

«СОГЛАСОВАНО»

Директор ООО «НПК ЭПТ»

А.М.Полянский



**Протокол измерений
по определению содержания растворенного водорода в образцах из кремния методом
вакуум-нагрева от 30 января 2010г.**

Испытания проводились: на анализаторе водорода АВ-1 с 28.01.10 по 30.01.10

При испытаниях дополнительно использовались:

1. Возгонный образец из сплава АМГ-6
2. Калибровочные образцы из сплава Д-16, массой 1,9 гр. 1,84 гр. и аттестованным

содержанием водорода $0,35 \frac{н см^3}{100 гр}$

Содержание испытаний:

С образцом, имеющим маркировку Si-zerk-1, проводился анализ содержания водорода при температурах от 100 °С до 800 °С с шагом 100 °С. После чего он находился в вакууме в течение 2 часов, затем с этим образцом был повторно проведен анализ при температуре 800 °С. С образцом, имеющим маркировку , Si-zerk-2 проводился анализ содержания водорода при температуре 800 °С. Затем образцы Si-zerk-1 и Si-zerk-2 находились на воздухе в течение одного часа. После этого с ними снова проводился анализ содержания водорода. Для образца Si-zerk-1 при температурах от 100 °С до 700 °С с шагом 100 °С, а для образца Si-zerk-2 при температуре экстракции 700 °С

Порядок проведения эксперимента.

Подготовка экстракционной системы проводилась с тщательным удалением адсорбированной на стенках воды. Аналитический экстрактор отжигался на воздухе при помощи промышленного фена с температурой газовой струи 500-600 °С. При вакуумировании экстрактора аналитический отросток отжигался в течение 1 часа при температуре 900 °С. После отжига на стенках экстрактора наводились возгоны магния.

После наведения возгонов проводилась калибровка. Для калибровки использовались ГСО сплава Д16.

Результаты эксперимента представлены в таблице №1. Где Т-температура экстракции, Q₁-содержание водорода в первом пике экстракционной кривой, Q₂-содержание водорода во втором пике экстракционной кривой, ΣQ – сумма содержания водорода по всем пикам экстракционной кривой, при данной температуре экстракции, Q – суммарное содержание водорода.

Таблица №1. Результаты анализа содержания водорода

маркировка	T, °C	$Q_1, \frac{нсм^3}{100гр}$	$Q_2, \frac{нсм^3}{100гр}$	$\Sigma Q, \frac{нсм^3}{100гр}$	$Q, \frac{нсм^3}{100гр}$
si-zerk-1	100	0	0	0	1,548
	200	0,081	0	0,081	
	300	0,215	0	0,215	
	400	0,008	0,163	0,171	
	500	0,003	0,207	0,21	
	600	0,01	0,235	0,245	
	700	0,027	0,154	0,181	
	800	0,105	0,34	0,445	
800_повт	0,357	0	0,357	0,357	
si-zerk-2	800	3,206	0	3,206	3,206
нахождение на воздухе					
si-zerk-1	100	0	0	0	0,418
	200	0,042	0	0,042	
	300	0,016	0	0,016	
	400	0,092	0	0,092	
	500	0,084	0,027	0,111	
	600	0,13	0	0,13	
	700	0,027	0	0,027	
si-zerk-2	700	0,036	0	0,036	0,036

Экстракционные кривые, полученные при испытаниях приведены в Приложениях 1-3. В таблицах над экстракционными кривыми указаны:

- дата и время получения кривой,
- шаг регистрации по времени в с (частота измерений величины потока водорода составляет 50 Гц, при регистрации экстракционной кривой производится усреднение измерений в течение 1 шага),
- номер (маркировка) сплава,
- порядковый номер образца,
- масса образца в г,
- коэффициент чувствительности,
- содержание водорода в н.см³/100г,
- уровень фона,
- значение интеграла экстракционной кривой во внутренних единицах анализатора,
- временные пределы интегрирования.

На экстракционных кривых серым цветом показана площадь интегрирования под экстракционной кривой, изображена прямая линия фона, по горизонтальной оси отложено время в с, по вертикальной – величина потока водорода во внутренних единицах анализатора водорода.

Стажер-исследователь

Яковлев Ю.А.

Зам.директора по науке

Полянский В.А.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

к протоколу измерений по определению содержания растворенного водорода в образце Si-zerk-1 от 30 января 2010г.

Экстракционные кривые, полученные во время эксперимента

На рисунках 1-8 представлены экстракционные кривые, полученные во время анализа. По горизонтальной оси отложено время анализа в секундах. По вертикальной оси отложены значения потока водорода, в верхней части графиков – результаты анализа. Закрашена площадь под кривой пропорциональная содержанию водорода в пике.

