

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

Институт Физико-технический
Направление подготовки 03.04.02 Физика
Кафедра Общей физики

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Исследование содержания водорода в титане электрическими методами

УДК 669.788:669.295.5.001.5

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Сюй Шупэн		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Ларионов В.В.	д.п.н., профессор		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Рыжакина Т. Г.	Канд.экон.наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Ю.М.	д.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Общая физика	Лидер А.М.	к.ф.-м.н.		

Томск – 2017 г.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ

по основной образовательной программе высшего профессионального образования,
направление подготовки 03.04.02 Физика,
квалификация - магистр

Код результата	Результат обучения (компетенции выпускника)
P1	Способен самостоятельно приобретать новые знания, использовать современные образовательные и информационные технологии, совершенствовать и развивать свой профессиональный уровень, поддерживать здоровый образ жизни
P2	Способен к поиску, обработке и интерпретации с использованием современных информационных технологий данных, необходимых для формирования суждений по соответствующим социальным, научным и этическим проблемам как в коллективе, так и индивидуально (на родном и иностранном языке)
P3	Способен критически переосмысливать свой накопленный социальный и профессиональный опыт, изменять при необходимости профиль своей профессиональной деятельности, следовать этическим и правовым нормам и нести ответственность за последствия своей инженерной деятельности
Профессиональные компетенции	
P4	Способен к овладению и применению базовых знаний в области естественных наук и математики для решения профессиональных задач, к усвоению основных педагогических моделей, форм и приемов педагогического воздействия на личность; закономерностей педагогического мастерства
P5	Способен применить в проектах по тематике, заданной заинтересованными организациями, экспериментальные методы исследования конденсированного состояния вещества, методы анализа поверхности твердых тел и тонких пленок
P6	Способен применить в проектах по тематике, заданной заинтересованными организациями, современную электронику в электрофизических и плазменных установках, а также учесть взаимодействие излучения и плазмы с веществом, современные достижения водородной энергетики и плазменных технологий
P7	Способен применить в проектах по тематике, заданной заинтересованными организациями, базовые естественнонаучные и математические знания, методы исследования в области профессиональной деятельности, при получении и исследовании материалов атомной промышленности и наноматериалов
P8	Способен понимать сущность и значение информации в развитии современного информационного общества, к применению на практике полученных знаний при обработке, анализе и синтезе полученных физических данных в соответствии с профилем профессиональной деятельности, осуществлять презентацию научной деятельности
P9	Способен понимать и использовать на практике теоретические основы планирования и организации физических исследований, представлять результаты и применять на практике методы управления в сфере природопользования
P10	Способен формировать суждения о значении и последствиях своей профессиональной деятельности с учетом социальных, правовых, этических и природоохранных аспектов, при необходимости применить ресурсо- и энергосберегающие технологии

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

Институт Физико-технический
 Направление подготовки 03.04.02 Физика
 Кафедра Общей физики
 Уровень образования – Магистр
 Период выполнения (весенний семестр 2016/2017 учебного года)

Форма представления работы:

Магистерская диссертация

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 выполнения выпускной квалификационной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
02.05.2017	Обзор литературы	20
10.05.2017	Объект и методы исследования	25
20.05.2017	Расчет и аналитический анализ	25
25.05.2017	Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	15
25.05.2017	Социальная ответственность	15

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ОФ	Ларионов В.В.	д.п.н., профессор		

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Общая физика	Лидер А.М.	к.ф.-м.н., доцент		

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

Институт Физико-технический
 Направление подготовки 03.04.02 Физика
 Кафедра Общей физики

УТВЕРЖДАЮ:
 Зав. кафедрой

 (Подпись) _____
 (Дата) Лидер А.М.
 (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
ОБМ51	Сюй Шупэн

Тема работы:

Исследование содержания водорода в титане электрическими методами
Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:	
--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Исходный материал: Титановый сплав ВТ1-0, необходимая материально-техническая база, необходимая литература Целью работы является исследование содержания водорода в титане с использованием электрических методов. Для наводороживания применен метод Сивертса. Определение содержания водорода в металлах и сплавах проводилось на анализаторе водорода RHEN602 (LECO).
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	1. Литературный обзор, включающий методы получения титана, методов его анализа на содержание водорода и газонасыщенных слоев (ГНС). Применение вихревых токов. 2. Рентгеноструктурный анализ наводороженного и исходного титана и расчеты плотности дислокаций для образцов титана. 3. Измерение и сравнительный анализ зависимости сопротивления титана от величины плотности дислокаций и частоты вихревых токов. 4. Обсуждение результатов работы. 5. Дополнительные разделы.
Перечень графического материала	Графики чувствительности, наводороженности, плотности дислокаций и сопротивлений титана от концентрации водорода и частоты вихревых токов

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

Раздел	Консультант
Литературный обзор	Профессор каф. ОФ Ларионов В.В.
Материал и методы исследования	Профессор каф. ОФ Ларионов В.В.
Результаты эксперимента	Профессор каф. ОФ Ларионов В.В.
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Профессор д.т.н. Федорчук Ю.М.
Социальная ответственность	Доцент Канд.экон.наук Рыжакина Т. Г.

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ОФ	Ларионов В.В.	д.п.н., профессор		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Сюй Шупэн		

Реферат

Выпускная квалификационная работа содержит 135 страницы, 50 рисунков, 26 таблиц, 39 источников.

Ключевые слова: титановый сплав ВТ-1-0, водород, наводороживание, метод Сиверста, вихревые токи, рентгеноструктурный анализ, магнитный спектрометр, диэлектрические потери.

Целью работы является исследование содержания водорода в титане с использованием электрических методов. Для наводороживания применен метод Сиверста. Определение содержания водорода в металлах и сплавах проводилось на анализаторе водорода RHEN602 (LECO) и магнитном спектрометре ЗМА-II.

Степень внедрения: данные результаты апробированы на международных конференциях: Vedecky Prumysl Evropskeho Kontinentu 2013: Materially VIII Mezinarodni Vedecko-Prakticka Konference, Praha, 27 November-5 December, 2013; Перспективы развития фундаментальных наук. – Томск, 2014, 2015, 2016, 2017 (<http://www.lib.tpu.ru/fulltext/c/2014/C21/C21>), 6 статей, индексируемых в базе данных Scopus, и внедрены на кафедре общей физики ТПУ.

Область применения: в химической, авиационной, космической, машиностроительной, нефтегазодобывающей и других отраслях промышленности.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА В ТИТАНЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Содержание

ВВЕДЕНИЕ.....	10
ГЛАВА 1 Теоретические основы измерения содержания водорода в титане ВТ1-0 электрическими методами.....	12
1.1 Структура, зеренность, электрические и магнитные свойства титана....	12
1.2 Определение содержания водорода в металлах и сплавах. Анализатор водорода RHEN602.....	13
1.3 Применение рентгеновского излучения для анализа металлов.....	16
1.4 Аппаратура и методы контроля наводороживания титана.....	19
1.4.1 Измерение характеристик титанового сплава спектрометрическими методами.....	19
1.4.1 Основные принципы вихревого метода.....	20
1.4.2 Методика измерения вихревых токов (ВТ), распространяющихся в металле с водородом.....	21
1.5 Расчет и измерения электросопротивления титана на постоянном токе	24
1.5.1 Методика расчета плотности дислокаций рентгеновским методом...	24
1.5.2 Методика расчета изменения удельного сопротивления металл-водород за счет дислокаций.....	25
1.5.3 Исследование зависимости размеров зерен наводороженного титана от содержания водорода в титане.....	28
1.5.4 Учет послойного изменения электропроводности при распространении вихревых токов.....	30
1.5.5 Применение метода диэлектрических потерь для анализа наводороживания металла при распространении в нем вихревых токов....	32
ГЛАВА 2 Экспериментальные результаты.....	36
2.1 Исследование чувствительности магнитного спектрального анализатора ЗМА-II.....	36

2.1.1	Исследование свойств параметров чувствительности	36
2.1.2	Исследование послойного содержания водорода в титане вихревыми токами	41
2.2	Исследование электросопротивления наводороженного титана в зависимости от концентрации водорода при постоянном токе	44
2.3	Исследование зависимости электросопротивления от размеров зерен наводороженного титана	45
2.4	Исследование связи содержания водорода в титане с изменением полуширины рентгеновских спектров	46
2.4.1	Исследование зависимости числа дефектов от концентрации водорода	50
2.4.2	Исследование зависимости числа дефектов от концентрации водорода	60
2.5	Экспериментальное исследование тангенса угла диэлектрических потерь от изменения структурно-фазового и химического состава наводороженного титана	64
ГЛАВА 3 Социальная ответственность		71
	Введение	71
3.1	Техника безопасности	71
3.1.1	Промсанитария	72
3.1.2	Микроклимат	73
3.1.3	Электромагнитное излучение	74
3.1.4	Шум	76
3.1.5	Освещенность	77
3.1.6	Электробезопасность	80
3.1.7	Пожар взрывоопасность	82
3.2	Охрана окружающей среды	85
3.3	Безопасность в чрезвычайных ситуациях	85
3.4	Перечень законодательного документа	87

Глава 4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	90
Введение	90
4.1 Потенциальные потребители результатов исследования.....	90
4.2 Анализ конкурентных технических решений	92
4.3 SWOT-анализ	94
4.4 Планирование научно-исследовательских работ.....	99
4.5 Определение трудоемкости выполнения работ	102
4.6 Бюджет научно-технического исследования.....	105
4.7 Оценка сравнительной эффективности исследования.....	108
Заключение и выводы	112
Список публикаций студента.....	114
Список литературы	115
Приложение А	118
Introduction	119
CHAPTER 1 Theoretical basis for measuring hydrogen content in titanium VT1-0 by electric methods.....	121
1.1 Structure, grain, electrical and magnetic properties of titanium.....	121
1.2 The hydrogen analyzer RHEN602. Determination of hydrogen content in metals and alloys	122
1.3. X-ray radiation.	126
CHAPTER 2 Experimental results.....	128
2.4.1 Investigation of the dependence of the number of defects on the hydrogen concentration.....	128

ВВЕДЕНИЕ

При производстве титана, как в слоях по поверхности изделия, так и в объеме металла [1] происходят изменения в структуре, фазовом составе материала. В материале на различной глубине металла могут образовываться фазовые слои, характеризующиеся измененными параметрами решетки. Изменения кристаллической решетки влекут за собой изменения в различных технологических процессах, например при механической обработке изделий. Изменяются полностью такие свойства титанового сплава как пластичность, качественно снижаются эксплуатационные свойства, срок службы изделий, возникают структурные дефекты. Эти свойства могут при динамических нагрузках вызвать появление дополнительных дефектов, трещин, дислокаций, на которых скапливается водород, причем при больших давлениях в десятки тысяч атмосфер. Для анализа дефектов применяются различные методы. Их количество достигает несколько десятков. Среди них особое место занимают неразрушающие методы контроля, причем оперативного свойства. К ним относится метод вихревых токов, так как при изменении частоты изменяется глубина проникновения тока в металл. До настоящего времени вихревые токи использовались для усредненного определения содержания водорода в слое металла, глубина которого зависит от частоты тока. В ряде технологических процессов существует проблема послойного определения содержания водорода, несмотря на его высокую подвижность в матрице металла.

Водород оказывает как отрицательное, так и положительное воздействие на материалы. Водородное охрупчивание – серьезная проблема, связанная с выбором металлов и сплавов, работающих в условиях нагрузок и воздействий окружающей среды. Водород изменяет пластичность большинства металлов и сплавов. Фундаментальный и практический интерес представляет определение связи между водородом и компонентами сплава, распределенными примесями, границами внутренних поверхностей зерен сплавов. Дальнейшее развитие космической техники, атомной энергетики, ракеты и самолетостроения,

газотурбинных двигателей требует усовершенствования способов идентификации водородного охрупчивания изделий из металлов для увеличения ресурсов их эксплуатации, исключения и прогнозирования причин водородной деградации изделий.

Целью работы является исследование содержания водорода в титане с использованием электрических методов. Для наводороживания применен метод Сивертса. Определение содержания водорода в металлах и сплавах проводилось на анализаторе водорода RHEN602 (LECO).

В качестве электрических методов используется измерение проводимости наводороженного сплава титана BT1-0 вихревыми токами разной частоты и постоянным током (четырёхзондовый метод). Измерение вихревых токов проведено на магнитном спектрометре ЗМА-II (ФРГ, Саарбрюккен). Для послойного измерения содержания водорода и увеличения точности измерений разработана методика определения чувствительности спектрометра. Измерение сопротивления образцов титана на постоянном токе проводили с использованием программно-измерительного комплекса «KEINLEY INSTRUMENTS» четырёхзондовым методом. Профиль распределения водорода по глубине можно получить, используя анализатор фирмы HORIBA типа Profiler -2. Этот прибор на основе плазмы тлеющего разряда позволяет проводить анализ до нескольких микрон по глубине образца. Это послужило основным преимуществом применения в нашей работе. Для измерения плотности дислокаций использован рентгеноструктурный анализ. В работе использован дифрактометр Shimadzu XRD-6000 в излучении спектра меди $\text{K}\alpha$. Для фазового анализа в дифрактометре применяется база данных PCPDFWIN и PDF-4+. Полно профильный анализ выполнен по программе POWDER CELL 2.5.

ГЛАВА 1 Теоретические основы измерения содержания водорода в титане ВТ1-0 электрическими методами

1.1 Структура, зеренность, электрические и магнитные свойства титана

Водород влияет на многие свойства металлов. В частности, образование субмикроструктурной структуры приводит к увеличению способности накапливать водород в объеме из-за большей длины границ зерен в субмикроструктурных образцах по сравнению с крупным зерном. Чтобы определить влияние плотности дислокаций и длины границ зерен на способность Титана накапливать водород в объеме. В связи с этим является актуальным создание более простых способов для анализа границ зерен, протяженности дислокаций методом вихревых токов различной частоты [2,3,4]. Наличие внедрения примесей металлов оказывает значительное влияние на их эксплуатационные характеристики и физико-механические свойства [5, 6, 7]. Это связано с тем, что диффузия водорода из-за высокой активности в металлах перераспределяется в объемном материале, так что она образует скопления в наиболее напряженных областях и, таким образом, увеличивает вероятность выбора образованных при наводороживании гидридов с появлением трещин, различных дефектов других типов. При перераспределении водорода по слоям особую роль играет миграция водорода, которая зависит от идеальности решетки и свойств самого металла. Дефекты кристаллической решетки влияют на многие физические свойства, в том числе на удельное сопротивление металлов.

Титановые материалы имеют большую длину границ зерен, высокую плотность по объему зерен, дефектов решетки (например, вакансий и дислокаций). Эти дефекты служат ловушками для водорода. Объемная доля дефектов в форме границ в СМК металлах (субмикроструктурных), в частности если они (материалы) получены при пластической интенсивной дислокации достигают в процентном отношении от 0.1 до 1.0 %. плотности дислокаций – 10^{14} - 10^{15} м^{-2} , а плотность вакансий может достигать 10^{-4} (в

хорошо отожженных металлах плотность дислокаций составляет $10^4 \dots 10^8 \text{ м}^{-2}$, а плотность вакансий – $10^{-23} \dots 10^{-22}$). Это дает основание предполагать, что сопротивление и способность накапливать водород в объеме из водородосодержащей среды может отличаться в зависимости от величины зерен, их границ.

1.2 Определение содержания водорода в металлах и сплавах. Анализатор водорода RHEN602

Для контрольного определения содержания водорода в исследуемых образцах применяли анализатор LECO (RHEN602). В основе принципа работы данного анализатора является плавление образца в электрической печи в инертном газе (рис. 1.1).



Рисунок 1.1. принципиальная схема устройства анализатора LECO

Регистрация водорода осуществляется по величине изменения теплопроводности носителя газа в ячейке специального назначения (термокондуктометрическая ячейка). Блок-схема анализатора дана на рисунке 1.2.

Образец для анализа помещают в тигель, который выполнен из графита. Для активизации предварительно проводят дегазацию тигля. Образец вводят в тигель из бункера, а затем электрическим нагревом тигля и образца, газ выделяют из образца, с учетом дегазации тигля во время анализа.

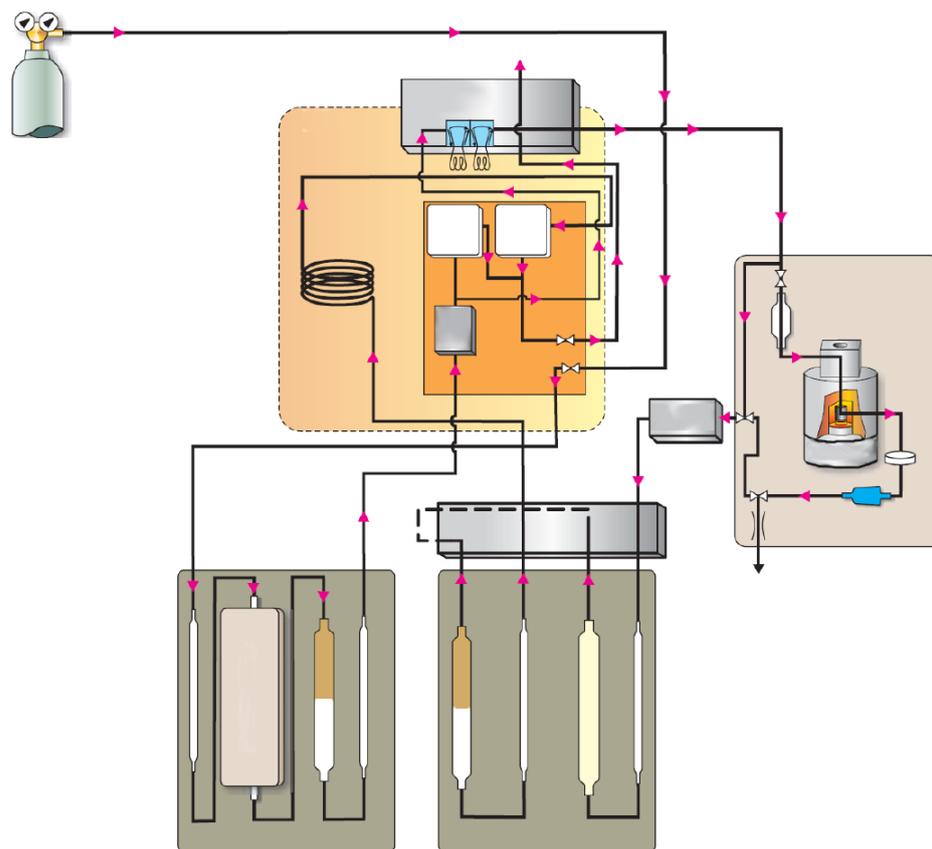


Рисунок 1.2. Блок-схема анализатора RHEN602

По мере нагревания образца, водород выделяется в транспортирующий газовый поток и проходит через участок измерения потока системы. Газ образца из печи проходит через контроллер потока массы и через реагент Schutze, который преобразовывает CO в CO₂. Потом газ образца проходит через реагенты Lecisorb и Ангидрон, которые удаляют CO₂ и влагу. Для разделения компонентов газа используют молекулярный фильтр. Молекулярный фильтр может разделить газ по размерам молекул (по диаметру или объему в зависимости от свойств фильтра). После этого разделенный газ (водород) направляют в измерительную часть ячейки. Именно в этой ячейке происходит определения содержания водорода по его количеству.

Содержание водорода в конечном итоге выводится на экран компьютера.

Технические характеристики анализатора RHEN602 LECO

Он предназначен для:

- определения содержания водорода в сплавах металлов, включая сталь;

Он имеет следующие преимущества:

- Опция для определения содержания водорода на поверхности и общее содержание;
- Опция для определения содержания водорода в небольших навесках (максимальный вес образца 7 г);
- программное обеспечение, которое позволяет устанавливать параметры измерения, проверку состояния управления печи анализатора и электродов;
- точность измерения 0,001ppm.

Его использование позволяет:

- Определение содержания водорода в различных материалах в широком диапазоне значений, т.е. от 0,005 ppm до 2500 ppm;

Он используется в научно - исследовательских и аналитических целях для оценки содержания водорода основном в алюминиевых сплавах и в сплавах титана, железа и меди.

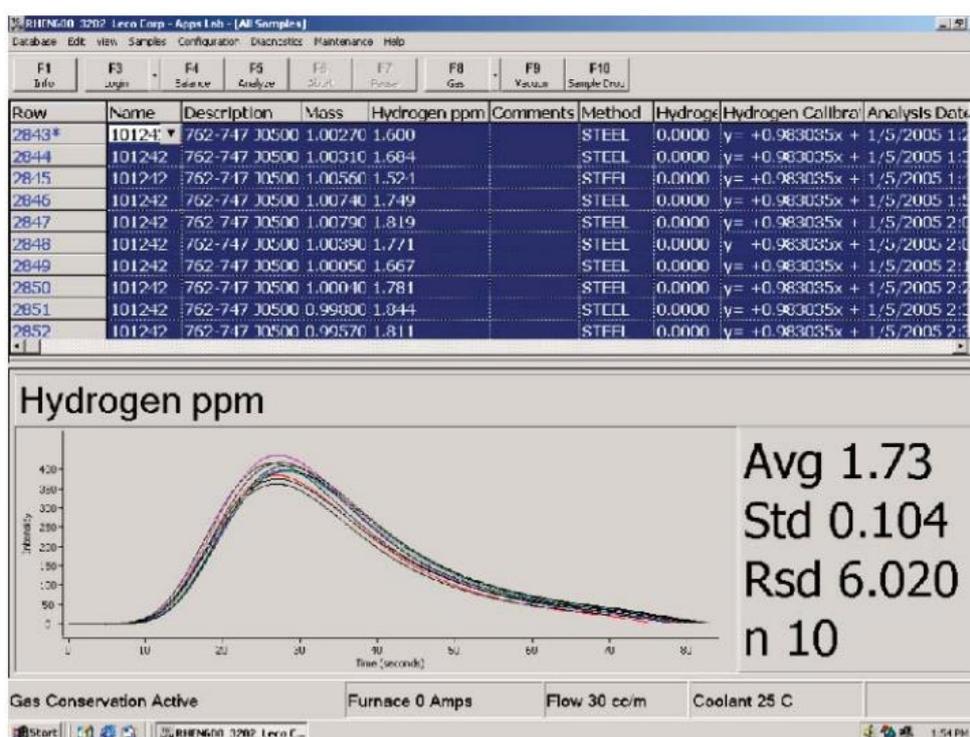


Рисунок 1.3. Стандартный интерфейс включает в себя информацию необходимых участков и статистическую обработку [8]

Каждый из этих этапов служит определенной цели для анализа.

- Шаг 1: используется для освобождения поверхности образца от водорода;

- Шаг 2: обеспечивает удаление водорода с поверхности образца, чтобы отделить от объемного водорода;

- Шаг 3: используется для обеспечения полного освобождения поверхности от водорода перед проведением объемного анализа;

- Шаг 4: используется для освобождения от водорода, не входящего в химическое соединение образца;

Программное обеспечение RHEN602 позволяет по специальной программе минимизировать время анализа и проведения анализа для поверхностного и объемного водорода. На экране дисплея имеются два разных окна (поверхностных и объемных) на основе этих значений. Далее, поверхностными и объемными значения могут быть суммированы и определено общее количество водорода. Многие приложения написаны специально для использования с LECO RHEN602.

1.3 Применение рентгеновского излучения для анализа металлов

Рентгеновское излучение – коротковолновое электромагнитное излучение с длиной волны от 10 нм до 0.01 нм. В электромагнитном спектре диапазон частот рентгеновского излучения лежит между ультрафиолетом и гамма-лучами.

Рентгеновское излучение возникает от резкого торможения движения быстрых электронов в веществе, при энергетических переходах внутренних электронов атома. Различают *сплошной* и характеристический спектры излучения.

Методы исследования вещества с помощью рентгеновских лучей носит название рентгеновской спектроскопией. Рентгенография представляет собой метод визуализации, который использует рентгеновские лучи, чтобы увидеть внутреннюю структуру непрозрачного объекта. Рентгеновские лучи, которые проходят через объект фиксируются с помощью детектора (фотопленка или цифровой детектор). Компьютерная томография (КТ), в отличие от одноцветный пленки томографии, генерирует 3D представления, используемые

для компьютерного воссоздания объекта исследования. В основе исследования периодической структуры металлов лежит дифракция Брэгга (рисунок 1.4).

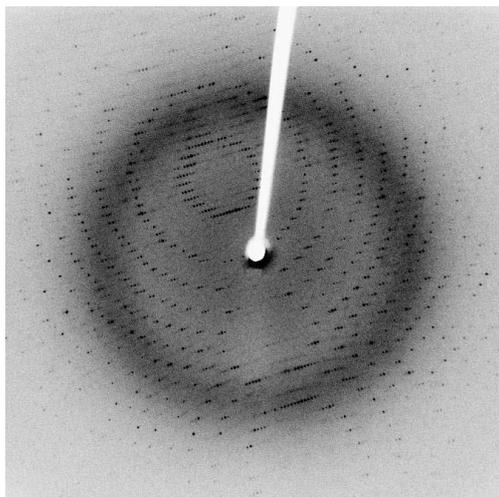


Рисунок 1.4. Дифракционная картина как результат интерференции рентгеновских лучей, проходящих через кристалл.

Условие Вульфа - Брега для рентгеновских лучей:

$$2d\sin\theta = m\lambda, \quad (1.1)$$

где d – межплоскостное расстояние, θ – угол скольжения [9,10] между отражающей плоскостью и падающим лучом, λ – длина волны рентгеновского излучения и m – порядок спектра (положительное целое число).

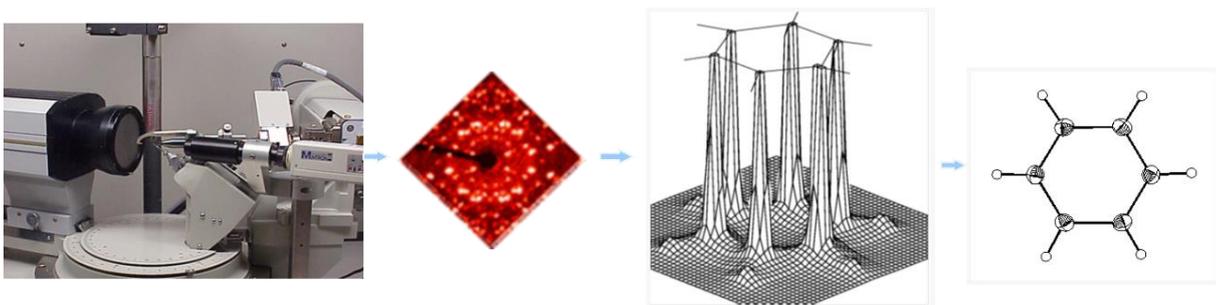


Рисунок 1.5. Этапы проведения рентген дифракционного эксперимента

Здесь (рисунок 1.5) приведены возможные результаты представления данных при рентгеноструктурном анализе.

Применение радиографии включают медицинской рентгенографии и промышленной радиографии: если объект рассматривается живое, будь то человек или животное, он рассматривается как медицинская; все остальные рентгенография рассматривается как промышленный рентгенографического

работы или промышленная компьютерная томография. Роль рентгенолога резко изменилась в результате более современным оборудованием.

Методы рентгеновской съёмки кристаллов

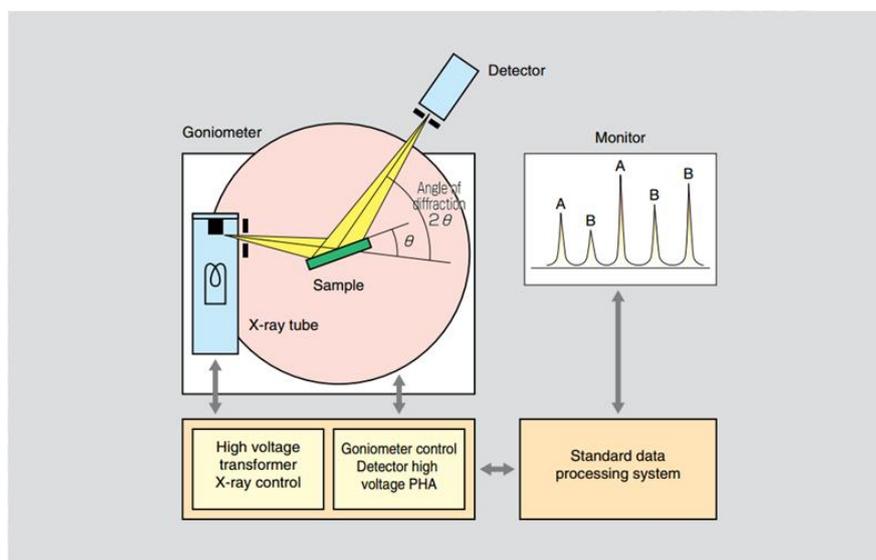


Рисунок 1.6. Схема проведения рентгеноструктурного анализа

Результат стандартного эксперимента состоит в определении структурной формулы исследуемого соединения

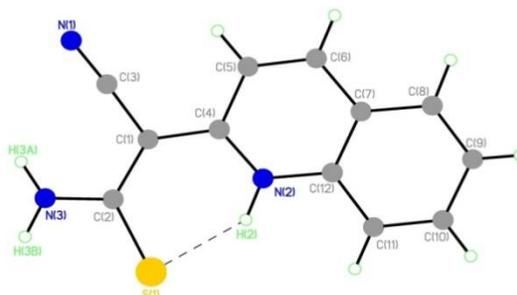


Рисунок 1.7. Результаты К.А. Лысенко (ИНЭОС РАН)

В случае прецизионного эксперимента (тщательный отбор кристалла, измерение интенсивностей, получение максимально полного массива вплоть до предельно больших углов рассеяния) появляется возможность анализа особенностей распределения электронной плотности на субатомном уровне, анализа электронной плотности, топологический анализ.

1.4 Аппаратура и методы контроля наводороживания титана

1.4.1 Измерение характеристик титанового сплава спектрометрическими методами

Здесь показано распределение водорода в титане по толщине образца. Образец имеет размеры 20x20x1 мм. Исходя из анализа рисунок 1.8. можно выделить 4 слоя. Первый толщиной δ до 0.05 мкм, второй δ от 0.05 мкм до 0.2 мкм, третий примерно от δ 0.2 мкм до 0.3 мкм и четвертый δ от 0.3 мкм и более.

Известно, что во 2-м слое отношение числа атомов титана к водороду равно TiH_2 равно 2. По кривой на рисунке, сопоставляя площади, можно найти соотношение титан/водород (в среднем) для слоев. Первый слой имеет высокое содержание водорода. Во 2-м слое отношение числа атомов титана к водороду равно TiH_2 равно 2. В третьем слое, содержание водорода быстро уменьшается, и, наконец, в четвертом слое, водород, практически не наблюдается.

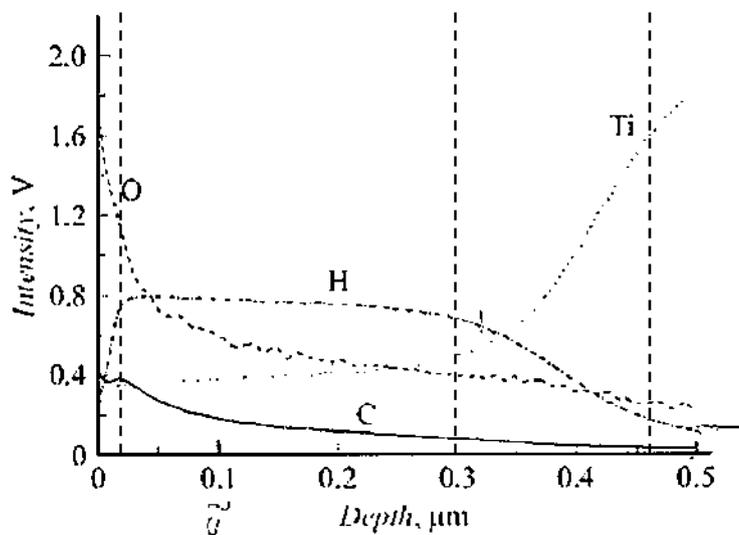


Рисунок 1.8. Профиль распределения элементов в образцах титанового сплава после насыщения водородом

Известно, что значение электропроводности титана

$$\sigma_{\text{Ti}} = 234 \times 10^4 \text{ (М.Ом)}^{-1},$$

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\omega \mu_0 \sigma / 2}}, \quad \omega = 2\pi f$$

Для каждого слоя мы можем вычислить необходимую частоту

$$f_1=4.33 \times 10^{13} \text{Hz}; f_2=2.71 \times 10^{12} \text{Hz}; f_3=1.2 \times 10^{12} \text{Hz}; f_4=1.08 \times 10^{11} \text{Hz}$$

Таким образом, для исследования малой толщины наводороженного титана, мы должны использовать высокие частоты.

