конструкторской разработки.
2. Провести анализ конкурентных технических решений.
3. Выполнить SWOT-анализ: описать сильные и слабые стороны проекта, выявить возможности и угрозы для реализации проекта.
4. Оценить степень готовности конструкторской разработки к коммерциализации.
5. Построить календарный план-график проведения работ научно-исследовательского конструкторского проекта.
6. Рассчитать бюджет конструкторского проекта.
7. Определить ресурсную, финансовую, бюджетную, социальную и экономическую эффективности конструкторской разработки.

### **4.1 Потенциальные потребители результатов исследования**

В процессе написания магистерской диссертации были определены потенциальные потребители результатов конструкторской разработки. К ним можно отнести научно-исследовательские лаборатории, занимающиеся

исследованиями процессов взаимодействия водорода с твердыми телами. Для анализа потребителей необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

Целевой рынок – сегменты рынка, на котором будет продаваться в будущем разработка.

Сегмент рынка – группы потребителей, обладающих определенными общими признаками.

Сегментирование – разделение покупателей на однородные группы, для каждой из которых может потребоваться определенный товар (услуга).

В зависимости от категории потребителей необходимо использовать соответствующие критерии сегментирования. Для коммерческих организаций критериями сегментирования могут быть: месторасположение, отрасль, выпускаемая продукция. Для физических лиц критериями сегментирования могут быть: возраст, национальность, образование.

Сегментировать рынок услуг по разработке газовой схемы автоматизированного комплекса GRAM для исследования процессов взаимодействия водорода с твердыми телами можно по следующим критериям: исследование процессов сорбции/ десорбции водорода, исследование диффузии водорода.

Исследование процессов сорбции/ десорбции водорода:

- научно-исследовательские лаборатории;
- компании, занимающиеся производством материалов-накопителей водорода;

Исследование диффузии водорода:

- научно-исследовательские лаборатории;
- компании, занимающиеся производством мембран для очистки водорода.

## 4.2 Анализ конкурентных технических решений

Анализ конкурентных решений позволяет провести оценку сравнительной эффективности конструкторской разработки и определить направления для ее будущего улучшения.

Основным конкурентом автоматизированного комплекса GRAM может выступать оборудование, использующее другой метод исследования процессов взаимодействия водорода с твердыми телами из газовой фазы. В данной работе был рассмотрен и реализован метод Сиверста (ф), а в качестве конкурента выбран гравиметрический метод (к).

Проведем данный анализ с помощью оценочной карты, которая приведена в таблице 4.1.

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

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б <sub>ф</sub>	Б <sub>к</sub>	К <sub>ф</sub>	К <sub>к</sub>
1. Точность получаемых данных	0,5	5	5	2,5	2,5
2. Диапазон рабочих давлений	0,2	5	4	1	0,8
3. Диапазон рабочих температур	0,2	5	4	1	0,8
4. Возможность построения РСІ - кривых	0,04	5	0	0,2	0
5. Возможность проведения исследований по диффузии	0,04	5	0	0,2	0
6. Стоимость	0,02	4	3	0,08	0,06
Итого	1	29	16	4,98	4,16

Позиция разработки и конкурентов оценивается по пятибалльной шкале. Веса показателей в сумме должны составлять 1.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot B_j \quad (4.1)$$

где

$B_i$  – вес показателя (в долях единицы);

$B_i$  – балл  $i$ -го показателя.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что метод Сиверста по многим показателям является наиболее предпочтительным, чем гравиметрический метод, так как значение 4,98 больше значения 4,16.

### 4.3 SWOT-анализ

SWOT-анализ представляет собой сводную таблицу, иллюстрирующую связь между внутренними и внешними факторами компании. Целью данного анализа является описание сильных и слабых сторон проекта, выявление возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде.

Приведем матрицу SWOT-анализа для газовой схемы автоматизированного комплекса GRAM.

Таблица 6.2 – Матрица SWOT

	Сильные стороны С1. Высокий диапазон рабочих давлений. С2. Высокий диапазон рабочих температур.	Слабые стороны Сл1. Низкая ремонтпригодность при использовании сварных соединений. Сл2. Отсутствие отечественных аналогов комплектующих.
Возможности В1. Проведение исследований по диффузии водорода. В2. Проведение исследований по термодесорбции водорода.	В1С1 Проведение исследований эффективности мембран для очистки водорода. В2С2 Исследование термодинамических свойств материалов – накопителей водорода.	В1Сл1 Улучшение чистоты эксперимента за счет лучшей вакуумной плотности сварных соединений.
Угрозы У1. Санкции на поставку зарубежного оборудования в Российскую Федерацию. У2. Прекращение финансирования разработки.	У1С1 Повышение конкурентоспособности оборудования за рубежом.	У2Сл1 Замена сварных соединений на альтернативные. У1Сл2 Заказ комплектующих через представителей в других странах.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что наиболее эффективными в сложившейся ситуации являются следующие стратегии:

1. Повышение конкурентоспособности оборудования за рубежом;
2. Необходимо найти зарубежные представительства поставщиков комплектующих.

#### 4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации

Оценим степень готовности научной разработки к коммерциализации и выясним уровень собственных знаний для ее проведения. Для этого заполним специальную форму, содержащую показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика конструкторского проекта.

Таблица 4.3 – Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно-технический задел	5	5
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	3	3
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	4	4
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	1	1
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	5
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	1	1
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	1	1
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	1	1
9.	Определены пути продвижения конструкторской разработки на рынок	3	3
10.	Разработана стратегия (форма) реализации конструкторской разработки	3	2

11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	1	1
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	2	2
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации конструкторской разработки	3	3
14.	Имеется команда для коммерциализации конструкторской разработки	4	4
15.	Проработан механизм реализации конструкторского проекта	1	1
	ИТОГО БАЛЛОВ	38	37

При проведении анализа по таблице, приведенной выше, по каждому показателю ставится оценка по пятибалльной шкале. При этом система измерения по каждому направлению (степень проработанности конструкторского проекта, уровень имеющихся знаний у разработчика) отличается. Так, при оценке степени проработанности конструкторского проекта 1 балл означает не проработанность проекта, 2 балла – слабую проработанность, 3 балла – выполнено, но в качестве не уверен, 4 балла – выполнено качественно, 5 баллов – имеется положительное заключение независимого эксперта. Для оценки уровня имеющихся знаний у разработчика система баллов принимает следующий вид: 1 означает не знаком или мало знаю, 2 – в объеме теоретических знаний, 3 – знаю теорию и практические примеры применения, 4 – знаю теорию и самостоятельно выполняю, 5 – знаю теорию, выполняю и могу консультировать.

Оценка готовности конструкторского проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i \quad (4.2)$$

где

$B_{\text{сум}}$  – суммарное количество баллов по каждому направлению;

$B_i$  – балл по  $i$ -му показателю.

Значение  $B_{\text{сум}}$  позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. Так, если значение  $B_{\text{сум}}$

получилось от 75 до 60, то такая разработка считается перспективной, а знания разработчика достаточными для успешной ее коммерциализации. Если от 59 до 45 – то перспективность выше среднего. Если от 44 до 30 – то перспективность средняя. Если от 29 до 15 – то перспективность ниже среднего. Если 14 и ниже – то перспективность крайне низкая.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что перспективность коммерциализации находится на среднем уровне. Этот уровень можно повысить путем более детального исследования коммерческой составляющей проекта, которая включает в себя анализ рынков сбыта, разработку бизнес-плана и т.д.

#### **4.5 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования**

Время продвижения товара на рынок во многом зависит от правильности выбора метода коммерциализации. Выделяют следующие методы коммерциализации научных разработок:

1. Торговля патентными лицензиями, т.е. передача третьим лицам права использования объектов интеллектуальной собственности на лицензионной основе.
2. Передача ноу-хау, т.е. предоставление владельцем ноу-хау возможности его использовать другим лицом, осуществляемое путем раскрытия ноу-хау.
3. Инжиниринг предполагает предоставление на основе договора инжиниринга одной стороной, именуемой консультантом, другой стороне, именуемой заказчиком, комплекса или отдельных видов инженерно-технических услуг.
4. Франчайзинг, т.е. передача или переуступка разрешения продавать чьи-либо товары или оказывать услуги в некоторых областях.

5. Организация собственного предприятия.
6. Передача интеллектуальной собственности в уставной капитал предприятия.
7. Организация совместного предприятия, т.е. объединение двух и более лиц для организации предприятия.
8. Организация совместных предприятий, работающих по схеме «российское производство – зарубежное распространение».

Таким образом, для данного научно-исследовательского конструкторского проекта наиболее предпочтительным является такой метод коммерциализации как организация собственного предприятия. Так как это позволит понизить стоимость изготовления оборудования, что в перспективе приведет к повышению прибыли.

#### 4.6 Инициация проекта

Устав научного проекта магистерской работы должен иметь следующую структуру:

1. Цели и результат проекта.

Приведем информацию о заинтересованных сторонах проекта, иерархии целей проекта и критериях достижения целей.