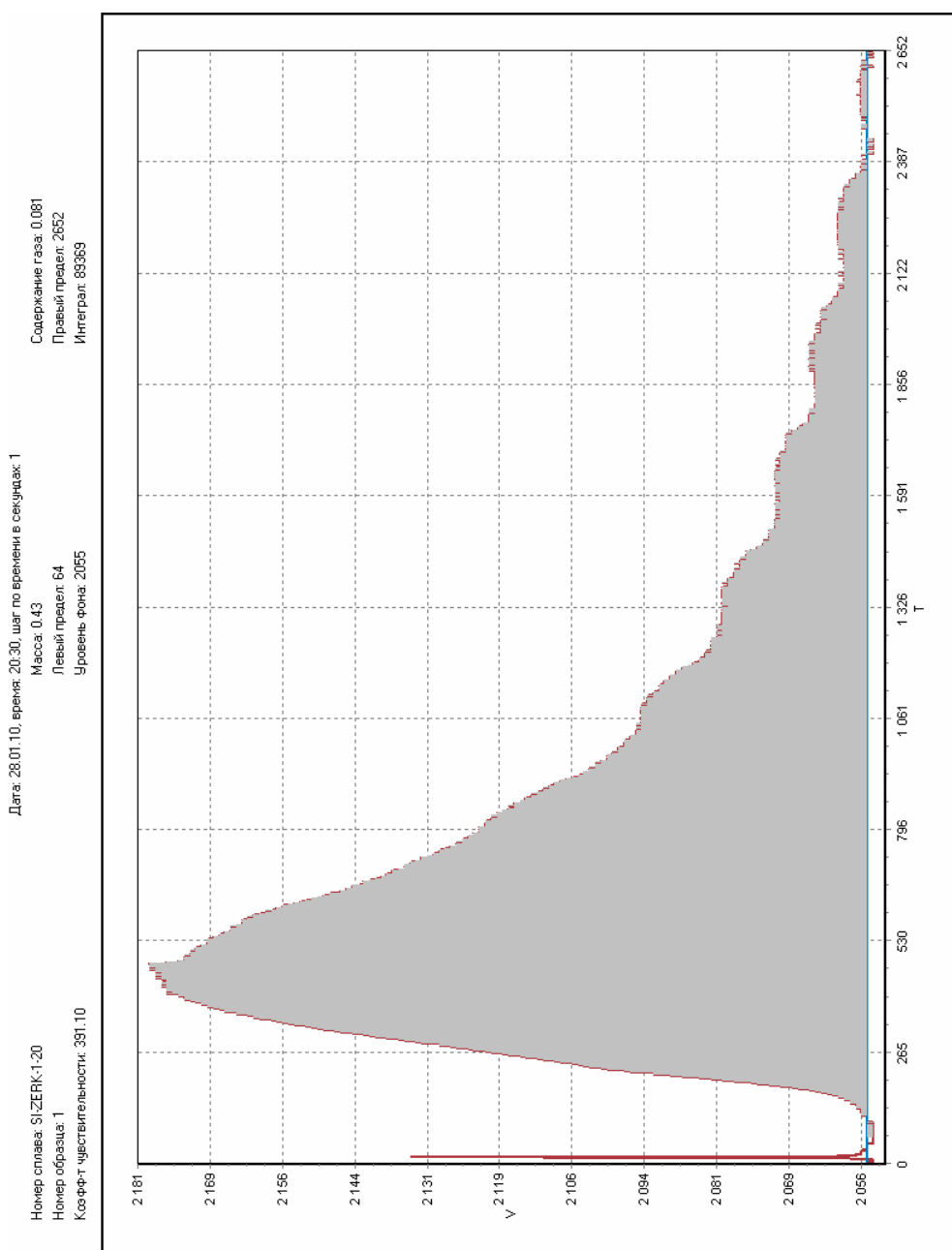


Рис.1. Si-zerk-1. температура экстракции 200 °С

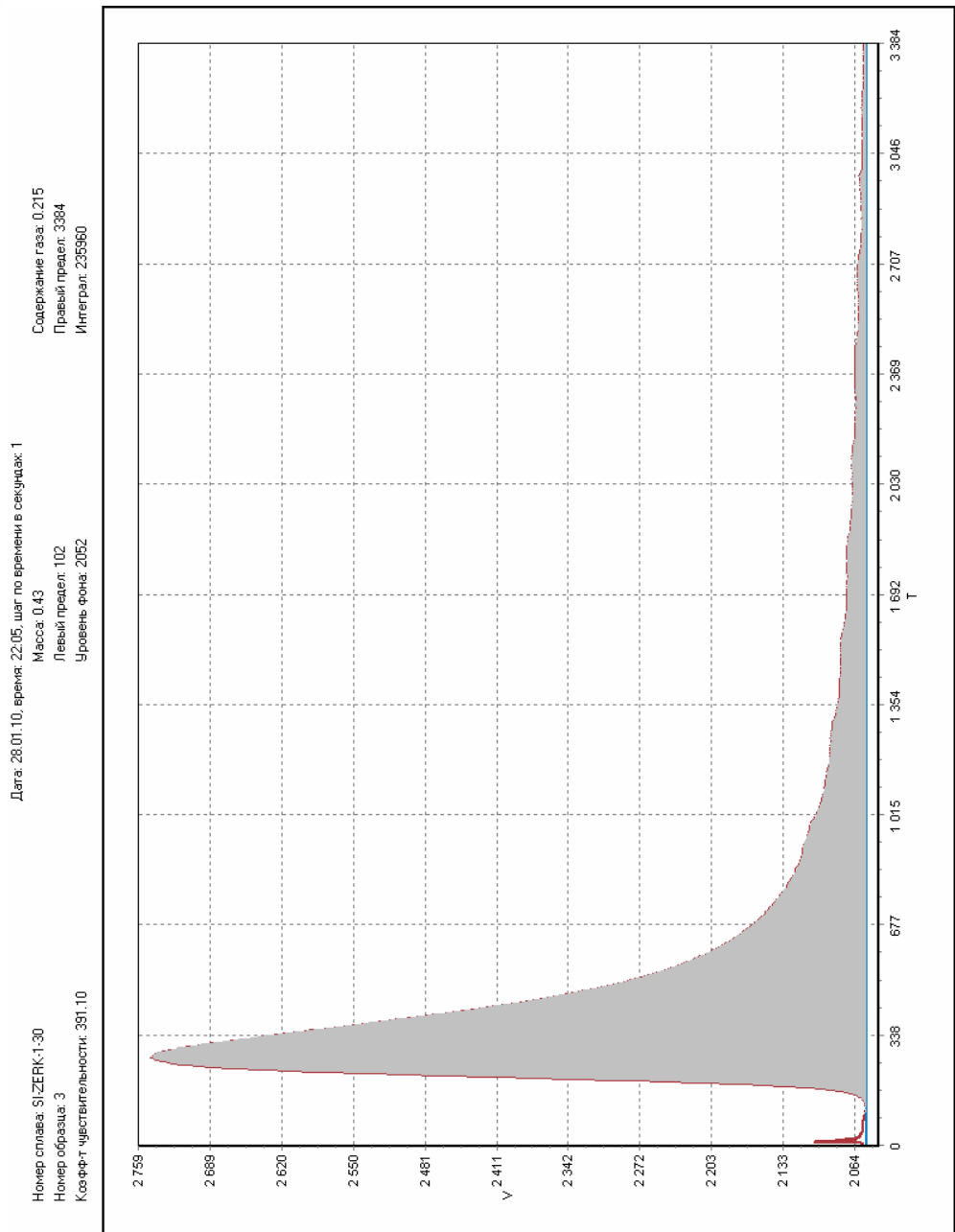


Рис.2. Si-zerk-1. температура экстракции 300 °С

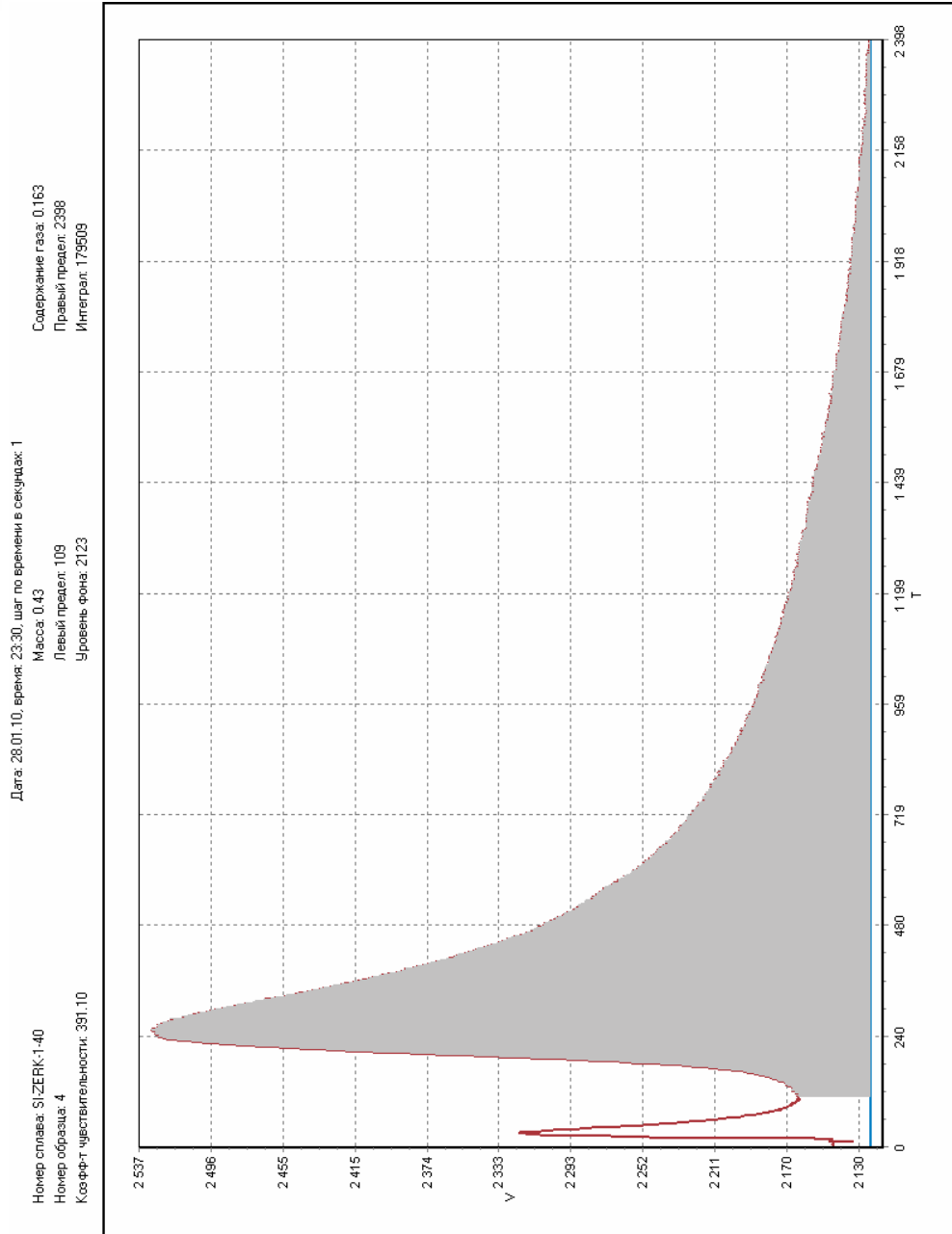


Рис.3. Si-zerk-1. температура экстракции 400 °С

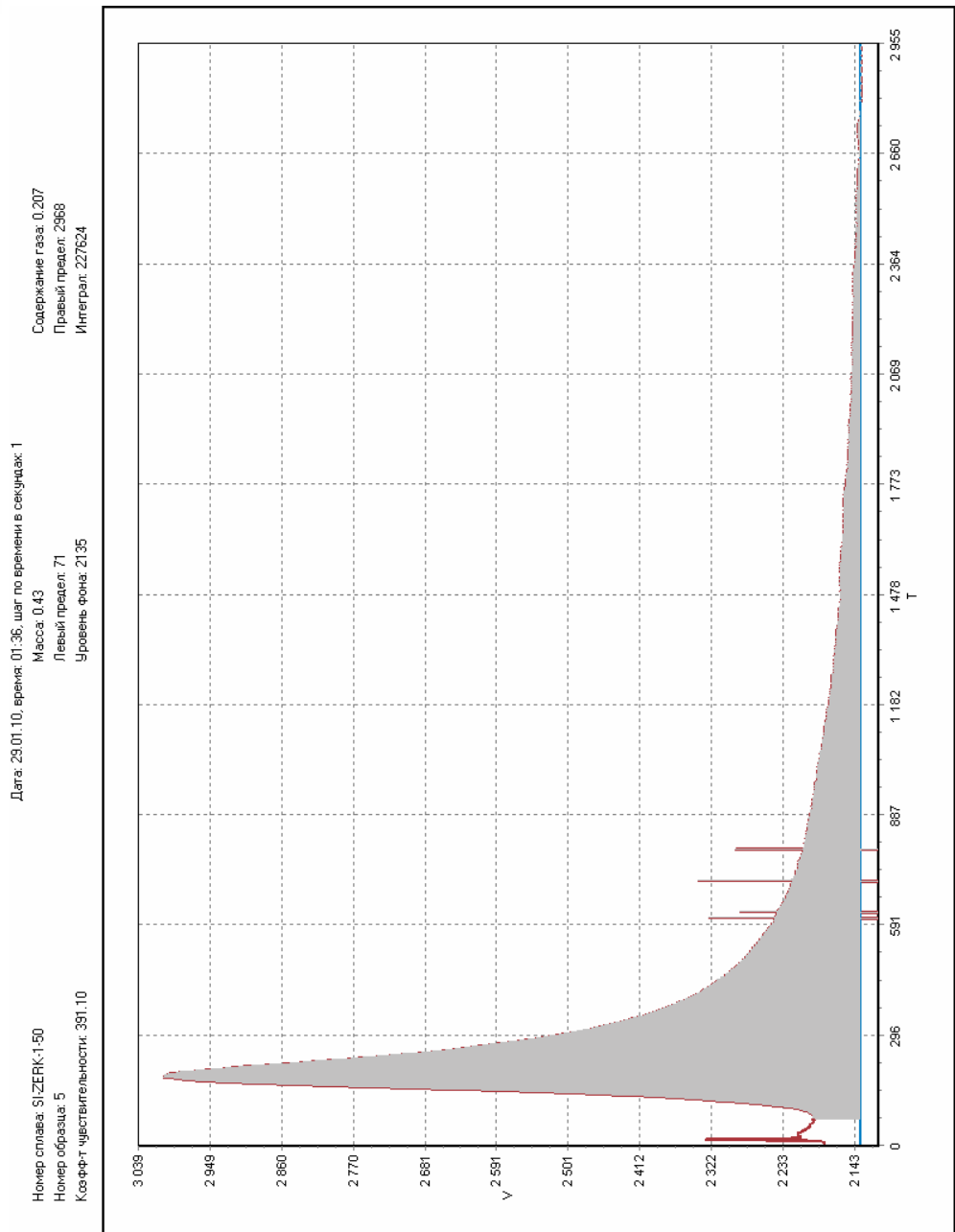


Рис.4. Si-zerk-1. температура экстракции 500 °С

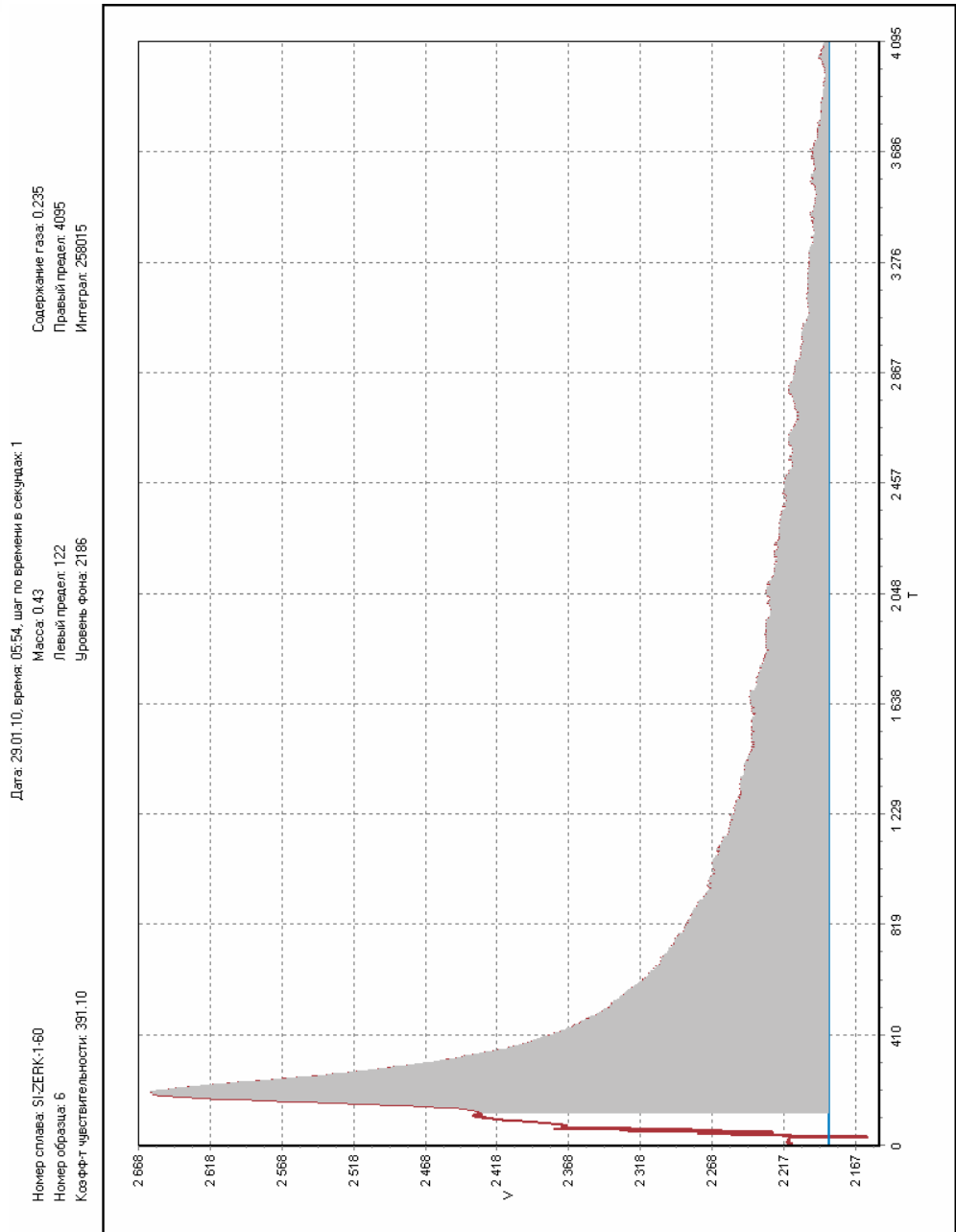


