

Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки 03.04.02 Физика
 ООП/ОПОП Физика конденсированного состояния
 Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА МАГИСТРАНТА

Тема работы
Сорбционные характеристики накопителей водорода на основе Ti-Cr-V, синтезированных методом электро-дугового плавления и в плазме аномального тлеющего разряда

УДК 669.295.5:669.788.081.2:621.365.22

Обучающийся

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ ТПУ	Сыртанов М.С.	К.Т.Н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Маланина В. А.	к.э.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Сечин А. А.	К.Т.Н		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП/ОПОП, должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой - руководитель отделения на правах кафедры	Лидер А.М.	д.т.н., профессор		

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОСВОЕНИЯ ООП/ОПОП

Код компетенции	Наименование компетенции
Универсальные компетенции	
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий.
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла
УК(У)-3	Способен организовать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели
УК(У)-4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
УК(У)-6	Способен определить и реализовать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки
Общепрофессиональные компетенции	
ОПК(У)-1	Способен применять фундаментальные знания в области физики для решения научно-исследовательских задач, а также владеть основами педагогики, необходимыми для осуществления преподавательской деятельности
ОПК(У)-2	Способен в сфере своей профессиональной деятельности организовывать самостоятельную и коллективную научно-исследовательскую деятельность для поиска, выработки и принятия решений в области физики
ОПК(У)-3	Способен применять знания в области информационных технологий, использовать современные компьютерные сети, программные продукты и ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» (далее – сеть «Интернет») для решения задач профессиональной деятельности, в том числе находящихся за пределами профильной подготовки
ОПК(У)-4	Способен определять сферу внедрения результатов научных исследований в области своей профессиональной деятельности
Профессиональные компетенции	
ПК(У)-1	Способен самостоятельно ставить конкретные задачи научных исследований в области физики конденсированного состояния и решать их с помощью современной аппаратуры и информационных технологий с использованием новейшего отечественного и зарубежного опыта
ПК(У)-2	Способен свободно владеть разделами физики, необходимыми для решения задач в профессиональной области и применять результаты научных исследований в проектной деятельности.
ПК(У)-3	Способен планировать и проводить фундаментальные исследования по проектам в области ядерно-физических исследований, взаимодействия излучения с веществом, модернизации современных и создания новых методов изучения механических, электрических, магнитных, тепловых свойств твердых тел

ПК(У)-4	Способен обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научных исследований
ПК(У)-5	Способен методически грамотно строить планы лекционных и практических занятий по разделам учебных дисциплин и публично излагать теоретические и практические разделы дисциплин в соответствии с утвержденными учебно-методическими пособиями при реализации программ бакалавриата в области физики
ПК(У)-6	Способен руководить научно-исследовательской деятельностью в профессиональной области обучающихся по программам бакалавриата



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

Инженерная школа ядерных технологий
Направление подготовки (ООП/ОПОП) 03.04.02 Физика
Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП/ОПОП
_____ Лидер А.М.
(Подпись) (Дата)

ЗАДАНИЕ на выполнение выпускной квалификационной работы

Обучающийся:

Группа	ФИО
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич

Тема работы:

Сорбционные характеристики накопителей водорода на основе Ti-Cr-V, синтезированных методом электро-дугового плавления и в плазме аномального тлеющего разряда	
<i>Утверждена приказом директора (дата, номер)</i>	№ 142-9/с от 22.05.2023

Срок сдачи обучающимся выполненной работы:	06.06.2023
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к функционированию (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.)</i></p>	<p>Объектом исследования являются материалы-накопители водорода на основе TiVCr. Целью работы является синтез материалов накопителей TiVCr с различной стехиометрией методами электро-дуговой плавки и методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда.</p>
<p>Перечень разделов пояснительной записки подлежащих исследованию, проектированию и разработке <i>(аналитический обзор литературных источников 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"> – Литературный обзор – Синтез материалов-накопителей методами электро-дуговой плавки и методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда – Циклирование полученных материалов – Изучение фазового и структурного состава материалов с помощью рентгеновской дифракции – Социальная ответственность – Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение – Заключение

Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>		
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>		
Раздел	Консультант	
Социальная ответственность	Сечин Андрей Александрович, Доцент ООД ШБИП	
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Маланина Вероника Анатольевна, Доцент ОСГН	
Названия разделов, которые должны быть написаны на иностранном языке:		
Глава 2. Материалы и методы исследования		

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

Задание выдал руководитель / консультант (при наличии):

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ ТПУ	Сыртанов М.С.	к.т.н.		

Задание принял к исполнению обучающийся:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич		



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

Инженерная школа ядерных технологий

Направление подготовки (ООП/ОПОП) 03.04.02 Физика

Уровень образования магистратура

Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

Период выполнения _____ (осенний / весенний семестр 2022/2023 учебного года)

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН выполнения выпускной квалификационной работы

Обучающийся:

Группа	ФИО
	Жданов Андрей Евгеньевич

Тема работы:

Сорбционные характеристики накопителей водорода на основе Ti-Cr-V, синтезированных методом электро-дугового плавления и в плазме аномального тлеющего разряда
--

Срок сдачи обучающимся выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
15.09.2022	Аналитический обзор литературы	15
25.12.2022	Синтез материалов-накопителей методами электро-дуговой плавки и методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда	15
05.02.2022	Циклирование полученных материалов	20
30.04.2023	Изучение фазового и структурного состава материалов с помощью рентгеновской дифракции	15
01.05.2023	Социальная ответственность	15
01.05.2023	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
25.05.2023	Заключение	5

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ ТПУ	Сыртанов М.С.	к.т.н.		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП/ОПОП

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

Обучающийся

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич		

РЕФЕРАТ

Магистерская диссертационная работа 108 страницы, 33 рисунка, 26 таблиц, 50 источников, 1 приложение.

Ключевые слова: материалы-накопители водорода, максимальная емкость по водороду, электро-дуговая плавка, сорбция/десорбция водорода.

Объектом исследования являются материалы-накопители водорода на основе Ti-V-Cr, полученными методами электродуговой плавки и плавлением в плазме аномального тлеющего разряда.

Целью работы является синтез сплава TiVCr с различной стехиометрией $Ti_{21.5}V_{40}Cr_{38.5}$ и $Ti_{33}V_{33}Cr_{33}$ методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда.

В данной работе впервые получены материалы-накопители водорода на основе Ti-V-Cr со стехиометрией $Ti_{21.5}V_{40}Cr_{38.5}$ и $Ti_{33}V_{33}Cr_{33}$ методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда.

Область применения: полученные материалы могут использоваться в качестве материалов-накопителей водорода.

Экономическая эффективность/значимость работы заключается в создании материалов-накопители водорода с более высокой сорбционной емкостью по водороду, по сравнению с аналогами.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	10
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	11
1.1 Классификация гидридообразующих накопителей водорода.....	11
1.1.2 Система Ti-V-Cr.....	14
1.2. Сорбционные характеристики материалов накопителей на основе Ti	17
1.3. Особенности сорбционных процессов.....	21
1.4. Влияние добавок на сорбционные характеристики	24
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	33
2.1. Подготовка исходного порошка	33
2.2. Синтез материала	33
2.3. Дифракционный метод.....	35
2.4. Взаимодействие порошка с водородом	38
2.5. Сканирующая электронная микроскопия.....	39
ГЛАВА 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ	42
4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.....	55
4.1 Предпроектный анализ	55
4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования	55
4.1.2 Анализ конкурентных технических решений.....	56
4.2 Планирование научно-исследовательских работ	60
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования.....	60
4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ.....	61
4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования.....	62

4.3 Бюджет научно-технического исследования	68
4.3.1. Расчёт материальных затрат исследования.....	68
4.3.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ..	68
4.3.3. Основная заработная плата исполнителей исследования.....	69
4.3.4. Дополнительная заработная плата исполнителей темы	70
4.3.5. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)....	70
4.3.6. Расчет затрат на научные и производственные командировки	71
4.3.7. Накладные расходы (расчёт затрат на электроэнергию).....	71
4.3.8. Формирование бюджета затрат	72
4.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	72
5. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	78
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	78
5.2 Производственная безопасность	79
5.3 Экологическая безопасность.....	87
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	88
5.5 Выводы по главе.....	89
Заключение	91
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ	92
Приложение А	97

ВВЕДЕНИЕ

Решения проблем изменения климата, энергетической безопасности и рисков, связанных с будущим истощением ресурсов в связи с увеличением численности населения планеты и технологическим развитием, являются ключевыми проблемами на данном этапе человеческой цивилизации. Для решения этой проблемы следует проводить использование возобновляемых источников энергии [1]. Поиск оптимальных материалов для хранения водорода, которые будут обладать более высокой плотностью по сравнению с сжатым и жидким водородом и способны обеспечивать циклическое поглощение и высвобождение водорода, стало сейчас одной из главных задач [1].

Материалы-накопители водорода являются ключевыми для развития возобновляемой энергии. Они обеспечивают возможность безопасного хранения водорода высокой плотности при комнатной температуре, что является более продвинутой технологией, чем системы газового и жидкого хранения водорода [1]. Это делает системы, основанные на материалах для хранения водорода, очень перспективными средствами для различных видов использования, включая возобновляемую энергетику. Группа материалов-накопителей на основе Ti-V-Cr является одним из наиболее перспективных типов материалов-накопителей благодаря их высокой емкости около 3-4 масс.% и относительной безопасности, но проблемой остается понимание влияния состава и добавок на сорбционные характеристики [2].

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Классификация гидридообразующих накопителей водорода

Одним из наиболее вероятных заменителей органического топлива энергоносителей для транспорта и энергетики в целом является водород. Основными способами получения водорода являются: электролиз, реформинг, газификация, термохимические циклы и биологическое производство. На данный момент в мире существует проблема, связанная с высокой стоимостью перевозки и хранением водорода. Эта проблема связана с тем, что водород имеет невысокую плотность в газообразном состоянии. В связи с этим, рассматриваются следующие решения данной проблемы: хранить водород в газообразном состоянии в баллонах с сжатым воздухом при температуре около 300 К и при давлении не выше 200 бар, криoadсорбционный способ, применение углеродных нанотрубок и фуллеренов, применение интерметаллидов, сплавов и композитных материалов. Одни из наиболее перспективных методов является применение различных сплавов интерметаллидов, так как этот метод является относительно безопасным, удобен в использовании, материалы, используемые в данном методе, хорошо изучены, технологии известны и хорошо отработаны. К недостаткам можно отнести: высокие рабочие температуры, при циклическом процессе, деградация сорбционных/десорбционных свойств, дороговизна [2].

Материалы-накопители должны удовлетворять нескольким требованиям:

- иметь высокую сорбционную емкость;
- эффективно взаимодействовать с водородом при комнатной или относительно невысокой температуре и давлениях близких к атмосферному, а также достигать обратимости этого взаимодействия;
- иметь высокую эффективную емкость;
- не чувствительны к газовым примесям (O_2 , CO , H_2O), которые присутствуют в водороде;

- обладать циклической стабильностью;
- не иметь высокой стоимости.

Однако, чистые металлы не могут использоваться в качестве материалов-накопителей водорода из-за различных причин. Гидриды магния, титана и ванадия, например, требуют высоких температур для разложения, что делает их непригодными для промышленных целей. В свою очередь, использование ванадия как материала-накопителя затрудняется из-за его высокой стоимости [4.5]. Вместо этого, возможно использование сплавов, содержащих металлы, образующие стабильные гидриды (Mg, Ti, Zr, Nb, редкоземельные элементы), а также металлов, используемых в качестве катализаторов химических реакций (Cr, Fe, Mn, Co, Ni, Cu), в качестве материалов-накопителей водорода. Существуют различные типы таких сплавов. [5].

- сплавы на основе титана;
- сплавы на основе магния;
- сплавы на основе циркония;
- сплавы на основе редкоземельных металлов (РЗМ);
- сплавы на основе других металлов и сплавов.

В таблице 1.1 представлены некоторые интерметаллические соединения и их эксплуатационные характеристики.

Таблица 1.1. Гидридообразующие материалы для хранения водорода.

Материал	Рабочий интервал		Содержание H, масс %
	T, C	P, атм	
Ti	500-600	1-10	4.0
V	0-200	1-200	3.8
Mg	300-400	1-10	7.6
V-Cr-Mn	0-200	1-150	1.8-3.7
Ti-Al-Ni	200-600	1-10	3-5

Из таблицы видно, что большее содержание водорода по массовому значению имеет магний. Однако его температура гидрирования/дегидрирования высока, для безопасного использования. Титан имеет также высокую температуру гидрирования/дегидрирования и его массовое содержание водорода ниже, чем у магния. Использование сплавов позволяет достигнуть средних характеристик по содержанию водорода, при этом значительно снизить температуры входу/выхода водорода в материал.

1.1.1. Взаимодействие водорода с материалами накопителями

При химическом взаимодействии металла активно поглощает водород [5]. При контакте водорода с материалом, на поверхности материала образуются атомы водорода, которые диффундируют внутрь сплава, образуя гидрид металла [5]. В кристаллической решётке металла водород занимает либо тетраэдрические, либо октаэдрические позиции. В данных позициях атом водорода окружён четырьмя и шестью атомами металла. На рисунке 1.1 представлены расположение тетраэдрических и октаэдрических позиций атомов водорода в решётках для ГПУ, ГЦК и ОЦК решеток [6].

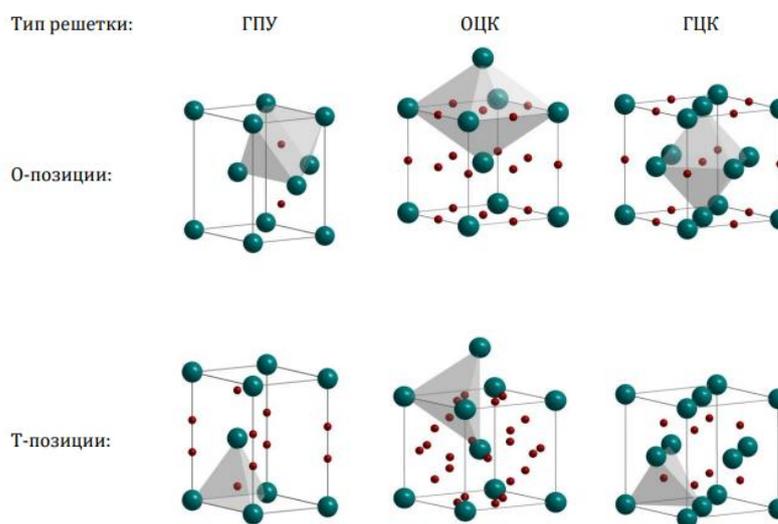
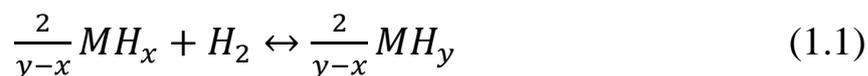


Рисунок 1.1 – Октаэдрические (О) и тетраэдрические (Т) позиции в ГПУ-, ОЦК- и ГЦК решётках металла

Реакция сорбции и десорбции водорода при определенных условиях:



Для диссоциации молекулы H_2 , системе необходимо сообщить дополнительную порцию энергии, которая называется энергией диссоциации. Для гидрирования материала проводят процесс активации [6]. Насколько быстро и легко будет проходить процесс поступления водорода в материал, влияют следующие факторы: структура поверхности материала и величина энергетического барьера. Для ускорения процесса активации, повышают поверхность взаимодействия с водородом, путём формирования порошка из материала.

На активационный процесс сорбции водорода оказывает влияние ряд факторов, таких как особенности поверхностного слоя и оксидного слоя на поверхности сплава, включая такие примеси, как кислород, азот и вода, а также компоненты, используемые для расщепления молекул водорода на атомы. Характеристики матрицы сплава также играют роль: сродство металлических атомов и атомов водорода, скорость диффузии водорода в сплаве, а также склонность матрицы к возникновению трещин при поглощении водорода. Поглощение водорода может также привести к легкой механической хрупкости материалов на основе титана, ограничивающий их использование как конструкционных материалов, поскольку это может повлиять на их растворимость. [7].

1.1.2 Система Ti-V-Cr

Система материалов TiVCr широко изучается в области разработки материалов для накопления водорода, поскольку обладает высокой водородосодержащей способностью. При взаимодействии с водородом, система Ti-V-Cr может адсорбировать водород на своей поверхности. Это происходит благодаря наличию в системе атомов металлов, которые обладают высокой диффузионной способностью для водорода. В результате этого процесса система Ti-V-Cr может накапливать и хранить большие объемы водорода.

Существует несколько механизмов, которые описывают взаимодействие

системы Ti-V-Cr с водородом. Один из таких механизмов – это механизм диффузии водорода, когда водород проникает в систему через ее поверхность и диффундирует вглубь материала, образуя водородосодержащие центры. Другой механизм – это механизм изменения структуры материала, который может приводить к увеличению объема водорода, который может быть накоплен в системе.

Высокая водородосодержащая способность системы Ti-V-Cr, а также ее способность к обратимой водородной адсорбции, делают ее привлекательным материалом для использования в батареях на водороде, топливных элементах и других приложениях, связанных с сжатым водородом. Современные исследования нацелены на изучение способов улучшения эффективности хранения водорода в системе Ti-V-Cr, а также на оптимизацию ее свойств для удовлетворения требований различных приложений.

Интерметаллиды на основе Ti-V-Cr имеют высокую водородную емкость [8]. Для данных материалов свойственно менять сорбционные\десорбционные характеристики, путём варьирования состава и примесей.

Для понимания как кристаллизуется сплав TiVCr, рассмотрим фазовую диаграмму TiVCr на рисунке 1.2.

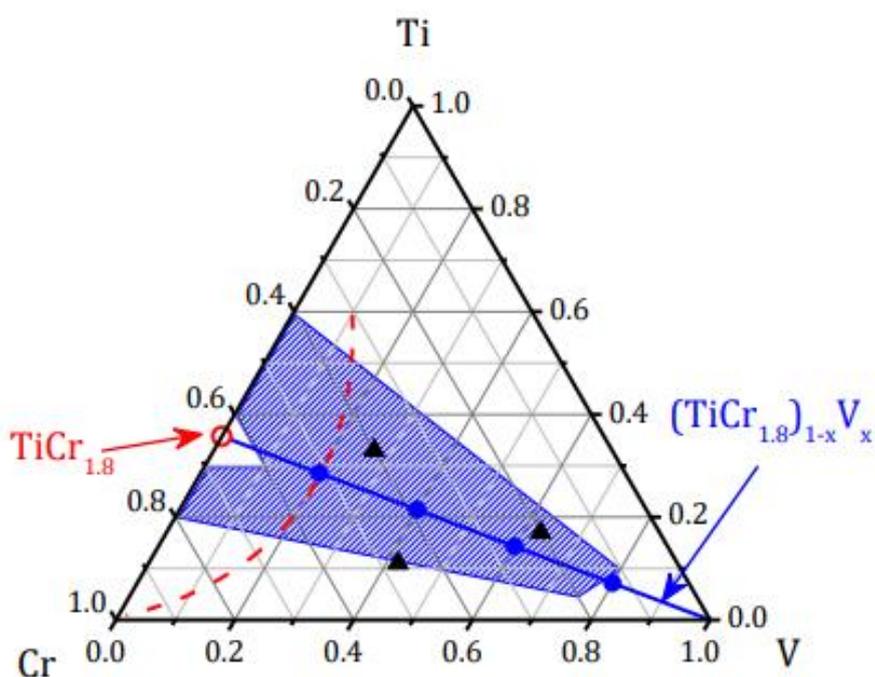


Рисунок 1.2 – Тройная фазовая диаграмма Ti-V-Cr. Заштрихованная область показывает составы сплава, пригодные для хранения водорода. Красная пунктирная линия показывает область возможного сосуществования ОЦК структуры и фаз Лавеса [9].

Из рисунка 1.2, сплав Ti-V-Cr кристаллизуется чаще всего в структуру с объемно-центрированной кубической сингонией с разупорядоченным распределением атомов титана, ванадия и хрома по узлам кристаллической решётки. В исследованиях [10] показано, что водород при входе в решётку Ti-V-Cr занимает тетраэдрические позиции. В соединениях типа ОЦК соотношение Ti/Cr оказывает значительное влияние на способность поглощать и десорбировать водород [10]. Их соответствующие влияния в значительной степени объясняются влиянием параметра решетки и значением отношения электронов к атомам (химической связи). Размер тетраэдрических и октаэдрических позиций напрямую зависит от значения параметра решетки. Увеличивая параметры решетки, увеличивается межузельное пространство, а также количество участков, в которых находится водород. Стабильность этих участков также меняется в зависимости от состава сплава [11].