Под заинтересованными сторонами проекта понимаются лица или организации, которые активно участвуют в проекте или интересы которых могут быть затронуты как положительно, так и отрицательно в ходе исполнения или в результате завершения проекта. Информацию по заинтересованным сторонам проекта представим в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Научно-исследовательские лаборатории	Поставка оборудования, позволяющего производить исследования процессов взаимодействия водорода с твердыми телами в широком диапазоне температур и давлений
Компании, занимающиеся очисткой водорода	Поставка оборудования, позволяющего производить исследования диффузии водорода

Представим информацию об иерархии целей проекта и критерия достижения целей в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Цели и результаты проекта

Цели проекта:	Разработка оборудования, позволяющего производить исследования процессов взаимодействия водорода с твердыми телами в широком диапазоне температур и давлений
Ожидаемые результаты проекта:	Оборудование позволяющее определить сорбционные и десорбционные характеристики по водороду различных материалов, в том числе в новых функциональных материалах, как в ручном, так и в полностью автоматическом режимах проведения экспериментального исследования.
Критерии приемки результата проекта:	Апробация оборудования на известных материалах-накопителях водорода
Требования к результату проекта:	Требование:
	Высокая точность получаемых результатов
	Система измерения термодинамических параметров должна обеспечивать измерение термодинамических параметров газа с точностью $\pm 2\%$ для давления и $\pm 2^\circ\text{C}$ для температуры.
	Система подачи газов обеспечивает напуск газов, в том числе водорода, до максимального давления в вакуумном тракте и в камере 50 бар.

## 2. Организационная структура проекта.

Определим участников рабочей группы данного проекта, роль каждого участника в данном проекте, а также функции, выполняемые каждым из участников и их трудозатраты в проекте. Представим эту информацию в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1	Саквин И.С., ТПУ, магистр	Разработка газовой схемы оборудования	Основной разработчик проекта	492
2	Лидер А.М., ТПУ, профессор	Консультации по основным вопросам темы	Руководитель проекта	62
ИТОГО:				554

## 3. Ограничения и допущения проекта.

Ограничения проекта – все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а также «границы проекта» – параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованных в рамках данного проекта. Представим эту информацию в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	525679,8
3.1.1. Источник финансирования	НИ ТПУ
3.2. Сроки проекта:	5 месяцев
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	09.01.2020
3.2.2. Дата завершения проекта	31.05.2020

Таким образом, установлены цели и результаты проекта, рассмотрена организационная структура проекта, определены ограничения и допущения проекта.

#### 4.7 Планирование управления научно-исследовательского проекта

Для выполнения работы формируется рабочая группа, в состав которой входит научный руководитель проекта (НР) и инженер (И). После чего, в рамках проведения научного исследования выполняется ряд основных этапов, представленных в Таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Этапы работы	Исполнители	Загрузка исполнителей
1. Разработка задания на НИР	НР	НР – 100%
2. Постановка целей и задач, получение исходных данных	НР, Ст.	НР – 100% Ст. – 50%
3. Составление и утверждение ТЗ	НР, Ст.	НР – 100% Ст. – 10%
4. Подбор и изучение материалов по тематике	НР, Ст.	НР – 30% Ст. – 100%
5. Разработка календарного плана	НР, Ст.	НР – 100% Ст. – 10%
6. Разработка концепта исследования	НР, Ст.	НР – 50% Ст. – 100%
7. Поиск методов решения	НР, Ст.	Ст. – 100%

8. Обобщение и оценка результатов	Ст.	Ст. – 100%
9. Оформление отчета по НИР	Ст.	Ст. – 100%
10. Оформление расчетно-пояснительной записки	Ст.	Ст. – 100%
11. Подведение итогов	НР, Ст.	НР – 60% Ст. – 100%

В рамках планирования научного проекта необходимо построить календарный график проекта. Линейный график представлен в таблице 4.9.

Таблица 4.9 – Календарный план проекта

Этап	Исполнители	Продолжительность работ, дни			Трудоемкость работ по исполнителям, чел. - дн.			
		$t_{min}$	$t_{max}$	$t_{ож}$	$T_{РД}$		$T_{КД}$	
					НР	Ст.	НР	Ст.
1. Разработка задания на НИР	НР	6	12	8,4	10,08	-	12,15	-
2. Постановка целей и задач, получение исходных данных	НР, Ст.	16	20	17,6	21,12	10,56	25,45	12,72
3. Составление и утверждение ТЗ	НР, Ст.	3	6	4,2	5,04	0,5	6,07	7,31
4. Подбор и изучение материалов по тематике	НР, Ст.	4	7	5,2	1,87	6,24	2,25	2,71
5. Разработка календарного плана	НР, Ст.	7	18	11,4	13,68	1,67	16,48	19,86
6. Разработка концепта исследования	НР, Ст.	7	9	7,8	4,68	9,36	5,64	6,8
7. Поиск методов решения	НР, Ст.	3	6	4,2	-	5,04	-	6,07
8. Обобщение и оценка результатов	Ст.	10	20	14	-	16,8	-	20,24
9. Оформление отчета по НИР	Ст.	16	18	16,8	-	20,16	-	24,29
10. Оформление расчетно-пояснительной записки	Ст.	6	9	7,2	-	8,64	-	10,41
11. Подведение итогов	НР, Ст.	9	12	10,2	7,34	12,24	8,84	14,75
<b>Итого</b>		<b>87</b>	<b>137</b>	<b>107</b>	<b>63,81</b>	<b>91,21</b>	<b>76,88</b>	<b>125,16</b>

Диаграмма Гантта – тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

График строится в виде таблицы 10 с разбивкой по месяцам и декадам (10 дней) за период времени выполнения научного проекта. При этом работы на графике следует выделить различной штриховкой в зависимости от исполнителей, ответственных за ту или иную работу.

Таблица 4.10 – Календарный план-график проведения работ

Этап	НР	Ст.	Февраль			Март			Апрель			Май	
			10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110
1	12,15	-	■										
2	25,45	12,72	■	■									
3	6,07	7,31		■	■								
4	2,25	2,71			■								
5	16,48	19,86				■							
6	5,64	6,8					■						
7	-	6,07						■					
8	-	20,24							■				
9	-	24,29								■			
10	-	10,41									■		
11	8,84	14,75										■	■

НР - ■ ; Ст. - ■

Таким образом, построен план управления научным проектом, определены виды работ, установлены даты начала и окончания работ и состав участников.

#### 4.8 Бюджет научного исследования

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

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

Отразим стоимости всех материалов, используемых при разработке проекта, включая расходы на их приобретение и, при необходимости, на доставку.

Таблица 4.11 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Единица измерения	Кол-во	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, руб.
Персональный компьютер	шт	1	45000	45000
Программное обеспечение Solidworks Education Edition	шт	1	312000	312000
Программное обеспечение Windows	шт	1	13000	13000
Итого:				370000

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

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p, \quad (4.3)$$

где

$T_p$  – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (4.4)$$

где

$Z_m$  – месячный должностной оклад работника, руб.;

$M$  – количество месяцев работы без отпуска в течение года: 10,4;

$F_d$  – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{\text{тс}} \cdot (1 + k_{\text{пр}}) \cdot k_p, \quad (4.5)$$

$Z_{\text{тс}}$  – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

$k_{\text{пр}}$  – премиальный коэффициент, равный 0,3;

$k_p$  – районный коэффициент, равный 1,3 (г. Томск).

Таблица 4.12 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
– выходные дни	52	52
– праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени:		
– отпуск	48	48
– невыходы по болезни		
Действительный годовой фонд рабочего времени	251	251

Приведем расчет заработной платы для научного руководителя:

$$Z_M = 49150 \cdot (1 + 0,3) \cdot 1,3 = 83063,5 \text{ руб.}$$

$$Z_{\text{дн}} = \frac{83063,5 \cdot 10,4}{251} = 3441,67 \text{ руб.}$$

$$Z_{\text{осн}} = 3441,67 \cdot 8 = 27533,4 \text{ руб.}$$

Приведем расчет заработной платы для инженера:

$$Z_M = 12972 \cdot (1 + 0,3) \cdot 1,3 = 21992,68 \text{ руб.}$$

$$Z_{\text{дн}} = \frac{21992,68 \cdot 10,4}{251} = 911,25 \text{ руб.}$$

$$Z_{\text{осн}} = 911,25 \cdot 101 = 92036,3 \text{ руб.}$$

Расчет основной заработной платы приведем в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	Оклад, руб.	$k_{\text{пр}}$	$k_{\text{р}}$	$Z_M$ , руб	$Z_{\text{дн}}$ , руб.	$T_{\text{р. раб. дн.}}$	$Z_{\text{осн.}}$ , руб.
Руководитель	49150	0,3	1,3	83063,5	3441,67	8	27533,4
Инженер	12972	0,3	1,3	21992,68	911,25	101	92036,3
Итого:							119569,7

Отразим обязательные отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$C_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot Z_{\text{осн}}, \quad (4.6)$$

$k_{\text{внеб}}$  – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды.

Отчисления во внебюджетные фонды для Томского политехнического университета составляют 30,2 %.