Рис.5. Si-zerk-1. температура экстракции 600 °С

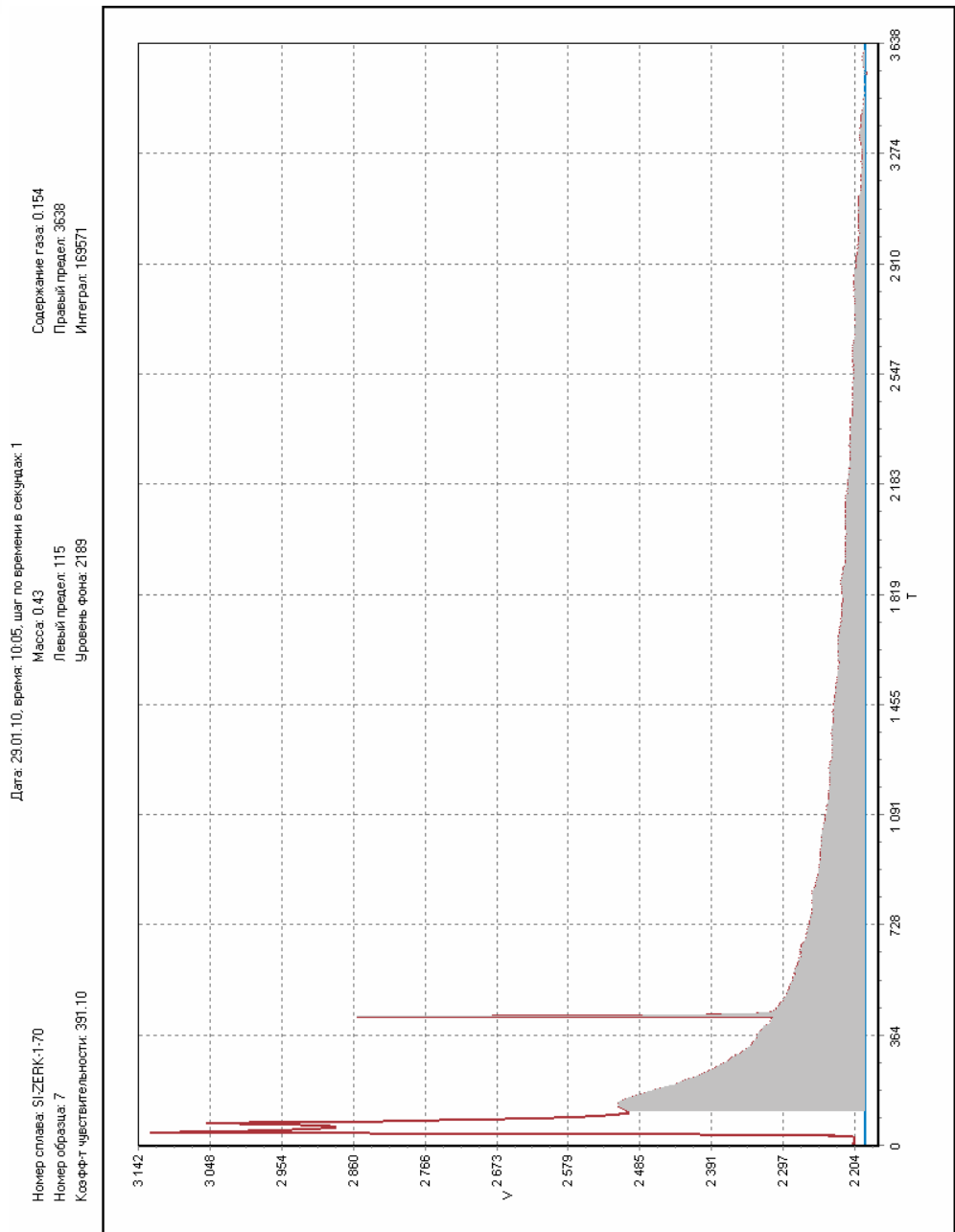


Рис.6.Si-zerk-1. температура экстракции 700⁰С

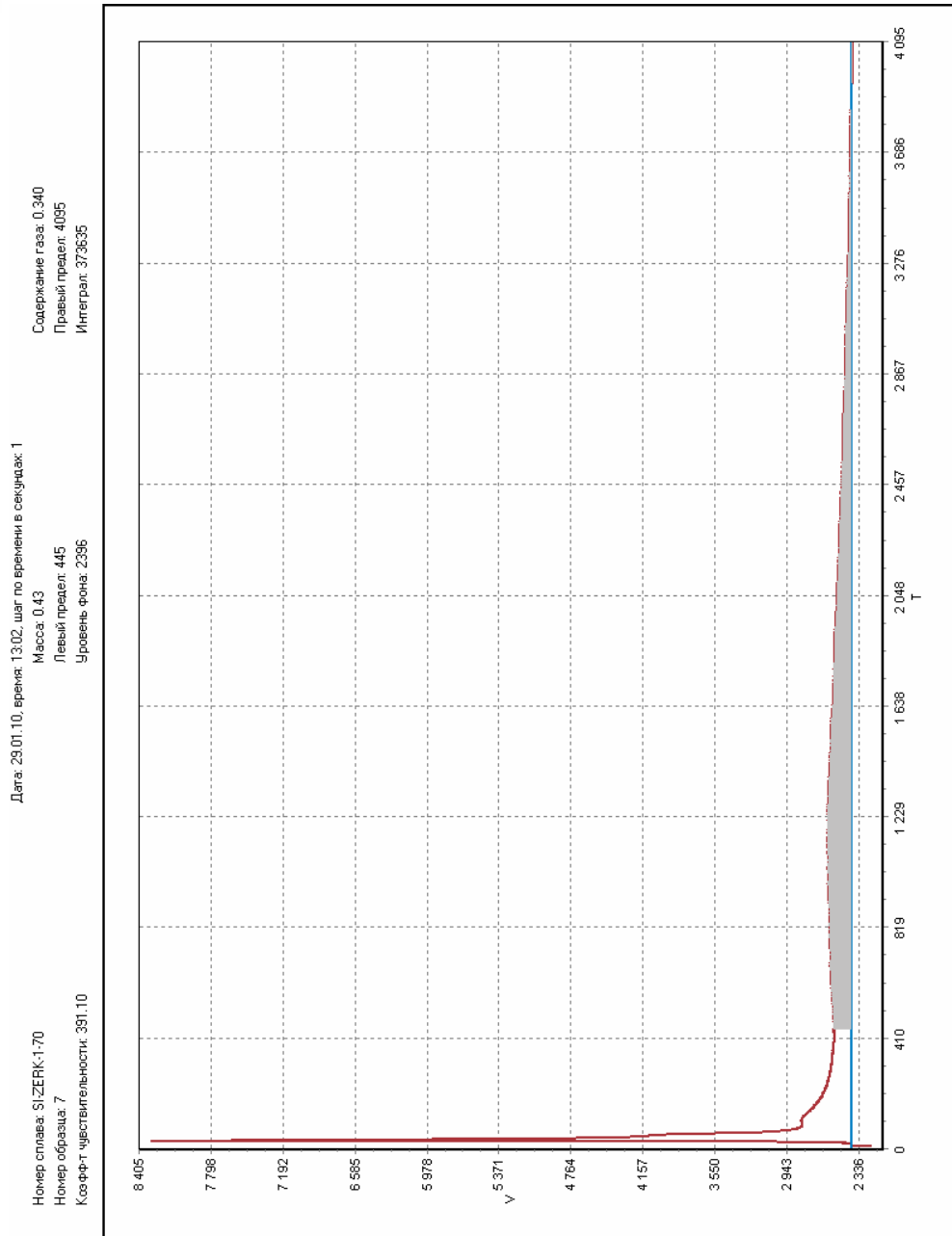


Рис.7.Si-zerk-1. температура экстракции 800⁰С

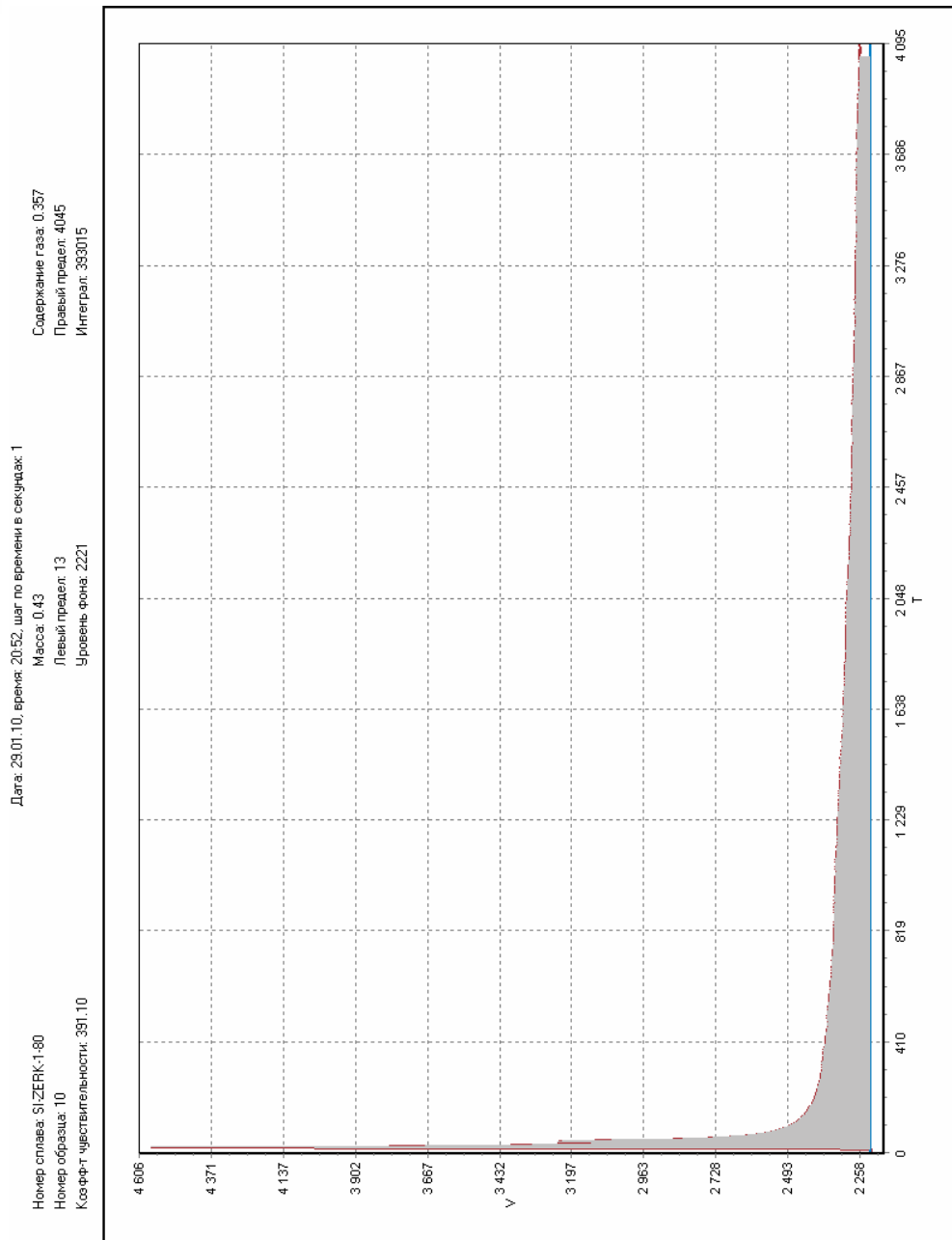


Рис.8.Si-zerk-1. температура экстракции 800⁰С повторный анализ.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