В работе [12] было показано, что данные сплавы могут быть использованы в качестве добавок к магнию, для улучшения его сорбционных свойств. Добавление металлов группы 3d, таких как Cr, Mn, Fe и Ni к сплаву Ti-V-Cr может служить катализатором к процессам сорбции\десорбции H [13]. В структурах Ti-V-Cr с объемно-центрированной кубической сингонией характерно добавления хрома для стабилизации в системе Ti-V-Cr [13]. В работе [14] было установлено, что при добавлении к сплавам Ti-V-Cr небольшого количества Zr_7Ni_{10} или Hf_7Ni_{10} (около 5 вес. %), то это приводит к изменению состава сплава, чем ускоряет процесс наводороживания.

В системе Ti-V-Cr атомы титана, ванадия, хрома расположены по узлам кристаллической решетки в случайном порядке [15]. В исследованиях [16] поверхности и приповерхностного слоя сплавов $(TiCr_{1.8})_{1-x}V_x$ было показано,

что распределение атомов Ti, V, Cr неоднородно. Из результатов электронной микроскопии, областей с содержанием Ti больше. На рисунке 1.3, представлена карта распределения элементов в сплаве. При увеличении процентного содержания ванадия в сплаве можно увидеть, что области содержания титана становятся менее выражены, но в целом распределение остается неравномерным [16].

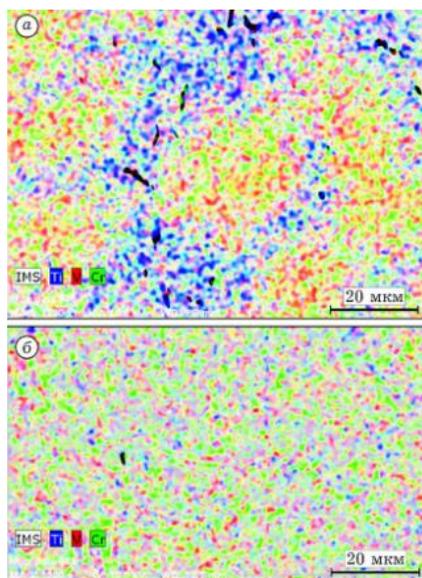


Рисунок 1.3 – Карты распределения элементов в исходных сплавах ($(\text{TiCr}_{1.8})_{0.8}\text{V}_{0.2}$ (а), $(\text{TiCr}_{1.8})_{0.4}\text{V}_{0.6}$ (б) [16]

Структура и свойства полученных материалов варьируются в зависимости от процентного содержания V. Неоднородность распределения титана, ванадия и хрома возникает в результате колебания фаз в кристаллической решетке сплава. Из результатов РСА [16] параметр решетки сплава изменяется на 0.0173 \AA , при 19 ат.% содержания V. С увеличением содержания ванадия в сплаве ширина линий на рентгенограммах уменьшается, что свидетельствует о гомогенизации структуры материала.

1.2. Сорбционные характеристики материалов накопителей на основе Ti

Сплавы Ti-V-Cr чаще всего образуют объемноцентрированную кубическую (ОЦК) решетку. В процессе сорбции водорода происходит переход в гранецентрированную кубическую (ГЦК) решетку, при этом

водород занимает в основном тетраэдрические поры [17].

Процесс диффузии водорода в решетке представляет собой переходы атомов водорода между стабильными позициями [18]. В работе [19] было показано, что в рамках метода Корринги-Кона-Ростокера в приближении когерентного потенциала (KKR-CPA), что в ГЦК решетке сплава Ti-V-Cr водород перемещается между тетраэдрическими порами не напрямую, и диффузионный путь более вероятно проходит через метастабильные октаэдрические поры [19]. При этом коэффициент диффузии определяется соотношением:

$$D = L^2 \Gamma_T (1 + \frac{1}{2} e^{-\frac{E_A}{k_B T}})^{-1} = L^2 \frac{k_B T}{h} e^{-\frac{E_A}{k_B T}} (1 + \frac{1}{2} e^{-\frac{E_A}{k_B T}})^{-1} \quad (1.2)$$

где L – постоянная решетки, а Γ – частота диффузионных переходов.

Метод KKR-CPA дает усредненное значение рассчитываемых параметров, т.к. в нем полностью разупорядоченная решетка моделируется упорядоченной, но в узлах которой находится некий «усредненный» атом. В реальных сплавах локальное значение энергии активации, очевидно, будет зависеть от конкретной реализации диффузионного пути. В разупорядоченных сплавах ситуация осложняется ещё больше, поскольку в них с некоторыми вероятностями реализуются все возможные виды локальных конфигураций [19].

ГЦК структуру гидроксида Ti-V-Cr, где водород может занимать тетраэдрические или октаэдрические позиции, можно представить в виде совокупности октаэдров и тетраэдров, в вершинах которых находятся атомы металла (Ti, V или Cr), а в центре, либо атомы водорода, либо вакансии. Каждый тетраэдр окружен 4 октаэдрами, и имеет с каждым одну общую грань, а каждый октаэдр окружен, соответственно, 8 тетраэдрами и также имеет по общей грани с каждым. Изображения октаэдрических и тетраэдрических позиций водорода в ОЦК и ГЦК решетках представлены на рисунке 1.4 [19].

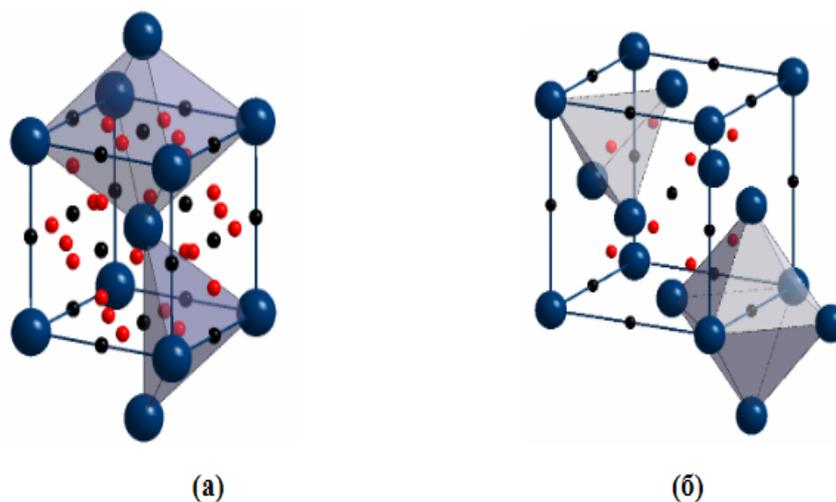


Рисунок 1.4 – Октаэдрические и тетраэдрические позиции водорода в ОЦК и ГЦК решетке

Рисунок 1.4 показывает, что атомы водорода (обозначенные красным цветом) занимают тетраэдрические междоузлия (расположенные в центре тетраэдра, образованного атомами металлов), в то время как атомы металла (обозначенные чёрным цветом) занимают октаэдрические междоузлия (расположенные в центре октаэдра). Кристаллографические позиции атомов водорода и металлов приведены в Таблице 1.2.

Таблица 1.2. Позиции атомов металла и водорода в ОЦК и ГЦК решетке.

	ОЦК	ГЦК
М	2а : (0 0 0)	4а : (0 0 0)
H _{oct}	6b : (0 1/2 1/2)	4b : (1/2 1/2 1/2)
H _{tetr}	12b : (1/2 1/4 0)	8c : (1/4 1/4 1/4)

Таким образом, однотипные полиэдры соприкасаются только ребрами. Это значит, что диффузионный путь из одной тетраэдрической поры в другую проходит через ребро тетраэдра, на более близком расстоянии от атомов металла, чем в случае пути через грань, то есть через октаэдрическую позицию. В тройном неупорядоченном сплаве может существовать всего 15 видов тетраэдрических позиций [19]. Вероятности встретить тетраэдр

определенного вида, например, $[\text{Ti}_2\text{VCr}]$ будет определяться составом сплава и тем, насколько равномерно атомы различных видов распределены в решетке. В первом приближении можно считать, что потенциальный барьер перехода в соседнюю октаэдрическую позицию определяется в основном набором атомов общей грани тетраэдра и октаэдра, между которыми происходит переход. Выбор данной грани будет определяться величиной соответствующего потенциального барьера и количеством таких граней в данном тетраэдре n . Сама по себе заселенность стабильных тетраэдрических позиций, а значит, вероятность реализации того или иного диффузионного пути, зависит от глубины потенциальной ямы в этих позициях, так как после наступления термодинамического равновесия, наиболее заселёнными будут более глубокие потенциальные ямы. Учет этих факторов позволяет предсказать наиболее вероятный диффузионный путь, или набор наиболее вероятных путей, которые определяют среднее значение коэффициента диффузии, наблюдаемое в эксперименте авторами работы [18]. Оценка энергии активации для конфигураций TiVCr проводилась в работе [19] путём оценки потенциального барьера диффузионного пути и вкладом колебательной энергии кристалла. Пример рассчитанных путей диффузии показан на рисунке 1.5. Энергия активации определяется локальным окружением как начальной, так и конечной позиции, что приводит к распределению энергии активации [17-19].

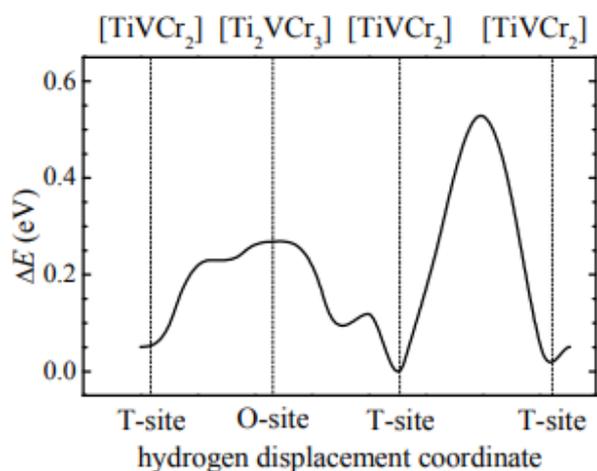


Рисунок 1.5 – Энергетический профиль вдоль пути диффузии водорода в гидриде $\text{TiV}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{H}_{5.25}$

Для $TiV_{0.8}Cr_{1.2}H_{5.25}$ при температуре 300 К коэффициент диффузии составляет $4.78 * 10^{-10} \text{ м}^2/\text{с}$ [21].

Металлы, интерметаллические соединения и сплавы обычно вступают в реакцию с водородом и образуют в основном твердые соединения металл-водород. Они могут поглощать большое количество водорода и легко высвободить его снова при нагревании. Они имеют преимущественно металлический характер и поэтому называются гидридами металлов. Помимо эффективного хранения по объему, преимущество гидридов металлов заключается в том, что они стабильны и могут поддерживаться при комнатной температуре (в то время как, например, жидкий водород должен поддерживаться при низкой температуре $T = 20 \text{ К}$).

1.3. Особенности сорбционных процессов

Поведение при активации сплавов для хранения водорода, как правило, определяется двумя основными факторами: оксидной пленкой на поверхности и фазовой структурой матрицы сплава. На начальной стадии активации атомы водорода должны проникать через оксидную пленку на поверхности сплава и поглощаться основной массой сплава.

Интерметаллические гидриды иногда называют плохими циклируемыми материалами, и они подвержены медленному и постепенному диспропорционированию при циклировании сорбции водорода. Для сплавов $Ti-Cr-V$ со структурой ОЦК были исследованы циклическая емкость и эффективная емкость [14]. Было обнаружено, что содержание ванадия и однородность играют важную роль в циклической стабильности. Высокое содержание ванадия предотвращает быструю деградацию в начальных циклах. Было установлено, что для повышения долговечности, нужно более высокое содержание ванадия.

Для повышения поглощательной способности сплава можно использовать термообработку [23].

В работе [27] показано, что хром является дестабилизатором гидридов $Ti-V-Cr$. Низкое сродство Cr к водороду и сжатие элементарных ячеек с

повышением содержания Cr, способствуют снижению стабильности гидрида.

В работе [28] описана зависимость коэффициента диффузии от времени. Зависимость коэффициента диффузии объясняется наличием в среде различных дефектов, например: стенки пор или границы раздела разных областей системы. Такие границы раздела присутствуют в соединениях с различными средами, характеризующемся разными значениями коэффициентов диффузии. Также такие границы присутствуют в системах с неоднородным распределением элементов в её составе [28]. Зависимости коэффициента диффузии от времени показаны на рисунке 1.6, полученные в работе [29] при высокой температуре около 395 К. При данной температуре диффузия происходит достаточно быстро, тем самым упрощая наблюдения основной зависимости [29].

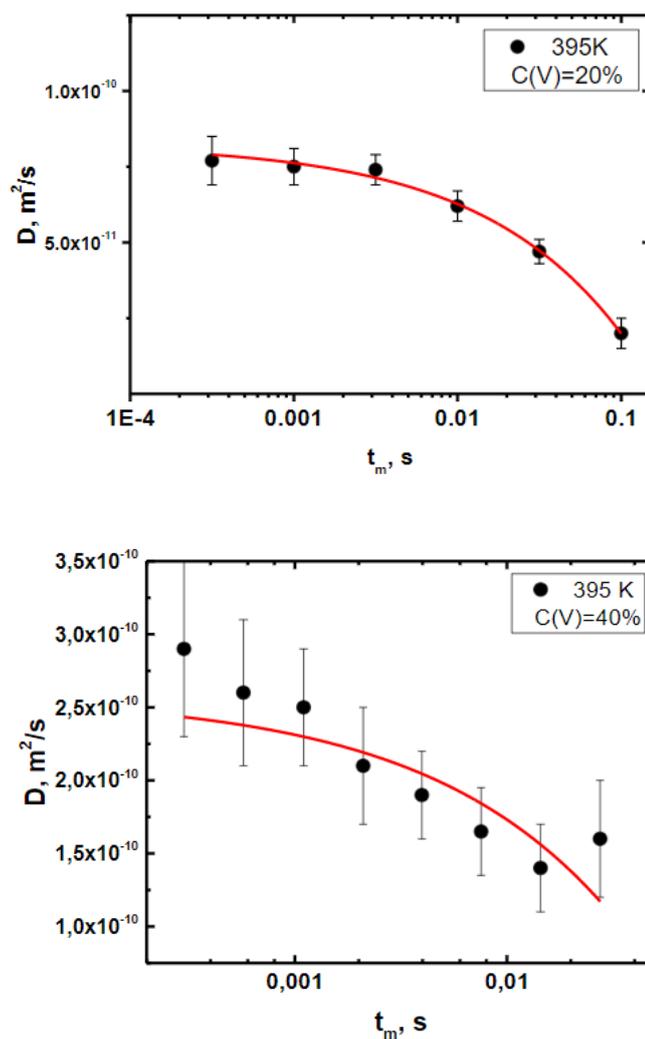


Рисунок 1.6 – Зависимость коэффициентов диффузии водорода в гидридах

сплавов $(\text{TiCr}_{1.8})_{1-x}\text{V}_x$, $x = 0.2$ (сверху) и $x = 0.4$ (снизу) от времени диффузии при 395 К

Характеристика, отвечающая за движение частиц в кристаллической решетке – энергия активации. Энергию активации можно определить из измерений коэффициента диффузии при изменении температуры. Уравнение Аррениуса описывает коэффициент диффузии [30].

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-E_f}{kT}\right) \quad (1.3)$$

На рисунке 1.7 представлены измеренные значения коэффициентов диффузии водорода из работы [29] в системах $\text{TiV}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{H}_{5.29}$, $\text{Ti}_{0.5}\text{V}_{1.9}\text{Cr}_{0.6}\text{H}_{5.03}$ и $\text{Ti}_{0.33}\text{V}_{1.27}\text{Cr}_{1.4}\text{H}_{1.13}$.

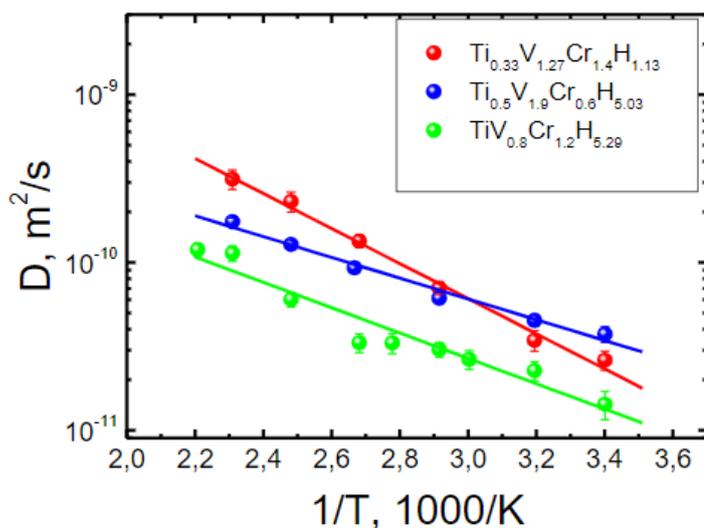


Рисунок 1.7 – Значения коэффициентов диффузии водорода в гидридах $\text{TiV}_{0.8}\text{Cr}_{1.2}\text{H}_{5.29}$, $\text{Ti}_{0.5}\text{V}_{1.9}\text{Cr}_{0.6}\text{H}_{5.03}$ и $\text{Ti}_{0.33}\text{V}_{1.27}\text{Cr}_{1.4}\text{H}_{1.13}$ в зависимости от температуры

В ходе работы [29], из полученных данных диффузии и релаксации, данные первых двух образцов не отличаются. Образец $\text{Ti}_{0.33}\text{V}_{1.27}\text{Cr}_{1.4}\text{H}_{1.13}$ имеет расхождения в результатах от остальных гидридах, это можно объяснить тем, что из-за низкой концентрации водорода в образце $\text{Ti}_{0.33}\text{V}_{1.27}\text{Cr}_{1.4}\text{H}_{1.13}$ характеристики его движения в решетке являются более чувствительными к

исходным параметрам модели, используемым для аппроксимации температурных зависимостей времен релаксации протонов.

1.4. Влияние добавок на сорбционные характеристики

Для повышения сорбционных характеристик сплава TiVCr используют различные легирующие добавки.

Авторами работы [31] были получены высокоэнтропийные сплавы $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}$, $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Mn_{10}$, $V_{30}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}Nb_5$, $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_5Mn_5$, методом дуговой плавки в атмосфере аргона. Полученные сплавы исследованы на свойства хранения водорода. На рисунке 1.8 представлены кривые накопления водорода для полученных сплавов.

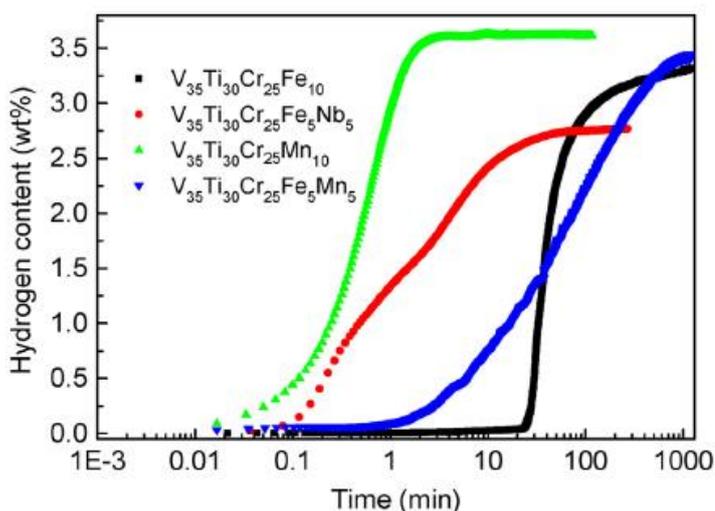


Рисунок 1.8 – Кинетические кривые накопления водорода для сплавов $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}$, $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Mn_{10}$, $V_{30}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}Nb_5$, $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_5Mn_5$ [31]

В результате полученных данных сплав $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Mn_{10}$ имеет самую высокую скорость накопления водорода, а также самую высокую ёмкость по водороду.

Кривые десорбции полученных сплавов водорода показаны на рисунке 1.9.