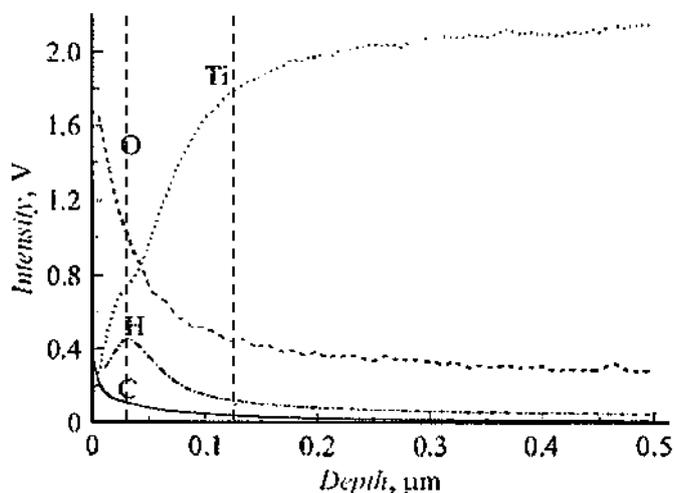


Рисунок 1.9. Профиль распределения элементов в образцах титанового сплава до насыщения водородом

Распределения элементов в образцах титанового сплава до насыщения водородом показано на рисунок 1.9. Можно выделить 2 слоя. Первый толщиной δ до 0.1 мкм, второй δ от 0.1 мкм и более. Первый слой поверхности титанового сплава невелик. Содержание водорода начинает уменьшаться с увеличением толщины. После насыщения водородом состав и структура титана изменяются.

1.4.1 Основные принципы вихретокового метода

Вихретоковый тестирование является хорошо налаженными неразрушающего контроля (NDT), метод обычно реализуется в промышленности для проверки безопасности критически важных металлических компонентов, т.к. характеризуется высокой чувствительности к мелким дефектам поверхности особенно в аэрокосмической отрасли [11]. Конструкция прибора основана на предположении, что может быть надежно обнаружен наименьший дефект с помощью методов неразрушающего контроля. Промышленные вихретоковые методы могут надежно обнаруживать длинные

0,75 мм (макс 0,38 мм глубиной) трещины на поверхности [12]. Обычные инспекции осуществляют в диапазоне от 100 Гц до 1 МГц [13], с тем, чтобы избежать вредного воздействия шума окружающей среды и неустойчивостей электрического резонанса. Как правило, жаропрочные сплавы имеют очень низкую электрическую проводимость, что приводит к относительно большим электромагнитным потерям на этих частотах. В результате не обеспечивается достаточное разрешение для малых дефектов. Для их обнаружения должны быть использованы более высокие частоты.

Более высокие частоты восприимчивы к начальным состояниям поверхности и изменения проводимости, например, с дробеструйным упрочнением или полированием (широко распространена во многих производственных процессах) [14,15]. Это приводит к более высокому уровню фонового шума.

Эффективный подход для проверки дефекта является использование усредненного сигнала, но в промышленных условиях это не всегда возможно или практично, где время и пропускная способность являются важными из-за финансовых соображений. Усреднение также будет иметь незначительное улучшение SNR на материалах, которые имеют случайный, но когерентный шум (т.е. большую роль играет структура зерна). В то время как вихретоковые массивы (ECAS) становятся все более распространенным явлением в промышленном использовании [16,17,18] из-за их способности очень быстро осмотреть большие площади, эти преимущества часто приходят за счет разрешения и чувствительности. Поэтому желательно разработать и внедрить методы, которые могут обеспечить максимальную чувствительность вихретоковых зондов.

1.4.2 Методика измерения вихревых токов (ВТ), распространяющихся в металле с водородом

Для исследования протекания вихревого тока применяют уравнения Максвелла:

$$\operatorname{rot} \vec{B} = \mu \vec{j} \quad \text{и} \quad \operatorname{rot} \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}. \quad (1.2)$$

Подставляя j из дифференциального закона Ома $\vec{j} = \lambda \vec{E}$ в первое уравнение и продифференцируем обе части по времени, получим

$$\operatorname{rot} \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = \mu \lambda \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (1.3)$$

с учетом второго уравнения Максвелла:

$$-\operatorname{rot} \operatorname{rot} \vec{E} = \mu \lambda \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}. \quad (1.4)$$

Преобразуя,
$$\nabla^2 \vec{E} = \mu \lambda \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}. \quad (1.5)$$

Или расписывая по осям, получаем

$$\frac{\partial^2 E_x}{\partial y^2} = \mu \lambda \frac{\partial E_x}{\partial t}. \quad (1.6)$$

Если
$$E_x(y, t) = E_0(y) e^{i\omega t},$$

то получаем уравнение для амплитуды $E_0(y)$:

$$\frac{\partial^2 E_0}{\partial y^2} = i\mu\lambda\omega E_0. \quad (1.7)$$

Общее решение этого уравнения

$$E_0 = A_1 e^{-ky} + A_2 e^{ky}. \quad (1.8)$$

Здесь $k = \sqrt{i\lambda\mu\omega} = \alpha(1+i)$, где $\alpha = \sqrt{\lambda\mu\omega/2}$.

Решение задачи с учетом гармонической зависимости $E_x(y, t)$ имеет вид:

$$E_x(y, t) = A_1 e^{-\alpha y} e^{i(\omega t - \alpha y)}. \quad (1.9)$$

с помощью соотношения $\vec{j} = \gamma \vec{E}$, получаем, плотность тока в проводнике

$$j_x(y, t) = j_0 e^{-\alpha y} \cos(\omega t - \alpha y). \quad (1.10)$$

Плотность тока убывает с глубиной проникновения в проводник по экспоненциальному закону $j(y) = j_0 \exp(-y/\delta)$,

$$\delta = 1/\alpha = 1/\sqrt{\omega\mu\mu_0 \lambda/2} \quad (1.11)$$

где δ величина, характеризующая глубину проникновения тока или толщину скин-слоя, j_0 – плотность тока у поверхности проводника. Последнее соотношение можно использовать для послойного анализа содержания водорода в титане.

Магнитные свойства сплавов титана

Согласно данным [19] растворение водорода и дейтерия в титане сопровождается изменением магнитной восприимчивости образующихся сплавов. Как видно из кривой, приведенной на рисунке 1.10. наблюдается пропорциональная зависимость.

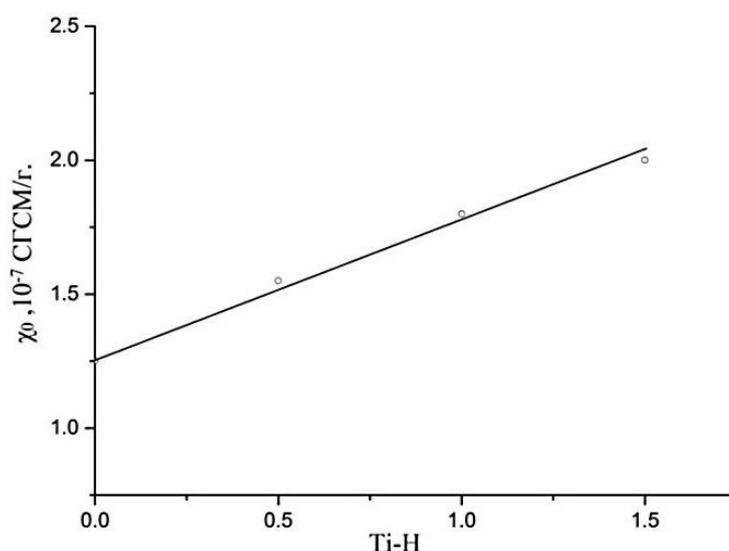


Рисунок 1.10. Влияние содержания водорода на магнитную восприимчивость сплавов Ti-H, при $T = 0$ К.

Концентрационная зависимость χ (Т) линейна и может быть аппроксимирована уравнением $\chi_0 = (1,41 + 0,39 n) 10^{-7}$ СГСМ / г. Магнитная восприимчивость чистого Ti при температурах (от 80 до 500 К) заметно увеличивается с ростом температуры, а зависимость χ (n) для гидрида имеет максимум в районе комнатных температур (рисунок 1.11). Такая зависимость связана со структурным превращением кубического гидрида в тетрагональный, происходящим при $T = 296$ К. Кроме того, что величина $\chi_{кр}$ с увеличением содержания водорода в твердом растворе несколько повышается.

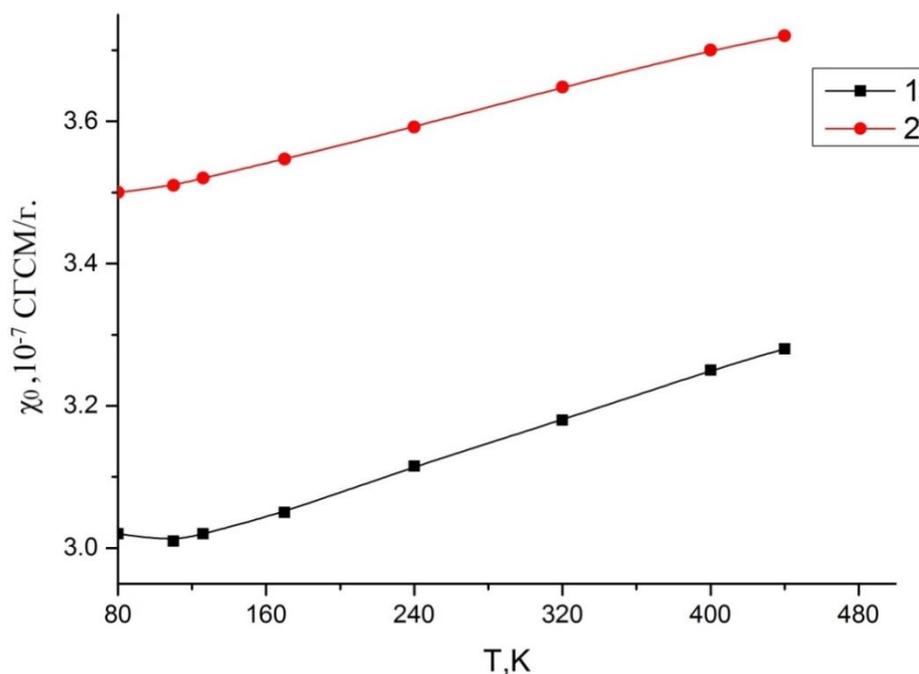


Рисунок 1.11. Температурная зависимость магнитной восприимчивости чистого титана (1) и его гидридов разного состава: $n = 1,00$ (2)

Из проведенного анализа следует, что по измерению магнитной восприимчивости χ наводороженного титана можно судить о концентрации водорода в титане. При этом следует принимать во внимание наличие примесей других металлов.

1.5 Расчет и измерения электросопротивления титана на постоянном токе

1.5.1 Методика расчета плотности дислокаций рентгеновским методом

Как уже было сказано выше по уширению рентгеновских линий можно определять плотность дислокаций. Для этого снимали рентгеновский спектр титана по линиям (0111) и (0113). Использован дифрактометр коллективного пользования ТПУ Shimadzu XRD-6000 в излучении Си- $K\alpha$. Уширение спектра позволяет плотность дислокаций рассчитать по формуле :

$$N_d = \frac{\pi\beta^2 \text{ctg}^2\theta}{16b^2}, \text{ м}^{-2}, \quad (1.12)$$

где уширение линий спектра рентгеновских лучей обозначено знаком β , максимум рентгеновской линии соответствует угол Θ , вектор Бюргерса - b .

Вектор Бюргерса служит для описания искажения решетки кристалла вокруг дислокации.

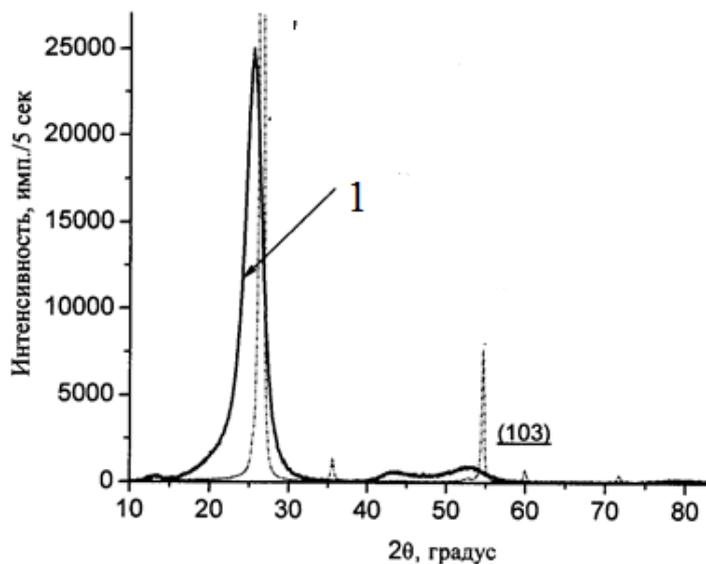


Рисунок 1.12. Пример рентгеновского спектра исследуемого образца титана VT1-0 (цифрой 1 показана область полуширины пика)

Линейные дефекты относятся к основным видам дефектов. К ним принадлежат краевые и винтовые дислокации. Если в решетке есть «лишняя полуплоскость» решетки кристалла, то это и есть краевая дислокация. При этом решетка напряжена, т.е. упруго искажена. Векторы Бюргерса могут иметь разную ориентацию, т.е. дислокации в кристаллах имеют разные знаки. Обращает тот факт, что существует притяжение и отталкивание дислокаций, как у электрических зарядов [20].

1.5.2 Методика расчета изменения удельного сопротивления металл-водород за счет дислокаций

Изменение электросопротивления на единицу плотности дислокаций и дефектов определяется соотношением [24]:

$$\frac{\rho}{N} = \frac{6\pi^2 h Q}{e^2 F}, \quad (1.13)$$

где F – площадь поверхности Ферми, Q – сечение рассеяния электронов на дефекте, h – постоянная Планка. Для металлов с сферической поверхностью Ферми.

$$\frac{\rho}{N} = \frac{3\pi hQ}{2e^2 k_F^2} \quad (1.14)$$

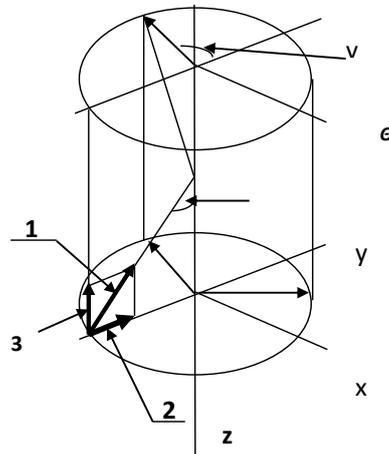


Рисунок 1.13. Геометрия рассеяния электронов на дислокации. Обозначения: 1 – волновой вектор k , 2 – k_{\perp} – волновой вектор, перпендикулярный оси z , 3 – k_{\parallel} – волновой вектор, направленный вдоль оси z , 4 – угол ϕ , r – полярный радиус.

В частности, формула применима для меди, сферическая поверхность Ферми которых близка к площади сферы свободных электронов. Вклад краевых и винтовых дислокаций в электросопротивление учитывается методом парциальных волн на основе модели дислокации. Ядро дислокации аппроксимируется отрицательно заряженным полым цилиндром атомного радиуса a . Удельное электросопротивление единицы плотности линейных дефектов рассчитывается по формуле [25]

$$\rho_L / N_L = \frac{\hbar k_F \Omega_a Q}{n_s e^2} \quad (1.15)$$

По величине ρ_L / N_L и расстоянию между линейными дефектами в границе D , можно оценить вклад границы зерен в изменение удельного электросопротивления (проводимости). Как правило, границы зерен рассчитывают на единицу плотности зерен приходящуюся на единичный объем кристалла.

$$\rho_G / N_G = \rho_L / N_L D \quad (1.16)$$

Для кубических структур

$$\rho_G / N_G = \frac{2\rho_L \sin \theta / 2}{N_L b}, \quad (1.17)$$

Где

$$b = \begin{cases} b_B, \theta \leq \theta_C \\ 2D_C \sin(\theta/2), \theta_C \leq \theta \leq \theta^* \\ 2D_C \sin(\theta^*/2), \theta^* \leq \theta \leq \theta_S/2 \end{cases}$$

$\Theta_S/2$ - угол максимальной разориентировки дефекта. Угол Θ_S определяется периодичностью структуры при повороте относительно соответствующей оси разориентировки. Для кубических структур $\Theta_S = \pi/2$. На рисунок 1.14 представлены зависимости сечения рассеяния Q и его компонентов QP , QR , QI от величины волнового вектора k для меди в интервале углов разориентировки $0 < \Theta < \Theta_C$.

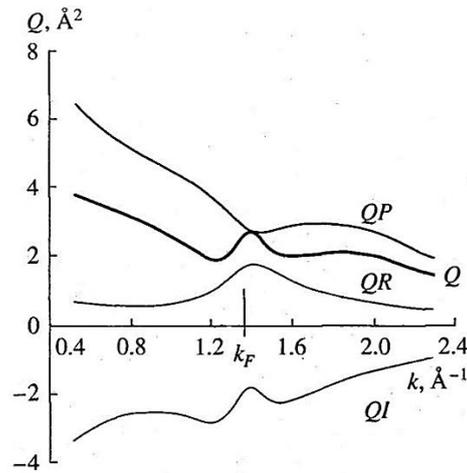


Рисунок 1.14. Зависимость сечения рассеяния на линейных дефектах, составляющих малоугловую границу в меди (пример), от величины волнового вектора (Q – общее сечение рассеяния; QP , QR , QI – потенциальная, резонансная и интерференционная составляющие)

Таким образом, изменяя частоту вихревого тока, можно изменять глубину его проникновения в металл и оценивать распределение дефектов на разной глубине.

1.5.3 Исследование зависимости размеров зерен наводороженного титана от содержания водорода в титане

Известно, что внутренние границы раздела (зерен и фаз) во многом определяют механические свойства, характер деформационного поведения и разрушения металлических материалов. В связи с этим в последние годы интенсивно разрабатываются и исследуются поликристаллические материалы с ультра мелкозернистой (или нано-) структурой (размер зерна меньше 1 и 0,1 мкм, соответственно) и, как результат, повышенной протяженностью внутренних границ раздела. Среди методов получения ультра мелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов наиболее перспективными с практической точки зрения представляются методы интенсивной пластической деформации (ИПД), позволяющие получать УМЗ структуру в объемных заготовках металлических материалов. Формирование такой структуры с помощью методов ИПД, помимо измельчения зерен, приводит к повышению энергии границ раздела в результате взаимодействия с дефектами кристаллической решетки и, как следствие, изменению физико-механических свойств металлов и сплавов, сообщают авторы научной статьи.

Уточняется, что в настоящее время практически отсутствуют работы по исследованию сверх пластичности в ультра мелкозернистых титановых сплавах переходного класса. В связи с этим, в настоящей работе были проведены исследования влияния различного содержания легирующих элементов и доли β -фазы на механические и сверхпластичные свойства титановых сплавов с УМЗ структурой, полученной воздействием интенсивной пластической деформации.

С использованием методов просвечивающей и растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, а также испытаний на растяжение в широком интервале температур, изучают влияние различной доли β -фазы на механические и сверхпластичные свойства титановых сплавов с ультра мелкозернистой структурой (размер зерен $d \sim 0,2$ мкм), полученной методом всестороннего прессования. Формирование указанной структуры приводит к

увеличению механических свойств на 30-50% и снижению температуры начала реализации сверх пластического течения до 823К по сравнению с крупнозернистыми аналогами независимо от фазового состава и концентрации легирующих элементов.

Последнее может быть связано с активацией контролируемого диффузией зерно граничного проскальзывания в случае неравновесных границ раздела в материалах, полученных воздействием интенсивной пластической деформации.

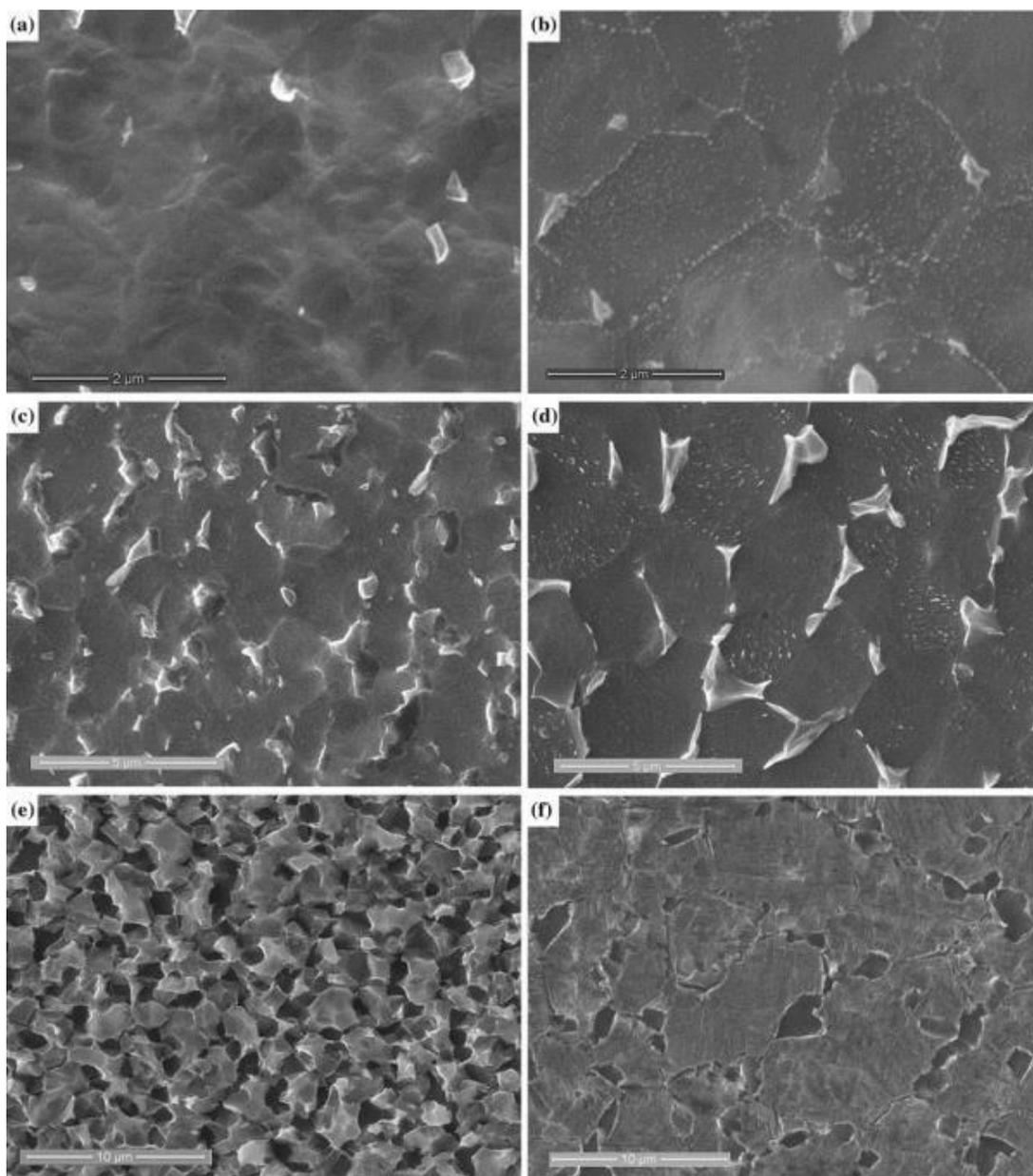


Рисунок 1.15. Поверхностная микроструктура титановых сплавов, подвергнутых сверхпластической деформации.

Установлено, что доля β -фазы и характер ее выделения оказывают существенное влияние на температурный интервал реализации сверхпластичного течения, а также на максимальные показатели относительного удлинения до разрушения. β титановый сплав Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe с большой долей β -фазы (>34%) в условиях сверх пластичности получают деформации без разрушения (>1300%) и экстремально низкие значения величины напряжения течения, что может быть связано с активацией зернограничного проскальзывания, обусловленного увеличением коэффициента диффузии по межфазным границам в случае микро дуплексной структуры.

1.5.4 Учет послойного изменения электропроводности при распространении вихревых токов

Для определения содержания водорода необходимо выбрать два требуемых значения толщины слоев металла a_1 и a_2 , затем определить их разность (рисунок 1.16.). По показаниям вихретокового датчика вычисляют значения сопротивлений R_1 слоя a_1 и R_2 слоя a_2 в зависимости от углового положения датчика (рисунок 1.16.). Из всех измеренных значений сопротивлений следует выбрать максимальные значения. Согласно теории вихревой ток проникает в металл в слой толщиной a . Толщина слоя

$$a = \frac{Rb}{\pi f \mu \mu_0 l} \quad (1.18),$$

где R – сопротивление слоя a , f – частота вихревого тока, μ – магнитная проницаемость металла, μ_0 – магнитная постоянная, b и l геометрические размеры образца.

Сопротивление R и электропроводность σ связаны формулой.

$$R = \frac{l}{\sigma ab} \quad (1.19).$$

Из схемы рисунок 1.16. легко видеть, что проводимость слоя σ_x толщиной $a_2 - a_1$ равна

$$\sigma_x = \frac{l(R_1 - R_2)}{a_x b R_2 R_1} \quad (1.20).$$

Размер l , который входит в формулу (1.18) должен соответствовать измеренным значениям вихревого тока в зависимости от площади сечения образца (рисунок 1.16). Значение $a_2 - a_1 = a_x$ соответствует толщине и координате слоя, в котором необходимо определить содержание водорода. Искомое содержание водорода в слое a_x определяют по эталонной зависимости электропроводности от содержания водорода в металле.

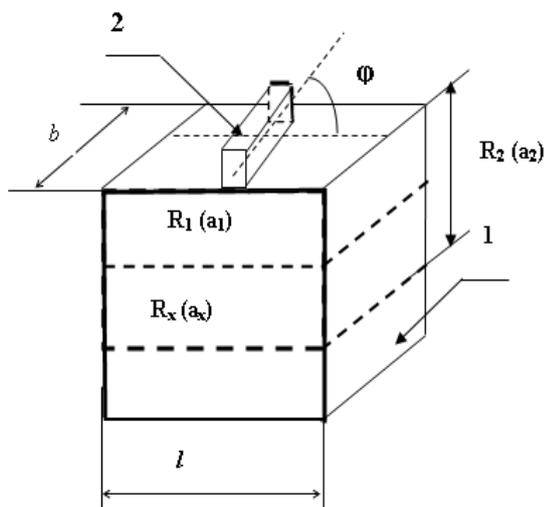


Рисунок 1.16. Схема положения датчика на поверхности металла: 1- образец металла, 2-вихрековый датчик l, b – геометрические размеры образца

Таким образом, для определения содержания водорода на определенной глубине наводороженного образца, например, для слоев a_1 и a_2 , по формуле (1.18) рассчитывают частоты f_1 и f_2 , измеряют на этих частотах сопротивления R_1 и R_2 в зависимости от углового расположения датчиков. Выбирают из них максимальные значения и по формуле (1.20) находят электропроводность слоя σ_x , расположенного на глубине $a_2 - a_1$. Затем по эталонной зависимости для значения σ_x определяют содержание водорода в слое металла.

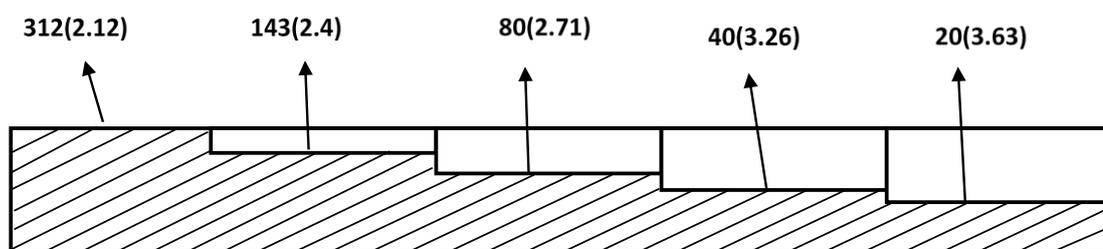


Рисунок 1.17. Схема эталона для послойного определения содержания водорода в металле (цифрами указано содержание водорода в единицах ppm в соответствующем слое образца и его проводимость)

Для послойного измерения содержания водорода в металле эталон изготавливают следующим образом. В образце из наводороженного титана делают вырезы по глубине образца.

Чем меньше глубина выреза, тем точнее эталон (рисунок 1.17.). На рисунок 1.17. цифрами в скобках дано соответствующее значение проводимости. Толщина ступеньки равна 0.2 мм. Вырезанный металл в каждом слое тщательно собирают и определяют содержание водорода в каждом слое на анализаторе водорода RHEN 602 фирмы LECO. В каждый вырез (углубление) последовательно помещают датчик вихретокового прибора и измеряли вихревой ток и сопротивление слоя R .

1.5.5 Применение метода диэлектрических потерь для анализа наводороживания металла при распространении в нем вихревых токов

Для целей диагностики состояния водорода в титане можно применить величины диэлектрических потерь. Введем понятие величины диэлектрических потерь в наводороженном титане. Измерение этой величины позволяет более чувствительно измерять распределение водорода в образце титана в зависимости от глубины.

Данное понятие широко используется при анализе свойств полупроводников. По определению тангенс угла диэлектрических потерь равен

$$\operatorname{tg}\delta = j_a/j_r, \quad (1.21)$$

где j_a – плотность активного тока, j_r – плотность реактивного тока. В слабых электрических полях, которые реализуются в магнитном спектрометре ЗМА, плотность тока можно вычислить, используя закон Ома в дифференциальной форме, $j_a = \sigma E$, где σ – проводимость титанового образца, E – напряженность электрического поля. Образец из титана представляет собой плоскую пластину площадью S и длиной d (модель конденсатора емкостью C), в котором распространяется вихревой ток. Поэтому

$$j_r = I_r / S = \omega C U / S = \omega \varepsilon_0 \varepsilon E \quad (1.22)$$

где ε_0 – электрическая постоянная, ω – циклическая частота вихревого тока, ε – диэлектрическая проницаемость материала. Тогда тангенс угла диэлектрических потерь равен

$$j_r = j_a / j_r = \sigma / \omega \varepsilon_0 \varepsilon . \quad (1.23)$$

Диэлектрические потери в исследуемом материале связаны с особенностями структуры титанового сплава в наводороженном состоянии.

В веществах с плотной упаковкой атомов в присутствии примесей (рисунок 1.18), дефектов, дислокаций, искажающих решетку, диэлектрические потери возрастают. Обычно потери связывают с явлением поляризации и изменением электропроводности. Здесь могут быть заметны потери от электропроводности. На это указывает измерения электропроводности в работе [21]. При этом как показывает экспериментальные данные, примеси даже в малом количестве резко увеличивают диэлектрические потери. Так в диапазоне частот от 10 до 10^4 герц тангенс угла диэлектрических потерь изменяется на три порядка. Для исследованных концентраций водорода в титане характерны две ветви для зависимости $\text{tg}\delta$, возрастающая и ниспадающая. Потери, возрастающие с увеличением частоты, и потери заметно возрастающие с увеличением температуры, когда $\text{tg}\delta$ уменьшается с увеличением частоты. Такая зависимость в литературных источниках приписывается дипольному характеру структуры материала. Потери первого вида объясняются релаксационной поляризацией. Они, например, сильно выражены в веществах с

ионной структурой (рисунок 1.18). Чистые вещества обладают небольшими релаксационными потерями. Введение примесей приводит к возрастанию диэлектрических потерь вследствие нарушения структуры титанового сплава [22].