Расчет отчислений во внебюджетные фонды приведем в таблице 4.14.

Таблица 4.14 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.
Руководитель	27533,4
Инженер	92036,3
Коэффициент отчислений	0,302
Итого:	36110,1

Расчитанная величина затрат научно-исследовательской работы является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции. Расчет бюджета научно-исследовательской работы приведен в таблице 4.15.

Таблица 4.15 – Расчет бюджета затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.
Материальные затраты	370000
Основная заработная плата	119569,7
Отчисления во внебюджетные фонды	36110,1
Бюджет затрат:	525679,8

Таким образом, проведено планирование бюджета научного исследования, рассчитаны материальные затраты, основная заработная плата руководителя и инженера, отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления). Бюджет затрат составил 525679,8 рублей.

#### **4.9 Определение ресурсной, 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:

Интегральный финансовый показатель разработки:

$$I_{\text{финр}}^{исп.i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (4.7)$$

$\Phi_{pi}$  – стоимость  $i$ -го варианта исполнения;

$\Phi_{\text{max}}$  – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

Интегральный показатель ресурсоэффективности:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (4.8)$$

где

$a_i$  – весовой коэффициент  $i$ -го варианта исполнения разработки;

$b_i$  – бальная оценка  $i$ -го варианта исполнения разработки.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности приведен в таблице 4.16.

Таблица 4.16 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии \ ПО	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,10	5	3
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,15	4	4
3. Помехоустойчивость	0,20	4	4
4. Энергосбережение	0,20	4	4
5. Надежность	0,25	4	4
6. Материалоемкость	0,10	5	3
Итого:	1	26	22

$$I_{\text{ТП}} = 5 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,25 + 5 \cdot 0,1 = 4,2$$

$$I_{\text{аналог}} = 3 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,15 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,1 = 3,8$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки  $I_{исп.i}$  определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{исп.i} = \frac{I_{р-исп.i}}{I_{финр.i}} \quad (4.9)$$

Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{ср} = \frac{I_{исп.1}}{I_{исп.2}} \quad (4.10)$$

Таблица 4.17 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Разработка	Аналог
	Интегральный финансовый показатель разработки	1	1
	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,2	3,8
	Интегральный показатель эффективности	4,2	3,8
	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,105	

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет понять и выбрать более эффективный вариант решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что разрабатываемый проект является более эффективным вариантом решения поставленной задачи по сравнению с предложенным аналогом, основываясь на показателях эффективности.

Выводы по главе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Потенциальными потребителями результатов исследования являются лаборатории, занимающиеся исследованиями процессов взаимодействия водорода с твердыми телами. Сегментирование рынка

- осуществляется по двум критериям: исследование процессов сорбции/десорбции водорода, исследование диффузии водорода.
2. В результате проведения анализа конкурентных технических решений сделан вывод о том, что устройство, использующее метод Сиверста, является наиболее предпочтительным, чем гравиметрический метод.
  3. В результате SWOT – анализа были выявлены сильные и слабые стороны исследования, а также угрозы и возможности последнего. Показано, что несмотря на имеющиеся недостатки и явные угрозы, в виде отсутствия отечественных аналогов комплектующих разрабатываемого устройства и возможных санкций на поставку комплектующих в Российскую Федерацию данное устройство имеет высокий потенциал за счет широкого функционала. Также данные угрозы можно ликвидировать, наладив поставку комплектующих через представительства других стран.
  4. Оценка степени готовности научной разработки к коммерциализации показала средний уровень, который можно повысить путем более детального исследования коммерческой составляющей проекта.
  5. В процессе планирования научно-исследовательского проекта построен план управления научным проектом, определены виды работ, установлены даты начала и окончания работ и состав участников.
  6. При планировании бюджета рассчитаны материальные затраты, основная заработная плата руководителя и инженера, отчисления во внебюджетные фонды. Бюджет затрат составил 525679,8 рублей.
  7. Оценка эффективности исследования показала, что разрабатываемый проект является более эффективным вариантом решения поставленной задачи по сравнению с предложенным аналогом.

## **5 Социальная ответственность**

### **Введение**

Для выполнения магистерской диссертации на тему «Разработка автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом» производилось создание трехмерной модели будущего устройства. Основной перечень работ производился на персональном компьютере в лаборатории Н1 Томского политехнического университета. Разрабатываемое устройство предназначено для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом в широком диапазоне температур и давлений.

### **5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности**

#### **5.1.1 Специальные правовые нормы трудового законодательства**

К работе с автоматизированным комплексом для исследования взаимодействия водорода с твердым телом допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющих медицинских противопоказаний, прошедших вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на рабочем месте. К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний правил электробезопасности, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы с электрооборудованием, ознакомленные с инструкцией по эксплуатации прибора имеющие не менее II группы по электробезопасности и получившие допуск к работе с газовыми баллонами, работающими под давлением [1].

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

По данной теме рассматриваются специальные законодательные и нормативные документы:

- инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В. Данная инструкция предназначена для всех категорий работников, занятых техническим обслуживанием электроустановок, проводящих в них оперативные переключения, организующих и выполняющих строительные, монтажные, наладочные, ремонтные работы, испытания и измерения;

- инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением. Данная инструкция предназначена для всех категорий работников, занятых обслуживанием и работой с баллонами, а также регламентирует средства индивидуальной защиты при работе и обслуживании баллонов;

- инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ. Данная инструкция предназначена для всех категорий работников, занятых эксплуатацией ПЭВМ и ВДТ (далее операторов): операторов ПЭВМ и ВДТ, работа которых связана с приемом и вводом информации, наблюдением и корректировкой решаемых задач по готовым программам; программистов, занятых на ПЭВМ и ВДТ разработкой, проверкой, отладкой программ; инженеров и техников ЭВМ и ПЭВМ, выполняющих профилактические и ремонтные работы, устанавливающих причины сбоев, работающих со схемами и другой техдокументацией; пользователей ПЭВМ и ВДТ, совмещающих работу оператора с основной работой и занятыми работой с ПЭВМ менее половины своего рабочего времени.

### **5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя**

Согласно ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения, рабочее место с дисплеем должно обеспечивать оператору возможность удобного выполнения работ в положении сидя и не создавать перегрузки костно-мышечной системы [4].

Основными элементами рабочего места оператора являются: рабочий стол, рабочий стул (кресло), дисплей, клавиатура. Рабочий стул должен быть подъемно-поворотным и регулируемым по высоте и углам наклона сиденья и спинки, а также расстоянию спинки от переднего края сиденья. Требования к каждому из этих элементов рабочего места рассмотрено в ГОСТ Р 50923-96 подробно [4]. Дисплей на рабочем месте оператора должен располагаться так, чтобы изображение в любой его части было различимо без необходимости поднять или опустить голову.

Дисплей на рабочем месте должен быть установлен ниже уровня глаз оператора. Угол наблюдения экрана оператором относительно горизонтальной линии взгляда не должен превышать  $60^\circ$  [4].

Помещение, в котором располагается рабочее место, имеет линейные размеры  $5,8 \times 5,31$  м и высоту 3 м и располагается на цокольном этаже. В помещении есть два окна размерами  $1,8 \times 1,5$  м, которые обеспечивают достаточное проникновение солнечного света, с противоположной стороны окон находится дверной проем.

## **5.2 Производственная безопасность**

Для идентификации потенциальных факторов был использован ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы.

Классификация» [6]. Перечень опасных и вредных факторов, характерных для проектируемой производственной среды представлены в таблице 1.1.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные Документы
	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
1.Повышенная или пониженная температура рабочей зоны	-	-	+	СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
2.Превышение уровня шума и вибраций		-	+	СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки и СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий.
3.Статические физические нагрузки	+	+	+	ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования и ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования
4.Недостаточная освещенность рабочей зоны		-	+	СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение.
5.Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека, повышенный уровень статического электричества и напряженности магнитного поля	-	-	+	ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов, ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты, ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества и ГОСТ 12.1.006-84* ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.

## **5.3 Анализ вредных и опасных факторов, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований**

### **5.3.1 Анализ вредных факторов**

#### **5.3.1.1 Недостаточная освещенность рабочей зоны**

Уровень освещенности, на рабочем месте, должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным по яркости. Учитывая особенности процесса работы за персональным компьютером (не требуется освещения для проведения работ наивысшей точности) возможно применение схемы общего равномерного освещения. Согласно СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение характеристика зрительной работы – высокой точности, разряд зрительной работы III г [7]. Для данной характеристики зрительной работы необходимая освещенность – 200 лк. [7].

Таким образом, была выбрана лампа ЛД, для которой световой поток и мощность составляют 4250 Лм и 40 Вт, соответственно. Тип ламп был выбран ОД размерами 1531×266 мм. Данный тип ламп был выбран согласно необходимому освещению рабочей зоны для работ высокой точности [7].

