

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

Институт физики высоких технологий
Направление 15.04.01 подготовки машиностроение
Кафедра физики высоких технологий в машиностроении

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы	
ВЛИЯНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ СОСТАВА ПОДЛОЖКИ НА СВОЙСТВА ВАКУУМНО-ДУГОВЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ	

УДК 621.793.14:539.12.043:539.422.52

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4АМ41	Булдакова Александра Сергеевна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Гончаренко И.М.	К.т.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Гаврикова Надежда Александровна			

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
профессор	Федорчук Юрий Митрофанович	Д.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
ФВТМ	Псахье С.Г.	Профессор, доктор ф.м.н.		

Томск – 2016 г.

**ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ
ПО ОСНОВНОЙ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЙ ПРОГРАММЕ ВЫСШЕГО
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ, НАПРАВЛЕНИЕ
ПОДГОТОВКИ 15.04.01 МАШИНОСТРОЕНИЕ,
КВАЛИФИКАЦИЯ – МАГИСТР**

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Способность демонстрировать глубокие естественнонаучные, математические и инженерные знания физико-химических и технологических основ напыление покрытий и применять их для решения научных и инженерных задач наукоемкого производства на мировом уровне
P2	Способность планировать и проводить аналитические, имитационные и экспериментальные исследования по своей специализации с использованием новейших достижения науки и техники, передового отечественного и зарубежного опыта в области знаний, соответствующей выполняемой работе, уметь критически оценивать полученные теоретические и экспериментальные данные и делать выводы, использовать основы изобретательства, правовые основы в области интеллектуальной собственности.
P3	Способность интегрировать знания различных и смежных видов деятельности и решать задачи, требующие абстрактного мышления и оригинальности анализа для концептуализации инженерных моделей выбранного технологического направления
P4	Способность оценивать экономическую эффективность новых разработок и их инновационную направленность, выполнять требования по защите окружающей среды

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

Институт физики высоких технологий
 Направление 15.04.01 подготовки машиностроение
 Кафедра физики высоких технологий в машиностроении

УТВЕРЖДАЮ:
 Зав. кафедрой, профессор, доктор
 ф.м.н., _____ С.Г. Псахье
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
4АМ41	Булдаковой Александре Сергеевне

Тема работы:

ВЛИЯНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ СОСТАВА ПОДЛОЖКИ НА СВОЙСТВА ВАКУУМНО-ДУГОВЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ
Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:	17.06.16 г.
--	-------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе .	Образцы твердого сплава ВК8, катоды Ti, TiCu, TiAl.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	1. Классификация, свойства и методы получения износостойких покрытий; 2. Методика эксперимента; 3. Влияние легирующих элементов на свойства модифицированных образцов из твердого сплава ВК8; 4. Морфология и физико-механические характеристики экспериментальных покрытий TiN, nc-TiN и TiAlN.
Перечень графического материала	Презентация в формате Microsoft Power Point, слайдов
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант

Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Гаврикова Н.А.
Социальная ответственность	Федорчук Ю.М.
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
- Влияние легирующих элементов на свойства модифицированных образцов из твердого сплава ВК8; - Морфология и физико-механические характеристики экспериментальных покрытий TiN, nc-TiN и TiAlN.	

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

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Гончаренко И.М.	К.т.н		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4АМ41	Булдакова А.С.		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа представлена на 160 страницах, включает 67 иллюстраций, 39 таблиц, 42 источников литературы, 1 приложение.

Ключевые слова: нитридные покрытия, вакуумно-дуговой разряд, ионная имплантация, твердость, модуль Юнга, упругое восстановление, адгезия.

Объектом исследования являются, сформированные вакуумно-дуговым методом покрытия, на предварительно легированной подложке.

Целью работы является изучение влияния физико-механических характеристик материала подложки на свойства, формируемого в дуговом разряде износостойкого нитридного покрытия. Проведение сравнительного анализа изменения значений твердости, модуля упругости и адгезии износостойких покрытий на основе нитрида титана, получаемых одновременно на подложках, предварительно легированных различными элементами.

На полученных покрытиях TiN, nc-TiN и TiAlN определяли толщину, твердость (H), модуль упругости (E), упругое восстановление (W_e), упругую деформацию разрушения (H/E), сопротивление пластической деформации (H^3/E^2) и адгезию.

Установлена связь между условиями формирования, упругопластическими характеристиками, свойствами материала подложки и механизмами разрушения износостойкого покрытия.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ, СОКРАЩЕНИЯ, НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В данной работе применены следующие термины с соответствующими определениями:

износостойкость: способность материала оказывать сопротивление износу в определенных условиях эксплуатации или лабораторного испытания.