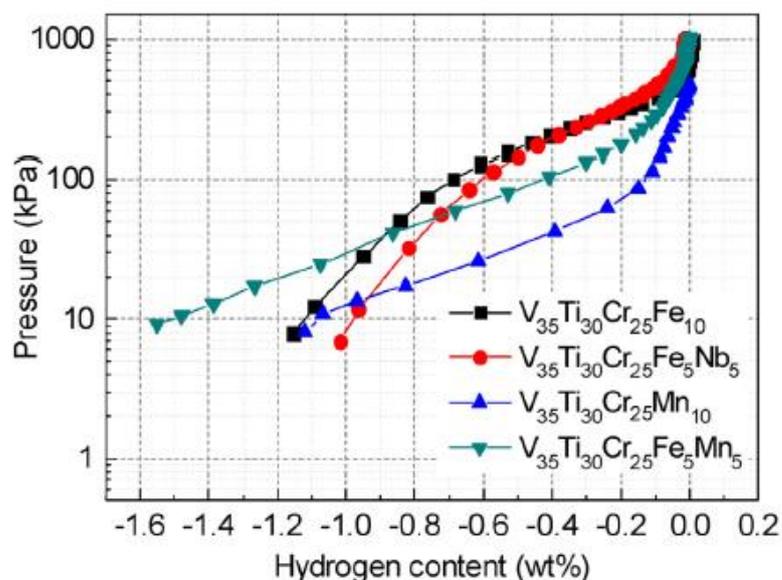


Рисунок 1.9 – Кривые десорбции водорода для сплавов $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}$, $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Mn_{10}$, $V_{30}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}Nb_5$, $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_5Mn_5$

Из результатов исследований кривых десорбции водорода, сплавы $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}$ и $V_{30}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}Nb_5$ более высокое плато, в отличие от остальных сплавов. В ходе работы [31] показано, что сплав $V_{35}Ti_{30}Cr_{25}Mn_{10}$ обладает наибольшей способностью к поглощению водорода, в то время как сплав $V_{30}Ti_{30}Cr_{25}Fe_{10}Nb_5$ демонстрирует наилучшую способность к десорбции водорода.

При частичной замене Zr на Ti и Cr на Mn в сплавах $Ti_{1-x}Zr_xMn_{1.1}Cr_{0.7}V_{0.2}$ ($x = 0,05, 0,06, 0,07, 0,1$) и $Ti_{0.95}Zr_{0.05}Mn_{1.8-y}Cr_yV_{0.2}$ ($y = 0,5, 0,7, 0,9$) в работе [32] емкость по водороду увеличивается, гистерезис равновесного давления при де-/ гидрировании значительно улучшается. На рисунках 1.10 и 1.11 показаны кривые абсорбции и десорбции для $Ti_{1-x}Zr_xMn_{1.1}Cr_{0.7}V_{0.2}$ ($x = 0,05, 0,06, 0,07, 0,1$) и $Ti_{0.95}Zr_{0.05}Mn_{1.8-y}Cr_yV_{0.2}$ ($y = 0,5, 0,7, 0,9$)

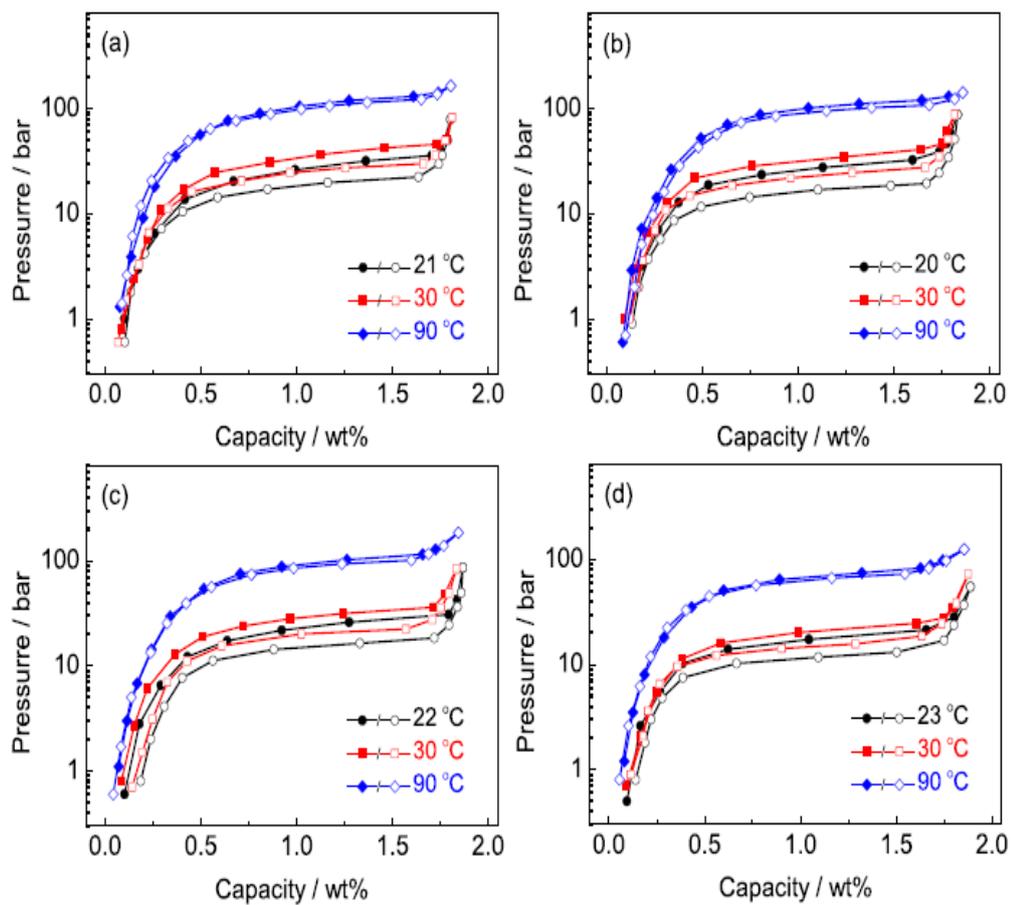


Рисунок 1.10 – Изотермы абсорбции и десорбции для сплавов $Ti_{1-x}Zr_xMn_{1.1}Cr_{0.7}V_{0.2}$ ($x = 0,05-0,1$). а) $x=0,05$, б) $x=0,06$, в) $x=0,07$, д) $x=0,1$. ($y = 0,5-0,9$). а) $x=0,5$, б) $x=0,7$, в) $x=0,9$

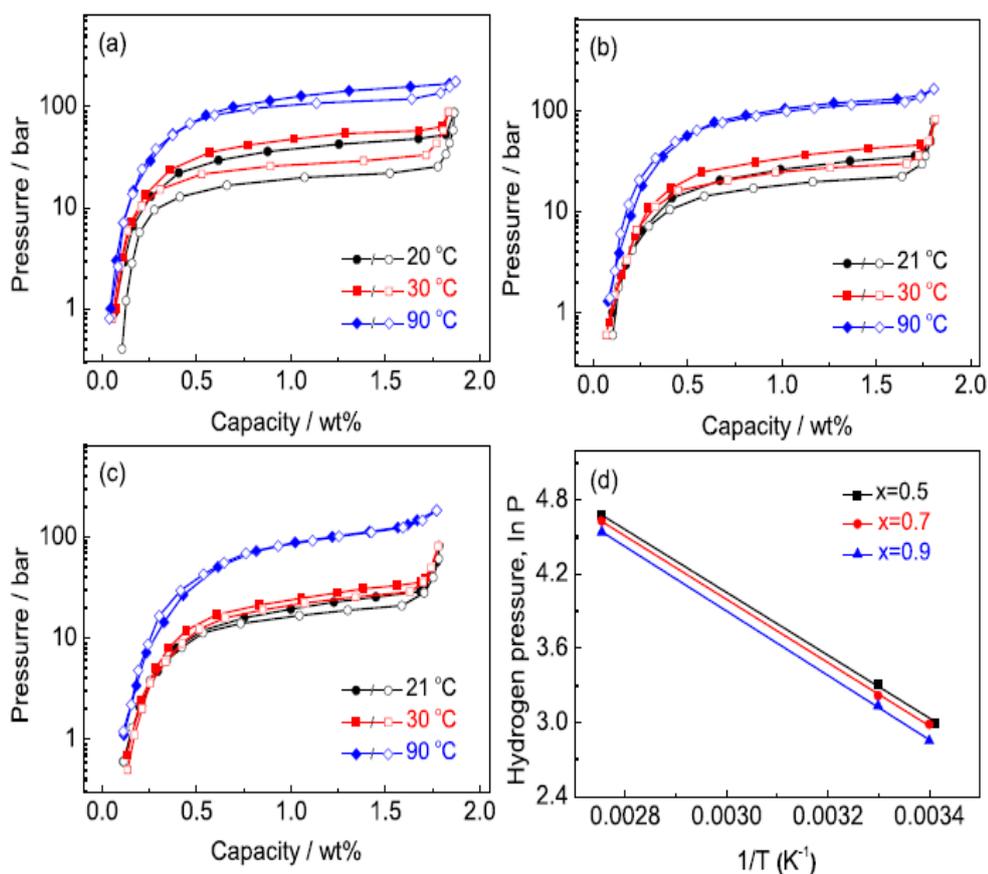


Рисунок 1.11 – Изотермы абсорбции и десорбции и кривые вант-Гоффа для дегидрирования сплавов $\text{Ti}_{0.95}\text{Zr}_{0.05}\text{Mn}_{1.8-y}\text{Cr}_y\text{V}_{0.2}$ ($y = 0,5-0,9$). а) $x=0,5$, б) $x=0,7$, с) $x=0,9$

В результате работы сделан вывод, что наиболее пригодный для хранения водорода является сплав $\text{Ti}_{0.95}\text{Zr}_{0.05}\text{Mn}_{0.9}\text{Cr}_{0.9}\text{V}_{0.2}$. Емкость по водороду у данного сплава составляет 1.78 мас%. Частичная замена Ti на Zr и Mn на Cr для данных сплавов увеличивают емкость по водороду в сплавах [32].

Авторами Y. Wua и W. Zhaod в работе [33] продемонстрировано как добавление Fe и Al в сплав Ti-V-Cr влияет на емкость по водороду. На рисунках 1.12 и 1.13 показаны кривые абсорбции и десорбции для сплавов.

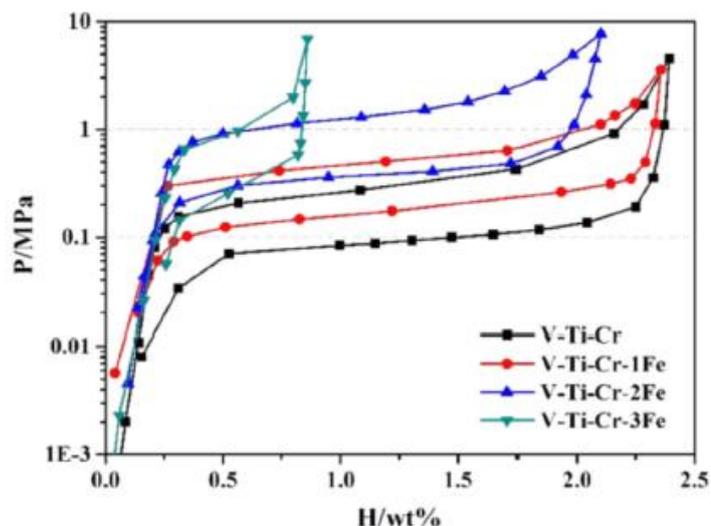


Рисунок 1.12 – Кривые абсорбции и десорбции для сплава 75V-(10-x) Ti-15Cr-xFe (x = 0, 1, 2, 3) при T-298 К

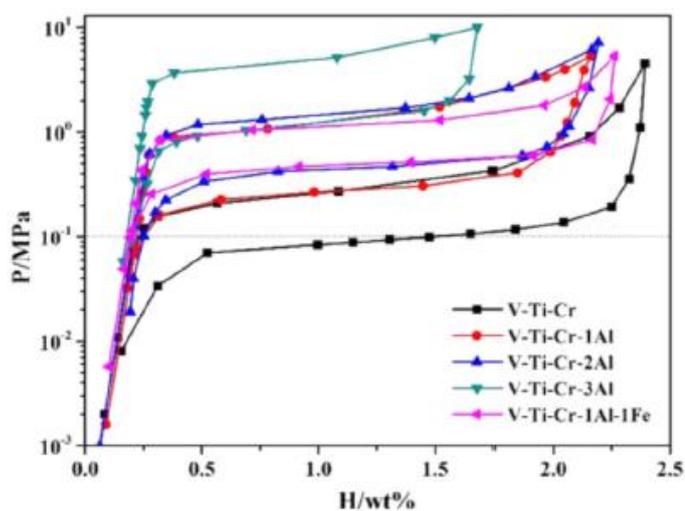


Рисунок – 1.13 – Кривые абсорбции и десорбции для сплава 75 V-(10-x)Ti-15Cr-xFe-yAl (x = 0, y = 0, 1, 2, 3 and x = y = 1) при T-298 К

Было показано, что емкость по водороду уменьшается с увеличением содержания железа в сплаве или алюминия. Увеличение количества железа, изменяет кристаллическую решетку так, что атомы Fe располагаются в решетки так, что вызывают сжатие вдоль определенного направления. В данной работе показано, что объем ячейки линейно уменьшается с увеличением содержания Fe. Аналогичная ситуация наблюдалась и с атомами Al. На рисунке 1.14, показана зависимость между емкостью по водороду и

электронной плотностью сплавов с добавлением Fe и Al.

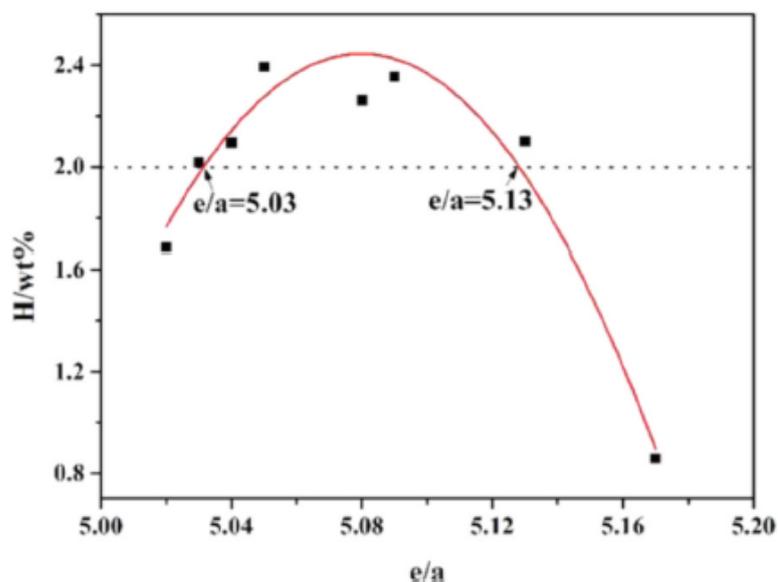


Рисунок 1.14 – Взаимосвязь между емкостью по водороду и электронной плотностью сплавов с добавлением Fe и Al [34]

Среди полученных в работе [33] сплавов, 75V-Ti-15Cr-1Al-1Fe обладает оптимальной ёмкостью для хранения водорода (2.26 мас.%) при комнатной температуре. Циклические испытания показали, что оптимизированный сплав 75V-Ti-15Cr-1Al-1Fe обладает отличной циклическостью с сохранением емкости 97% после ста циклов. Небольшое ослабление емкости по водороду сплава 75V-Ti-15Cr-1Fe-1Al обусловлено образованием дефектов решетки.

В работах [34] и [35] исследованы добавки к сплаву TiVCr родия [34] и никеля с ниобием [35]. В ходе работы [34] получены кривые абсорбции и десорбции для сплавов $Ti_{25-0.5x}V_{40}Cr_{35-0.5x}Rh_x$ (рисунок 1.15).

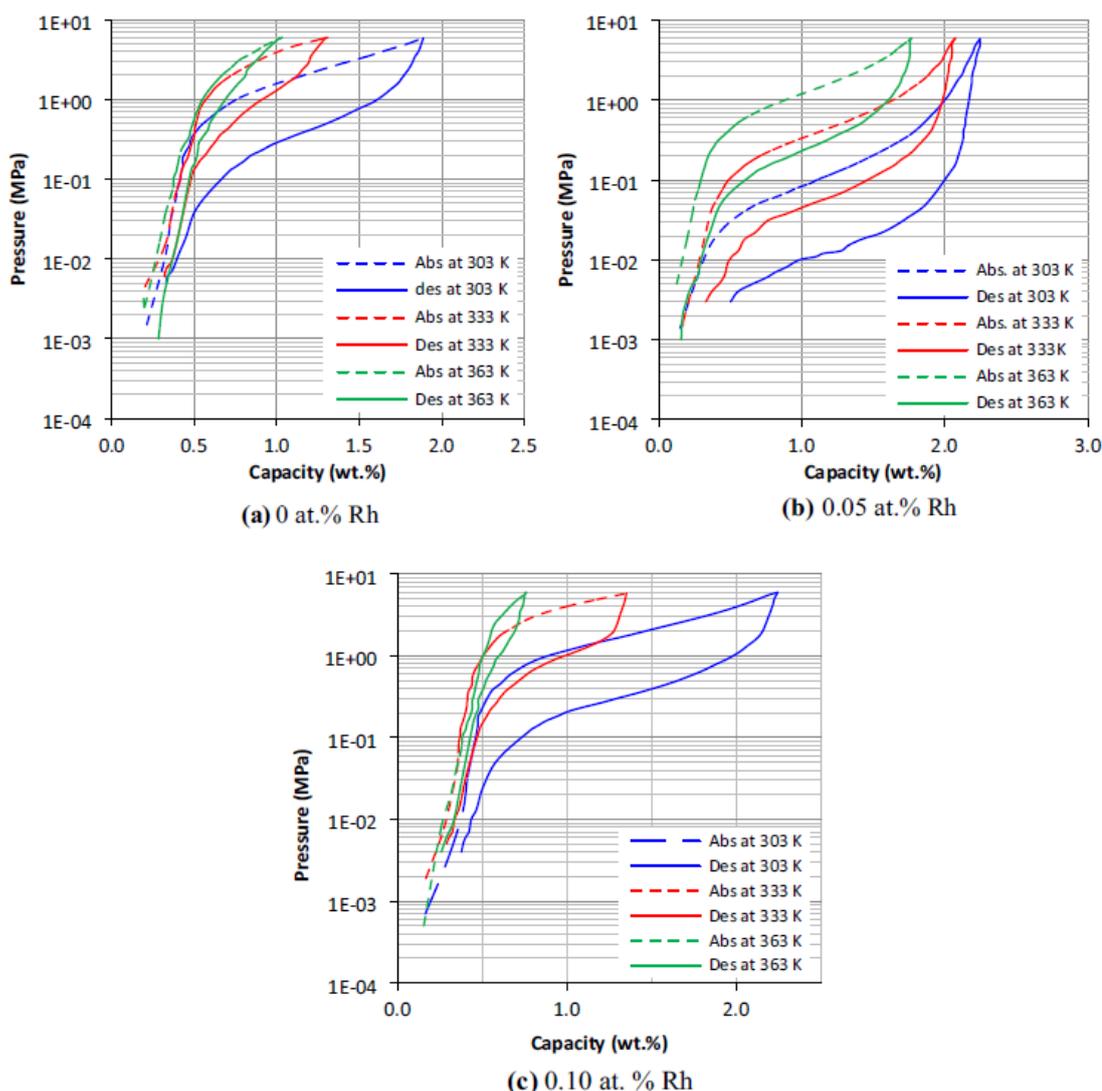


Рисунок 1.15 –Кривые абсорбции и десорбции циклов для сплавов $Ti_{25-0.5x}V_{40}Cr_{35-0.5x}Rh_x$ ($x = 0, 0,05, 0,10$). а) $x = 0$, б) $x = 0.05$, с) $x = 0.10$

При добавлении Rd в сплав TiVCr скорость поглощения водорода возрастает и увеличивается ёмкость по водороду, также увеличивается стабильность соединения. Максимальное поглощение водорода (2.25 мас.%) наблюдалось при добавлении 0.05 ат% Rd.

Добавление Nb и Zr_7Ni_{10} значительно улучшает кинетику поглощения водорода за счет образования фазы Лавеса, было показано в работе [35]. Дифрактограммы полученные в работе [35] (рисунок 1.16) показывают, что сплав TiCrV представляет собой однофазную ОЦК-структуру с параметрами решетки 3.060 Å. Когда Nb добавляется в сплав TiCrV, незначительный пик,

соответствующий второй фазе, которая представляет собой фазу Лавеса C14 (рисунок 1.16б). Параметр решетки для фазы ОЦК увеличивается, следовательно увеличивает емкость по водороду.

