



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 03.04.02

ООП/ОПОП Физика конденсированного состояния

Отделение школы (НОЦ) Отделение экспериментальной физики

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА МАГИСТРАНТА

| Тема работы |
|---|
| <i>Разработка программного модуля ассистирования оператору автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом</i> |

УДК 519.876:669.788.081:539.2

Обучающийся

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| ОБМ11 | Халеев Дмитрий Евгеньевич | | |

Руководитель ВКР

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------|----------------------------|------------------------|---------|------|
| Доцент ОЭФ | Гаранин Георгий Викторович | к.т.н | | |

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

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

По разделу «Социальная ответственность»

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------------|----------------------------|------------------------|---------|------|
| Доцент ООД ШБИП | Сечин Андрей Александрович | 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) (ФИО)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

Обучающийся:

| Группа | ФИО |
|--------|---------------------------|
| ОБМ11 | Халеев Дмитрий Евгеньевич |

Тема работы:

| | |
|---|---------------------------------|
| <i>Разработка программного модуля ассистирования оператору автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом</i> | |
| <i>Утверждена приказом директора (дата, номер)</i> | <i>№ 145-49/с от 25.05.2023</i> |

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

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

| | |
|---|--|
| Исходные данные к работе | Программное обеспечение позволяет измерять и контролировать термодинамическое состояние атмосферы водорода внутри программно-аппаратного комплекса для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом. Модули автоматизации производят операции внутри оборудования следуя указаниям оператора. |
| Перечень разделов пояснительной записки подлежащих исследованию, проектированию и разработке | Провести формализацию методов работы аппарата типа Сивертса с помощью цифрового двойника. Разработать систему поэтапного выполнения действий на автоматизированном комплексе по наводороживанию и десорбции материалов. Разработать программные модули автоматизации калибровки системы, эксперимента гидрирования и построения изотермы давление-состав материала накопителя водорода. Провести апробацию программных модулей автоматизации с использованием материала накопителя водорода LaNi ₅ . |

| | |
|--|--|
| | Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение Социальная ответственность Заключение по работе |
| Перечень графического материала | |
| Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы | |
| Раздел | Консультант |
| Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение | Маланина Вероника Анатольевна |
| Социальная ответственность | Сечин Андрей Александрович |
| Названия разделов, которые должны быть написаны на иностранном языке: | |
| 1. Обзор литературы | |

| | |
|---|--|
| 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 | Гаранин Георгий Викторович | к.т.н | | |

Задание принял к исполнению обучающийся:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| ОБМ11 | Халеев Дмитрий 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 |
|--------|---------------------------|
| ОБМ11 | Халеев Дмитрий Евгеньевич |

Тема работы:

| |
|---|
| <i>Разработка программного модуля ассистирования оператору автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом</i> |
|---|

| | |
|--|--|
| Срок сдачи обучающимся выполненной работы: | |
|--|--|

| Дата контроля | Название раздела (модуля) / вид работы (исследования) | Максимальный балл раздела (модуля) |
|---------------|---|------------------------------------|
| 01.10.2022 | Литературный обзор по теме ВКР | 15 |
| 01.02.2023 | Методы исследования | 25 |
| 15.05.2023 | Результаты исследований. Обработка результатов | 30 |
| 30.05.2023 | Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение | 15 |
| 30.05.2023 | Социальная ответственность | 15 |

СОСТАВИЛ:

Руководитель ВКР

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|------------|----------------------------|------------------------|---------|------|
| Доцент ОЭФ | Гаранин Георгий Викторович | 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 | Халеев Дмитрий Евгеньевич | | |

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 117с., 52 рис., 32 табл., 21 источник, 1 прил.

Ключевые слова: аппарат Сивертса, автоматизация, сорбция водорода, цифровой двойник, изотерма давление-состав

Объектом разработки является программное обеспечение GramQt для работы с автоматизированным комплексом для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом.

Целью работы является разработка программных модулей автоматизации эксперимента на автоматизированном комплексе для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом

В ходе работы проводилось моделирование работы аппарата типа Сивертса с помощью цифрового двойника. По полученным в модели результатам были разработаны и апробированы модули автоматизации эксперимента построения изотермы давление-состав материала накопителя водорода.

Основные конструктивные, технологические и технико-эксплуатационные характеристики: эксперименты проводятся с использованием программно-аппаратного комплекса для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом. Программное обеспечение позволяет измерять и контролировать термодинамическое состояние атмосферы водорода внутри газового тракта для установления требуемых оператором условий взаимодействия водорода с исследуемым материалом.

Степень внедрения: результаты разработки программных модулей автоматизации программно-аппаратного комплекса для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом помогают повысить эффективность проводимого исследования за счёт уменьшения времени эксперимента и снижения вероятности ошибки оператора.

Область применения: водородный энергетический цикл и смежные сферы, содержащие использование материалы накопители водорода в качестве хранения с последующей конвертацией водорода в электроэнергию.

Экономическая эффективность/значимость работы: автоматизация оборудования необходима в ходе приборостроения, из чего следует, что разработка программного обеспечения для контроля и управления автоматизированным комплексом для исследования процессов взаимодействия газов с твердым телом раскрывает потенциал установки.

В будущем планируется распространение разработанных программных модулей автоматизации на новых версиях автоматизированного комплекса и набор статистики результатов экспериментов с использованием разработанных программных модулей автоматизации для повышения точности методики расчета.

Оглавление

| | |
|--|----|
| Введение..... | 12 |
| Глава 1. Литературный обзор..... | 13 |
| 1.1. Исследование материалов накопителей водорода на аппарате типа Сивертса | 14 |
| 1.2. Изотерма давление-состав материала накопителя водорода..... | 18 |
| 1.3. Метод калибровки аппарата типа Сивертса | 21 |
| 1.4. Процедура активации материала накопителя водорода LaNi_5 | 23 |
| 1.5. Автоматизация эксперимента построения изотермы давление-состав материала накопителя водорода..... | 24 |
| Глава 2. Методы исследования..... | 27 |
| 2.1. Автоматизированный комплекс по наводороживанию и десорбции материалов (GRAM) | 27 |
| 2.2. Программное обеспечение для управления и контроля GRAM..... | 28 |
| Глава 3. Разработка программных модулей автоматизации эксперимента... | 31 |
| 3.1. Описание газового комплекса GRAM в виде графа | 31 |
| 3.2. Формализация режимов работы GRAM..... | 38 |
| 3.3. Разработка цифрового двойника GRAM..... | 40 |
| 3.4. Разработка модулей автоматизации на базе ПО GramQt | 47 |
| 3.5. Разработка модулей ассистирования контроля состояния газовой системы | 48 |
| 3.6. Разработка модуля автоматизации проведения калибровки..... | 49 |
| 3.7. Разработка модуля автоматизации процесса гидрирования | 51 |
| 3.8. Модуль построения изотермы давление-состав (PCI)..... | 52 |
| Глава 4. Экспериментальная часть..... | 55 |

| | |
|--|----|
| 4.1. Проведение калибровки системы и камеры | 55 |
| 4.2. Подготовка и активация LaNi_5 | 55 |
| 4.3. Проведение эксперимента гидрирование | 56 |
| 4.4. Экспериментальное построение изотермы давление-состав | 57 |
| 4.5. Расчет модифицированного профиля РСІ | 59 |
| 4.6. Экспериментальное построение изотермы давление-состав с использованием модифицированного профиля РСІ | 61 |
| Глава 5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..... | 65 |
| 5.1. Предпроектный анализ | 66 |
| 5.1.1. Потенциальные потребители результатов исследования..... | 66 |
| 5.1.2. Анализ конкурентных технических решений..... | 66 |
| 5.1.3. SWOT – анализ..... | 67 |
| 5.2. Планирование научно-исследовательских работ..... | 69 |
| 5.2.1. Структура работ в рамках научного исследования..... | 69 |
| 5.2.2. Определение трудоемкости выполнения работ..... | 71 |
| 5.2.3. Разработка графика проведения научного исследования..... | 73 |
| 5.3. Бюджет научно-технического исследования..... | 76 |
| 5.3.1. Расчёт материальных затрат исследования..... | 76 |
| 5.3.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ.... | 76 |
| 5.3.3. Основная заработная плата исполнителей исследования..... | 77 |
| 5.3.4. Дополнительная заработная плата исполнителей темы | 78 |
| 5.3.5. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)..... | 79 |
| 5.3.6. Расчет затрат на научные и производственные командировки | 79 |
| 5.3.7. Накладные расходы | 79 |

| | |
|--|-----|
| 5.3.8. Формирование бюджета затрат | 80 |
| 5.3.9. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования | 81 |
| Глава 6. Социальная ответственность..... | 86 |
| 6.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности... | 86 |
| 6.2. Производственная безопасность..... | 87 |
| 6.3. Экологическая безопасность | 96 |
| 6.4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях | 96 |
| 6.5. Выводы по главе | 98 |
| Заключение | 99 |
| Список литературы | 101 |
| Приложение А | 103 |

Введение

Развитие области водородной энергетики связано с исследованием новых функциональных материалов накопителей водорода. Наиболее популярным экспериментальным методом для определения сорбционных и десорбционных характеристик материалов накопителей водорода является волюметрический метод. Эксперименты проводятся с использованием автоматизированных газовых комплексов, аппаратов типа Сивертса. Управление газовой системой и контроль за термодинамическим состоянием водорода в комплексе отводится программному обеспечению, тогда как оператор должен правильно настроить работу модулей автоматизации.

Разработка программного обеспечения для автоматизации аппарата типа Сивертса выполняется с учетом трех критериев: работа программных модулей корректна и соответствует методам исследования взаимодействия водорода с твердым телом, оператор обладает исключительным правом контроля газового комплекса, настройка автоматических режимов достаточна и понятна для оператора.

Одной из наиболее важных характеристик материалов накопителей водорода является изотерма давление-состав, поскольку отражает кинетику сорбционных и десорбционных процессов взаимодействия водорода с материалом. Однако экспериментальное построение изотерм давление-состав имеет множество сложностей: ряд факторов влияющих на точность полученных результатов, разобщенность методологии эксперимента в литературе, продолжительность измерения при большом количестве циклов.

Данная работа посвящена разработке программных модулей автоматизации экспериментальных режимов аппарата типа Сивертса. Разработанные модули автоматизации должны не только корректно и точно соответствовать методологии эксперимента, но также способствовать работе оператора через удобный интерфейс и вспомогательные расчеты.

Глава 1. Литературный обзор

Развитие водородной энергетики сопровождается с ростом проектов, внедряющих водородный энергетический цикл во множестве отраслей, где требуется высокая энергоэффективность, низкий уровень выбросов и экологическая безопасность. Использование водорода обосновано возможностью связывать возобновляемые источники энергии и технологии преобразования энергии с нулевым уровнем выбросов.

На рисунке 1.1 изображена схема одной из вариаций водородного энергетического цикла, включающий в себя получение электроэнергии с помощью возобновляемых источников, генерацию водорода в электролизере, сжатие полученного водорода в компрессоре и накопление в материале накопителе водорода с последующим использованием накопленного водорода в процессе конвертации водорода в заряд с помощью топливной ячейки и передачи полученной электроэнергии в энергосети. Отмеченные красной звездой области водородного энергетического цикла наиболее требовательны к сорбционным и десорбционным характеристикам материалов накопителей.



Рисунок 1.1 – Схема водородного энергетического цикла

Чтобы повысить коэффициент полезного действия и снизить издержки внедрения водородного энергетического цикла проводится поиск новых функциональных материалов накопителей водорода, имеющих либо лучшие кинетические параметры, необходимые при работе компрессора, либо лучшие ёмкостные характеристики, повышающие эффективность работы. Особенным качеством материала накопителя водорода выступает параметр циклической стабильности, выступающий критерием долговечности службы материала.

1.1. Исследование материалов накопителей водорода на аппарате типа Сивертса

Чтобы определить качества новых материалов накопителей водорода используется ряд лабораторного оборудования, среди которых особое значение обрел аппарат типа Сивертса, формально имеющий множество разновидностей, однако принцип работы оборудования остается неизменным.

Аппарат типа Сивертса, схематически изображенный на рисунке 1.2, представляет собой газовую систему, по которой распределяется водород в соответствии с осуществляемой экспериментальной методикой. В общем случае такая газовая система имеет специальный эталонный резервуар, использующийся для накопления водорода, и реакционную камеру, внутри которой производится измерение взаимодействия водорода с исследуемым материалом.

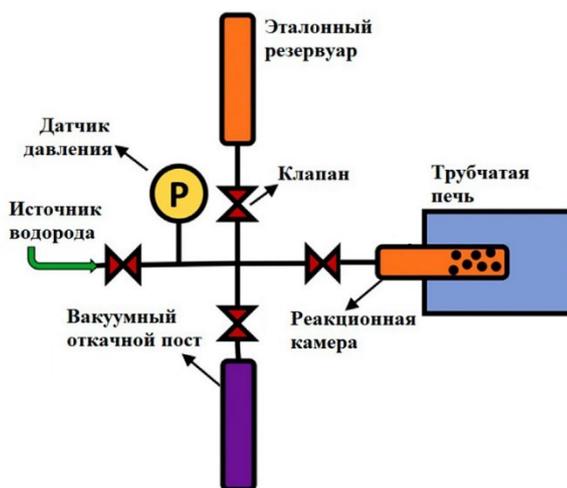


Рисунок 1.2 – Схема аппарата типа Сивертса

Процессы, измеряемые в реакционной камере, описываются физическими явлениями диффузии, сорбции и десорбции водорода. Проникновение газа в материал накопитель водорода и образование связей, как и выход водорода и разрушение связей, сопровождается изменением термодинамических параметров атмосферы водорода в камере. Схематически процесс измерения реакции сорбции водорода материалом накопителем в аппарате типа Сивертса изображен на рисунке 1.3 [1].

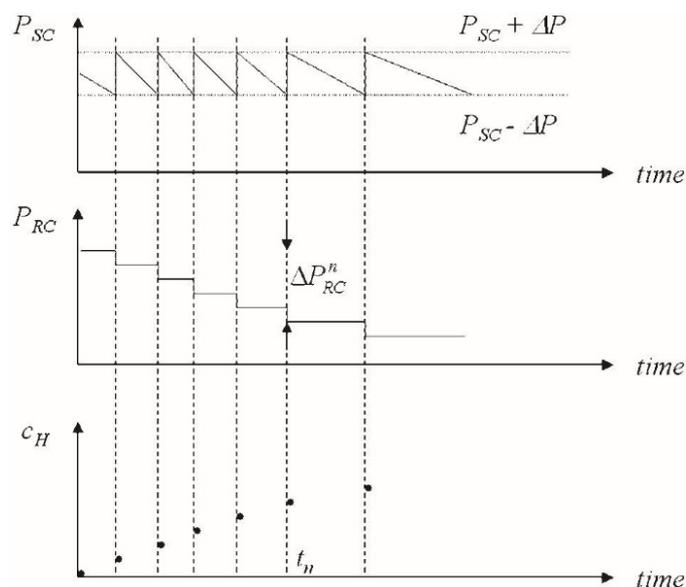


Рисунок 1.3 – Диаграмма изменения давления водорода в аппарате типа Сиверта в ходе реакции сорбции [1]

Падение давления внутри реакционной камеры (P_{SC}) на величину ΔP вызвано переходом водорода в связанное состояние и, соответственно, увеличением массового процента содержания водорода в материале (c_H). Чтобы поддерживать давление водорода на одном уровне, в камеру напускают газ из эталонного резервуара (P_{RC}).

Аналогично может быть представлен процесс измерения десорбции водорода (рисунок 1.4) [1].

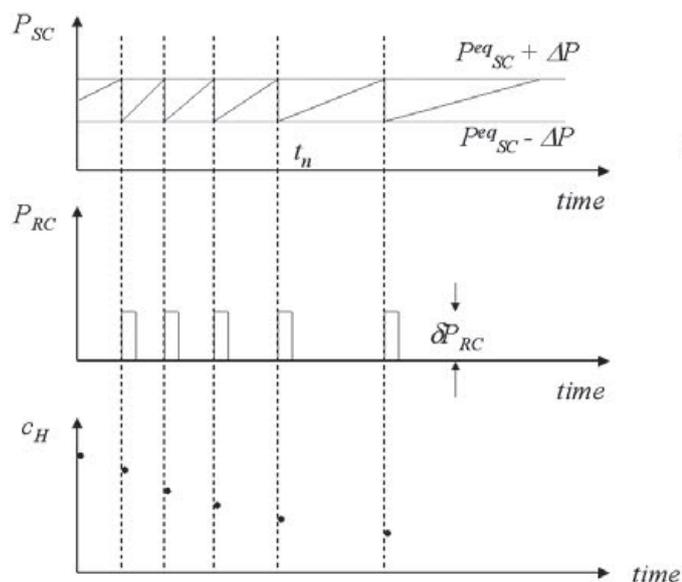
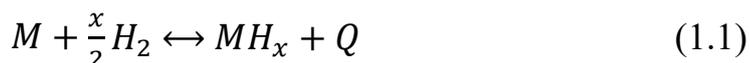


Рисунок 1.4 – Диаграмма изменения давления водорода в аппарате типа Сиверта в ходе реакции десорбции [1]

Рост давления внутри реакционной камеры (P_{SC}) на величину ΔP вызван переходом водорода в свободное состояние и, соответственно, снижением массового процента содержания водорода в материале (c_H). Чтобы поддерживать давление водорода на одном уровне, из камеры откачивают газ в эталонный резервуар (P_{RC}).

Результаты измерений процессов реакции сорбции и десорбции водорода в аппарате типа Сиверта применяются для описания параметров металлгидридов. Металлгидриды имеют высокую объемную плотность водорода по сравнению со сжатым и жидким водородом. Процесс сорбции является экзотермическим процессом с выделением тепла. При снижении давления и повышении температуры водород может быть десорбирован из гидридов металлов. Процесс десорбции является эндотермическим процессом.

Реакции сорбции и десорбции могут быть описаны выражением (1.1).



На рисунке 1.5 изображена схема взаимодействия водорода с решеткой металла. Водород сорбируется и диссоциирует на поверхности металла и проникает в основную массу, образуя твердый раствор водорода в решетке металла, также обозначаемый как α -фаза. При более высоком содержании водорода образуется гидридная фаза (MH_x), также обозначаемая как β -фаза [2].

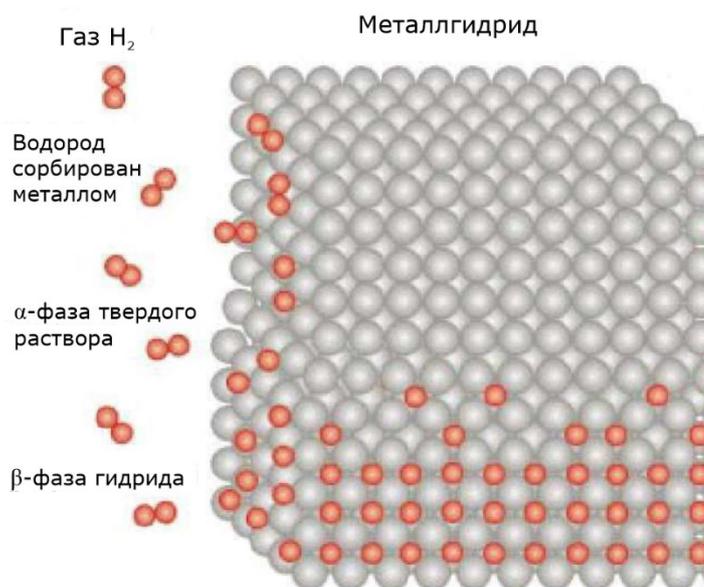


Рисунок 1.5 – Взаимодействие газообразного водорода с решеткой металла

Для того чтобы гидрид металла представлял практический интерес для хранения водорода, он должен отвечать ряду требований. Гидрид металла должен содержать достаточное количество водорода. Для встраивания хранилища водорода в автомобилях, цель, установленная программой Международного энергетического агентства (IEA), – гравиметрическая плотность водорода 5 масс. %. Быстрая сорбция и десорбция водорода, цель, установленная Министерством энергетики США (USDOE), заправка не должна превышать 3 мин. Гидрид не должен требовать слишком высокой температуры для высвобождения водорода. Цель, установленная IEA, – давление десорбции водорода 1 бар при 80 °С. Мощность и кинетика должны оставаться неизменными даже в течение нескольких циклов сорбции и десорбции. Целевой показатель USDOE – срок службы более 1500 циклов [2].

Поскольку для десорбции водорода требуется тепло, использование металлгидридов позволяет избежать опасности утечки газа, которая является основной проблемой при использовании сжатого и жидкого водорода.

На основании температуры десорбции водорода гидриды металлов можно разделить на низкотемпературные, среднетемпературные и высокотемпературные гидриды. Низкотемпературные гидриды десорбируют водород при комнатной температуре, среднетемпературные – при температуре от комнатной до 300 °С, высокотемпературные – при температуре выше 300 °С [3].

Исследования гидридов металлов с разнообразными свойствами направлены на их применение с учетом реакции поглощения или выделения тепла. Такие тепловые взаимодействия привлекают внимание ученых к "неводородным" применениям гидридов металлов, таким как создание термодинамических устройств, например, тепловых насосов, кондиционеров, трансформаторов тепла и систем хранения энергии, которые могут использовать отработанное тепло. В целом, для любого применения материалов накопителей водорода одной из наиболее значительных характеристик является обратимая емкость материала [3].

1.2. Изотерма давление-состав материала накопителя водорода

Измерения сорбции и десорбции водорода необходимы при проведении более комплексного исследования, такого как построение изотермы давление-состав (PCI) материала накопителя водорода. Экспериментальные измерения кривых давление-состав могут дать информацию о макроскопическом состоянии исследуемого гидрида, например, о максимальной емкости хранения, обратимости процесса или долгосрочной стабильности [4].

Обратимая емкость материала накопителя – это количество водорода, сорбированного и десорбированного между нижним и верхним рабочими давлениями хранилища водорода. Этот показатель технологически более важен, чем общая или максимальная емкость хранилища. Разница между этими двумя значениями будет зависеть от поведения поглощения рассматриваемого материала.

Изотерма давление-концентрация отражает термодинамические условия равновесия водорода с водородом, размещенным в кристаллической решетке материала накопителя при постоянной температуре [5]. На рисунке 1.6 изображена идеальная изотерма давление-состав, состоящая из трех фаз: фаза твердого раствора (α -фаза), фазовое превращение или область плато ($\alpha + \beta$ -фаза) и гидридная фаза (β -фаза).

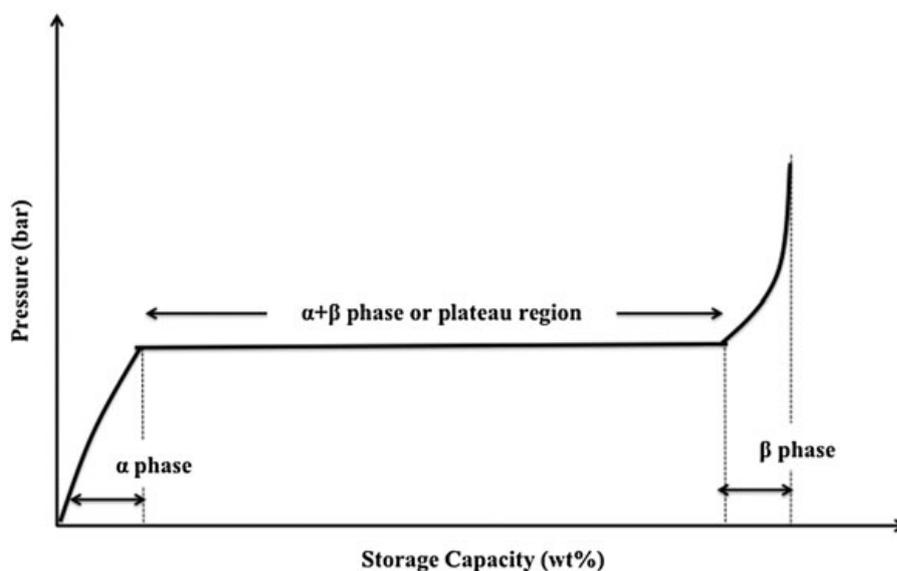


Рисунок 1.6 – Идеальная изотерма давление-состав [5]

В фазе твердого раствора (α -фаза) увеличение концентрации водорода в материале накопителе приводит к росту давления равновесия. Начало фазового превращения наступает, когда колебательной энергии газа становится достаточно для разложения молекулы водорода на два атома.

На горизонтальной прямой изотермы, где сосуществуют две фазы ($\alpha + \beta$), материал поглощает значительное количество водорода, проявляя превращение α -фазы в β -фазу при постоянном давлении (давление плато).

Образование гидрида металла завершается в конце области плато. При дальнейшем добавлении водорода образуется вторая фаза твердого раствора (β -фаза или гидридная фаза). В гидридной фазе равновесное давление водорода значительно возрастает при небольшом увеличении концентрации водорода.

В работах [4] и [6] отмечается корреляция между кристаллографическими и термодинамическими свойствами гидридов и концентрацией водорода в них. На рисунке 1.7 слева изображена изотерма давление-состав, где давление находится на оси абсцисс, а состав на оси ординат. На рисунке 1.7 справа изображена зависимость плотности поглощения от давления. Из представленной зависимости можно сделать вывод, что участок давления плато имеет наибольшую плотность поглощения и, следовательно, величина изменения давления в реакционной камере ΔP на этом участке наибольшая.