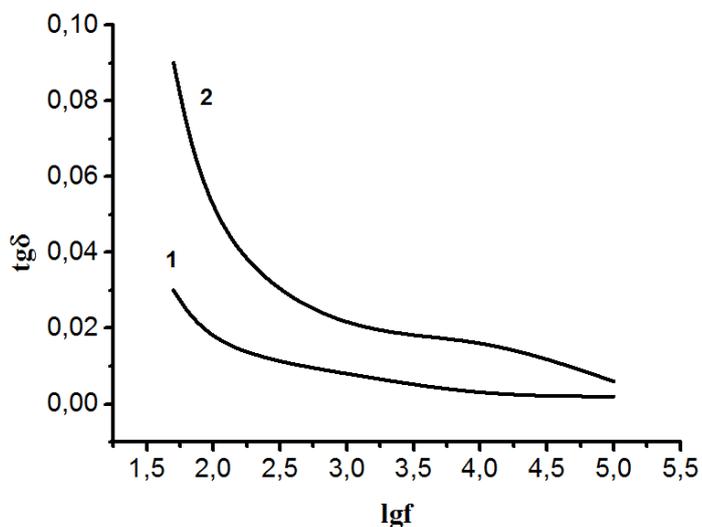


Рисунок 1.18. Пример зависимости $\operatorname{tg} \delta$ от частоты для NaCl (1- без примесей, 2 – с примесями)

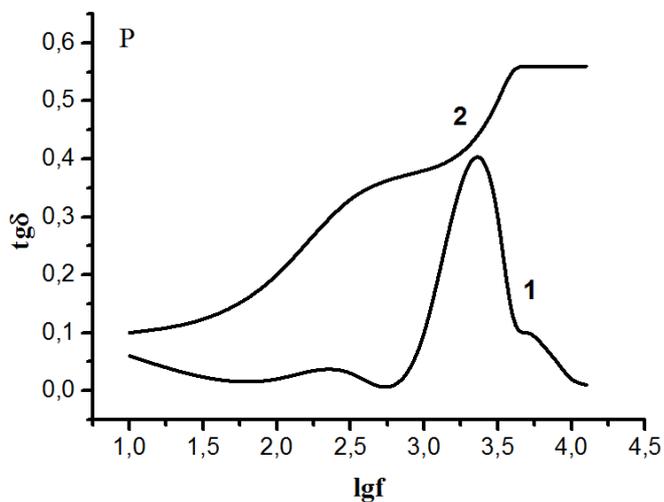


Рисунок 1.19. Пример зависимости тангенса угла диэлектрических потерь от частоты для веществ с дипольным строением

Причины большого различия в диэлектрических потерях объясняются тем, что электронная поляризация в диэлектриках устанавливается за различные времена.

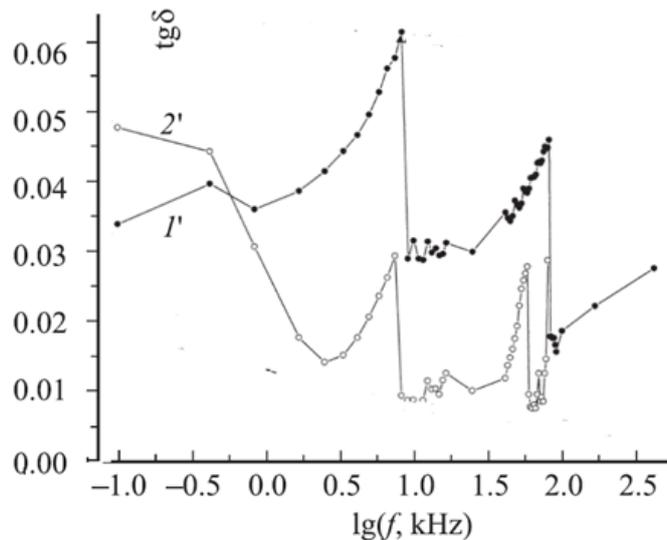


Рисунок 1.20. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь для пленки Ta_xO_y на подложке GaAs без обработки (1') и после обработки в плазме кислорода (2') [23].

Коэффициент потерь меняется с изменением частоты, содержания примесей (рисунок 1.18), температуры и влажности. Содержание добавок в композиционных материалах сопровождается большими значениями $tg\delta$ (рисунок 1.19). Диэлектрические потери характеризуются частотной зависимостью отдельно для каждого материала. Они определяются для каждого материала отдельно, т.е. зависят от свойств молекул самого материала и от состава примесей, входящих в образец. Диэлектрические потери обязательно имеют один или два максимума при одной или даже нескольких частотах одновременно (см. рисунок 1.20). и также определяются типом молекул. Это обстоятельство весьма удобно использовать в случае с водородом. Поскольку происходит поляризация молекул при наложении поля, то положение максимумов связано с собственными частотами молекул. В целом возможен поворот целого домена, если речь идет о твердом диэлектрике типа сегнетоэлектрика или для жидкого диэлектрика. Благодаря подвижности водорода, образованию гидридов и ковалентной связи, можно ожидать отклика наводороженного титана. В целом же структуру веществ изучает диэлектрическая спектроскопия в ходе частотного поведения потерь.

Анализ приведенных данных позволяет сделать вывод о применимости предлагаемого метода для исследования процессов наводороживания титана методом диэлектрических потерь.

ГЛАВА 2 Экспериментальные результаты

2.1 Исследование чувствительности магнитного спектрального анализатора ЗМА-II.

2.1.1 Исследование свойств параметров чувствительности

Вихревые токи, распространяющиеся в образце, проникают в него на различную глубину и охватывают на разной глубине различные площади образца. Для того, чтобы это учесть исследовались следующие параметры.

Параметром выбрано отношение $\xi = (\Delta U/U)/(\Delta d/d)$, где $\Delta U/U$ относительное приращение (изменение) сигнала магнитного спектрометра (МС), возникающее вследствие изменения $\Delta\delta/\delta$ глубины проникновения δ вихревого тока в металл, $\Delta d/d$ – относительное изменение толщины образцов, подвергаемых измерению.

Кроме того, измеренный магнитным спектрометром сигнал зависит от площади образца, на которой устанавливают датчик спектрометра. Поэтому исследована чувствительность спектрометра по площади в виде соотношения $(\Delta\varepsilon/\varepsilon)/(\Delta S/S)$, где $\Delta S/S$ – относительное изменение площади образца.

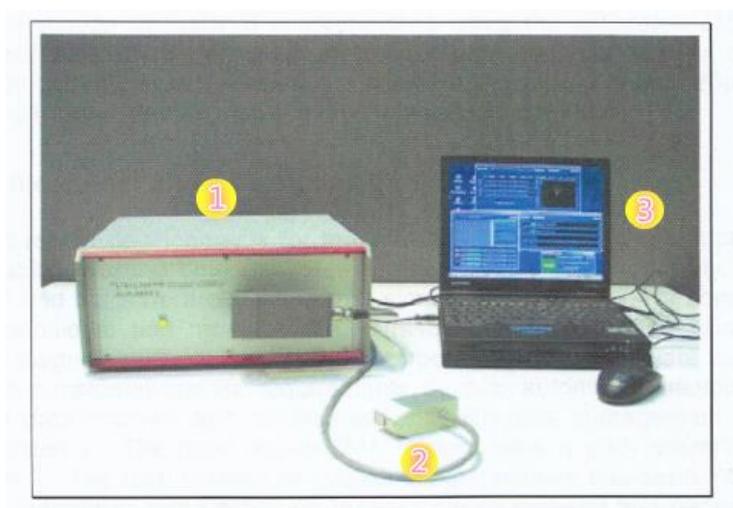


Рисунок 2.1. Магнитный спектрометр ЗМА (Германия, Fraunhofer) (1 – генератор вихревого тока, 2– вихретоковый передатчик, 3 – компьютер для обработки информации)

Здесь же с целью выяснения общей чувствительности измерений по отдельным составляющим вихревых токов дополнительно проведены измерения U_{Re} – активной часть напряжения, U_{Im} – реактивная часть напряжения, Ph – значение фазы, U – общее напряжение.

Используемый прибор представлен на рисунок 2.1.

Результаты измерений представлены графически на рисунках 2.2 – 2.6.

На рисунках приняты следующие обозначения: U_{Re} – активная часть напряжения, U_{Im} – реактивная часть напряжения, Ph – значение фазы. Их линии пересекаются. Таким образом, эти переменные не могут дать хорошее представление чувствительности. Поэтому были исследованы параметры ξ и U – общее напряжение, $\xi = (\Delta U/U)/(\Delta d/d)$. Таким образом, мы можем выбрать эти две переменные как эффективные параметры чувствительности.

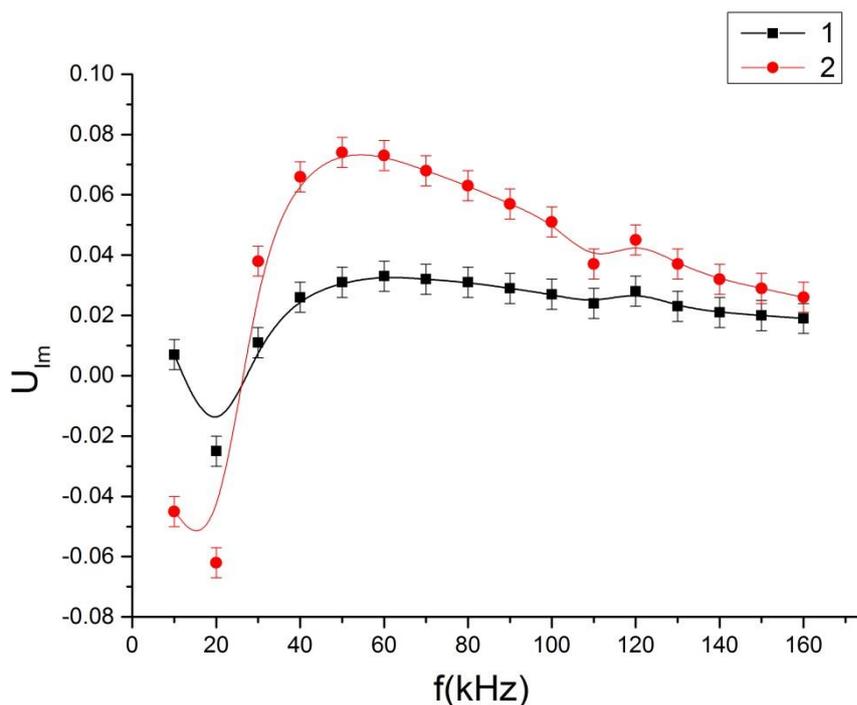


Рисунок 2.2 Зависимость параметров реактивной части напряжения магнитного спектрометра от частоты вихревого тока (титан) (1 - после насыщения водородом; 2 - до насыщения водородом)

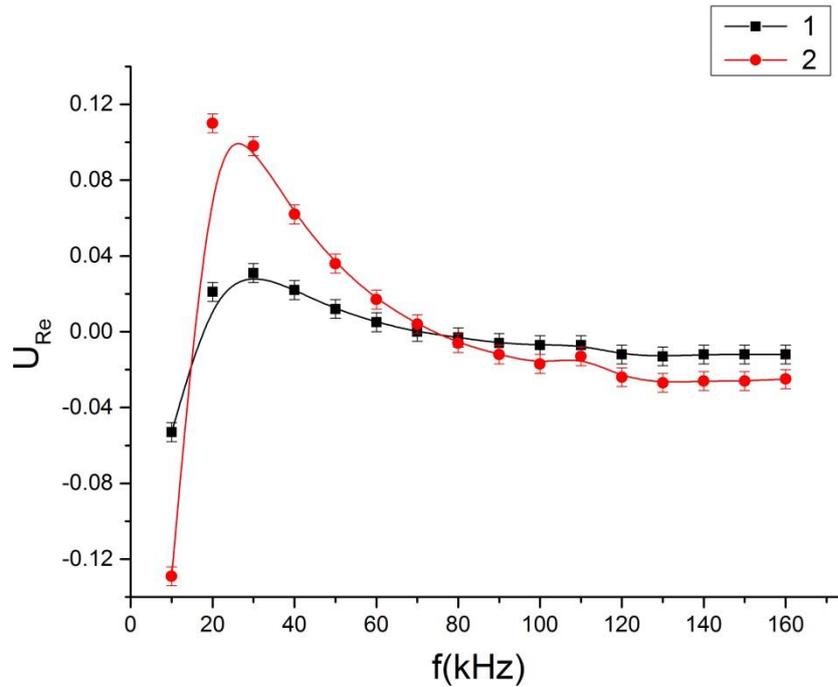


Рисунок 2.3. Зависимость параметров активной части напряжения датчика магнитного спектрометра от частоты вихревого тока (титан) (1 - после насыщения водородом; 2 - до насыщения водородом)

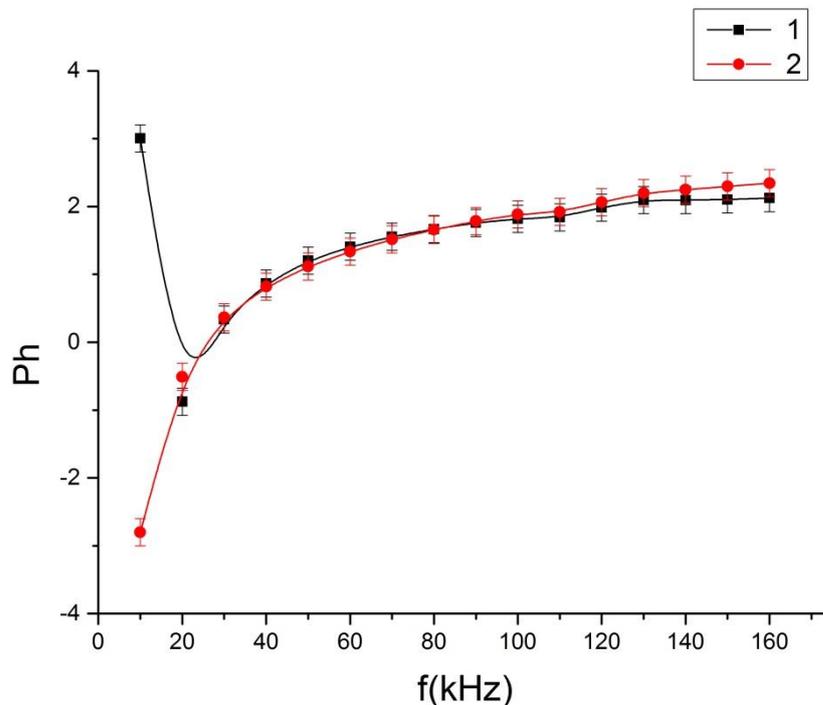


Рисунок 2.4. Зависимость параметров значения фазы чувствительности датчика магнитного спектрометра от частоты вихревого тока (титан) (1 - после насыщения водородом; 2 - до насыщения водородом)

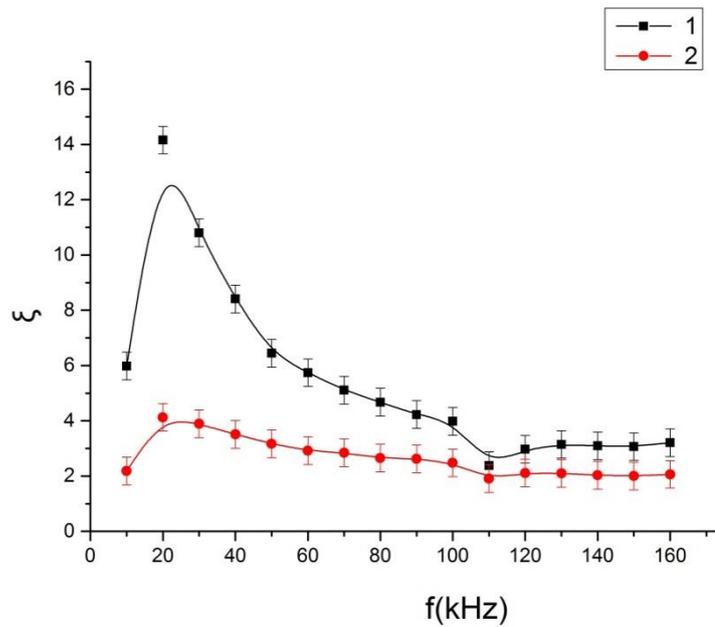


Рисунок 2.5. Зависимость параметров чувствительности ξ спектрометра от частоты вихревого тока (титан) (1 - после насыщения водородом; 2 - до насыщения водородом)

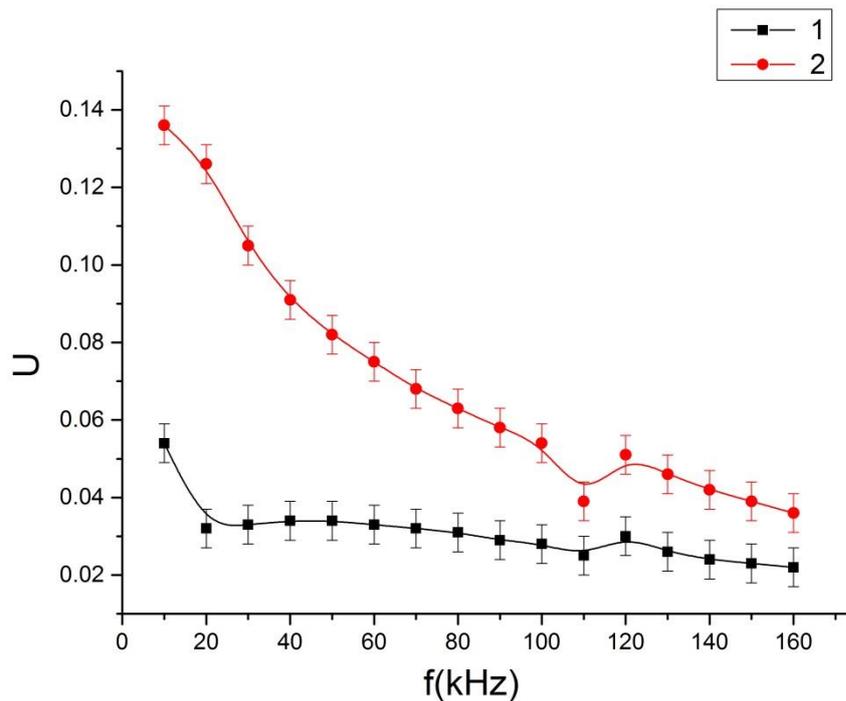


Рисунок 2.6. Зависимость параметров чувствительности общем напряжении спектрометра от частоты вихревого тока (титан) (1 - после насыщения водородом; 2 - до насыщения водородом)

Чем больше крутизна графика, тем выше чувствительность магнитного спектрометра по отношению к измеряемым величинам. Т.е. небольшое изменение, например, частоты, вызывает большое изменение вихревого тока. Это означает, что точность измерения возрастает. Для численного определения чувствительности в каждой точке кривой графика нужно определять производную dU/df от содержания водорода в титане.

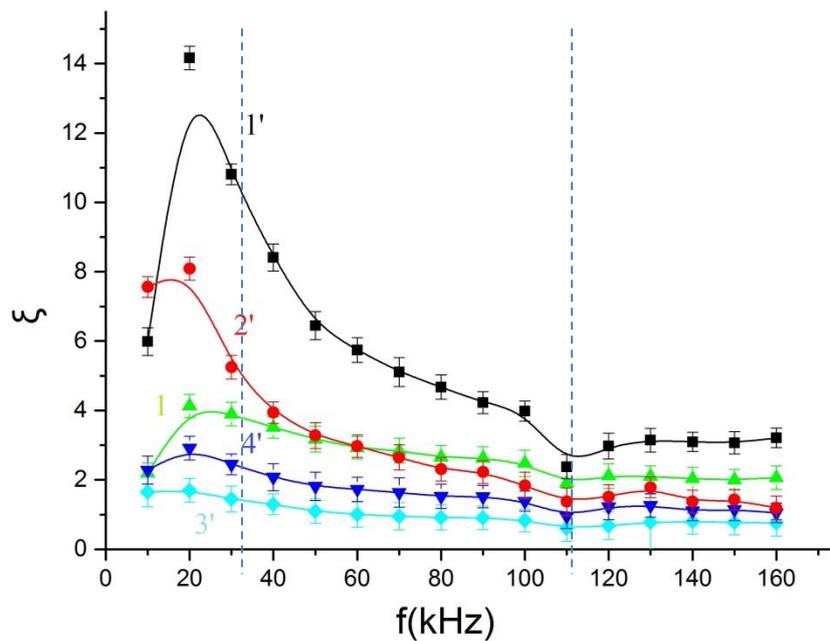


Рисунок 2.7. Зависимость параметров чувствительности ζ спектрометра от частоты вихревого тока (титан) (1 - до насыщения водородом; 1', 2', 3', 4' - после насыщения водородом, 1' - 0.0341 wt%, 2' - 0.0505 wt%, 3' - 0.0586 wt%, 4' - 0.0626 wt%)

Можно выделить 3 слоя. Для диапазона частот (20-100 kHz) получаем наилучшие результаты измерения. Наклоны кривых в каждой точке показывают нам различное содержание водорода. Чем меньше угол наклона, тем больше содержание водорода.

Концентрацию водорода в титане определяем по следующей формуле:

$$wt\% = \frac{m_H^+ - m_H^-}{m_H^+},$$

где: m_H^+ m_H^- – массы образца после и до наводороживания.

Для того чтобы определить погрешность каждого образцов, необходимо определить величину ζ . Здесь $\zeta = (U_1 - U_n) / U_1$.

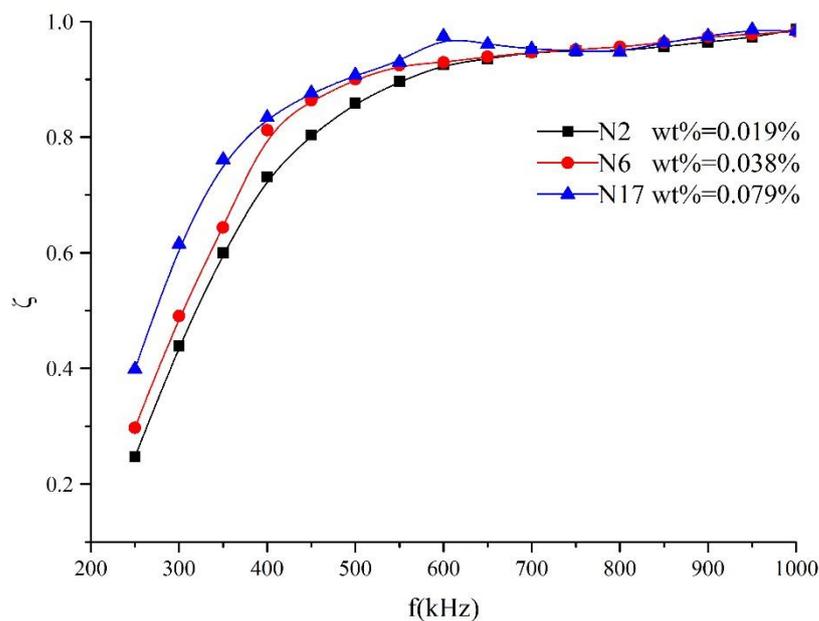


Рисунок 2.8. Зависимость ζ от чистоты вихревого тока

Видно, что чем больше концентрации водорода, тем быстрее параметр ζ стремится к единице. Это заметно для частот более 700 кГц. Если провести перпендикуляр на любой частоте, то можно проследить по значению параметра ζ содержание (концентрацию) водорода в титане на определенной глубине (см. рис. 2.8). Для этого необходимо рассчитать глубину проникновения вихревого тока в титановый сплав.

2.1.2 Исследование послойного содержания водорода в титане вихревыми токами

Глубина проникновения можно рассчитать по скин-эффекту по следующей формуле

$$\delta = 1/\alpha = 1/\sqrt{\omega\mu\mu_0} \lambda/2$$

Данные расчета глубины проникновения для титана приведены в таб. 2.1.

Таблица 2.1. Глубина проникновения в разных часах для титана

f (kHz)	200	250	300	350	400	450	500	550	600	650	700	750
δ , мм	0.74	0.66	0.6	0.556	0.52	0.49	0.465	0.44	0.42	0.41	0.39	0.38
f (kHz)	800	850	900	950	1000	1100	1300	1600	1800	2000	2500	3000
δ , мм	0.368	0.357	0.347	0.338	0.329	0.314	0.289	0.26	0.245	0.233	0.21	0.19

Чтобы послойно анализировать свойства титана по вихретоковому методу, следует определить Δd , d и d_n по схеме предложенной нами (см. ниже)

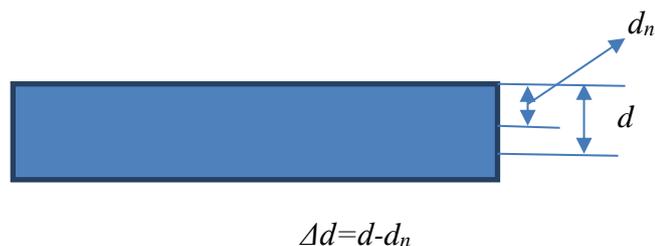


Схема послойного определения водорода в титановом сплаве

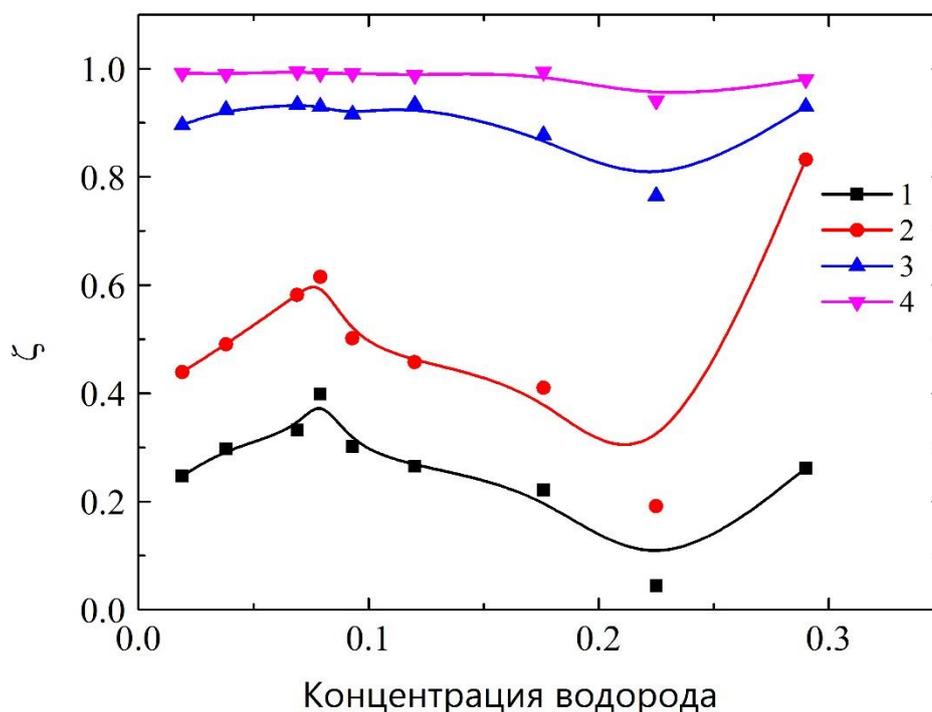


Рисунок 2.9. Зависимость параметр ζ от концентрации водорода (для Δd . 1-0,08мм; 2-0,14мм; 3-0,3мм; 4-0,426мм)

Из рисунков 2.9, 2.10, видно, что, используя данные результаты, можно послойно анализировать образцы титана вихретоковым методом.

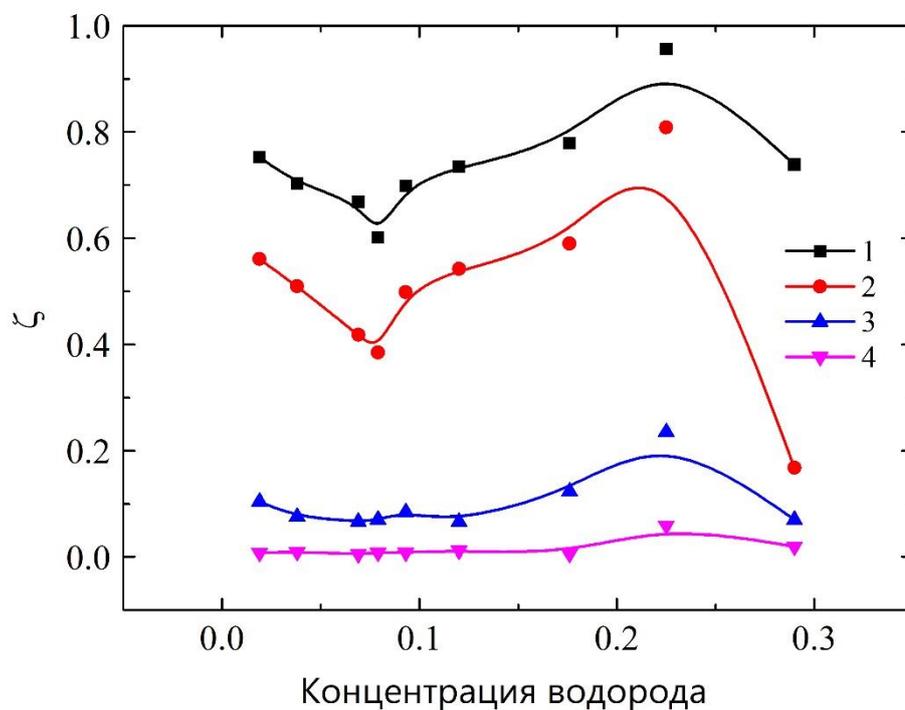


Рисунок 2.10. Зависимость параметр ζ от концентрации водорода (для d . 1-0,66мм; 2-0,6мм; 3-0,44мм; 4-0,314мм)

Из рисунка 2.10. следует, что для концентрации водорода (0-0,2 wt%), чем меньше глубина проникновения, тем меньше изменения исследуемого параметра.

2.2 Исследование электросопротивления наводороженного титана в зависимости от концентрации водорода при постоянном токе

Для того чтобы измерять концентрацию водорода в наводороженном титане полезно проследить изменение его сопротивления постоянному току при разных содержаниях водорода в образце. Для анализа проведены измерения удельного сопротивления титана четырёхзондовым методом. Результаты показаны в рисунке 2.11.

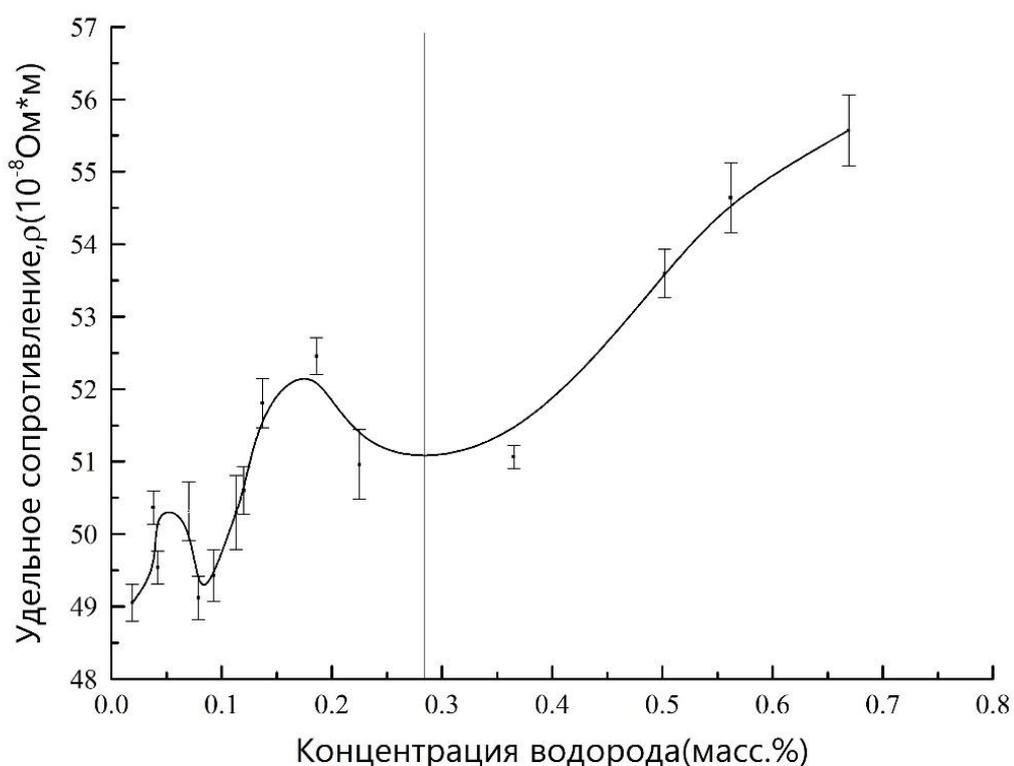


Рисунок 2.11. Зависимость удельного сопротивления от концентрации водорода для титана VT1-0

Можно выделить три области. Первая область от 0 до 0,85 масс.% концентрации водорода. Второй пик наблюдается от 0,85 до 0,29 масс.% концентрации водорода. Этот пик аналогичен результатам для палладия [19]. Далее удельное сопротивление монотонно увеличивается при увеличении концентрации водорода.