к протоколу измерений по определению содержания растворенного водорода в образце Si-zerk-2 от 30 января 2010г.

Экстракционные кривые, полученные во время эксперимента

На рисунке 1 представлены экстракционные кривые, полученные во время анализа. По горизонтальной оси отложено время анализа в секундах. По вертикальной оси отложены значения потока водорода, в верхней части графиков – результаты анализа. Закрашена площадь под кривой пропорциональная содержанию водорода в пике.

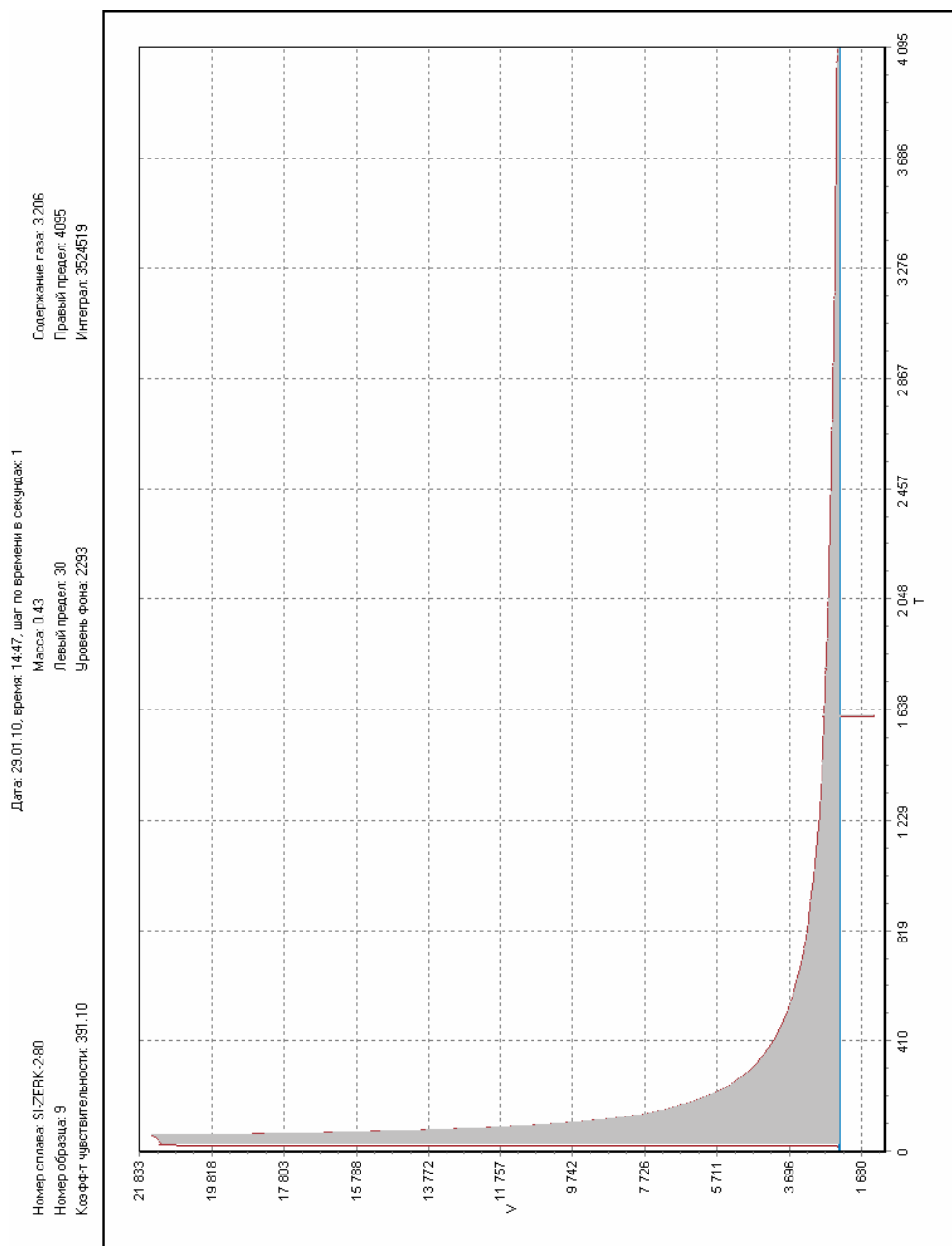


Рис.1. Si-zerk-2. температура экстракции 800 °С

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

к протоколу измерений по определению содержания растворенного водорода в образце **si-zerk-1** от 30 января 2010г после нахождения на воздухе в течение одного часа.