Размещение светильников в помещении определяется следующими параметрами:  $H=3$  – высота помещения;  $h_c = 0,2$  – расстояние светильников от перекрытия (свес) (м);  $h_n = H - h_c = 2,8$  – высота светильника над полом, высота подвеса (м);  $h_{рп} = 0,7$  – высота рабочей поверхности над полом (м).

Расчётная высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле 5.1:

$$h = h_n - h_{рп} = 2,8 - 0,7 = 2,1, \quad (5.1)$$

где  $L$  – расстояние между соседними светильниками или рядами (если по длине (А) и ширине (В) помещения расстояния различны, то они обозначаются  $L_A$  и  $L_B$ ). Расстояние определяется по формуле 5.2:

$$L = \lambda * h = 1,4 * 2,1 = 2,94, \quad (5.2)$$

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

Оптимальное расстояние  $l$  от крайнего ряда светильников до стены рекомендуется принимать равным  $L/3$  (формула 5.3).

$$l = \frac{L}{3} = \frac{2,94}{3} = 0,98. \quad (5.3)$$

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

Количество рядов светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{ряд}} = \frac{(B - \frac{2}{3}L)}{L} + 1 = \frac{(5,31 \text{ м} - \frac{2}{3} * 2,94 \text{ м})}{2,94 \text{ м}} + 1 = 2,14 \approx 2. \quad (5.4)$$

Количество светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{св}} = \frac{(A - \frac{2}{3}L)}{l_{\text{св}} + 0,5} = \frac{(5,8 \text{ м} - \frac{2}{3} * 2,94 \text{ м})}{1,531 \text{ м} + 0,5} = 1,89 \approx 2. \quad (5.5)$$

Количество люминесцентных ламп определяется по формуле:

$$N = n_{\text{ряд}} * n_{\text{св}} * 2 = 2 * 2 * 2 = 8. \quad (5.6)$$

Так как помещение больше имеет прямоугольную форму, то разумнее добавить в каждый ряд по одному дополнительному светильнику, тем самым уменьшив расстояние между светильниками в ряду до 50 см. Это позволит усилить освещённость помещения для более благоприятной работы за персональным компьютером. Согласно формуле 5.6 необходимое число светильников равно 4, а количество люминесцентных ламп равно 8.

На рисунке 5.1 изображен план лаборатории и расположения источников света с люминесцентными лампами.

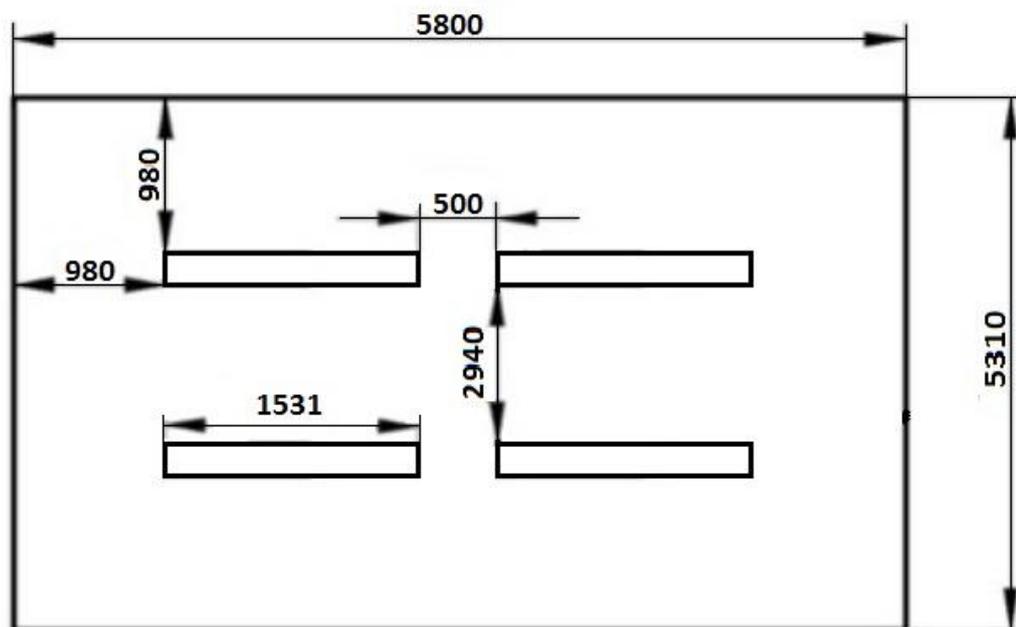


Рисунок 5.1 – План расположения источников света

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

$$\Phi_{\Pi} = \frac{E_k S K_3 Z}{N n} = \frac{200 \cdot 30,8 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{8 \cdot 0,56} = 2269 \text{ Лм}, \quad (5.8)$$

где  $E_n$  – нормируемая минимальная освещённость по СП 52.13330.2016,  $E_n=200$  Лк, для наименьшего размера объекта различения от 0,3 до 0,5 (Характеристика зрительной работы III г: Высокой точности);  $S$  – площадь освещаемого помещения,  $\text{м}^2$ ;  $K_3$  – коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника (источника света, светотехнической арматуры, стены прочее, т.е. отражающих поверхностей), наличие в атмосфере цеха дыма, пыли,  $K_3=1,5$  (Помещения с малым выделением пыли);  $Z$  – коэффициент неравномерности освещения, отношение  $E_{\text{ср}} / E_{\text{min}}$ . Для люминесцентных ламп при расчётах берётся равным 1,1;  $N$  – число ламп в помещении, 8;  $n$  – коэффициент использования светового потока 0,56.

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

Индекс помещения определяется по формуле 5.9:

$$i = \frac{S}{h(A+B)} = \frac{30,8}{2,1 \cdot 11,11} = 1,32. \quad (5.9)$$

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

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

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{ЛД} - \Phi_{П}}{\Phi_{ЛД}} \cdot 100\% \leq 20\%, \quad (5.10)$$

$$\frac{\Phi_{ЛД} - \Phi_{П}}{\Phi_{ЛД}} \cdot 100\% = \frac{4250 - 4537}{4250} \cdot 100\% = -6,7\%.$$

Таким образом:  $-10\% \leq -6,7\% \leq 20\%$ , необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

Так итогом расчета мощность осветительной системы равна:

$$P = 8 * 40 \text{ Вт} = 320 \text{ Вт}. \quad (5.11)$$

### 5.3.1.2 Пониженная или повышенная температура воздуха рабочей зоны

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

переохлаждения снижается температура тела, происходит сужение кровеносных сосудов, возникают сбои в работе сердечнососудистой системы [21].

Санитарными нормами, установленными для производственных помещений согласно СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [8] утверждены оптимальные и допустимые интервалы температуры воздуха, относительной влажности и скорости движения воздушных масс. Нормативы установлены с учетом тяжести выполняемой работы и времени года.

В таблице 5.2 отражены оптимальные климатические параметры в производственных помещениях для 1а категории согласно СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [8]. К таковым относятся работы, которые выполняются сидя и не требуют высокого физического напряжения с энергозатратами до 139 Вт.

Таблица 5.2 – Оптимальные климатические параметры [8]

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

Для достижения указанных параметров в таблице 5.2 в помещении лаборатории используются следующие средства коллективной защиты (СКЗ): кондиционирования воздуха в теплый период года, отопление помещения в холодный период года [6].

Профилактика перегрева организма работника в нагревающем микроклимате (теплый период года) включает следующие мероприятия [6]:

- нормирование верхней границы внешней термической нагрузки на допустимом уровне применительно к восьмичасовой рабочей смене;

- регламентация продолжительности воздействия нагревающей среды для поддержания среднесменного теплового состояния на оптимальном или допустимом уровне;

- использование специальных средств коллективной и индивидуальной защиты, уменьшающих поступление тепла извне к поверхности тела человека и обеспечивающих допустимый тепловой режим.

Защита от охлаждения (холодный период года) осуществляется посредством [6]:

- использования локальных источников тепла, обеспечивающие сохранение должного уровня общего и локального теплообмена организма;

- регламентации продолжительности непрерывного пребывания на холоде и продолжительности пребывания в помещении с комфортными условиями.

### **5.3.1.3 Повышенный уровень шума**

Основным источником шума на рабочем месте являются вакуумные насосы. Длительное воздействие шумовых колебаний на человека может привести к ослаблению слуха, а в некоторых случаях – к полной его потере. Загрязнение шумовыми колебаниями среды, на рабочем месте, негативно влияет на людей. Как следствие, у работающих, понижается внимание, увеличиваются затраты энергии при идентичной физической нагрузке, тормозятся психические реакции и т.п. Как итог – понижается производительность труда, страдает качество выполняемой работы [9].

Уровни шума на рабочих местах не должны превышать значений, утверждённых СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки [9], согласно виду трудовой деятельности – Высококвалифицированная работа, требующая сосредоточенности, административно-управленческая деятельность,

измерительные и аналитические работы в лаборатории уровни звука и эквивалентный уровни звука (дБА) не должны превышать 60 дБА, следовательно, данный вид трудовой деятельности относится к напряженному труду 1 степени, легкая физическая нагрузка [9].