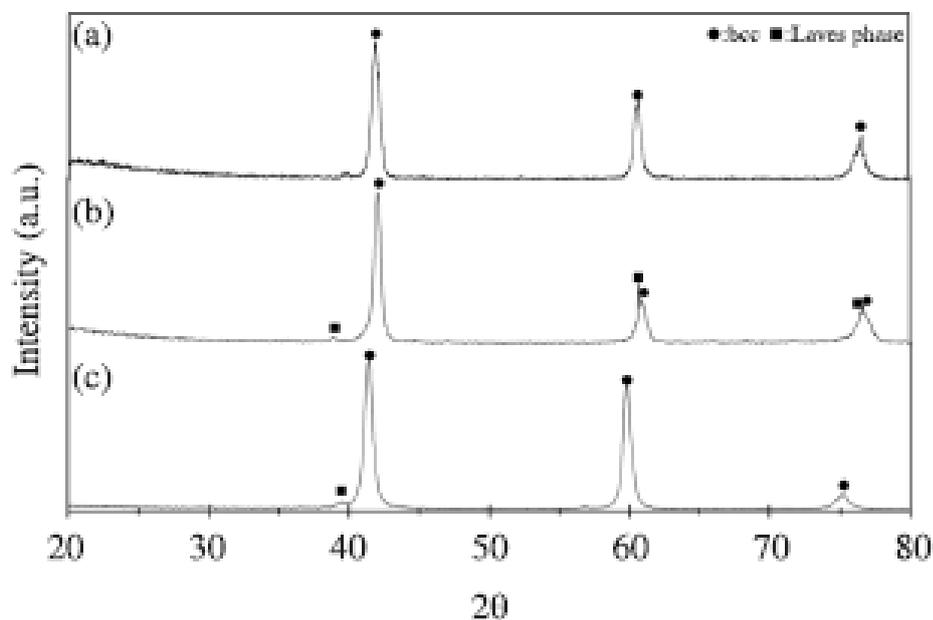


Рисунок 1.16 – Дифрактограмма сплавов: а) TiCr_{1.1}V_{0.9}, б) TiCr_{1.1}V_{0.9}+4%Zr₇Ni₁₀, в) TiCr_{1.1}V_{0.45}Nb_{0.45} [36]

Десорбционная характеристика полученных сплавов TiCr_{1.1}V_{0.9}+4%Zr₇Ni₁₀, TiCr_{1.1}V_{0.45}Nb_{0.45}, TiCr_{1.1}V_{0.9} в ходе работы [35] продемонстрирована на рисунке 18.

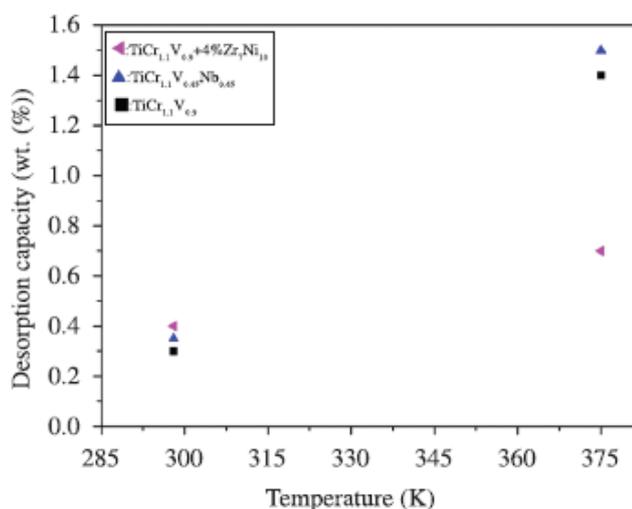


Рисунок 1.17 – Десорбционная характеристика материалов TiCr_{1.1}V_{0.9}+4%Zr₇Ni₁₀, TiCr_{1.1}V_{0.45}Nb_{0.45}, TiCr_{1.1}V_{0.9} [35]

В работе было показано, что добавки Nb и 4% Zr7Ni10 действуют как катализаторы главным образом за счет образования фазы Лавеса, которая ускоряет реакцию с водородом, тем самым ускоряя процессы сорбции/десорбции.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. Подготовка исходного порошка

Используя специальную технику, для получения желаемых материалов были использованы титановые, ванадиевые и хромовые порошки. Для дробления смеси порошков была применена шаровая планетарная мельница SamplePrep 8000M-230 Mixer/Mill. Дробление проводилось в течение 60 минут на небольшой скорости вращения мельницы, не превышающий 300 оборотов в минуту, измельчивая порошки на воздухе при обычной комнатной температуре. Для дальнейшего процесса синтеза, порошки были заранее прессованы холодным статическим одноосным методом в закрытой пресс-форме.

2.2. Синтез материала

Соединения TiVCr были получены двумя методами: метод плавления в плазме аномального тлеющего разряда и с помощью электродуговой печи. Для синтеза методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда использовалась ионно-плазменная установка (разработана в Томском политехническом университете, Томск, Россия). Схема установки показана на рисунке 1.

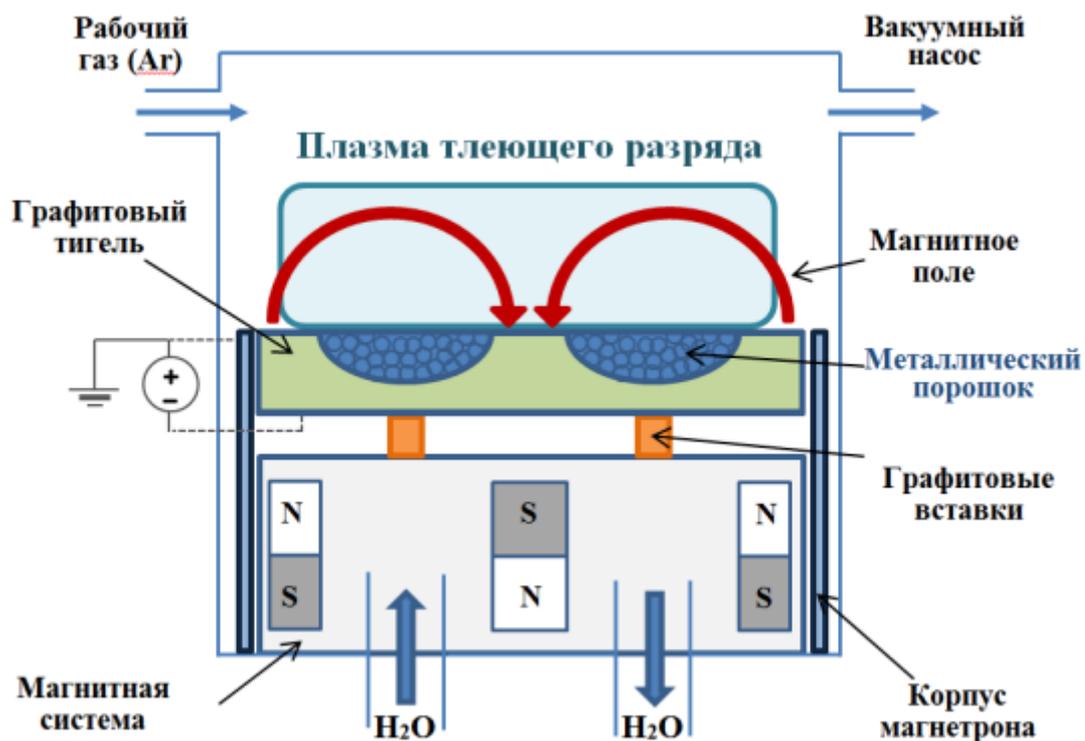


Рисунок 2.1 – Схематическое изображение ионно-плазменной установки [6]

Для создания металлических покрытий используется ионно-плазменная установка с магнетронной распылительной системой и жидкофазной мишенью. Магнетронная система обладает конструкцией, которая позволяет создать расплав металла в тигле в высоком вакууме за счет устройства теплоизоляции мишени и графитовых вставок. При работе установки используется безмаслянный насос и аргон в качестве рабочего газа. Подача напряжения между катодом и анодом вызывает эмиссию электронов, что приводит к аномальному тлеющему разряду. Плазма разряда локализуется у поверхности мишени в результате воздействия скрещенных электрического и магнитного полей. Именно эта интенсивная ионная бомбардировка приводит к нагреву и плавлению мишени. На все металлы давление аргона составляло 0,3 Па. Рабочая камера откачивалась до порогового значения в 5×10^{-4} Па. Магнетронное напряжение генерировалось в диапазоне от 550 до 600 В, а ток магнетрона колебался между 5,0 и 5,5 А. Мощность разряда магнетрона равнялась 4 кВт. Для увеличения однородности сплавов было проведено три

переплавки. Для получения образцов использовалась электродуговая установка. Для создания шихты и ее последующего сплавления в медном электродуговом поде использовался не расходующийся вольфрамовый электрод, разработанный в Московском Государственном Университете им. Ломоносова [10]. Рисунок 2.2 показывает схематическое изображение электродуговой печи.

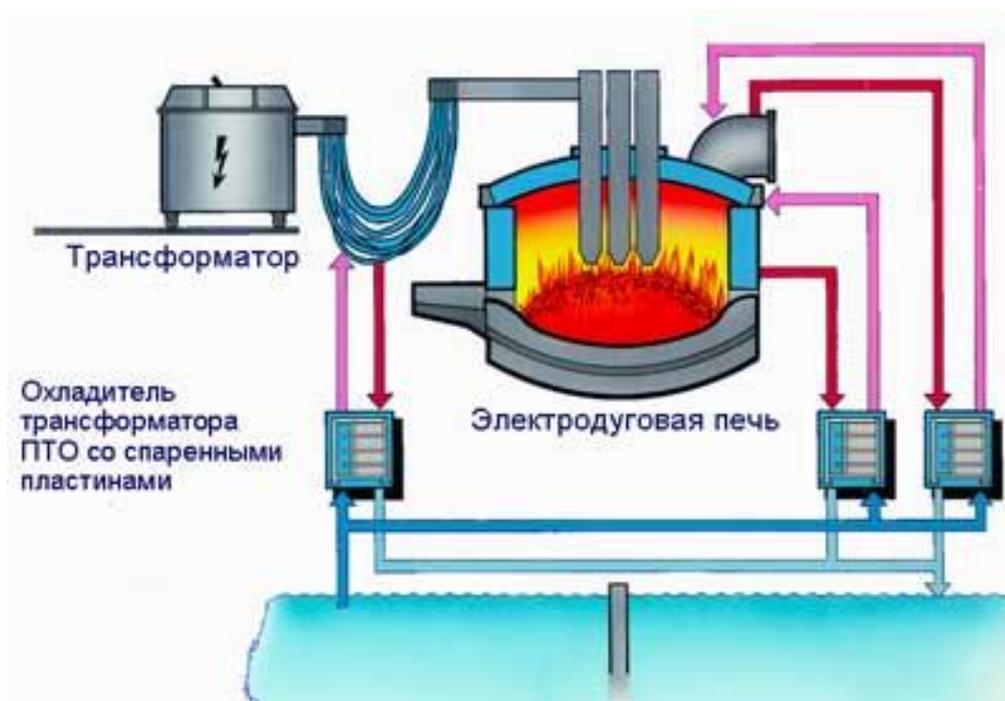


Рисунок 2.2 – Схематическое изображение электродуговой печи

Плавка проводилась в атмосфере очищенного аргона под давлением 1 – 1.5 атм. С целью получения однородных по составу сплавов, образцы переплавляли три раза.

2.3. Дифракционный метод

Рентгеновская дифракция, является неразрушающим методом контроля, используемым для анализа структуры кристаллических материалов.

Рентгеновская дифракция используется для исследования расположения атомов в кристаллических сетках материалов путем измерения углов падения и отражения рентгеновских лучей. Путем анализа смещений этих лучей в кристаллической структуре можно получить информацию о расстоянии между атомами в кристаллической решетке, а также о симметрии структуры и

геометрическом расположении атомов. Рентгеновская дифракция — это метод анализа кристаллической структуры материалов, который основан на использовании рентгеновских лучей. Основными преимуществами этого метода являются следующие:

1. Высокая разрешающая способность - рентгеновская дифракция может определять расстояния между атомами в кристаллических решетках с точностью до 0,01 нм.

2. Необходимость небольшого количества образца - для проведения анализа требуется небольшое количество материала, что экономически выгодно и удобно.

3. Широкий диапазон применений - рентгеновская дифракция может использоваться для анализа различных материалов, включая металлы, полупроводники, керамику и биологические образцы.

4. Не разрушающий характер анализа - рентгеновские лучи не наносят материалу никакого вреда, что позволяет проводить анализ несколько раз на одном и том же образце.

Принцип работы рентгеновской дифракции заключается в прохождении рентгеновских лучей через кристалл, в результате чего лучи отклоняются и происходит дифракция. Дифракционные максимумы соответствуют местам, где разность хода между лучами, прошедшими через различные точки кристалла, имеет целое число длин волн. Соответственно, по анализу расположения дифракционных максимумов можно определить кристаллическую структуру материала.

Основным условием для дифракции соседних плоскостей будет условие Вульфа-Брегга. При этом условии, когда наблюдаются дифракционные максимумы. Условие Вульфа-Брегга выражается (3):

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

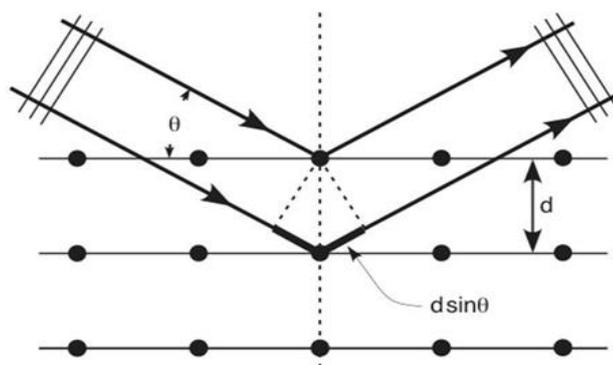


Рисунок 2.3 – Условие дифракционных максимумов

Располагаем исследуемый образец в камеру и закрепляем его. Начинаем проводить эксперимент. В процессе проведения эксперимента в рабочей программе будет идентифицироваться зависимость интенсивности от угла, под которым находится детектор. Дифрактограмма характеризует положение и интенсивность дифракционных максимумов. По оси абсцисс – угол отражения θ (2θ), по оси ординат – интенсивность.

Полученная информация о спектрах записывается на компьютере и обрабатывается при помощи специального программного обеспечения. Также проводится анализ фазового состава материала. Для этого используется программа Crystallographica – Search Match, которая базируется на базах данных Международного центра дифракционных данных PDF. После загрузки данных в программу, строится дифрактограмма и анализируются пики на ней, затем проводится анализ и сравнение полученных рефлексов с данными из внутренней базы данных. Для рентгеноструктурного анализа используется дифрактометр XRD 7000S от Shimadzu с $\text{CuK}\alpha$ -излучением и высокоскоростным детектором OneSight. Параметры сканирования составляют: угол по 2θ – 10 - 90° , скорость сканирования – $10^\circ/\text{мин}$, шагом сканирования – $0,0143^\circ$ и время экспозиции – $21,49$ с. Анализ дифракционных данных осуществляется при помощи программы Sleve +, а эталоном для дифракционных картин используются базы данных ICDD PDF-4 +: # 00-059-0189, # 00-031-1400 и # 03-065-2522. Области когерентного рассеяния (ОКР) определяются с учетом инструментального уширения по уравнению Дебая-

Шеррера.

2.4. Взаимодействие порошка с водородом

Исследования по взаимодействия интерметаллического порошка TiVCr с водородом проводилось волюметрическим методом Сивертса, реализованным с применением автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LPB (Advanced Materials Corporation), путем построения изотерм «давление-состав» («pressure-composition isotherm» – PCI).

Волюметрический метод Сивертса — это метод анализа структуры и свойств материалов на основе изменения объема вещества в результате адсорбции газа на поверхности образца. Этот метод широко применяется в областях материаловедения, химии и катализа для изучения поверхностных свойств и реакционной активности материалов. Автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller LPB является усовершенствованным инструментом, который используется в волюметрическом методе Сивертса для изучения свойств материалов. Этот комплекс позволяет автоматически контролировать процесс адсорбции газа на поверхности образца и измерять изменение объема вещества в реальном времени. Gas Reaction Controller LPB включает в себя ряд сенсоров, которые позволяют контролировать и управлять температурой, давлением и концентрацией газов в реакционной камере. Кроме того, этот комплекс оснащен программным обеспечением, которое позволяет автоматически управлять процессом измерения и анализировать полученные данные.

Использование автоматизированного комплекса Gas Reaction Controller LPB в волюметрическом методе Сивертса позволяет значительно повысить точность измерений, сократить время анализа и ускорить процесс исследования свойств материалов. Таким образом, этот инструмент является важным инновационным разработкой, способствующей развитию науки и технологий. Схема работы автоматизированного комплекса GRC представлена на рисунке 2.4.

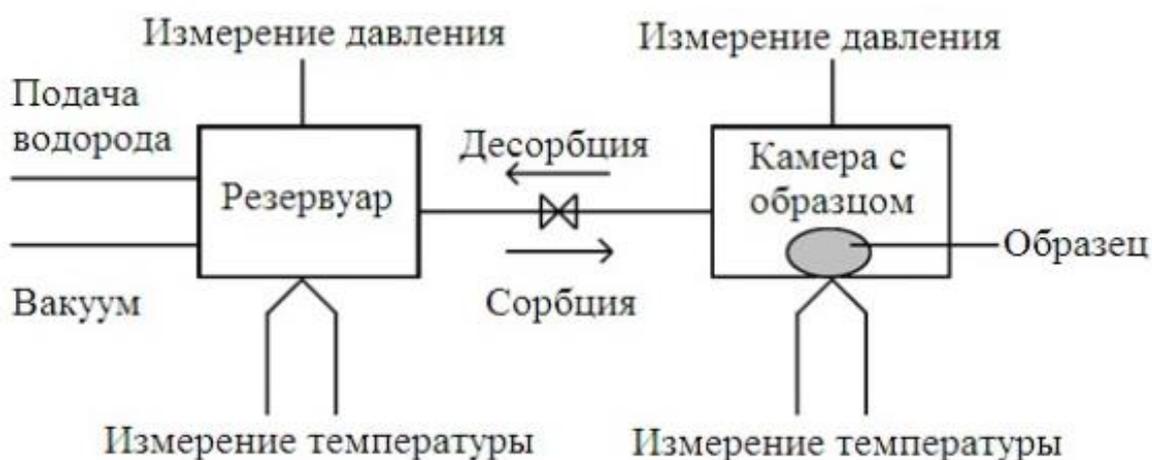


Рисунок 2.4 – Принцип работы автоматизированного комплекса GRC

Для активационной обработки сплавов был проведен следующий метод: образцы массой около 2 г помещались в камеру, которая затем вакуумировалась в течение 2 часов при температуре 30°C. После этого камера со сплавами нагревалась до температуры 500 °C со скоростью 6 °C в минуту и выдерживалась при данной температуре в течение 2 часов. Затем вводили водород при давлении 30 атмосфер в течение 2 часов. После этого проводилась десорбция: камера с образцами охлаждалась до комнатной температуры со скоростью 6 °C в минуту.

Циклические процессы сорбции и десорбции проводились при температуре 30 °C в автоматическом режиме с использованием цикла "PCI". В процессе сорбции давление водорода составляло до 35 атмосфер, а в процессе десорбции – до 0,01 атмосфер. Количество циклов (3 или 6) определялось в зависимости от стехиометрии. Абсолютная концентрация водорода в порошках и сплаве интерметаллического соединения была определена с помощью RHEN 602 фирмы Leco.

2.5. Сканирующая электронная микроскопия

Для проведения элементного анализа и изучения микроструктуры использован сканирующий электронный микроскоп Quanta 200 3D, произведенный компанией FEI из Хиллсборо, Орегон, США. Образцы были исследованы в условиях высокого вакуума при использовании ускоряющего

напряжения 20 кВ. У прибора имеется насадка для проведения энергодисперсионного рентгеновского анализа (EDAX). В качестве метода получения изображений поверхностей и сколов образцов использован сканирующий электронный микроскоп, который обеспечивает высокое разрешение на уровне нескольких нанометров.

Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) — это метод анализа поверхности материалов, основанный на использовании потока электронов для создания изображения микроструктуры материалов с высоким разрешением. СЭМ представляет собой высокотехнологичный метод исследования, который широко применяется в различных областях науки и техники для изучения микроструктуры материалов и процессов на поверхности.