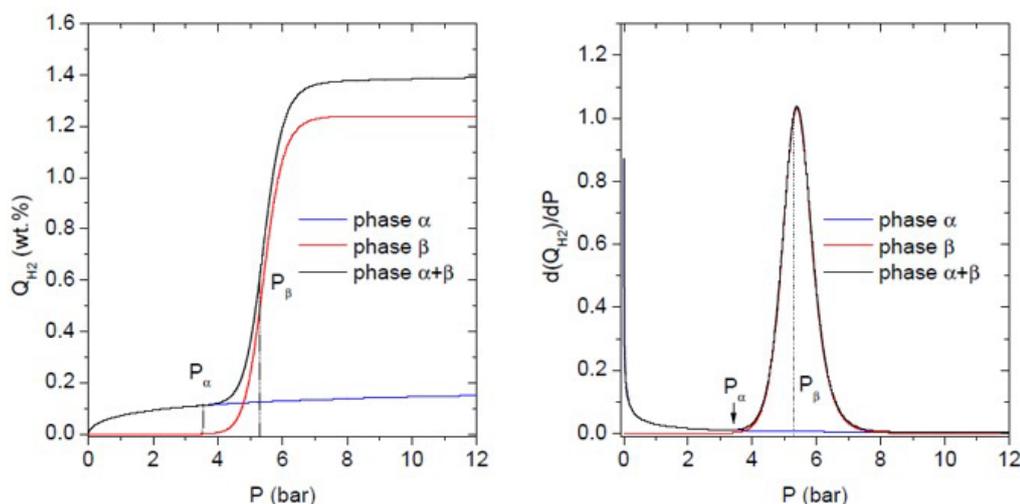


Рисунок 1.7 – Кинетика сорбции водорода образцом $LaNi_5$ [4]

Ввиду вышесказанного можно предположить, что в методике построения изотерм давление-состав может быть использована особенность высокой плотности поглощения. Однако в литературе подобного применения не было найдено. Потенциально более быстрое протекание процесса сорбции и десорбции на участке давления плато может снизить время проведения экспериментов с большим количеством циклов сорбции и десорбции.

На рисунке 1.8 изображена реальная кривая PСI. Экспериментально получаемые изотермы давление-состав имеют наклон во время фазового превращения. Причина наклонного плато заключается в том, что различные части материала поглощают водород при различных давлениях из-за неоднородности поверхности, примесей и напряжений [3].



Рисунок 1.8 – Экспериментально получаемая изотерма давление-состав

На рисунке 1.8 показано, что десорбция водорода происходит при более низком давлении по сравнению с абсорбцией из-за эффекта гистерезиса. Считается, что в гидридах металлов гистерезис обусловлен необратимой пластической работой, необходимой при сорбции для изменения объема. Энергия, необходимая для изменения объема, пропорциональна образованию дислокаций, которое пропорционально модулю сдвига [3].

На рисунке 1.8 обозначены максимальная и обратимая емкость гидридов металлов для хранения водорода. Для реальных изотерм давление-состав при построении графика Ван'т-Хоффа для сорбции и десорбции используются значения давления в середине плато. Наиболее важным аспектом является форма изотермы, поскольку она определяет диапазон давлений, в котором будет происходить большая часть обратимого поглощения. Однако на нее также может влиять скорость поглощения и высвобождения водорода, поскольку возможно, что часть накопленного водорода не будет высвобождена в практические сроки из-за кинетических ограничений, что также может препятствовать полному наводороживанию при перезарядке [3].

1.3. Метод калибровки аппарата типа Сивертса

Для получения достоверных результатов измерения процессов сорбции и десорбции основной акцент приходится на качество подготовки материала накопителя водорода, точности измерительных приборов и калибровки газовой системы аппарата типа Сивертса. Подготовка материала накопителя водорода выражается в виде точного определения массы насыпки или образца, плотности и объема. Точность измерительных приборов выражается в виде относительной погрешности измерения давления и температуры. Калибровка газовой системы включает в себя определение всех участков аппарат типа Сивертса: объемы эталонного резервуара и реакционной камеры, объемы соединительных участков газового тракта и внутренние объемы клапанов.

В работе [2] приведен метод калибровки аппарата типа Сивертса. Процедура калибровки состоит из поочередного объединения участков системы, начиная с калибровочной камеры известного объема и газового тракта, прилегающего к калибровочной камере. Сначала атмосфера инертного газа устанавливается в участке, прилегающем к калибровочной камере, как показано на рисунке 1.9.

Причем давление газа в газовом тракте ($P_{ГТ}$) должно быть много больше, чем в калибровочной камере ($P_{КК}$). Затем открытием клапана, разделяющего участки, устанавливается равновесное давление (Рисунок 1.10). Величина падения давления атмосферы газа используется для расчета объема газового тракта согласно выражению (1.2).

$$V_{ГТ} = V_{КК} \cdot \frac{P_{ГТ,1} - P_{ГТ,0}}{P_{КК,0} - P_{КК,1}} \quad (1.2)$$

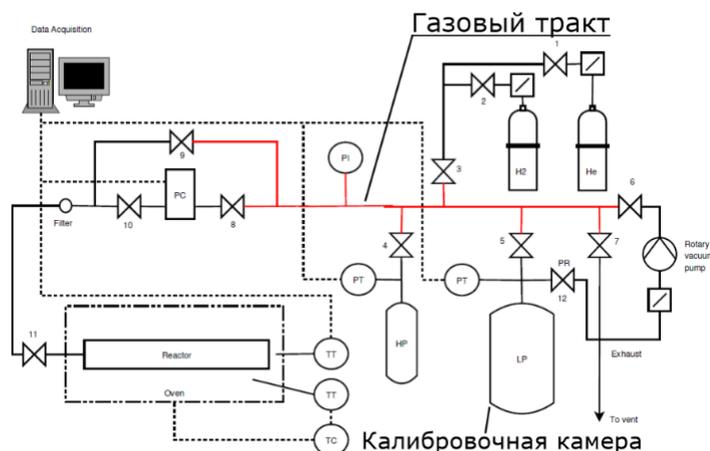


Рисунок 1.9 – Калибровка газового тракта по равновесному давлению

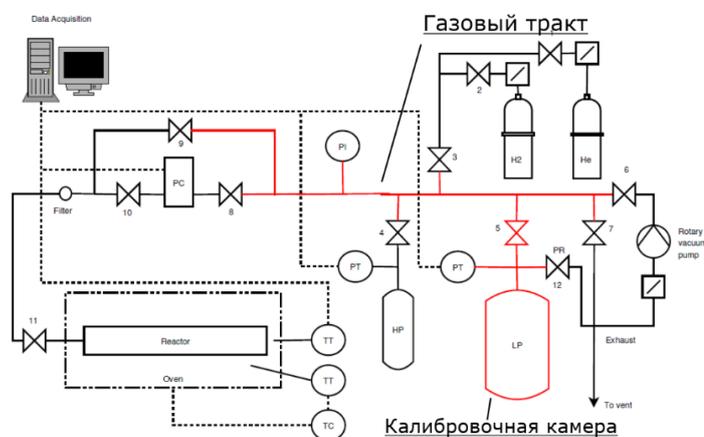


Рисунок 1.10 – Калибровка газового тракта по равновесному давлению

Аналогичная операция производится для всех участков аппарата типа Сиверта. Когда для всех внутренних частей газовой системы точно рассчитан объем, на место калибровочной камеры устанавливается реакционная камера. Соответственно, расчет объема камеры при калибровке производится относительно объема газового тракта.

1.4. Процедура активации материала накопителя водорода LaNi_5

Для апробации эксперимента построения изотермы давление-состав используется хорошо изученный материал накопитель LaNi_5 . Никелид лантана обладает широкой областью давления плато, высокой циклической устойчивостью и максимальным содержанием водорода равным 1,49 масс. %.

Для проведения экспериментов с LaNi_5 необходимо провести активацию материала. Авторы работы [7] проводили активацию LaNi_5 с использованием манометрического анализатора хранения водорода ИМ-НТР.

Образец массой 765 мг был взвешен и затем загружен в камеру манометрического анализатора ИМ-НТР. Образец подвергался воздействию водорода под давлением 80 бар при температуре 333 К в течение 30 минут. После последующего вакуумирования, серия из 8 изотерм была определена при температуре 333 К. На рисунке 1.11 изображены изотермы сорбции и десорбции давления-состава для 1-го и 8-го циклов сорбции в процессе водородной активации LaNi_5 . Видно, что между 1-м и 8-м циклами происходит значительное изменение давления плато изотермы.

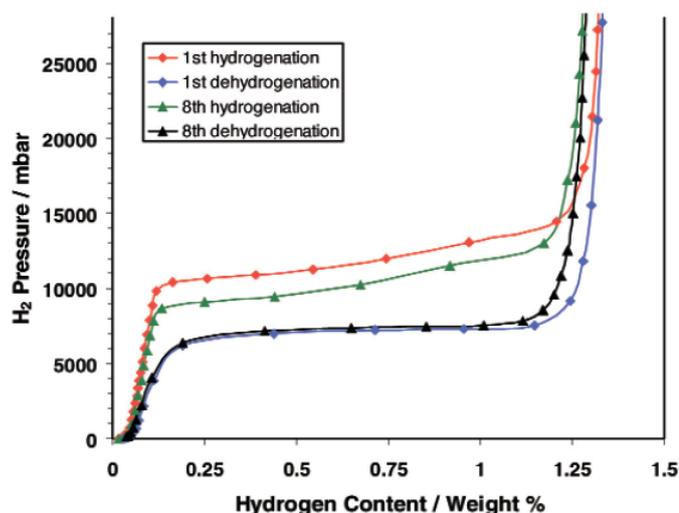


Рисунок 1.11 – Изотермы давление-состав при 333 К для системы $\text{LaNi}_5\text{-H}$ во время 1-го и 8-го циклов процесса водородной активации [7]

Изменение давления плато в течение восьми циклов, показано на рисунке 1.12. Давление плато в каждом случае определялось равновесным давлением водорода при концентрации 0,65 масс. %.

Таким образом, после активации материала накопителя, последующие циклы построения изотермы давление состав происходят при меньшем равновесном давлении водороде, чем до активации.

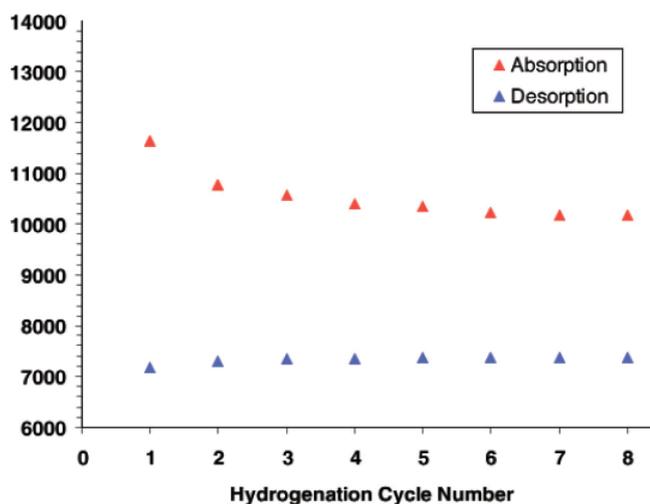


Рисунок 1.12 – Зависимость давления плато от номера цикла процесса водородной активации при 333 К [7]

1.5. Автоматизация эксперимента построения изотермы давление-состав материала накопителя водорода

Методология эксперимента построения изотерм давление-состав слабо описана в литературе, ограничиваясь определением устанавливаемых термодинамических параметров в камере с образцом в начале эксперимента и набором необходимых действий для поддержания хода реакции [8-12].

Однако автоматизация оборудования усложняется в виду наличия неопределенных промежуточных состояний системы в ходе эксперимента. Причина отсутствия промежуточных состояний экспериментальных методов заключается в том, что основные действия, производящиеся для достижения требуемых условий в реакционной камере, зависят сугубо от аппаратного оснащения комплекса.

Общая процедура измерения следует итерационному процессу [6]. Для построения изотермы давление-состав, реакционную камеру с тщательно подготовленным образцом заполняют водородом до давления p_i . Поскольку реакционная камера и эталонный резервуар обычно находятся при разных температурах, требуется подходящее время стабилизации, чтобы дать газу нагреться до четко определенной температуры T_K . Переходя на следующую ступень изотермы, производится сообщение объемов эталонного объема и реакционной камеры с образцом: $V_{\text{Э}}+V_K-V_0$. После соответствующего времени стабилизации $t_{eq,i}$ образец находится при давлении равновесия $p_{eq,i}=p_i-\Delta p_{inc}$. Затем реакционная камера снова отделяется от эталонного объема и процесс повторяется при $p_{i+1}=(i+1)\cdot\Delta p_{inc}$ вплоть до достижения желаемого конечного давления. Собранный набор данных $p_{eq,i}$, p_{inc} и $V_{\text{Э}}$ служит основой для расчета количества сорбированного водорода с использованием констант системы и массы образца m_0 . Процедура схематически представлена на рисунке 1.13.

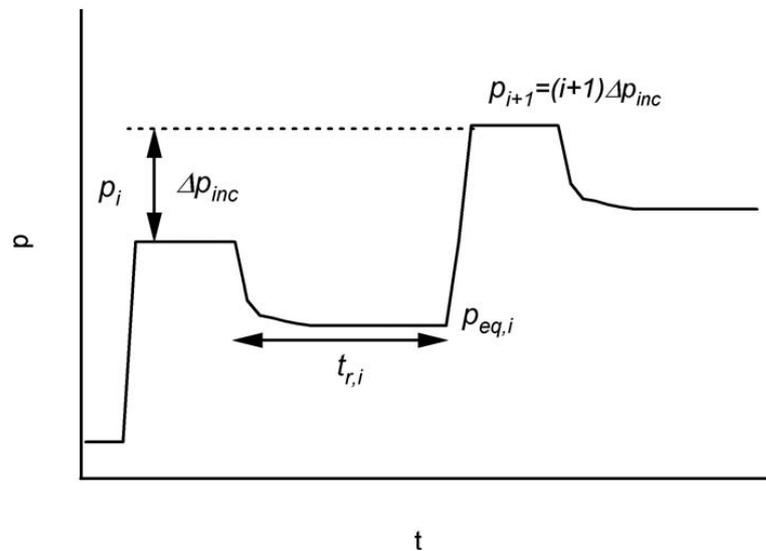


Рисунок 1.13 – Схема процедуры измерения изотермы давление-состав [6]

Количество молекул водорода, поглощенных Δn_i в материале на первом этапе, может быть рассчитано согласно формуле (1.3).

$$\Delta n_i = \Delta n_{\text{Э},i} - \Delta n_K = \left(\frac{p_i}{Z \cdot R \cdot T_{\text{Э}}} - \frac{p_{eq,i}}{Z \cdot R \cdot T_{\text{Э}}} \right) V_{\text{Э}} - \left(\frac{p_{eq,i}}{Z \cdot R \cdot T_K} - \frac{p_{eq,i-1}}{Z \cdot R \cdot T_K} \right) (V_K - V_0), \quad (1.3)$$

где Z – коэффициент сжимаемости при соответствующих индексах давления и температуры.

Общее количество водорода, сорбированного в ходе эксперимента:

$$n_i = \sum_k \Delta n_k \quad (1.4)$$

Следует отметить, что время стабилизации $t_{r,i}$ сильно зависит от кинетики материала и теплопередачи конструкционных элементов газовой системы.

Хотя метод построения изотерм давление-состав предлагает довольно простую реализацию и может быть разработан с различными степенями сложности, он имеет несколько серьезных недостатков:

- погрешность в значение n_i вносится суммой от всех Δn_k ;
- $p_i = i \cdot \Delta p_{inc}$ отличается от равновесного давления $p_{eq,i}$, к которому система сойдется на первом шаге;
- в образцах с медленной кинетикой равновесие никогда не достигается за экспериментально приемлемое время;
- малое значение Δp_{inc} будет поддерживать образец вблизи равновесного состояния $p_{eq,i}$ и сократит время сходимости системы, но соответствующая ошибка на n_i увеличится из-за ограничений точности измерения давления и наоборот;
- Δp_{inc} должен быть выбран так, чтобы обеспечить плотность точек для определения изотермы давление-состав с достаточной точностью определения плато

Следовательно, при разработке модулей автоматизации эксперимента на аппарате типа Сивертса необходимо принять во внимание особенности экспериментальных методик, описанных в литературе, чтобы не допустить возникновения ошибки при измерении.

Для этого требуется описать режимы работы аппарата типа Сивертса, разработать модель физических процессов и экспериментальных методов, соответствующих представленным в литературе, а также создать программные модули автоматизации с учетом результатов существующих реализаций.

2.2. Программное обеспечение для управления и контроля GRAM

Разработка программного обеспечения GramQt производится на языке программирования C++ с использованием фреймворка Qt. *GramQt* позволяет в ручном и автоматическом режимах управлять пневматической системой комплекса; фиксировать, сохранять и графически отображать показания измерительных устройств; контролировать печь. Автоматический режим выполняет задачи контроля безопасности системы и автоматизации эксперимента.

В окне «Scheme» находится мнемосхема автоматизированного комплекса, представленная на рисунке 2.2. Контроль над клапаном производится нажатием левой клавишей мыши (ЛКМ) по изображению соответствующей кнопки.

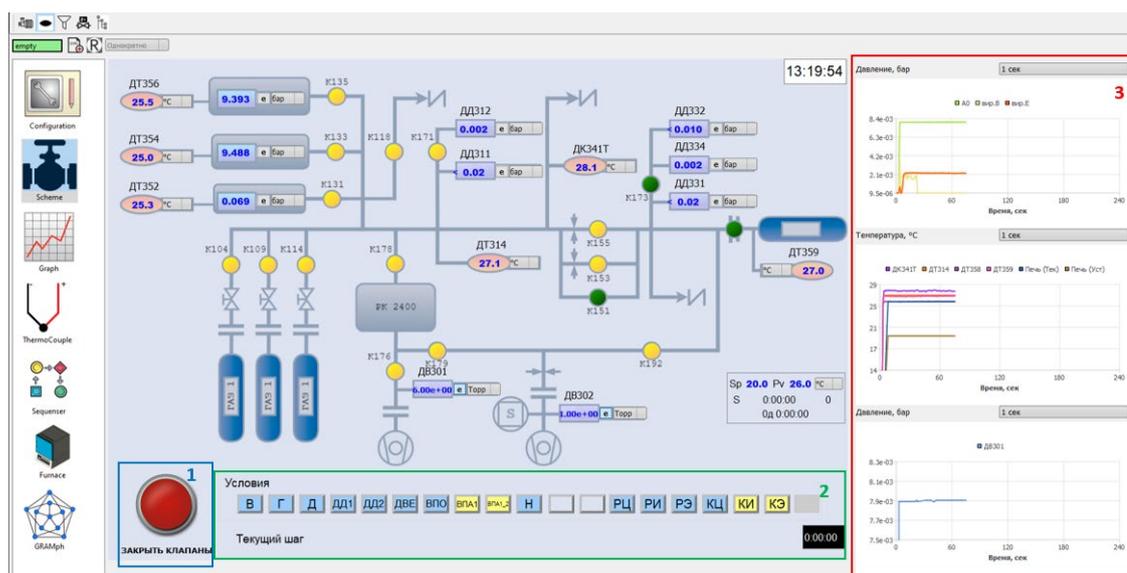


Рисунок 2.2 – Окно управления оборудованием комплекса (область 1 – закрытие всех клапанов, область 2 – состояние условий, область 3 – графики с датчиков)

Внутри программного обеспечения GramQt модуль автоматизации был назван Секвенсер (от англ. sequence – «последовательность»). Возможности, которые были реализованы в Секвенсере: последовательное выполнение действий из файла, возможность пропуска, остановки и продолжения действия, возможность повторения и удержания действия, а также возможность выполнения действия в течении определённого времени.

Действия помещаются в файл формата *.csv с определенной структурой столбцов, представленной в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Структура столбцов файла последовательности действий

| Name | id | pause | if True | if False |
|----------------------------|------------------------------------|---------------------------|--------------------------------|------------------------------|
| Описание действия (строка) | Идентификатор (шестизначное число) | Пауза после действия в мс | Суффикс выполнения если ИСТИНА | Суффикс выполнения если ЛОЖЬ |

Помещение автоматического режима производится после прочтения каждого действия из файла таблицы последовательности действий. В таблица разделена на 5 столбцов: имя действия, идентификатор, время паузы после действия, суффикс выполнения при возвращении условия «истина», суффикс выполнения при возвращении условия «ложь».

При запуске программы производится чтение всех файлов последовательности действий, находящихся в папке с ПО. В модуле автоматизации Секвенсер при нажатии на иконку добавления автоматического режима выпадает список с именем всех доступных таблиц действий. На рисунке 2.3 изображено окно выбора автоматического режима.

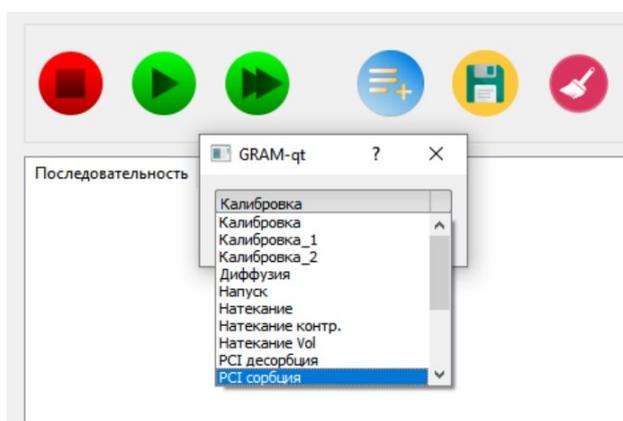
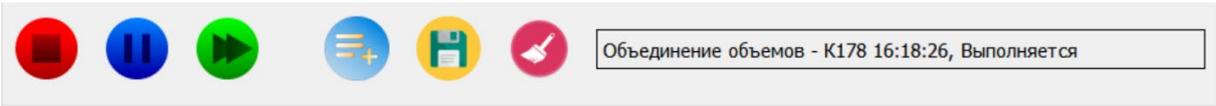


Рисунок 2.3 – Окно выбора автоматического режима

Добавление последовательности действий в очередь отображается в таблице автоматических процессов и таблице действий. Цвет у выделенных строк указывает результат выполнения действия: зеленый – действие выполнено с результатом истина, красный – ложь. По результату действия применяется суффикс: goto_n – переход на n строк вперед или назад, time_t – пауза после действия t миллисекунд, rep_n – повторение действия n раз.

Выделенная желтым цветом строка обозначает выполняемое в данный момент действие (рисунок 2.4).



| Последовательность | | Статус | | | | |
|--------------------|---------------|------------------------|--|--|--|--|
| 1 | PCI сорбция | Эксперимент запущен | | | | |
| 2 | PCI десорбция | Ожидание старта режима | | | | |

| | Name | ID | Pause | if True | if False | Status |
|----|-------------------------------------|-------|-------|-----------|----------|----------------------------|
| 1 | Zero Act | 99999 | 1000 | | | Start Prepared |
| 2 | Начало блока Вакуум cond | 90018 | 100 | | goto_1 | 16:18:09, Выполнено за 0 с |
| 3 | "Ожидание условия ""ДВ_СБР"" | 21000 | 1000 | | goto_3 | 16:18:09, Выполнено за 1 с |
| 4 | Сброс излишков газа - откв K118 | 11118 | 1000 | time_5000 | | 16:18:10, Выполнено за 6 с |
| 5 | Закр K118 | 10118 | 100 | | | 16:18:16, Выполнено за 0 с |
| 6 | Проверка открытия резервуаров RK300 | 21005 | 100 | | goto_6 | 16:18:16, Прервано на 1 с |
| 7 | Объединение объемов - K135 | 11135 | 100 | | | 16:18:17, Пропущено |
| 8 | "Ожидание условия ""ДВ_СБР"" | 21000 | 1000 | | goto_3 | 16:18:17, Пропущено |
| 9 | Сброс излишков газа - откв K118 | 11118 | 1000 | time_5000 | | 16:18:17, Пропущено |
| 10 | Закр K118 | 10118 | 100 | | | 16:18:17, Пропущено |
| 11 | Закр K135 | 10135 | 100 | | | 16:18:17, Пропущено |
| 12 | Проверка открытия резервуаров RK10 | 21003 | 100 | | goto_2 | 16:18:17, Прервано на 0 с |
| 13 | Объединение объемов - K131 | 11131 | 100 | | | 16:18:17, Пропущено |
| 14 | Проверка открытия резервуаров RK50 | 21004 | 100 | | goto_2 | 16:18:17, Прервано на 0 с |

Рисунок 2.4 – Таблица автоматических процессов и таблица действий

Для разделения точки входа режима и действий, являющихся частью режима, назначаются определенные идентификаторы. Следовательно, необходимы общие действия, такие как открытие клапанов, включение сохранения логов и т.д., и конкретные модули, в которых производится настройка оператором или алгоритмом целевых условий в каждом из участков газового комплекса или сохранения изменений в участках.

Метод разработки программных модулей автоматизации рождает необходимость формализации действий для ассистирования оператору при настройке автоматического режима. Модуль автоматизации должен соответствовать набору граничных условий в определенном участке газового комплекса. При этом оператор должен видеть все промежуточные состояния экспериментальных методов, производящиеся для достижения требуемых условий, и отталкиваться от них при настройке программных модулей.

Глава 3. Разработка программных модулей автоматизации эксперимента

Полноценная работа с автоматизированным газовым комплексом GRAM возможна при наличии достаточного описания всех участков газовой системы. Результат описания системы и определения методик работы с участками позволяет разработать программные модули автоматизации эксперимента. Для этого в данной главе автоматизированный газовый комплекс GRAM будет рассмотрен в виде графа, по которому будет разработан цифровой двойник. По результатам расчета модели в цифровом двойнике будут разработаны модули автоматизации эксперимента в программном обеспечении *GramQt*.

3.1. Описание газового комплекса GRAM в виде графа

Для разработки программных модулей автоматизации необходимо определить граничные условия автоматических режимов. Требуется определить свойства GRAM, для этого может быть использован метод описания работы газовой системы в виде графа.