В зависимости от конструктивного исполнения защита слуха от шума производится согласно ГОСТ 12.4.275-2014 (EN 13819-1:2002). Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органа слуха. Общие технические требования. Методы испытаний" [10]. Таким образом в лаборатории применяются: противошумных наушников, закрывающих ушную раковину снаружи; а также в лаборатории применяется СКЗ от шума – глушитель, данные глушители снижают уровень шума.

#### **5.3.1.4 Повышенный уровень вибраций**

Основным источником вибраций на рабочем месте являются вакуумные насосы. Согласно СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий, вибрация, передающаяся на ноги сидящего человека и на предплечья, контактирующие с вибрирующими поверхностями рабочих столов, относится к локальной вибрации [11]. Согласно СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий источником возникновения вибрации является – локальную вибрацию, передающуюся человеку от ручного механизированного инструмента (с двигателями), органов ручного управления машинами и оборудованием [11].

Нормируемым показателем вибрации на рабочем месте являются нормативные эквивалентные скорректированные значения и уровни виброускорения за рабочую смену. Согласно СанПиН 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на

рабочих местах [12] максимально допустимые нормативные эквивалентные скорректированные значения и уровни виброускорения для локальной вибрации составляют  $2,0 \text{ м/с}^2$  и 124 дБ [12].

Работа в условиях воздействия локальной вибрации с текущими среднеквадратичными уровнями, превышающими настоящие санитарные нормы более чем на 12 дБ (в 4 раза) по интегральной оценке, не допускается [12].

При значениях выше санитарных норм спектральных показателей вибрационной нагрузки на оператора необходимо предусмотреть СКЗ и индивидуальной защиты (СИЗ).

В лаборатории присутствует СКЗ от вибрации – виброзащитные подставки. Согласно ГОСТ 12.4.002-97 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства защиты рук от вибрации. Технические требования и методы испытаний [13] – защитой рук от вибрации являются – полуперчатки, перчатки [13].

### **5.3.2 Анализ опасных факторов**

#### **5.3.2.1 Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека**

Источником опасного фактора может являться неисправность проводки установки или персонального компьютера, которая может стать причиной поражения электрическим током. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [14], напряжение прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном режиме электроустановки не должны превышать 2 В и 0,3 А при переменном

токе 50 Гц. Персональный компьютер работает при переменном токе частотой 50 Гц и напряжении 220 В. Таким образом, согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [14], предельно допустимая продолжительность воздействия напряжения 220 В при частоте переменного тока 50 Гц составляет от 0,01 до 0,08 с.

Для обеспечения защиты от прямого прикосновения в лаборатории применяются следующие технические способы и средства согласно ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты [15]:

1. основная изоляция;
2. защитные оболочки;
3. безопасное расположение токоведущих частей, размещение их вне зоны досягаемости частями тела, конечностями;
4. защитное отключение;
5. ограничение установившегося тока прикосновения и электрического заряда;

### **5.3.2.2 Повышенный уровень статического электричества**

В лаборатории статическое электричество может возникнуть при работе оборудования. Согласно ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества [16] защитой от статического напряжения в лаборатории является:

1. отвод зарядов путем заземления корпусов оборудования и коммуникаций, а также обеспечение постоянного электрического контакта обращающихся веществ и тела, одежды человека с заземлением с целью снятия статического заряда;

2. отвод зарядов путем уменьшения удельных объемных и поверхностных электрических сопротивлений.

### **5.3 Экологическая безопасность**

Основными загрязняющими экологию факторами в лаборатории является:

1. Выделение парообразных масляных паров при работе пластинчато-роторных насосов. Необходимо улучшить систему улавливания / фильтрации масляных паров при работе пластинчато-роторных насосов, так как масло и масляные пары непосредственно влияют на атмосферу. В данный момент стоят фильтры, улавливающие масло и масляные пары, но все же, используемые фильтры не улавливают все вредные вещества. Согласно ГН 2.2.5.3532-18 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны [18] предельно-допустимые концентрации (ПДК) трансформаторного масла равны 5 мг/ 1 м<sup>3</sup>, класс опасности 3. Для защиты атмосферы от паров масла необходимо, чтобы при эксплуатации пластинчато-роторных насосов отвечала всем требованиям ГОСТ Р 53481-2009 Системы смазочные. Требования безопасности[19];

1. Выход из строя ПЭВМ и ЭВМ, данная оргтехника относится к VI классу опасности и подлежит специальной утилизации. Процедура утилизации должна соответствовать ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов. [20]

### **5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях**

**5.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований**

При обнаружении неисправностей работы разрабатываемого автоматизированного комплекса для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом необходимо выполнить следующие действия:

- выйти из программы;
- отключить питание компьютера;
- отключить автоматизированный комплекс от электросети;
- закрыть вентиль подачи газа;
- известить об этом вышестоящего руководителя.

В случае обнаружения утечки газа из баллона немедленно прекратить подачу газа из баллона согласно приказу Ростехнадзора от 25.03.2014 N 116 (ред. от 12.12.2017) Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением (Зарегистрировано в Минюсте России 19.05.2014 N 32326)[22] и сообщить об аварийной ситуации непосредственному руководителю.

При возникновении возгорания необходимо немедленно прекратить работу, закрыть баллон с газом, отключить электрооборудование, позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 112, сообщить о случившемся руководителю подразделения и приступить к тушению огня первичными средствами пожаротушения согласно ГОСТ Р 51057-2001 Техника пожарная. Огнетушители переносные. Общие технические требования. Методы испытаний [23].

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

несчастном случае поставить в известность руководителя структурного подразделения.

#### **5.4.2 Обоснование мероприятий по предотвращению ЧС и разработка порядка действия в случае возникновения ЧС**

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

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

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

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



Рисунок 5.2 – План эвакуации при пожаре и других ЧС из помещений учебного корпуса № 3, аудитория Н1

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации (рисунок 1.2), порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к выходу.

## Выводы

В данном разделе были рассмотрены необходимые правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности, в которых регламентируются условия труда, необходимые инструкции по работе со специальным оборудованием, а также гигиенические требования к организации работы.

Были проанализированы и выявлены опасные и вредные факторы производственной среды. К вредным факторам можно отнести: микроклимат, воздействие шума, вибраций и недостаточная освещенность. К опасному фактору можно отнести: повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может пройти через тело человека, повышенный уровень статического электричества и напряженности электрического поля.

К факторам рабочего места, влияющим на окружающую среду, является масляные пары и утилизация оргтехники. Для предотвращения негативного влияния эксплуатации установки используются необходимые газовые и масляные фильтры. Установка ежегодно проходит поверку и аттестацию.

Также были рассмотрены различные чрезвычайные ситуации при работе на спектрометре и поведение в них. Приведен план эвакуации при пожаре и других чрезвычайных ситуациях из помещения, в котором проводились работы.

## Заключение

Исследование взаимодействия водорода с твердыми телами представляет интерес на протяжении длительного времени. В настоящее время изучено огромное количество материалов и соединений способных накапливать в себе большое количество водорода. Одним из эффективных материалов – накопителей водорода можно считать гидридообразующие металлы и сплавы. Также в качестве материалов накопителей водорода все чаще рассматриваются композитные системы на основе металлов и сплавов, а также органические соединения и структуры, обладающие высокой емкостью. Например, различного рода углеродные наноструктуры (углеродные нанотрубки, фуллерены и т.п.) и металл - органические каркасные структуры MOF (Metal Organic Frameworks).

Для исследования сорбционных свойств различных материалов существует различное экспериментальное оборудование, позволяющее проводить эксперименты из различных агрегатных состояний (из электролита, из газовой фазы и из плазмы). При электролитическом наводороживании преобладает исследование только поверхностных процессов взаимодействия металлов с водородом, а внедрение водорода из плазмы может происходить только при малых давлениях, что ограничивает количество сорбированного водорода. Следовательно, наиболее перспективным методом исследования процессов сорбции водорода является внедрение водорода из газовой фазы. Устройства, использующие данный метод, способны производить эксперименты в широком диапазоне температур и давлений. Одними из таких устройств являются гравиметрические и волюметрические комплексы исследующие процессы сорбции/десорбции водорода.

В данной работе был произведен выбор функциональной схемы автоматизированного комплекса GRAM. Также на основе функциональной схемы устройства и существующих аналогов была разработана принципиальная схема, соответствующая конкретным параметрам.

Произведен расчет основных узлов на соответствие прочностным характеристикам. Основываясь на данном расчете запас прочности газовой камеры составляет 2,26 при ресурсе работы 10000 часов.

Использование отдельного тракта с газовым выходом позволяет производить эксперименты на проницаемость различных газов сквозь широкий класс материалов. Данная схема позволяет определять как время диффузии газа сквозь материал, так и состав проходящей газовой смеси.