вакуумно дуговой метод нанесения покрытий: это физический метод нанесения покрытий в вакууме, с помощью конденсации на подложку материала из плазменных потоков, возникающих на катоде-мишени в катодном пятне вакуумной дуги.

ионная имплантация: процесс введения атомов примесей в поверхностный слой подложки, путём бомбардировки его поверхности пучком ионов с высокой энергией.

адгезия: сцепление поверхностей разнородных твёрдых или жидких тел.

В данной работе применены следующие обозначения и сокращения:

ГЦК – гранецентрированная кубическая решетка;

PVD – метод физического осаждения;

CVD – химическое осаждение из газовой фазы;

ПИНК – плазменный источник с накалимым катодом;

ЭОС – электронная оже-спектроскопия.

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	9
ГЛАВА 1. КЛАССИФИКАЦИЯ, СВОЙСТВА И МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ	13
1.1 Классификация износостойких покрытий	13
1.2 Свойства износостойких покрытий	15
1.3 Методы модификации поверхностного слоя перед нанесением износостойких покрытий	22
1.3.1 Азотирование в плазме дугового разряда	22
1.3.2 Ионная имплантация	24
1.4 Методы получения износостойких покрытий	25
1.4.1 Методы химического осаждения покрытий из парогазовой фазы	26
1.4.2 Методы физического осаждения покрытий	27
1.5 Постановка задачи и цели работы	30
ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРЕМЕНТА	31
2.1 Материалы исследования	31
2.2 Оборудование и методы легирования подложки	32
2.2.1 Конструкция и параметры имплантера	32
2.2.2 Конструкция и параметры генератора газоразрядной плазмы «ПИНК»	34
2.3 Состав оборудования для вакуумно-дугового метода получения износостойких покрытий и особенности его рабочих параметров	35
2.3.1. Экспериментальная установка для создания нитридных износостойких покрытий, включая многокомпонентные, методом вакуумно-дугового распыления	35
2.3.2. Конструкция катодного узла дугового испарителя с криволинейным устройством для фильтрации капельной составляющей плазменного потока и его характеристики	37
2.3.3. Параметры катодов испарителя для получения покрытий	39
2.4 Метод исследования состава поверхностных слоев экспериментальных образцов	40
2.5 Методы исследования физико-механических свойств покрытий	42
2.5.1 Методики определения твердости	42
2.5.1.1. Статический метод определения твердости по Кнупу	42
2.5.1.2 Динамический метод определения твердости	43
2.5.2 Методика определения толщины покрытия методом Calotest	46
2.5.3 Определения адгезионной прочности методом Scratch-test	47
Выводы ко второму разделу	48
ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА СВОЙСТВА МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ТВЕРДОГО СПЛАВА ВК8	49
3.1 Легирование поверхности инструментального сплава ВК8 высокоэнергетичными ионами и в газоразрядной плазме	49
3.1.1. Особенности процессов легирования экспериментальных подложек в вакууме с помощью ионных пучков	49
3.1.2. Этапы и параметры легирования поверхности экспериментальных образцов в низкотемпературной плазме азота	51
3.1.3. Глубина и химический состав легированных слоев сплава ВК8 после ионной обработки	52
3.1.4. Результаты исследования параметрических и физико-механических свойств поверхности сплава ВК8 до и после легирования	56
3.1.5. Эволюция твердости приповерхностных слоев сплава ВК8 после ионной обработки	61
3.2. Формирование износостойких нитридных пленок на легированных подложках	61
3.2.1. Основные этапы и технологические параметры вакуумно-дуговых процессов при формировании покрытий многокомпонентных систем на основе титана	61