Построение графа основывается на описании параметров его вершин и ребер. Каждый участок комплекса, представляющий собой область некоторого объема, является вершиной. Участки, соединяющие объемы, являются клапанами и представлены в виде ребер графа. Вершины характеризуются набором термодинамических параметров, среди которых количество вещества ν [моль] имеет главную роль и является расчетным, параметры температуры T [К] и давления P [бар] определяются измерительными устройствами и объем участка V [см³] является постоянным. Вершина представляет собой замкнутую систему, в которой ν является постоянным. Изменение значения ν внутри участка комплекса происходит от воздействия примыкающего ребра. Каждое ребро рассматривается как безразмерная область массопереноса с граничными и временными условиями.

Граничными являются параметры вершин по обеим сторонам ребра. Временную составляющую вносит сопротивление ребра переносу v из одной вершины в другую.

С точки зрения теории графов, схема модели комплекса GRAM — конечный ориентированный граф, дополненный специальными поясняющими знаками, если это требуется. Полная структурная модель автоматизированного комплекса GRAM представлена на рисунке 3.1.

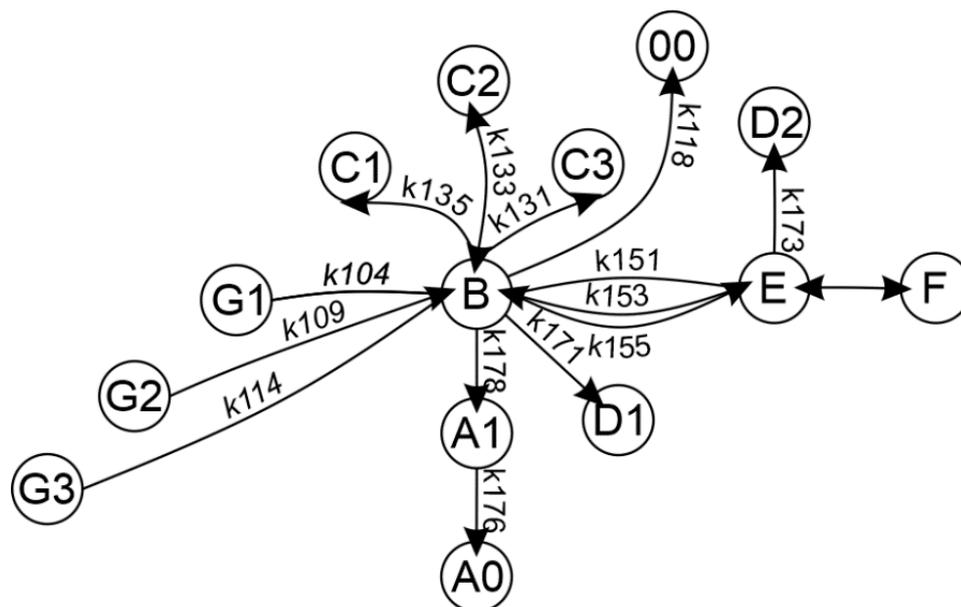


Рисунок 3.1 – Граф автоматизированного комплекса GRAM

Вершины $G1$, $G2$, $G3$ являются источниками газа. Вершины $C1$, $C2$, $C3$ определяют три ёмкости, отделенной от эталонного резервуара B клапанами, представленными в виде связей. Вакуумный пост описан вершинами $A1$ и $A0$, примыкающими к вершине B . Датчик давления $D1$ отделен от B .

Область перед камерой E сообщается с коллектором газа B тремя клапанами, имеющими различные характеристики. Датчик давления $D2$ также, как $D1$, представлен вершиной, так как отделен от E . Реакционная камера обозначена как F

В первую очередь будет описана область подачи газа. Вершины, представляющие источники газа, прилегают к части комплекса B как представлено на рисунке 3.2.

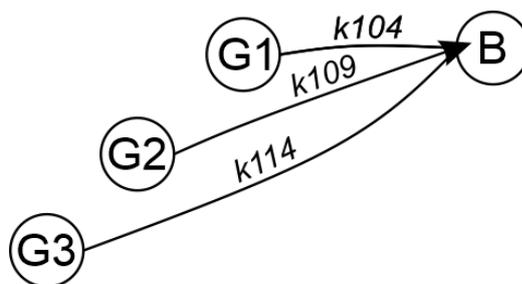


Рисунок 3.2 – Область подачи газа

Параметры вершин области подачи газа представлены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Параметры области подачи газа

| | V, см ³ | T, К | P, Па | v, моль |
|-----------|--------------------|------|---------------------------------|------------------------------|
| B | 55.03 | н.у. | P_B | $v_B = \frac{P_B V_B}{RT_B}$ |
| G1 | 20000 | н.у. | $1 \cdot 10^5 - 150 \cdot 10^7$ | - |
| G2 | 20000 | н.у. | $1 \cdot 10^5 - 150 \cdot 10^7$ | - |
| G3 | 20000 | н.у. | $1 \cdot 10^5 - 150 \cdot 10^7$ | - |

Воздействие примыкающих к вершине **B** ребер *k104*, *k109* и *k114* описывается граничными условиями (3.1).

$$\begin{cases} v_B(0) = P_B V_B / RT_B \\ v_B(t_1) = P_G V_B / RT_B \end{cases} \quad (3.1)$$

В граничных условиях (3.1) рассматривается ситуация, при которой подача газа не прекращается до наступления равновесия давлений с источником. Временное выражение для ребер *k104*, *k109* и *k114* может быть получено в результате аппроксимации изменения давления в области **B** в течении нескольких долей секунды и решения уравнения по граничным условиям (3.1). Данный участок графа и описанные зависимости используются при работе блока «Напуск». Вершины, представляющие накопительные ёмкости, прилегают к части комплекса **B** как показано на рисунке 3.3.

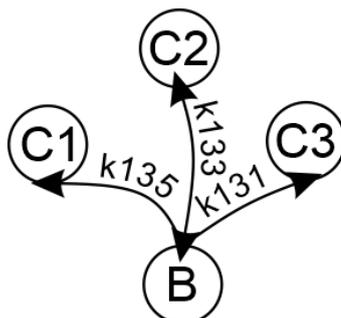


Рисунок 3.3 – Накопительные ёмкости

Параметры вершин ёмкостей для накопления газа представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Параметры вершин ёмкостей для накопления газа

| | V, см ³ | T, К | P, Па | v, моль |
|-----------|--------------------|------|----------|--|
| B | 55.03 | н.у. | P_B | $v_B = \frac{P_B V_B}{RT_B}$ |
| C1 | 10 | н.у. | P_{C1} | $v_{C1} = \frac{P_{C1} V_{C1}}{RT_{C1}}$ |
| C2 | 53,874 | н.у. | P_{C2} | $v_{C2} = \frac{P_{C2} V_{C2}}{RT_{C2}}$ |
| C3 | 300 | н.у. | P_{C3} | $v_{C3} = \frac{P_{C3} V_{C3}}{RT_{C3}}$ |

Воздействие примыкающих к вершине **B** ребер *k135*, *k133* и *k114* описывается граничными условиями (3.2).

$$\begin{cases} v_B(0) = P_B V_B / RT_B \\ v_{Ci}(0) = P_{Ci} V_{Ci} / RT_{Ci} \\ v_B(t_1) = \left(P_B + \frac{\sum_i (P_{Ci} - P_B) \cdot V_{Ci}}{\sum_i V_{Ci} + V_B} \right) \cdot V_B / RT_B \end{cases} \quad (3.2)$$

В граничных условиях (3.2) рассматривается ситуация, при которой сообщение между вершинами **B** и **C** не прекращается до наступления равновесия давлений. Граничное условие $v_B(t_1)$ учитывает возможность воздействия одновременно нескольких ребер. Временное выражение для *k135*, *k133* и *k114* может быть получено в результате аппроксимации изменения давления в области **B** в течении нескольких долей секунды и решения уравнения по граничным условиям (3.2).

Вершина **E**, представляющая область перед камерой, прилегает к части комплекса **B** как показано на рисунке 3.4.

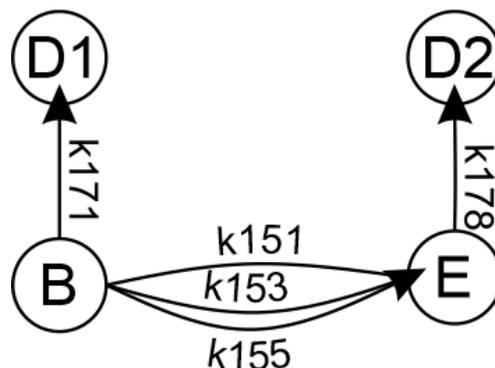


Рисунок 3.4 – Примыкание области камеры (E+D2) и коллектора газа (B+D1)

Параметры вершин ёмкостей для накопления газа представлены в таблице 3.3:

Таблица 3.3 – Параметры вершин ёмкостей для накопления газа

| | V, см ³ | T, К | P, Па | v, моль |
|-----------|--------------------|-------|----------|--|
| B | 55.03 | н.у. | P_B | $v_B = \frac{P_B V_B}{RT_B}$ |
| E | 26.17 | T_E | P_E | $v_E = \frac{P_E V_E}{RT_E}$ |
| D1 | 10.94 | н.у. | P_{D1} | $v_{D1} = \frac{P_{D1} V_{D1}}{RT_{D1}}$ |
| D2 | 13.7 | T_E | P_{D2} | $v_{D2} = \frac{P_{D2} V_{D2}}{RT_{D2}}$ |

Воздействие примыкающего к вершине **B** ребра *k171* и примыкающего к вершине **E** ребра описываются граничными условиями аналогичными (3.2).

Воздействие ребер *k151*, *k153* и *k155* описывается граничными условиями (3.3).

$$\left\{ \begin{array}{l} v_B(0) = P_B V_B / RT_B \\ v_E(0) = P_E V_E / RT_E \\ v_B(t_1) = \left(P_B + \frac{(P_E - P_B) \cdot V_E}{(V_E + V_B)} \right) \cdot V_B / RT_B \end{array} \right. , \quad (3.3)$$

Временное выражение для *k151*, *k153* и *k155* было получено в виде (3.4):

$$v_B(t) = v_B(0) - \frac{v_B(0) - v_E(0)}{v_B(0) - v_E(0)} \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right), \quad (3.4)$$

где τ – временной коэффициент, определяемый в течении нескольких долей секунды. Представленный участок графа и описанные зависимости используются при работе блока «Натекание».

Для создания модели эксперимента сорбции и десорбции водорода из твердых тел в первую очередь будет рассмотрена вершина, представляющая собой газовый реактор **F** и ребро *FF*, описывающее реакцию сорбции (рисунок 3.5).

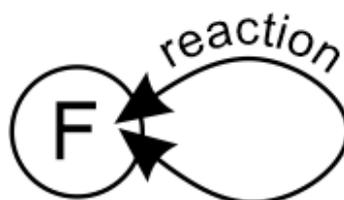


Рисунок 3.5 – Вершина **F** – газовый реактор, ребро *FF* – реакция сорбции

Предположим, что в начале эксперимента вершина **F** имеет параметры из таблицы 3.4.

Таблица 3.4 – Параметры вершины **F**

| $V, \text{см}^3$ | $T, \text{К}$ | $P, \text{бар}$ | $\nu, \text{моль}$ |
|------------------|---------------|-----------------|--------------------------------|
| V_F | T_F | P_F | $\nu_F = \frac{P_F V_F}{RT_F}$ |

Затем, ребро **FF** воздействует на вершину в соответствии с тем, как образец поглощает газ. Граничные условия ребра имеют вид (3.5):

$$\begin{cases} \nu_F(0) = P_F V_F / RT_F \\ \nu_F(t_1) = P'_F V_F / RT'_F \end{cases}, \quad (3.5)$$

где $\nu_F(0)$ – это количество вещества в вершине **F** в начале эксперимента, $\nu_F(t_1)$ – количество вещества в вершине **F** в конце эксперимента.

Функция изменения ν_F во времени неизвестна, но может быть выражена через граничные условия примыкающей вершины **E** (рисунок 3.6).

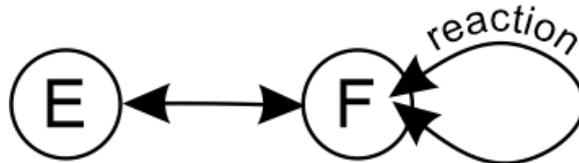


Рисунок 3.6 – Вершина **E** – область перед реактором, вершина **F** – газовый реактор, ребро **EF** – сообщающиеся сосуды, ребро **FF** – реакция сорбции

Предположим, что в начале эксперимента вершина **E** имеет параметры из таблицы 3.5.

Таблица 3.5 – Параметры вершины **E**

| $V, \text{см}^3$ | $T, \text{К}$ | $P, \text{бар}$ | $\nu, \text{моль}$ |
|------------------|---------------|-----------------|--------------------------------|
| V_E | T_E | P_E | $\nu_E = \frac{P_E V_E}{RT_E}$ |

Затем, ребро **FF** воздействует на вершину **E** в соответствии с тем, как изменяется количество вещества в **F**. Так как **E** и **F** являются сообщающимися сосудами, то ν_E пропорционально ν_F и граничные условия ребра **EF** имеют вид (3.6).

$$\begin{cases} \nu_F(0) = P_E V_F / RT_F \\ \nu_F(t_1) = P'_E V_F / RT'_F \end{cases} \quad (3.6)$$

По граничным условиям $v_F(0)$ и $v_F(t_1)$ рассчитывается количество вещества, поглощенного образцом. Выражение для расчета масс. % поглощенного водорода (3.7):

$$wt\% = (v_F(t_1) - v_F(0)) \frac{M_{H_2}}{m_{sample}} \cdot 100\%, \quad (3.7)$$

где m_{sample} – масса образца, M_{H_2} – молярная масса водорода.

Параметр T_F впоследствии заменяется на набор из пяти участков для описания градиента температур. На рисунке 3.7 представлен граф повторяющий рисунок 3.6, но вершина F разделена на пять участков $F5$, $F4$, $F3$, $F2$ и $F1$ в порядке отдаления от E .

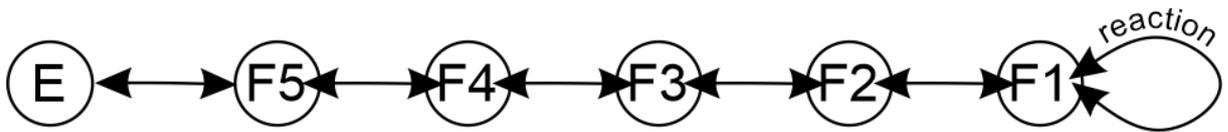


Рисунок 3.7 – Вершина E – область перед реактором, вершина $F1..5$ – области газового реактора, ребра $EF1..5$ – сообщающиеся сосуды, ребро $F1F1$ – реакция сорбции

Параметры вершин E , $F5$, $F4$, $F3$, $F2$ и $F1$ представлены в таблице 3.6.

Таблица 3.6 – Параметры вершин E , $F5$, $F4$, $F3$, $F2$ и $F1$

| | V, см ³ | T, К | P, Па | v, моль |
|----|--------------------|----------|----------|--|
| E | 26.17 | T_E | P_E | $v_E = \frac{P_E V_E}{RT_E}$ |
| F5 | 4.18 | T_{F5} | P_{F5} | $v_{F5} = \frac{P_{F5} V_{F5}}{RT_{F5}}$ |
| F4 | 1.97 | T_{F4} | P_{F4} | $v_{F4} = \frac{P_{F4} V_{F4}}{RT_{F4}}$ |
| F3 | 2.74 | T_{F3} | P_{F3} | $v_{F3} = \frac{P_{F3} V_{F3}}{RT_{F3}}$ |
| F2 | 1.66 | T_{F2} | P_{F2} | $v_{F2} = \frac{P_{F2} V_{F2}}{RT_{F2}}$ |
| F1 | 10.7 | T_{F1} | P_{F1} | $v_{F1} = \frac{P_{F1} V_{F1}}{RT_{F1}}$ |

Так как E и $F5$ являются сообщающимися сосудами, то граничные условия ребра $EF5$ имеют вид (3.8):

$$\begin{cases} v_F(0) = P_E \cdot \sum_i \frac{V_{F_i}}{RT_{F_i}} \\ v_F(t_1) = P'_E \cdot \sum_i \frac{V_{F_i}}{RT'_{F_i}} \end{cases} \quad (3.8)$$

Следовательно, выражение для расчета масс% поглощенного водорода (3.9).

$$wt\% = (\sum_i v_{F_i}(t_1) - \sum_i v_{F_i}(0)) \cdot M_{H_2} / m_{sample} \cdot 100\% \quad (3.9)$$

3.2. Формализация режимов работы GRAM

Работа автоматизированных режимов аппарата типа Сивертса в общем виде может быть представлена схемой, изображенной на рисунке 3.8.

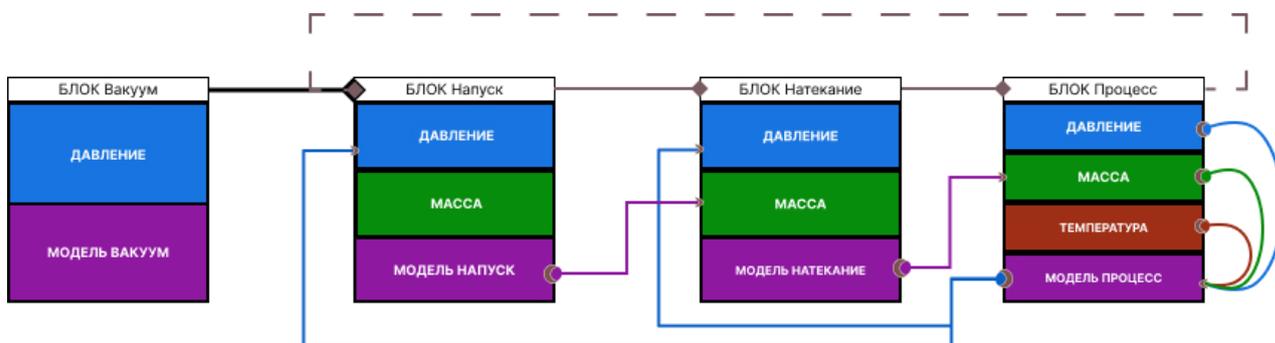


Рисунок 3.8 – Общая схема автоматических режимов аппарата типа Сивертса

Каждый блок по отдельности представляет собой алгоритм установления определенного состояния в комплексе, задаваемое набором параметров: давление, масса и температура в каждом участке в частном, или во всей системе в целом. Последовательность блоков, изображенная на рисунке 3.8, используется почти во всех экспериментальных методах исследования сорбции водорода, с отличием лишь в значениях параметров блоков и их связи друг с другом. Рассмотрим схему автоматических режимов подробнее, чтобы установить взаимосвязи и границы применения блоков.

Блок «Вакуум» характеризует набор действий, необходимых для подготовки системы к началу эксперимента. В параметры блока входят целевое начальное давление системы и дополнительные условия, указываемые оператором. Так, например, оператор устанавливает значение давления равное $1 \cdot 10^{-4}$ бар и условие выполнения блока в течении 1 часа. Соответственно, во время выполнения модуля, модель блока производит проверку условий текущего давления в системе и прошедшего времени.

Блок «Напуск» применяется для подачи газа в эталонный резервуар, в котором находится газ до подачи в реакционную камеру. Эталонный резервуар далее будет обозначен как ***V***. Помимо установления целевого давления в ***V*** модель напуска позволяет установить целевое количество вещества рабочего газа. Вариация в массе накопленного газа возможна благодаря трем дополнительным объемам (***C1***, ***C2***, ***C3***), отсеченных от ***V*** клапанами. В ходе работы алгоритма «Напуск», модель блока инициирует подачу газа открытием клапана, перекрывающего допуск газа от источника в систему, а затем производит проверку условий текущего давления и количества газа в эталонном резервуаре. Когда целевые параметры давление и масса газа в ***V*** достигаются, подача газа останавливается закрытием клапана на источник.

Блок «Натекание» используется для установления в реакционной камере целевого давления. Накопленный в ***V*** газ поступает в участок комплекса ***E***, сообщающийся с реакционной камерой ***F***, но обособленный от нагревательного элемента печи. В модели блока «Натекание» производится проверка условия соответствия давления и массы газа в реакционной камере. Распределение газа может производиться либо с использованием дросселированного клапана, в этом случае можно остановить поступление газа в камеру до момента установления равновесного давления, либо с использованием клапана с малым сужением, в этом случае равновесное давление достигается почти мгновенно.

В блоке «Процесс» реализуются алгоритмы расчета воздействия газа с твердым телом в парадигме различных экспериментальных методов. Условия проведения эксперимента с использованием описанных в литературе методов характеризуются набором термодинамических параметров: давление, масса и температура. Алгоритм модели эксперимента отслеживает количественное изменение содержания газа в реакционной камере и производит пересчет изменений термодинамических параметров, например, в массовые проценты сорбированные образцом.

Формализация принципов работы аппарата типа Сивертса в виде функциональных блоков позволяет создать виртуальную модель для визуальной интерпретации процессов газового комплекса. Преимущество такой модели заключается в возможности анализа изменяющихся термодинамических параметров во времени, ограничения которой зависят только от необходимой достоверности расчетов, а рассчитываемые временные зависимости позволяют получить необходимые для автоматизации промежуточные состояния экспериментальных методов.

3.3. Разработка цифрового двойника GRAM

Разработка цифрового двойника GRAM проводилась в математическом пакете Wolfram Mathematica 12. Преимущества Wolfram Mathematica выражаются в широком наборе возможностей графического представления искомых зависимостей и исключительного количества встроенных математических и алгоритмических функций, необходимых для качественного анализа и визуальной интерпретации работы GRAM.

Каждый из представленных выше блоков, был описан в виде функции с набором входных и выходных параметров. В качестве входных параметров функций используется объект представления газового комплекса в виде графа.

На Рисунке 3.9 изображен граф цифрового двойника GRAM.

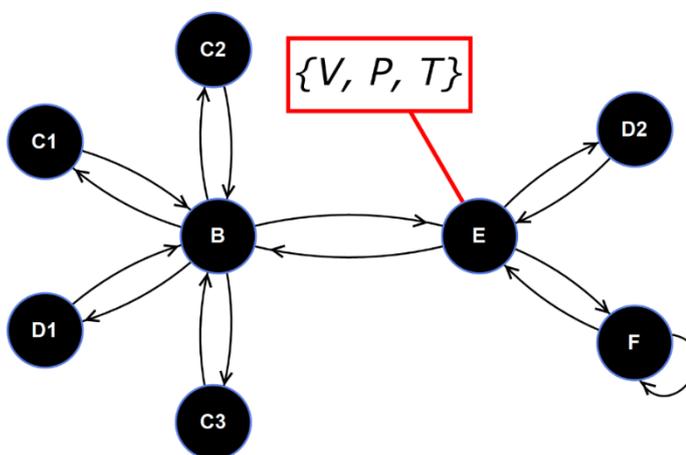


Рисунок 3.9 – Граф цифрового двойника GRAM

Каждый участок графа системы представляет собой область ненулевого объема, разделенная системой пневматических клапанов. Участки характеризуются структурой термодинамических параметров, таких как объем, давление и температура. Стрелки между смежными вершинами обозначают потенциальные изменения состояния участка в результате слияния газа после открытия клапана, разделяющего объемы. Физический смысл объединения участков выражается в изменении структур термодинамических параметров: объемы сообщающихся участков складываются, давление выравнивается, а температура перераспределяется.

В качестве начальных условий состояния системы в каждом участке модели комплекса устанавливается давление и температура равные соответственно $1 \cdot 10^{-3}$ бар и 300 К.

В качестве основы при описании блока «Процесс» комплекса выбран эксперимент по исследованию сорбционных характеристик водорода в твердом теле, называемый в литературе как метод гидрирования. Метод подразумевает выдерживание исследуемого образца в атмосфере водорода. Чтобы процесс проходил контролируемо вводится набор настроечных параметров. Оператор задает максимальное содержание водорода в образце и давления, в диапазоне которых протекает процесс гидрирования до момента достижения желаемого состава образца. Входные данные модели соответствуют параметрам, задаваемым оператором перед началом эксперимента.

Для начала работы модели устанавливается набор входных данных, приведенный в таблице 3.7.

Таблица 3.7 – Входные данные модели

| | |
|---------------------------------|---------|
| Масс.% поглощенного водорода | 5% |
| Температура в камере с образцом | 293 К |
| Масса образца | 0,55 г |
| Целевое давление в камере | 1 бар |
| Минимальное давление в камере | 0,1 бар |

Максимальное содержание водорода выражается в массовых процентах поглощенного водорода, а диапазон давлений определяется между целевым и минимальным давлением в камере.

По приведенным в таблице 3.7 входным данным, модель пересчитывает необходимое количество водорода, которое должно быть поглощено образцом, используя выражение (3.9).

Рассчитанное значение количества водорода позволяет определить необходимое давление в реакционной камере при указанной температуре. Следуя указанным в таблице 3.7 входным данным, для поглощения 5 масс. % необходимого давления в камере, то есть содержащее достаточное количество вещества, равно 5 бар. Поскольку оператор указал целевое давление ниже расчетного, следующим действием модель определяет количество повторений указанного оператором целевого давления в реакционной камере, чтобы в конце эксперимента образец сорбировал заданное количество массовых процентов. Рассчитанное количество повторений используется при использовании функции цикла, представленной на схеме на рисунке 3.9 коричневой пунктирной линией. После определения всех необходимых для эксперимента параметров модель запускает цикл, начинающийся с блока «Напуск».

Чтобы установить целевое давление в реакционной камере, алгоритм рассчитывает необходимое давление в эталонном резервуаре. Расчет производится с использованием функции нахождения корня уравнения Solve, где неизвестной переменной является давление в эталонном резервуаре ***V*** перед поступлением газа в реакционную камеру. Оно должно быть таким, чтобы после объединения ***V*** и ***E***, в участке комплекса с реакционной камерой ***F*** устанавливалось целевое давление.