Калибровка объемов газового тракта показывает высокую точность измерения термодинамических параметров системы, что говорит о работоспособности данного устройства.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Tehranchi A., Zhou X., Curtin W. A. A decohesion pathway for hydrogen embrittlement in nickel: Mechanism and quantitative prediction // *Acta Materialia*. – 2020. – Vol. 185. – P. 98–109.
2. Kudiiarov V. et al. Hydride rim formation in e110 zirconium alloy during gas-phase hydrogenation // *Metals*. – 2020. – Vol. 10. – №. 2. – P. 247.
3. Martin M. L. et al. Enumeration of the hydrogen-enhanced localized plasticity mechanism for hydrogen embrittlement in structural materials // *Acta Materialia*. – 2019. – Vol. 165. – P. 734-750.
4. Ren J. et al. Current research trends and perspectives on materials-based hydrogen storage solutions: a critical review // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2017. – Vol. 42. – №. 1. – P. 289-311.
5. Abe J. O. et al. Hydrogen energy, economy and storage: review and recommendation // *International journal of hydrogen energy*. – 2019. – Vol. 44. – №. 29. – P. 15072-15086.
6. Eriksson E. L. V., Gray E. M. A. Optimization and integration of hybrid renewable energy hydrogen fuel cell energy systems—A critical review // *Applied energy*. – 2017. – Vol. 202. – P. 348-364.
7. Eberle U., Felderhoff M., Schueth F. Chemical and physical solutions for hydrogen storage // *Angewandte Chemie International Edition*. – 2009. – Vol. 48. – №. 36. – P. 6608-6630.
8. Шалимов Ю. Н. и др. Электрохимические технологии реализации систем безопасного хранения водорода // *Вестник Воронежского государственного технического университета*. – 2018. – Т. 14. – №. 3.
9. Rizo-Acosta P., Cuevas F., Latroche M. Hydrides of early transition metals as catalysts and grain growth inhibitors for enhanced reversible hydrogen storage in nanostructured magnesium // *Journal of Materials Chemistry A*. – 2019. – Т. 7. – №. 40. – С. 23064-23075.

10. Abe J. O. et al. Hydrogen energy, economy and storage: review and recommendation //International Journal of Hydrogen Energy. – 2019. – Т. 44. – №. 29. – С. 15072-15086.
11. Cortez J. J. et al. Kinetic improvement of H<sub>2</sub> absorption and desorption properties in Mg/MgH<sub>2</sub> by using niobium ethoxide as additive //International Journal of Hydrogen Energy. – 2019. – Vol. 44. – №. 23. – P. 11961-11969.
12. Crivello J. C. et al. Review of magnesium hydride-based materials: development and optimisation //Applied Physics A. – 2016. – Vol. 122. – №. 2. – P. 97-117.
13. Gangu K. K. et al. Characteristics of MOF, MWCNT and graphene containing materials for hydrogen storage: A review //Journal of energy chemistry. – 2019. – Vol. 30. – P. 132-144.
14. Langmi H. W., Ren J., Musyoka N. M. Metal–organic frameworks for hydrogen storage //Compendium of Hydrogen Energy. – Woodhead Publishing, 2016. – P. 163-188.
15. Xemis-100. Next generation mixed gas and vapor gravimetric sorption analyzer [Электронный ресурс]. – URL: <https://hidenisochema.com/hiden-products/xemis-100/> (дата обращения: 17.06.2020).
16. Kudiiarov V. N. et al. Application of automated complex Gas Reaction Controller for hydrogen storage materials investigation //Advanced Materials Research. – Trans Tech Publications Ltd, 2013. – Vol. 740. – P. 690-693.
17. Voskuilen T., Zheng Y., Pourpoint T. Development of a Sievert apparatus for characterization of high pressure hydrogen sorption materials //International journal of hydrogen energy. – 2010. – Vol. 35. – №. 19. – P. 10387-10395.
18. Cheng H. H. et al. Design of PC based high pressure hydrogen absorption/desorption apparatus //International Journal of Hydrogen Energy. – 2007. – Vol. 32. – №. 14. – P. 3046-3053.
19. Wang J.Y. Comparing the hydrogen storage alloys – TiCrV and vanadium-rich TiCrMnV / J.Y. Wang, R.R. Jeng, J.K. Nieh, S. Lee, S.L. Lee, H.Y.

Bor // International journal of hydrogen energy. – 2007. – V. 32, N. 16. – P. 3959-3964

20. Яртысь В.А. Структурная химия гидридов интерметаллических соединений / В.А. Яртысь, В.В. Бурнашева, К.Н. Семенов // Успехи химии. – 1983. – Т. 52, №. 4. – С. 529-562

21. Wang J. S. On the diffusion of gases through metals //Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society. – Cambridge University Press, 1936. – Т. 32. – №. 4. – С. 657-662.

22. Руюцов А. Н., Олесов Ю. Г., Антонова М. М. Гидрирование титановых материалов. – Научная думка, 1971. – 127 с.

23. Mueller W. M., Blackledge J. P., Libowitz G. G. (ed.). Metal hydrides. – Elsevier, 2013. – 790 p.

24. Калабухова Н.А. Исследование процессов абсорбции и диффузии водорода в ГЦК металлах методом молекулярной динамики: дис. канд. ф.-м. наук: 01.04.07. – Алтайский государственный технический университет им. Ползунова, Барнаул, 2014 – 129 с.

25. Кудияров В. Н. и др. Особенности накопления и распределения водорода при насыщении титанового сплава ВТ1-0 электролитическим методом и из газовой среды //Журнал технической физики. – 2014. – Т. 84. – №. 9. – С. 117-121.

26. Гордиенко Ю. Н. и др. Применение метода водородопроницаемости в реакторных экспериментах по исследованию взаимодействия изотопов водорода с конструкционными материалами //Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2014. – Т. 324. – №. 2. – С. 149-162.

27. Hruška P. et al. Characterization of defects in titanium created by hydrogen charging //International Journal of Hydrogen Energy. – 2017. – Vol. 42. – №. 35. – P. 22557-22563.

28. Писарев А. А. и др. Проницаемость водорода через металлы //М.: МИФИ. – 2008. – Т. 144.

29. Falahati H., Barz D. P. J. Evaluation of hydrogen sorption models for AB5-type metal alloys by employing a gravimetric technique //International journal of hydrogen energy. – 2013. – Т. 38. – №. 21. – С. 8838-8851.
30. Wei T. Y. et al. A review on the characterization of hydrogen in hydrogen storage materials //Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2017. – Т. 79. – С. 1122-1133.
31. Broom D. P., Webb C. J. Pitfalls in the characterisation of the hydrogen sorption properties of materials //International Journal of Hydrogen Energy. – 2017. – Vol. 42. – №. 49. – P. 29320-29343.
32. Policicchio A. et al. Volumetric apparatus for hydrogen adsorption and diffusion measurements: Sources of systematic error and impact of their experimental resolutions //Review of scientific instruments. – 2013. – Т. 84. – №. 10. – С. 103907.
33. Lachawiec Jr A. J., DiRaimondo T. R., Yang R. T. A robust volumetric apparatus and method for measuring high pressure hydrogen storage properties of nanostructured materials //Review of Scientific Instruments. – 2008. – Т. 79. – №. 6. – С. 063906.
34. Zhou W. et al. Hydrogen and methane adsorption in metal– organic frameworks: a high-pressure volumetric study //The Journal of Physical Chemistry C. – 2007. – Т. 111. – №. 44. – С. 16131-16137.
35. Кудияров В. Н., Лидер А. М. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller Lp //Фундаментальные исследования. – 2013. – Т. 15. – №. 10. – С. 3466-3471
36. Broom D. P., Moretto P. Accuracy in hydrogen sorption measurements //Journal of alloys and compounds. – 2007. – Vol. 446. – P. 687-691.
37. Broom D. P., Thomas K. M. Gas adsorption by nanoporous materials: Future applications and experimental challenges //MRS bulletin. – 2013. – Vol. 38. – №. 5. – P. 412-421.

38. Bambalaza S. E. et al. Experimental demonstration of dynamic temperature-dependent behaviour of UiO-66 metal-organic-framework: Compaction of hydroxylated and dehydroxylated forms of UiO-66 for high pressure hydrogen storage //ACS Applied Materials & Interfaces. – 2020. – Vol. 12, – № 22, – P. 24883–24894
39. Liu J. et al. Long-term hydrogen storage performance and structural evolution of LaNi<sub>4</sub>Al alloy //Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – Vol. 731. – P. 172-180.
40. Voskuilen T. G., Pourpoint T. L. Methods for quantifying the influences of pressure and temperature variation on metal hydride reaction rates measured under isochoric conditions //Review of Scientific Instruments. – 2013. – Vol. 84. – №. 11. – P. 115102-115109.
41. Kudiiarov V. N. et al. The hydrogen sorption and desorption behavior in spherical powder of pure titanium used for additive manufacturing //International Journal of Hydrogen Energy. – 2017. – Vol. 42. – №. 22. – P. 15283-15289.

### **Список нормативной литературы**

1. ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).
2. ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования.
3. ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования.
4. ГОСТ Р 50923-96. Дисплей. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения.