Экстракционные кривые, полученные во время эксперимента

На рисунках 1-5 представлены экстракционные кривые, полученные во время анализа. По горизонтальной оси отложено время анализа в секундах. По вертикальной оси отложены значения потока водорода, в верхней части графиков – результаты анализа. Закрашена площадь под кривой пропорциональная содержанию водорода в пике.

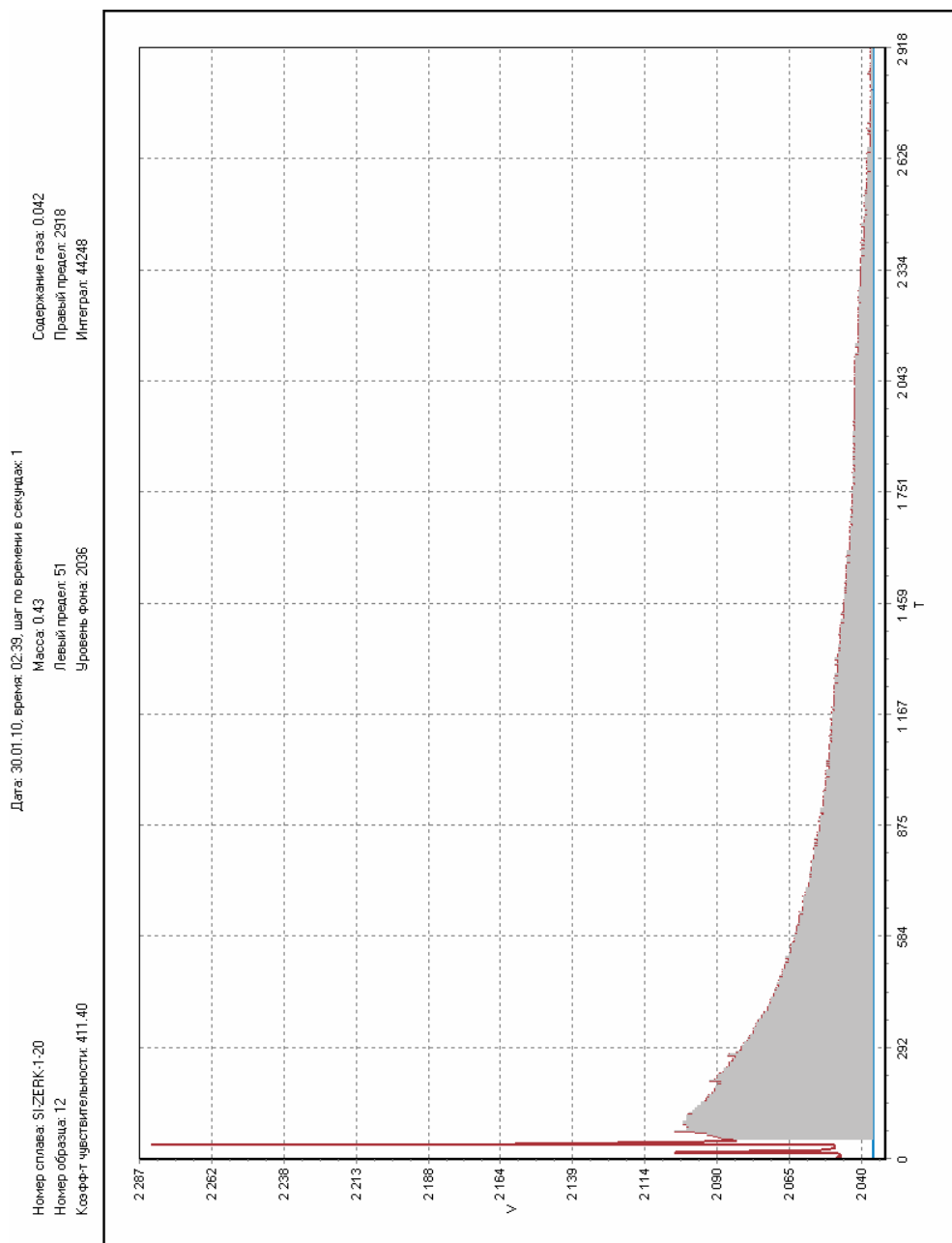


Рис.1.Si-zerk-1. температура экстракции 200⁰С

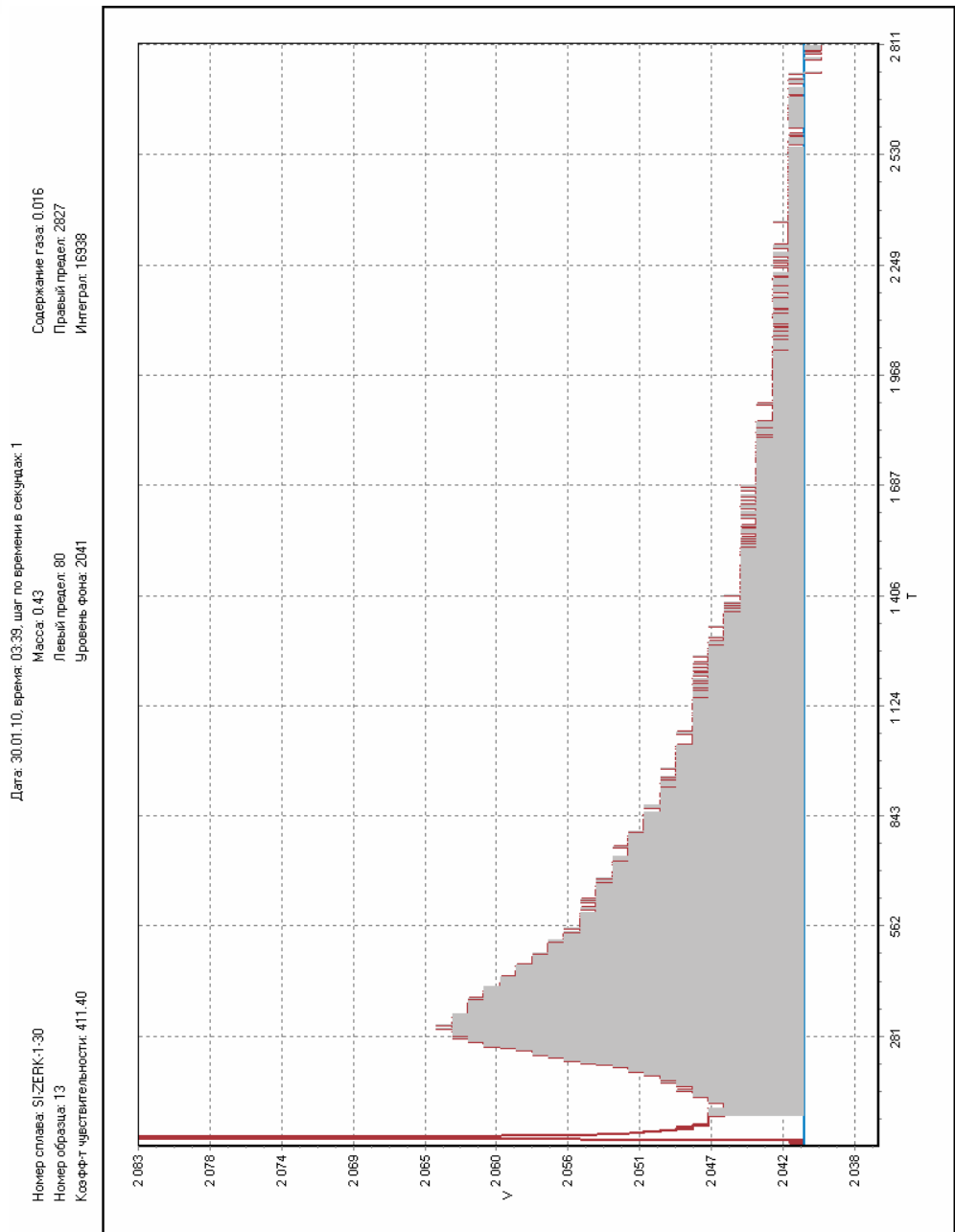