Принцип работы сканирующей электронной микроскопии заключается в создании потока электронов, который направляется на поверхность образца. При столкновении с поверхностью электроны возбуждаются и излучают новые электроны, которые собираются детектором и используются для создания изображения образца. Электроны могут также проходить через образец и создавать изображения на основе того, как они были рассеяны.

СЭМ имеет высокую разрешающую способность, которая позволяет изучать микроструктуру материалов на микронном и нанометровом уровнях и получать изображения, которые могут быть использованы для анализа структуры и свойств материалов, а также определения их состава. Кроме того, SEM может использоваться для измерения размеров и форм частиц, определения кристаллической структуры и формирования стереоизображений. СЭМ применяется в различных областях науки и техники, включая материаловедение, микроэлектронику, биомедицину, физику, геологию и др. Этот метод исследования имеет большой потенциал для дальнейшего развития и применения в различных областях научных исследований.

Принцип работы сканирующего электронного микроскопа представлен

на рисунке 2.5.

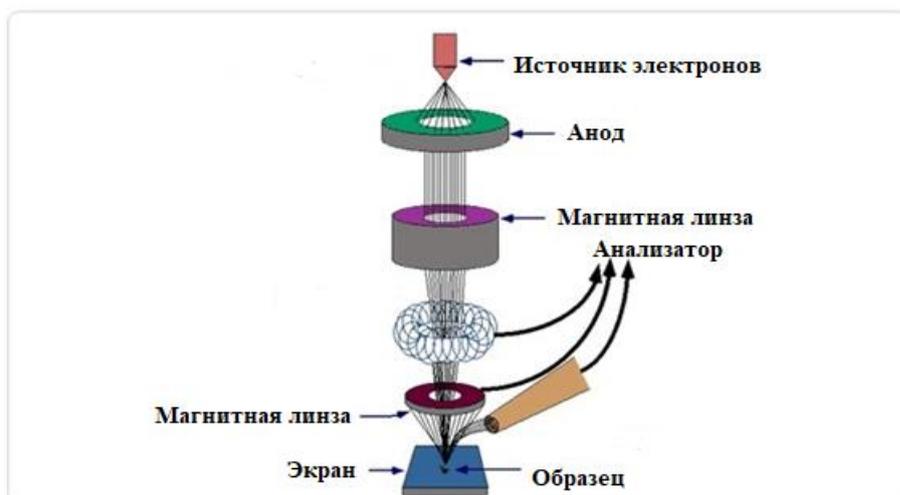


Рисунок 2.5 – Схема работы СЭМ

Система сканирующего электронного микроскопа работает следующим образом: электронная пушка подает поток первичных электронов, после чего они проходят через электронные линзы и катушки, расположенные вдоль двух перпендикулярных направлений. Это позволяет создать электронную колонну, которая взаимодействует с поверхностью образца. В результате этого вторичные электроны с энергией не более чем 50 эВ появляются на поверхности образца и регистрируются детекторами. При совершенствовании системы можно добиться формирования очень узкого пучка электронов.

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

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ11	Жданову Андрею Евгеньевичу

Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	ОЭФ
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>	<i>Затраты на сырьё, материалы, комплектующие изделия, специальное оборудование, основную и дополнительную заработную плату исполнителей, отчисления на социальные нужды, накладные расходы</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>В соответствии с ГОСТ 14.322-83 «Нормирование расхода материалов» и ГОСТ Р 51541-99 «Энергосбережение. Энергетическая эффективность»</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>1. Налоговый кодекс Российской Федерации 2. ФЗ №212 от 24.07.2009 в ред. от 19.12.2016</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала и инновационного потенциала НТИ</i>	<i>Определение потенциальных потребителей результатов исследования, анализ конкурентных технических решений.</i>
2. <i>Разработка устава научно-технического проекта</i>	<i>Планирование этапов разработки программы, определение трудоемкости.</i>
3. <i>Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	<i>Сравнительный анализ интегральных показателей эффективности, формирование бюджета НТИ</i>
4. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	<i>Расчет уравнений эффективности НТИ. Расчет уравнений сравнительной эффективности НТИ.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

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

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент ОСГН	Маланина Вероника Анатольевна	К.э.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич		

4. ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ

Целью данного раздела является оценка коммерческого и инновационного потенциала научно-исследовательской работы, направленной на экспериментальное исследование сорбционной ёмкости материалов накопителей на основе TiVCr. В связи с этим, были определены ресурсная, финансовая и экономическая эффективность.

Этапы решения задачи:

- провести анализ конкурентных технических решений;
- провести SWOT – анализ;
- предоставить организацию и планирование работ;
- построить график Ганта;
- провести расчёт материальных затрат, заработных плат, отчисления во внебюджетные фонды, затраты на электроэнергию и амортизационных расходов;
- провести анализ сравнительной эффективности работы.

Научно-исследовательская работа посвящена получению материалов-накопителей на основе TiVCr с разной стехиометрией двумя различными методами.

4.1 Предпроектный анализ

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Потенциальными потребителями результатов исследований являются исследовательские лаборатории в сфере авиастроения, машиностроения и энергетики. В каждой из этих сфер материалы-накопители водорода могут значительно помочь в исследовании новых технологий, а также использовать материалы-накопители как дополнительный источник энергии.

Для определения группы потребителей, которых может заинтересовать результаты данных научных исследований, необходимо провести сегментирование рынка.

Так как исследования представленных в работе представлены технологии получения материалов-накопителей новым методом, которые ранее никем не производились, результаты будут интересны большинству организаций, вне зависимости от их месторасположения.

Карта сегментирования рынка по модификации поверхностей представлена в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Карта сегментирования рынка по области применение разработки

Область рынка сбыта	Доля рынка, %
Энергетика	30
Авиастроение	25
Машиностроение	25
Промышленная химия	20

Исходя из карты сегментирования рынка услуг использованию материалов-накопителей, учитывая низкую конкуренцию, можно занять сегмент в сферах авиастроения, промышленной химии и/или машиностроения. Применение результатов данного научного исследования позволит занять лидирующее положение в этом сегменте рынка.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений

В отличие от других методов (электродуговая плавка, механосинтез, и др.) плавления в плазме аномального тлеющего разряда имеет ряд преимуществ: более высокая точность контроля температур, меньшее количество окислов и загрязнений, потребляет меньше энергии, а также более высокая скорость проведения спекания.

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки. Для этого была составлена оценочная карта, таблица 4.2.

Б_Ф – плавления в плазме аномального тлеющего разряда. Б_{К1} – электродуговая плавка.

Таблица 4.2 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (исследований)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б _Ф	Б _{К1}	К _{КФ}	К _{К1}
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Повышение производительности труда пользователя	0.1	4	4	0.4	0.4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0.05	4	3	0.2	0.15
3. Помехоустойчивость	0.05	4	2	0.2	0.1
4. Энергоэкономичность	0.05	4	4	0.2	0.2
5. Надежность	0.1	4	3	0.4	0.3
6. Уровень шума	0.05	3	3	0.15	0.15
7. Безопасность	0.01	5	5	0.05	0.05
8. Потребность в ресурсах памяти	0.1	4	4	0.4	0.4
9. Функциональная мощность (предоставляемые возможности)	0.1	5	3	0.5	0.3
10. Простота эксплуатации	0.05	4	4	0.2	0.2
11. Качество интеллектуального интерфейса	0.05	4	4	0.2	0.2
12. Возможность подключения в сеть ЭВМ	0.01	5	5	0.05	0.05
Экономические критерии оценки эффективности					
1. Конкурентоспособность продукта	0.05	4	3	0.2	0.15
2. Уровень проникновения на рынок	0.02	5	5	0.1	0.1
3. Цена	0.03	4	4	0.12	0.12
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0.03	4	4	0.12	0.12
5. Послепродажное обслуживание	0.01	4	4	0.04	0.04
6. Финансирование научной разработки	0.08	4	5	0.32	0.4
7. Срок выхода на рынок	0.05	4	4	0.2	0.2
8. Наличие сертификации разработки	0.01	4	4	0.04	0.04
Итого	1	83	77	4.09	3.67

Исходя из таблицы 4.2, конкурентоспособность разработки метода плавления в плазме аномального тлеющего разряда (Б_Ф) составила 4.09, против 3.67 метода электродуговой плавки (Б_{К1}). Полученные данные свидетельствуют о превосходстве научно-технической разработки (Б_Ф) по

критериям: удобство в эксплуатации, помехоустойчивость, надёжность и функциональная мощность. Данный метод (БФ) имеет более широкую область применения в промышленности.

4.1.3 SWOT – анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. Цель SWOT-анализа раскрыть сильные и слабые стороны, выявить риски, определить возможности для улучшения.

Результаты SWOT анализа представлены в таблице 4.3

Таблица 4.3 – SWOT анализ

	Сильные стороны:	Слабые стороны:
	С1. Высокая температура плавления;	Сл1. Высокая стоимость оборудования установки;
	С2. Бесконтактность и отсутствие загрязнений;	Сл2. Сложности в обслуживании оборудования;
	С3. Высокая скорость плавления;	Сл3. Ограничение в размерах полученных материалов;
	С4. Возможность получения материалов высокой чистоты;	Сл4. Подходит не для всех типов материалов;
	С5. Относительная дешевизна процесса.	Сл5. Наличие высококвалифицированного оператора.

Продолжение таблицы 4.3

Возможности:			
В1. Возможность создания материалов с уникальными свойствами;	Возможность использования в определенных отраслях промышленности;	Благодаря использованию данного метода, увеличивается энергоэффективность, и экологичность, а также появляется возможность создавать однородные и чистые материалы.	Инвестировать в обучение и развитие специалистов, которые будут работать с этой технологией. Проанализировать возможности масштабирования производства и подготовить инфраструктуру для масштабирования, чтобы можно было повысить производительность, не ухудшая качество выпускаемой продукции.
В2.			
В3. Возможность за счет чистоты метода получать высококачественные материалы;			
В4. Возможность сокращения времени, затрачиваемого на процесс плавления, благодаря более высокой эффективности метода;			
Угрозы:			
У1. Конкуренция от традиционных методов плавления и других методов изготовления материалов;	Появление конкурентных технических решений для снижения стоимости и повышению качественных показателей.	Инвестировать в разработку новых материалов и улучшение оборудования для работы с ними. Использование результатов научного исследования для повышения конкурентоспособности на рынке. Заключение договоров на оказание услуг в сфере авиастроения, промышленной химии и энергетики.	
У2. Появление новых конкурентных технических решений;			
У3. Низкий спрос на рынке, обусловленный экономической ситуацией;			
У4. Коммерческая неудача вследствие малого спроса			

Таблица 4.4 – Интерактивная матрица проекта

		Сильные стороны проекта					Слабые стороны проекта				
		С1	С2	С3	С4	С5	Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
Возможности проекта	В1	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	В2	+	0	0	+	+	+	+	-	-	-
	В3	+	+	+	+	+	-	-	-	+	-
	В4	+	+	+	+	+	+	-	+	0	-
Угрозы проекта	У1	+	+	+	+	-	-	-	+	+	+
	У2	+	+	+	+	+	-	0	-	-	-
	У3	+	+	+	0	+	-	0	-	-	-
	У4	+	+	+	+	+	+	0	-	-	+

Результаты SWOT-анализа учитываются при разработке структуры работ, выполняемых в рамках научно-исследовательского проекта.

Приведённый анализ показал, что технология, находясь на этапе разработки, имеет хорошие шансы на коммерциализацию, с учетом проявляемого интереса партнеров и удачных исследований. При этом если переход разработки в стадию коммерциализации затянется, то возможна потеря спроса на готовую технологию.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

В данном разделе отражено распределение времени и трудового вклада участников исследовательской работы. Перечень этапов и работ, распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Перечень этапов работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Руководитель, инженер
	3	Проведение патентных исследований	Руководитель, инженер
	4	Выбор направления исследований	Руководитель, инженер
	5	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	6	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Руководитель, инженер
	7	Составление порядка эксперимента, выбор технических режимов	Руководитель, инженер, сотрудник-техник
	8	Изготовление исследуемых образцов	Инженер
	9	Проведение экспериментов	Руководитель, инженер, сотрудник-техник

Продолжение таблицы 4.5

Теоретические и экспериментальные исследования	10	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Руководитель, инженер
Обобщение и оценка результатов	11	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, инженер
	12	Определение целесообразности проведения ОКР	Руководитель, инженер

Данная таблица отображает вклад каждого участника исследовательской работы. Наибольшая часть работы приходится на инженера (магистранта).

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Определяющим фактором выражения основной части стоимости научно-технической разработки являются заработные платы лиц, задействованных в реализации проекта. В связи с этим, наиболее важным моментом является максимально точное определение трудоемкости работ каждого из участников проекта [36].

Для определения трудоёмкости реализации научного исследования выпускной квалификационной работы используется экспертный способ, основным показателем которого является человеко-день [37]. Для расчёта предлагаемого значения трудоёмкости используют следующую формулу

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

где $t_{ож}$ – ожидаемая трудоёмкость выполнения работы, чел.дн.; t_{min} – минимально возможная трудоёмкость выполнения работы, чел.дн.; t_{max} – максимально возможная трудоёмкость выполнения работы, чел.-дн.

Оценка трудоёмкости выполнения научного исследования для научного руководителя:

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 43 + 2 \cdot 91}{5} = 62.2 \text{ чел.} - \text{дн.}$$

Трудоёмкость выполнения научного исследования для сотрудника – техника:

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 6 + 2 \cdot 18}{5} = 10.8 \text{ чел.} - \text{дн.}$$

Трудоёмкость выполнения научного исследования для инженера:

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot 54 + 2 \cdot 117}{5} = 79.2 \text{ чел.} - \text{дн.}$$

Далее определим продолжительность каждого этапа работы в рабочих днях $T_{рд}$:

$$T_{рд} = \frac{t_{ож_i}}{K_{вн}} \cdot K_{д} \quad (4.2)$$

где $T_{рд}$ – продолжительность одного этапа работы, раб.дн.; $K_{вн}$ – коэффициент выполнения работ, учитывающий влияние внешних факторов на соблюдение определенных длительностей, $K_{вн}=1$; $K_{д}$ – коэффициент, учитывающий дополнительное время на компенсацию непредвиденных задержек и согласование работ, $K_{д} = 1$.

Произведем длительно работ в рабочих днях.

Расчёт продолжительности работы выполнения научного исследования для научного руководителя:

$$T_{рд} = \frac{t_{ож}}{K_{вн}} \cdot K_{д} = \frac{62.2 \text{ чел.} - \text{дн.}}{1} \cdot 1 = 62.2 \text{ раб.дни}$$

Продолжительность работы выполнения научного исследования для сотрудника-техника:

$$T_{рд} = \frac{10.8 \text{ чел.} - \text{дн.}}{1} \cdot 1 = 10.8 \text{ раб.дни}$$

Продолжительность работы выполнения научного исследования для инженера:

$$T_{рд} = \frac{79.2 \text{ чел.} - \text{дн.}}{1} \cdot 1 = 79.2 \text{ раб.дни}$$

4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

Ленточный график проведения научных работ изображается в форме диаграммы Ганта. Для построения диаграммы необходимо перевести рабочие дни в календарные дни, для чего воспользуемся следующим соотношением:

$$T_{КД} = T_{РД} \cdot T_K, \quad (4.3)$$

где $T_{КД}$ – продолжительность выполнения этапа в календарных днях; T_K – коэффициент календарности, определяющийся выражением 4.4.

$$T_K = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{ВД} - T_{ПД}}, \quad (4.4)$$

где $T_{кал}$ – количество календарных дней в году; $T_{ВД}$ – количество выходных дней в году; $T_{ПД}$ – количество праздничных дней.

Рассчитаем коэффициент календарности для шестидневной рабочей недели по формуле 4.4:

$$T_K = \frac{365}{365 - 54} = 1.17$$

Построим таблицу по результатам расчётов, в которой укажем трудоёмкости работ, название работы, а также укажем длительность работ в рабочих и календарных днях, таблица 4.6.

Таблица 4.6 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ									Длит. работ в раб. дни Трд			Длит. работ в кален. дни Ткд		
	t _{min} , чел.-дн			t _{max} , чел.-дн			t _{ож} , чел.-дн			НР	СТ	ИН	НР	СТ	ИН
	НР	СТ	ИН	НР	СТ	ИН	НР	СТ	ИН						
Составление и утверждение технического задания	2	-	-	4	-	-	2.8	-	-	2.8	-	-	3.3	-	-
Подбор и изучение материалов по теме	10	-	10	21	-	30	14.4	-	18	14.4	-	18	16.8	-	21.1
Проведение патентных исследований	5	-	7	8	-	15	6.2	-	10.2	6.2	-	10.2	7.3	-	12.0
Выбор направления исследований	3	-	5	4	-	7	3.4	-	5.8	3.4	-	5.8	4.0	-	6.8
Календарное планирование работ по теме	2	-	3	3	-	4	2.4	-	3.4	2.4	-	3.4	2.8	-	4.0
Проведение теоретических расчетов и обоснований	4	-	7	6	-	10	4.8	-	8.2	4.8	-	8.2	5.6	-	9.6
Составление порядка эксперимента, выбор технических режимов	1	1	2	3	3	4	1.8	1.8	2.8	1.8	1.8	2.8	2.1	1.8	3.3
Изготовление исследуемых образцов	-	-	2	-	-	3	-	-	2.4	-	-	2.4	-	-	2.8
Проведение экспериментов	5	5	5	15	15	15	9	9	9	9	9	9	10.5	9	10.5
Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	5	-	7	10	-	12	7	-	9	7	-	9	8.2	-	10.5
Оценка эффективности полученных результатов	3	-	3	10	-	10	5.8	-	5.8	5.8	-	5.8	6.7	-	6.7
Определение целесообразности проведения ОКР	3	-	3	7	-	7	4.6	-	4.6	4.6	-	4.6	5.4	-	5.3
Итого	43	6	54	91	18	117	62.2	10.8	79.2	62.2	10.8	79.2	72.8	10.8	92.7

На основе таблицы 4.6, построен календарный план-график исполнения работ в рамках научно-исследовательского проекта, с разбивкой по месяцам и декадам. График строится для максимального по длительности исполнения работ. Отмечены области в зависимости от исполнителей, ответственных за конкретную работу, таблица 4.7.

Таблица 4.7 – Календарный план-график (график Ганта) проведения НИОКР

№ работ	Вид работ	Исполнители	Т _к , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ														
				январь	февраль			март			апрель			май			июнь	
				3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2
1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель темы	4															
2	Подбор и изучение материалов по теме	Руководитель	21															
		Инженер	30															
3	Проведение патентных исследований	Руководитель	8															
		Инженер	15															
4	Выбор направления исследований	Руководитель	4															
		Инженер	7															
5	Календарное планирование работ по теме	Руководитель	3															
		Инженер	4															
6	Проведение теоретических расчетов и обоснований	Руководитель	6															
		Инженер	10															
7	Составление порядка эксперимента, выбор технических режимов	Руководитель	3															
		Инженер	4															
		Сотрудник-техник	3															
8	Изготовление исследуемых образцов	Инженер	3															

Продолжение таблицы 4.7

№ работ	Вид работ	Исполнители	Т _к , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ															
				январь	февраль			март			апрель			май			июнь		
				3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	
9	Проведение экспериментов	Руководитель	15																
		Инженер	15																
		Сотрудник-техник	15																
10	Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями	Руководитель	10																
		Инженер	12																
11	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель	10																
		Инженер	10																
12	Определение целесообразности проведения ОКР	Руководитель	7																
		Инженер	7																

где красным цветом обозначен руководитель темы, зеленым инженер (магистрант), желтым сотрудник-техник.

Были определены длительности и обозначены сроки выполнения всех запланированных видов работ. Был построен график Ганта, наглядно иллюстрирующий этапы выполнения проекта участниками.

4.3 Бюджет научно-технического исследования

4.3.1. Расчёт материальных затрат исследования

Расчёт материальных затрат включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта, таблица 4.8.

Таблица 4.8 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Кол-во	Цена за ед., руб.	Сумма, руб.
Титановый порошок	г	100	9	900
Порошок из ванадия	г	100	35	3500
Порошок из хрома	г	100	1.5	350
Халат	шт	1	1570	1570
Бумага наждачная, зернистость – 800	шт	4	52	208
Бумага наждачная, зернистость - 1500	шт	4	30	120
Бумага наждачная, зернистость – 2000	шт	4	115	460
Бумага наждачная, зернистость – 4000	шт	4	170	680
Итого				7788

По полученным данным, наибольшие расходы приходятся на расходные материалы.