Определив все необходимые начальные условия алгоритм начинает цикл моделирования. Первый блок модели, «Напуск», имитирует процесс подачи водорода в эталонный резервуар, принимая, что за секунду из источника поступает 0,001 моль/с.

Поэтапная временная зависимость давления в эталонном резервуаре изображена на рисунке 3.10. Зеленый фон – блок «Напуск», синяя линия – давление в участке **B**, бар.

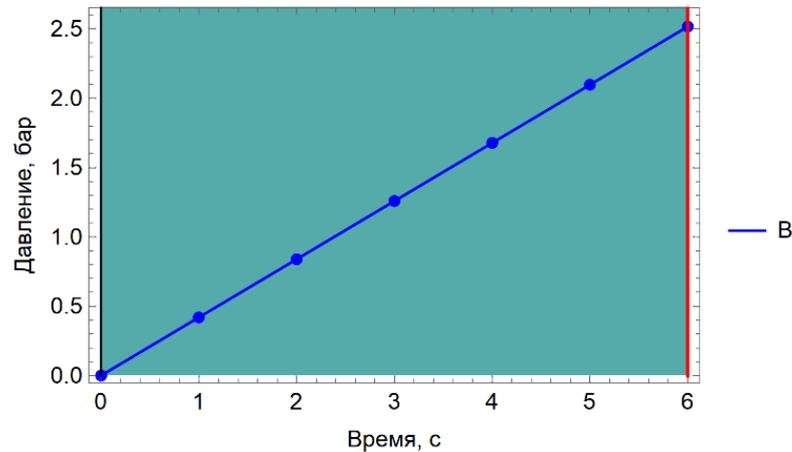


Рисунок 3.10 – Поэтапная временная зависимость давления в комплексе, зеленый фон – блок «Напуск», синяя линия – давление в участке **B**, бар

Следующим действием производится моделирование работы блока «Натекание». Следуя описанию метода гидрирования, распределение газа по системе между эталонным резервуаром и реакционной областью комплекса происходит до установления давления равновесия. Поэтапная временная зависимость давления в участках **B** и **D2 + E + F** изображена на рисунке 3.11. Розовый фон – блок «Натекание», синяя линия – давление в участке **B**, зеленая линия – давление в участке **D2 + E + F**, бар.

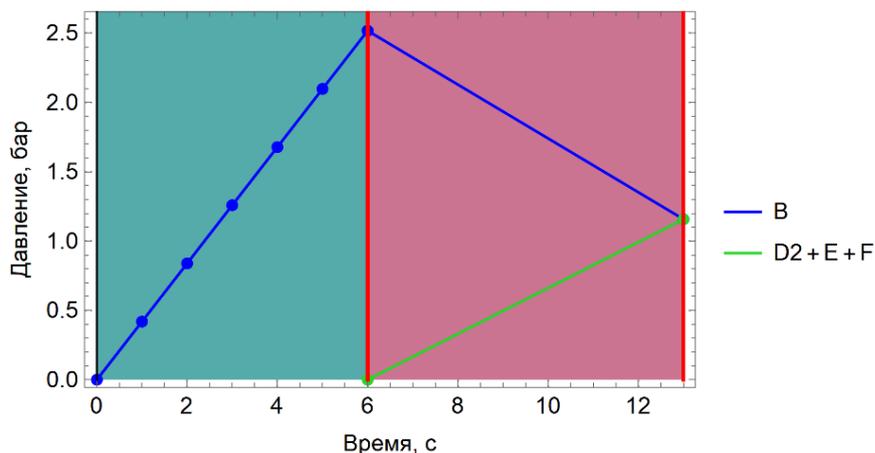


Рисунок 3.11 – Поэтапная временная зависимость давления в комплексе, розовый фон – блок «Натекание», синяя линия – давление в участке **B**, зеленая линия – давление в участке **D2+E+F**, бар

После установления равновесия и, соответственно целевого давления в реакционной камере, модель начинает расчет блока «Процесс». Принимаем, что сорбционный процесс описывается выражением (3.10).

$$\frac{P_F^{i+1} V_F}{10RT_F} = \frac{P_F^i V_F}{10RT_F} - v_s \cdot \operatorname{erf}(P_F^i) \rightarrow$$

$$P_F^{i+1} = P_F^i - v_s \cdot \operatorname{erf}(P_F^i) \cdot \frac{RT_F}{10V_F}, \quad (3.10)$$

где P_F – давление в реакционной камере, бар, V_F – объем реакционной камеры, см³, T_F – температура внутри реакционной камеры, К, v_s – скорость сорбции, моль/с, R – газовая постоянная, Дж/(моль·К), индекс i давления P_F означает номер итерации расчета процесса, erf – функция ошибки, а константа 10 для соответствия размерностей бар и см³ с Па и м³. Время одной итерации в модели установлено равной одной секунде,

Физический смысл итерационного расчета с использованием выражения (3.10) можно описать в виде непрерывной сорбции газа порциями со скоростью $v_s = 0,00025$ моль/с. Поскольку процесс сорбции замедляется пропорционально уменьшению количества доступного для поглощения вещества, используется лимитирующая процесс функция ошибки от значения давления. Поэтапная временная зависимость давления в участках **B** и **E** изображена на рисунке 3.12. Оранжевый фон – блок «Процесс», синяя линия – давление в участке **B**, зеленая линия – давление в участке **D2 + E + F**, бар.

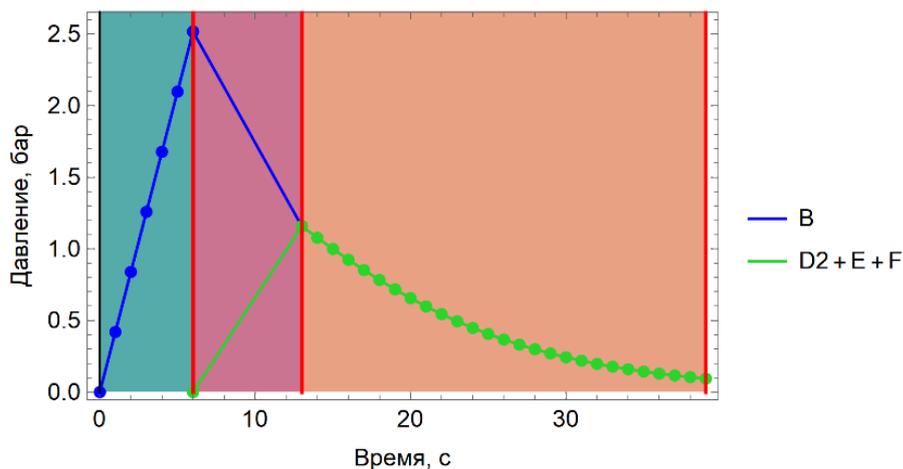


Рисунок 3.12 – Поэтапная временная зависимость давления в комплексе, оранжевый фон – блок «Процесс», синяя линия – давление в участке **B**, зеленая линия – давление в участке **D2+E+F**, бар

Процесс сорбции останавливается, когда давление в реакционной камере опускается до минимального значения, установленного оператором. Однако, необходимое содержание водорода в образце ещё не достигнуто. Следовательно, необходимо повторить пройденные блоки оставшееся количество циклов, которое было рассчитано в начале. Поэтапная временная зависимость давления в комплексе после заключительного цикла представлена на рисунке 3.13.

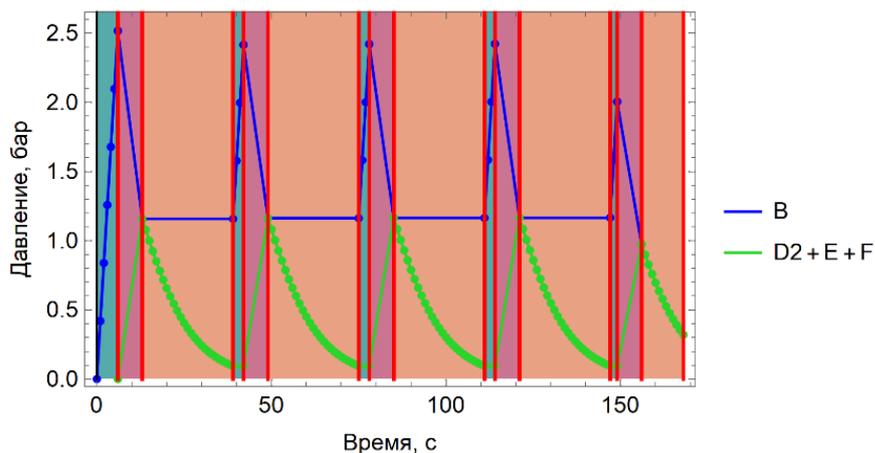


Рисунок 3.13 – Поэтапная временная зависимость давления в комплексе на заключительном цикле

Моделирование этапов процедуры построения изотермы давление-состав осуществлялось имитацией повторения трех основных действий, обозначенных выше. Результат расчета представлен на рисунке 3.14 в виде поэтапной временной зависимости давления в эталонном резервуаре и реакционной камере.

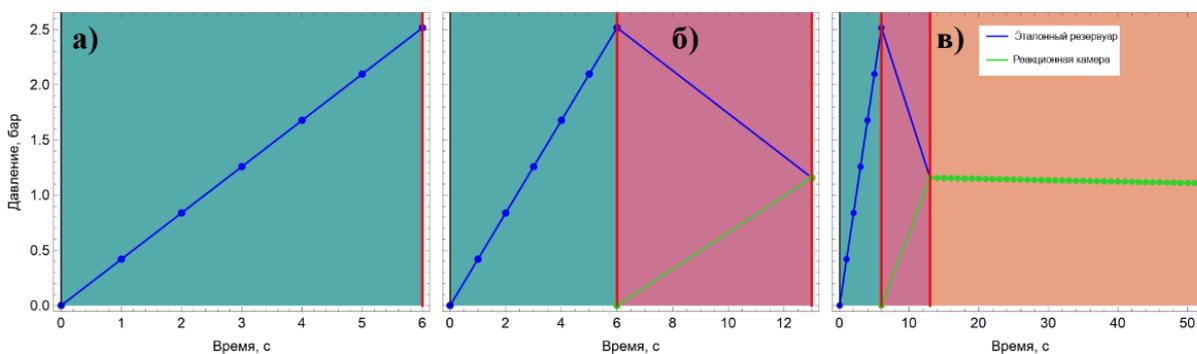


Рисунок 3.14 – Поэтапная временная зависимость давления водорода в участках аппарата типа Сивертса: а) подача водорода в эталонный резервуар, б) стравливание газа в реакционную камеру, в) регистрация изменения давления в ходе реакции сорбции водорода материалом накопителем

Результат работы алгоритма предварительного расчета использовался для построения поэтапной временной зависимости давления в эталонном резервуаре и реакционной камере на протяжении всей процедуры моделирования эксперимента. После первой подачи водорода, в эталонном резервуаре было установлено давление равное 11,2 бар, которое затем последовательно напускалось в реакционную камеру. Анализируя поэтапную временную зависимость, изображённую на рисунке 3.15а, можно определить, что одной процедуры подачи газа является достаточной для 13-ти последующих этапов сорбции. Это оказывает положительное влияние, поскольку основное время эксперимента отводится на регистрацию процесса сорбции. Завершение процесса построения изотермы давление-состав происходит, когда образец LaNi_5 достигает максимальной концентрации водорода. Сравнение изотерм давление-состав, полученной экспериментально и в результате работы модели, представлено на рисунке 3.15б.

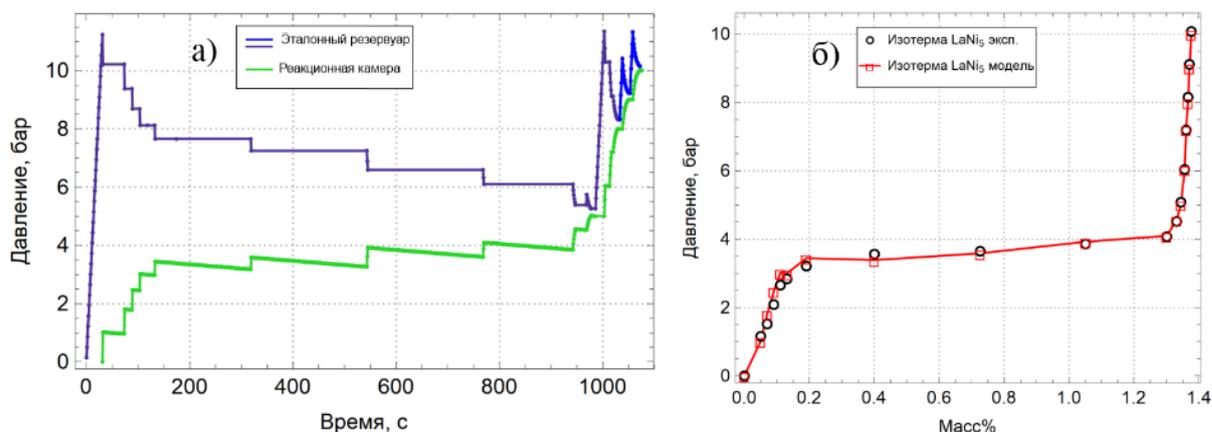


Рисунок 3.15 – а) поэтапная временная зависимость, б) сравнение изотерм давление-состав

Результаты работы модели позволяют определить промежуточные состояния газовой системы GRAM и упростить автоматизацию оборудования. Изотерма давление-состав, полученная в результате работы модели, соответствует изотерме, полученной экспериментально, из чего можно сделать вывод о корректности работы модели.

3.4. Разработка модулей автоматизации на базе ПО GramQt

Реализация автоматизированных режимов внутри программного обеспечения для управления GRAM проводилась в соответствии с цифровым двойником. Задача программных модулей автоматизации в установлении состояний газового комплекса GRAM в соответствии методики эксперимента. Следуя предложенной формализации режимов работы аппарата типа Сивертса необходимо разработать программные модули, позволяющие выполнять блоки режимов на GRAM. Для этого используется система выполнения последовательности действий, реализованная внутри ПО *GramQt*.

Чтобы воспроизводить последовательность действий в соответствии с методикой экспериментального исследования, для каждого автоматического режима разрабатывается пользовательский интерфейс контроля параметров режимов. Графический интерфейс необходим, чтобы оператор или автоматический режим устанавливал необходимые граничные условия. Также интерфейс применяется для вывода результатов выполнения модуля.

Применяется алгоритм для чтения файла действий, в котором каждому автоматическому режиму назначен идентификатор. Перечисленные в таблице 3.8 идентификаторы задают точку входа модуля автоматизации.

Таблица 3.8 – Соответствие автоматического режима и идентификатора

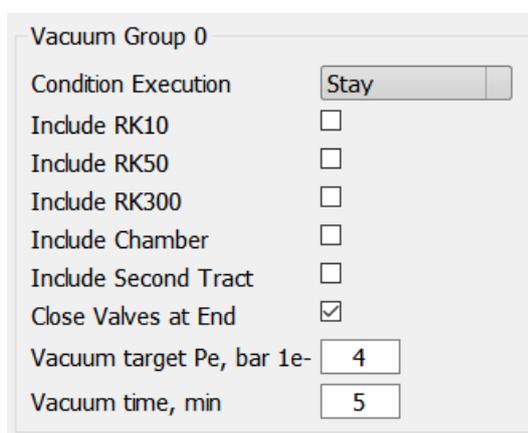
| № | Автоматический режим | Идентификатор |
|---|-----------------------|---------------|
| 1 | Блок «Вакуумирование» | action90018 |
| 2 | Блок «Напуск» | action90015 |
| 3 | Блок «Натекание» | action90016 |
| 4 | Блок «Гидрирование» | action90013 |

Каждой точке входа автоматического режима из файла последовательности действий создается интерфейс настройки параметров модуля. Параметры каждого модуля характеризуют граничные условия выполняемого автоматического режима. После установления параметров блоков, значения используются во время выполнения.

3.5. Разработка модулей ассистирования контроля состояния газовой системы

Первым блоком из необходимых для контроля состояния газовой системы является блок «Вакуум». Аналогично принципу работы, описанному в цифровом двойнике, блок автоматизации «Вакуум» приводит GRAM к достижению заданного оператором степени вакуума в реакционной камере.

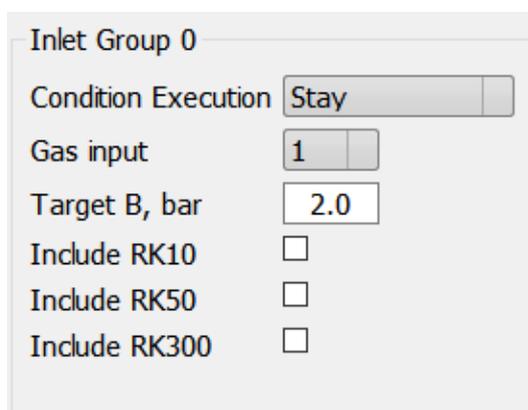
На рисунке 3.16 представлен участок интерфейса настройки блока «Вакуум». В блоке могут быть настроены поля степени вакуума в поле Vacuum target в качестве значения бар в степени 10^{-x} , где x вводится. Также настраивается поле для максимального времени вакуумирования Vacuum time.



| Vacuum Group 0 | |
|---------------------------|-------------------------------------|
| Condition Execution | Stay |
| Include RK10 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK50 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK300 | <input type="checkbox"/> |
| Include Chamber | <input type="checkbox"/> |
| Include Second Tract | <input type="checkbox"/> |
| Close Valves at End | <input checked="" type="checkbox"/> |
| Vacuum target Pe, bar 1e- | 4 |
| Vacuum time, min | 5 |

Рисунок 3.16 – Интерфейс настройки блока «Вакуум»

Следующий модуль автоматизации соответствует работе цифрового двойника «Напуск». На рисунке 3.17 представлен участок интерфейса для настройки значения требуемого для подачи в эталонный резервуар давления.



| Inlet Group 0 | |
|---------------------|--------------------------|
| Condition Execution | Stay |
| Gas input | 1 |
| Target B, bar | 2.0 |
| Include RK10 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK50 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK300 | <input type="checkbox"/> |

Рисунок 3.17 – Интерфейс настройки блока «Напуск»

В блоке «Напуск» настраивается величина давления, которое необходимо установить в эталонном резервуаре следуя методике эксперимента. В поле Target B записывается целевая величина давления в бар и в поле Gas input выбирается используемый источник газа.

Интерфейс настройки блока «Натекание» представлен на рисунке 3.18. В поле Target E записывается целевая величина давления в бар в реакционной камере, флаг Include Chamber устанавливает необходимость учета объема камеры при расчете давления, а Instant valve opening – использует клапан мгновенного натекания вместо клапанов с меньшим потоком.

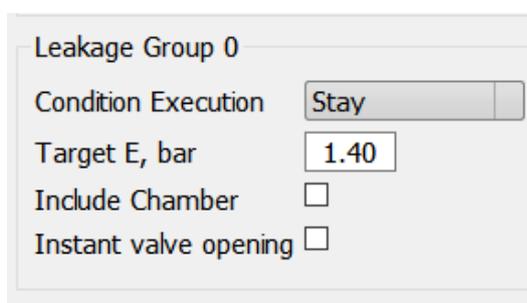


Рисунок 3.18 – Интерфейс настройки блока «Натекание»

3.6. Разработка модуля автоматизации проведения калибровки

Разработка модуля автоматизации проведения калибровки производилась согласно описанному в главе 1 методу, следуя которому определение объема участков газовой системы производится поочередно, начиная с участка, прилегающего к калибровочной камере. При проведении калибровки необходимо добиться погрешности определения объемов участков GRAM не выше 0,6%.

На рисунке 3.19 изображен интерфейс для настройки модуля автоматизации «Калибровка». Для проведения полноценной калибровки газового комплекса в модуле калибровка оператор устанавливает флаги, определяющие область калибровки. Флаг Calb E определяет проведение калибровки в области участков E, D2. Таким образом, состояния флагов Calb B и Calb RK определяют проведение калибровок областей B, D1 и RK10, RK50 и RK300 соответственно.

| | | | | | | | | | |
|--|-------------|--------------|------------|--|-----------------------------------|--|-----------------------------------|--|-----------------------------------|
| Skip calb. E <input type="checkbox"/> | | | | ED2, low P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | D2, low P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | E, high P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="3.00"/> |
| Average | Vol. ED2 | Vol. D2 | Vol. E | | | | | | |
| | 39.563 | 13.431 | 26.133 | | | | | | |
| Deviation | 0.000 | 0.000 | 0.000 | | | | | | |
| End calibration E | | | | | | | | | |
| Skip calb. B <input type="checkbox"/> | | | | BD1_ED2, low P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | BD1, low P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | BE, high P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="4.00"/> |
| Average | Vol. BD1 | Vol. D1 | Vol. B | | | | | | |
| | 66.292 | 10.737 | 55.554 | | | | | | |
| Deviation | 0.000 | 0.000 | 0.000 | | | | | | |
| End calibration B | | | | | | | | | |
| Skip calb. RK <input type="checkbox"/> | | | | RK10_BD1, low P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | RK50_BD1, low P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | RK300_B, high P. <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="text" value="4.00"/> |
| Average | Vol. RK10 | Vol. RK50 | Vol. RK300 | | | | | | |
| | 11.214 | 51.689 | 294.689 | | | | | | |
| Deviation | 0.000 | 0.000 | 0.000 | | | | | | |
| End calibration RK | | | | | | | | | |
| Skip calb. Ch <input type="checkbox"/> | | | | Chamber, low P. <input type="checkbox"/> | <input type="text" value="1.65"/> | Chamber, high P. <input type="checkbox"/> | <input type="text" value="3.00"/> | | |
| Average | Vol. Ch_low | Vol. Ch_high | | | | | | | |
| | 0.000 | 0.000 | | | | | | | |
| Deviation | 0.000 | 0.000 | | | | | | | |

Рисунок 3.19 – Интерфейс настройки модуля автоматизации «Калибровка»

Также в интерфейсе настройки модуля калибровка можно установить состояние каждого флага как пропуск калибровки участка. Например, для калибровки только реакционной камеры остальные области пропускаются.

Результаты расчетов устанавливаются в таблице для каждого участка по отдельности, а также среднеквадратическое отклонение для полученного результата. Устанавливая флаг для пропуска калибровки участка, в таблицу записывается значение объема, хранящееся в реестре ПК.

Реализация логики модуля выполнена в виде набора блоков включающий в себя блок Вакуум, четыре блока Напуск и два блока Натекание. Краевые условия как целевое давление в Е и в В устанавливаются автоматически блоком калибровка, а пользователь выбирает степень вакуума и выход источников газа. На рисунке 3.20 изображена группа блоков настройки модулей автоматизации, управляемых модулем «Калибровка».

| | | | |
|---------------------------|-------------------------------------|-----------------------|--------------------------|
| Vacuum Group 0 | | | |
| Condition Execution | Stay | | |
| Include RK10 | <input type="checkbox"/> | | |
| Include RK50 | <input type="checkbox"/> | | |
| Include RK300 | <input type="checkbox"/> | | |
| Include Chamber | <input type="checkbox"/> | | |
| Include Second Tract | <input type="checkbox"/> | | |
| Close Valves at End | <input checked="" type="checkbox"/> | | |
| Vacuum target Pe, bar 1e- | 4 | | |
| Vacuum time, min | 5 | | |
| Inlet Group 0 | | Inlet Group 1 | |
| Condition Execution | Stay | Condition Execution | Stay |
| Gas input | 1 | Gas input | 1 |
| Target B, bar | 2.0 | Target B, bar | 2.0 |
| Include RK10 | <input type="checkbox"/> | Include RK10 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK50 | <input type="checkbox"/> | Include RK50 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK300 | <input checked="" type="checkbox"/> | Include RK300 | <input type="checkbox"/> |
| Inlet Group 2 | | Inlet Group 3 | |
| Condition Execution | Stay | Condition Execution | Stay |
| Gas input | 1 | Gas input | 1 |
| Target B, bar | 2.0 | Target B, bar | 2.0 |
| Include RK10 | <input type="checkbox"/> | Include RK10 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK50 | <input type="checkbox"/> | Include RK50 | <input type="checkbox"/> |
| Include RK300 | <input type="checkbox"/> | Include RK300 | <input type="checkbox"/> |
| Leakage Group 0 | | Leakage Group 1 | |
| Condition Execution | Stay | Condition Execution | Stay |
| Target E, bar | 1.65 | Target E, bar | 1.40 |
| Include Chamber | <input type="checkbox"/> | Include Chamber | <input type="checkbox"/> |
| Instant valve opening | <input type="checkbox"/> | Instant valve opening | <input type="checkbox"/> |

Рисунок 3.20 – Группа подмодулей автоматизации модуля «Калибровка»

Создается связка блоков «Натекание» и «Напуск»: целевое значение давления в участке E вписываемое в блоке «Натекание» используется для нахождения целевого давления в блоке «Напуск». Таким образом, что давление газа, образованное в эталонном резервуаре после блока «Напуск», будет наиболее близким к давлению равновесия после блока «Натекание».

3.7. Разработка модуля автоматизации процесса гидрирования

Модуль автоматизации эксперимента гидрирования предназначен для достижения необходимого значения концентрации водорода в материале.

Интерфейс настройки модуля процесса гидрирования, записанный в GramQt под именем «SOAK», показан на рисунке 3.2. Целевой массовый процент сорбированного материалом устанавливается в поле Target w%, а продолжительность процесса в минутах в поле SOAK time. Процесс сорбции производится пока не будет выполнена хотя бы одна из целевых установок.

Среди настроек модуля «SOAK» устанавливаются параметры исследуемого материала: значения массы и плотности материала устанавливаются в полях Mass of sample и в Density of sample соответственно. По значениям массы и плотности рассчитывается объем материала, впоследствии вычитаемый из объема реакционной камеры. Также, в поле Volume correction записывается объем уплотнителя, помещенного в тигель, значение которого тоже вычитается из объема камеры.