2.3 Исследование зависимости электросопротивления от размеров зерен наводороженного титана

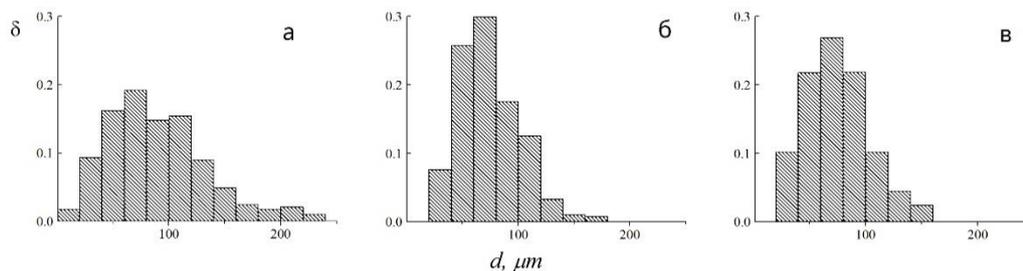


Рисунок 2.12. Распределения зерен по размерам δ в исходном – а и наводороженных состояниях сплава: $C_H = 520\text{ppm}$ - б, $C_H = 870\text{ppm}$ - в

На рисунок 2.12. δ - размер зерна. Из рисунок 2.12. видно, что в исходном образце главным образом 84% всех зерен – это зерна размером 30-130 μm (84%). Из графиков б и в для разных концентраций водорода (520 ppm, 870ppm), следует, что отсутствуют зерна размером около 10 μm . Для концентрации водорода 520 ppm, основными являются размеры зерна 30-110 μm (93,4%). Для концентрации водорода 870 ppm, главная часть – это размер зерна 30-110 μm (91%). Сравнивая графики, а б и в, приходим к следующему выводу. При увеличении концентрации водорода количество зерен (размер более 110 μm) уменьшается. Для концентрации водорода 520 ppm, размер зерна более 170 μm не наблюдаются. Для концентрации водорода 870 ppm отсутствуют зерна более 150 μm .

Из рисунка 2.12 видно, что при разных концентрациях водорода наблюдается разное величина размера зерен. Это значит, размер зерен влияет на удельное сопротивление титана. Это является хорошим параметром для определения водорода экспрессным методом в его зависимости от электросопротивления.

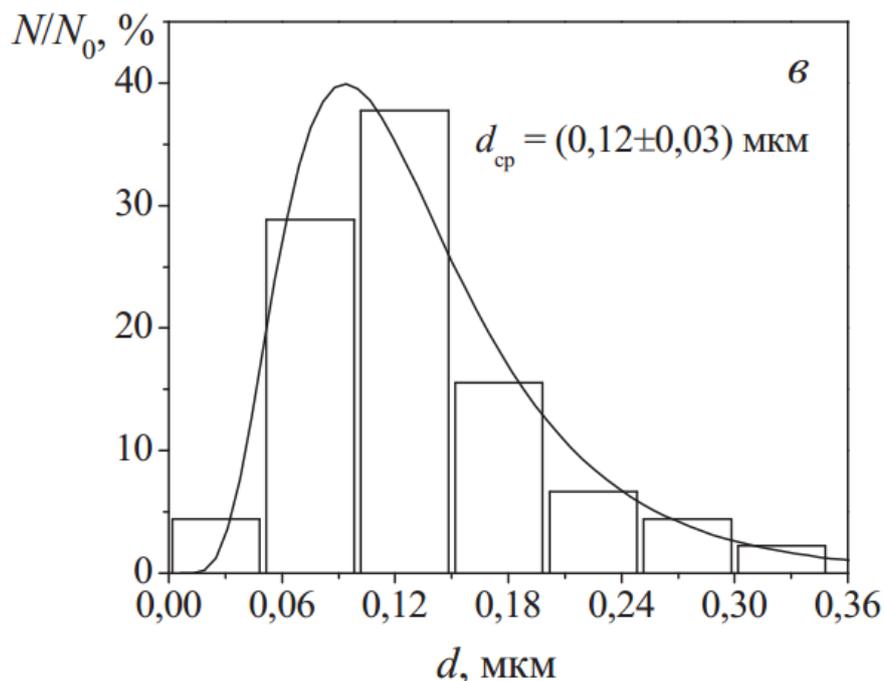


Рис. 2.12 (б) Гистограмма распределения элементов зеренносубзеренной структуры по размерам (в) СМК-титана ВТ1-0

N_0 – Общее число зёрен

СМК – Субмикрокристаллический титан

КК – Крупнокристаллический титан

Коэффициенты диффузии резко отличаются, также, как и способность наводороживаться (накапливать водород в процессе миграции) в объеме титана в различных его состояниях – крупнокристаллический титан или субмикрокристаллический. При этом отмечено, что отличие связано с составом оксидной пленки титана, ее толщиной. Кроме того, в ней может находиться азот, кислород, растворенные в ее объеме [39].

2.4 Исследование связи содержания водорода в титане с изменением полуширины рентгеновских спектров

Полуширина (FWHM) является выражением степени функции, заданной разности между двумя крайними значениями независимой переменной, при которой зависимая переменная равна половине максимального

значения. Другими словами, это ширина кривой спектра, измеренного между этими точками на x оси абсцисс, которые половину максимальной амплитуды.

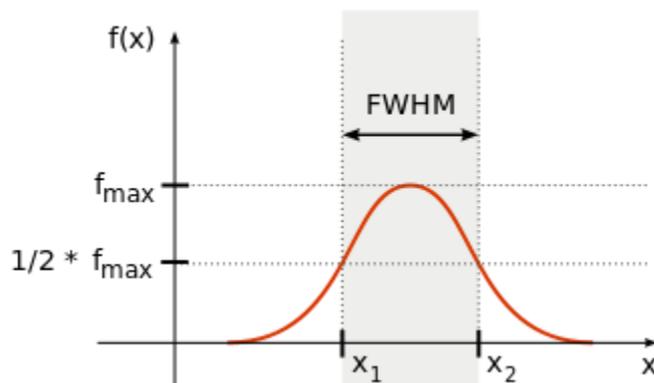


Рисунок 2.13. Ширина на уровне половинной амплитуды

Половина ширины на половине максимума (HWHM) составляет половину от FWHM.

FWHM применяется к таким явлениям, как длительность импульсов сигналов и шириной спектра источников, используемых для оптических коммуникаций и разрешения спектрометров.

Термин **полная длительность на полувысоте (FDHM)** является предпочтительным, когда независимой переменной является время.

Понятие "ширины", что означает "половина максимума" также широко используется в обработке сигналов для определения пропускной способности как "ширина диапазона частот, где ослабляется меньше половины мощность сигнала", то есть, власть, по крайней мере половину от максимального. С точки зрения обработки сигналов, это не более -3 дБ затухания, называется "половина силовой точки".

Рассматриваемая функция является функцией плотности нормального распределения вида

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}\right], \quad (2.1)$$

Где σ является стандартное отклонение и x_0 является ожидаемое значение. Соотношение между FWHM и стандартным отклонением составляет параметр гауссовой функции - от Wolfram MathWorld

$$\text{FWHM} = 2\sqrt{2 \ln 2} \sigma \approx 2.355\sigma$$

Ширина не зависит от ожидаемой величины x_0 ; она инвариантна относительно сдвигов.

Уширение рентгеновских линий

В условиях эксперимента, поверхностного упрочнения материала или изменения давления, пластической деформации свойств материала, мы можем измерить эффект уширения рентгеновских линий, чтобы определить изменения свойств материала. В некоторых случаях, рентгеновское уширение линий может быть использовано как метод контроля качества материала при различных процессах его обработки.

Изменения структуры при электролизе, влияния дефекта в твердой фазе, облучении нейтронами и т.д. можно зафиксировать в виде уширения линий рентгеновского спектра. Анализ структурного состояния материала может пролить свет на механизм этих процессов. В кристаллической структуре выделяют дефектное уширение линии дифракционной картины (М. А. Кривоглаз). Такими дефектами являются дислокации и их скопления. Поля смещений вызывают вариацию межплоскостного расстояния совокупности плоскостей $\{h k l\}$ по сравнению с номинальным значением d_0 , на величину от $d_0 - \Delta d$ до $d_0 + \Delta d$. Такое изменение d_0 характеризуется микро деформацией (МКД) решетки $\Delta d/d_0$ и вызывает уширение линий HKL дифрактограммы:

$$\beta = 4\epsilon \tan \theta_0, \quad (2.2)$$

где ϵ – значение МКД, т. е. среднее по облучаемому объему образца и среднее по величине относительное изменение d_0 для «отражающих» плоскостей $\{h k l\}$; θ_0 – угол, соответствующий максимуму интенсивности отражения HKL бездефектного кристалла (брэгговский угол).

Если изменение d_0 вызвано хаотически распределенными дислокациями плотностью ρ , то, как показал М. А. Кривоглаз, уширение равно

$$\beta = b\sqrt{l f} \sqrt{\rho} \tan \theta_0, \quad (2.3)$$

где b – вектор Бюргера дислокации;

$$b = \ln \left[\sqrt{\pi \alpha C_V \ln(\sqrt{\pi \alpha C_V})} \right], \quad (2.4)$$

Здесь $\alpha = 0,08$ для ГЦК и $0,11$ для ОЦК материалов, $C_V = 5 \dots 8$ – параметр, учитывающий ориентационные и упругие особенности дислокаций.

Для ГЦК и ОЦК материалов можно принять

$$f(\text{ГЦК}) = \frac{1-r}{3}; \quad f(\text{ОЦК}) = \frac{4(1-2r)}{9},$$

где $r = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2$.

Модели распределения дислокаций, описывающие так называемую ячеистую структуру и плоские скопления, дают при расчете уширение линий, пропорциональное $\text{tg}\theta$ и $\rho^{1/2}$, но несколько отличающееся от величины, даваемой формулой (2.3).

Если образование мало угольной, имеющий трехмерную среду границы блока перпендикулярно к отражающей поверхности дислокации, то уширение равно

$$\beta = \rho \lambda D^{-1} \sec \theta_0. \quad (2.5)$$

Уширение, пропорциональное $\sec \theta_0$, вызывают также и дефекты упаковки. В таблице 2.2 показано уширение дифракционных линий спектра полученное нами для различных концентраций водорода в титане

Таблица 2.2. Зависимость ширины рефлексов рентгеновского спектра на полувысоте от концентрации водорода в титане (часть таблицы)

Концентрация содержания водорода в титане, wt%	0	0.05	0.069	0.079	0.121	0.176
Ширина пика рентгеновского излучения на полувысоте в направлении 100	0.155	0.200	0.219	0.225	0.227	0.227

Изменение ширины рефлексов рентгеновского спектра (таблица 2.2) позволяют определить значение параметра β , который входит в формулу (2.5).

2.4.1 Исследование зависимости числа дефектов от концентрации водорода

Наиболее известными способами контроля наличия водорода и других газов в металлах являются методы измерения микротвердости, рентгеноструктурного, фотометрического анализа. Эти способы носят лабораторный характер. Их использование затруднительно для массового производственного контроля и неэффективно для обнаружения локальных газ насыщенных участков. В данной работе предложено сопоставить исследования наводороживания титана электрическими токами с результатами рентгеноструктурного анализа. Известно, что при газонасыщении изменяется электросопротивление металлов [24]. Среди всевозможных газовых примесей внедрения особое место занимает водород. Водород перераспределяется в объеме материала так, что образуются его скопления и увеличивается вероятность выделения гидридов, образования пор и трещин. Целесообразность использования вихревых токов обусловлена тем, что дефекты в металлах располагаются на их различной глубине.

Расчет изменения электросопротивления ρ_d от плотности дефектов N_d проведен по модели, учитывающей дилатацию решетки и существование резонансных квазистационарных состояний электронов вблизи энергии Ферми. Эта модель количественно объясняет вклад дислокаций и других дефектов в электросопротивление металлов.

Образцы изготавливали из сплава ВТ-10 различной толщины от 1 мм до 10 мм, затем насыщали водородом из газовой фазы при температуре 600 °С и давлении 2 atm. После насыщения водородом, измерения вихревыми и постоянными токами и рентгеноструктурного анализа образцы расплавляли на приборе ЛЕСО-600 для определения количества водорода. Наибольшее количество сорбированного титаном водорода характерно для толщины образца до 3 mm (рисунок 2.14). Из рисунка 2.14. видно, что при толщинах выше 3 mm наблюдается относительно равномерное поглощение водорода образцами. Дальнейшее увеличение толщины (при одинаковой площади

поверхности, времени наводороживания и температуре) не сопровождается изменением концентрации водорода в титане. Увеличение концентрации водорода приводит к изменению структуры металла, образованию дефектов, что хорошо иллюстрируется рисунками 2.15 и 2.16. Методика расчета плотности дислокаций будет описана ниже.

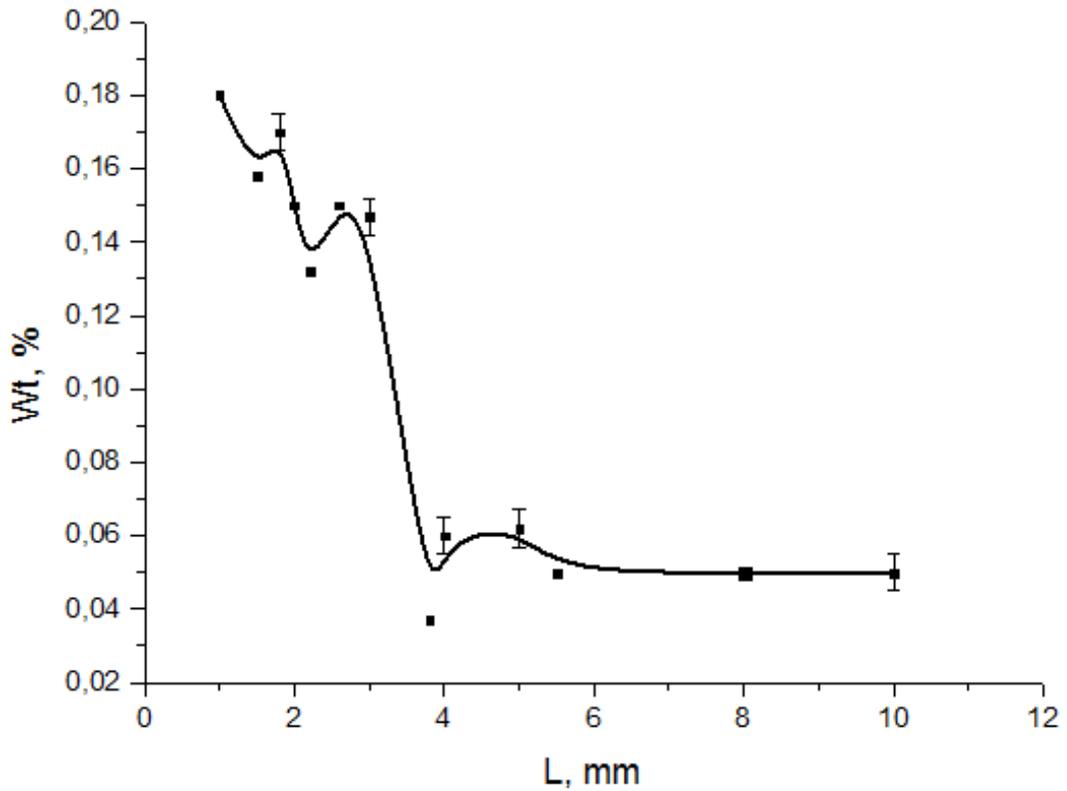


Рисунок 2.14. Содержание водорода в титане (wt %) в зависимости от толщины образцов

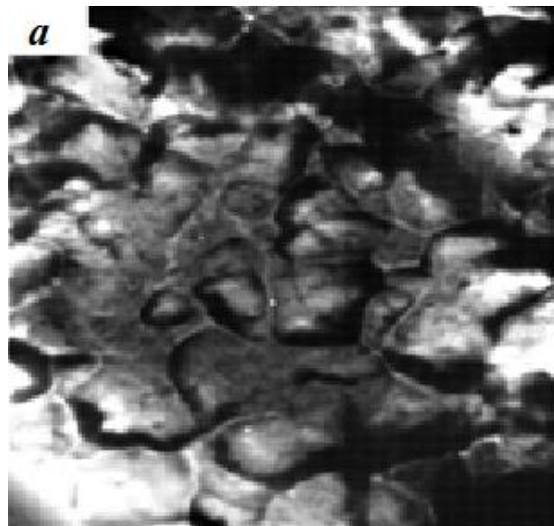


Рисунок 2.15. Исходная поверхность титана VT1-0

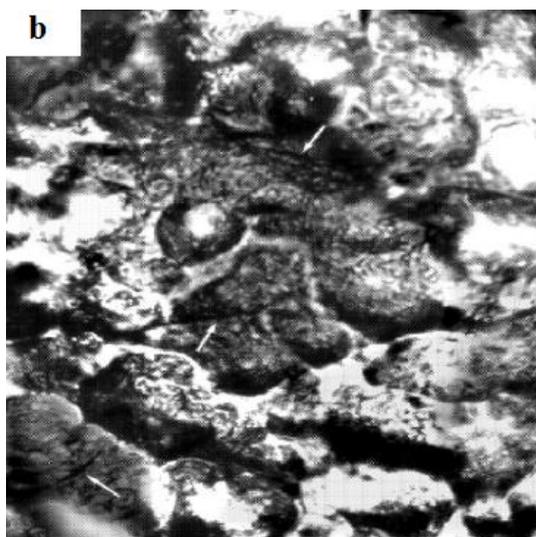


Рисунок 2.16. Образец титана после наводороживания (металлография X 1000)

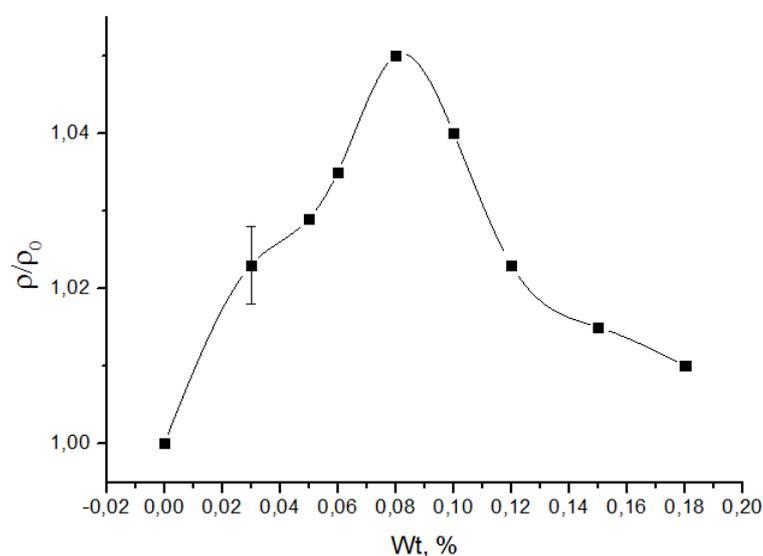


Рисунок 2.17. Зависимость относительного изменения удельной электропроводности от весовой концентрации водорода в титане

Водород взаимодействует как с имеющимися структурными дефектами, так и индуцирует образование новых дефектов и появление дислокаций [24,25].

Это изменяет электрическое сопротивление. Присутствие водорода сопровождается размытием границ зерен. Зерна становятся более «рыхлыми» [26,27].

Этот вывод следует из анализа поверхности наводороженного и исходного титана (рисунок 2.15).

Зеренная структура поверхности титанового сплава хорошо просматривается с использованием методов оптической (прибор OLYMPUS) и

сканирующей (микроскоп Philips SEM 515) микроскопии рисунок 2.15, 2.16. Изменяется размер зерен (указано стрелками). Скорее всего, это и приводит к изменению сечения рассеяния электронных волн на зернах и границах, и к изменению электросопротивления как для постоянного тока, так и для вихревого тока высокой частоты. На рисунок. 2.17 показано относительное изменение электросопротивления в зависимости от содержания водорода в титане. Кривая имеет характерный максимум. Это можно объяснить тем, что зернограницные дислокации отстоят друг от друга на различных расстояниях до десятка межатомных расстояний в зависимости от концентрации водорода [27].

Изменение электросопротивления ρ_d на единицу плотности дефектов N_d в зависимости от содержания водорода в металле оценивали по формуле[28]:

$$\rho_d / N_d = \hbar k_F \Omega_a Q / n_s e^2 \quad (2.6)$$

где k_F – величина волнового вектора на уровне Ферми, Ω_a – атомный объем, Q – транспортное сечение рассеяния электронов, n_s – число носителей тока на атом, e – величина заряда электрона. Транспортное сечение рассеяния Q является суперпозицией резонансной QR , потенциальной QP и интерференционной QI компонент [29]:

$$Q = QP + QR + QI \quad (2.7)$$

Величина отдельных компонент зависит от многих факторов. В частности, зеренная структура титана и других металлов с большим уровнем наводороживания по большей части определяет значение электросопротивления и зависит от состояния водородной подсистемы наводороженного металла. Кривая на рисунок 2.17 дополнительно может быть объяснена изменением вкладов различных составляющих транспортного сечения рассеяния в зависимости от концентрации водорода в титане. Структура сплавов титана неоднородна: наряду с зернами размерами 50-100 мкм имеются зерна, размеры которых составляют 10-15 мкм. В этом случае плотность дислокаций достигает 10^9 м^{-2} . Для неравновесных нано- и СМК-материалов плотность дислокаций составляет $\sim 2 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ [30]. В частности, это

относится к титану. Это необходимо учитывать при исследовании накопления энергии в материалах путем создания в них границ с определенными свойствами. В работе [28,30] рассмотрено изменение зернограницной структуры, которое приводит к изменению доли резонансного рассеяния электронов линейными дефектами, образующими границу.

Электросопротивление, отнесенное к единице плотности дислокаций в условиях выраженной зеренной структуры, в этом случае можно оценить по формуле

$$\frac{\Delta\rho_d}{N_d} = \frac{3\pi^2\hbar Q}{e^2 k_F^2} \quad (2.8)$$

где N_d – плотность дислокаций. Эта величины примерно равны $N_d = (10^6 - 10^7)$ см⁻²; $\Delta\rho_d/N_d = (1-2)10^{-19}$ Ом.см³ [30]. Высокое экспериментальное значение электросопротивления дислокаций [31] обычно объясняют резонансным рассеянием электронов на ядре дислокаций. Если рассматривать только резонансное рассеяние электронной волны [32], при котором все дислокации перпендикулярны потоку электронов, то это приводит к максимальному значению резонансного сечения рассеяния QR. Данная величина меньше при хаотическом распределении дислокаций, и зависит от угла падения электронной волны на границу зерна и может сильно изменяться от его величины. Поэтому обычно предлагают не учитывать интерференционные эффекты, вклад которых в электросопротивление много меньше вклада ядер дислокаций. Это связано с тем, что электростатическое взаимодействие в металле экранируется электронами проводимости на межатомном расстоянии. Упругие поля в дислокации также мало влияют на прирост сопротивления. Хотя это утверждение требует дополнительных исследований, в частности для титана.

Эффективный волновой вектор электронов проводимости рассчитывался по формуле [33]:

$$k_F^* = (3\pi^2 n_e)^{1/3}, \quad (2.9)$$

где $n_e = n_s/\Omega$ – концентрация эффективных носителей заряда в единице объема; Ω – атомный объем. Для чистого титана ρ_d/N_d ранее получены следующие расчетные значения $(94-370) \cdot 10^{13}$ мкОм·см³. При этом экспериментальное значение равно $1 \cdot 10^{15}$ мкОм·см³ для титана и циркония.

В данной работе для каждой концентрации w_t водорода в титане 4-х зондовым методом измеряли удельное сопротивление. Плотность дислокаций N_d определяли по методике, изложенной в [33,34]:

$$N_d = \pi\beta^2 \text{ctg}^2\Theta / 16b^2, \quad (2.10)$$

где β – уширение рентгеновских линий, обусловленное микродеформацией решетки, θ – угол, соответствующий максимуму рентгеновской линии, b – вектор Бюргерса. Результаты рентгенографического исследования титана ВТ1-0 приведены в табл. 2.3.

Таблица 2.3. Результаты рентгенографического исследования титана ВТ1-0
(приведена часть таблицы)

Содержание H, wt %	Обнаруженные фазы	Содержание фаз, масс. %	Параметры решетки, 0.1 nm	Размер кристаллитов, nm
0.04	Ti_hexagonal	93.31	a = 2.9461 c = 4.6818	71
	TiH _{1,5} _cubic	0.59	a = 4.4064	195
	TiO ₂ _tetragonal	6.09	a = 4.5849 c = 2.9703	28
0.07	Ti_hexagonal	53.53	a = 2.9430 c = 4.6746	>300
	TiH _{1,5} _cubic	7.42	a = 4.4079	>300
	TiO_cubic	2.28	a = 4.2729	>300
	Ti ₆ O_hexagonal	36.77	a = 5.1031 c = 9.4255	39

Согласно исследованиям структурно-фазового состояния титанового сплава (таблица 2.3) в исходном и наводороженном состоянии, во всем интервале углов отражения рентгеновских лучей проявляются линии α -фазы Ti с гексагональной решеткой. После наводороживания значения параметров равны, $a = 2.9461^0 \text{Å}$, $a = 2.9430^0 \text{Å}$, и $c = 4.6818^0 \text{Å}$ и изменяются с увеличением

содержания водорода. Рентгеноструктурный анализ образцов показал наличие в слоях фаз $TiH_{1,5}$ в количестве 7.4%, а также Ti_6O – 36.8%, TiO_2 – 6.1%. При этом процентное содержание примесей существенно зависит от количества вводимого водорода. Также можно отметить изменение размера кристаллитов, что возможно приводит к изменению ρ_d (таблица 2.3).

Атомный объем оценивали по формуле $\Omega_a = a_0^3/4$. Число носителей тока на атом n_s выбирали по методике, описанной в [27]. Такой подход был использован в работе [29] для оценки эффективной концентрации носителей в металлах переходного ряда (Ni, Ti, Zr, Co), в том случае, когда плотность состояний на уровне Ферми в d - зоне значительно больше соответствующих параметров s в зоне d , так как заселенность $M_d \gg M_s$. В этом случае концентрация носителей определяется из среднего атомного магнитного момента на атом μ . Таким образом, для никеля при $\mu = 0,54 \mu_B$ и 10 ($s + d$) электронов на атом, концентрация носителей в s зоне равна $n_s = 0,54 e / \text{атом}$. В кобальте, с девятью ($s + d$) электронами, $\mu = 1,72 \mu_B$ и $n_s = 0,72 e / \text{атом}$. Для переходных металлов (Ti, Zr, Mo и другие), имеющих вакантные состояния в обеих подзонах, вероятность рассеяния электронов в свободные состояния s и d зон пропорциональна плотности состояний в этих зонах при энергии Ферми [27]. Расчеты n_s для Ti, Zr, Mo, W приведены в [28]. Для Ti (n_s) = 0.065, Zr (n_s) = 0.065, Ni(n_s) = 0.54, W(n_s) = 0.24. Таким образом, полуэмпирический расчет транспортного сечения рассеяния электронов по формулам (2.6-2.10), где учтены значения n_s для титана и различных концентраций водорода приводит к следующим значениям Q . $Q (w_t=0.05) \approx 2 \text{ } ^0A^2$ $Q (w_t=0.18\%) \approx 8 \text{ } ^0A^2$. Наблюдается характерный максимум при значении ($w_t=0.078\%$). В табл. 2.4. приведены все расчетные данные ширины рефлексов рентгеновского спектра на полувысоте от концентрации водорода в титане

Таблица 2.4. Зависимость ширины рефлексов рентгеновского спектра на полувысоте от концентрации водорода в титане (часть таблицы)

Концентрация содержания водорода в титане, wt%	0	0.05	0.069	0.079	0.121	0.176
Ширина пика рентгеновского излучения на полувысоте в направлении 100	0.155	0.200	0.219	0.225	0.227	0.227

Изменение ширины рефлексов рентгеновского спектра (таблица 2.4) позволяют определить значение параметра β , который входит в формулу (2.10). Изменение параметра ρ_d/N_d от концентрации водорода в целом в титане носит ниспадающий характер, что может быть объяснено уменьшением общего транспортного сечения рассеяния Q (см. формулу (2.6)). Начиная с весовой концентрации около $w_t = 0.12\%$, величина этого параметра становится постоянной, т.е. уменьшение транспортного сечения рассеяния Q компенсируется возрастанием атомного объема Ω_a . Величина атомного объема рассчитывалась по данным таблицы 2.3. Кроме того возможно изменение вклада различных компонент рассеяния (формула (2.7)). Это связано с изменением количества гидридов титана, изменением характера дислокаций, образованием вакансий. Имеется хорошее соответствие экспериментальных данных (рисунок 2.14) с теоретическим значением $(94.3 - 370.4) \cdot 10^{-25} \text{ Ом}\cdot\text{м}^3$ этой величины, рассчитанной для титана по формуле (2.6) в работе [35].

Погрешность вкладов в уширение рентгеновских линий за счет малых размеров областей когерентного рассеяния и микро искажений кристаллической решетки проводили по формуле

$$E_r(N_d) = \pm \sqrt{\left[2\left(\frac{\Delta\beta}{\beta}\right)\right]^2 + \left[2\left(\frac{\Delta \text{ctg } \theta}{\text{ctg } \theta}\right)\right]^2 + \left[2\left(\frac{\Delta b}{b}\right)\right]^2}$$

Для прибора XRD-7000, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения отношения интегральных интенсивностей, %, ± 4
Среднеквадратичное отклонение случайной составляющей (СКО) погрешности измерения отношения интегральных интенсивностей, %, ± 2 .

$$\text{Значит } \frac{\Delta\beta}{\beta} = 0,045$$

Погрешность θ меньше чем 0,001, поэтому эту величиной можно пренебречь.

Относительная погрешность постоянной решетки равна

$$\frac{\Delta a}{a} = -\cot \theta \Delta \theta$$

когда $\theta=90^\circ$, $\frac{\Delta a}{a} = 0$, поэтому $\frac{\Delta b}{b} = 0$.

Следовательно, погрешность вектора Бюргерса также пренебрежимо мала:

$$E_r(N_d) = \frac{\Delta N_d}{N_d} \cdot 0,09$$

Изменение электросопротивления ρ_d на единицу плотности дефектов N_d в зависимости от содержания водорода в металле оценивают по формуле

$$\frac{\rho_d}{N_d} = \frac{\hbar k_F \Omega_a Q}{n_s e^2}$$

где k_F – величина волнового вектора на уровне Ферми, Ω_a – атомный объем, Q – транспортное сечение рассеяния электронов, n_s – число носителей тока на атом, e – величина заряда электрона. Транспортное сечение рассеяния Q является суперпозицией резонансной QR , потенциальной QP и интерференционной QI компонент [38].

$$k_F = (3\pi^2 n_e)^{\frac{1}{3}}; n_e = \frac{n_s}{\Omega}; \Omega_a = \frac{a^3}{4}$$

$$Q = \frac{\rho_d}{N_d} \cdot \frac{n_s^{2/3} e^2 a}{\hbar (12\pi^2)^{\frac{1}{3}} a^2} \quad (2.11)$$

Для Ti (n_s) = 0.065, Zr (n_s) = 0.065, Ni (n_s) = 0.54, W (n_s) = 0.24.

$$\hbar = 1,054\,571\,800(13) \times 10^{-34}, \text{ Дж} \cdot \text{с},$$

$$\hbar = 1,054\,571\,800(13) \times 10^{-27}, \text{ эрг} \cdot \text{с},$$

$$\hbar = 6,582\,119\,514(40) \times 10^{-16}, \text{ эВ} \cdot \text{с},$$

$$e = 1,602 \times 10^{-19}, \text{ Кл}$$

$$a = 2,9 \times 10^{-10}, \text{ м}$$

$$k_F = (3\pi^2 n_e)^{\frac{1}{3}} = (3 \times \pi^2 \times \frac{0,0064 \times 4}{(2,9 \times 10^{-10})^3})^{1/3} = 3,144 \times 10^9, \frac{1}{\text{м}}$$

$$\Omega_a = \frac{a^3}{4} = \frac{(2,9 \times 10^{-10})^3}{4} = 6,09725 \times 10^{-30}, \text{ м}^3$$

$$Q = \frac{\rho_d}{N_d} \cdot \frac{n_s e^2}{\hbar k_F \Omega_a} = \frac{\rho_d}{N_d} \cdot \frac{0,0064 \times (1,602 \times 10^{-19})^2}{1,054\,571\,800(13) \times 10^{-34} \times 3,144 \times 10^9 \times 6,09725 \times 10^{-30}}$$

$$Q = 8,12 \times 10^{13} \cdot \frac{\rho_d}{N_d}, \text{ м} \quad (2.12)$$

Расчеты усредненного по всем параметрам сечения рассеяния электронов на дефектах различной природы приведены в таблице 2.5.