Рис.2.Si-zerk-1. температура экстракции 300⁰С

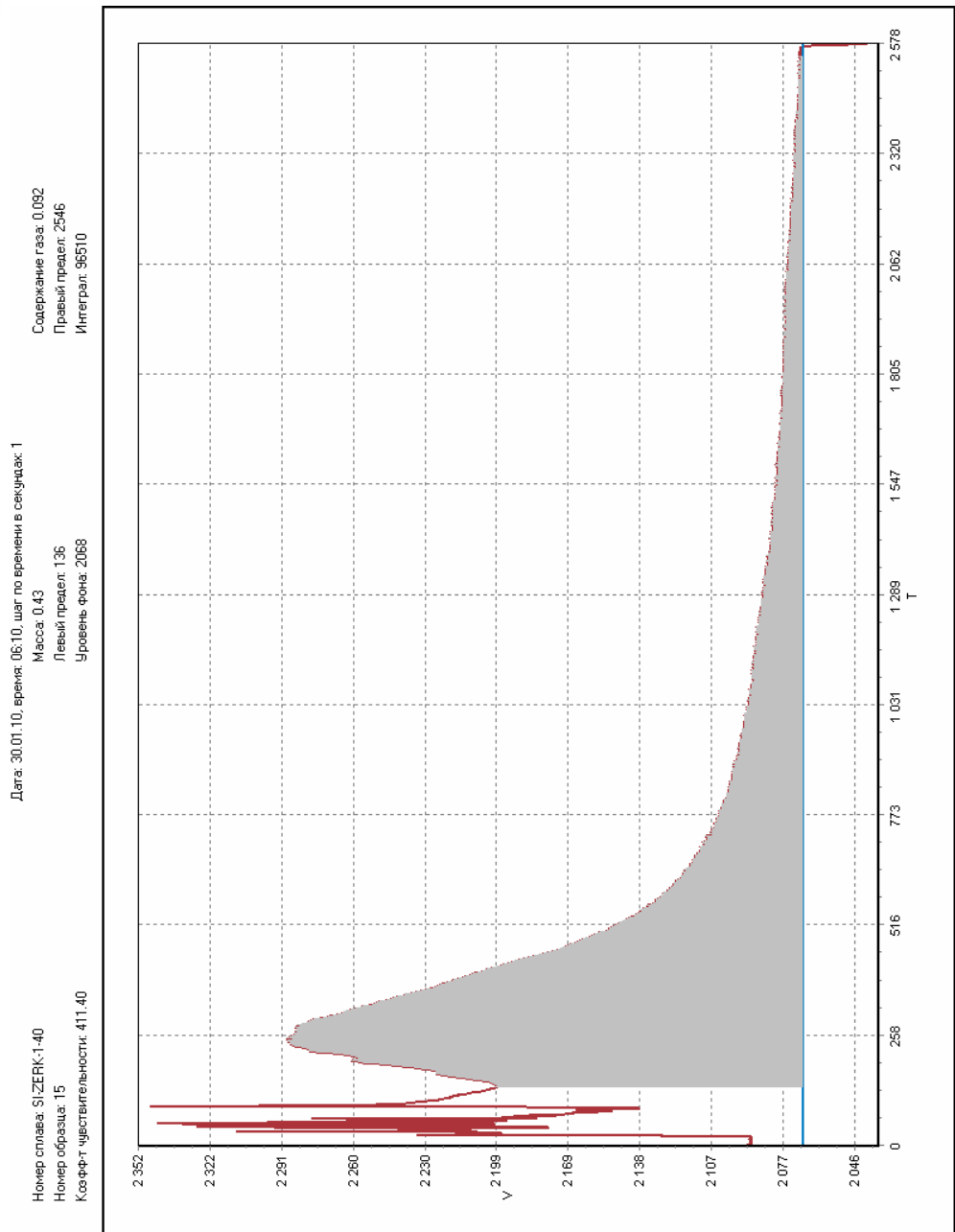


Рис.3.Si-zerk-1. температура экстракции 400⁰С

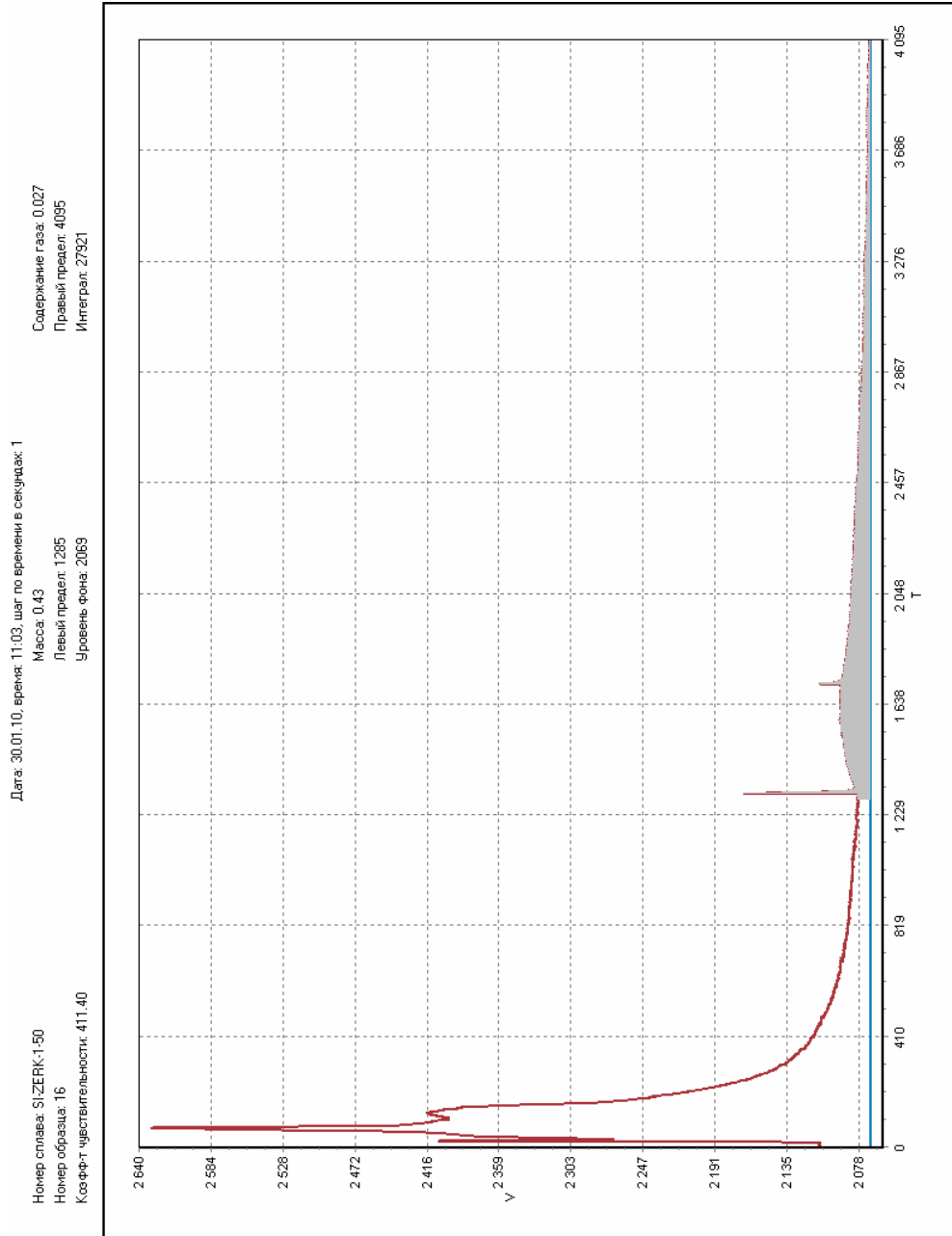


Рис.4.Si-zerk-1. температура экстракции 500⁰С

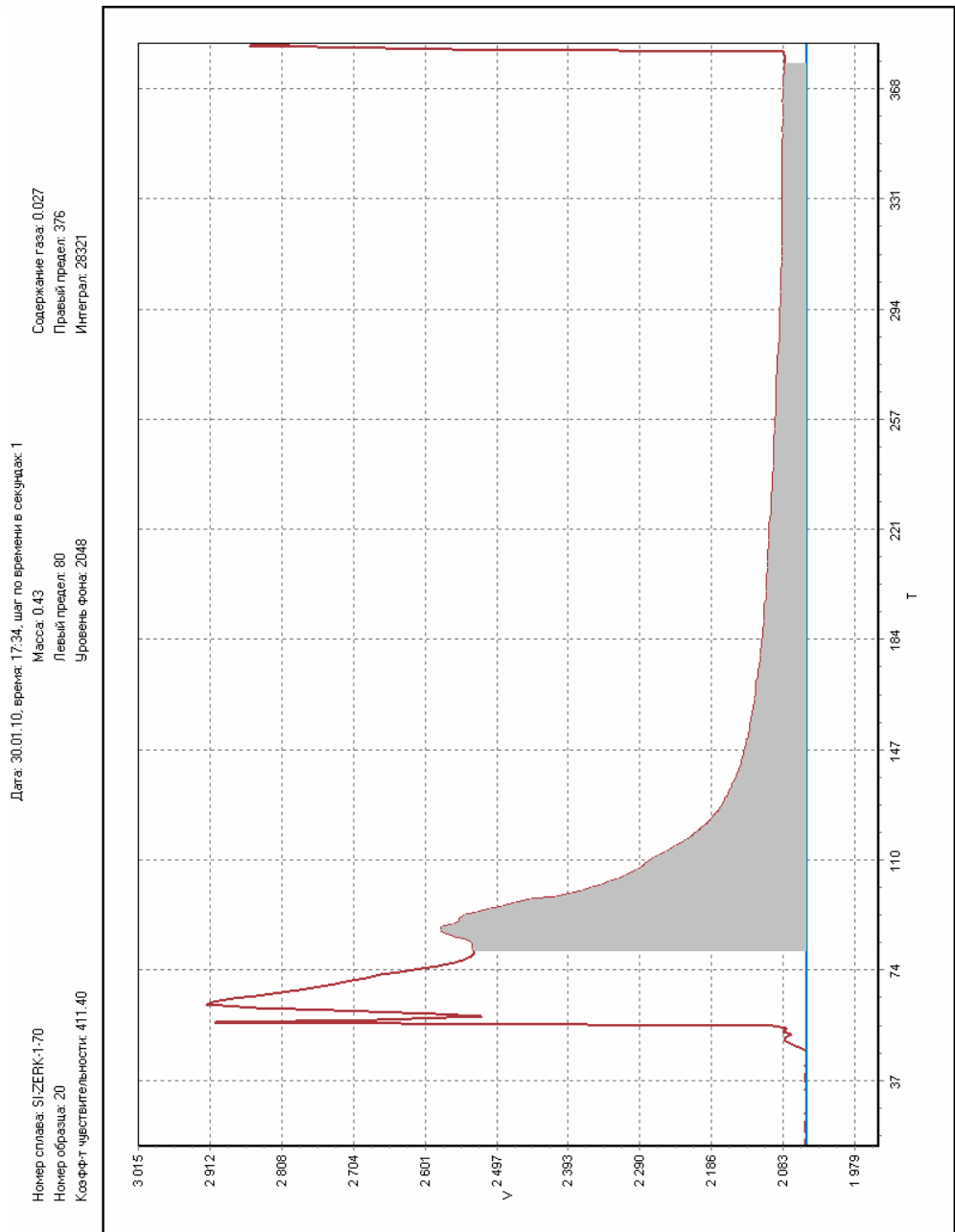


Рис.5.Si-zerk-1. температура экстракции 700⁰С

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

к протоколу измерений по определению содержания растворенного водорода в образце si-zerk-2 от 30 января 2010г после нахождения на воздухе в течение одного часа.