4.3.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

Расчет амортизации для оборудования представлены в таблице 4.9.

Таблица 4.9 – Расчеты амортизационных отчислений

Наименование	Первонач. Цена, руб.	Норма амортиз., %	Годовые амортиз. отчисл., руб.	Ежемесяч. амортиз. отчисл., руб.	Затраты, руб.
Дифрактометр Shimazu 7000S	740000	14.3	105820	8757	8757
Автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller	7000000	14.3	1001000	83417	83417
Сканирующий электронный микроскоп Quanta 200 3D	2600000	10	260000	2167	2167
Шлифовальная машина Saphir 320	300000	10	30000	2500	2500

4.3.3. Основная заработная плата исполнителей исследования

Для вычисления основной заработной платы необходимо учесть научных и инженерно-технических работников, участвующих в выполнении выпускной квалификационной работы (включая премии и доплаты)

Основная заработная плата работников вычисляется по формуле:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп} \quad (4.6)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата; $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата (12-20% от $Z_{осн}$).

Основная заработная плата руководителя:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p \quad (4.7)$$

где T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.; $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывалась по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} \quad (4.8)$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника, руб; M – количество месяцев работы без отпуска в течение года; F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

В таблице 4.10 представлен годовой баланс рабочего времени для 6-дневной рабочей недели.

Таблица 4.10 – Баланс рабочего времени (для 6-дневной недели)

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер	Техник
Календарное число дней	365	365	365
Количество нерабочих дней			
- выходные дни	67	67	67
- праздничные дни	14	14	14
Потери рабочего времени			
- отпуск	56	28	28
- невыходы по болезни	1	1	1
Действительный годовой фонд рабочего времени	227	255	255

Месячный должностной оклад работника рассчитывается по формуле:

$$Z_M = Z_{TC} \cdot k_p, \quad (9)$$

где Z_{TC} – заработная плата по тарифной ставке, руб.; k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для г. Томска). Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Расчёт основной заработной платы

Исполнитель	Z_{TC} , руб.	Z_M , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	26500	34450	1419.45	62.2	88289.79
Сотрудник-техник	16500	21450	883.81	10.8	9545.15
Инженер	16500	21450	883.38	79.2	70359.70
Итого					168194.64

В таблице 4.11 представлены данные по затратам на заработную плату сотрудников за весь период ВКР.

4.3.4. Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Расчет дополнительной заработной платы ведется по следующей формуле:

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

где, $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0.12-0.15).

Дополнительная заработная плата руководителя:

$$Z_{доп} = 0.13 \cdot 88289.79 = 11477.67 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата сотрудника-техника:

$$Z_{доп} = 0.13 \cdot 9545.15 = 1240.87 \text{ руб.}$$

Дополнительная заработная плата инженера (магистранта):

$$Z_{доп} = 0.13 \cdot 70359.70 = 9146.76 \text{ руб.}$$

Суммарная дополнительная заработная плата равна 21865.301 рублей.

4.3.5. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

В данной статье расходов отражаются 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.

Ставка отчислений во внебюджетные фонды для учреждений, осуществляющих научную и образовательную деятельность, на 2023 год составляет 30% (ПФ – 22%, ФФОМС – 5.1%, ФСС – 2.9%)

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$Z_{внеб.} = k_{внеб.} \cdot (Z_{осн.} + Z_{доп.}) \quad (10)$$

где: $k_{внеб.}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды.

Расчет отчислений во внебюджетные фонды:

$$Z_{внеб.} = (104834.64 + 21865.301) \cdot 0.3 \approx 38009.98 \text{ руб.}$$

4.3.6. Расчет затрат на научные и производственные командировки

При проведении научно-исследовательской работы в научных и производственных командировках не было необходимости.

4.3.7. Накладные расходы (расчёт затрат на электроэнергию)

Потребляемая мощность анализатора составляет 7 кВт/час. Длительность еженедельной работы на комплексной технологической установке составляет 2 часа. Стоимость электроэнергии в Томске составляет 5.748 рубля за 1 кВт/час. Стоимость электропотребления за 5 месяцев рассчитывается по формуле:

$$C_{эл.об.} = P_{об.} \cdot Ц_{э} \cdot t_{об.}, \quad (4.11)$$

где $P_{об.}$ – мощность, потребляемая оборудованием, кВт; $Ц_{э}$ – тариф на 1 кВт·час; $t_{об.}$ – время работы оборудования, час.

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведены в таблице 4.12.

Таблица 4.12 – Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Время работы оборудования	Потребляемая мощность $P_{об.}$, кВт	Затраты $C_{эл.об.}$, руб.
Персональный компьютер	646	0.3	1113.96
Комплексная технологическая установка	40	7	1609.44
Итого			2723.4

4.3.8. Формирование бюджета затрат

Расчет бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Расчет бюджета затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.	Удельный вес, %
Материальные затраты НИИ	7788.00	2.38
Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	96841.00	29.57
Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	168194.64	51.34
Затраты на дополнительной заработной плате исполнителей темы	21865.30	6.67
Отчисления во внебюджетные Фонды	38009.98	11.61
Затраты на научные и производственные командировки	-	0
Накладные расходы	2732.4	0.83
Итого: бюджет затрат НИИ	327194.52	100

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

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

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

Интегральный финансовый показатель разработки определяется по следующей формуле:

$$I_{\text{ФИН},\rho}^{\text{ИСП}} = \frac{\Phi_{Pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (4.12)$$

где Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта; $I_{финр}$ – интегральный финансовый показатель разработки.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить по формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (4.13)$$

В таблице 4.14 представлена сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта. Данный проект сравнивается с методикой качественного анализа материалов, заложенной в программе как базовая.

Таблица 4.14 – Сравнительная оценка характеристик

Объект исследования	Весовой коэффициент параметра	Разработка	Базовая методика
Способствует росту производительности труда	0.25	5	5
Соответствует требованиям потребителей	0.15	4	4
Энергосбережение	0.2	4	3
Надежность	0.2	4	4
Материалоемкость	0.2	5	4
Итого I_{pi}		4.45	4.25

Характеристики имеют схожие критерии, так как методики реализованы для одного прибора. Каждая из представленных методик реализована для определённой задачи.

Пример расчёта интегрального показателя ресурсоэффективности:

$$I_p = \frac{I_{pp}}{I_{финр}^p} = \frac{0.25 \cdot 5 + 0.15 \cdot 4 + 0.2 \cdot 4 + 0.2 \cdot 4 + 0.2 \cdot 5}{1} = 4.45$$

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

$$I_{исп} = \frac{I_{pi}}{I_{финр}^p}, \quad (4.14)$$

Сравнительная эффективность проекта определяется по следующей формуле:

$$\mathcal{E}_{CP} = \frac{I_{д.п.}}{I_{исп}}, \quad (4.15)$$

В таблице 4.15 представлена сравнительная эффективность данного проекта с базовой методикой электродуговой плавки.

Таблица 4.15 – Сравнительная эффективность

Показатели	Разработка	Базовая методика
Интегральный финансовый показатель	1	1
Интегральный показатель ресурсоэффективности	4.45	4.25
Интегральный показатель эффективности	4.45	4.25
Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1.05	0.95

Как видно из таблицы 4.15, разработанная методика эффективнее базовой. Традиционная оценка экономической эффективности полученных результатов невозможны, т.к. они носят чисто научный характер.

Выводы по главе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

1. В ходе выполнения раздела «Финансовый менеджмент» был проведен анализ конкурентоспособности получения материалов-накопителей водорода методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда, была подтверждена перспективность данного метода.

2. Проведённый SWOT-анализ проекта, раскрыл сильные и слабые стороны, выявил риски, а также определил возможности для улучшения.

3. Установлено, что в календарных днях длительность работ для научного руководителя составило 72.8 дней, для сотрудника-техника 10.8, а для инженера 92.7 дней.

4. На основе временных показателей по каждой из произведенных работ был построен календарный план-график Ганта, по которому можно увидеть, что самая продолжительная по времени работа – подбор и изучение материалов.

5. Бюджет затрат научно-технического исследования составил 327194.52 рублей. Наибольшая статья расходов приходится на основную заработную плату (51.34 %), затем на амортизационные отчисления (29.57 %)

6. Определены показатели ресурсоэффективности, интегральный финансовый показатель, интегральный показатель эффективности и сравнительная эффективность вариантов исполнения, значения которых свидетельствуют о достаточно высокой эффективности реализации технического проекта.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа ОБМ11		ФИО Жданов Андрей Евгеньевич	
Школа	Инженерная школа ядерных технологий	Отделение (НОЦ)	ОЭФ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 Физика конденсированного состояния

Тема ВКР:

Сорбционные характеристики накопителей водорода на основе Ti-Cr-V, синтезированных методом электро-дугового плавления и в плазме аномального тлеющего разряда	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
<p>Введение</p> <ul style="list-style-type: none"> – Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика) и области его применения. – Описание рабочей зоны (рабочего места) при разработке проектного решения/при эксплуатации 	<p><i>Объект исследования:</i> материалы накопители водорода. <i>Область применения:</i> водородная энергетика. <i>Рабочая зона:</i> лаборатория <i>Размеры помещения:</i> 35 м². <i>Количество и наименование оборудования рабочей зоны:</i> персональный компьютер. <i>Рабочие процессы, связанные с объектом исследования, осуществляющиеся в рабочей зоне:</i> подготовка порошков для дальнейшего синтеза, исследование шлифов структуры полученных материалов.</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности при эксплуатации</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<p>ГОСТ 12.2.032-78 ССБТ. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования. ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ. Оборудование производственное. Общие эргономические требования. ПНД Ф 12.13.1-03. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях. Федеральный закон N 426-ФЗ “О специальной оценке условий труда.” от 28 декабря 2013 г., с изменениями от 28 декабря 2022 года.</p>
<p>2. Производственная безопасность при эксплуатации</p> <ul style="list-style-type: none"> – Анализ выявленных вредных и опасных производственных факторов – Расчет уровня опасного или вредного производственного фактора 	<p>Опасные факторы:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Опасность поражения электрическим током; 2. Производственные факторы, связанные с чрезмерно высокой температурой материальных объектов производственной среды, вызывающих риск получения ожогов; 3. Неподвижные режущие, колющие, обдирающие, разрывающие части твердых объектов <p>Вредные факторы:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Отклонение показателей микроклимата; 2. Отсутствие или недостаток необходимого естественного и искусственного освещения; 3. Повышенный уровень шума; <p>Требуемые средства коллективной и индивидуальной защиты от выявленных факторов: использование защитных костюмов, перчатки, виброизолирующая обувь, беруши, наушники.</p> <p>Расчет: расчет системы искусственного освещения</p>
<p>3. Экологическая безопасность при эксплуатации</p>	<p>Воздействие на селитебную зону: наличие промышленных отходов (вторцвет- и чермет,</p>

	<p>пластмасса, перегоревшие люминесцентные лампы, оргтехника)</p> <p>Воздействие на литосферу: в ходе работы дугового испарителя может образовываться осажденный слой (тяжелые металлы) на поверхности анода, очистка которого приводит к загрязнению литосферы.</p> <p>Воздействие на гидросферу: наличие частиц металлов и абразива при использовании шлифовально-полировальной машины</p> <p>Воздействие на атмосферу: масляные пары форвакуумного насоса</p>
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях <u>при эксплуатации</u>	<p>Возможные ЧС: Природные катастрофы (ураган); Техногенные аварии (аварии на электро-, тепло-коммуникациях, водоканале, взрыв газовых баллонов);</p> <p>Наиболее типичная ЧС: пожар (неисправность в электрических сетях, нарушение технологического режима)</p>
Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД ШБИП	Сечин Андрей Александрович	к.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич		

5. СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

В рамках выполнения выпускной квалификационной работы проводился синтез материалов накопителей водорода на основе TiVCr методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда и анализ их максимальной сорбционной емкости. Все исследования проводились в научной лаборатории корпуса № 3.

Данный раздел несёт в себе не только правовой смысл, но и отвечает на вопросы безопасности исследователей и сохранности здоровья, рассматривая опасные и вредные факторы.

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

Трудовой кодекс РФ [38] устанавливает права и обязанности работника и работодателя, правила нормирования и оплаты труда, трудоустройство, вопросы охраны труда. Обеспечение прав работников на охрану труда включает права и гарантии на обеспечение условий, соответствующих требованиям. В статье 219 трудового кодекса РФ детализированы права работников, согласно которым у каждого работника должно быть рабочее место, соответствующее правилам охраны труда. Государство гарантирует работникам защиту их права на труд в условиях, соответствующих требованиям охраны труда (ТК РФ Статья 220). Обеспечение работников средствами индивидуальной защиты, а также оснащения рабочих мест средствами коллективной защиты (ТК РФ Статья 221).

Согласно ГОСТ 12.2.032-78. «Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования» стол должен соответствовать современным требованиям эргономика и позволять расположить на рабочей поверхности все необходимое оборудование, в зависимости от характера выполняемой работы. Соответствие рабочего места требованиям ГОСТ 12.2.032-78 представлено в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Требования к организации рабочего места [39]

Требование	Требуемое значение	Значение параметров в помещении
Высота рабочей поверхности стола	Регулируемая высота (680-800 мм) Нерегулируемая высота (более 725 мм)	Нерегулируемая высота 750 мм
Рабочий стул (кресло)	Подъемноповоротный, регулируемый по высоте и углу наклона спинки	Не соответствует
Расположение монитора от глаз пользователя	600-700 мм	Соответствует

Для выполнения всех требований нормативных актов по организации рабочего места лаборатории необходимо подать заявку на приобретения рабочего стула с функциями регулировки по высоте и углу наклона спинки для профилактики монотонии и переутомления.

5.2 Производственная безопасность

Анализ возможных вредных и опасных факторов при работе в научной лаборатории в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Возможные вредные и опасные факторы

Факторы		Нормативные документы
Опасные	Электробезопасность (Поражение электрическим током)	ГОСТ 12.1.009-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ) ГОСТ Р12.1.019-2017 ССБТ Электробезопасность ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов»
	Производственный травматизм	ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 №197-ФЗ (ред. от 27.12.2018)
Вредные	Отклонение показателей микроклимата	ГОСТ 30494-96. Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
	Недостаточная освещенность рабочей зоны	СНиП 23-05-95*. Естественное и искусственное освещение (с Изменением №1 СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.
	Повышенный уровень шума	ГОСТ 12.1.003-83. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности (с Изменением № 1)
	Пожарная опасность	СП 12.13130.2009. Определение категорий помещений, зданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности (в ред. изм. № 1, утв. приказом МЧС России от 09.12.2010 № 643) ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
	Перенапряжение зрительного анализатора	ГОСТ 12.0.230-2007 ССБТ. Системы управления охраной труда. Общие требования СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы»
	Монотонность труда	MP 2257-80 Рекомендации по устранению и предупреждению неблагоприятного влияния монотонии на работоспособность человека в условиях современного производства Дата актуализации: 01.01.2021

В деятельности лаборатории широко используется электричество, которое при замыкании электрической цепи может быть опасным источником для организма человека. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов, согласно ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов» представлены в таблице 5.2.1.

Таблица 5.2.1 Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов [40]

Род тока	U, В	I, мА
	Не более	
Переменный, 50 Гц	2.0	0.3
Переменный, 400 Гц	3.0	0.4
Постоянный	8.0	1.0

Напряжения прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном (неаварийном) режиме электроустановки, не должны превышать значений, указанных в таблице. Средствами защиты от воздействия электрического тока являются: изолирующие устройства и покрытия, предохранительные устройства, устройства автоматического отключения, предупредительная сигнализация, знаки безопасности

Требования к производственному оборудованию согласно ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ: конструкция производственного оборудования и его отдельных частей должна исключать возможность их падения, опрокидывания и самопроизвольного смещения при всех предусмотренных условиях эксплуатации [41].

Микроклимат производственных помещений определяется действующими на организм человека температурой, относительной влажностью и скоростью движения воздуха, а также температурой окружающих поверхностей.

Длительное воздействие на человека неблагоприятного микроклимата резко ухудшает его самочувствие, снижает производительность труда и приводит к заболеваниям. Воздействие высокой температуры и влажности

быстро утомляет, может привести к перегреву организма, повышению артериального давления, обезвоживанию организма. Понижение температуры и повышение скорости движения воздуха способствуют усилению конвективного теплообмена и процесса теплоотдачи при испарении пота, что может привести к переохлаждению организма, частым респираторным заболеваниям. Оптимальные и допустимые метеорологические условия температуры и влажности устанавливаются согласно СанПиН 2.2.4.548-96. Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений приведены в таблице 5.2.3.

Таблица 5.2.3 – Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений [42]

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	I _a (до 139)	22-24	21-25	60-40	Не более 0.1
Теплый	I _a (до 139)	23-25	22-26	60-40	Не более 0.1

Оптимальные микроклиматические условия обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта, не вызывают отклонений в состоянии здоровья, создают предпосылки для высокого уровня работоспособности и являются предпочтительными на рабочих местах. Недостаточная освещенность рабочей зоны вызывает нарушение работы зрительного аппарата и общее утомление, может быть причиной головных болей, снижает производительность труда. Оптимальная освещенность производственных помещений и рабочей зоны обеспечивает гигиенические условия для работающего персонала. Правильно подобранные и расположенные источники света повышают эффективность труда, предотвращают заболевания персонала и минимизируют риски нарушения техники безопасности.

По способу размещения и распределению освещенности применяют общее и комбинированное освещение. Искусственное освещение в

помещениях для эксплуатации ПК должно осуществляться системой общего равномерного освещения.

В случаях преимущественной работы с документами, следует применять системы комбинированного освещения, когда к общему освещению дополнительно устанавливаются светильники, предназначенные для освещения зоны расположения документов. Устройство только местного освещения недопустимо, так как оно создает большую разность освещенности рабочих поверхностей и окружающего пространства, что неблагоприятно сказывается на зрении, согласно СНиП 23-05-95 [43].

Окна в помещениях, где эксплуатируется вычислительная техника, должны быть ориентированы на север и северо-восток. Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения в соответствии с СанПиНом 2.2.1/2.1.1.1278-03 указаны в таблице 5.2.5.

Таблица 5.2.5 Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения [43]

Помещения	Рабочая Поверхность и плоскость нормирования КЕО и освещенности (Г-горизонтальная, В-вертикальная) и высота плоскости над полом, м	Естественное освещение		Совмещенное освещение	
		КЕО e_n , %		КЕО e_n , %	
		При верхнем или комбинированном освещении	При боковом освещении	При верхнем или комбинированном освещении	При боковом освещении
Кабинеты, рабочие комнаты, офисы, представительств а	Г-0.8	3.0	1.0	1.8	0.6
Помещение	Искусственное освещение				
	Освещенность, Лк				
	При комбинированном освещении		При общем освещении	Показатель дискомфорта, М, не более	Коэффициент пульсации освещенности, Кп %, не более
Всего	От общего				
Кабинеты, рабочие комнаты, офисы, представительств а	400	200	300	40	15

Характеристика помещения лаборатории: длина = 7 м; ширина = 5 м; высота = 3.5 м; окраска стен – белая; окраска потолка – белая. Для освещения используются светильники с люминесцентными лампами ОД 2-40, с длиной 1230 мм, шириной 266 мм, высотой 158 мм, КПД 75%.

Расчет общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока, учитывающим световой поток, отраженный от потолка и стен:

$$\Phi = \frac{E_H \cdot S \cdot K_a \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 35 \cdot 1.5 \cdot 1.1}{7 \cdot 0.49} = 5051 \text{ (лм)} \quad (5.6)$$

Нормируемая освещенность, согласно СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 $E_H=300$ лм. В соответствии со значением рассчитанного светового потока $\Phi=5051$ Лм, ближайшей световой люминесцентной лампой является лампа типа ЛХБ с электрической мощностью осветительной системы 80 Вт, световым потоком 5000 лм.

Допускается отклонение светового потока лампы не более чем на -10% – $+20\%$. Для этого выполняется проверка по формуле

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{л.станд}} - \Phi_{\text{л.расч}}}{\Phi_{\text{л.станд}}} \cdot 100\% \leq +20\% = \frac{5000 - 5051}{5000} \cdot 100\% = -1.02\%$$

Таким образом, отклонение составило -1.02% , что не превышает допустимые нормы.