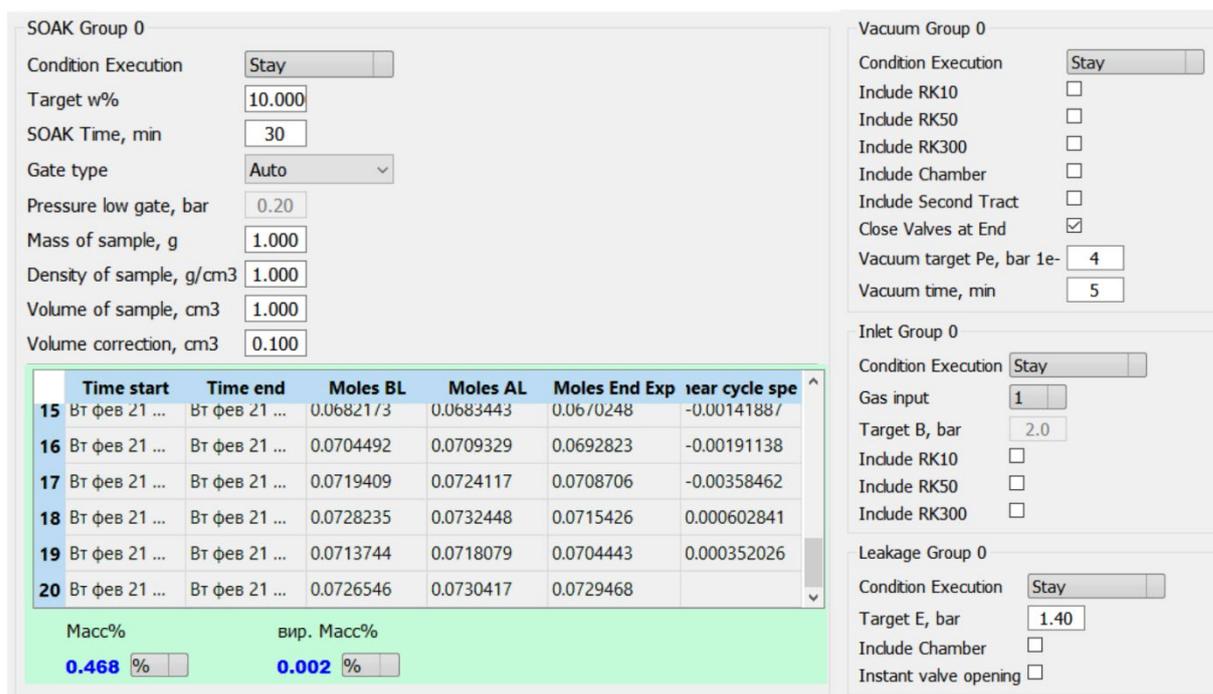


Рисунок 3.21 – Интерфейс настройки модуля автоматизации «SOAK»

В ходе работы действия режима производится определение количества водорода в комплексе и расчет поглощенного водорода образцом в соответствии с выражением для цифрового двойника (3.7). Режим SOAK регулирует три блока, «Вакуум», «Напуск» и «Натекание», в соответствии с указанным пользователем целевых значений.

3.8. Модуль построения изотермы давление-состав (PCI)

Построение изотермы давление-состав отличается от «SOAK» тем, что в ходе эксперимента последовательно изменяется целевое давление в реакционной камере.

Для построения изотермы сорбции разработан модуль с названием «PCIs». В интерфейсе настройки модуля оператор устанавливает диапазон рабочих давлений в поля Low Pres и High Pres и шаг изотермы в поле Step PCI.

| PCIs Group 0 | |
|---------------------|----------------|
| Condition Execution | Stay |
| Low Pres, bar | High Pres, bar |
| 0.10 | 3.51 |
| Step PCI (h), bar | Step count |
| 0.100 | 34 |
| dP, bar | v(P), bar/min |
| 0.20 | 0.020 |
| Inlet limit, bar | Inlet count |
| 4.00 | 1 |

Рисунок 3.22 – Интерфейс настройки модуля автоматизации «PCIs»

По введенным значениям автоматически определяется количество шагов изотермы в виде линейного роста давления в реакционной камере согласно выражению (3.11).

$$N = \frac{P_E^{High} - P_E^{Low}}{P_{step}} \quad (3.11)$$

Модулем PCIs контролируются блок Натекание, поэтому каждый последующий шаг изотермы устанавливается в качестве граничного условия автоматически. Также в модуле PCIs рассчитывается количество газа, необходимое для каждого последующего шага изотермы. Таким образом реализуется алгоритм минимизации количества подачи газа, ограниченное полем Inlet limit.

В поле dP оператор устанавливает величину ожидаемого изменения давления камеры в ходе процесса сорбции ΔP . Превышение ΔP в ходе эксперимента означает повтор последнего значения целевого давления, таким образом характеризуя область давления плато изотермы.

В поле v(P) оператор устанавливает величину ожидаемой скорости сорбции. Превышение указанной скорости в ходе эксперимента также означает повтор последнего значения целевого давления.

На рисунке 3.23 изображена область настройки параметров материала в модуле «PCIs». Также в нижней части модуля записываются условия текущего шага изотермы в виде информации для оператора. В поле Est. time of step рассчитывается ожидаемое время шага изотермы равное $\Delta P/v(P)$.

| | |
|--|--------------------------------------|
| Temperature wait, °C | <input type="text" value="70.0"/> |
| Mass of sample, g | <input type="text" value="0.693"/> |
| Density of sample, g/cm ³ | <input type="text" value="7.950"/> |
| Volume of sample, cm ³ | <input type="text" value="0.087"/> |
| Volume correction, cm ³ | <input type="text" value="0.131"/> |
| Now dP, bar | Now v(P), bar/min |
| <input type="text" value="0.200"/> | <input type="text" value="0.020"/> |
| Est. time of step | <input type="text" value="0:10:0"/> |
| PCI brain stopped fPCInum = 0, fPCIflat = 0, countPCI = 20 | |
| <input type="button" value="Hard next step"/> | |
| Масс% | вир. Масс% |
| <input type="text" value="0.000"/> % | <input type="text" value="0.000"/> % |

Рисунок 3.23 – Область настройки параметров материала в блоке «PCIs»

Модуль настройки для десорбции называется «PCId» и регулирует процесс измерения изотермы давление-состав для десорбции водорода. Главным отличием при работе модуля «PCId» от «PCIs» является обратный шаг по давлению водорода внутри реакционной камеры. Соответственно, при понижении давления в реакционной камере давление повышается, поэтому в полях dP и v(P) записываются отрицательные значения.

Для установления условия соответствующего давления изотермы в реакционной камере модули «PCIs» и «PCId» контролируют подмодули «Вакуум», «Напуск» и «Натекание». Модули PCI рассчитывают изменение массового процента аналогично модулю «SOAK»: при уменьшении количества газа в системе считается, что этот газ был сорбирован материалом и наоборот, при увеличении количества газа, массовый процент снижается.

Результат работы модулей PCI сохраняется в виде текстового файла. Данные в файле представлены в виде таблицы значений, разделенные на столбцы: время точки изотермы, равновесное давление, ΔP точки изотермы, массовый процент поглощённого водорода и скорости сорбции точки изотерм.

Глава 4. Экспериментальная часть

4.1. Проведение калибровки системы и камеры

Проведена калибровка системы по калибровочному объему. Использовался водород при измерении на низком давлении, равном 1.6 бар, и на высоком давлении, равном 8 бар. Результаты работы модуля «Калибровка» продемонстрированы в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Результаты работы модуля «Калибровка» для газовой системы

| | V_E | V_{D2} | V_B | V_{D1} | V_{C1} | V_{C2} | V_{C3} |
|------------------------|--------|----------|--------|----------|----------|----------|----------|
| Объем, см ³ | 25,794 | 13,431 | 55,554 | 10,737 | 11,214 | 51,689 | 294,689 |
| Отклонение | 0,095 | 0,049 | 0,204 | 0,039 | 0,002 | 0,003 | 1,081 |

Полученный результат калибровки системы соответствует необходимому для проведения калибровки камеры поскольку среднеквадратическое отклонение не превышает 0.4%.

Проведена калибровка камеры по объемам системы для нахождения V_E и V_{D2} . Пересчет значений для реакционной камеры в соответствии с пересчетом для градиента температуры в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Результаты работы модуля «Калибровка» для камеры

| | V_F | V_{F1} | V_{F2} | V_{F3} | V_{F4} | V_{F5} |
|-----------------------------|--------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Объем, см ³ | 25.444 | 12.811 | 1.985 | 3.276 | 2.367 | 5.006 |
| Отклонение, см ³ | 0.093 | 0.047 | 0.007 | 0.012 | 0.009 | 0.018 |

Полученный результат калибровки камеры соответствует необходимому для проведения последующих экспериментов поскольку среднеквадратическое отклонение не превышает 0.4%.

4.2. Подготовка и активация $LaNi_5$

Материал для апробации эксперимента $LaNi_5$ был взвешен и помещен в тигель. Уплотняющая медная вата также была взвешена и помещена в тигель поверх порошка $LaNi_5$.

Активация LaNi_5 проводилась при температуре $170\text{ }^\circ\text{C}$ и давлении 10 бар. Материал находился в атмосфере водорода 12 часов. После активации проводилась десорбция в вакууме на протяжении 4 часов.

4.3. Проведение эксперимента гидрирование

Произведено определение сорбционной ёмкости материала LaNi_5 . В настройке модуля «SOAK» были установлены параметры 1,0 масс. % и время 30 минут. В область параметров материала были записаны значения для взвешенного LaNi_5 (рисунок 4.1). В поле Volume correction записывается объем медного уплотнителя, помещенного в тигель. В поле ожидания температуры было выставлено значение $70\text{ }^\circ\text{C}$.

| Save Result Table (profile) | Import profile |
|--------------------------------------|----------------|
| Temperature wait, $^\circ\text{C}$ | 70.0 |
| Mass of sample, g | 0.693 |
| Density of sample, g/cm ³ | 7.950 |
| Volume of sample, cm ³ | 0.087 |
| Volume correction, cm ³ | 0.131 |

Рисунок 4.1 – Параметры материала LaNi_5 в блоке «SOAK»

По результатам проведения эксперимента водородного насыщения 0,693 г. материала LaNi_5 при давлении газа в реакционной камере равном 4 бар величина поглощенного водорода составила 1,0 масс. % за 9 минут. На рисунке 4.2 изображена зависимость концентрации водорода в LaNi_5 от времени эксперимента.

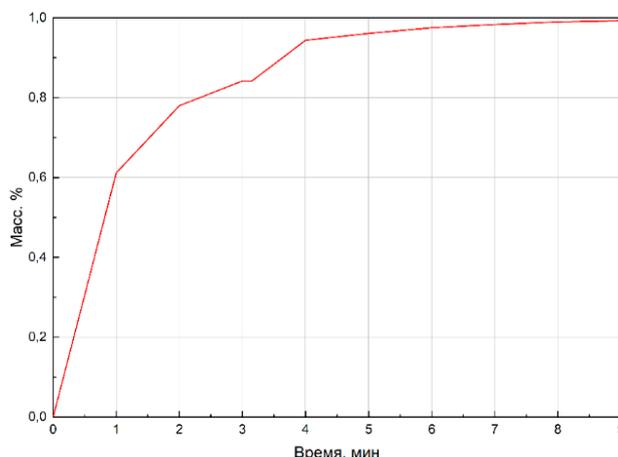
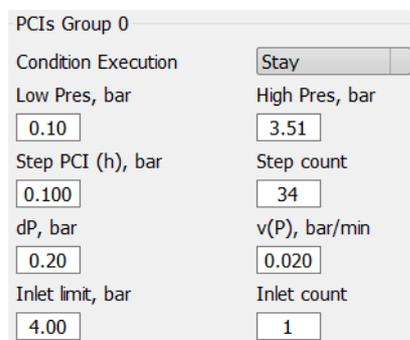


Рисунок 4.2 – Сорбция водорода материалом LaNi_5

4.4. Экспериментальное построение изотермы давление-состав

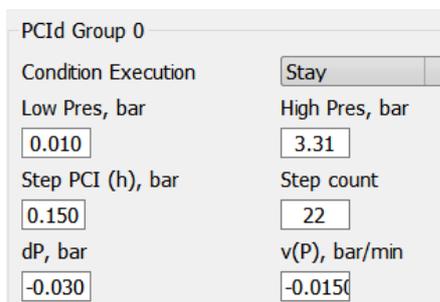
В настройках экспериментального модуля «PCIs» вписываются значения минимального и максимального давлений, устанавливаются шаг изотермы и скорость на шаге, значение ΔP и скорость $v(P)$ (рисунок 4.3).



| PCIs Group 0 | |
|---------------------|----------------|
| Condition Execution | Stay |
| Low Pres, bar | High Pres, bar |
| 0.10 | 3.51 |
| Step PCI (h), bar | Step count |
| 0.100 | 34 |
| dP, bar | v(P), bar/min |
| 0.20 | 0.020 |
| Inlet limit, bar | Inlet count |
| 4.00 | 1 |

Рисунок 4.3 – Настройки экспериментального модуля «PCIs»

Аналогичные параметры устанавливаются в настройках экспериментального модуля «PCId» (рисунок 4.4). В отличие от модуля «PCIs», в «PCId» значения ΔP и скорости $v(P)$ отрицательные.



| PCId Group 0 | |
|---------------------|----------------|
| Condition Execution | Stay |
| Low Pres, bar | High Pres, bar |
| 0.010 | 3.31 |
| Step PCI (h), bar | Step count |
| 0.150 | 22 |
| dP, bar | v(P), bar/min |
| -0.030 | -0.0150 |

Рисунок 4.4 – Настройки экспериментального модуля «PCId»

Результаты экспериментального построения изотермы давление-состав были достигнуты в ходе реакции сорбции и десорбции водорода материалом накопителем LaNi_5 с параметрами, представленными при настройке блока «SOAK».

На рисунке 4.5 представлен цикл сорбция-десорбция изотермы давление-состав материала LaNi_5 , построенный по результатам эксперимента. Массовый процент поглощенного водорода по завершении процесса сорбции равен $w = 1$ масс. %, по завершении процесса десорбции $w = 0,1$ масс. %.

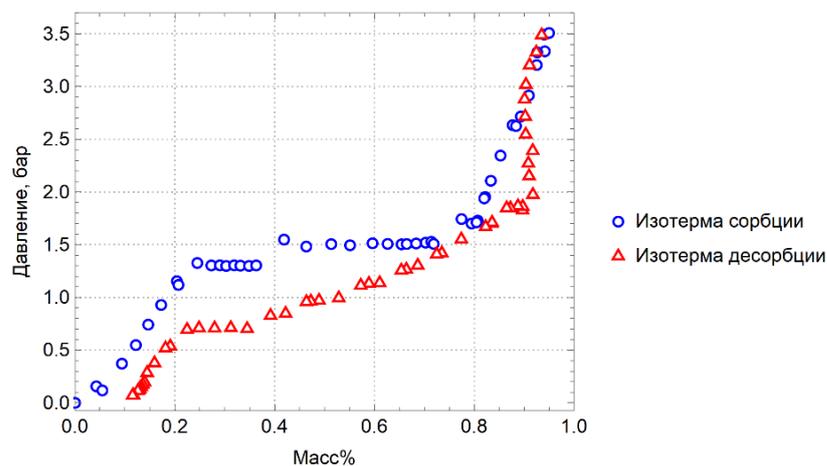


Рисунок 4.5 – Изотерма давление-состав материала LaNi_5

На рисунке 4.6 представлен график для изменения давления водорода в реакционной камере ΔP в ходе экспериментального построения изотермы давление-состав материала LaNi_5 . Максимальное значение изменения давления в камере в ходе процесса сорбции составляет $\Delta P_c = 0,03$ бар и максимальное изменение в ходе десорбции составляет $\Delta P_d = -0,03$ бар.

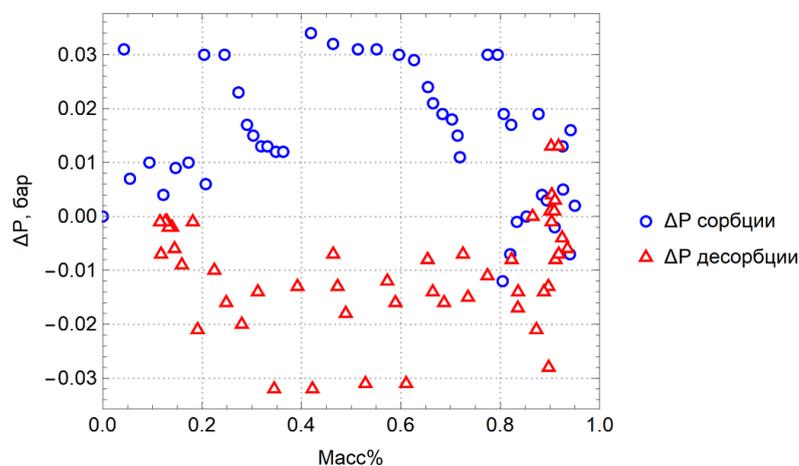


Рисунок 4.6 – Изменения давления водорода в камере при построении изотермы давление-состав материала LaNi_5

Полученные экспериментальные результаты характеризуют процесс построения изотермы давление-состав материала LaNi_5 и подтверждают корректность работы автоматизированных модулей.

Однако по зависимости изменения давления в камере от концентрации водорода в материале можно сделать вывод, что кинетика процесса не соотносится с литературными данными, описанными в главе 1.

В виду пониженной скорости сорбции и десорбции водорода, не соответствующей величине ΔP перехода альфа-бета LaNi_5 , возникает увеличение продолжительности эксперимента – цикл сорбция-десорбция, занял 172 минуты. На рисунке 4.7 изображена зависимость концентрации водорода в материале LaNi_5 от времени эксперимента.

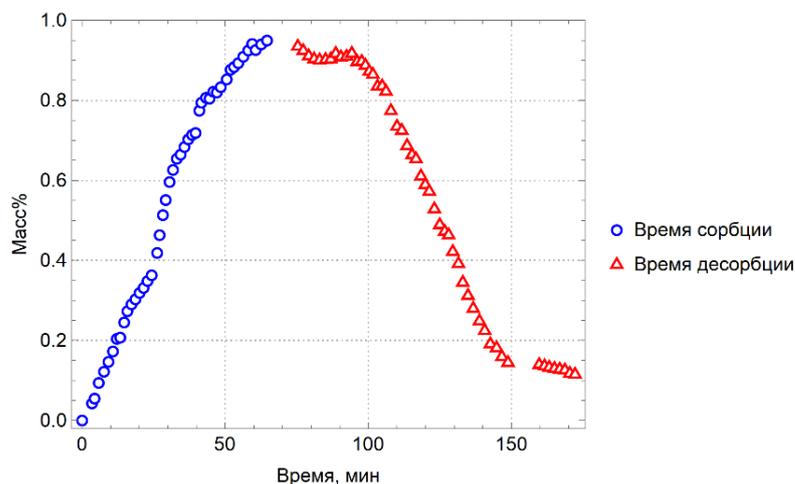


Рисунок 4.7 – Зависимость концентрации водорода в материале LaNi_5 от времени эксперимента

Для снижения времени цикла сорбции-десорбции при построении изотермы давление состав предлагается использовать повышенную скорость поглощения водорода в ходе превращения α -фазы в β -фазу материала LaNi_5 на участке давления плато изотермы.

4.5. Расчет модифицированного профиля PCI

Полученная экспериментальная изотерма давление-состав становится базой для профиля давлений цикла сорбции-десорбции. Результаты работы модулей «PCI» и «PCId» импортируются в блокнот Wolfram Mathematica. Значения из таблицы разбиваются по спискам в соответствии с обозначаемым столбцом. По значениям из импортированного файла результатов эксперимента строятся графики изотермы давление-состав и падения давления для кривой сорбции и десорбции.

Затем рассчитывается параметр k_i характеризующий изменение угла наклона для каждой точки изотермы согласно выражению (4.1).

$$k_i = \frac{P_i - P_0}{w\%_i - w\%_0}, \quad (4.1)$$

где P_i – равновесное давление на i -й точке изотермы, w_i – концентрация водорода в материале на i -й точке изотермы.

На рисунке 4.8 изображена кривая, построенная по значениям параметра k_i , наложенная поверх значений изотермы давление-состав материала LaNi_5 полученных экспериментально.

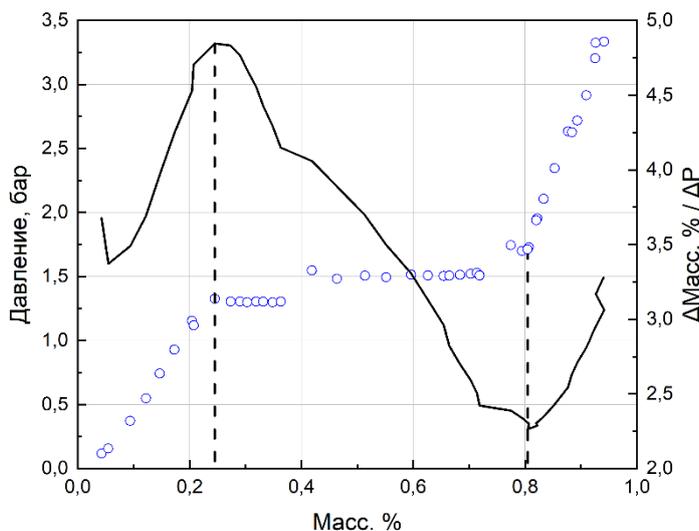


Рисунок 4.8 – Кривая изменения параметра k

Локальный максимум кривой приходится на начало участка давления плато изотермы, а локальный минимум – на окончание. К диапазону точек, находящемуся в области давления плато, применяется алгоритм модификации изотермы. В ходе работы алгоритма из изотермы на данном участке удаляется часть точек таким образом, чтобы величина изменения давления в камере ΔP отражала повышенную скорость поглощения водорода в ходе превращения α -фазы в β -фазу материала накопителя водорода.

На рисунке 4.9 красными точками обозначена экспериментально полученная изотерма давление-состав, а черными точками профиль модифицированной изотермы давление-состав. График под изотермой отражает величину изменения давления в камере для обеих изотерм.

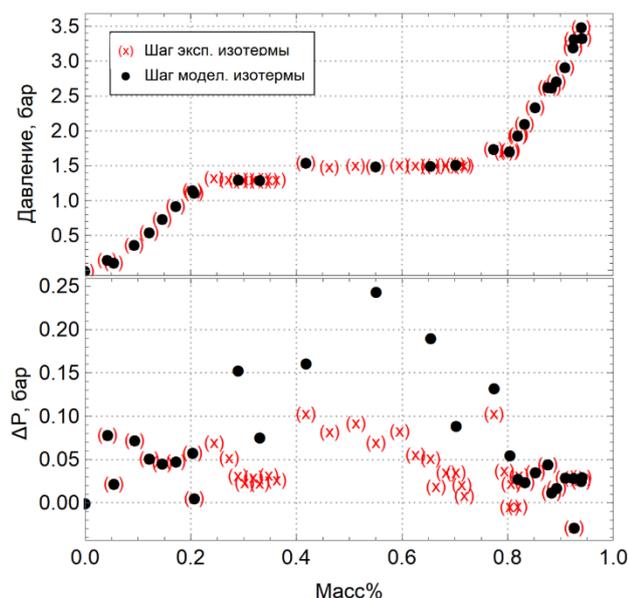


Рисунок 4.9 – Сравнение экспериментально полученной изотермы давление-состав материала LaNi_5 и профиля модифицированной изотермы

Согласно расчетам, модифицированный профиль изотермы должен обладать повышенным значением изменения давления в камере ΔP на участке давления плато. Таким образом ожидается сокращение времени цикла сорбции-десорбции водорода материала LaNi_5 .

Модифицированный профиль изотермы давление-состав материала LaNi_5 экспортируется из блокнота Wolfram Mathematica в виде текстового файла. В формате таблицы записываются значения точек давления изотермы, соответствующая концентрации и значение изменения давления в камере ΔP .

4.6. Экспериментальное построение изотермы давление-состав с использованием модифицированного профиля PCI

Модифицированный профиль изотермы, полученный из расчета, импортируется в модули «PCI» и «PCId». При помещении профиля в ПО блокируется ввод диапазона давлений, шага изотермы, значений ΔP и $v(P)$. Значения модифицированного профиля заменяют профиль линейного роста давления, использующийся при использовании классического метода построения изотермы давление-состав.

Результаты экспериментального построения изотермы давление-состав с использованием модифицированного профиля были достигнуты в ходе реакции сорбции и десорбции водорода материалом накопителем LaNi_5 с параметрами, представленными при настройке блока «SOAK».

На рисунке 4.10 представлена изотерма при модифицированном методе результат по максимальной емкости соответствует результату при для классического до построения, и в обоих случаях было достигнуто значение равное $w = 1$ масс. %, как и при десорбции $w = 0,1$ масс. %

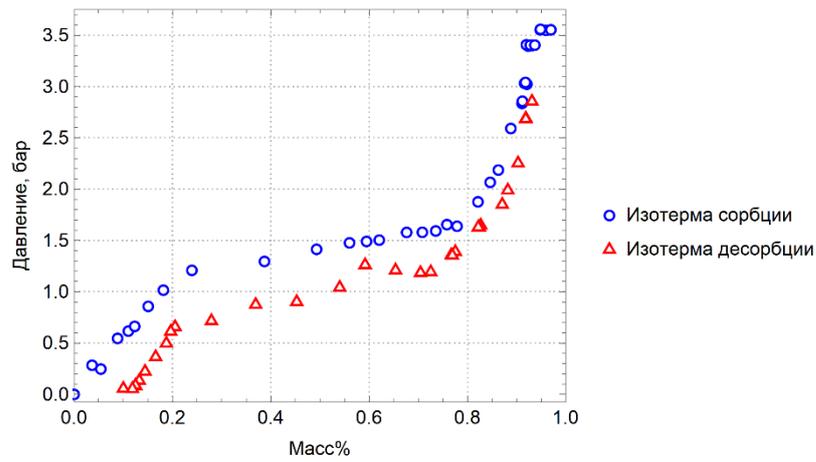


Рисунок 4.10 – Изотерма давление-состав материала LaNi_5

На рисунке 4.11 представлен график для ΔP модифицированного метода построения изотермы давление состав. Максимальное давление при модифицированного сорбции составляет $\Delta P_c = 0,15$ бар и максимальное десорбции составляет $\Delta P_d = 0,05$ бар.