5. СП 2.4.3648-20 «Санитарно-эпидемиологические требования к организациям воспитания и обучения, отдыха и оздоровления детей и молодежи».
6. ГОСТ 12.0.003-2015 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.
7. СНиП 23-05-95\* Естественное и искусственное освещение [Текст] - Москва: ССтандартинформ, 2018. – 121 с.
8. СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
9. СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки.
10. ГОСТ 12.4.275-2014 (EN 13819-1:2002). Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органа слуха. Общие технические требования. Методы испытаний".
11. СН 2.2.4/2.1.8.566–96. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий.
12. СанПиН 2.2.4.3359-16 Санитарно-эпидемиологические требования к физическим факторам на рабочих местах.
13. ГОСТ 12.4.002-97 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства защиты рук от вибрации. Технические требования и методы испытаний.
14. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов.
15. ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
16. ГОСТ 12.4.124-83. Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества
17. ГОСТ 12.1.006-84\* ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.

18. ГН 2.2.5.3532-18 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

19. ГОСТ Р 53481-2009 Системы смазочные. Требования безопасности.

20. ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов.

21. Беляков Г. И. Охрана труда и техника безопасности [Электронный ресурс]: учебник для прикладного бакалавриата / ГИ Беляков.—3-е изд., перераб. и доп.—Мультимедиа ресурсы (10 директорий; 100 файлов; 740МВ).—Москва: Юрайт, 2016.—1 Мультимедиа CD-ROM.—Бакалавр. Прикладной курс.—Электронные учебники издательства "Юрайт".—Электронная копия печатного издания.—Системные требования: Pentium 100 MHz, 16 Mb RAM //М.: Юрайт. – 2017. – Т. 404.

22. Приказ Ростехнадзора от 25.03.2014 N 116 (ред. от 12.12.2017) Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением (Зарегистрировано в Минюсте России 19.05.2014 N 32326).

23. ГОСТ Р 51057-2001Техника пожарная. Огнетушители переносные. Общие технические требования. Методы испытаний.

## Приложение А

### Раздел 1

#### Физические основы взаимодействия водорода с твердым телом

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0БМ91	Саквин Иван Сергеевич		

Руководитель ВКР (НОЦ) – Экспериментальной физики:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ИЯТШ	ОЭФ Лидер Андрей Маркович	д.т.н.		

Консультант – лингвист отделения иностранных языков ШБИП:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОИЯ ШБИП	Зяблова Наталия Николаевна	к.ф.н.		

## 1. Theoretical basis for hydrogen interaction with solids

### 1.2 Operation of gravimetric instruments for studying the processes of hydrogen sorption and desorption in solids

Low-density materials, highly porous materials, or materials for which density and volume are difficult to determine experimentally or even evaluate, are difficult to investigate using the Sievert's technique. However, these materials are often of greatest interest for use as accumulators of different gases.

The gravimetric method suggests some advantages over the Sieverts method since the weight of the sample is continuously measured during the study. The test specimen is typically placed in a bucket that is suspended from one side of the balance arm to a wire, rod or sleeve. On the other side of the lever, a similar suspension system is used with a container weight approximately equal to the sample weight. A simplified diagram of the instrument is shown in Figure 1 [1].

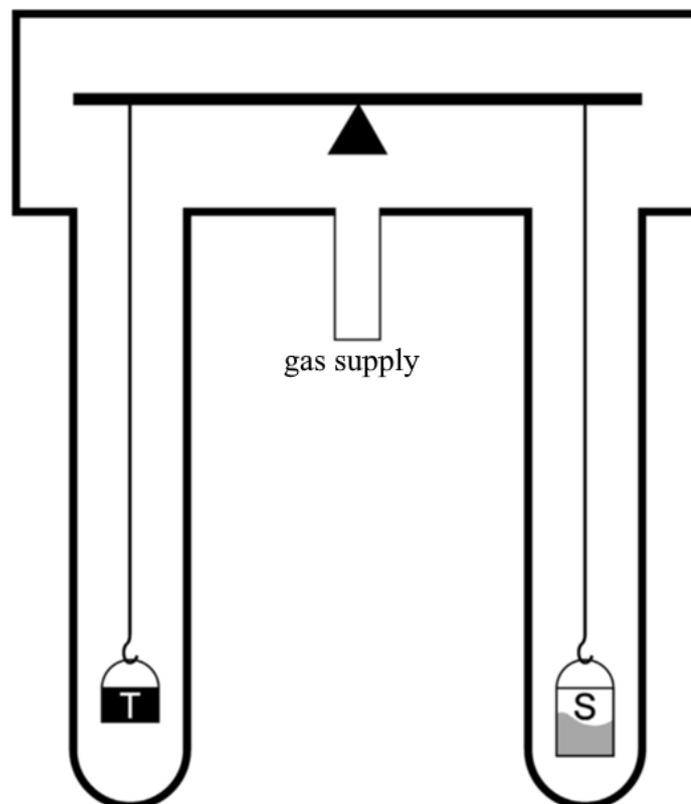


Figure 1. A simplified scheme of a gravimetric device using symmetrical balance when the sample (S) and the mass of the container (T) are suspended in a gas.

The scales then effectively measure the weight difference between the sample and the container. The gas pressure is usually increased in part, but any pressure increasing mechanism, such as a piston booster or flow controller, can be used. Absorption is determined by the increase in sample weight due to adsorbed gas. However, this weight should be adjusted for the total ejection force of the gas-absorbed sample. To calculate this force, it is necessary to know the temperature and pressure of the gas displaced by the sample volume, as well as the sample volume itself. This is equivalent to volume correction to account for voids in the Sieverts' technique and therefore requires knowledge of sample volume as a function of gas absorption. Volumes of fixed fixtures (balancer, wire supports, buckets, etc.) on both sides must also be determined to calculate the positive and negative effects of the ejection force at each pressure and temperature used.

When determining the amount of sorbet gas, the error in the measurement of various values is considered. In general, if the values of  $x$  are not correlated and estimates of the error of  $u$  individual values are equivalent to statistical errors, then the total error in the function of  $N$  variables can be calculated as a square root from the variance defined as

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (1)$$

Where  $u^2(y)$  is the variance of the value of the function  $y = f(x_1, \dots, x_N)$ , and  $u^2(x_i)$  is the variance of individual values of  $x_i$ .

If  $n$  is the number of moles of gas in a system with volume  $V$  at pressure  $P$  and temperature  $T$ , then the error  $\delta n$  can be calculated from the equation of non-ideal gas.

$$\left( \frac{\delta n}{n} \right)^2 = \left( \frac{\delta P}{P} \right)^2 + \left( \frac{\delta V}{V} \right)^2 + \left( \frac{\delta T}{T} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z}{Z} \right)^2 \quad (2)$$

Where  $\delta P$  is the absolute error in pressure measurement (and similarly for other values), and  $Z$  is the compressibility for a non-ideal gas.  $(\delta P/P)$  represents the relative error in pressure measurement.

In the gravimetric method, the weight of the sample is measured and, after compensating for the effect of the ejection force, the weight of the absorbed gas can be determined. During absorption at a certain pressure, the difference between the weight of the sample and the ejection force (which is usually represented in units of mass) is measured.

$$M_B^k = m^k - \frac{B^k}{g} \quad (3)$$

where  $M_B^k$  is the weighting at step  $k$ ,  $m_k$  is the mass of the sample (plus the absorbed gas) at the end of step  $k$ , and  $B^k$  is the ejection force at step  $k$  (provided that the balance is maintained without considering the mass of the sample at  $P = 0$ ).

From the expression (3), the mass of the sample plus the absorbed gas can be obtained.

$$m^k = M_B^k + \frac{B^k}{g} \quad (4)$$

This expression can be expressed as

$$m^k = m^0 + \Delta m^k \quad (5)$$

Where  $m^0$  is the initial sample mass at  $P = 0$  and  $\Delta m^k$  is the absorbed gas mass at pressure step  $k$ .

$$\begin{aligned} m^k &= m^0 + \Delta m^k = M_B^k + \frac{B^k}{g} \\ \Delta m^k &= M_B^k + \frac{B^k}{g} - m^0 \end{aligned} \quad (6)$$

This is true both for the traditional bilateral balance and for the unilateral balance (without packaging). The ejection force is the weight of the displaced gas

$$\frac{B^k}{g} = \frac{M_g P^k V_s}{R Z_s^k T_s^k} - \frac{M_g P^k V_t}{R Z_t^k T_t^k} + \frac{M_g P^k V_x^k}{R Z_s^k T_s^k} \quad (7)$$

where  $M_g$  is the molar weight of the gas used,  $g$  is the acceleration of free fall,  $V_s$  and  $V_t$  are the total volume of the components (excluding sample) on sample side and weighing container, respectively,  $V_x^k$  - sample volume in step  $k$ ,  $P^k$  - system pressure,  $Z_s^k = Z(P^k, T_s^k)$  and  $Z_t^k = Z(P^k, T_t^k)$  are the gas compressibility on the sample and container sides, respectively, and  $T_s^k$  and  $T_t^k$  are the gas temperatures on the sample and container sides, respectively.