Расчет освещения производится методом коэффициента использования светового потока, который показывает, какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность и зависит от:

индекса помещения:

$$i = \frac{S}{h \cdot (A + B)} = \frac{35}{3.5 \cdot 12} = 0.83 \quad (5.7)$$

коэффициента отражения стен (свежепобеленные, с окнами без штор):
 $\rho_{ст}=50\%$;

коэффициент отражения потолка (свежепобеленный): $\rho_n=70\%$.

Для общего освещения применяются газоразрядные лампы: дневной (ЛД), холодно-белой (ЛХБ), тепло-белой (ЛТБ) и белой цветности (ЛБ).

Помещение лаборатории имеет следующие параметры:

высота помещения: $H = 350$ см;

расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 35$ см;

Рассчитаем высоту светильника над полом, высоту подвеса:

$$h_n = H - h_c = 350 - 35 = 315 \text{ см} \quad (5.1)$$

высота рабочей поверхности над полом: $h_{pn} = 75$ см;

рассчитаем высоту светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{pn} = 315 - 75 = 260 \text{ см} \quad (5.2)$$

При освещении рабочего помещения двухламповыми светильниками ОД при одиночной установке или при непрерывных рядах из одиночных светильников в соответствии с требованиями наименьшая допустимая высота подвеса над полом составляет 3.5 м. Рассчитанная величина $h=2.6$ м не соответствует требованиям. расстояние между соседними светильниками: $L = 3.75$ м; расстояние от крайних светильников до стены: $l=0.9$ м.

Данное расстояние от крайних светильников до стены является подходящим, так как необходимая величина равна:

$$\frac{L}{3} = \frac{3.75}{3} = 1.25 \text{ (м)} \quad (5.3)$$

Отношение расстояния между светильниками L к высоте их подвеса h_n определяет величина, равная:

$$\lambda = L/h \quad (5.4)$$

Оптимальное значение для расположения люминесцентных светильников без защитной решетки типов ОД и ОДО составляет 1.4. Рассчитаем оптимальное расстояние между светильниками:

$$L = \lambda \cdot h = 1.4 \cdot 2.6 = 3.64 \text{ (м)} \quad (5.5)$$

Расположение светильников в лаборатории соответствует установленным требованиям. Количество рядов светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{ряд}} = \frac{\left(B - \frac{2}{3}L\right)}{L} + 1 = \frac{\left(5 - \frac{2}{3} \cdot 3.75\right)}{3.75} + 1 = 1.66$$

Исходя из полученных результатов, оптимальным будет расположение светильников в два ряда. Количество светильников с люминесцентными лампами в ряду определяется по формуле:

$$n_{\text{св}} = \frac{\left(A - \frac{2}{3}L\right)}{l_{\text{св}} + 0.5} = \frac{\left(7 - \frac{2}{3} \cdot 3.75\right)}{1.23 + 0.5} = 2.59$$

Оптимальное количество светильников в ряду 3. Таким образом, для соблюдения требований освещения лаборатории необходимо 6 светильников с люминесцентными лампами ОД 2-40.

Превышение уровня шума возникает при работе механических и электромеханических изделий. В соответствии с ГОСТ 12.1.003-83. «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности» допустимый уровень шума при работе, требующей сосредоточенности, работе с повышенными требованиями к процессам наблюдения и дистанционного управления производственными циклами на рабочих местах в помещениях с шумным оборудованием, составляет 75 дБ [45].

В научной лаборатории высокоинтенсивной имплантации ионов основными источниками шума являются: профилометр STIL 3D Micromesur, компьютеры (охлаждение внутри системного блока, оптические приводы DVD-ROM). В соответствии со спецификацией профилометр STIL 3D Micromesur имеет уровень шума 25 дБ. Уровень шума блока питания компьютера составляет 25-30 дБ, уровень шума охлаждающего устройства процессора 15-20 дБ, остальные элементы охлаждения являются пассивными и их уровень шума не учитывается. Шум, вызываемый работой оптических

приводов, также не учитывается, так как они используются в работе незначительно малое время. Звукоизоляция в лаборатории не требуется, так как предельное значение уровня шума не достигается.

В зависимости от характеристик веществ и материалов, находящихся в помещении, по взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В, Г и Д в соответствии с СП 12.13130.2009 [46]. Рассматриваемое помещение лаборатории относится к категории В, так как в нем содержатся твердые горючие вещества в холодном состоянии.

Возможные причины возгорания:

- работа с открытой электроаппаратурой;
- короткие замыкания в блоках питания;
- несоблюдение правил пожарной безопасности.

Согласно ГОСТ12.1.004-91 профилактические мероприятия, подразделяются на организационно-технические, эксплуатационные и режимные. Организационно-технические мероприятия заключаются в проведении регулярных инструктажей сотрудников ответственным за пожарную безопасность, обучении сотрудников надлежащей эксплуатации оборудования и необходимым действиям в случае возникновения пожара, паспортизацию веществ, материалов и изделий в части обеспечения пожарной безопасности, изготовление и применение средств наглядной агитации по обеспечению пожарной безопасности. К эксплуатационным мероприятиям относят профилактические осмотры оборудования. Мероприятия режимного характера включают установление правил организации работ и соблюдение противопожарных мер [47].

Соблюдение правил пожарной безопасности, предотвращает возникновение возгораний и пожаров:

- содержание помещений в соответствии с требованиями пожарной безопасности;

- надлежащая эксплуатация оборудования (правильное включение оборудования в сеть электропитания, контроль нагрева оборудования);
- обучение производственного персонала правилам пожарной безопасности;
- наличие, правильное размещение и использование средств пожаротушения.

В помещении с электрооборудованием, во избежание поражения электрическим током, целесообразно использовать углекислотные или порошковые огнетушители. Огнетушители следует располагать на защищаемом объекте в соответствии с требованиями таким образом, чтобы они были защищены от воздействия прямых солнечных лучей, тепловых потоков, механических воздействий и других неблагоприятных факторов (вибрация, агрессивная среда, повышенная влажность и т. д.). Они должны быть хорошо видны и легкодоступны в случае пожара. Предпочтительно размещать огнетушители вблизи мест наиболее вероятного возникновения пожара, вдоль путей прохода, а также около выхода из помещения. В лаборатории, на этаже находится 2 огнетушителя ОП-3, переносные порошковые. Лестничные пролеты оборудованы гидрантами, имеется кнопка пожарной сигнализации.

5.3 Экологическая безопасность

При работе в лаборатории возможные источники загрязнения окружающей среды с воздействием на:

Селитебную зону: промышленные отходы (вторцвет- и чермет, пластмасса, перегоревшие люминесцентные лампы, оргтехника).

Литосферу: в ходе работы дугового испарителя может образовываться осажденный слой (тяжелые металлы) на поверхности анода, очистка которого приводит к загрязнению литосферы.

Гидросферу: наличие частиц металлов и абразива при использовании шлифовально-полировальной машины

Атмосферу: масляные пары форвакуумного насоса.

Вышедшее из строя ПЭВМ и сопутствующая оргтехника относится к IV классу опасности и подлежит специальной утилизации согласно ГОСТ Р 53692-2009 «Ресурсосбережение. Обращение с отходами.» Этапы технологического цикла отходов, при которой более 90% отправится на вторичную переработку и менее 10% будут отправлены на свалки [48].

В ходе выполнения работы и обработки результатов также создается бытовой мусор (канцелярские, пищевые отходы, искусственные источники освещения), который должен быть утилизирован в соответствии с определенным классом опасности или переработан, чтобы не оказывать негативное влияние на состояние литосферы.

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация (ЧС) – обстановка на определенной территории, сложившаяся в результате аварии, опасного природного явления, катастрофы, стихийного или иного бедствия, которые могут повлечь или повлекли за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей или окружающей природной среде, значительные материальные потери и нарушение условий жизнедеятельности людей.

Под источником ЧС понимают опасное природное явление, аварию или опасное техногенное происшествие, широко распространенную инфекционную болезнь людей, сельскохозяйственных животных и растений, а также применение современных средств поражения

Рассмотрим возможные аварийные ситуации в научной лаборатории учебного корпуса № 3:

– Пожар в здании в результате неисправности в электрических сетях, нарушения технологического режима, нарушения техники пожарной безопасности сотрудников.

Нормы пожарной безопасности при работе на ПЭВМ и сопутствующей оргтехнике утверждены в ГОСТ 12.1.004-91 «Пожарная безопасность. Общие требования» [49].

- Работать только за исправным оборудованием.
- Не подключать одновременно к сети количество потребителей, превышающих допустимую нагрузку.
- Иметь первичные средства пожаротушения (огнетушители, пожарные гидранты).
- Свободные эвакуационные выходы.
- Расположение схемы эвакуационных путей в месте наибольшего сосредоточения сотрудников.

В случае возникновения пожара в здании автоматически срабатывают датчики пожаротушения, и звуковая система оповещает всех сотрудников о немедленной эвакуации из здания. На этаже находится два огнетушителя и пожарных крана, а также три эвакуационных выхода.

Мероприятия по защите населения при возникновении ЧС проводятся согласно ГОСТ Р 22.3.03-94. «Безопасность в ЧС. Защита населения. Основные положения» [50]:

Эвакуация сотрудников из зоны ЧС.

- Использование средств индивидуальной защиты органов дыхания и кожных покровов.
- Проведение аварийно-спасательных и других неотложных работ в зонах ЧС.
- Проведение мероприятий медицинской защиты (первая медицинская помощь).

5.5 Выводы по главе

В главе рассмотрены вредные и опасные факторы:

- Электробезопасность (поражение электрическим током)
- производственный травматизм

- отклонение показателей микроклимата в лаборатории
- недостаточная освещенность рабочей зоны
- повышенный уровень шума
- пожарная опасность
- перенапряжение зрительного анализатора

Проведен расчет системы общего равномерного искусственного освещения для лаборатории. Рассмотрены чрезвычайные ситуации, и меры ликвидации их последствий. Мероприятия по предупреждению негативного воздействия вредных и опасных факторов на сотрудников, их соответствие нормативным требованиям описаны в соответствующих разделах главы.

Научная лаборатория в корпусе №3 отнесена к классу В по пожароопасности и к 1 категории по электробезопасности.

Заключение

Система Ti-V-Cr является отличным материалом-накопителем водорода в связи с её доступностью, хорошими сорбционными/десорбционными свойствами, стабильностью.

В ходе проделанной работы были впервые получены интерметаллические сплавы $Ti_{21.5}V_{40}Cr_{38.5}$ и $Ti_{33}V_{33}Cr_{33}$ методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда.

Материалы-накопители со стехиометрией $Ti_{21.5}V_{40}Cr_{38.5}$ представлены фазами TiVCr и Ti_3O , образованными в процессе синтеза, в свою очередь материал со стехиометрией $Ti_{33}V_{33}Cr_{33}$ представлен такими же фазами, с преобладанием фазы TiVCr и вторичной фазы Ti_3O , формирование которой обусловлено высокотемпературным отжигом.

Материал-накопитель со стехиометрией $Ti_{33}V_{33}Cr_{33}$ имеет расширенную кристаллическую решетку, по сравнению с $Ti_{21.5}V_{40}Cr_{38.5}$, что повышает его сорбционную емкость на 1.34 %, в случае метода электродуговой плавки и на 4.84 % в случае метода плавления в плазме аномального тлеющего разряда.

Материалы, полученные электродуговой плавки, имеют более высокую циклическую стабильность по сравнению с материалами, полученными методом плавления в плазме аномального тлеющего разряда из-за более стабильной кристаллической решетки.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Ажажа В. М. и др. Материалы для хранения водорода: анализ тенденции развития на основе данных об информационных потоках //Вопросы атомной науки и техники. – 2006.
2. Schlapbach L., Züttel A. Hydrogen-storage materials for mobile applications //Materials for sustainable energy: a collection of peer-reviewed research and review articles from nature publishing group. – 2011. – С. 265-270.
3. Y Yang J. et al. High capacity hydrogen storage materials: attributes for automotive applications and techniques for materials discovery //Chemical Society Reviews. – 2010. – Т. 39. – №. 2. – С. 656-675.
4. Колачев Б. А., Шалин Р. Е., Ильин А. А. Сплавы-накопители водорода //Металлургия. – 1995. – С. 384.
5. Карпов Д. А., Литуновский В. Н. Водородная энергетика: Хранение водорода в связанном состоянии //СПб. АО “НИИЭФА. – 2016.
6. Fukai Y. The metal-hydrogen system: basic bulk properties. – Springer Science & Business Media, 2006. – Т. 21.
7. Yukawa H. et al. Alloying effects on the hydriding properties of vanadium at low hydrogen pressures //Journal of alloys and compounds. – 2002. – Т. 337. – №. 1-2. – С. 264-268.
8. Iba H., Akiba E. The relation between microstructure and hydrogen absorbing property in Laves phase-solid solution multiphase alloys //Journal of alloys and compounds. – 1995. – Т. 231. – №. 1-2. – С. 508-512.
9. Kabutomori T. et al. Hydrogen absorption properties of TiCrA ($A \equiv V, Mo$ or other transition metal) BCC solid solution alloys //Journal of alloys and compounds. – 1995. – Т. 231. – №. 1-2. – С. 528-532.
10. Akiba E., Iba H. Hydrogen absorption by Laves phase related BCC solid solution //Intermetallics. – 1998. – Т. 6. – №. 6. – С. 461-470.
11. Kasperovich V. S. et al. NMR study of metal-hydrogen systems for hydrogen storage //Journal of alloys and compounds. – 2011. – Т. 509. – С. 804-808.

12. Iba H., Akiba E. Hydrogen-absorbing alloy and process for preparing the same: пат. 6153032 США. – 2000.
13. Novaković N. et al. Ab initio study of MgH₂ formation //Materials Science and Engineering: B. – 2009. – Т. 165. – №. 3. – С. 235-238.
14. Ueda T., Hayashi S., Hayamizu K. Hydrogen motion and local structure of metals in β -Ti_{1-y}V_yH_x as studied by H¹ NMR //Physical Review B. – 1993. – Т. 48. – №. 9. – С. 5837.
15. Huot J. et al. Mechanochemical synthesis of hydrogen storage materials //Progress in Materials Science. – 2013. – Т. 58. – №. 1. – С. 30-75.
16. Huot J., Skryabina N. Y., Fruchart D. Application of severe plastic deformation techniques to magnesium for enhanced hydrogen sorption properties //Metals. – 2012. – Т. 2. – №. 3. – С. 329-343.
17. Miraglia S. et al. Hydrogen-induced structural transformation in TiV_{0.8}Cr_{1.2} studied by in situ neutron diffraction //Journal of alloys and compounds. – 2007. – Т. 442. – №. 1-2. – С. 49-54.
18. Klyukin K., Shelyapina M. G., Fruchart D. Modelling of Mg/Ti and Mg/Nb thin films for hydrogen storage //Solid State Phenomena. – Trans Tech Publications Ltd, 2011. – Т. 170. – С. 298-301.
19. Shelyapina M. G. et al. Hydrogen diffusion in metal-hydrogen systems via NMR and DFT //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Т. 40. – №. 47. – С. 17038-17050.
20. Шеляпина М. Г. Структура, стабильность и динамика многокомпонентных гидридов металлов по данным теории функционала плотности и ядерного магнитного резонанса.
21. Shelyapina M. G. et al. Hydrogen diffusion in metal-hydrogen systems via NMR and DFT //International Journal of Hydrogen Energy. – 2015. – Т. 40. – №. 47. – С. 17038-17050.
22. Leiva D. R. et al. Mg alloy for hydrogen storage processed by SPD //International Journal of Materials Research. – 2009. – Т. 100. – №. 12. – С. 1739-1746.

23. Kyojima D. et al. A novel magnesium–vanadium hydride synthesized by a gigapascal-high-pressure technique //Journal of alloys and compounds. – 2004. – T. 375. – №. 1-2. – C. 253-258.
24. Sato T. et al. Structural investigations of two new ternary magnesium–niobium hydrides, $Mg_6.5NbH_{14}$ and $MgNb_2H_4$ //Journal of alloys and compounds. – 2006. – T. 417. – №. 1-2. – C. 230-234.
25. Cho S. W. et al. The hydrogen storage characteristics of Ti–Cr–V alloys //Journal of alloys and compounds. – 1999. – T. 288. – №. 1-2. – C. 294-298.
26. Itoh H. et al. The influence of microstructure on hydrogen absorption properties of Ti–Cr–V alloys //Journal of alloys and compounds. – 2002. – T. 330. – C. 287-291.
27. Suwarno S. et al. Influence of Cr on the hydrogen storage properties of Ti-rich Ti–V–Cr alloys //international journal of hydrogen energy. – 2012. – T. 37. – №. 9. – C. 7624-7628.
28. Kärgler J., Valiullin R. Diffusion in porous media //Encyclopedia of Magnetic Resonance. – 2011.
29. Sen P. N. Time-dependent diffusion coefficient as a probe of geometry //Concepts in Magnetic Resonance Part A: An Educational Journal. – 2004. – T. 23. – №. 1. – C. 1-21.
30. Fukai Y. Diffusion //The Metal-Hydrogen System: Basic Bulk Properties. – 2005. – C. 303-400.
31. Liu J. et al. Microstructure and hydrogen storage properties of Ti–V–Cr based BCC-type high entropy alloys //International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – T. 46. – №. 56. – C. 28709-28718.
32. Zhou P. et al. Development of Ti-Zr-Mn-Cr-V based alloys for high-density hydrogen storage //Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – T. 875. – C. 160035.
33. Wu Y. et al. Effect of Fe and Al on hydrogen storage properties of 75 V-Ti-Cr alloys //Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – T. 887. – C. 161181.

34. Abdul J. M., Kolawole S. K., Salawu G. A. Microstructure and Hydrogen Storage Characteristics of Rhodium Substituted Ti-V-Cr Alloys //JOM. – 2021. – С. 1-7.
35. Martínez A., dos Santos D. S. Hydrogen absorption/desorption properties in the TiCrV based alloys //Materials Research. – 2012. – Т. 15. – №. 5. – С. 809-812.
36. Шульмин В. А., Усынина Т. С. Экономическое обоснование в дипломных проектах. – 2004.
37. Кнышова Е. Н., Панфилова Е. Е. Экономика организации: Учебник для вузов //М.: ИД «ФОРУМ»: ИНФРА-М. – 2013.
38. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30 декабря 2001 года № 197-ФЗ (с изменениями и дополнениями по состоянию на 01.03.2023 г.)
39. ГОСТ 12.2.032-78. «Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования».
40. ГОСТ 12.1.038-82 ССБТ. «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений прикосновения и токов».
41. ГОСТ 12.2.003-91. «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности».
42. СанПиН 2.2.4.548-96. «Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений»
43. СНиП 23-05-95. «Естественное и искусственное освещение».
44. СанПиНом 2.2.1/2.1.1.1278-03. «Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий».
45. ГОСТ 12.1.003-83. «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Шум. Общие требования безопасности».
46. СП 12.13130.2009. «Определение категорий помещений, заданий и наружных установок по взрывопожарной и пожарной опасности».

47. ГОСТ12.1.004-91. «Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования».

48. ГОСТ Р 53692-2009. «Ресурсосбережение. Обращение с отходами».

49. ГОСТ 12.1.004-91. «Пожарная безопасность. Общие требования».

50. ГОСТ Р 22.3.03-94. «Безопасность в ЧС. Защита населения».

Приложение А

Раздел 2 Materials and Methods of Research

Обучающийся:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ11	Жданов Андрей Евгеньевич		

Консультант школы отделения (НОЦ) ИШФВП:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЭФ ИЯТШ ТПУ	Сыртанов Максим Сергеевич	к.т.н.		

Консультант – лингвист отделения (НОЦ) школы ОИЯ

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ОИЯ	Квашнина Ольга Сергеевна			

Preparation of the initial powder

To synthesize material TiVCr, titanium, vanadium and chromium powders were used. The powder mixture was milled for 1 h using a SamplePrep 8000M-230 Mixer/Mill planetary ball mill in air at room temperature (300 rpm).

Material synthesis

TiVCr alloys were obtained by two methods: plasma melting of an abnormal glow discharge and with the help of an arc furnace. Plasma melting was carried out using an ion plasma setup (developed at Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia). The setup is shown in Figure 2.1.