Таблица 2.5. Результаты для титана $\alpha(110)$

Концентрация (wt%)	Ширина пика на полувысоте в направлении 110	β	$\alpha_0, 20^\circ$	$\alpha_1, 20^\circ$	ρ (Ом.10 ⁶ .мм)	N_d (10 ¹¹ .м ⁻²)	ρ_d/N_d (10 ¹⁹ .Ом.м ³)	Q (10 ⁵ .м)
0	0.183		39.925	40,6	420			
0.019	0.19983	0.017	39.875	40.6	490.5	5.609	8.74	7.1
0.038	0,2005	0.0175	39,92	40,59	503.7	5.94	8.47	6.9
0.069	0.21885	0.036	39.78	40.6	515.9	25.2	2.05	1.66
0.079	0.22476	0.042	39.82	40.6	491.2	34.2	1.44	1.17
0.093	0.2281	0.045	39.8	40.62	494.3	39.3	1.25	1.01
0.12	0.22668	0.04368	39.8	40.62	505.99	37	1.36	1.1
0.176	0.22691	0.04391	39.82	40.64	513.8	37.4	1.37	1.11
0.225	0.22055	0.03755	39.98	40.76	509.6	27.4	1.84	1.49

Из таблицы следует, что существует однозначная зависимость уширения линий спектра в зависимости от концентрации водорода в титане.

Таблица 2.6. Удельное электросопротивление единицы плотности дислокаций

Металл	$\rho_d/N_d \cdot 10^{25}$, Ом.м ³	Удельное сопротивление при 0 °С. $\rho \cdot 10^8$, Ом.М	Плотность дислокации, $N_d \cdot 10^{-16}$.М ²
Cu	2.4	1.55	6.458
Au	3.4	2.06	6.059
Be	3.5-14.9	3.2	9.143-2.148
Zn	5.7	5.65	9.912-1.982
Cd	7.9-40.4	7.07	8.95-1.75
Al	3.4	2.50	7.35
Ti	94.7-354	42	4.435-1.186
Zr	104-399	41	3.942-1.028
Mo	9.9-12.0	5.03	5.081-4.192
W	7.2-8.9	4.89	6.792-5.494
Fe	4.6-5.6	8.6	18.7-15.36
Co	4.7-10.3	5.57	11.85-5.41
Ni	5.9	6.14	10.41
Pd	7.9	9.77	12.37
Pt	9.0	9.81	10.9

Характерные величины:

Монокристалл высокой чистоты $<10^3$

Отожженный монокристалл $10^4 - 10^6$

Отожженный поликристалл $10^7 - 10^8$

Металл после холодной деформации $10^{11} - 10^{12}$

10^{12} см^{-2} – максимальная плотность дислокаций

Методы наблюдения дислокаций

Метод	Предел измерения плотности дислокаций, см ⁻²	
	минимальный	максимальный
Ямки травления	-	10^8
Декорирование дислокаций	-	10^8
ТЭМ	10^7	-
Уширение рентгеновских линий	10^{10}	-

ТЭМ – Просвечивающий (трансмиссионный) электронный микроскоп

2.4.2 Исследование зависимости числа дефектов от концентрации водорода

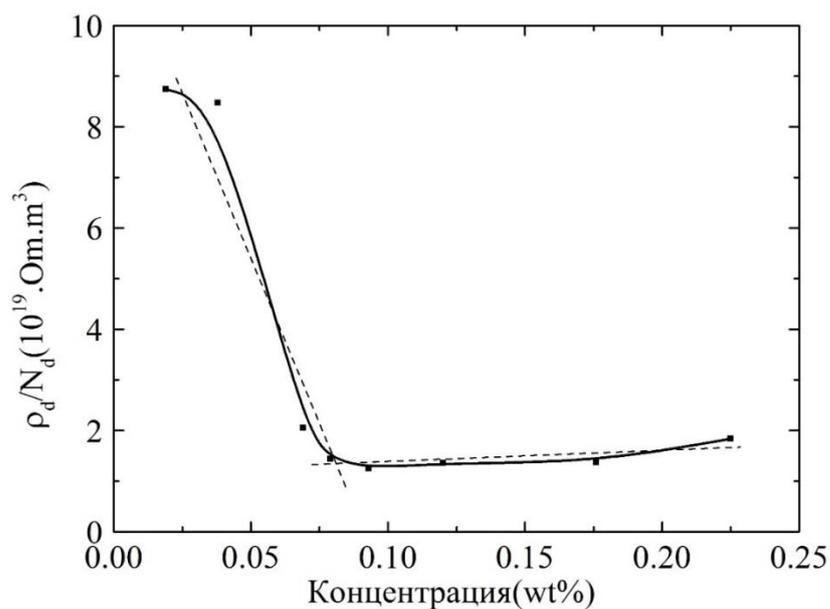


Рисунок 2.19. Изменение электросопротивления ρ_d на единицу плотности дефектов N_d в зависимости от содержания водорода в титане

На рисунок 2.19 стрелкой показана точка перегиба зависимости ρ_d/N_d от содержания водорода в титановом сплаве. Эта точка получена путем проведения касательных к двум ветвям зависимости и соответствует фазовому переходу титана, наблюдаемому при концентрации ($w_t = 0.076$ %). Указанный переход наблюдается для титанового сплава ВТ1-0 при данном содержании водорода в сплаве титана образуется δ – гидрид, обнаруженном альтернативными более громоздкими методами измерения [36].

Это вызвано двумя причинами: 1) водород преимущественно накапливается в приповерхностных слоях; 2) в приповерхностных слоях титана в данных условиях наводороживания происходит формирование слоя, состоящего из δ – гидридов титана, как это отмечено в [25]. Данный метод позволяет определять переход титанового сплава из одного структурного состояния в другое.

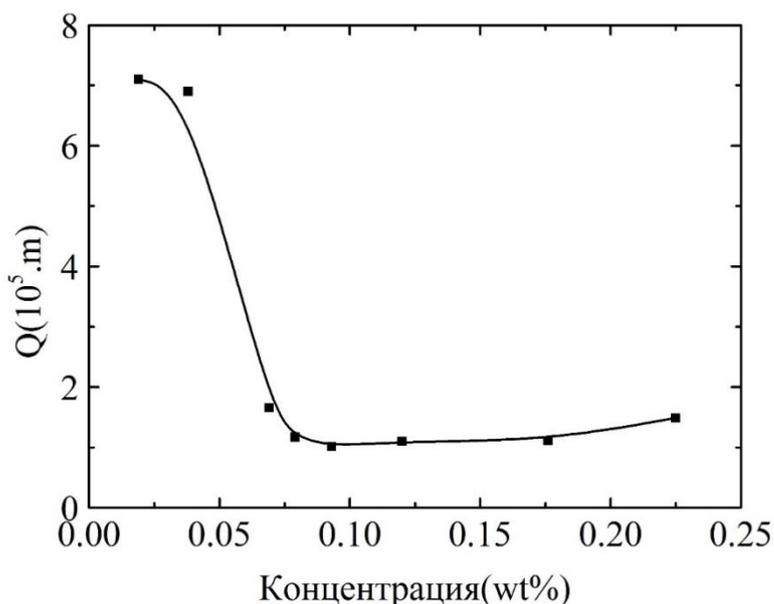


Рисунок 2.20. Зависимость сечения рассеяния от концентрации водорода в титане

Здесь Q – это эффективное сечение, интегральное (полное) сечение на порах, линейных дефектах и других отклонений, вызванных наличием водорода.

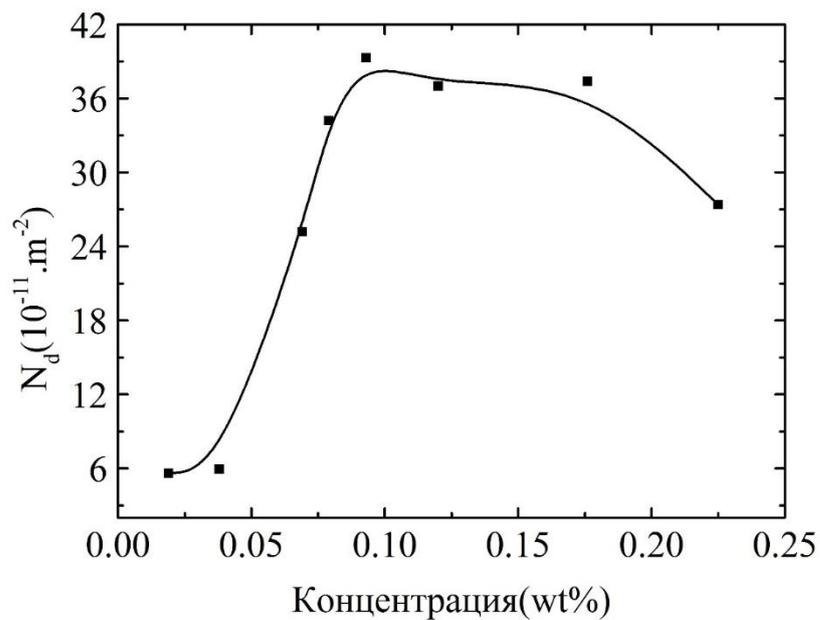


Рисунок 2.21. Зависимость плотности дислокаций от концентрации водорода в титане VT1-0

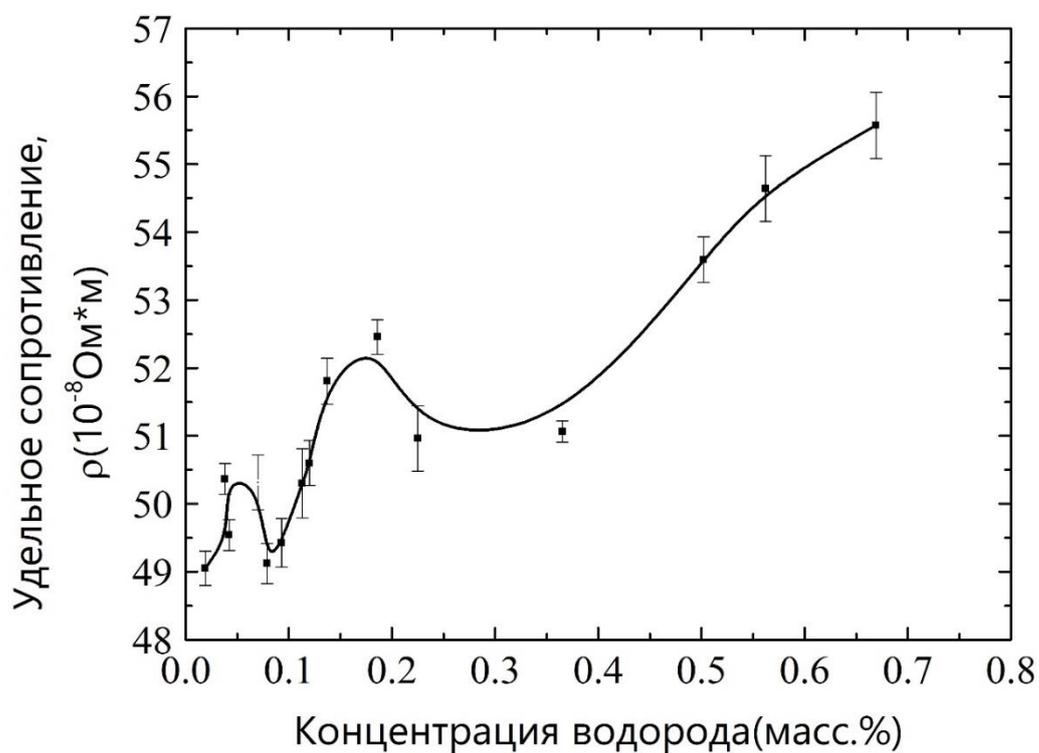


Рисунок 2.22. Зависимость удельного сопротивления от концентрации водорода для титана VT1-0

Для того чтобы изучать изменение концентрации водорода в титане ВТ-методом, следует измерить свойства титана разных концентрациях водорода. Здесь выбрано удельное сопротивление титана. Ряд параметров можно получить, используя четырёхзондовый метод. Результаты измерений показаны в рисунке 2.23.

Анализ графика позволяет выделить три характерные области. Первая область - от 0 до 0,85 масс.% концентрации водорода. Здесь наблюдаем первый небольшой пик. Следующая область от 0,85 до 0,29 масс.% концентрации водорода. Эта область аналогична данным для Pd. Далее удельное сопротивление возрастает при увеличении концентрации водорода.

Для оценки погрешности сравним рисунок 2.22 и 2.23. Можно получить такой результат. Величина концентрации и удельное сопротивление связаны пропорциональным соотношением. Таким образом, изменяя частоту вихревого тока, можно изменять глубину его проникновения в металл и оценивать распределение дефектов на разной глубине титана. Наблюдается две ветви линейной зависимости плотности дислокаций от весового содержания водорода в титановом сплаве (рисунок 2.23).

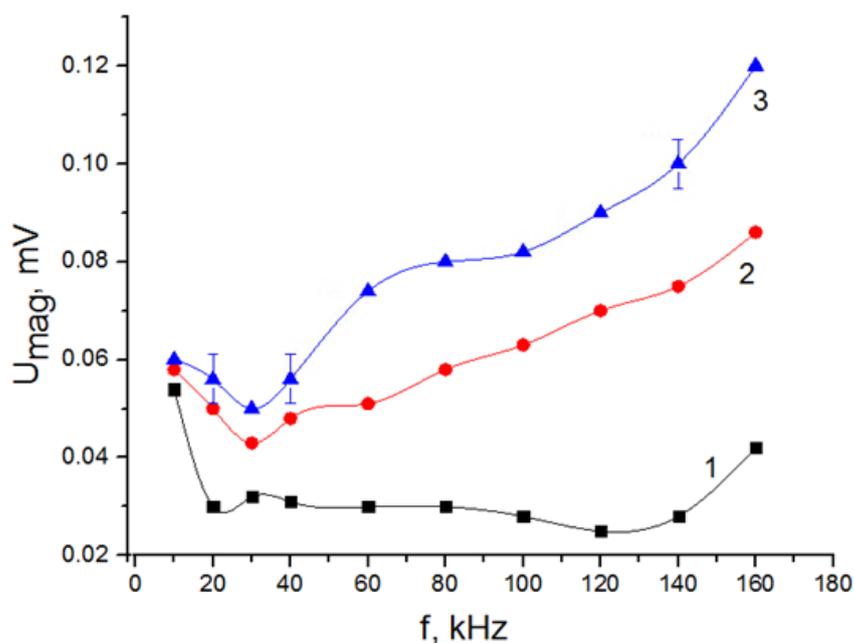


Рисунок 2.23. Зависимость изменения показаний вихретокового датчика от частоты вихревого тока (1 – исходный образец, 2 - титан, насыщенный водородом ($w_t = 0.02\%$), 3- ($w_t = 0.07\%$) (b)

Как видно из графика 2.23 наводороживание титана сопровождается изменением показаний датчика ВТ магнитного спектрометра в зависимости от частоты вихревого тока (рисунок 2.23, приведена часть графика). При низких частотах, когда глубина проникновения вихревого тока в образец максимальна, наблюдается наименьшее различие для исходного и наводороженного образца. Данные рисунка 2.23 позволяют формировать номограммы для неразрушающего контроля и определения содержания водорода в титановом сплаве. Каждой частоте вихревого тока соответствует определенная глубина его проникновения в титановый сплав.

2.5 Экспериментальное исследование тангенса угла диэлектрических потерь от изменения структурно-фазового и химического состава наводороженного титана

Как показано в главе 1 на основе литературных данных возможен анализ процессов наводороживания титана послойно методом диэлектрических потерь. На рис. 2.24 приведены результаты измерений тангенса угла диэлектрических потерь для титана ВТ1-0 при различных концентрациях водорода в титане.

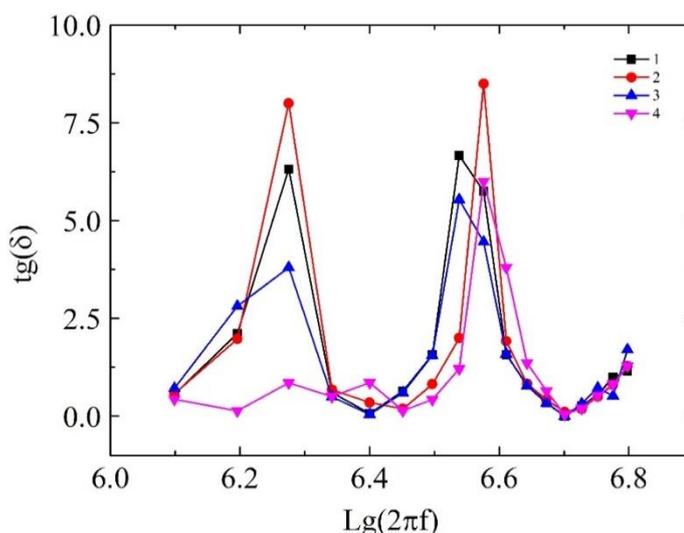


Рисунок 2.24. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь для наводороженного титана (1-0,019%, 2-0,12%, 3-0,176%, 4-0,29%)

Характерной особенностью является наличие двух пиков в разных областях частот вихретокового спектрометра. При этом размеры пиков значительно отличаются по высоте для разных концентраций водорода в титане. Частотная зависимость потерь является характеристикой материала и определяется для титана не только свойствами молекул материала, но и наличием и составом примесей, например в виде гидридов.

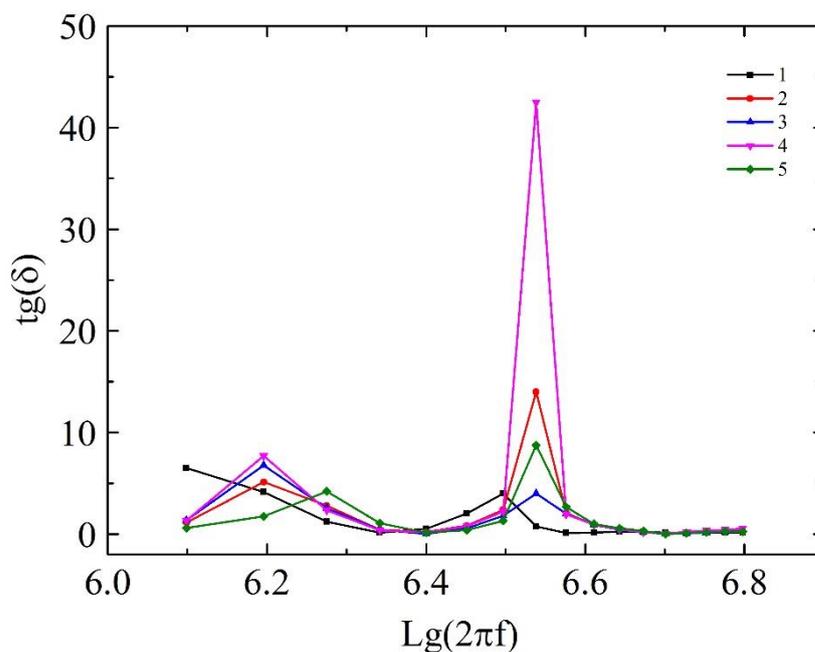


Рисунок 2.24. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь для наводороженного титана (1-Воздух, 2-0,019%, 3-0,12%, 4-0,176%, 5-0,29%)

Здесь потери имеют максимум на двух частотах, т.е. зависят от того на какой глубине титанового образца расположены дефекты. Положение максимумов характеризуется собственными частотами установления поляризации. Сдвиг пиков относительно друг друга определяется концентрацией водорода в металле. Это может служить основой для реализации новой методики неразрушающего контроля материалов.

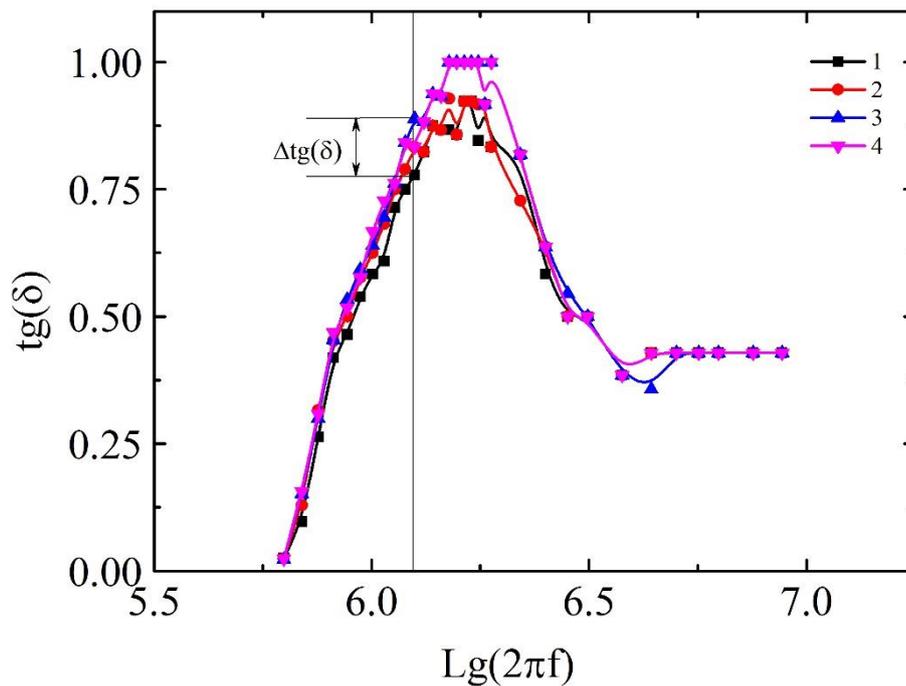


Рисунок 2.25. Зависимость тангенса угла диэлектрических потерь для наводороженного титана при различных концентрациях водорода от частоты вихревого тока (1-0,079%, 2-0,12%, 3-0,176%, 4-0,29%)

По определению тангенс угла диэлектрических потерь равен $\text{tg}\delta = j_a/j_r$, где j_a – плотность активного тока, j_r – плотность реактивного тока.

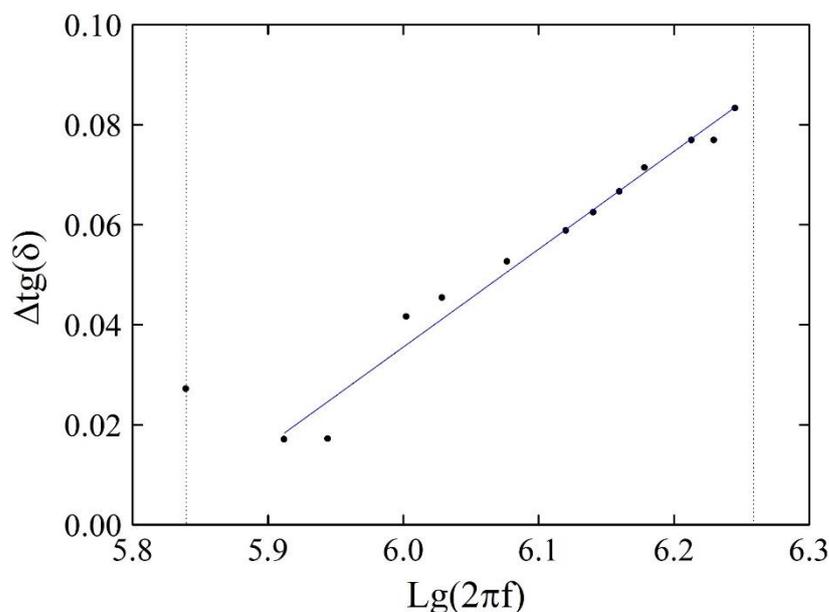


Рисунок 2.26. Зависимость $\Delta\text{tg}(\delta)$ диэлектрических потерь для наводороженного титана

Здесь видно, что существует линейная связь между исследованными параметрами. Следовательно, $\Delta \text{tg}(\delta)$ диэлектрических потерь может служить эффективным параметром для анализа изучения наводороженного титана.

Приложение

В слабых электрических полях, которые реализуются в магнитном спектрометре ЗМА, для того чтобы получить тангенс угла диэлектрических потерь, можно в качестве аналога применить RL цепь дифференцирующего типа

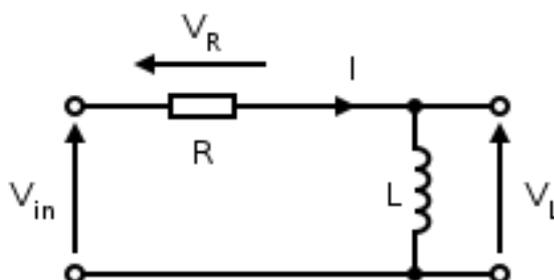


Рисунок 2.27. RL цепь дифференцирующего типа

Для указанной цепи тангенс угла диэлектрических потерь равен:

$$\text{tg} \delta = \frac{j_a}{j_r} = \frac{V_a}{V_r} \quad (2.13)$$

Погрешность прибора ЗМА определяется по формуле

$$\text{tg} \delta = \frac{j_a}{j_r} = \frac{V_a - V_{a(\text{без обраца})}}{V_r - V_{r(\text{без обраца})}} \quad (2.14)$$

Например, при $\lg(2\pi f) = 6.25$ можно выделить пик на рисунках 2.23 и 2.24. Там же из рисунка 2.23 видно, при частоте, соответствующей $\lg(2 \pi f) = 6.6$, на графике появляется дополнительный пик.

На рис. 2.28 приведена диаграмма *состояния системы титан – водород*. *Диаграмма состояния полезна для получения номограммы анализа при неразрушающем контроле наводороженного титана.*

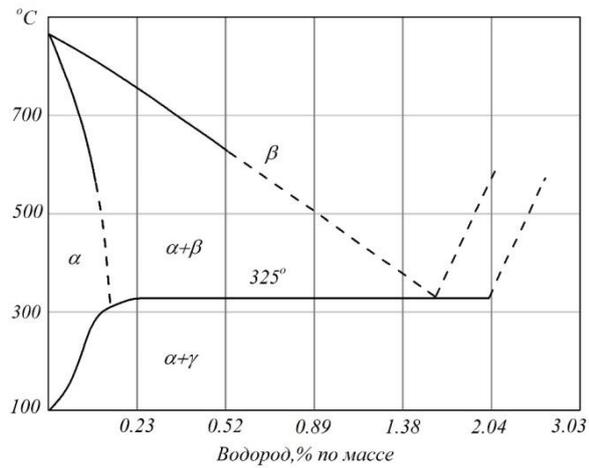


Рисунок 2.28. Диаграмма состояния системы титан – водород

По диаграмме состояний титан – водород, видно, что разные концентрации водорода соответствуют разным фазам титан – водород (α -фаза или γ -фаза).

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа ОБМ51	ФИО Сюй Шупэн
-----------------	------------------

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 «Физика» Профиль «Физика конденсированного состояния вещества»

Тема дипломной работы: ИССЛЕДОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА В ТИТАНЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
<p>1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</p> <ul style="list-style-type: none"> – вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) – опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) – негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) – чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера) 	<p>Работа проводилась в лаборатории на подвальном этаже в третьем корпусе Национального исследовательского Томского политехнического университета.</p> <p>В процессе возникли следующие вредные факторы:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. отклонение показателей микроклимата в помещении 2. превышение уровней шума; 3. превышение уровней электромагнитных и ионизирующих излучений 4. недостаточная освещенность рабочей зоны; <p>и опасный фактор – электрический ток.</p>
2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме	ГОСТ и СанПиН
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:	Вредные факторы: 1. Отклонение показательней микроклимата на рабочем месте 2. Шум 3. Электромагнитное излучение 4. Освещенность
2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой произведённой среды в следующей последовательности	Опасные факторы: 1. Электрическое напряжение 2. Пожар
3. Охрана окружающей среды:	После разделения отходов на 2 подгруппы: сталь и окси нитриды титана, нужно их перевести на специальные места на переработку.
4. Защита в чрезвычайных ситуациях: – перечень возможных ЧС на объекте; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий	В связи с использованием водорода в процессе выполнения работы насыщения водородом, существуют опасности пожар и взрыв. Чтобы избежать такой опасности необходимы следующие мероприятия: 1). создание запасов средств индивидуальной защиты и поддержание их в готовности; 2). наличие и поддержание в постоянной готовности системы общего оперативного и локального оповещения и информации о пожаре и взрыве; 3). проектирование, размещение, строительство и эксплуатация объектов

	<i>инфраструктуры, в том числе и потенциально опасных.</i>
<p>5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны 	<p>1. Организационные мероприятия обеспечения безопасности.</p> <p>2. Особенности законодательного регулирования проектных решений.</p> <p>3. Привести перечень ГОСТ СНиПов использованных в работе</p>
Перечень графического материала:	
<i>При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)</i>	<i>План размещ светильников План Эвакуации</i>

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Федорчук Ю.М.	д.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Сюй Шупэн		

ГЛАВА 3 Социальная ответственность

Введение

Известно, что водород в металлах является важной технической и научной проблемой, вызванной широким применением титана и его сплавов в различных отраслях промышленности и бытовых изделиях. Техническая сторона проблемы состоит в том, что водород, растворяясь в металлах в ходе плавки, разливки, при электрохимических, ядерных и иных процессах, является причиной появления дефектов, трещин, ухудшения свойств металлов (водородная хрупкость), приводящих к разрушению образцов. Таким образом, целью моей выпускной квалификационной работы являлось исследование взаимодействия водорода (на основе титанового сплава ВТ1-0) электрическими методами с применением рентгеноструктурного анализа и диэлектрическими потерями.

Исследовательская работа по изучению свойств титанового сплава ВТ1-0 насыщенного водородом предполагает проведение работ на следующих установках: Сиверса по насыщению водородом, рентгеновский спектрометр, магнитный анализатор (ЗМА) и т.д. Основой работы, выделенной в отдельную главу выпускной квалификационной работы, является изучение влияния водорода на свойства титанового сплава ВТ1-0. Поэтому рассмотрение безопасности и гигиены труда при осуществлении работ по наводороживанию с помощью установки Gas Reaction Controller особенно важно при проведении данного исследования. Установка Gas Reaction Controller используется на кафедре для исследования процессов сорбции/десорбции водорода металлическими материалами.

3.1 Техника безопасности

Работа установки вихревого тока – ЗМА осуществляется за счет питания от сети переменного тока напряжением 220 В, экспериментальные исследования проводятся в ВТ1-0. При проведении работ на данной установке возможно

воздействие таких вредных факторов таких, как:

1. Промсанитария;
2. Создание микроклимата;
3. Излучение электромагнитных волн;
4. Шумовые эффекты;
5. Освещенность рабочего места и в целом лаборатории.

Также возможно воздействие следующих опасных производственных факторов:

1. Электрическое напряжение;
2. Пожарная и взрывная природа;
3. Охрана окружающей среды;
4. Защита объектов в чрезвычайных ситуациях.

3.1.1 Промсанитария

ПДК - концентрации, которые при ежедневной (кроме выходных дней) работе в течение 8 ч или при другой продолжительности, но не более 41 ч в неделю, в течение всего рабочего стажа не могут вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений.

ПДК для большинства веществ являются максимально разовыми, т.е. содержание вещества в зоне дыхания, работающих усреднено периодом кратковременного отбора проб воздуха: 15 мин. для токсических веществ и 30 мин. для веществ преимущественно фиброгенного действия. Для высококумулятивных веществ наряду с максимально разовой установлена среднесменная ПДК - средняя концентрация, полученная при непрерывном или прерывистом отборе проб воздуха при суммарном времени не менее 75% продолжительности рабочей смены или концентрация, средневзвешенная во времени длительности всей смены в зоне дыхания, работающих на местах постоянного или временного их пребывания.

Рабочая зона - пространство высотой до 2 м над уровнем пола или площадки, на которых находятся места постоянного или временного (непостоянного) пребывания работающих. Постоянное рабочее место - место, на котором работающий находится большую часть своего рабочего времени (более 50% или более 2 ч непрерывно). Если при этом работа осуществляется в различных пунктах рабочей зоны, постоянным рабочим местом считается вся рабочая зона.