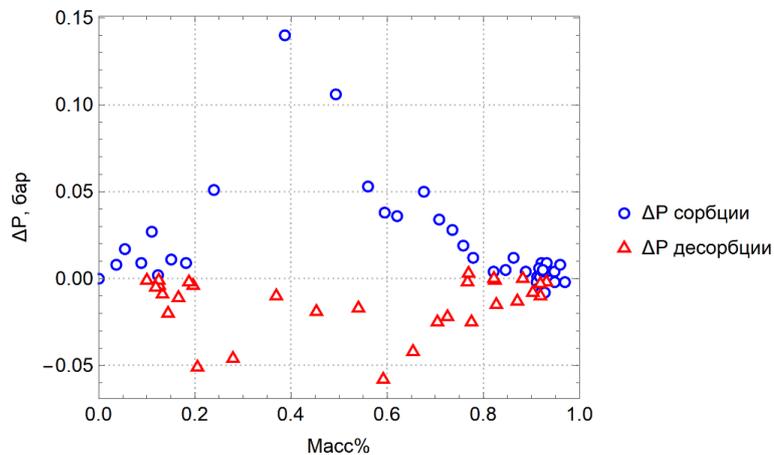


Рисунок 4.11– Изменения давления водорода в камере при построении изотермы давление-состав материала LaNi_5

Значение максимальных величин ΔP_c и ΔP_d в модифицированном методе по отношению к максимальным величинам ΔP_c и ΔP_d в классическом методе выросло в 3 и 1,6 раз соответственно. Можно сделать вывод, что уменьшение количества точек изотермы создает повышенную скорость прохождения участка давления плато, в ходе превращения α -фазы в β -фазу материала LaNi_5 .

Цикл сорбции-десорбции водорода, полученный модифицированным методом построения изотермы давление-состав, занял 132 минуты. На рисунке 4.12 изображена зависимость концентрации водорода в материале LaNi_5 от времени эксперимента.

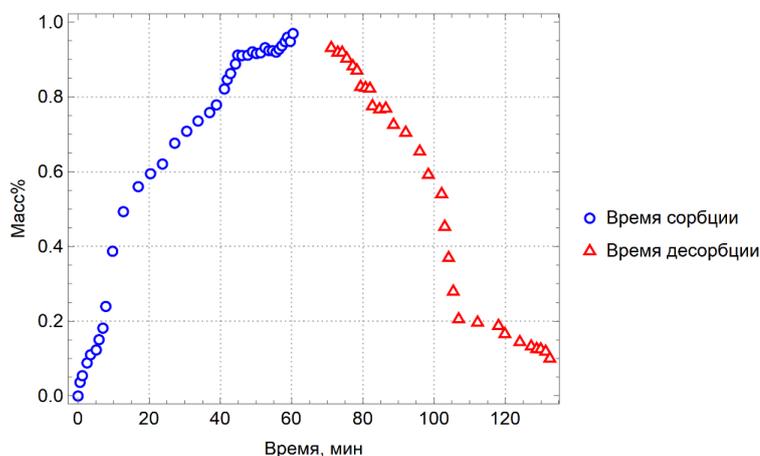


Рисунок 4.12 – Зависимость концентрации водорода в материале LaNi_5 от времени эксперимента

Время, необходимое для построения гистерезиса, при использовании модифицированного профиля PCI меньше на 40 минут или 23%, чем при построении изотермы давление-состав классическим методом.

Разработанный модифицированный метод построения изотерм давление состав позволяет добиться уменьшения времени цикла. Данный результат наиболее подходит для экспериментов исследования цикличности и циклической устойчивости. Модифицированный метод имеет ограничение для проведения исследований на определение кинетики материала накопителя, то есть, где необходимо наиболее точное значение для давления плато.

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

Студенту:

| | |
|---------------|-----------------------------|
| Группа | ФИО |
| ОБМ11 | Халееву Дмитрию 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>Стоимость расходных материалов, 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, SWOT-анализ.</i> |
| 2. <i>Разработка устава научно-технического проекта</i> | <i>Планирование этапов разработки программы, организационная структура проекта, ограничения и допущения проекта.</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 | Халеев Дмитрий Евгеньевич | | |

Глава 5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Целью данного раздела является оценка коммерческого и инновационного потенциала научно-исследовательской работы, направленной на экспериментальное исследование процессов взаимодействия водорода с твёрдыми телами и разработку программных модулей автоматизации экспериментальных режимов автоматизированного комплекса Gas Reaction Automated Machine (GRAM). В связи с этим, были определены ресурсная, финансовая и экономическая эффективность.

Этапы решения задачи:

- определить потенциальных потребителей результатов программной разработки
- провести анализ конкурентных технических решений;
- провести SWOT – анализ;
- оценить степень готовности конструкторской разработки к коммерциализации
- 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.

Эксперименты проводятся с использованием автоматизированных газовых комплексов, аппаратов типа Сивертса. Управление газовой системой и контроль за термодинамическим состоянием водорода в комплексе отводится программному обеспечению, тогда как оператор должен правильно настроить работу модулей автоматизации. Программное ассистирование оператору оборудования позволит сократить время эксперимента, тем самым повысить эффективность проведения исследования.

5.1. Предпроектный анализ

5.1.1. Потенциальные потребители результатов исследования

В процессе написания магистерской диссертации были определены потенциальные потребители результатов конструкторской разработки. К ним можно отнести научно-исследовательские лаборатории, занимающиеся исследованиями процессов взаимодействия водорода с твердыми телами. Для анализа потребителей необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование.

Так как исследования процессов взаимодействия водорода с твёрдыми телами необходимы для создания материалов накопителей водорода, результаты будут представлять интерес для большинства организаций.

В таблице 5.1 приведены основные сегменты рынка по следующим критериям: размер компании-заказчика, направление деятельности. Буквами обозначены компании: «А» - Toyota Motor Corporation, «Б» - Panasonic, «В» - Росатом.

Таблица 5.1 – Карта сегментирования рынка

| | | Направление деятельности | | | |
|-----------------|---------|----------------------------|----------------------------------|----------------------------|------------------------|
| | | Автоматизация производства | Производство топливных элементов | Автомобильное производство | Портативные накопители |
| Размер компании | Крупные | А, Б, В | Б | А | Б |
| | Средние | | А | | А |
| | Мелкие | | В | | |

Согласно карте сегментирования, можно выбрать следующие сегменты рынка: производство топливных элементов и автоматизация производств.

5.1.2. Анализ конкурентных технических решений

Данный анализ проводится с помощью оценочной карты для сравнения конкурентных технических решений, приведенной в таблице 5.2. Для оценки эффективности научной разработки сравниваются проектируемая система для автоматизированного комплекса, существующая система управления типа SCADA, и разработка программного обеспечения сторонней компанией.

Таблица 5.2 – Оценочная карта

| Критерии оценки | Вес критерия | Баллы | | | Конкурентоспособность | | |
|---|--------------|--------------------|-----------------|----------------------|-----------------------|-----------------|----------------------|
| | | Разрабатываемое ПО | Существующее ПО | Сторонняя разработка | Разрабатываемое ПО | Существующее ПО | Сторонняя разработка |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Технические критерии оценки ресурсоэффективности | | | | | | | |
| Повышение производительности труда пользователя | 0.2 | 5 | 3 | 4 | 1 | 0.6 | 0.8 |
| Удобство эксплуатации | 0.05 | 4 | 3 | 5 | 0.2 | 0.15 | 0.25 |
| Устойчивость | 0.05 | 4 | 3 | 3 | 0.2 | 0.15 | 0.15 |
| Энергоэкономичность | 0.04 | 2 | 3 | 2 | 0.08 | 0.12 | 0.08 |
| Надежность | 0.2 | 5 | 3 | 4 | 1 | 0.6 | 0.8 |
| Безопасность | 0.1 | 5 | 3 | 5 | 0.5 | 0.3 | 0.5 |
| Простота эксплуатации | 0.1 | 4 | 3 | 4 | 0.4 | 0.3 | 0.4 |
| Экономические критерии оценки ресурсоэффективности | | | | | | | |
| Конкурентоспособность | 0.06 | 4 | 3 | 5 | 0.24 | 0.18 | 0.3 |
| Уровень проникновения на рынок | 0.08 | 4 | 4 | 3 | 0.32 | 0.32 | 0.24 |
| Цена | 0.03 | 5 | 2 | 4 | 0.15 | 0.06 | 0.12 |
| Предполагаемый срок эксплуатации | 0.04 | 5 | 2 | 1 | 0.2 | 0.08 | 0.04 |
| Условия проникновения на рынок | 0.05 | 4 | 3 | 3 | 0.2 | 0.15 | 0.15 |
| Итого | 1 | 51 | 35 | 43 | 4.49 | 3.01 | 3.83 |

Опираясь на полученные результаты, можно сделать вывод, что разрабатываемое ПО является наиболее эффективным. Уязвимость конкурентов объясняется наличием таких причин, как высокая стоимость, более низкая производительность и низкий срок эксплуатации.

5.1.3. SWOT – анализ

SWOT-анализ – это метод стратегического планирования, заключающийся в выявлении факторов внутренней и внешней среды организации и разделении их на четыре категории: Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы). Матрица SWOT-анализа представлена в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Матрица SWOT

| | | Сильные стороны | | | | | Слабые стороны | | | | |
|-------------|--|---|------------------------------|----------------------------|------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|---|---|---|---|
| | | С1. Экономичность и энергоэффективность проекта | С2. Экологичность технологии | С3. Более низкая стоимость | С4. Наличие бюджетного | С5. Квалифицированный персонал | Сл1. Отсутствие прототипа проекта | Сл2. Отсутствие у потребителей квалифицированных кадров | Сл3. Отсутствие у потребителей квалифицированных кадров | Сл4. Отсутствие необходимого оборудования | Сл5. Большой срок поставок используемого оборудования |
| Возможности | В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ | + | + | + | + | + | - | - | - | - | - |
| | В2. Использование существующего программного обеспечения | + | 0 | - | 0 | + | - | - | - | - | - |
| | В3. Появление дополнительного спроса на новый продукт | + | + | 0 | 0 | - | - | - | - | - | - |
| | В4. Снижение таможенных пошлин на сырье и материалы, используемые при научных исследований | 0 | - | + | 0 | - | - | - | - | - | - |
| | В5. Повышение стоимости конкурентных разработок | + | 0 | + | 0 | - | - | - | - | - | - |
| Угрозы | У1. Отсутствие спроса на новые технологии производства | - | - | - | - | - | + | + | 0 | 0 | + |
| | У2. Развитая конкуренция | - | - | - | - | - | - | - | + | + | 0 |

| | | | | | | | | | | | |
|--|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| технологий производства | | | | | | | | | | | |
| У3. Ограничения на экспорт технологии | - | - | - | - | - | - | - | + | - | 0 | - |
| У4. Введения дополнительных государственных требований к сертификации продукции | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | + |

Таблица 5.4 – 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 | + | + | 0 | 0 | - | - | - | - | - | - |
| | В4 | 0 | - | + | 0 | - | - | - | - | - | - |
| | В5 | + | 0 | + | 0 | - | - | - | - | - | - |
| Угрозы проекта | У1 | - | - | - | - | - | + | + | 0 | 0 | + |
| | У2 | - | - | - | - | - | - | - | + | + | 0 |
| | У3 | - | - | - | - | - | - | + | - | 0 | - |
| | У4 | - | - | - | - | - | - | + | - | 0 | + |

Таким образом, сильные стороны проекта удовлетворяют его возможностям. Простота эксплуатации, сокращение затрачиваемого времени на обработку данных пользователя, а главное достоверность результатов позволяют использовать практически все возможности для развития исследований.

Однако, слабые стороны проекта в сочетании с внешними угрозами ставят под вопрос будущее развитие проекта. Для их минимизации необходимо продолжать работу по расширению функционала программного обеспечения и повышению достоверности оценки результатов измерений.

5.2. Планирование научно-исследовательских работ

5.2.1. Структура работ в рамках научного исследования

Трудоемкость выполнения ВКР оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для реализации проекта необходимы два исполнителя – руководитель (Р), студент (С). Разделим выполнение дипломной работы на этапы, представленные в таблице 5.5.

Таблица 5.5 – Этапы выполнения дипломной работы

| Основные этапы | № раб | Содержание работ | Должность исполнителя |
|--|-------|---|-----------------------|
| Разработка технического задания | 1 | Составление и утверждение технического задания | Р |
| Выбор направления исследования | 2 | Подбор и изучение материалов по теме | С |
| | 3 | Изучение существующих объектов проектирования | С |
| | 4 | Календарное планирование работ | Р, С |
| Теоретическое и экспериментальное исследование | 5 | Проведение теоретических расчетов и обоснований | С |
| | 6 | Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов | С |
| | 7 | Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями | С |
| Обобщение и оценка результатов | 8 | Оценка эффективности полученных результатов | Р, С |
| | 9 | Определение целесообразности проведения ОКР | Р, С |
| Разработка технической документации и проектирование | 10 | Разработка функциональной схемы автоматизации по ГОСТ и ANSI/ISA | С |
| | 11 | Составление перечня вход/выходных сигналов | С |
| | 12 | Составление схемы информационных потоков | С |
| | 13 | Разработка схемы внешних проводок | С |
| | 14 | Разработка алгоритмов сбора данных | С |
| | 15 | Разработка алгоритмов автоматического регулирования | С |

| | | | |
|-------------------|----|---|------|
| | 16 | Разработка структурной схемы автоматического регулирования | С |
| | 17 | Проектирование SCADA-системы | С |
| Оформление отчета | 18 | Написание раздела «финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» | С |
| | 19 | Написание раздела «социальной ответственности» | С |
| | 20 | Проверка работы с руководителем | Р, С |
| | 21 | Составление пояснительной записки | С |
| | 22 | Подготовка презентации дипломного проекта | С |

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

5.2.2. 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 [14].

Для определения трудоёмкости реализации научного исследования выпускной квалификационной работы используется экспертный способ, основным показателем которого является человеко-день [15]. Для расчёта предлагаемого значения трудоёмкости используют следующую формулу

$$t_{ож} = \frac{3t_{\min} + 2t_{\max}}{5}, \quad (5.1)$$

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 $T_{рд}$:

$$T_{рд} = \frac{t_{ож_i}}{K_{вн}} \cdot K_{д} \quad (5.2)$$

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:

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

Продолжительность работы выполнения научного исследования для инженера:

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

5.2.3. 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:

$$T_{кд} = T_{РД} \cdot T_{К}, \quad (5.3)$$

где $T_{кд}$ – продолжительность выполнения этапа в календарных днях; $T_{К}$ – коэффициент календарности, определяющийся выражением 5.4.

$$T_{К} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{ВД} - T_{ПД}}, \quad (5.4)$$

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:

$$T_{К} = \frac{365}{365 - 54} = 1.17$$

Построим таблицу по результатам расчётов, в которой укажем трудоёмкости работ, название работы, а также укажем длительность работ в рабочих и календарных днях, таблица 5.6.

В таблице 5.6 приведены расчеты длительности отдельных видов работ.

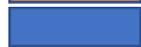
Таблица 5.6 – Временные показатели проведения работ

| Название работы | Трудоемкость работ | | | Исполнители | Длительность работ в рабочих днях | Длительность работ в календарных днях |
|---|--------------------|-------|------|-------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| | t min | t max | t ож | | | |
| Составление и утверждение технического задания | 1 | 1 | 1.4 | 1 | 1.4 | 2 |
| Подбор и изучение материалов по теме | 2 | 3 | 2.4 | 1 | 2.4 | 4 |
| Изучение существующих объектов проектирования | 3.5 | 4.5 | 3.9 | 1 | 3.9 | 6 |
| Календарное планирование работ | 2.5 | 3 | 2.7 | 2 | 1.35 | 2 |
| Проведение теоретических расчетов и обоснований | 3.5 | 4 | 3.7 | 1 | 3.7 | 5 |
| Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов | 1 | 3 | 1.8 | 1 | 1.8 | 3 |
| Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями | 2.5 | 3 | 2.7 | 1 | 2.7 | 4 |
| Оценка эффективности полученных результатов | 2 | 2.5 | 2.2 | 2 | 1.1 | 2 |
| Определение целесообразности проведения ОКР | 2.5 | 3 | 2.7 | 2 | 1.35 | 2 |
| Разработка функциональной схемы автоматизации по ГОСТ и ANSI/ISA | 3.5 | 4 | 3.7 | 1 | 3.7 | 5 |
| Составление перечня вход/выходных сигналов | 1.5 | 2 | 1.7 | 1 | 1.7 | 3 |
| Составление схемы информационных потоков | 1.5 | 2 | 1.7 | 1 | 1.7 | 3 |
| Разработка схемы внешних проводок | 2 | 2.5 | 2.2 | 1 | 2.2 | 3 |
| Разработка алгоритмов автоматического регулирования | 1.5 | 3 | 2.1 | 1 | 2.1 | 3 |
| Разработка структурной схемы автоматического регулирования | 2 | 3 | 2.4 | 1 | 2.4 | 4 |
| Проектирование SCADA-системы | 2 | 3 | 2.4 | 1 | 2.4 | 4 |
| Итого | | | | | | 54 |

На основе таблицы 5.6 построена диаграмма Ганта, представляющая из себя горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ. Отмечены области в зависимости от исполнителей, ответственных за конкретную работу, таблица 5.7.

Таблица 5.7 – Диаграмма Ганта

| № работ | Вид работ | Исполнители | Продолжительность работ | | | | | | | | | | | | |
|---------|---|-------------|-------------------------|---|---|------|---|---|--------|---|---|-----|---|---|--|
| | | | Февраль | | | Март | | | Апрель | | | Май | | | |
| | | | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | |
| 1 | Составление и утверждение технического задания | Р | ■ | | | | | | | | | | | | |
| 2 | Подбор и изучение материалов по теме | С | ■ | | | | | | | | | | | | |
| 3 | Изучение существующих объектов проектирования | С | | ■ | | | | | | | | | | | |
| 4 | Календарное планирование работ | Р | | ■ | | | | | | | | | | | |
| | | С | | ■ | | | | | | | | | | | |
| 5 | Проведение теоретических расчетов и обоснований | С | | | ■ | | | | | | | | | | |
| 6 | Построение макетов (моделей) и проведение экспериментов | С | | | ■ | | | | | | | | | | |
| 7 | Сопоставление результатов экспериментов с теоретическими исследованиями | С | | | | ■ | | | | | | | | | |
| 8 | Оценка эффективности полученных результатов | Р | | | | | ■ | | | | | | | | |
| | | С | | | | | ■ | | | | | | | | |
| 9 | Определение целесообразности проведения ОКР | Р | | | | | ■ | | | | | | | | |
| | | С | | | | | ■ | | | | | | | | |
| 10 | Разработка функциональной схемы автоматизации по ГОСТ | С | | | | | | ■ | | | | | | | |
| 11 | Составление схемы информационных потоков | С | | | | | | | ■ | | | | | | |
| 12 | Составление перечня вход/выходных сигналов | С | | | | | | | | ■ | | | | | |
| 13 | Разработка алгоритмов автоматического регулирования | С | | | | | | | | | ■ | | | | |
| 14 | Проектирование SCADA-системы | С | | | | | | | | | | ■ | | | |
| 15 | Составление схемы внешних проводок | С | | | | | | | | | | | ■ | | |
| 16 | Разработка структурной схемы автоматического регулирования | С | | | | | | | | | | | | ■ | |

 – студент
 – руководитель

5.3. Бюджет научно-технического исследования

5.3.1. Расчёт материальных затрат исследования

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле

$$Z_m = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{расхi} \quad (5.5)$$

где m – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении научного исследования, $N_{расхi}$ – количество материальных ресурсов i -го вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования (шт., кг и т.д.), C_i – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг и т.д.), k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы, приму равным 20%.

Таблица 5.8. – Материальные затраты

| Наименование | Единица измерения | Количество | Цена за ед. руб | Затраты на материалы |
|----------------|-------------------|------------|-----------------|----------------------|
| Баллон аргона | шт | 1 | 8000 | 9600 |
| Электроэнергия | кВт·ч | 110 | 3.66 | 396 |
| Бумага | шт | 50 | 3 | 150 |
| Интернет | мес | 6 | 300 | 1800 |
| Итого, руб | | | | 11946 |

По полученным данным, наибольшие расходы приходятся на покупку аргона.

5.3.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

В данной статье расхода включается затраты на приобретение специализированного спецоборудования для научных работ. В таблице 5.9 приведен расчет бюджета затрат на приобретение на приобретение специализированного спецоборудования для научных работ:

Таблица 5.9 – Расчет бюджета затрат на приобретение спецоборудования

| Наименование | Количество | Цена за ед. руб | Затраты на материалы |
|--------------------------------------|------------|--------------------|-------------------------|
| Среда программирования Visual Studio | 1 | 3500 | 3500 |
| Компьютер офисный (Интант) | 1 | 55000 | 55000 |
| Программный пакет Origin | 1 | 1500 | 1500 |
| Итого | | | 60000 |

5.3.3. 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:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп} \quad (5.6)$$

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

Основная заработная плата руководителя:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_p \quad (5.7)$$

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

Среднедневная заработная плата рассчитывалась по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d} \quad (5.8)$$

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 5.10 представлен годовой баланс рабочего времени для 6-дневной рабочей недели.

Таблица 5.10 – 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:

$$З_{\text{М}} = З_{\text{ТС}} \cdot k_{\text{р}}, \quad (5.9)$$

где $Z_{\text{ТС}}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.; $k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для г. Томска). Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 5.11.

Таблица 5.11 – Расчёт основной заработной платы

| Исполнитель | $Z_{\text{ТС}}$, руб. | $Z_{\text{М}}$, руб. | $Z_{\text{дн}}$, руб. | $T_{\text{р}}$, раб. дн. | $Z_{\text{осн}}$, руб. |
|------------------|------------------------|-----------------------|------------------------|---------------------------|-------------------------|
| Руководитель | 35000 | 45500.00 | 1832.46 | 65.00 | 119109.95 |
| Сотрудник-техник | 25000 | 32500.00 | 1308.90 | 10.80 | 14136.13 |
| Инженер | 25000 | 32500.00 | 1308.90 | 79.20 | 103664.92 |
| Итого | | | | | 263911 |

В таблице 5.11 представлены данные по затратам на заработную плату сотрудников за весь период ВКР.

5.3.4. Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Дополнительная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} \quad (5.10)$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (при расчете принимается равным 0,12).

Дополнительная заработная плата руководителя:

$$З_{\text{доп}} = 0.12 \cdot 119109.95 = 14293.19 \text{ руб}$$

Дополнительная заработная плата сотрудника-техника:

$$З_{\text{доп}} = 0.12 \cdot 14136.13 = 1696.34 \text{ руб}$$

Дополнительная заработная плата инженера (магистранта):

$$З_{\text{доп}} = 0.12 \cdot 103664.92 = 12439.97 \text{ руб}$$

Суммарная дополнительная заработная плата равна 28429.32 рублей.

5.3.5. 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:

$$З_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}) \quad (5.11)$$

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

Расчет отчислений во внебюджетные фонды:

$$З_{\text{внеб}} = 0.3 \cdot (263911 + 28429.32) \approx 79602 \text{ руб.}$$

5.3.6. Расчет затрат на научные и производственные командировки

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

5.3.7. Накладные расходы

Потребляемая мощность автоматизированного комплекса Gas Reaction Automated Machine (GRAM) составляет 5 кВт/час. Длительность еженедельной работы на комплексной технологической установке составляет 6 часов. Стоимость электроэнергии в Томске составляет 5.748 рубля за 1 кВт/час. Стоимость электропотребления за 5 месяцев рассчитывается по формуле:

$$C_{\text{эл.об}} = P_{\text{об}} \cdot Ц_{\text{э}} \cdot t_{\text{об}} \quad (5.11)$$

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

Затраты на электроэнергию для технологических целей приведены в таблице 5.12.

Таблица 5.12 – Затраты на электроэнергию

| Наименование оборудования | Время работы оборудования | Потребляемая мощность $P_{\text{об}}$, кВт | Затраты $C_{\text{эл.об.}}$, руб. |
|--|---------------------------|---|------------------------------------|
| Персональный компьютер | 646 | 0.3 | 1114 |
| комплекса Gas Reaction Automated Machine | 60 | 5 | 1724.4 |
| Итого | | | 2838.4 |

5.3.8. Формирование бюджета затрат

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в таблице 5.13:

Таблица 5.13. – Расчет бюджета затрат на НИР

| Наименование статьи | Сумма, руб. | Удельный вес, % |
|--|-------------|-----------------|
| Материальные затраты | 11946 | 3.16 |
| Затраты на специальное оборудование | 60000 | 15.87 |
| Затраты по основной заработной плате исполнителей темы | 195210 | 51.64 |
| Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы | 28429 | 7.52 |
| Отчисления во внебюджетные фонды | 79602 | 21.06 |
| Затраты на научные и производственные командировки | - | |
| Накладные расходы | 2838.4 | 0.75 |
| Итого: бюджет затрат НИР | 378025.4 | 100 |

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

Определение эффективности происходит на основе расчета интегральных показателей: финансового и ресурсоэффективности. В качестве аналогов разрабатываемой системы выступают программные решения от компаний National Instruments (США) и AdAstrA (Россия).