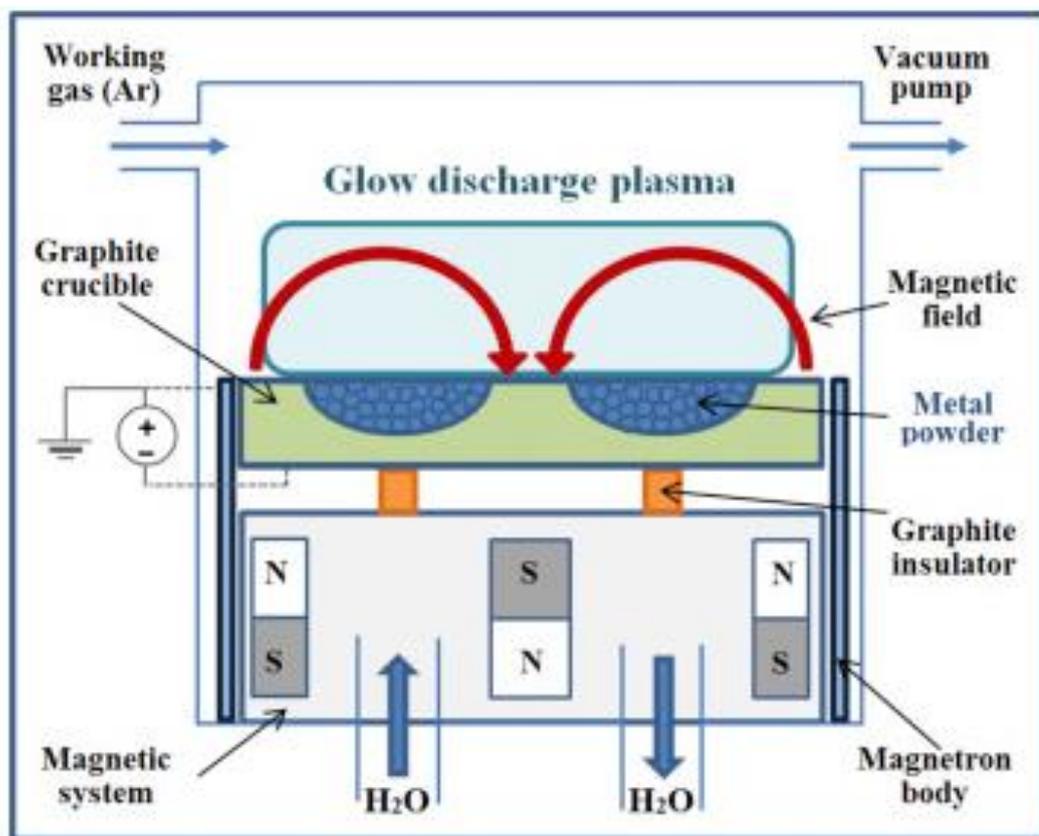


Figure 2.1 – Schematic image of the ion plasma setup

The ion plasma setup is designed for applying metallic coatings using a magnetron sputtering system with a liquid-phase target of 100 μm 20 μm 50. However, the magnetron system design enables the melting of the metal in a crucible in high vacuum by insulating the target from the magnetic system cooling. In this setup, insulation is achieved by placing a graphite crucible on graphite inserts. An

oil-free pump was used to evacuate the working chamber. Argon gas was used as the working gas, and its pressure was maintained at 3×10^{-1} Pa. When the voltage was applied between the cathode and the anode, electron emission occurred, followed by the ionization of the argon atoms, which led to the occurrence of an abnormal glow discharge. Since the electrons are in crossed electric and magnetic fields, the plasma discharge is localized at the surface of the target. Intense ion bombardment leads to the heating and melting of the target.

The working chamber was evacuated to the residual pressure of 5×10^{-4} Pa. The magnetron voltage was in the range of (550-600) V, the magnetron discharge current was (5.0-5.5) A, and the magnetron discharge power was 4 kW. Alloys were remelted three times to improve their homogeneity.

Diffraction method

X-ray diffraction is a non-destructive testing method used to analyze the structure of crystalline materials.

X-ray diffraction is used to investigate the arrangement of atoms in the crystal lattices of materials by measuring the angles of incidence and reflection of X-rays. By analyzing the shifts of these rays in the crystal structure, information about the distance between atoms in the crystal lattice, as well as the symmetry of the structure and the geometric arrangement of atoms, can be obtained.

In this work, X-ray diffraction was used to analyze the structure and properties of TiVCr-based hydrogen storage materials.

In addition, X-ray diffraction is widely used in various fields of science and technology, such as materials science, physics, semiconductors, and catalysis.

X-ray diffraction is a method of analyzing the crystal structure of materials that is based on the use of X-rays. The main advantages of this method are as follows:

1. High resolution - X-ray diffraction can determine distances between atoms in crystal lattices with an accuracy of up to 0.01 nm.
2. Sample size requirement - X-ray diffraction requires a small amount of material for analysis, which is economically advantageous and convenient.

3. Wide range of applications - X-ray diffraction can be used to analyze different materials, including metals, semiconductors, ceramics, and biological samples.

4. Non-destructive analysis - X-rays do not harm the material, allowing multiple analyses to be performed on the same sample.

X-ray diffraction (XRD) peaks correspond to the places where the path difference between rays passing through different points of the crystal has an integer number of wavelengths. Therefore, by analyzing the positions of the XRD peaks, the crystal structure of the material can be determined.

The main condition for diffraction of neighboring planes is the Bragg's law. When this condition is met, XRD peaks are observed. The Bragg's law is expressed by equation (3):

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3)$$

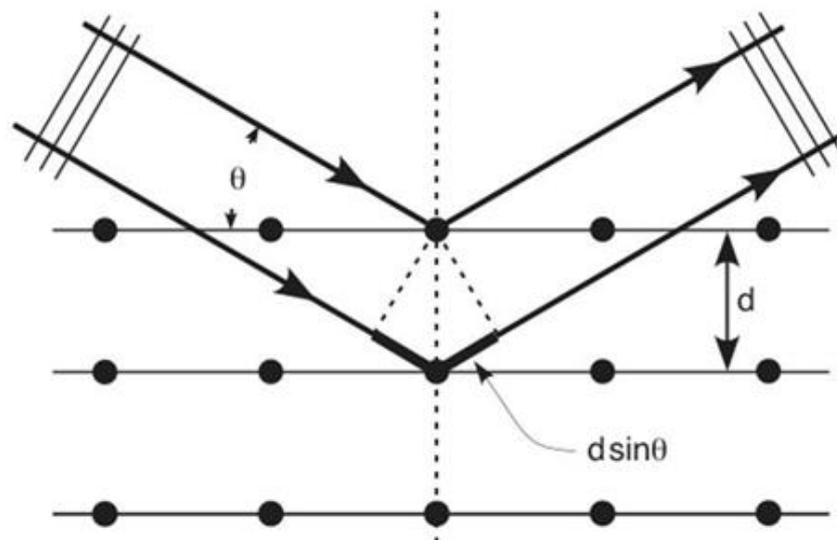


Figure 2.2 – Condition of XRD peaks

The sample being studied is placed in the chamber and fixed. The experiment begins. During the experiment, the working program identifies the dependence of intensity on the angle at which the detector is located. The diffractogram characterizes the position and intensity of the XRD peaks. The angle of reflection θ (2θ) is plotted on the abscissa axis and the intensity is plotted on the ordinate axis.

The obtained spectra are transferred to a personal computer equipped with specialized software for their processing. The phase composition of the studied composite is determined using the Crystallographica-Search Match program. Crystallographica-Search Match (CSM) is a matching program used in conjunction with the PDF databases of the International Center for Diffraction Data. The obtained data are loaded into the program, which constructs diffractograms based on the data, determines the peaks on the diffractograms, and analyzes the obtained reflections. The analysis is carried out using the internal database of the program. The operator visually analyzes each reflection to determine its correspondence with the database of known phases.

X-ray structural analysis was carried out on a Shimadzu XRD 7000S diffractometer (Japan) in Bragg-Brentano geometry with $\text{CuK}\alpha$ radiation (wavelength 1.5410 Å), equipped with a high-speed 1280-channel OneSight detector at an accelerating voltage of 40 kV and a current of 30 mA. Diffractograms were recorded under the following parameters: angle 2θ - 10-90°, scanning rate - 10.0°/min, scanning step - 0.0143° and exposure time - 21.49 s. XRD data were analyzed using the Sleve+ program. The ICDD PDF-4+ databases # 00-059-0189, # 00-031-1400 and # 03-065-2522 were used as standards for the XRD patterns of TiVCr. The coherent scattering regions (CSR) were determined using the Debye-Scherrer equation, taking into account instrumental broadening.

Interaction of powder with hydrogen

Studies on the interaction of TiVCr intermetallic powder with hydrogen were conducted using the Sieverts volumetric method, implemented with the help of an automated Gas Reaction Controller LPB complex (Advanced Materials Corporation), by constructing pressure-composition isotherms (PCI).

The Sieverts volumetric method is a method of analyzing the structure and properties of materials based on changes in the volume of substances resulting from the adsorption of gas on the surface of the sample. This method is widely used in the fields of materials science, chemistry, and catalysis to study the surface properties and reaction activity of materials. The automated Gas Reaction Controller LPB

complex is an advanced tool used in the Sieverts volumetric method to study the properties of materials. This complex allows for the automatic control of gas adsorption on the surface of the sample and the measurement of changes in volume in real-time. The Gas Reaction Controller LPB includes a range of sensors that allow for the control and manipulation of temperature, pressure, and gas concentration in the reaction chamber. Additionally, this complex is equipped with software that allows for the automatic control of the measurement process and the analysis of obtained data.

The use of the automated Gas Reaction Controller LPB in the Sieverts volumetric method significantly increases the accuracy of measurements, reduces analysis time, and speeds up the process of studying material properties. Thus, this tool is an important innovative development contributing to the advancement of science and technology.

The purity of gaseous hydrogen was 99.999%. The activation treatment of alloys involved placing powdery samples weighing about 2 g in a chamber and vacuuming for 2 hours at a temperature of 30°C, followed by heating in a vacuum to 500°C at a rate of 6°C per minute, with subsequent retention at the same temperature for 2 hours. Hydrogen was introduced into the chamber at a pressure of 30 atmospheres for 2 hours. After that, during desorption, the chamber with the sample was cooled down to room temperature at a rate of 6°C per minute. The cyclic processes of sorption/desorption were carried out immediately after the activation treatment in a single technological cycle in automatic mode "PCI" at a temperature of 30°C. The hydrogen pressure during sorption reached 35 atm, and desorption was carried out up to 0.01 atm. The number of cycles was chosen to be 3 and 6, depending on the stoichiometry. The determination of the state and binding energy of hydrogen in the intermetallic compound was carried out using the method of thermodesorption spectroscopy with the use of a residual gas analyzer RGA100 quadrupole mass spectrometer, implemented in the Gas Reaction Controller LPB complex. The absolute concentration of hydrogen in the investigated powders and the intermetallic compound alloy was determined by melting the sample in an argon atmosphere on

the Leco RHEN 602 analyzer, calibrated for measuring high hydrogen concentrations (over 200 ppm).

Scanning Electron Microscopy

Scanning electron microscopy (SEM) allows for analysis of materials at high magnification and resolution by focusing a beam of electrons onto the surface of a sample. The interaction of the electrons with the sample produces various signals, including secondary electrons, backscattered electrons, and X-rays, which can be detected and used to create images of the sample. SEM is a powerful tool for studying microstructure, morphology, and composition of materials, and is widely used in research and industry.

SEM can provide information on surface features such as topography, roughness, and texture, as well as internal features including cracks, flaws, and defects within the sample's structure. It can also be used for chemical analysis through energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), which measures the elemental composition of the sample. SEM can be used on a wide range of materials including metals, ceramics, polymers, and biological samples, and is valuable for investigating technical problems, quality control, and materials research and development.

To study the microstructure and elemental analysis, samples were analyzed using a scanning electron microscope (SEM) Quanta 200 3D (FEI Company, Hillsboro, Oregon, USA) under a high vacuum and acceleration voltage of 20 kV, equipped with an energy-dispersive X-ray analyzer (EDAX).

Scanning electron microscopy is used to study the surfaces and fractures of the examined samples. A scanning electron microscope is a device used to obtain high-resolution images of a surface, which can reach several nanometers.

Scanning electron microscopy (SEM) is a method of analyzing the surfaces of materials based on the use of electron beams to create images of the microstructure of materials with high resolution. SEM is a high-tech research method widely used in various fields of science and technology to study the microstructure of materials and surface processes.

The principle of operation of scanning electron microscopy is the creation of an electron beam that is directed at the surface of the sample. When the electrons collide with the surface, they are excited and emit new electrons, which are collected by a detector and used to create an image of the sample. Electrons can also pass through the sample and create images based on how they were scattered.

SEM has a high resolution that allows studying the microstructure of materials at micron and nanometer levels, and obtaining images that can be used to analyze the structure and properties of materials, as well as determine their composition. Additionally, SEM can be used to measure particle size and shape, determine crystalline structure, and form stereo images. SEM is employed in various fields of science and technology, including materials science, microelectronics, biomedicine, physics, geology, and others. This research method has great potential for further development and application in various areas of scientific research.

The principle of the scanning electron microscope is shown in Figure 2.3.

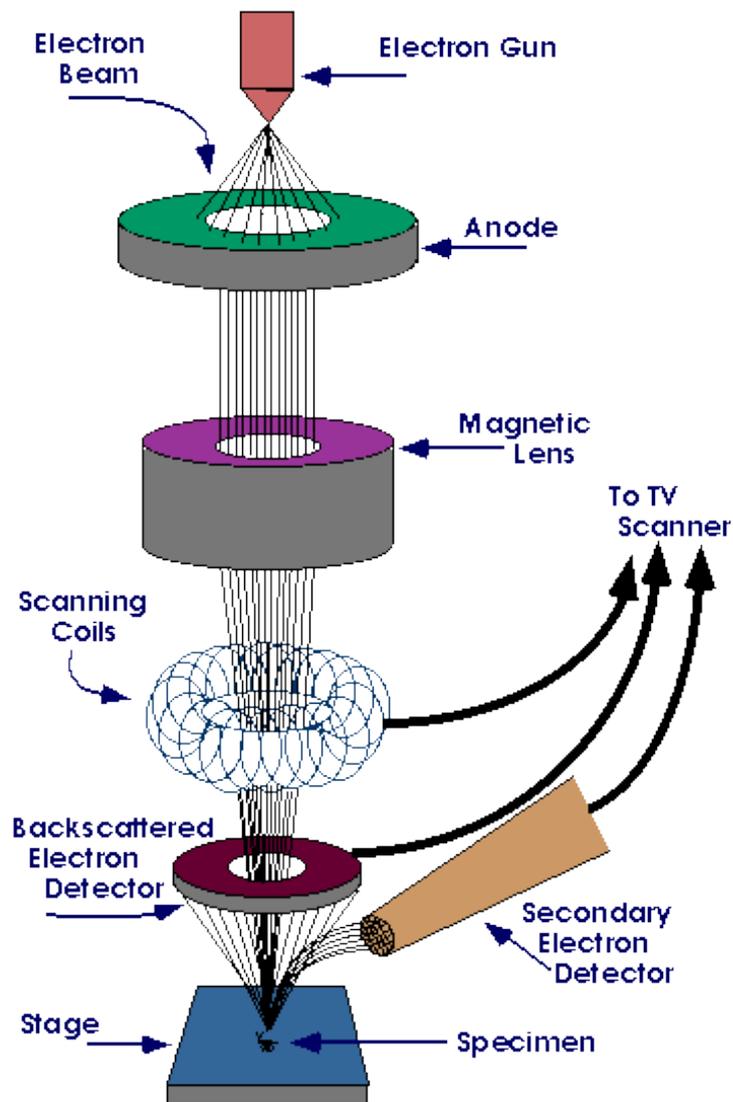


Figure 2.3 – Schematic working principle of SEM.

The primary electron beam is generated by an electron gun. The resulting beam is corrected by electronic lenses. The next elements are coils that are located according to two perpendicular directions. The electronic lenses and coils form an electronic column. Passing through this system, the electrons interact with the surface of the examined sample. The result of this interaction is secondary electrons whose energy does not exceed 50 eV. Secondary electrons are detected by detectors. It should be noted that this type of system creates a very thin beam of electrons.

Mechanical alloying

Mechanical alloying involves high-energy ball milling of metal or alloy powders, where the particles collide with grinding balls for an extended period of time, generating cold welding and fracturing of powder particles. This results in

atom diffusion within the particles, hence achieving alloying. The resulting powders are not like alloy materials formed by melting and casting metal or alloy and the elements are only brought to atomic distances or approach atomic distances at those points, lines, and faces that come into contact during limited ball milling times, and the only result is a mixture with a very uniform distribution of the constituents or complex. In some systems, when the milling time is very long, solid-state diffusion can also be used to enable each component to reach interatomic connections, thereby forming an alloy or a compound.

Mechanical nanocrystallization

Mechanical nanocrystallization refers to the process of producing nanocrystalline materials by mechanical processing without changing the material composition. This results in significantly purified surface grains (usually less than 10 microns), which leads to a doubling of the material strength.

Methods of statistical data processing

When measuring the size of particles, experiments must use some mathematical methods to organize the data. Methods of statistical data processing are mathematical techniques, formulas, and methods of quantitative calculations used to summarize and systematize the indicators obtained during research, revealing hidden regularities. Depending on the methods used, we can characterize the sample distribution of the research data and judge the dynamics of individual indicators, as well as the statistical relationships existing between the studied variables. The main law describing the range of values of a random variable and the probability of their outcome (occurrence) is the normal distribution. The normal distribution, also known as the Gaussian or Gaussian-Laplace distribution, is a probability distribution that, in the one-dimensional case, is determined by a probability density function coinciding with the Gaussian function.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}},$$

The parameter μ is the mean (average value), median and mode of the distribution, while the parameter σ is the standard deviation (σ^2 - variance) of the

distribution. Therefore, the one-dimensional normal distribution is a two-parameter family of distributions. The standard normal distribution is a normal distribution with a mean of $\mu = 0$ and a standard deviation of $\sigma = 1$.

It turns out that if a large number of small random errors affect the results of measurements, then the entire set of measurements has a symmetrical bell-shaped Gaussian function as its limit distribution. The center of the distribution μ , coinciding with its maximum, will be the true value of the measured quantity. The Gaussian distribution is normalized to unity.

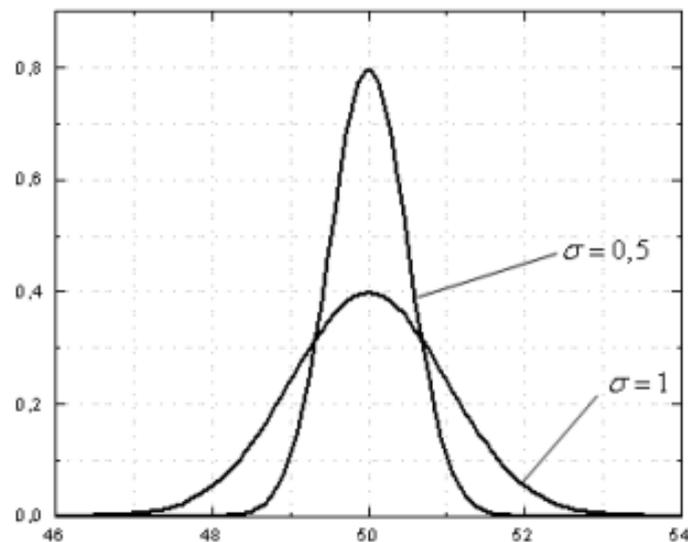


Figure 2.4 – Shows Gaussian distributions for $\sigma = 0.5$, $\mu = 50$, and $\sigma = 1$, $\mu = 50$

Grinding of the alloy obtained by hydriding

To increase the efficiency of hydrogen absorption, metal hydrides are used in powder form, which requires grinding of the material. Since hydrogen leads to embrittlement of the material, it can be ground by hydriding. The hydriding process was carried out on an automated Gas Reaction Controller (GRC) complex from Advanced Materials Corporation.

The installation can operate in various modes depending on the experimental goals. To obtain powder, two consecutive modes were used, which are called Soak and Release. The essence of the Soak mode is to keep the sample in a hydrogen atmosphere at a constant temperature and pressure. The Release mode involves reducing the pressure in the chamber containing the hydrogen-containing sample. The hydrogen concentration at each moment is recorded on the computer. Thus,

these modes can be used to study adsorption and desorption kinetics, respectively. The process of grinding the obtained alloys by hydriding was carried out as follows. The samples are kept for 120 minutes in a hydrogen atmosphere at a pressure of 30 atm (Soak mode), followed by gradual vacuuming to a pressure of 0.05 atm (Release mode). The process is carried out at a temperature of 500 °C.