Наименование веществ в таблице дано в алфавитном порядке с указанием синонимов и наиболее распространенных торговых и фирменных названий, приведенных в Приложении. Наряду с величинами ПДК указан класс опасности и преимущественное агрегатное состояние вещества в воздухе в условиях производства. По степени воздействия на организм человека вредные вещества подразделены на четыре класса опасности: I - вещества чрезвычайно опасные, II - вещества высоко опасные, III - вещества умеренно опасные, IV - вещества мало опасные, в соответствии с классификацией ГОСТ 12.1.007-76 "ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности".

Водород, выделяющийся при электролизе, уже при содержании 0,4 об. % может образовывать с воздухом взрывоопасную смесь. Предельно допустимая взрывобезопасная концентрация водорода в производственном помещении согласно СНиП П-М.2—72 принимается равной 10 % от нижнего предела взрываемости, т. е. 0,4 об. %.

3.1.2 Микроклимат

Микроклимат производственных помещений определяется действующими на организм человека сочетаниями температуры, влажности и скорости движения воздуха.

Отклонения данных параметров от нормы оказывает вредное влияние на человека, при этом обычно возникают ухудшение самочувствия работника, снижение эффективности работы и различные заболевания.

Неблагоприятные условия могут вызывать перенапряжение механизма

терморегуляции, что ведет к перегреву или переохлаждению организма. Высокая температура приводит к быстрой утомляемости работника, может привести к перегреву организма, тепловому удару. А низкая температура может вызвать местное или общее охлаждение организма, и привести к простудному заболеванию либо обморожению.

Высокая относительная влажность при высокой температуре воздуха способствует перегреванию организма, при низкой температуре увеличивается теплоотдача с поверхности кожи. Низкая влажность вызывает неприятные ощущения в виде сухости слизистых оболочек дыхательных путей работающего.

Для удобства работы в помещении необходимо нормирование параметров микроклимата (таблица 3.1) и применение защитных мероприятий защиты от вредного влияния отклонения параметров микроклимата.

Таблица 3.1. Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений (СанПиН 2.2.4.548-96).

Период года	Категория работ по уровням энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	Iб (140-174)	21-23	60-40	0,2
Теплый	Iб (140-174)	22-24	60-40	0,2

3.1.3 Электромагнитное излучение

Научно-исследовательская работа выполнялась с помощью персональных компьютеров (ПЭВМ). При этом основным вредным фактором для инженера-исследователя является электромагнитное излучение, которое влияет на костные ткани, ухудшает зрение, повышает утомляемость, а также может вызвать ослабление памяти и возникновение онкологических заболеваний.

Таблица 3.2. Временные допустимые уровни (ВДУ) электромагнитных полей, создаваемых ПЭВМ на рабочих местах

Наименование параметров		ВДУ
Напряженность электрического поля	в диапазоне частот 5 Гц - 2 кГц	25 В/м
	в диапазоне частот 2 кГц - 400 кГц	2,5 В/м
Плотность магнитного потока	в диапазоне частот 5 Гц - 2 кГц	250 нТл
	в диапазоне частот 2 кГц - 400 кГц	25 нТл
Напряженность электростатического поля		15 кВ/м

Безопасные уровни излучений регламентируются нормами СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03 и представлены в таблице 3.2.

Для того, чтобы снизить вредное влияние электромагнитного излучения при работе с ПК необходимо соблюдать следующие общие гигиенические требования:

1. Продолжительность непрерывной работы взрослого пользователя не должна превышать 2 ч, ребенка – 10 - 20 мин, в зависимости от возраста. В процессе работы желательно менять тип и содержание деятельности, например, чередовать редактирование и ввод данных и их считывание. Санитарными нормами предусматриваются обязательные перерывы в работе на ПК, во время которых рекомендуется делать простейшие упражнения для глаз, рук и опорно-двигательного аппарата.

2. Рабочее место с ПК должно располагаться по отношению к оконным проемам так, чтобы свет падал сбоку, предпочтительнее слева. При наличии нескольких компьютеров расстояние между экраном одного монитора и задней стенкой другого должно быть не менее 2 м, а расстояние между боковыми стенками соседних мониторов – 1,2 м. Экран монитора должен находиться от глаз пользователя на оптимальном расстоянии 60÷70 см, но не ближе 50 см

3. Для ослабления влияния рассеянного рентгеновского излучения от монитора ПК рекомендуется использовать защитные экраны из металлической

сетки и металлических прутков в виде навесов, козырьков, и допустимая величина защитного сопротивления заземления экранирующих устройств не должна быть более 40м.

Кроме этих, к средствам индивидуальной защиты (СИЗ) от статического электричества и электрических полей промышленной частоты относят защитные халаты, комбинезоны, очки, спец обувь, заземляющие браслеты.

Материалом для защитных халатов, комбинезонов, фартуков служит специальная ткань, в структуре которой используются тонкие металлические нити, скрученные с хлопчатобумажными. Шлем и бахилы костюма делаются из такой же ткани, но в шлем спереди вшиты очки и специальная проволочная сетка для дыхания. СИЗ должны быть заземлены.

Очки изготавливаются из стекол специальных марок, металлизированных диоксидом олова.

3.1.4 Шум

Длительное воздействие шума может привести к ухудшению слуха, а в отдельных случаях – к глухоте. Шумовое загрязнение среды на рабочем месте неблагоприятно воздействует на работающих: снижается внимание, увеличивается расход энергии при одинаковой физической нагрузке, замедляется скорость психических реакций и т.п. В результате снижается производительность труда и качество выполняемой работы.

Нормирование шума призвано предотвратить нарушение слуха и снижение работоспособности и производительности труда работающих. Для разных видов шумов применяются различные способы нормирования.

Для постоянных шумов нормируются уровни звукового давления в октавных полосах со среднегеометрическими частотами 63, 125, 250, 500, 1000, 2000, 4000, 8000 Гц. Для непостоянных шумов нормируется так же эквивалентный уровень звука. Допустимые уровни звукового давления для рабочих мест служебных помещений и для жилых и общественных зданий и их территорий различны.

Согласно ГОСТ 12.1.003-83 при разработке технологических процессов, проектировании, изготовлении и эксплуатации машин, производственных зданий и сооружений, а также при организации рабочих мест следует принимать все необходимые меры по снижению шума, воздействующего на человека, до значений, не превышающих допустимые.

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

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

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

3.1.5 Освещенность

Правильно спроектированное и рационально выполненное освещение производственных помещений оказывает положительное воздействие на работающих, способствует повышению эффективности и безопасности труда, снижает утомление и травматизм, сохраняет высокую работоспособность.

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

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

Длина помещения $a=6000\text{мм}$, ширина $b=4200\text{мм}$.

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

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

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

Высота помещения: $H = 3600\text{мм}$.

Расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 400\text{мм}$.

Высота светильника над полом, высота подвеса:

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

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

Расчетная высота, высота светильника над рабочей поверхностью:

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

Для двухламповых светильников ОД при одиночной установке или непрерывных рядах из одиночных светильников в соответствии с требованиями наименьшая допустимая высота подвеса над полом составляет $3,5 \text{ м}$. Рассчитанная величина $h = 2200 \text{ мм}$ не соответствует требованиям.

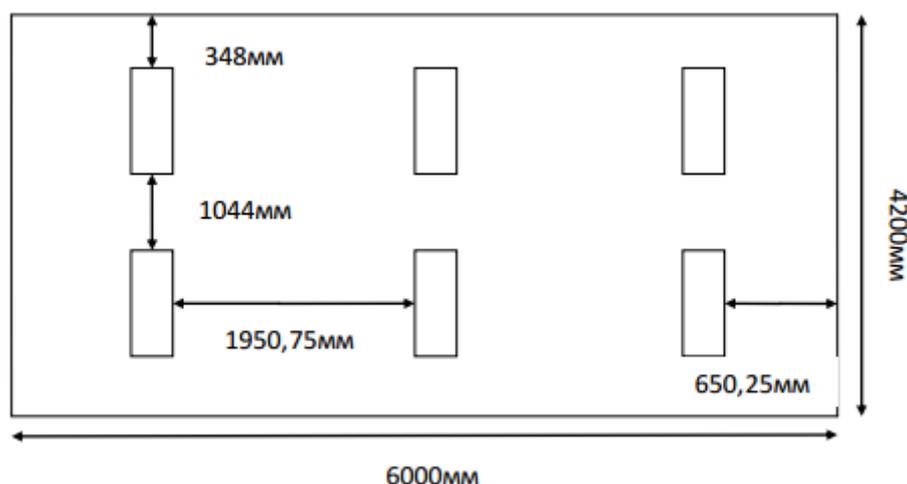


Рисунок 3.1. Схема размещения светильников в помещении

Оптимальное расстояние между светильниками L должно составлять:

$$L = \lambda \cdot h = 1,1 \cdot 2,2 = 2,24\text{м}$$

Расстояние от крайних светильников до стены является оптимальным, так как рекомендуемая величина равна $L/3 = 2,42/3 = 0,8\text{м}$

Расчет общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока:

$$\Phi = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta}$$

где нормируемая минимальная освещенность (по СНиП 23-05-95): $E_H = 300$ Лк (разряд зрительной работы V: малой точности);

Площадь освещаемого освещения: $S = 25,2 \text{ м}^2$;

Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, наличие в атмосфере дыма, пыли: $K_3 = 1,8$ (помещение с малым выделением пыли);

Коэффициент неравномерности освещения: $Z=1,1$ (для люминесцентных ламп);

Коэффициент использования светового потока: $\eta = 0,42$.

Тогда число ламп в помещении:

$$N = \frac{E_H \cdot K_3 \cdot S \cdot Z}{\Phi_{\text{ЛД}} \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 1,8 \cdot 25,2 \cdot 1,1}{3100 \cdot 0,42} = 11,50;$$

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

Потребный световой поток группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле:

$$\Phi_{\text{П}} = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{300 \cdot 25,2 \cdot 1,8 \cdot 1,1}{12 \cdot 0,42} = 3005,36\text{лм}$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \leq 20\%;$$

$$\frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% = \frac{3100 - 3005,36}{3100} \cdot 100\% = 3,05\%$$

Таким образом: $-10\% \leq 3,05\% \leq 20\%$, необходимый световой поток

светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

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

Расстояние между светильниками по длине помещения L_a определяется по формуле:

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

Получено $L_a=1950,75$ мм, и $L_a/3=650,25$ мм. Видно, что значение L_a меньше оптимального расстояния между светильниками L . Аналогично расстояние между светильниками по ширине помещения $L_b=1044$ мм, и $L_b/3=348$ мм.

Результат планирования расположения светильников показан на рисунке 3.1.

3.1.6 Электробезопасность

Основными причинами воздействия тока на человека являются:

1. Случайное прикосновение или приближение на опасное расстояние к токоведущим частям;
2. Появление напряжения на металлических частях оборудования в результате повреждения изоляции или ошибочных действий персонала;
3. Шаговое напряжение на поверхности земли в результате замыкания провода на землю;
4. Появление напряжения на отключенных токоведущих частях, на которых работают люди, вследствие ошибочного включения установки;
5. Освобождение другого человека, находящегося под напряжением;
6. Воздействие атмосферного электричества, грозových разрядов.

Неисправность проводки установки может стать причиной поражения электрическим током. Прохождение тока может вызывать у человека раздражение и повреждение различных органов. Пороговый не отпускающий ток составляет 50 Гц (6-16 мА). Защита от воздействия электрического тока осуществляется путем проведения организационных, инженерно-технических и лечебно-профилактических мероприятий.

Согласно ГОСТ 12.1.019. ССБТ, электробезопасность должна обеспечиваться конструкцией электроустановок, техническими способами и средствами защиты. Электроустановки и их части выполнены таким образом, чтобы работающие не подвергались опасным и вредным воздействиям электрического тока и электромагнитных полей, и соответствовать требованиям электробезопасности.

Согласно ПУЭ 7.4 «Правила устройства электроустановок» помещение, в котором находится установка, предназначенная для нанесения оксидов и оксинитридов титана на стальные подложки, относится к помещениям без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность. К таким условиям относятся: сырость (влажность более 75 %), токопроводящей пыли, токопроводящие полы (металлические, земляные, железобетонные, кирпичные и т.п.); высокие температуры (выше 35 °С); возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей технологическим аппаратам, механизмам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования - с другой. В лаборатории находятся электрические установки с классами напряжения до 1 кВ, в которых, согласно ГОСТ12.1.038-82 ССБТ, предельно допустимые безопасные значения тока, напряжения и сопротивления не должны превышать значений 0,1 мА, 36В и 4 Ом соответственно.

Для предотвращения поражения электрическим током следует проводить следующие мероприятия:

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

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

1. изоляция токоведущих частей;
2. малое напряжение в электрических цепях;
3. защитное заземление, зануление, защитное отключение;
4. применение разделяющих трансформаторов;
5. использование оболочек и блокировок для предотвращения возможности случайного прикосновения к токоведущим частям и ошибочных действий или операций;
6. средства индивидуальной защиты и предохранительные приспособления: диэлектрические перчатки, галоши, изолирующие штанги, изолирующие и электроизмерительные клещи, диэлектрические резиновые ковры, указатели напряжения.

3.1.7 Пожар взрывоопасность

Согласно НПБ 105-03 используемое помещение относится к категории пожароопасной В4, т.е. в которых находятся горючие и трудно горючие жидкости, вещества и материалы (в том числе пыли и волокна), но удельная пожарная нагрузка на участке находится в интервале 1-180МДж*м².

В лаборатории разработаны инструкции о мерах пожарной безопасности для каждого взрывопожароопасного и пожароопасного участка (мастерской, цеха и т. п.) в соответствии с приложением № 1 ППБ 01-03.

Согласно НПБ 105-95 и СНиП 21-01-97 работники допускаются к работе только после прохождения инструктажа о мерах пожарной безопасности, во всех помещениях вывешены таблички с указанием номера телефона вызова пожарной охраны и таблички с направлением пути эвакуации и план эвакуации.

Согласно ППБ 01-03 в здании, где ведутся работы, предусмотрены инженерно-технические решения, которые обеспечивают в случае пожара эвакуацию людей (аварийные выходы), подачу средств пожаротушения к очагу, есть сигнализация и работает оповещение о пожаре.

Пожарные краны, огнетушители и другая пожарная техника для защиты

объектов соответствует (ГОСТ 12.1.004-91 с измен. 21.10.1993 г).

На рисунке 2. представлен план эвакуации 303 аудитории 3 корпуса, где находится установка вихревого тока ЗМА. По плану виден основные эвакуационные выходы и огнетушители.

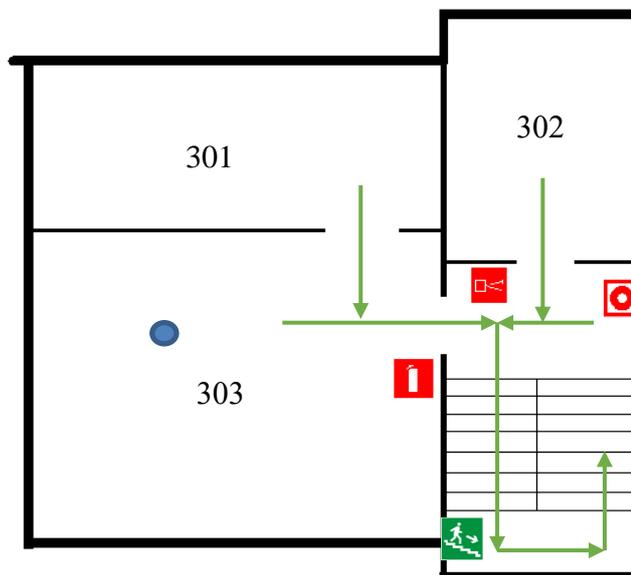


Рисунок 3.2. План эвакуации из рабочего помещения

Из огнетушителей разных видов наиболее широко используются углекислотные, порошковые и воздушно-пенные. Огнетушители воздушно-пенные используются при тушении пожаров классов А и В (дерево, краски и ГСМ) не допускается применять для тушения электроустановок под напряжением, а также щелочных металлов; эксплуатируются при температуре от +5 до +50°C.

Порошковые огнетушители (ОБ-5) используются в качестве первичного средства тушения пожаров класса А (твердых веществ), В (жидких веществ), С (газообразных веществ) и электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В; огнетушители не пригодны для тушения загораний щелочных и щелочноземельных металлов и других материалов, горение которых может происходить без доступа воздуха.

Огнетушители углекислотные (ОУ-2) предназначены для тушения загораний различных веществ, горение которых не может происходить без

доступа воздуха, загорании на электрифицированном железнодорожном транспорте, электроустановок, находящихся под напряжением не более 10кВ. Преимуществом углекислотных огнетушителей является отсутствие следов тушения. Огнетушители не предназначены для тушения загорании веществ, горение которых может происходить без доступа воздуха (алюминий, магний и их сплавы, натрий, калий).

В лабораториях расположены огнетушители порошковые ОП-4(з)-АВСЕ-02 (предназначен для тушения твердых, жидких и газообразных веществ и электроустановок до 1000В).

Причинами возникновения пожара могут быть:

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

При работе на установке используются баллоны с аргоном и азотом. Эксплуатация баллонов связана с рядом опасных факторов. Наполненный сжатым газом баллон обладает большой энергией, и если в нем образуется отверстие, то газ истекает из него с критической скоростью. Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, находящихся под высоким давлением описаны в ПБ 03-576-03 и ГОСТ 12.2.085-2002. В целях безопасности, выполнены общие правила эксплуатации баллонов:

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

2. Баллоны с газом, устанавливаемые в помещении находятся от радиаторов отопления и других отопительных приборов на расстоянии не менее 1 метра и от печей и других источников тепла с открытым огнем не менее 5 метров. При невозможности выдержать необходимое расстояние, необходимо применять защитные экраны, предохраняющие баллоны от

местного разогрева, располагая баллон не ближе 0.1 м от экрана. Установленные баллоны также необходимо предохранять от действия солнечных лучей.

3. Выпуск газов из баллона производится через редуктор, предназначенный исключительно для данного газа и окрашенный в соответствующий цвет. Камера низкого давления редуктора имеет манометр и пружинный предохранительный клапан, отрегулированный на соответствующее давление в емкости; во всех случаях открывать и закрывать вентиль баллона необходимо медленно.

3.2 Охрана окружающей среды

В данной работе отходами являются металлические порошки, полученные вследствие чистки камеры и других компонентов установки.

Порошки, главным образом, состоят из стали, титана и оксинитридовтитана. Для утилизации этих отходов сначала следует их разделить, для этого можно использовать магнит. После разделения отходов на 2 подгруппы: сталь и окси нитриды титана, нужно их перевести на специальные места на переработку. Направить сталь в чёрную металлургию, а титан в цветную металлургию, на переплавку и повторное использование.

3.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация – 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.

Рассмотрим две наиболее типичных чрезвычайных ситуации, которые могут произойти на предприятии.

Первый случай: остановка производства в результате сильных морозов.

Меры по предупреждению ЧС:

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

2. Обеспечение устойчивости теплоснабжения за счет запасных автономных источников теплоснабжения, кольцевания системы, заглубления теплотрасс.

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

4. Обеспечение устойчивости системы водоотведения. Повышение устойчивости системы канализации достигается созданием резервной сети труб, по которым может отводиться загрязненная вода при аварии основной сети. Должна быть разработана схема аварийного выпуска сточных вод непосредственно в водоемы. Насосы, используемые для перекачки загрязненной воды, комплектуются надежными источниками электропитания.

Второй случай: диверсия.

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

1. Организовать контрольно-пропускной пункт.

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

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

3.4 Перечень законодательного документа

К работе на установке вихревого тока ЗМА допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинские противопоказания, прошедшие обучение безопасности труда и инструктаж на рабочем месте.

К самостоятельной работе допускаются работники после специального обучения и проверки знаний норма и правил работы с электроустановками, правил безопасности работы с газовыми баллонами, приобретенных навыков и безопасных способов выполнения работы на установке вихревого тока ЗМА, имеющие не менее II группы по электробезопасности и получившие допуск к работе с газовыми баллонами.

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

Проведение всех видов инструктажа должно оформляться в Журнале регистрации инструктажа установленного образца, с обязательными подписями получившего и проводившего инструктаж, с указанием даты проведения инструктажа, наименования и номеров инструкции на виды работ, по которым проводится инструктаж.

По данной теме рассматриваются законодательный и нормативные документы:

1.инструкция № 2-25 по охране труда при выполнении работ на установке Gas Reaction Controller;

2. инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В;

3. инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением.

Документы по воздействию ПЭВМ:

1.инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;

2. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организация работы;

3. ГОСТ Р 50948-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Общие эргономические требования и требования безопасности;

4. ГОСТ Р 50949-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Методы измерений и оценки эргономических параметров и параметров безопасности;

Микроклимат:

1. ГОСТ 12.1.005 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

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

Шум:

1. ГОСТ 12.1.003 – 83 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.

2. СНиП П-12-77. Защита от шума.

Освещенность:

1. СНиП 23-05-95 Естественное и искусственное освещение.

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

Студенту:

Группа ОБМ51	ФИО Сюй Шупэн
------------------------	-------------------------

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	03.04.02 «Физика» Профиль «Физика конденсированного состояния вещества»

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

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	1. <i>Стоимость материалов.</i> 2. <i>Зарботная плата руководителя проекта.</i> 3. <i>Зарботная плата исполнителей проекта.</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>Нормы рабочего времени, выполнения проекта</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	1. <i>Ставка налога отчисления во внебюджетные фонды.</i> 2. <i>Процент дополнительной зарботной платы.</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	<i>Необходимый условие при поиске источников финансирования для проведения НИ и коммерциализации его результатов.</i>
2. <i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	<i>Планируемые расходы; Группировка затрат; Планирование и расчет бюджета научной-исследовательской работы.</i>
3. <i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	<i>Расчет интегрального показателя эффективности НИ.</i> <i>Определение эффективности и перспектив научного исследования.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. <i>Оценка конкурентоспособности технических решений</i>
2. <i>Матрица SWOT</i>
3. <i>Альтернативы проведения НИ</i>
4. <i>График проведения и бюджет НИ</i>
5. <i>Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ</i>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Рыжакина Т. Г.	Канд.экон.наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Сюй Шупэн		

Глава 4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Введение

В процесса поиска источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов, оценка коммерческой ценности работы является необходимым условием. При этом разработчики должны представить настоящее состояние и перспективы проводимых ими научных исследований.

Помимо превышения технических параметров над предыдущими разработками необходимо понимать коммерческую привлекательность научного исследования.

Целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является проектирование и создание конкурента способных разработок, технологий, отвечающих современным требованиям в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Для достижение цели следует решить следующие задачи:

1. Определение коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения
2. Планирование научно-исследовательских работ;
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.

4.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Для введения результатов выпускной квалификационной работы на тему «Исследование содержания водорода в титане электрическими методами» на целевой рынок, необходимо прежде всего произвести анализ потребителей результатов исследования и в свою очередь выявить сегмент рынка.

Для выявления определенной части рынка или группы потребителей, обладающих определенными общими признаками, необходима реализация

сегментирование, т.е. формирование определенных групп, испытывающих необходимость в данном товаре.

Реализация сегментирования рынка услуг по спектру проведения научных исследований в области содержания водорода через титан по следующим критерием представлена в таблице 4.1.

Таблица 4.1. Карта сегментирования рынка услуг по спектру проведения исследований содержания водорода через титан

		Спектр проведения научных исследований содержания водорода через титан			
		Широкий температурный диапазон проведения эксперимента	Непродолжительные сроки проведения эксперимента	Быстрый анализ полученных данных	Исследование защитных покрытий и модификаций поверхностного слоя
Методика исследования содержания водорода	Методика вихревых токов				
	методика электрохимического проникновения и масс - спектрометрического анализа				
	Методика проникновения в газовой среде при высоких давлениях и температуре				

На карте сегментирования рынка услуг по спектру проведения исследований содержания водорода через титан приведены следующие научно-исследовательские институты и лаборатории, представленные в таблице 4.2.

Таблица 4.2. Научно-исследовательские институты и лаборатории

Международная научно-образовательная лаборатория технологии водородной энергетики НИ ТПУ г. Томск	
Международная научно-образовательная лаборатория «Водородная энергетика и плазменные технологии» НИ ТПУ г. Томск	
Национальный научный центр Харьковский физико-технический институт г. Харьков	

Анализируя карту сегментирования, представленную в таблице 4.1., следует, что исследованиями содержания водорода в титан методов электрохимического проникновения мало заинтересованы научными институтами и лабораториями, представленными в таблице 4.2. Исходя из таблицы 4.1., на сегменты электрохимического проникновения водорода через титан с последующим быстрым анализом полученных данных и исследованием защитных покрытий и модификаций поверхностного слоя следует направить максимальные усилия и ресурсы предприятия.

4.2 Анализ конкурентных технических решений

Для успешного выхода на рынок, необходимо проводить систематический анализ конкурирующих товаров, т.к. новые разработки постоянно пребывают с течением определенного промежутка времени.

Результатом анализа конкурирующих товаров, являются важные коррективы и поправки, вносимые в научное исследование, с целью постоянного повышения спроса и преимущества на рынке.

Рассматривая данный анализ со стороны ресурсоэффективности и ресурсосбережения, следует ряд оценок сравнительной эффективности научной разработки и определение ее развития и конкурентоспособности в будущем.

Для выполнения данного анализа, воспользуемся оценочной картой, приведенной в таблице 4.3.

Таблица 4.3. Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}

1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Повышение производительности труда пользователя	0,05	4	4	4	0,2	0,2	0,2
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,1	4	4	4	0,4	0,4	0,4
3. Помехоустойчивость	0,05	5	5	4	0,25	0,25	0,2
4. Энергоэкономичность	0,05	5	4	5	0,25	0,2	0,25
5. Надежность	0,1	4	5	3	0,4	0,5	0,3
6. Уровень шума	0,05	4	3	4	0,2	0,15	0,2
7. Безопасность	0,1	4	5	5	0,4	0,5	0,5
8. Потребность в ресурсах памяти	0,05	5	2	5	0,25	0,1	0,25
9. Функциональная мощность (предоставляемые возможности)	0,05	5	4	3	0,25	0,2	0,15
10. Простота эксплуатации	0,05	3	4	5	0,15	0,2	0,25
11. Качество интеллектуального интерфейса	0	4	4	4	0	0	0
12. Ремонтопригодность	0,05	3	4	4	0,15	0,2	0,2
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0	4	5	4	0	0	0
2. Уровень проникновения на рынок	0	4	4	4	0	0	0
3. Цена	0,05	4	4	3	0,2	0,2	0,15
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,1	3	4	5	0,3	0,4	0,5
5. Послепродажное обслуживание	0	1	1	1	0	0	0
6. Финансирование научной разработки	0,1	5	3	3	0,5	0,3	0,3
7. Срок выхода на рынок	0	1	4	4	0	0	0
8. Наличие сертификации разработки	0,05	3	4	2	0,15	0,2	0,1
Итого	1	61	77	73	4,05	3,7	3,95

Позиция разработки и конкурентов оценивается по каждому показателю экспертным путем по пятибалльной шкале, где 1 – наиболее слабая позиция, а 5 – наиболее сильная.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

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

где K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

V_i – вес показателя (в долях единицы);

B_i – балл i -го показателя.

Значение K позволяет говорить о перспективах разработки и качестве проведенного исследования. Если значение показателя K получилось от 5 до 4, то такая разработка считается перспективной. Если от 4 до 3 – то перспективность выше среднего. Если от 3 до 2 – то перспективность средняя. Если от 2 до 1 – то перспективность ниже среднего. Если 1 и ниже – то перспективность крайне низкая.

По результатам оценки качества и перспективности делается вывод об объемах инвестирования в текущую разработку и направлениях ее дальнейшего улучшения.

Итогом данного анализа, приведенного в оценочной карте сравнения конкурентных технических решений (разработок), следует, что исследование содержания водорода в титане электрическими методами превосходит своих конкурентов по многим критериям, в частности, как удобство в эксплуатации, энергоэкономичность, безопасность, простота эксплуатации и т.д. Экономические критерии оценки эффективности также превосходят своих конкурентов по многим факторам.

4.3 SWOT-анализ

Для исследования внешней и внутренней среды проекта применяют анализ SWOT – комплексный анализ научно-исследовательского проекта. Специфика данного анализа формируется несколькими этапами.

Первый этап заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде. Дадим трактовку каждому из этих понятий:

1. **Сильные стороны.** Сильные стороны – это факторы, характеризующие конкурентоспособную сторону научно-исследовательского проекта. Сильные стороны свидетельствуют о том, что у проекта есть отличительное преимущество или особые ресурсы, являющиеся особенными с точки зрения конкуренции. Другими словами, сильные стороны – это ресурсы или возможности, которыми располагает руководство проекта и которые могут быть эффективно использованы для достижения поставленных целей. При этом важно рассматривать сильные стороны и с точки зрения руководства проекта, и с точки зрения тех, кто в нем еще задействован.
2. **Слабые стороны.** Слабость – это недостаток, упущение или ограниченность научно-исследовательского проекта, которые препятствуют

достижению его целей. Это то, что плохо получается в рамках проекта или где он располагает недостаточными возможностями или ресурсами по сравнению с конкурентами.

3. **Возможности.** Возможности включают в себя любую предпочтительную ситуацию в настоящем или будущем, возникающую в условиях окружающей среды проекта, например, тенденцию, изменение или предполагаемую потребность, которая поддерживает спрос на результаты проекта и позволяет руководству проекта улучшить свою конкурентную позицию.
4. **Угроза** представляет собой любую нежелательную ситуацию, тенденцию или изменение в условиях окружающей среды проекта, которые имеют разрушительный или угрожающий характер для его конкурентоспособности в настоящем или будущем. В качестве угрозы может выступать барьер, ограничение или что-либо еще, что может повлечь за собой проблемы, разрушения, вред или ущерб, наносимый проекту.

Результаты первого этапа SWOT-анализа представлена в таблице 4.4.

После того как сформулированы четыре области SWOT переходят к реализации второго этапа.

Таблица 4.4. SWOT-анализ

<p align="center">Сильные стороны научно исследовательского проекта:</p> <p>С1. Заявленная экономичность и энергоэффективность технологии.</p> <p>С2. Быстрый анализ полученных данных.</p> <p>С3. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.</p> <p>С4. Легкий интерфейс управления.</p> <p>С5. Безопасность проведения исследований.</p>	<p align="center">Слабые стороны научно исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Проведение исследований исключительно при комнатной температуре.</p> <p>Сл2. Предварительная подготовка экспериментальных образцов перед исследованием.</p> <p>Сл3. Низкий уровень проникновения на рынок.</p> <p>Сл4. Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца.</p> <p>Сл5. Длительный срок поставок материалов (образцов) для проведения научного исследования.</p>
<p align="center">Возможности:</p> <p>В1. Быстрая оценка защитных покрытий для дальнейшего исследования.</p> <p>В2. Решение фундаментальных задач исследования.</p> <p>В3. Появление дополнительного спроса на новый продукт.</p> <p>В4. Исследования коррозионных свойств металлов.</p> <p>В5. Повышение стоимости конкурентных разработок.</p>	<p align="center">Угрозы:</p> <p>У1. Несвоевременное финансирование научного исследования при дальнейшем развитии проекта.</p> <p>У2. Развитая конкуренция технологий производства.</p> <p>У3. Ограничения на экспорт технологии.</p> <p>У4. Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции.</p> <p>У5. Изменение спецификаций и стандартов на поставку экспериментальных металлических образцов запрещенного типа.</p>

После того как сформулированы четыре области SWOT переходят к реализации второго этапа.

Второй этап заключается в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие должны помочь выявить степень необходимости проведения стратегических изменений.

Возможно использование этой матрицы в качестве одной из основ для оценки вариантов стратегического выбора. Каждый фактор помечается либо знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-».

Использование интерактивной матрицы помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей SWOT.