Первый аналог – это программный пакет LabView от National Instruments, второй аналог – Trace Mode от AdAstrA.

Интегральный финансовый показатель вычисляется по формуле:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (5.12)$$

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

Результаты вычислений приведены в таблице 5.14.

Таблица 5.14. Расчет интегрального финансового показателя

| Вариант исполнения | Φ_{max} | Φ_{pi} | $I_{\text{финр}}^{\text{исп}i}$ |
|-----------------------|---------------------|-------------|---------------------------------|
| Разработанная система | 490000 | 378025 | 0.77 |
| Аналог 1 | | 450000 | 0.92 |
| Аналог 2 | | 490000 | 1.00 |

Интегральный показатель ресурсоэффективности определяется формулой:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i \quad (5.13)$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки, a_i – весовой коэффициент для i -го варианта исполнения разработки, b_i – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки. Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности отображен в Таблице 5.15.

Таблица 5.15. Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности

| Критерий | Весовой коэффициент | Разработанная система | Аналог 1 | Аналог 2 |
|--|---------------------|-----------------------|----------|----------|
| Способствует росту эффективности труда | 0.15 | 4 | 4 | 3 |
| Удобство в эксплуатации | 0.25 | 4 | 5 | 5 |
| Энергосбережение | 0.15 | 4 | 4 | 4 |
| Надежность | 0.2 | 4 | 3 | 3 |
| Помехоустойчивость | 0.25 | 5 | 4 | 5 |
| Итого | 1 | 4.25 | 4.05 | 4.15 |

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки вычисляется на основании двух предыдущих интегральных показателей в соответствии с формулой:

$$I_{испi} = \frac{I_{pi}}{I_{финr}} \quad (5.14)$$

Сравнение интегральных показателей эффективности вариантов исполнения позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных. Сравнительная эффективность проекта ($\mathcal{E}_{ср}$):

$$\mathcal{E}_{ср} = \frac{I_{исп1}}{I_{исп2}} \quad (5.15)$$

Результаты расчета показателей сведены в таблицу 5.16.

Таблица 5.16. Сравнительная эффективность разработок

| Показатель | Исполнение | | |
|--|-----------------------|----------|----------|
| | Разработанная система | Аналог 1 | Аналог 2 |
| Интегральный финансовый показатель | 0.77 | 0.92 | 1 |
| Интегральный показатель ресурсоэффективности | 4.25 | 4.05 | 4.15 |
| Интегральный показатель эффективности | 5.74 | 4.41 | 4.15 |
| Сравнительный показатель эффективности | 1 | 0.77 | 0.72 |

Анализируя полученные данные финансовой и ресурсной эффективности следует, что наиболее эффективным проектом является система, разработанная студентом и его руководителем.

Выводы по главе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

1. Потенциальными потребителями результатов исследования являются лаборатории, занимающиеся исследованиями процессов взаимодействия водорода с твердыми телами. Сегментирование рынка осуществляется по двум критериям: исследование процессов сорбции/десорбции водорода, исследование диффузии водорода.

2. 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, 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 – Изучение существующих объектов проектирования.

5. Бюджет затрат научно-технического исследования составил 378025 рублей. Наибольшая статья расходов приходится на Затраты по основной заработной плате исполнителей темы (51.64%).

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 | | ФИО | |
| ОБМ11 | | Халееву Дмитрию Евгеньевичу | |
| Школа | Инженерная школа ядерных технологий | Отделение (НОЦ) | ОЭФ |
| Уровень образования | Магистратура | Направление/специальность | 03.04.02 Физика конденсированного состояния |

Тема ВКР:

| | |
|--|--|
| <i>Разработка программного модуля ассистирования оператору автоматизированного комплекса для исследования взаимодействия водорода с твердым телом</i> | |
| 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> энергетика. <i>Рабочая зона:</i> лаборатория <i>Размеры помещения:</i> 20 м². <i>Количество и наименование оборудования рабочей зоны:</i> персональный компьютер, автоматизированный газовый комплекс, электролизер для генерации водорода. <i>Рабочие процессы, связанные с объектом исследования, осуществляющиеся в рабочей зоне:</i> подача водорода в газовую систему, процесс сорбции и десорбции водорода образцом.</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>инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В; инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением. инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ; 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. Подвижные части производственного оборудования; 2. Повышенное значение напряжения в электрической цепи, замыкание которой может произойти через тело человека; 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; 4. Повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны; 5. Умственное перенапряжение; <p>Требуемые средства коллективной и индивидуальной защиты от выявленных факторов:</p> |

| | |
|--|---|
| | использование защитных костюмов, перчатки, виброизолирующая обувь, беруши, наушники. Расчет: расчет системы искусственного освещения |
| 3. Экологическая безопасность при эксплуатации | Воздействие на литосферу: выброс паров масла с компрессора сжатого воздуха. Воздействие на гидросферу: нет воздействия на гидросферу Воздействие на атмосферу: выброс газа, вредные испарения (ацетон) |
| 4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях при эксплуатации | Возможные ЧС: пожары вследствие короткого замыкания, возгорание/взрыв водородосодержащей смеси, сильные морозы, диверсии; Наиболее типичная ЧС: взрыв водородосодержащей смеси, пожар вследствие короткого замыкания. |
| 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 | Халеев Дмитрий Евгеньевич | | |

Глава 6. Социальная ответственность

В настоящей выпускной работе ведется разработка программного обеспечения для автоматизированного комплекса для изучения процессов сорбции-десорбции водорода в твердых телах. При полной автоматизации роль оператора автоматизированного комплекса ограничивается помещением образца в камеру, подключением газовых источников и настройкой аппаратуры. Оператор автоматизированной системой управления технологическим процессом (АСУ ТП) ответственен за управление технологическим процессом и принятие решение в случае чрезвычайных ситуаций.

Из-за внедрения АСУ оператор будет работать с таким оборудованием как персональная электронно-вычислительная машина (ПЭВМ), измерительные устройства (датчики давления, температуры), регулирующие клапаны и программируемый логический контроллер (ПЛК).

Основной перечень работ производился на персональном компьютере в лаборатории Н1 Томского политехнического университета. Разрабатываемое программное обеспечение предназначено для управления оборудованием для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом в широком диапазоне температур и давлений.

6.1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

Трудовой кодекс РФ 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 6.1.

Таблица 6.1 – Требования к организации рабочего места

| 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.

6.2. Производственная безопасность

Анализ возможных вредных и опасных факторов, характерных для проектируемой производственной среды представлен в таблице 6.2.

Таблица 6.2 – 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 | МР 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 6.2.1.

Таблица 6.2.1 Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и

ТОКОВ

| Род тока | U, В | I, mA |
|--------------------|----------|-------|
| | 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.

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 6.2.3.

Таблица 6.2.3 – Оптимальные показатели микроклимата на рабочих местах производственных помещений

| 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. Учитывая особенности процесса работы за персональным компьютером (не требуется освещения для проведения работ наивысшей точности) возможно применение схемы 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*.

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 6.2.5.

Таблица 6.2.5 – Нормируемые показатели естественного, искусственного и совмещенного освещения

| Помещения | Рабочая Поверхность и плоскость нормирования КЕО и освещенности (Г-горизонтальная, В-вертикальная) и высота плоскости над полом, м | Естественное освещение | | Совмещенное освещение | |
|---|--|---|-----------------------|---|--|
| | | КЕО $e_{н}$, % | | КЕО $e_{н}$, % | |
| | | При верхнем или комбинированном освещении | При боковом освещении | При верхнем или комбинированном освещении | При боковом освещении |
| Кабинеты, рабочие комнаты, офисы, представительства | 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, представительства | 400 | 200 | 300 | 40 | 15 |

Характеристика помещения лаборатории: длина = 5.8 м; ширина = 5.31 м; высота = 3 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:

$$\Phi = \frac{E_{н} \cdot S \cdot K_{a} \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 31 \cdot 1.5 \cdot 1.1}{7 \cdot 0.49} = 4444 \text{ лм} \quad (6.1)$$

Нормируемая освещенность, согласно СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 $E_n=300$ лм. В соответствии со значением рассчитанного светового потока $\varphi=4474$ 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

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{л.станд}} - \Phi_{\text{л.расч}}}{\Phi_{\text{л.станд}}} \cdot 100\% \leq +20\% \rightarrow$$

$$-10\% \leq \frac{5000 - 4762}{5000} \cdot 100\% \leq +20 \rightarrow \frac{5000 - 4762}{5000} \cdot 100\% = 11.12\%$$

Таким образом, отклонение составило -11.12% , 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:

$$i = \frac{S}{h \cdot (A+B)} = \frac{33}{3 \cdot 12} = 0.91 \quad (6.2)$$

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

- 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).

Помещения лаборатории имеет следующие параметры:

- высота помещения: $H = 300$ см;
- расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 20$ см;

Рассчитаем высоту светильника над полом, высоту подвеса:

$$h_n = H - h_c = 300 - 20 = 280 \text{ см} \quad (6.3)$$

- высота рабочей поверхности над полом: $h_{\text{рп}} = 70$ см;
- рассчитаем высоту светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{pn} = 280 - 70 = 210 \text{ см} \quad (6.4)$$

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 $h=2.1$ м не соответствует требованиям.

- расстояние между соседними светильниками: $L = 2.94$ м;
- расстояние от крайних светильников до стены: $l = 0.98$ м.

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

$$\frac{L}{3} = \frac{2.94}{3} = 0.98 \quad (6.5)$$

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

$$\lambda = L/h \quad (6.6)$$

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

$$L = \lambda \cdot h = 1.4 \cdot 2.1 = 2.94 \text{ (м)} \quad (6.7)$$

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

$$n_{\text{ряд}} = \frac{(B - \frac{2}{3}L)}{L} + 1 = \frac{(5.31 - \frac{2}{3} \cdot 2.94)}{2.94} + 1 = 2.14 \approx 2 \quad (6.6)$$

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

$$n_{\text{св}} = \frac{(A - \frac{2}{3}L)}{l_{\text{св}} + 0.5} = \frac{(5.8 - \frac{2}{3} \cdot 2.94)}{1.531 + 0.5} = 1.89 \approx 2 \quad (6.7)$$

Оптимальное количество светильников в ряду 2. Таким образом, для соблюдения требований освещения лаборатории необходимо 4 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.

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

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 12.13.130.2009. 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 ГОСТ 12.1.004-91 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.

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.

6.3. 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.
- 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.

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.

6.4. 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

При обнаружении неисправностей работы разрабатываемого программного обеспечения автоматизированного комплекса для исследования процессов взаимодействия водорода с твердым телом необходимо выполнить следующие действия: выйти из программы, отключить питание компьютера, отключить автоматизированный комплекс от электросети, закрыть вентиль подачи газа, известить об этом вышестоящего руководителя.

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

- 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:

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).

6.5. 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.

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

Лабораторная аудитория Н1 учебного корпуса № 3 отнесена к классу В по пожароопасности и к 1 категории по электробезопасности.

Заключение

В данной работе проводилась разработка программных модулей автоматизации для автоматизированного комплекса по наводороживанию и десорбции материалов (GRAM). Формализация режимов работы GRAM требовалась для определения промежуточных состояний системы в ходе эксперимента.

Описание работы GRAM производилось посредством построения графа автоматизированного комплекса. Рассматривая взаимодействие вершин были описаны принципы работы газовой системы. Используя эти принципы был разработан цифровой двойник GRAM. Результаты расчета в цифровом двойнике позволили найти промежуточные состояния экспериментальных методов, что позволяет упростить автоматизацию оборудования.

Разработка модулей автоматизации производилась согласно трем критериям: работа программных модулей корректна и соответствует методам исследования взаимодействия водорода с твердым телом, оператор обладает исключительным правом контроля газового комплекса, настройка автоматических режимов достаточна и понятна для оператора.

Были разработаны программные модули автоматизации управления и контроля газовой системы GRAM в виде блоков «Вакуум», «Напуск» и «Натекание». Программный модуль «Калибровка» был применен для определения внутренних объемов системы и объема реакционной камеры. В результате калибровки камеры среднеквадратическое отклонение не превышает 0,4%.

Программный модуль «Гидрирование» использовался для проведения эксперимента насыщения водородом материала LaNi_5 . Для 0,693 г. материала LaNi_5 при давлении газа в реакционной камере равном 4 бар величина поглощенного водорода составила 1,0 масс. % за 9 минут.

Разработка программного модуля для построения изотермы давление-состав материала накопителя водорода производилась в два этапа.

В первую очередь были разработаны модули «PCI» и «PCId» совершающие поэтапные процедуры измерения сорбции и десорбции водорода в соответствии с классической методикой, следуя которой давление в реакционной камере повышается линейно. В результате был построен гистерезис изотермы давление-состав материала LaNi_5 . Массовый процент поглощенного водорода по завершении процесса сорбции равен $w = 1$ масс. %, по завершении процесса десорбции $w = 0,1$ масс. %. Максимальное значение изменения давления в камере в ходе процесса сорбции составляет $\Delta P_c = 0,03$ бар и максимальное изменение в ходе десорбции составляет $\Delta P_d = -0,03$ бар. Время построения гистерезиса изотермы составило 172 минуты.

На втором этапе разработки программного модуля для построения изотермы давление-состав было предложено использовать повышенную скорость поглощения водорода в ходе превращения α -фазы в β -фазу материала LaNi_5 на участке давления плато изотермы. Используя модифицированный профиль PCI был построен гистерезис изотермы давление-состав материала LaNi_5 . Результат по максимальной емкости соответствует результату при для классического до построения, и в обоих случаях было достигнуто значение равное $w = 1$ масс. %, как и при десорбции $w = 0,1$ масс. %. Однако значения максимальных величин ΔP_c и ΔP_d в модифицированном методе по отношению к максимальным величинам ΔP_c и ΔP_d в классическом методе выросли в 3 и 1,6 раз соответственно. В результате, время построения гистерезиса, при использовании модифицированного профиля PCI, составило 132 минуты. Время, необходимое для построения гистерезиса, при использовании модифицированного профиля PCI меньше на 40 минут или 23%, чем при построении изотермы давление-состав классическим методом.

Можно сделать вывод, что уменьшение количества точек изотермы создает повышенную скорость прохождения участка давления плато, в ходе превращения α -фазы в β -фазу материала LaNi_5 . Соответственно, построение изотермы давление-состав с динамическим шагом снижает время цикла сорбция-десорбция материала накопителя водорода LaNi_5 .

Список литературы

1. Checchetto R., Trettel G., Miotello A. Sievert-type apparatus for the study of hydrogen storage in solids // Meas. Sci. Technol. – 2003. – Т. 15. – № 1. – С. 127–130.
2. Andreasen A. Design and building of a new experimental setup for testing hydrogen storage materials. – 2005. – С. 53
3. Sharma V. K., Anil Kumar E. Metal hydrides for energy applications - classification, PCI characterisation and simulation // Int. J. Energy Res. 2016. – Т. 41. – № 7. – С. 901–923.
4. Żurek M., Zając W. Investigation of the Hydrogen Absorption by the LaNi₅ and LaNi_{4.75}Pb_{0.25} Alloys Using a Statistical Physics Model // Hydrogen. 2022. – Т. 3. – № 3. – С. 361–378.
5. Mohammadshahi S. S., Gray E. MacA., Webb C. J. A review of mathematical modelling of metal-hydride systems for hydrogen storage applications // International Journal of Hydrogen Energy. 2016. – Т. 41. – № 5. – С. 3470–3484.
6. Bielman M. и др. Characterization of hydrogen storage materials by means of pressure concentration isotherms based on the mass flow method // Review of Scientific Instruments. – 2009. – Т. 80. – № 8. С. 083901.
7. The activation of LaNi₅-H [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://hidenisochema.com/content/uploads/2016/04/Hiden-Isochema-Application-Note-125.pdf>
8. Bouaziz N. и др. Statistical physics modeling of hydrogen absorption onto LaNi_{4.6}Al_{0.4}: Stereographic and energetic interpretations // Separation Science and Technology. – 2019. – Т. 54. – № 16. – С. 2589–2608.
9. Mechi N. и др. A macroscopic investigation to interpret the absorption and desorption of hydrogen in LaNi_{4.85}Al_{0.15} alloy using the grand canonical ensemble // Fluid Phase Equilibria. – 2016. – Т. 427. – С. 56–71.

10. Yue M. и др. Hydrogen energy systems: A critical review of technologies, applications, trends and challenges // Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2021. – Т. 146. – С. 111180.
11. Rinawati D. I. и др. Life-cycle assessment of hydrogen utilization in power generation: A systematic review of technological and methodological choices // Front. Sustain. – 2022. – Т. 3.
12. Gray E. MacA., Webb C. J. Performance analysis of a Sieverts apparatus for measuring hydrogen uptake // International Journal of Hydrogen Energy. – 2022. – Т. 47. – № 32. – С. 14628–14636.
13. Разработка автоматизированного комплекса для изучения процессов сорбции-десорбции водорода в твердых телах / В. Н. Кудияров, А. М. Лидер, И. Саквин [и др.] // Водород. Технологии. Будущее : сборник тезисов докладов Всероссийской научно-практической конференции, г. Томск, 23-24 декабря 2020 г. — Томск : Изд-во ТПУ, 2021. — [С. 33].
14. Шульмин В. А., Усынина Т. С. Экономическое обоснование в дипломных проектах. – 2004.
15. Кнышова Е. Н., Панфилова Е. Е. Экономика организации: Учебник для вузов // М.: ИД «ФОРУМ»: ИНФРА-М. – 2013.
16. "Конституция Российской Федерации" (принята всенародным голосованием 12.12.1993 с изменениями, одобренными в ходе общероссийского голосования 01.07.2020)
17. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30 декабря 2001 года № 197-ФЗ (с изменениями и дополнениями по состоянию на 01.03.2023 г.)
18. ГОСТ Р 53692-2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов
19. ГОСТ 12.1.004-91 «Пожарная безопасность. Общие требования»
20. ГОСТ Р 22.3.03-94. Безопасность в ЧС. Защита населения. Основные положения.
21. ГОСТ 12.2.003-91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

Приложение А

Раздел 1

Characterization of hydrogen storage materials by means of pressure concentration isotherms performed by Sievert-type apparatus

Обучающийся:

| Группа | ФИО | Подпись | Дата |
|--------|---------------------------|---------|------|
| ОБМ11 | Халеев Дмитрий Евгеньевич | | |

Консультант школы отделения (НОЦ): ОЭФ ИЯТШ

| Должность | ФИО | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------------------|------------------------|---------|------|
| Доцент | Гаранин Георгий Викторович | к.т.н. | | |

Консультант – лингвист отделения (НОЦ) школы: ШБИП

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

Chapter 1. Sievert-type apparatus for the study of hydrogen storage in solids

The global energy transition towards a carbon-neutral society requires a profound transformation of electricity generation and consumption, as well as of electric power systems [1]. The development of hydrogen energy has been accompanied by a growth in projects introducing the hydrogen energy cycle in a multitude of sectors that require high energy efficiency, low emissions and environmental friendliness. The use of hydrogen is justified by the ability to link renewable energy sources and zero-emission energy conversion technologies [2].

Figure 1.1 shows a schematic of one variation of the hydrogen energy cycle, involving the generation of electricity from renewable sources, generation of hydrogen in an electrolyzer, compression of the resulting hydrogen in a compressor and storage in a hydrogen storage material, followed by the use of the accumulated hydrogen in the conversion of hydrogen to charge using a fuel cell and transfer of the resulting electricity to the power grid. The areas of the hydrogen energy cycle marked by the red star are the most demanding for the sorption and desorption characteristics of the storage materials.

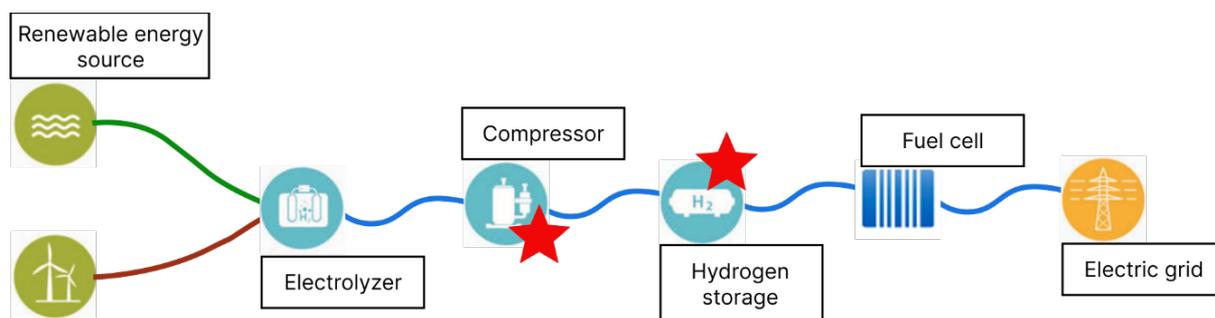


Figure 1.1 – Schematic diagram of the hydrogen energy cycle

To increase the efficiency and reduce the costs of implementation of the hydrogen energy cycle, new functional hydrogen storage materials with either better kinetic parameters required for compressor operation or better capacitive characteristics that increase the efficiency of operation are sought. The particular quality of a hydrogen storage material is the cyclic stability parameter, which is a criterion for the service life of the material.

1.1. Sievert-type apparatus

To determine the quality of new hydrogen storage materials, a number of laboratory equipment is used, among which the Sievert-type apparatus, which formally has many variants but the principle of operation of the equipment remains unchanged.

The Sievert-type apparatus, shown schematically in figure 1.2, is a gas system through which hydrogen is distributed according to the experimental procedure carried out. In general, such a gas system has a special reference tank used to accumulate hydrogen and a reaction chamber inside which the interaction of hydrogen with the material under test is measured.

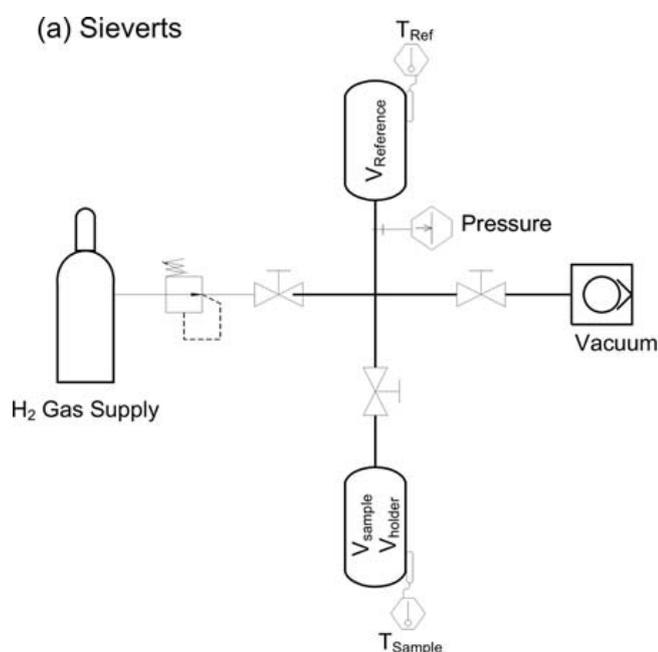


Figure 1.2 – Schematic setup of a Sievert-type apparatus

The processes measured in the reaction chamber are described by the physical phenomena of diffusion, sorption and desorption of hydrogen. Gas penetration into the hydrogen storage material and bond formation, as well as hydrogen escape and bond destruction, are accompanied by a change in the thermodynamic parameters of the hydrogen atmosphere in the chamber. Schematically the process of measurement of the reaction of sorption of hydrogen by a storage material in Sievert-type apparatus is shown in figure 1.3 [1].

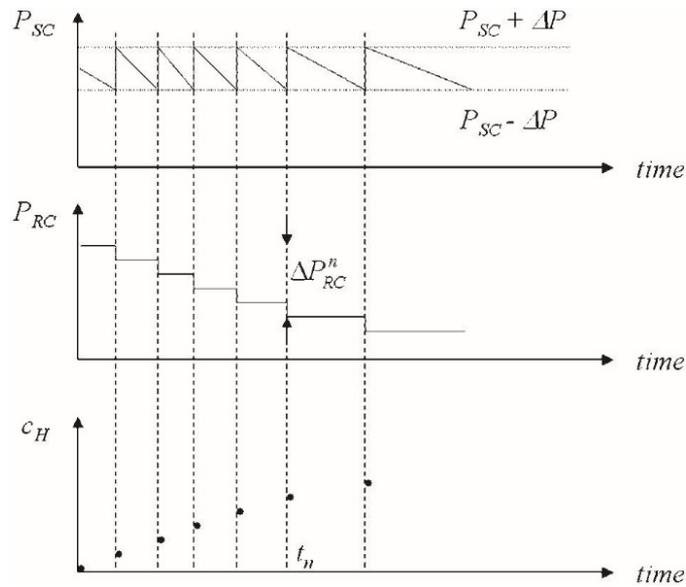


Figure 1.3 – Schematic diagram of the H₂ pressure transients in Sievert-type apparatus during the absorption process

The drop in pressure inside the reaction chamber (P_{SC}) by ΔP is caused by the transition of hydrogen into a bonded state and a corresponding increase in the mass percentage of hydrogen in the material (c_H). To keep the hydrogen pressure at the same level, gas from a reference tank (P_{RC}) is injected into the chamber.

The hydrogen desorption measurement process can be represented in a similar way (figure 1.4) [1].