From equations (6) and (7), the total gas absorption (in moles) in step k can be determined.

$$n_{abs}(k) = \frac{\Delta m^k}{M_g} = \frac{P^k V_s}{RZ_s^k T_s^k} - \frac{P^k V_t}{RZ_t^k T_t^k} + \frac{P^k V_x^k}{RZ_s^k T_s^k} + \frac{M_b^k}{M_g} - \frac{m^0}{M_g} \quad (8)$$

From this, and using equations (1) and (2), the absolute absorption error can be calculated:

$$\begin{aligned} (\delta n_{abs}(k))^2 = & \left( \left( \frac{\delta P^k}{P^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta V_s}{V_s} \right)^2 + \left( \frac{\delta T_s^k}{T_s^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z_s^k}{Z_s^k} \right)^2 \right) \left( \frac{P^k V_s}{RZ_s^k T_s^k} \right)^2 + \\ & + \left( \left( \frac{\delta P^k}{P^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta V_t}{V_t} \right)^2 + \left( \frac{\delta T_t^k}{T_t^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z_t^k}{Z_t^k} \right)^2 \right) \left( \frac{P^k V_t}{RZ_t^k T_t^k} \right)^2 + \\ & + \left( \left( \frac{\delta P^k}{P^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta V_x}{V_x} \right)^2 + \left( \frac{\delta T_s^k}{T_s^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta Z_s^k}{Z_s^k} \right)^2 \right) \left( \frac{P^k V_x^k}{RZ_s^k T_s^k} \right)^2 + \\ & + \left( \left( \frac{\delta M_b^k}{M_b^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta M_g}{M_g} \right)^2 \right) \left( \frac{M_b^k}{M_g} \right)^2 + \left( \left( \frac{\delta m^0}{M_b^k} \right)^2 + \left( \frac{\delta M_g}{M_g} \right)^2 \right) \left( \frac{m^0}{M_g} \right)^2 \end{aligned} \quad (9)$$

It should be noted that  $P^k V_s / RZ_s^k T_s^k$ ,  $P^k V_t / RZ_t^k T_t^k$ , and  $P^k V_x^k / RZ_s^k T_s^k$  are the number of moles of gas displaced by the sum of the fixed volumes on the sample side, the sum of the fixed volumes on the container side, and the volume of the sample in step k, respectively.

This provides a relatively simple expression that can be used to calculate the gas absorption error in the gravimetric method and can be included in any spreadsheet that calculates the absorption.

In the above equation (9), absorption is calculated in moles of gas. Typically, experimental results are expressed either as a molar ratio (e.g., H/M), where moles of absorbed gas are divided by a mole of sample, or as a mass ratio wt%, which is calculated as the ratio of the mass of absorbed gas to the mass of sample plus gas. The following expression is used to calculate wt%:

$$wt\% = \frac{m_g}{m_0 + m_g} \times 100 = \frac{n_{abs} \times M_g}{m_0 + (n_{abs} \times M_g)} \quad (10)$$

where  $m_g$  is the mass of the absorbed gas and  $m_0$  is the initial mass of the sample.

### 1.3 Principle of operation of volumetric devices for the investigation of hydrogen sorption and desorption processes in solids

Volumetric devices have been widely used for the study of hydrogen sorption/desorption processes in solids. These complexes can conduct studies in a wide range of pressures and temperatures. Figure 8 shows how the Gas Reaction Controller volumetric system works [2].

First, a predetermined amount of hydrogen that will be embedded in the solid is introduced into the reservoir. Then, the molar volume of the gas ( $N_0$ ) is determined by parameters such as pressure and temperature. Between them there is a valve to transfer hydrogen from the tank to the reaction chamber of the sample. The completion of the reaction occurs when a certain amount of hydrogen enters the solid. As a result, in the tank and the chamber with the test sample, the total molar amount of hydrogen ( $N_g$ ) is calculated. The amount of hydrogen absorbed by the sample is calculated as the difference between the molar volume of the gas introduced into the chamber and the molar amount of hydrogen upon completion of the reaction:

$$N_s = N_0 - N_g. \quad (11)$$

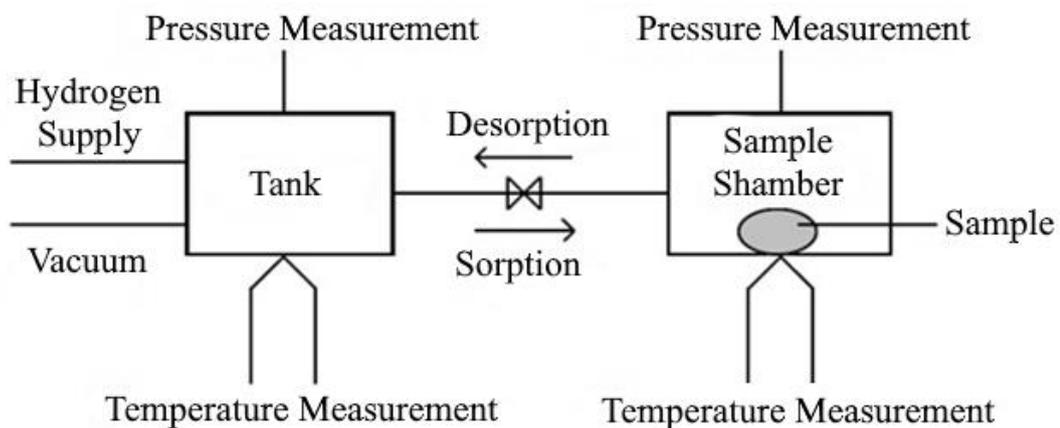


Figure 2. Principle of operation of the automated GRC complex

The original hydrogen content of the sample should also be considered. So, if a certain amount of hydrogen ( $N_{s0}$ ) is already present in the solid (for example,

hydride formed after electrochemical methods of analysis of the sample), which is known to the researcher, then before the reaction, a corresponding value of the hydrogen content is introduced into the program. Considering the initial concentration of hydrogen in the test sample, formula 1 is converted into the following form:

$$N_s = N_{s0} + N_0 - N_g. \quad (12)$$

The accuracy of the above complex is limited by the accuracy of temperature and pressure measurements since the molar volume of hydrogen is calculated according to the law of the ideal gas. Therefore, if the temperature is kept constant throughout the experiment, a minimum error pressure determination is necessary to successfully determine the amount of hydrogen absorbed by the sample. At N. s. the measurement accuracy of the amount of absorbed hydrogen per GRC during the study is 0.3 cm<sup>3</sup>.

The different quantitative ratio of hydrogen in the reaction chamber depending on the stage of investigation (before, during, and after the experiment) is determined by three gas parameters. The equation for one mole of gas is as follows:

$$\frac{pV}{RT} = 1 + \frac{B(T)}{V} + \frac{C(T)}{V^2} + \frac{D(T)}{V^3}. \quad (13)$$

Here, B (T), C (T) and D (T) are the second, third and fourth coefficients determined from the Beattie and Bridgeman equation, containing five special gas constants, which are included in the following calculation formulae:

$$B(T) = B_0 - \frac{A_0}{RT} - \frac{c}{T^3}, C(T) = -B_0b + \frac{A_0a}{RT} - \frac{B_0c}{T^3}, D(T) = \frac{B_0bc}{T^3}. \quad (14)$$

Values of constants for hydrogen: A<sub>0</sub> = 0.1975, a = -0.00506, B<sub>0</sub> = 0.02096, b = -0.04359, c = 504.

To calculate the number of gas molecules in a chamber with a known volume at a given pressure and temperature, the following formula is calculated from equations 13 and 14:

$$n = \left(\frac{pV}{RT}\right) / \left\{1 + B(T) \frac{n}{V} + C(T) \frac{n^2}{V^2} + D(T) \frac{n^3}{V^3}\right\} \quad (15)$$

The number of hydrogen molecules  $n$  is determined by the operational method. The amount of hydrogen adsorbed by the solid can be determined at absolute ( $\text{cm}^3$ ) and relative (wt%) values. To calculate the absolute amount of adsorbed hydrogen, the molar volume of hydrogen calculated using the formula 11 or 12 must be multiplied by 22413.6. To calculate the relative value of adsorbed hydrogen, use the formula:

$$wt = \frac{N_S \cdot M_G}{m \cdot 100} \text{ (mass. \%)} \quad (16)$$

In this formula,  $M_G$  is the molar mass of the gas;  $m$  is the mass of the test sample. To determine the ratio ( $x$ ) of the amount of adsorbed gas atoms to the atoms of the test sample, it is determined by the formula:

$$x = \frac{2N_S}{n/M} = \frac{2M}{M_G} \frac{wt}{100} = \frac{M \cdot wt}{100.79} \quad (17)$$

## REFERENCES

1. Broom D. P., Webb C. J. Pitfalls in the characterisation of the hydrogen sorption properties of materials //International Journal of Hydrogen Energy. – 2017. – T. 42. – №. 49. – C. 29320-29343.
2. Kudiyarov V.N., Leader A.M. Studying hydrogen sorption and desorption processes using the automated Gas Reaction Controller Lp complex // Fundamental Research. - 2013. - T. 15. - No. 10. [in Russian]