Таблица 4.5. Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта						
Возможности проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	B1	0	+	+	+	+
	B2	+	+	+	+	+
	B3	+	+	+	+	+
	B4	+	+	+	0	+
	B5	+	+	+	+	+

Таблица 4.6. Интерактивная матрица проекта

Слабые стороны проекта						
Возможности проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
	B1	+	+	-	-	-
	B2	-	+	-	+	-
	B3	0	+	-	0	0
	B4	+	0	-	-	+
	B5	-	+	0	+	+

Таблица 4.7. Интерактивная матрица проекта

Сильные стороны проекта						
Угрозы проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	У1	0	-	-	-	-
	У2	0	+	0	0	-
	У3	+	-	-	-	-
	У4	0	+	+	+	+
	У5	0	+	0	+	+

Таблица 4.8. Интерактивная матрица проекта

Слабые стороны проекта						
Угрозы проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	Сл5
	У1	-	+	-	+	+
	У2	+	+	0	+	+
	У3	-	+	-	+	-
	У4	+	+	+	+	+
	У5	0	+	+	0	-

В рамках **третьего** этапа должна быть составлена итоговая матрица SWOT-анализа, которая приводится в табл. 4.9.

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

Таблица 4.9. SWOT-анализ

	<p>Сильные стороны научно исследовательского проекта:</p> <p>С1. Заявленная экономичность и энергоэффективность технологии.</p> <p>С2. Быстрый анализ полученных данных.</p> <p>С3. Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями.</p> <p>С4. Легкий интерфейс управления.</p> <p>С5. Безопасность проведения исследований.</p>	<p>Слабые стороны научно исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Проведение исследований исключительно при комнатной температуре.</p> <p>Сл2. Предварительная подготовка экспериментальных образцов перед исследованием.</p> <p>Сл3. Низкий уровень проникновения на рынок.</p> <p>Сл4. Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца.</p> <p>Сл5. Длительный срок поставок материалов (образцов) для проведения научного исследования.</p>
<p>Возможности:</p> <p>В1. Быстрая оценка защитных покрытий для дальнейшего исследования.</p> <p>В2. Решение фундаментальных задач исследования.</p> <p>В3. Появление дополнительного спроса на новый продукт.</p> <p>В4. Исследования коррозионных свойств металлов.</p> <p>В5. Повышение стоимости конкурентных разработок.</p>	<p>Заявленная повышенная экономичность, энергоэффективность и безопасность проекта способствует появлению дополнительного спроса на данный продукт. Также быстрый анализ полученных экспериментальных данных повлечет дополнительное решение фундаментальных задач исследования.</p>	<p>Проведение исследований исключительно при комнатных температурах способствует повышению стоимости конкурентных разработок.</p>

<p>Угрозы:</p> <p>У1. Несвоевременное финансирование научного исследования при дальнейшем развитии проекта.</p> <p>У2. Развитая конкуренция технологий производства.</p> <p>У3. Ограничения на экспорт технологии.</p> <p>У4. Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции.</p> <p>У5. Изменение спецификаций и стандартов на поставку экспериментальных металлических образцов запрещенного типа.</p>	<p>Более низкая стоимость производства по сравнению с другими технологиями повлечет изменение спецификаций и стандартов на поставку экспериментальных металлических образцов запрещенного типа.</p>	<p>Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца будет являться неотъемлемым фактором, представляющим собой барьер для экспорта технологии.</p> <p>Также низкий уровень проникновения на рынок способствует несвоевременному финансированию научного исследования при дальнейшем развитии проекта.</p>
--	---	---

Из таблицы, Поле СИВ показывает, необходимо использовать заявленную экономичность и энергоэффективность технологии, чтобы получить отдачу от возможностей во внешней среде. Поле СЛВ показывает, за счет проведения исследований исключительно при комнатных температурах, внешней среды организация сможет преодолеть имеющиеся слабости. Поле СИУ показывает, необходимо использовать более низкую стоимости производства по сравнению с другими технологиями организации для устранения угроз. Поле СЛУ показывает, необходимо избавиться от отсутствия оборудования для проведения испытания опытного образца, чтобы попытаться предотвратить нависшую угрозу.

4.4 Планирование научно-исследовательских работ

Для выполнения и планирования данной работы по теме Диагностика

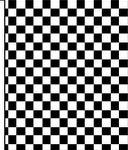
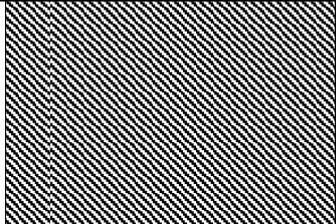
процесса распыления и исследование структуры полученных покрытий методом реактивного магнетронного распыления, сначала нужно ее разделить на несколько частей, то есть различные этапы:

1. Подготовительный этап. Выбор темы; изучение, анализ информации по выбранной теме. Техничко-экономическое обоснование целесообразности проведения исследований по данной теме. Определение рабочей группы;
2. Формирование теоретической части. Выявление возможных
3. направлений исследования;
4. Проведение экспериментов по теоретической части;
5. Количественная оценка экспериментального исследования, выбор параметров, проведение численного моделирования;
6. Корректировка разработанных параметров после получения результатов эксперимента;
7. Выводы и предложения по теме, обобщение результатов разработки.
8. Составление технологического отчета;
9. Завершающий этап. Проведение анализа результатов исследования всей рабочей группы. Утверждение результатов работы. Подготовка отчетной документации.

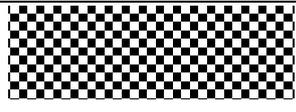
Научные исследования выполнила группа, в состав которой входили научный руководитель, лаборанты, и магистрант. Данную работу можно разделить на следующие этапы, как показано на таблице 4.10.

Таблица 4.10. Календарный план

№ работ	Вид работ	Исполнит.	T_{ki} , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ															
				январь.			февраль			март			апрель			май			
				1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
1	Разработка технического задания	Науч. рук.	1,6																
2	направлен исследовательские работы	Студент, науч. ч.	13,3																

			0,69					
3	Теоретические и экспериментальные исследования	Студент, Инженер	12,6					
			1,8					
4	Обобщение и оценка результатов	Студент	15,9					
5	Разработка технической документации	Студент	13,8					
6	Изготовление опытного образца	Студент, Инженер	10,9					
			5,4					
7	Оформление отчета по НИР	Студент	17,3					

Исполнители календарного план – графика

Научный руководитель	
Студент	
Инженер	

4.5 Определение трудоемкости выполнения работ

Главным фактором отражения основной части стоимости научной разработки являются трудовые зарплаты. Исходя из этого, важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования.

Для оценки трудоёмкости выполнения научного исследования выпускной квалификационной работы используют экспертный путь, определяемый человеко-днями. Для определения ожидаемого значения трудоёмкости используют следующее соотношение:

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3t_{\text{min}i} + 2t_{\text{max}i}}{5}, \quad (4.2)$$

где $t_{\text{ож}i}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.; $t_{\text{min}i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы чел.-дн.; $t_{\text{max}i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы чел.-дн.

Произведем оценку трудоемкости выполнения научного исследования для научного руководителя:

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3 \cdot 4 + 2 \cdot 8}{5} = 5,6 \text{ чел. – дн} \quad (4.3)$$

Произведем оценку трудоемкости выполнения научного исследования для студента:

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3 \cdot 180 + 2 \cdot 360}{5} = 252 \text{ чел. – дн.} \quad (4.4)$$

Рассчитав ожидаемую трудоемкости работ, определим продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p , учитывая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями, по следующему соотношения:

$$T_{p_i} = \frac{t_{\text{ож}i}}{Ч_i} \quad (4.5)$$

где T_{p_i} – продолжительность одной работы, раб. дн.; $Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для научного руководителя:

$$T_{pi} = \frac{5,6}{3} = 1,86 \text{ раб. дн.} \quad (4.6)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для студента:

$$T_{pi} = \frac{252}{2} = 126 \text{ раб. дн.} \quad (4.7)$$

Произведем расчет продолжительности работы выполнения научного исследования для инженера:

$$T_{pi} = \frac{24}{3} = 8 \text{ раб. Дн} \quad (4.8)$$

Построим диаграмму Ганта, так как она является наиболее наглядным и удобным графиком для проведения научных работ. Диаграмма Ганта – горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

Необходимо длительность каждого из этапов работ из рабочих дней перевести в календарные дни:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}} \quad (4.9)$$

Коэффициент календарности:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} = 1,22, \quad (4.10)$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году, $T_{\text{вых}}$ – количество выходных дней в году, $T_{\text{пр}}$ – количество праздничных дней в году.

Все рассчитанные значения представлены в таблице 4.11.

Таблица 4.11. Временные показатели проведения научного исследования

Названия работ	Трудоёмкость работ									Исполнитель и			Длительность работ в рабочих днях, T_{pi}			Длительность работ в календарных днях, T_{ki}		
	t_{\min} , чел-дни			t_{\max} , чел-дни			$t_{\text{ожид}}$, чел-дни											
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3			

Оформление отчета по НИР(комплекта)	Изготовление опытного	Разработка технической	Обобщение и оценка	Теоретические и экспериментальн	Выбор направления авления исс-	Разработка техническо
					2	1
32	18	23	28	24	28	
	8			3		
					5	3
40	29	36	39	28	26	
	16			5		
					1,4	32
35,2	22,4	28,2	32,4	25,6	27,2	
	11,2			3,8		
					Научный	Научны
Студент	Студент	Студент	Студен	Студент	Студент	
	Инженер			Инженер		
					9	1
11,7	7,5	9,4	10,8	8,5	3,9	
	3,7			1,3		
					0,69	16
17,3	10,9	13,8	15,9	12,6	13,3	
	5,4			1,8		

По таблице 4.11. строится диаграмма Ганта. График строится для максимального по длительности работ в рамках научно-исследовательского проекта – 2 года.

4.6 Бюджет научно-технического исследования

В процессе формирования бюджета НТИ используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты НТИ;
- затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- затраты научные и производственные командировки;
- контрагентные расходы;
- накладные расходы.

Стоимость всех материальных затрат, используемых при разработке проекта приведена в таблице 4.12.

Расчет материальных затрат осуществляется по формуле:

$$Z_M = (1 + k_T) \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{\text{расх } i} \quad (4.11)$$

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

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

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

k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы (15 % от стоимости материалов).

Расчет основной заработной платы:

$$Z_{ЗП} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}, \quad (4.12)$$

Где $Z_{\text{осн}}$ - основная заработная плата;

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата (18 % от $Z_{\text{осн}}$, доктору наук – 3000 рублей).

Таблица 4.12. – Материальные затраты

Наименование материала	Единица измерения	Количество	Цена за ед Ц _і , руб	Затраты на материалы З _м , руб
Основные материалы				
Титановый сплав ВТ1-0	см ³	20	20,5	410
Вспомогательные материалы				
Шлифовальная бумага	шт	14	60	966
Спирт	мл	100	0,096	1,104
Дополнительные материалы				
Перчатки	шт	10	2,71	33,06
Халат	шт	2	459	918
Итого: 2328,16руб				

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p, \quad (4.13)$$

где T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником;

$Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (4.14)$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года (при шестидневной неделе $M = 10,4$);

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала ($F_d = 1794$).

$$Z_m = Z_{\text{тс}} \cdot k_p, \quad (4.15)$$

где $Z_{\text{тс}}$ – заработная плата согласно Положению по оплате труда;

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

Таблица 4.13. – расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{тс}$, руб	k_p	Z_m , руб	$Z_{дн}$, руб	T_p , раб.дн	$Z_{осн}$, руб
Руководитель	16751,29	1,3	21776,68	126,24	19	2398,56
Студент	1200	-	1200	6,95	390	2710,5
Инженер	14584,32	1,3	18959,62	109,91	19	2088,29
Токарь	14584,32	1,3	18959,62	109,91	19	2088,29
Итого $Z_{осн}=9285,64$ руб						

Отчисления во внебюджетные фонды:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп}), \quad (4.16)$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды ($k_{внеб} = 0,3$).

$$Z_{внеб} = 12285,64 \cdot 0,3 = 3685,7$$

Результаты определенных величин отчислений во внебюджетные фонды представлены в таблице 4.14.

Таблица 4.14. – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.	Дополнительная заработная плата, руб.
Руководитель	2398,56	3000
Студент	2710,5	-
Инженер	2088,29	-
Токарь	2088,29	-
Итого: 12285,64 руб		
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,3	
Всего отчислений во внебюджетные фонды: 5747,13 руб		

Расчет затрат на научные и производственные командировки представлены в таблице 4.15.

Таблица 4.15. – Расходы на научные и производственные командировки

Наименование мероприятия	Оплата, руб
Участие в конференции ПРФН-14	800
Производственная практика	16783,59
Итого: 17183,59 руб	

Накладные расходы:

$$Z_{\text{накл}} = \left(\frac{\text{сумма статей}}{7} \right) \cdot k_{\text{нр}}, \quad (4.17)$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы ($k_{\text{нр}} = 100\%$).

Таблица 4.16. – расчет бюджета затрат

Наименование статьи	Сумма, руб
Материальные затраты	2328,16
Затраты по осн. заработной плате исполнителей темы	9285,64
Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	3000
Затраты на научные производственные командировки	17183,59
Отчисления во внебюджетные фонды	2432,72
Накладные расходы	23779,22
Бюджет затрат	58009,33

4.7 Оценка сравнительной эффективности исследования

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

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования (табл. 4.17.). Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\Phi}^p = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\max}}, \quad (4.18)$$

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

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

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

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в разгах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в разгах (значение меньше единицы, но больше нуля).

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

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p \quad (4.19)$$

где I_m^a – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов;

a_i – весовой коэффициент i -го параметра;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i -го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – Число параметров сравнения.

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

Таблица 4.17. Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0.1	5	3	4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0.15	4	2	3
3. Помехоустойчивость	0.15	5	3	3
4. Энергосбережение	0.2	4	3	3
5. Надежность	0.25	4	4	4
6. Материалоемкость	0.15	4	4	4
ИТОГО	1			1

$$I_{\text{тп}}=5*0,1+4*0,15+5*0,15+4*0,2+4*0,25+5*0,05+4*0,01=3,94$$

$$\text{Аналог 1}=3*0,1+2*0,15+3*0,15+3*0,2+4*0,25+2*0,05+4*0,1=3,15$$

$$\text{Аналог 2}=4*0,1+3*0,15+3*0,15+3*0,2+4*0,25+4*0,05+4*0,1=3,5$$

Интегральный показатель эффективности разработки ($I_{\text{финр}}^P$) и аналога ($I_{\text{финр}}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{\text{финр}}^P = \frac{I_m^P}{I_{\text{ф}}^P} \cdot I_{\text{финр}}^a = \frac{I_m^a}{I_{\text{ф}}^a} \quad (4.20)$$

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

Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^P}{I_{\text{финр}}^a}. \quad (4.21)$$

где $\mathcal{E}_{\text{ср}}$ – сравнительная эффективность проекта; $I_{mэ}^P$ – интегральный показатель разработки; $I_{mэ}^a$ – интегральный технико-экономический показатель аналога.

Таблица 4.18. Сравнительная эффективность разработки

№ П/П	Показатели	Аналог	Разработка
1		Интегральный финансовый показатель разработки	
2		Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	
3		Интегральный показатель эффективности	
4		Сравнительная эффективность вариантов исполнения	

Сравнение значений интегральных показателей эффективности позволяет понять и выбрать более эффективный вариант решения поставленной в

магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности.

Вывод: При планировании научно-исследовательской работы был произведен подсчет бюджета исследования. В процессе формирования бюджета были использованы группировки по материальным затратам (2328,16 руб), затратам по основной заработной плате исполнителей тем (9285,64 руб), затратам по дополнительной заработной плате (3000 руб), затратам на научные и производственные командировки (17183,59руб), отчислениям во внебюджетные фонды (2432,72 руб) и накладным расходам (23779,22 руб). Всего бюджет составил 64880,79 руб. Данная оценка коммерческой ценности необходима, чтобы представлять финансовое состояние и перспективы проводимых научных исследований.

Заключение и выводы

В результате проведенного исследования теоретически обосновано и практически реализована методика применения электроточковых методов для анализа процессов наводороживания технического титана ВТ1-0.

1. Доказана возможность послойного анализа содержания водорода на различных глубинах посредством комплексного применения методов измерения электрических токов различной частоты, включая постоянный ток, в сочетании со спектрометрическими и рентгеновскими методами.

2. Одновременное измерение и сравнение вихревых токов с измерениями постоянными токами может служить в качестве дополнительного инструмента для анализа физических процессов во время гидрирования титана и быть полезным в практических целях. Полученные результаты указывают на то, что комбинированный подход обеспечивает эффективный способ измерения концентрации водорода в титановом сплаве, и может быть использован для других материалов.

3. Выбраны параметры чувствительности (ζ , ξ , U_{Re} – активной часть напряжения, U_{Im} – реактивная часть напряжения, Ph – значение фазы, U – общее напряжение.) вихретокового метода и проанализированы их применимость.

4. Предложены и исследованы параметры чувствительности магнитного спектрометра и изучена их зависимость от частоты вихревого тока для титана. На основе исследования предложенных параметров для титана выделены области максимальной и минимальной чувствительности магнитного спектрометра.

5. Подтверждается взаимосвязь между степенью наводороживания титанового сплава и изменением его электропроводимости, что дает возможность обнаруживать и определять степень наводороживания с помощью вихретокового метода в условиях производства.

6. Для измерения концентрации водорода в металле найдена связь между количеством дефектов, вносимых водородом, и электросопротивлением

(проводимостью) материала в таких условиях.

7. Определено количество дефектов по методу уширения линий рентгеновского спектра. Определена погрешность расчета количества дефектов для двух образцов.

8. Предложены параметры чувствительности магнитного спектрометра и определена их зависимость от частоты вихревого тока и содержания водорода в титане. На основе исследования предложенных параметров выделены области максимальной и минимальной чувствительности магнитного спектрометра ПЗМА. Показана возможность послойного анализа титана методом ВТ на приборе ЗМА.

9. Экспериментально найдено отношение ρ_d / N_d в зависимости от концентрации водорода в титане в условиях образования δ - гидридов титана, что позволяет по этим данным оценить механические свойства материала и фазовый переход из состояния в состояние.

10. Измерены концентрации дефектов, образующихся при наводороживании титана в диапазоне концентраций.

11. Доказано применение метода тангенса угла диэлектрических потерь для анализа послойного содержания водорода в титане. Это может служить основой для реализации новой методики неразрушающего контроля материалов.

12. Разработан метод определения фазового перехода титана при наводороживании по графику зависимости удельного электросопротивления от числа дефектов в титане.

Список публикаций студента

1. Сюй Шупэн. Измерение наводороженного титана электрическими методами (Measurement hydrogenated titanium electric methods) / Сюй Шупэн, В. В. Ларионов; науч. рук. В. В. Ларионов // Перспективы развития фундаментальных наук : сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 26-29 апреля 2016 г. в 7 т. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; под ред. И. А. Курзиной, Г. А. Вороновой. — 2016. — Т. 1: Физика. — С. 268-270. Режим доступа: <http://earchive.tpu.ru/handle/11683/25829>
2. Сюй Шупэн. Исследование диффузии водорода в титане ВТ-01 вихревыми токами (Study of hydrogen diffusion in titanium ВТ-01 eddy currents) / Чжу Ибо, Сюй Шупэн, В. В. Ларионов; науч. рук. В. В. Ларионов // Перспективы развития фундаментальных наук : сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 26-29 апреля 2016 г. в 7 т. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; под ред. И. А. Курзиной, Г. А. Вороновой. — 2016. — Т.1: Физика. — С. 313-315. Заглавие с титульного экрана. – Режим доступа: <http://earchive.tpu.ru/handle/11683/25841>
3. Larionov, V. V. Measurements of hydrogenated titanium by electric methods V. V. Larionov, Shupeng Xu, M. S. Syrtanov // AIP Conference Proceedings. — 2016. – Vol. 1772 : Prospects of Fundamental Sciences Development (PFSD-2016). – [040005, 7 p.]. – Title screen. – Доступ по договору с организацией-держателем ресурса. Режим доступа: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4964564><http://earchive.tpu.ru/handle/11683/35004>
4. Larionov, V. V., Lider, A. M., Sednev, D.A., Shupeng Xu. Compulsory Checking of Nuclear Power Engineering Materials by Direct and Eddy Current // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016 – Vol. 142, Article number 012032. – p. 1-6.
5. Larionov, V. V., SHUPENG Xu, KUN Shi, Krening M.X. Effect of Hydrogen on Conductivity of Metals // Advanced Materials Research Vol. 1084 (2015) pp 21-25.
6. Larionov, V. V., SHUPENG Xu, KUN Shi, Study of internal structure of hydrogenated metals of different frequency eddy current method // Vedecky Prumysl Evropskeho Kontinentu 2013: Materially VIII Mezinarodni Vedecko-Prakticka Konference, Praha, 27 November-5 December 2013. - Praha: Education and Science, 2013 - Vol. 23. Matematika. Fyzika - p. 73-75.

Список литературы

1. Larionov V.V., Kun Shi, Shupeng Xu. Study of internal structure of hydrogenated metals of different frequency eddy current method // Vedecky Prumysl Evropskeho Kontinentu 2013: Materially VIII Mezinarodni VedeckoPrakticka Konference. Praha: Education and Science, 2013 - V. 23. Matematika.– P. 73–75.
2. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов / Ю.Р. Колобов и др. – Новосибирск: Наука, 2001. – 232 с.
3. Носкова Н.И., Мулюков Р.Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 278 с.
4. http://www.viam-works.ru/ru/articles?art_id=752
5. Цвиккер У. Титан и его сплавы. – М.: Металлургия, 1979. – 512 с.
6. Колачев Б.А., Ливанов В.А., Буханова А.А. Механические свойства титана и его сплавов. – М.: Металлургия, 1974. – 544 с.
7. Гельд П.В. Водород в металлах и сплавах. – М.: Металлургия, 1974. – 272 с.
8. <http://ru.leco-europe.com/product/rhen602/>
9. Bragg W. L., «The Diffraction of Short Electromagnetic Waves by a Crystal», *Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*, **17**, 43 (1914).
10. Физическая энциклопедия // Гл. ред. А. М. Прохоров. Ред. кол. Д. М. Алексеев, А. М. Балдин, А. М. Бонч-Бруевич, А. С. Боровик-Романов и др. — М.: Сов. энциклопедия. Т.1. Аронова — Бома эффект — Длинные линии. 1988. 704 с.,
11. Boyer RR. Titanium for aerospace: rationale and applications. *Adv Perform Mater* 1995;2(4):349–68.
12. Gros XE, Bousigue J, Takahashi K. NDT data fusion at pixel level. *NDT E Int* 1999;32(5):283–92.
13. García-Martín J, Gómez-Gil J, Vázquez-Sánchez E. Non-destructive techniques based on Eddy current testing. *Sensors* 2011;11(3):2525–65.
14. Abu-Nabah B, Hassan W, Ryan D, Blodgett M, Nagy P. The effect of hardness on Eddy current residual stress profiling in shot-peened nickel alloys. *J. Nondestruct. Eval.* 2010;29(3):143–53.

15. Blodgett MP, Nagy PB. Eddy current assessment of near-surface residual stress in shot-peened nickel-base superalloys. *J. Nondestruct. Eval.* 2004;23 (3):107–23.
16. Grimberg R, Udpa L, Savin A, Steigmann R, Palihovici V, Udpa SS. 2D Eddy current sensor array. *NDT E Int* 2006;39(4):264–71.
17. Huang H, Sakurai N, Takagi T, Uchimoto T. Design of an eddy-current array probe for crack sizing in steam generator tubes. *NDT E Int* 2003;36(7):515–22.
18. Zilberstein V, Walrath K, Grundy D, Schlicker D, Goldfine N, Abramovici E, et al. MWM eddy-current arrays for crack initiation and growth monitoring. *Int J Fatigue* 2003;25(9–11):1147–55.
19. Гельд П.В., Рябов Р.А., Мохрачева Л.П. Водород и физические свойства металлов и сплавов: гидриды переходных металлов. – М.: Наука. 1985. С. 190
20. Арзамасов Б. Н. , Сидорин И. И. , Косолапов Г. Ф. и др.; Учебник для вузов. Под общ. ред. Б. Н. Арзамасова. — М.: Машиностроение, 1986.– 384 с. С. 26.
21. Larionov, V.V., Lider, A.M., Sednev, D.A., Xu, S. Compulsory Checking of Nuclear Power Engineering Materials by Direct and Eddy Current. (2016). IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 142 (1), 012032.
22. Лидер А.М., Ларионов В.В., Гаранин Г.В. Ультразвуковой метод определения водородного охрупчивания титановых сплавов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. – Т. 80.– № 10. – С. 43–46.
23. Калыгина В.М., Зарубин А.Н., Новиков В.А., Петрова Ю.С., Скакунов М.С., Толбанов О.П., Тяжев А.В., Яскевич Т.М. Влияние кислородной плазмы на свойства пленок оксида тантала // ФТП. – 2010. – Т. 44. – вып.9. – С. 1266–1273.
24. P.V. Geld, R.A. RYabov, L.P. Mohracheva, Hydrogen and physical properties of metals and alloys (Nauka, Moscow, 1985), pp. 155–178. (in Russian).
25. V.V. Larionov., A.M. Lider, G.V. Garanin, *Materials Advanced Materials Research.* **1085**, 335–339 (2015)
26. A.V. Panin, *Materials Science.* **40**, 756–763 (2004).
27. V.V. Larionov, S. Kun, X. Shupeng, Proc. of the VIII th Int. Research and Practical Conf. «Education and Science (Research Industries in Europe – 2013)», Praha, **23** 73–75 (2013)

28. A.S. Karolik, V.M. Golub, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, **75**, 23–32 (1993) (in Russian).
29. A.S. Karolik, A.A. Luhvich, Calculation of electrical resistivity produced by dislocation and grain boundaries in metals, *J. Phys: Condens mater* **6** (1994) 873-886.
30. H. Gleiter and B. Chalmers. *High-angle grain boundaries* (Published Oxford, New York, Pergamon Press, 1972), pp. 132–144.
31. A.A. Luhvich, A.S. Karolik, *Fizika Metallov i Metallovedenie*. **45**, 863-865 (1978) (in Russian).
32. R.A. Brown, *J. Phys. F.: Met. Phys.* **60**, 776–778 (1982).
33. G.P. Grobovetskaya, N.N. Nikitenkov, I.P. Michin, I.V. Duchkin, E.N. Stepanova, V.S. Sypchenko, *Izv. Tomsk. Polytechnic univ.* **322**, 55–59 (2013) (in Russian).
34. D. G. Malychin, V.V. Korneeva, The calculation of the X-ray diffraction of the field distortion of edge dislocations, *Bulletin of the Kharkov University. Series Physical*. **887** (2010) 115-119
35. V.V. Larionov, A.M. Lider, E.V. Berezneeva, M.X. Kroening, *Appl. Phys. (Prikladnaya fizika in Russian)*. **5**, 20–24 (2012) (in Russian).
36. R. S. Laptev, A. M. Lider, Y. S. Bordulev, V. N. Kudiyarov, G. V. Garanin, W. Wang, P.V. Kuznetsov. Investigation of Defects in Hydrogen-Saturated Titanium by Means of Positron Annihilation Techniques // *Defect and Diffusion Forum*. **365**, 232-236 (2015).
37. Грабовецкая Г.П., Никитенков Н.Н., Мишин И.П., Душкин И.В., Степанова Е.Н., Сыпченко В.С. Диффузия водорода в субмикроструктурном титане // *Известия Томского политехнического университета*. – 2013. – Т. 322. – № 2. – С. 55–59.
38. A.S. Karolik, A.A. Luhvich, Calculation of electrical resistivity produced by dislocation and grain boundaries in metals, *J. Phys: Condens mater* **6** (1994) 873-886.
39. Г.П. Грабовецкая, Н.Н. Никитенков*, И.П. Мишин, И.В. Душкин*, Е.Н. Степанова*, В.С. Сыпченко*. ДИФФУЗИЯ ВОДОРОДА В СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ ТИТАНЕ//*Известия Томского политехнического университета*. 2013. Т. 322. № 2. – С. 55-59.

Приложение А

Глава № 1

Theoretical part

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОБМ51	Сюй Шупэн		

Консультант кафедры ИЯФТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры ИЯФТИ	Емельянов И.Л.	к.с.н		

Introduction

At various technological operations associated with the production of titanium and zirconium, complex structural changes are observed in the surface layer and in the metal as a whole [1]. Saturated layers are formed, characterized at a certain depth of the metal by the presence of hydrogen entrapment phases and by changing the parameters of the crystal lattice of the metal. As a result, the conditions for machining change, the plasticity of the metal decreases, the operational properties of the parts decrease, and structural defects appear. These local structural defects are the most dangerous, since even with minor dynamic loads, cracks are formed in these places, leading, ultimately, to the destruction of the part in operating conditions. One of the methods for measuring the hydrogen content in metals is the method of eddy currents. Until now, eddy currents have been used for averaged determination of the hydrogen content in a metal layer, the depth of which depends on the frequency of the current. In a number of technological processes, there is a problem of layer wise determination of the hydrogen content, despite its high mobility in the matrix of the metal.

Hydrogen has both a negative and a positive impact on the materials. Hydrogen embrittlement is a serious problem associated with the selection of metals and alloys that work under stress and environmental conditions. Hydrogen changes the ductility of most metals and alloys. Of fundamental and practical interest is the determination of the relationship between hydrogen and the alloy components, distributed impurities, and the boundaries of the internal surfaces of the alloy grains. Further development of space technology, nuclear power, rocket and aircraft construction, gas turbine engines requires improvement of methods for identifying hydrogen embrittlement of metal products to increase the resources of their operation, to eliminate and predict the causes of hydrogen degradation of products.

Our task is to test the magnetic spectrometer with copper and organize the titanium control with a magnetic spectrometer.

The method is based on the passage of currents of different frequencies in the samples. The basis of the method is the solution of the Maxwell equations. The instruments of the method are tested on known samples of copper (Cu). The device 3MA (II) manufactured by Germany is used as the main instrument for analysis. Until now, eddy currents have been used for the average determination of the hydrogen content in a metal layer whose depth depends on the frequency of the current in the diagnostics of multilayer structures with localized metal losses.

To achieve better and more rational use of hydrogen metal targets, it is first necessary to solve the problems of hydrogen content in the metal, as well as the position of hydrogen in metals.

CHAPTER 1 Theoretical basis for measuring hydrogen content in titanium VT1-0 by electric methods

1.1 Structure, grain, electrical and magnetic properties of titanium

Hydrogen affects many properties of metals. In particular, the formation of sub microcrystalline structure leads to increased ability to accumulate hydrogen in the volume, due to the greater length of grain boundaries in sub microcrystalline samples compared to coarse grain. To detect the influence of the dislocation density and the length of the grain boundaries on the ability of Titan to accumulate hydrogen in the volume. In connection with this, it is urgent to create simpler methods for analyzing the grain boundaries, the extent of dislocations by the method of eddy currents of various frequencies [2,3,4]. The presence of interstitial impurities in metals has a tangible effect on their performance characteristics and physic mechanical properties [5,6,7]. This is because the hydrogen diffusion due to the high activity in the metals are redistributed in the bulk material so that it formed aggregations in the most tense areas and thus increasing the probability of selection of the hydrides and the formation of pores and cracks. It is known that diffusion of hydrogen in a metal depends not only on the type of the crystal lattice of the metal, but also on the degree of its perfection. Defects of the crystal lattice affect many physical properties, including the resistivity of metals.

Titanium materials have a long grain boundary, a high density of crystal lattice defects (dislocations and vacancies) in the bulk of grains, which serve as traps for hydrogen. For example, the volume fraction of boundaries in sub microcrystalline metallic materials obtained by the methods of intense plastic deformation is 0.1-1.0%, the dislocation density is 10^{14} - 10^{15} m⁻², and the vacancy density can reach 10^{-4} (in well annealed metals the dislocation density is 10^4 ... 10^8 m⁻², and the density of vacancies – (10^{-23} ... 10^{-22}). This suggests that the resistance and the ability to store hydrogen in a volume from a hydrogen-containing medium can differ depending on the size of the grains and their boundaries.

1.2 The hydrogen analyzer RHEN602. Determination of hydrogen content in metals and alloys

RHEN602 is a tool on the Windows platform for determining the hydrogen content in a sample, by heating or melting in an autonomous electrode furnace in an inert gas environment (Figure 1.1.).



Figure 1.1. Hydrogen Analyzer RHEN602

The hydrogen is measured by recording the change in the thermal conductivity of the carrier gas in the thermocondimetric (TC) cell. The block diagram of RHEN602 is shown in Figure 1.2.

The material is placed in an empty graphite crucible of the lower electrode, and click on the button and begin the analysis. Close the crucible electrode and complete cleaning from atmospheric gases. To activate the crucible, which is heated to a high temperature that makes the release of graphite gas. This process is called degassing. The sample is introduced into the crucible from the hopper, and then electrically heating the crucible and sample, releasing gas from the sample, in order to prevent further degassed crucible during analysis, when applying the voltage, amperage, than the current low degassing.