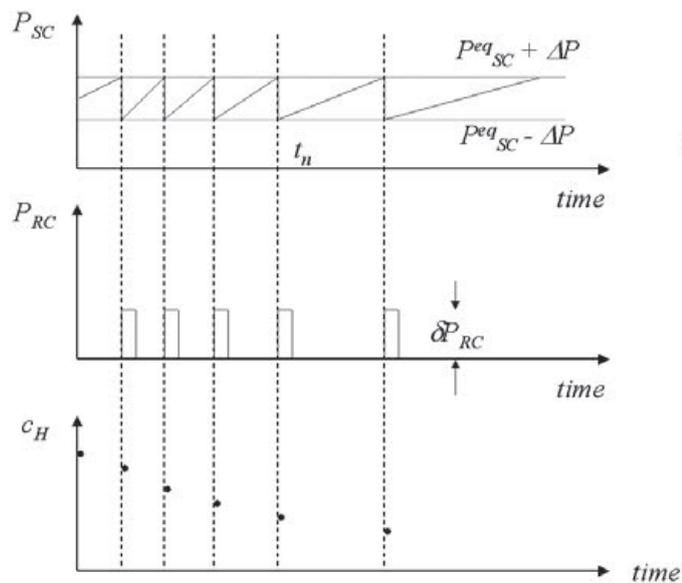


Figure 1.4 – Schematic diagram of the H₂ pressure transients in Sievert-type apparatus during the desorption process

An increase in pressure inside the reaction chamber (P_{SC}) of ΔP is caused by the conversion of hydrogen to a free state and a corresponding decrease in the mass percentage of hydrogen in the material (c_H). To keep the hydrogen pressure at the same level, gas is evacuated from the chamber to a reference tank (P_{RC}).

The measurement results of the hydrogen sorption and hydrogen desorption reaction in a Sievert-type apparatus are used to describe the parameters of the metal hydrides. Metal hydrides have a high volumetric hydrogen density compared with compressed and liquid hydrogen. The sorption process is an exothermic process with heat generation. When the pressure is reduced and the temperature is increased, hydrogen can be desorbed from metal hydrides. The desorption process is endothermic.

The reaction of hydrogen with a metal or an intermetallic compound can be described by the following equation (1.1).



This is of course a simplified picture. A more detailed picture is shown in figure 1.5. Hydrogen adsorbs and dissociates at the surface of the metal and penetrates into the bulk forming a solid solution of hydrogen in the metal host lattice also denoted as the α -phase. At higher hydrogen contents a hydride phase is formed (MeH_x) also denoted as the β -phase.

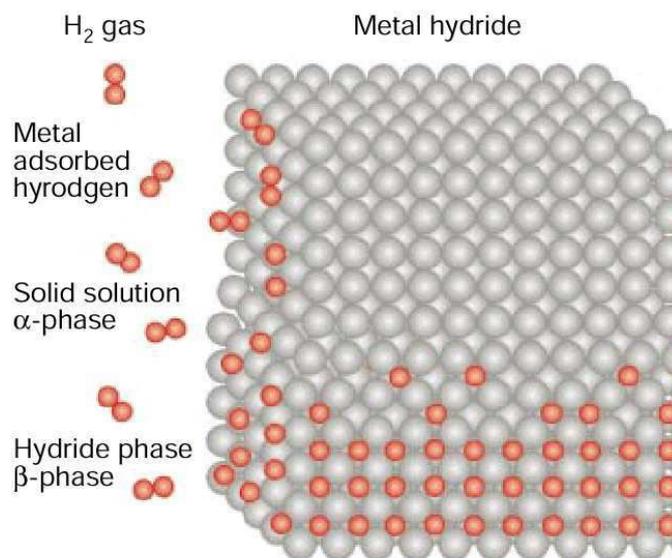


Figure 1.5 – Interaction of gaseous hydrogen with a metal or intermetallic host lattice forming a metal hydride.

For a metal hydride to be of practical interest for hydrogen storage applications it should fulfill the following criteria:

1. Capacity: The metal hydride should contain a sufficient amount of hydrogen. For on-board storage in mobile applications, the target set by the International Energy Agency (IEA) Hydrogen program Task 17 is gravimetric hydrogen density of 5 wt. %.

2. Kinetics: Fast take up (hydrogenation) and release (dehydrogenation) of hydrogen. The target set by the U.S. Department of Energy (USDOE), The Hydrogen, Fuel Cells & Infrastructure Technologies Program the refuelling should not exceed 3 min.

3. Thermodynamics: The hydride should not require too high a temperature in order to release hydrogen. The target set by IEA is a hydrogen desorption pressure of 1 bar at 80 °C.

4. Stability: The capacity and kinetics should remain unchanged even over several cycles of hydrogenation/dehydrogenation. The USDOE target is a lifetime exceeding 1500 cycles

Based on the hydrogen desorption temperature, metal hydrides can be classified as low temperature hydrides (which desorb H₂ at room temperature), medium temperature hydrides (which desorb H₂ between room temperature and 300 °C) and high temperature hydrides (which desorb H₂ above 300 °C) [3].

Since hydrogen desorption requires heat, the use of metal hydrides avoids the danger of gas leakage, which is a major problem with compressed and liquid hydrogen. Metal hydrides have been widely investigated for successful hydrogen storage application with wide range of hydrogen storage properties. Since the formation of metal hydride is an exothermic reaction, and decomposition is an endothermic reaction.

A large amount of heat is absorbed or released during these reactions. These heat interactions attract the attention of researchers towards the ‘non-hydrogen storage’ applications of metal hydrides like heat pumps, air-conditioners, heat transformers and energy storage systems, which can be operated using waste heat.

1.2. Pressure-composition isotherm

Measurements of hydrogen sorption and desorption are necessary in a more comprehensive study such as the construction of a pressure-composition isotherm (PCI) of the hydrogen storage material. Experimental PCI measurements can deliver information about the macroscopic state of a tested hydride, e.g., the maximum storage capacity, reversibility of a process or long-term stability. [4]. The reversible capacity of the storage material is the amount of hydrogen sorbed and desorbed between the lower and upper operating pressures of the hydrogen storage.

Pressure-concentration isotherm characterisation of metal hydrides represents the relation between equilibrium pressure and hydrogen concentration at constant temperature. The hydrogen concentration can be expressed as the ratio of mass of hydrogen absorbed to the mass of alloy (wt%).

Figure 1.6 shows an ideal pressure-concentration isotherm consisting of three phases: solid solution phase (α -phase), the phase transformation or plateau region ($\alpha + \beta$ -phase) and the hydride phase (β -phase).

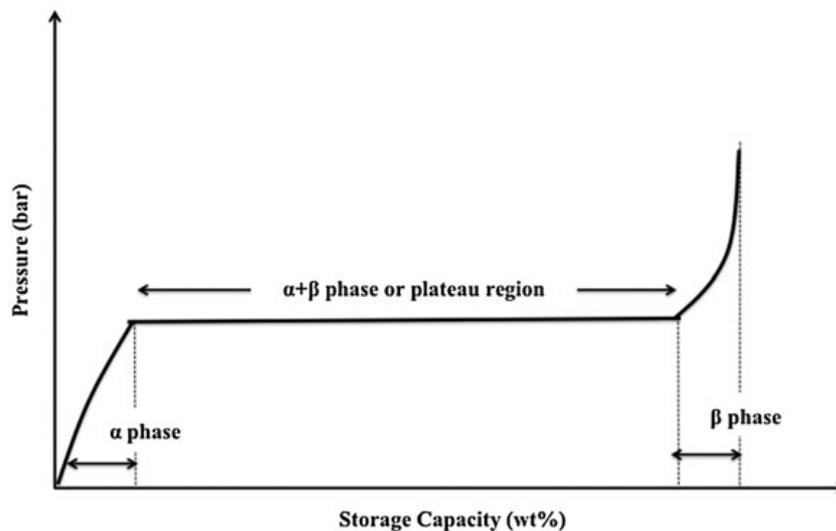


Figure 1.6 – Ideal pressure-concentration isotherm [5]

As the pressure increases, the hydrogen molecule may break into two hydrogen atoms because of increase in the vibrational energy of gas. And then, the hydrogen atoms penetrate into the metal crystal.

In the plateau region, where two phases coexist ($\alpha + \beta$), material absorbs significant amount of hydrogen showing the transformation of α -phase to β -phase at constant pressure (plateau pressure).

The formation of metal hydride is completed at the end of plateau region. With further addition of hydrogen, the second solid solution phase is formed (β -phase or hydride phase). During hydride phase, the hydrogen pressure increases significantly with small increase in hydrogen concentration.

Several studies [4,6] point out the correlation between the crystallographic and thermodynamic properties of hydrides and the hydrogen concentration in them. Figure 1.7 on the left shows the pressure-composition isotherm, where the pressure is on the abscissa axis and the composition on the ordinate axis. Figure 1.7 on the right shows the dependence of absorption density on pressure. From the presented dependence it can be concluded that the plateau pressure section has the highest absorption density and, therefore, the value of pressure change in the reaction chamber ΔP in this section is the highest.

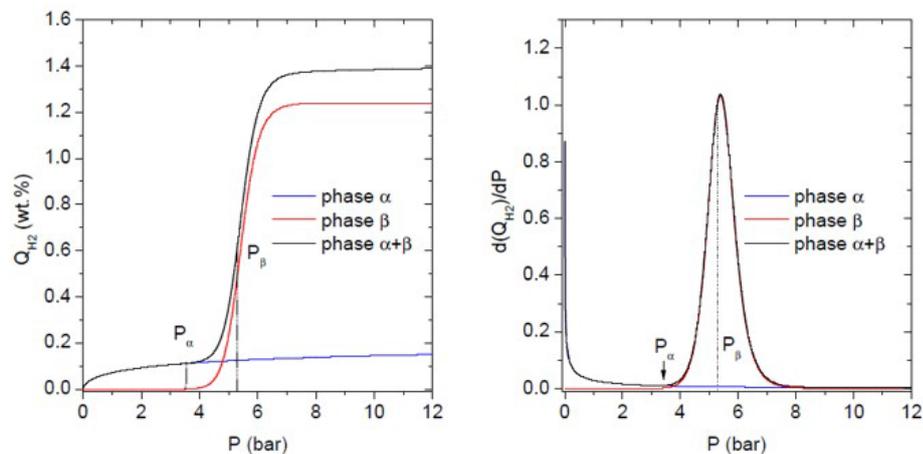


Figure 1.7 – Evolution of the amount of absorbed hydrogen by two phases a and b as a function of increasing pressure P at $T = 323$ K.

Given the above, it can be assumed that the high absorption density feature can be used in the technique for constructing pressure-composition isotherms. However, no such application was found in the literature. Potentially faster sorption and desorption at the plateau pressure section could reduce the time of experiments with a large number of sorption and desorption cycles.

Figure 1.8 shows the actual PCI curves. The actual PCI exhibits a slope during phase transformation (plateau region).

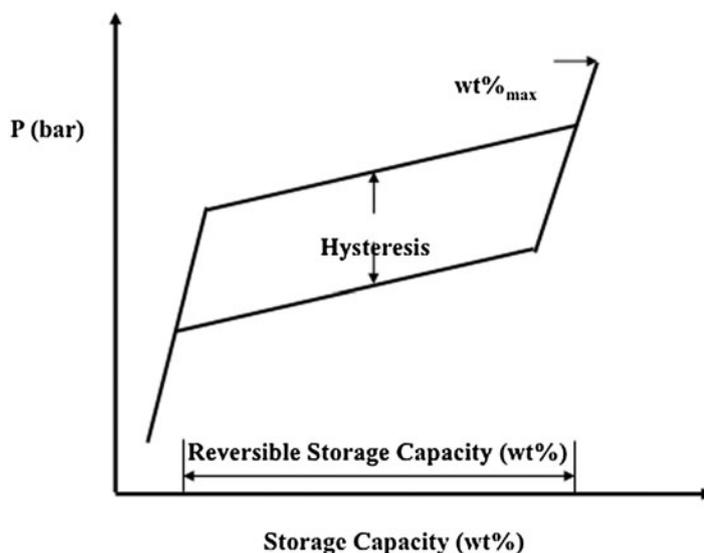


Figure 1.8 – Actual pressure-concentration isotherm

The reason for sloping plateau is believed that different parts of the material absorb hydrogen at different pressures because of surface inhomogeneities, impurities and stresses [3].

Figure 1.8 shows that hydrogen desorption occurs at a lower pressure compared with absorption because of hysteresis effect. It is believed that in metal hydrides, hysteresis is due to the irreversible plastic work necessary during absorption to accommodate the volume change. The energy necessary for the volume change is proportional to the dislocation formation, which is proportional to the shear modulus.

Figure 1.8 indicates the maximum and reversible storage capacity of metal hydrides. For actual PCIs, mid-plateau pressure values are used for the construction of van't Hoff plot for absorption and desorption. The most important aspect is the isotherm shape, because this will determine the pressure range over which the majority of the reversible uptake will occur. However, it can also be affected by the rate of hydrogen uptake and release as it is possible that some of the stored hydrogen will not be released in a practical timeframe due to kinetic limitations, which could also prevent full hydrogenation upon recharging [3].

1.3. Calibration of Sievert-type apparatus

To obtain reliable measurement results for sorption and desorption processes the main emphasis is placed on the quality of hydrogen storage material preparation, the accuracy of the measuring instruments and the calibration of the gas system of the Sievert-type apparatus. The preparation of the hydrogen storage material takes the form of an exact determination of the bulk or sample weight, density and volume. The accuracy of the measuring instruments is expressed as a relative error in pressure and temperature measurement. Calibration of the gas system includes the determination of all sections of a Sievert-type apparatus: the volumes of the reference vessel and reaction chamber, the volumes of the connecting sections of the gas path and the internal volumes of the valves.

The author of [2] suggests a method of calibrating a Sievert-type apparatus. The calibration procedure consists of combining sections of the system in turn, starting with a calibration chamber of known volume and the gas path adjacent to the calibration chamber. Firstly, an inert gas atmosphere is established in the section adjacent to the calibration chamber as shown in figure 1.9.

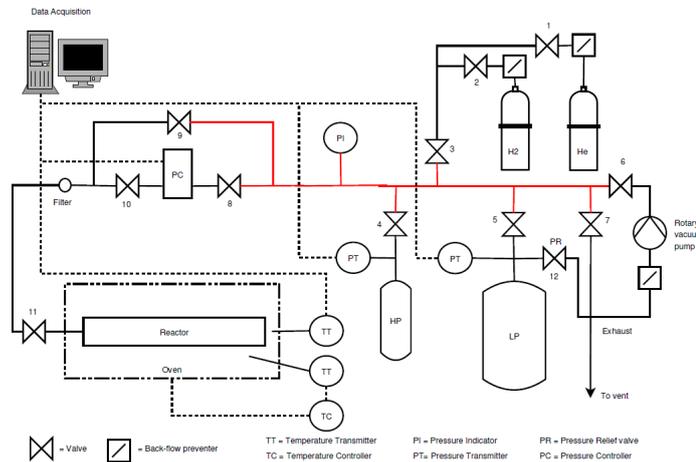


Figure 1.9 – Indication of the measured volume in the experimental setup by expansion of gas in HP vessel

The pressure drop of the gas atmosphere is used to calculate the volume of the gas path according to expression (1.2).

$$V_X = V_{HP} \cdot \frac{P_{X,1} - P_{X,0}}{P_{HP,0} - P_{HP,1}} \quad (1.2)$$

The gas pressure in the gas path (P_X) must be much higher than in the calibration chamber (P_{HP}). An equilibrium pressure is then established by opening the divider valve (figure 1.10).

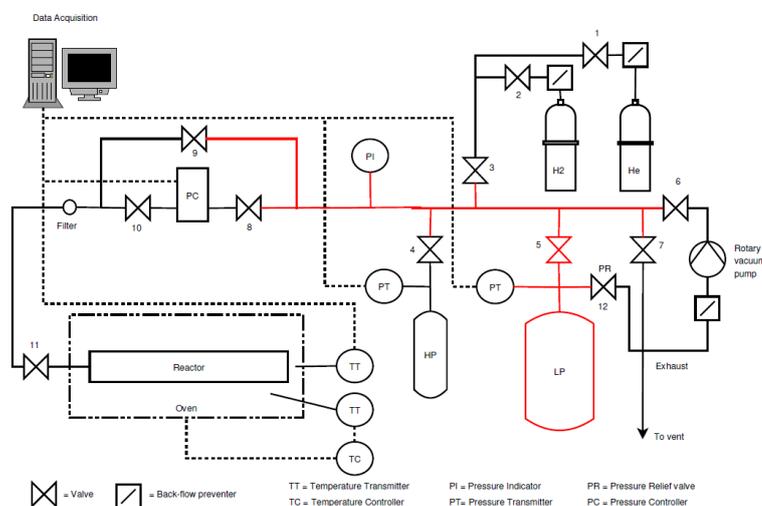


Figure 1.10 – Indication of the measured volume in the experimental setup by expansion of gas in HP vessel. The measured volume is indicated by red color

A similar operation is carried out for all sections of a Sievers-type apparatus. When the volume for all internal parts of the gas system has been accurately calculated, a reaction chamber is installed in place of the calibration chamber. Accordingly, the calibration chamber volume is calculated in relation to the volume of the gas path.

1.4. The activation of LaNi_5

The well-studied LaNi_5 storage material is used to validate the pressure-composition isotherm experiment. Lanthanum pentanickel has a wide pressure plateau region, high cyclic stability and a maximum hydrogen content of 1.49 wt%.

Experiments with LaNi_5 require activation of the material. The authors of [7] carried out the activation of LaNi_5 using a manometric hydrogen storage analyzer IMI-HTP. The sample weighing 765 mg was weighed and then loaded into the chamber of the IMI-HTP gauge analyser.

The sample was exposed to hydrogen at 80 bar at 333 K for 30 minutes. After subsequent evacuation, a series of 8 isotherms were determined at 333 K.

Figure 1.11 shows the sorption and desorption pressure-composition isotherms for the 1st and 8th sorption cycles during hydrogen activation of LaNi₅. It can be seen that between the 1st and 8th cycles there is a significant change in the pressure plateau of the isotherm.

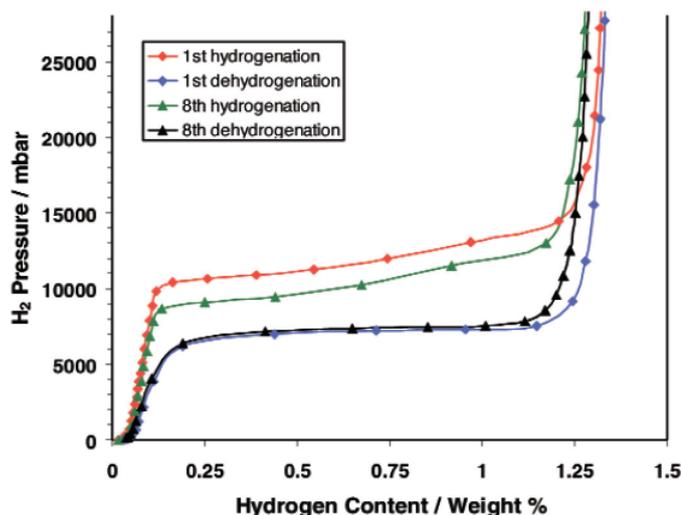


Figure 1.11 – The pressure-composition isotherms (PCIs) at 333 K for the LaNi₅-H system during the 1st and 8th hydrogenation cycles of the activation process

The variation of the plateau pressure during the eight cycles is shown in figure 1.12. The plateau pressure in each case was determined by the equilibrium hydrogen pressure at a concentration of 0.65 wt.%.

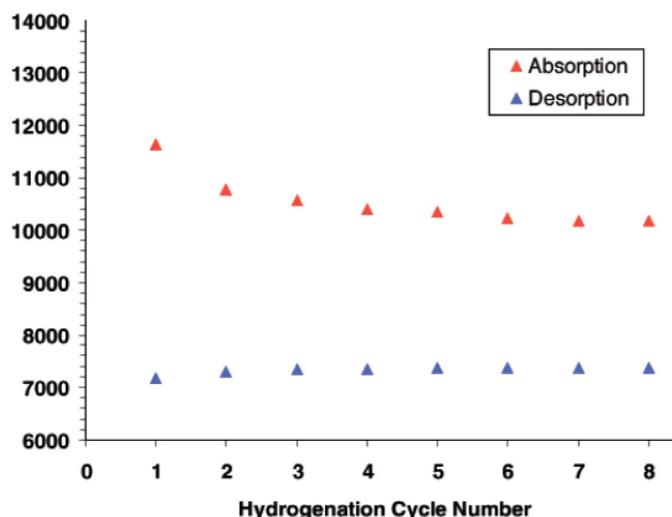


Figure 1.12 – The plateau pressure against hydrogenation cycle number through the activation process at 333 K

Thus, after activation of the storage material, subsequent cycles of the isotherm pressure composition occur at a lower equilibrium hydrogen pressure than before activation.

1.5. Automation of the experiment for constructing the pressure-composition isotherm of the hydrogen storage material

The methodology for the experiment of building pressure-composition isotherms is poorly described in the literature, being limited to determining the thermodynamic parameters to be established in the sample chamber at the beginning of the experiment and a set of actions required to maintain the reaction course [8-12].

However, the automation of the equipment is complicated due to the presence of uncertain intermediate states of the system during the experiment. The reason for the lack of intermediate states of the experimental methods is that the main actions performed to achieve the required conditions in the reaction chamber depend purely on the hardware of the complex.

The general measurement procedure follows the iterative process [6]. To determine a pressure-composition isotherm, a carefully prepared sample (evacuation, activation, conditioning, heating to desired temperature and stabilization of conditions) is separated from the reference volume and the latter is filled with hydrogen at a pressure of p_i . As the supply and the reference volume generally are at different temperatures, a suitable stabilization time is required to let the gas heat to the well-defined temperature T_K . Moving to the next step of the isotherm, the volumes of the reference volume and reaction chamber are communicated with the sample: $V_{ref} + V_{holder} - V_{sample}$. After an appropriate stabilization time $t_{eq,i}$ the sample is at equilibrium pressure $p_{eq,i} = p_i - \Delta p_{inc}$. The reaction chamber is then separated again from the reference volume and the process is repeated at $p_{i+1} = (i+1) \cdot \Delta p_{inc}$ until the desired final pressure is reached. The collected data set $p_{eq,i}$, p_{inc} and V_{ref} serve as a basis to calculate the amount of hydrogen adsorbed by using the system constants and sample mass m_{sample} .

The pressure evolution is schematically represented in figure 1.13.

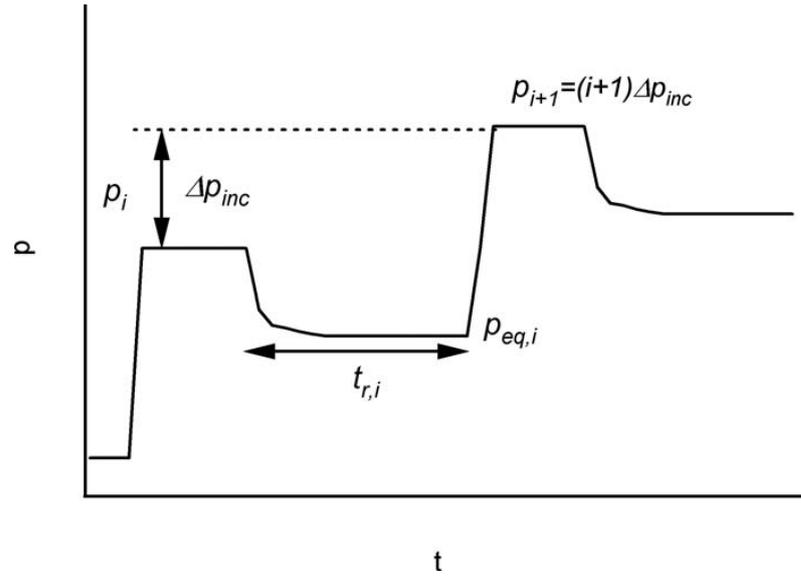


Figure 1.13 – Schematics of the measurement procedure in a Sievert apparatus

The amount of hydrogen molecules absorbed Δn_i in the material in the i th step can be calculated according to (1.3).

$$\Delta n_i = \Delta n_{ref,i} - \Delta n_{holder} = \left(\frac{p_i}{Z \cdot R \cdot T_{ref}} - \frac{p_{eq,i}}{Z \cdot R \cdot T_{ref}} \right) V_{ref} - \left(\frac{p_{eq}}{Z \cdot R \cdot T_{sample}} - \frac{p_{eq,i-1}}{Z \cdot R \cdot T_{sample}} \right) (V_{holder} - V_{sample}), \quad (1.3)$$

whereas Z is the Z -compressibility factor at the respective pressures and temperatures.

The total amount of hydrogen adsorbed in the n th step is given by:

$$n_i = \sum_k \Delta n_k \quad (1.4)$$

It is worthwhile to mention, that the stabilization time $t_{r,i}$ depends strongly on the kinetics of the material and thermal transport properties of the setup.

While the Sieverts method offers a rather simple setup and can be implemented in various degrees of complexity, it has some major inconveniences.

- The error on n_i is the sum of all errors on Δn_i ;
- $p_i = i \cdot \Delta p_{inc}$ is by default different than the equilibrium pressure $p_{eq,i}$ the system will relax to in the i th step;
- In samples with slow kinetics, equilibrium is never reached in experimentally acceptable time frames;

- A small Δp_{inc} will keep the sample close to its equilibrium state $p_{eq,i}$ and reduce stabilization time, but the corresponding error on n_i will increase due to pressure measurement precision limitations and vice versa;
- Δp_{inc} must be chosen to give a point density to determine the pI-curve with sufficient precision to determine the plateau

Consequently, when developing automation modules for the Sievert-type apparatus, it is necessary to consider the features of the experimental techniques described in the literature to avoid measurement errors.

This requires describing the modes of operation of the Sievert-type apparatus, developing a model of the physical processes and experimental techniques corresponding to those presented in the literature, and creating automation software modules considering the results of existing implementations.