Экстракционные кривые, полученные во время эксперимента

На рисунке 1 представлены экстракционные кривые, полученные во время анализа. По горизонтальной оси отложено время анализа в секундах. По вертикальной оси отложены значения потока водорода, в верхней части графиков – результаты анализа. Закрашена площадь под кривой пропорциональная содержанию водорода в пике.

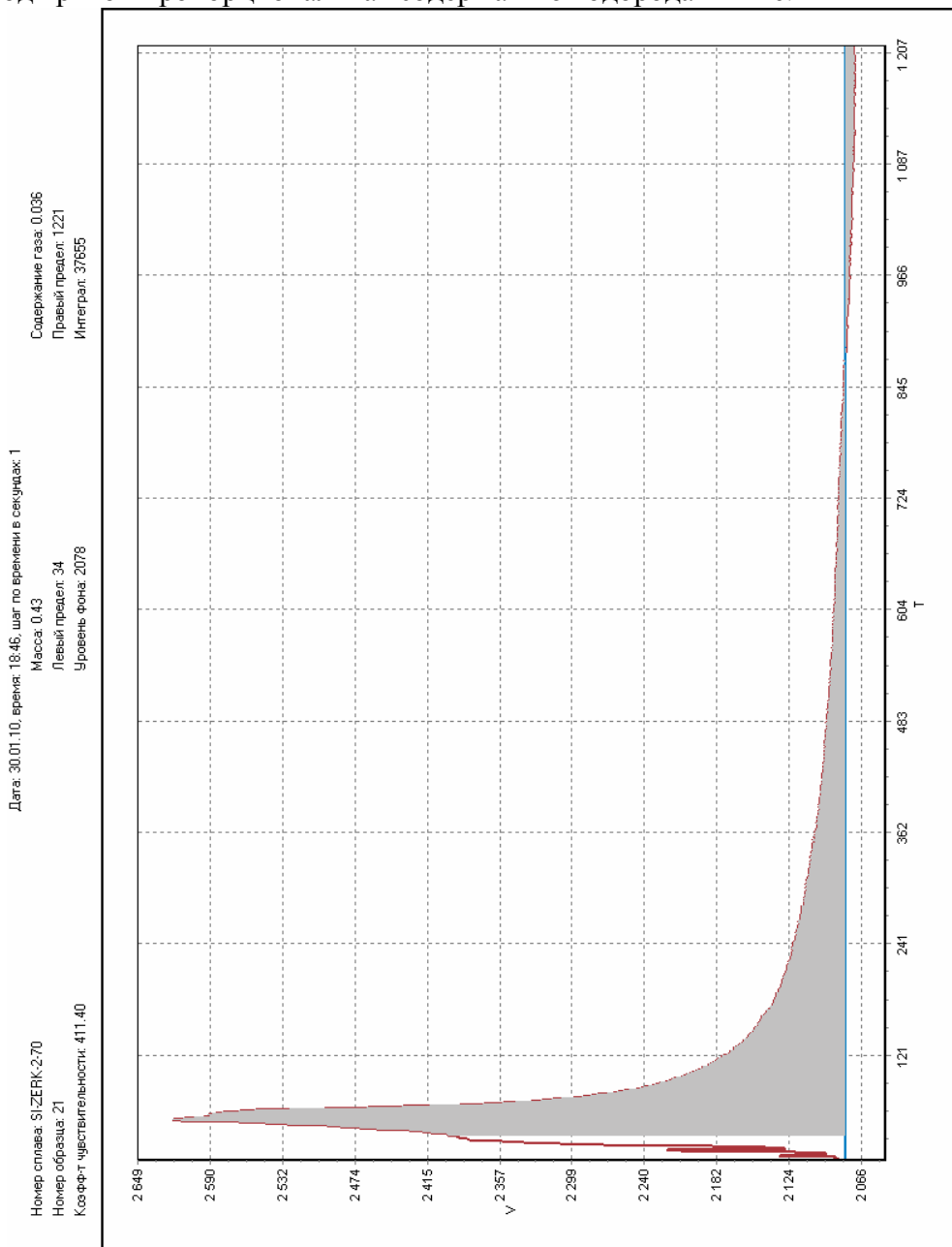


Рис.1.Si-zerk-2. температура экстракции 700⁰С