The carrier gas from the gas cylinder first passes through the heated copper to be purified from oxygen. Then it passes through reagents Lecosorb and Anhydride, to

remove CO₂ and moisture, respectively. This process prepares to transport the gas before it passes through the supporting part of the TC cell and falls in the oven.

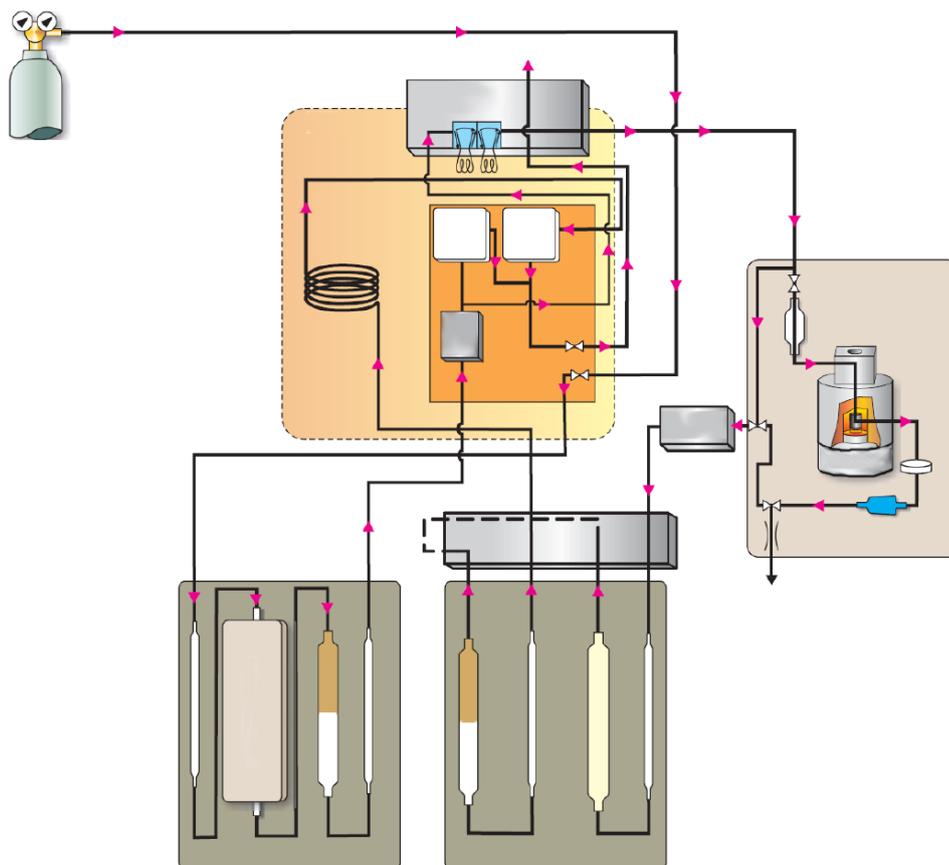


Figure 1.2. Block diagram of the analyzer RHEN602

As the heating of the sample, hydrogen is released into the transport gas stream and passes through the area of the flow measurement system. The gas sample from the furnace passes through the controller of mass flow and through the Schutze reagent, which converts CO into CO₂. Then the sample gas passes through reagents Lecorb and Anhydron, which remove CO₂ and moisture. The remaining gas is transferred to the molecular filter column, which separates the gas components, depending on the size of the molecule. Then the sample gas passes through the measuring part of the cell TC, where the hydrogen content is measured.

Signals on the computer to determine the hydrogen content in the help program.

Technical specifications of the RHEN602 LECO analyzer

It is designed for:

- determination of hydrogen content in aluminum and aluminum alloys

- determination of hydrogen content in non-ferrous metals and alloys
- determination of hydrogen content in steel

It has the following advantages:

- Option to determine the hydrogen content of the surface and the total content;
- Option for determination of hydrogen content at a low level (sample maximum weight 7 g);

- Software that allows you to set measurement parameters, check the technical state of the analyzer furnace control and advanced electrode

- High measurement accuracy
- Measurement accuracy 0,001ppm

Its use is allowed:

- Determination of hydrogen content in various materials over a wide range of values, i.e. From 0.005 ppm to 250 ppm

It is used in research and analytical services for the assessment of hydrogen content mainly in aluminum alloys and in titanium, iron and copper alloys.

Each of these stages serves a specific purpose for this analysis.

- Step 1 is used to release the hydrogen surface;
- Step 2 provides the time, the surface of the hydrogen to separate from the bulk of hydrogen;

- Step 3 is optional and is used to ensure complete release of the surface with hydrogen before gross analysis;

- Step 4 is used to release bulk hydrogen

- Step 5 represents a stage of reduction of the power used to prevent aluminum from boiling into the upper electrode

The RHEN602 software allows individual programming of minimum analysis time and analysis delay

For surface and bulk hydrogen. For the acquisition of screen sections, two different windows (surface and volume) based on these values. The following application note is written specifically for use with the LECO RHEN602.

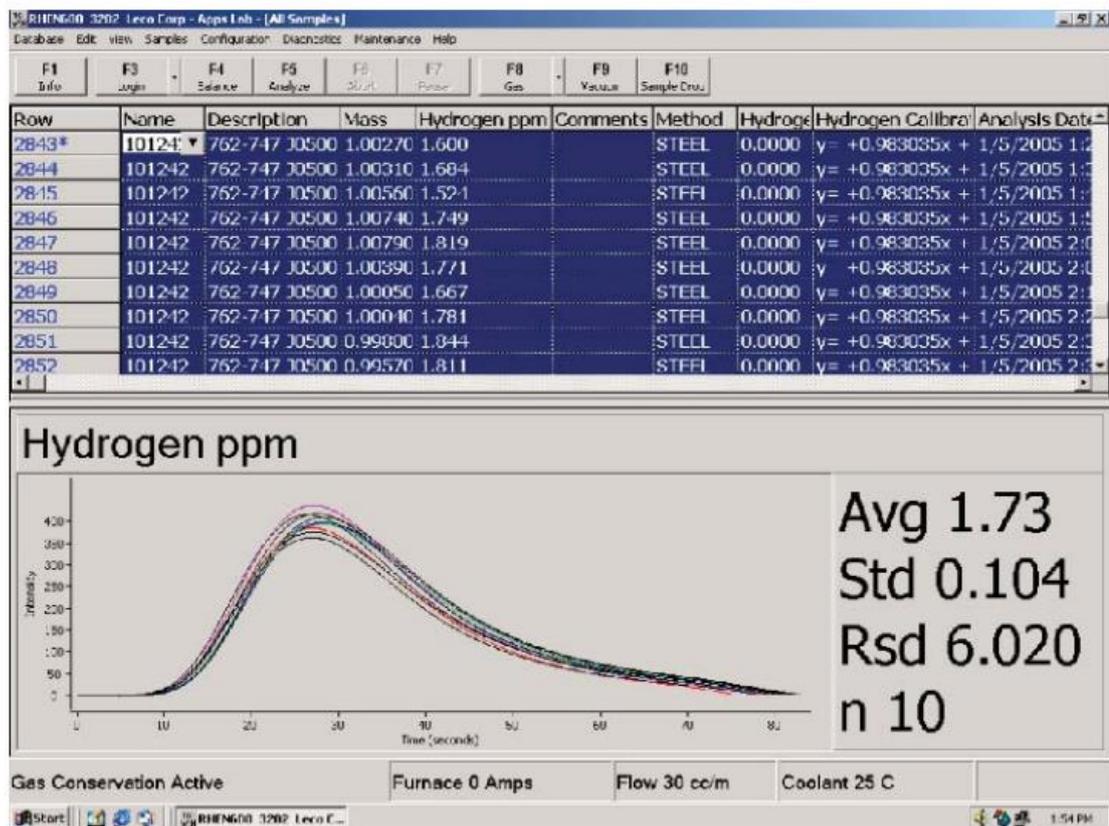


Figure 1.3. Standard interface incorporates sample information, sample plots, and statistics [8]

Samples are cut and machined on a lathe to a uniform sample size. This facilitates the determination of hydrogen surface/bulk. Sampling the molten metal, is usually performed with a full chill wedge copper bar book mould (called the mould Ransley) to minimize the formation of voids. The wedge is separated from the bar by using a water-cooled cutoff saw. Forged products are cut using water cooling cutoff saws. Final sample preparation was completed using a lathe. The lathe, cartridge and tool must be clean and free from lubricants. The rated turning speed is from 600 to 700 rpm, advance at ~ 0.04 mm/revolution. It is important that the entire original surface is removed. Maximum/the ideal measurement of the sample is 10.5×24 mm. the Sample is Washed in acetone and dried with warm air prior to analysis. The prepared sample should be analyzed as quickly as possible to minimize surface Contamination/hydrogen pickup. Handle the prepared sample with clean tweezers.

1.3. X-ray radiation.

X-ray radiation is short-wave electromagnetic radiation with a wavelength of 10 nm to 0.01 nm. In the electromagnetic spectrum, the range of frequencies of x-rays lies between ultraviolet and gamma rays.

X-ray radiation arises from the abrupt deceleration of the motion of fast electrons in matter, with energy transitions of the internal electrons of the atom. Distinguish between continuous and characteristic radiation spectra.

Materials research using x-rays is called x-ray spectroscopy. Radiography is a visualization technique that uses X-rays to see the internal structure of an opaque object. X-rays pass through the object are recorded with a detector (photographic film or digital detector). Computed tomography (CT scanning), unlike plain-film tomography, generates 3D representations used for computer reconstruction of the object of study. The basis of the study of the periodic structure of metals is the Bragg diffraction (figure 1.4).

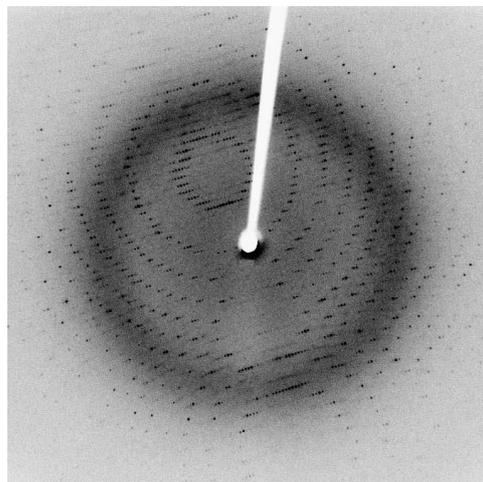


Figure 1.4. The diffraction pattern is formed by the constructive interference of X-rays passing through the crystal.

The Wolf-Bragg condition for X-rays:

$$2d\sin\theta = m\lambda, \quad (1.1)$$

Where d –the interplanar distance, θ –the slip angle between the reflecting plane and the incident beam [9,10], λ – the wavelength of x-ray radiation и m –the order of the spectrum (a positive integer).

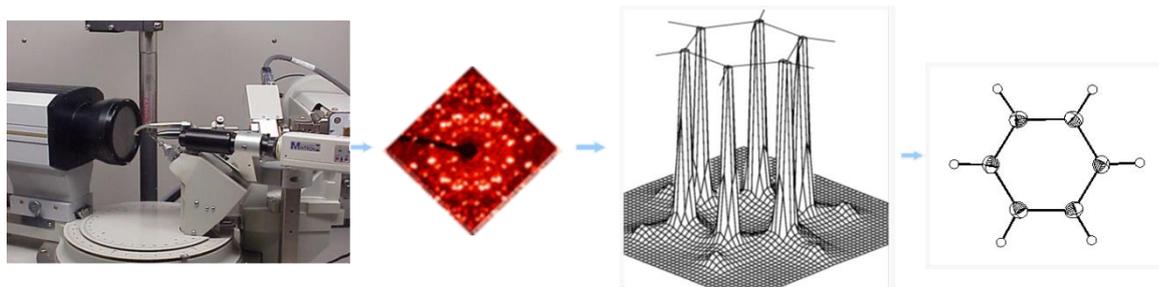


Figure 1.5. The stages of the X-ray diffraction experiment

Here (figure 1.5) shows the potential results of reporting data in x-ray analysis.

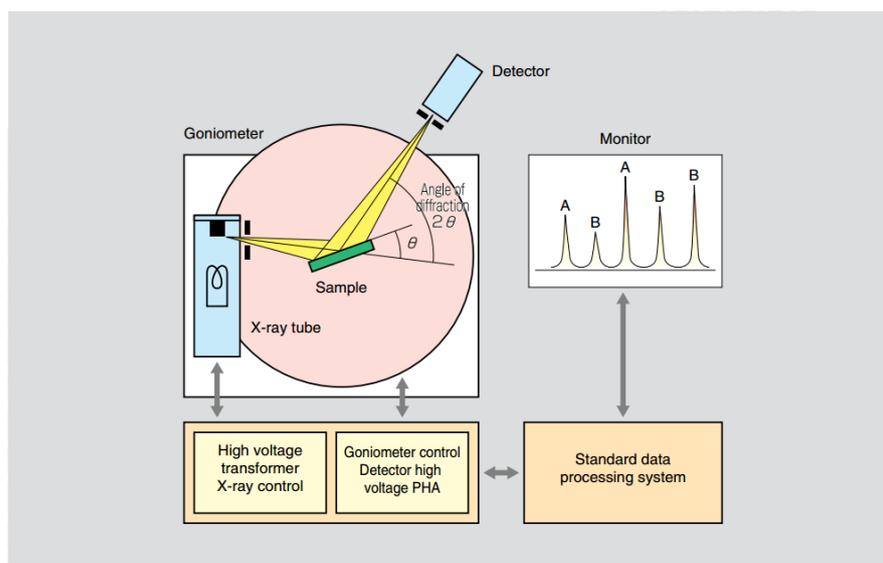


Figure 1.6. Relational schema

The result a standard experiment is to determine the structural formula of the investigated compounds

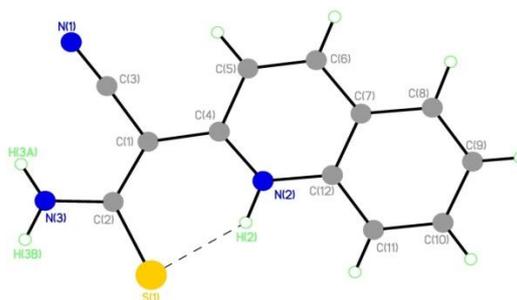


Figure 1.7. The results of K.A. Lysenko (INEOS RAS)

In the case of a precision experiment (careful selection of the crystal, measurement of intensities, obtaining the largest possible array up to extremely large

scattering angles), it becomes possible to analyze the features of the electron density distribution at the subatomic level, electron density analysis, and topological analysis.

CHAPTER 2 Experimental results

2.4.1 Investigation of the dependence of the number of defects on the hydrogen concentration.

The best known ways to control the presence of hydrogen and other gases in metals are the microhardness measurement methods, as well as the X-ray and photometric analysis. These methods are used under laboratory conditions. These methods are inefficient in the high-volume manufacturing control and the detection of local gas-saturated areas. This work is devoted to the development of the method for studying the hydrogenation of titanium by electric currents. To compare the results, the X-ray analysis is applied. The electrical resistivity of metals is known to be changed during the gas saturation [24]. Hydrogen occupies a special place among all kinds of gas interstitial impurities. Hydrogen is redistributed and accumulated in the volume of material, which can lead to the release of hydrides and the formation of pores and cracks. The use of eddy currents is reasonable due to the fact that the defects of metals are located at different depths. The electrical resistivity ρ_d was calculated versus the density of defects N_d using the model that includes the dilatation of the lattice and the existence of the quasi-stationary resonance electron states near the Fermi energy. This model explains quantitatively the contribution of dislocations and other defects to the electrical resistivity of metals.

The samples were prepared from the VT-1-0 alloy with the different thicknesses from 1 mm to 10 mm and then saturated with hydrogen in the gas phase at the temperature of 600 °C and the pressure of 2 atm. After the saturation with hydrogen, the samples were measured by the eddy and direct currents and the X-ray diffraction method. Then the samples were melted using the LECO-600 device to determine the amount of hydrogen. The greatest amount of hydrogen absorbed by titanium was observed for the sample with a thickness up to 3 mm (Fig. 2.14). Fig. 2.14 shows a

relatively uniform hydrogen absorption by the samples with a thickness more than 3mm. The further increase in the thickness (for the same surface area, time and temperature of hydrogenation) is not accompanied by the change in the concentration of hydrogen in titanium. The increase in the hydrogen concentration leads to the change in the metal structure, the formation of defects, which is illustrated in Figs 2.15 and 2.16. The method for calculating the density of dislocations will be described below.

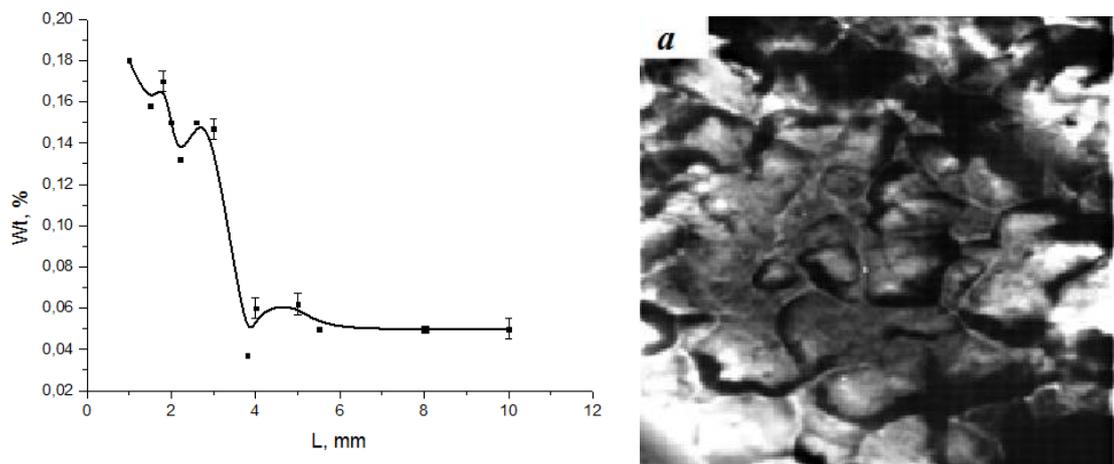
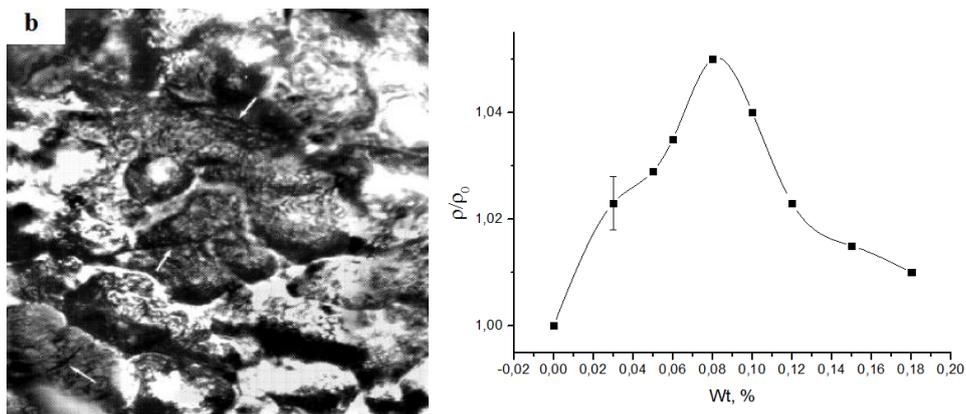


Figure 2.14. Concentration of hydrogen in titanium (wt%) versus the thickness of the sample

Figure 2.15. Initial surface of titanium VT1-0



(a)

(b)

FIGURE 2.16. Titanium sample after hydrogenation (metallography X 1000) (a)

FIGURE 2.17. Relative resistivity of hydrogenated titanium versus the hydrogen concentration in titanium (b)

Hydrogen interacts with the existing structural defects and initiates the formation of new defects and dislocations [24, 25]. This leads to the changes in the

electrical resistivity. The presence of hydrogen is accompanied by the broadening of the grain boundaries. The grains became "loose" [26, 27]. This conclusion follows from the analysis for the surface of initial and hydrogenated titanium (Fig. 2.15).

The grain structure of the titanium alloy surface is well seen using the methods of optical (OLYMPUS) and scanning (Philips SEM 515 microscope) microscopy Figs. 2.15, 2.16. The size of grains is changed (indicated by arrows). It is likely to lead to a change in the cross section for the scattering of electron waves on the grains and boundaries and to the change in the electrical resistivity for both the direct current and the high-frequency eddy current. Fig. 2.4 shows the relative change in the electrical resistivity versus the concentration of hydrogen in titanium. The curve has a characteristic maximum. This can be explained by the fact that the grain boundary dislocations are located at the different distances up to a dozen of interatomic distances. We should emphasize that the diagram in Fig. 2.4 is similar to the results received for palladium [27].

The changes in the electrical resistivity ρ_d per unit density of defects N_d versus the concentration of hydrogen in metal were estimated by the formula [28]:

$$\rho_d / N_d = \hbar k_F \Omega_a Q / n_s e^2 \quad (2.6)$$

where k_F is the value of the wave vector at the Fermi level, Ω_a is the atomic volume, Q is the transport cross section for the scattering of electrons, n_s is the number of the current carriers per atom, e is the value of the electron charge. The transport cross section of scattering Q is the superposition of the resonance QR , potential QP and interference QI components [29]:

$$Q = QP + QR + QI \quad (2.7)$$

The value of the individual components depends on many factors. In particular, the grain structure of titanium and other metals with a high level of hydrogenation determines mainly the value of the electrical resistivity and depends on the state of the hydrogen subsystem in the hydrogenated metal. The curve in Fig. 2.17 can be explained by the change in the contribution of various components to the transport cross section of scattering depending on the concentration of hydrogen in titanium. The structure of the titanium alloys is heterogeneous: there are the grains with a size

of 10 ... 15 microns along with the grain size of 50 ... 100 microns. In this case, the dislocation density reaches 10^9 m^{-2} . For nonequilibrium nano and GMC materials, the dislocation density is $\sim 2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ [30]. In particular, it relates to titanium. This should be considered in the study of the energy storage in materials through the creation of the boundaries with the specific properties. The works [28, 30] provide the information on the change in the grain boundary structure, which leads to a change in the proportion of resonance electron scattering by the linear defects that form the boundary.

The electrical resistivity per unit density of dislocations for the evident grain structure, in this case, can be estimated by the formula

$$\frac{\Delta\rho_d}{N_d} = \frac{3\pi^2\hbar Q}{e^2 k_F^2} \quad (2.8)$$

where N_d is the density of dislocations. This value is approximately equal to $N_d = (10^6 - 10^7) \text{ cm}^{-2}$; $\Delta\rho_d/N_d = (1-2)10^{-19} \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^3$ [30]. The high experimental value of the electrical resistivity for dislocations [31] is usually explained by the resonance scattering of electrons in the dislocation center. If to consider only the resonance scattering of electron waves [32], when all the dislocations are perpendicular to the flow of electrons, it leads to the maximum value of the resonance cross-section for scattering QR. This value is less than that for the random distribution of dislocations and depends on the incidence angle of an electron wave on the grain boundary and can be greatly changed versus the value of the incidence angle.

Therefore, there is no need to consider the interference effects, the contribution of which to the electrical resistivity is much smaller than the contribution of the dislocation centers. This is due to the fact that the electrostatic interaction in metal is screened by the conduction electrons at the interatomic distance. Elastic fields in the dislocation also have a little effect on the increase in the resistivity. However, this statement requires additional studies for titanium.

The effective wave vector of the conduction electrons is calculated by the formula [33]:

$$k_F^* = (3\pi^2 n_e)^{1/3}, \quad (2.9)$$

where $n_e = n_s/\Omega$ is the concentration of effective charge carriers per unit volume; Ω is the atomic volume. The values $94\text{--}370 \cdot 10^{13}$ microhm·cm³ were previously received for pure titanium ρ_d/N_d . At the same time, the experimental value was $1 \cdot 10^{15}$ microhm·cm³ for titanium and zirconium.

In this study, the specific resistivity was measured by the four-probe method for each concentration w_t of hydrogen in titanium. The dislocation density N_d was determined by the method described in [33, 34]:

$$N_d = \pi\beta^2 ctg^2\Theta/16b^2, \quad (2.10)$$

where β is the broadening of X-ray lines caused by the lattice microdeformation, θ is the angle corresponding to the maximum of X-ray lines, b is the Burgers vector. The studies concerning the structural and phase state of the titanium alloy (Table 1) in the initial and hydrogenated state showed the presence of the α -phase in Ti with a hexagonal lattice at all the reflection angles of X-rays. After hydrogenation, the values of the parameters are equal to $a = 2.9461^0\text{A}$, $a = 2.9430^0\text{A}$, and $c = 4.6818^0\text{A}$ and are changed with increasing the hydrogen concentration. The X-ray diffraction analysis of the samples showed the presence of the TiH_{1.5} phases in the layers in the amount of 7.4%, and also Ti₆O – 36.8%, TiO₂ – 6.1%. At the same time, the percentage of impurities significantly depends on the amount of hydrogen added. It should be noted the change in the size of crystallites that can lead to a change of ρ_d (Table 1).

TABLE 2.3. The X-ray study of titanium VT1-0 (part of the table is shown)

Concentration H, wt %	Detected phases	Concentration of phases, wt. %	Parameters of lattice, 0.1 nm	Size of crystallites, nm
0.04	Ti_hexagonal	93.31	a = 2.9461 c = 4.6818	71
	TiH _{1.5} _cubic	0.59	a = 4.4064	195
	TiO ₂ _tetragonal	6.09	a = 4.5849 c = 2.9703	28
0.07	Ti_hexagonal	53.53	a = 2.9430 c = 4.6746	>300
	TiH _{1.5} _cubic	7.42	a = 4.4079	>300
	TiO_cubic	2.28	a = 4.2729	>300
	Ti ₆ O_hexagonal	36.77	a = 5.1031 c = 9.4255	39

The atomic volume was estimated by the formula $\Omega_a = a_0^3 / 4$. The number of current carriers per atom n_s was selected by the method described in [27]. This method was used in [29] to estimate the effective concentration of carriers in the transition metals (Ni, Ti, Zr, Co), for the case when the density of the states at the Fermi level in the d -zone was significantly higher than the corresponding parameters s in the d -zone, since the population $M_d \gg M_s$. In this case, the concentration of carriers is determined from the average atomic magnetic moment per atom μ . Thus, the concentration of carriers in the s -zone is equal to $n_s = 0.54$ e/atom for nickel at $\mu = 0.54 \mu_B$ and 10 ($s + d$) electron per atom. In cobalt with 9 ($s + d$) electrons, the values are equal to $\mu = 1.72 \mu_B$ and $n_s = 0.72$ e/atom. For transition metals (Ti, Zr, Mo and others) with vacant states in the both subzones, the scattering of electrons in the free states of the s and d zones is proportional to the state density of these zones at the Fermi energy [27]. The calculations of n_s for Ti, Zr, Mo, and W are given in [28]. For Ti (n_s) = 0.065, Zr (n_s) = 0.065, Ni (n_s) = 0.54, and W(n_s) = 0.24, Mo. Thus, the semi-empirical calculation of the transport cross section for the scattering of electrons by the formulas (2.6-2.10), taking into account the n_s values for titanium and various concentrations of hydrogen, results in the following values Q . Q ($w_t=0.05$) $\approx 2^0 A^2 Q$ ($w_t=0.18\%$) $\approx 8^0 A^2$. The characteristic maximum is observed for ($w_t = 0.078\%$).

TABLE 2.4. The width of X-ray reflections at half maximum versus the concentration of hydrogen in titanium (part of the table is shown)

Concentration of hydrogen content in titanium, wt%	0.03	0.05	0.08	0.12	0.16
Width of the X-ray peak at half maximum in the direction 100	0.135	0.200	0.276	0.350	0.390

The change in the width of the X-ray (Table 2) reflections allows us to determine the value of the parameter β that is included in the formula (2.10). There are the two linear dependences for the density of dislocations versus the weight concentration of hydrogen in the titanium alloy (Fig. 2.18). The change of the ρ_d/N_d parameter versus the hydrogen concentration in titanium is recessive, which can be explained by the decrease in the total transport cross section of scattering Q (Eq. (1)). When the weight concentration reaches about $w_t = 0.12\%$, this parameter becomes

constant, i.e. the decrease in the transport cross section of scattering Q is compensated by the increase in the atomic volume Ω_a . The value of the atomic volume was calculated according the data in Table.

In addition, the contribution of different scattering components can be changed (formula (2.7)). This is connected with the change in the amount of titanium hydrides and the nature of dislocations, as well as with the formation of vacancies. The experimental data (Fig. 2.14) are in good agreement with the theoretical values $(94.3 - 370.4) \cdot 10^{-25} \text{ Ohm} \cdot \text{m}^3$ calculated for titanium by the formula (2.6) in [35].

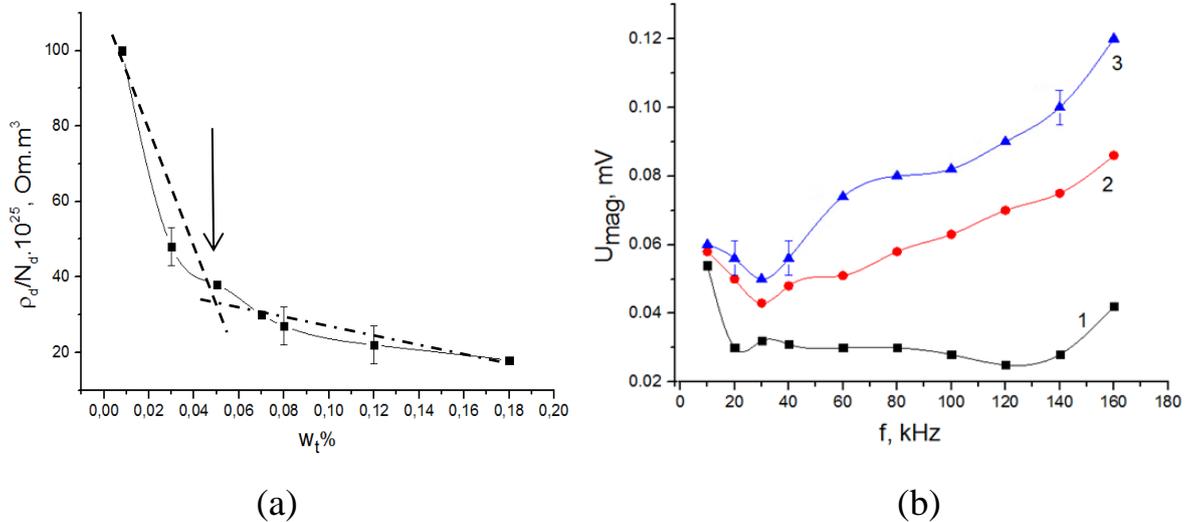


Figure 2.18. Electrical resistivity ρ_d per unit density of defects N_d versus the concentration of hydrogen in metal (a)

Figure 2.19. Eddy current sensor readings versus the eddy current frequency (1 is the initial sample, 2 is titanium saturated with hydrogen ($w_t = 0.02 \%$), 3- ($w_t = 0.07 \%$) (b)

In Fig. 2.18 the arrow shows the inflection point for the ratio ρ_d/N_d versus the concentration of hydrogen in the titanium alloy. This point was obtained by drawing the tangents to the two curves. Such point corresponds to a phase transition of titanium observed at a concentration ($w_t = 0.05\%$). This phase transition is observed for the titanium alloy VT1-0. For this concentration of hydrogen in the titanium alloy, the δ - hydride was found using the alternative lengthy methods for measuring the positron annihilation. The inflection of a curve is caused by two reasons: 1) hydrogen is accumulated mainly in the surface layers; 2) the layer consisting of δ - hydrides of titanium is formed in the surface layers of titanium during hydrogenation, as stated in. Hydrogenation of titanium is accompanied by the change in the readings of the

magnetic spectrometer versus the frequency of the eddy current (Fig. 2.19, part of the graph is shown). The initial and hydrogenated samples have the smallest difference at low frequencies, when the eddy current penetrates into the sample as much as possible. The results in Fig. 2.19 allow us to form nomographs for the nondestructive control and determination of the hydrogen concentration in the titanium alloy. Each frequency of the eddy current corresponds to a certain depth of penetration into the titanium alloy.