3.3. Эволюция твердости приповерхностных слоев сплава ВК8 после нанесения покрытий	64
Глава 4. МОРФОЛОГИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ TiN, nc-TiN и TiAlN.....	65
4.1 Морфология поверхности образцов покрытием TiN, nc-TiN и TiAlN.....	65
4.2 Тестирование адгезионной прочности покрытий с помощью скретч-теста.....	68
4.3 Физико-механические свойства покрытий	74
Глава 5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	79
5.1 Предпроектный анализ. Потенциальные потребители результатов исследования	79
5.1.1 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	80
5.1.2 SWOT-анализ	82
5.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации	84
5.1.4 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования.....	85
5.2 Инициация проекта	85
5.3 Планирование управления научно-техническим проектом	88
5.3.1 Иерархическая структура работ проекта.....	88
5.3.2 Контрольные события проекта.....	88
5.3.3 План проекта.....	89
5.3.4 Бюджет научного исследования.....	91
5.3.5 Матрица ответственности.....	93
5.3.6 Реестр рисков проекта.....	94
5.3.7 Оценка сравнительной эффективности исследования.....	95
Вывод к пятому разделу.....	96
ГЛАВА 6 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	99
6.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды	100
6.1.1 Метеоусловия.....	100
6.1.2 Вредные вещества	102
6.1.3 Производственный шум.....	103
6.1.4 Расчет уровня шума.....	105
6.2 Освещенность	106
6.3 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды	110
6.3.1 Факторы электрической природы.....	110
6.3.2 Электробезопасность	111
6.4 Давление.....	114
6.5 Факторы пожарной и взрывной природы	118
6.6 Охрана окружающей среды.....	124
6.7 Защита в ЧС	124
6.8 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	125
Вывод к шестому разделу.....	126
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	127
Список публикаций студента	129
Список литературы.....	130
Приложение А.....	135

ВВЕДЕНИЕ

В современной технике существует большое количество составов и способов организации защитных покрытий. Защитные покрытия наносят на функциональные поверхности режущего инструмента и разнообразные конструктивные элементы взаимодействующих деталей машин. Суть заключается в том, что на рабочие поверхности деталей, подвергающихся повышенным нагрузкам, в частности, режущего инструмента, наносят покрытия толщиной несколько микрон определенного состава, которые обеспечивают их более долгую службу, чем мог бы служить исходный инструментальный материал. Таким образом, инструментальный материал с износостойким покрытием следует рассматривать как композиционный. В нем должны одновременно сочетаться высокая твердость, тепло- и коррозионная стойкость и другие полезные качества поверхностного слоя с прочностью, ударной вязкостью, трещиностойкостью и др. параметрами, присущими формообразующему объемному телу.

Качество, производительность и стоимость получения тонкопленочных структур зависят от способов и устройств нанесения покрытий. По этому вопросу ведутся углубленные исследования как за рубежом, так в отечественных отраслевых институтах, университетах и академических учреждениях. Сегодня разработаны несколько таких методов и приборов, которые различаются по типу источников генерации атомарного потока вещества для синтеза покрытий. Как правило, все они основаны на применении, так называемых, концентрированных источников энергии. Это может быть плазма, электрическая дуга, лазер или электронный пучок. В этих источниках из-за высокой плотности энергии, достигающей 10^4 Вт/см², очень быстро происходят процессы нагрева, плавления, испарения, химического синтеза и разнообразных фазовых превращений в материалах. Благодаря этим уникальным процессам удается легко наносить покрытия и синтезировать материалы такие, которые или не существуют в природе, или их невозможно сформировать другими методами.

В этом направлении особый интерес представляют вакуумные ионно-плазменные покрытия на основе химических соединений металлов с реактивными газами. Одним из наиболее перспективных методов синтеза наряду с магнетронным распылением является вакуумно-дуговой. Этот метод позволяет достаточно легко управлять структурой, составом покрытий, физико-механическими свойствами, за счет изменения температуры подложки, напряжения смещения и парциального давления реакционного газа. Поток плазмы, получаемый в электродуговом источнике, является сильно ионизованным. Степень ионизации для ряда материалов приближается к 100%. Плазма содержит значительное количество двух- и трехкратно ионизованных частиц. Это существенное преимущество перед источниками, основанными на явлениях распыления (в том числе магнетронного) и испарения (электронным или лазерным лучом и т.д.) материала, где потоки вещества имеют малую степень ионизации. Кроме того, этот метод считается наиболее производительным из всех существующих.

Однако, не смотря на достигнутые успехи в плане поиска перспективных составов и методов нанесения функциональных покрытий, существуют определенные ограничения в случае практической реализации результатов теоретического материаловедения. Использование таких материалов на практике, когда с одновременно резким расширением их ассортимента произошла переоценка требований к их параметрам, сопряжено с необходимостью исследования их теплофизических, механических, химических и других свойств, поскольку они могут существенно отличаться от свойств материалов реальных изделий, на которые их наносят. На сегодняшний день в области получения надежных износостойких систем с большим ресурсом работоспособности остаются открытыми вопросы выбора материала покрытия и подложки, их кристаллохимической и термомеханической совместимости, толщины и количества слоев упрочняющей пленки, подготовки поверхности подложки перед осаждением.

Для успешного применения той или иной технологии получения покрытия определенного состава необходимы разработки, нацеленные на установление взаимосвязи между параметрами осаждения, составом и свойствами материалов, как покрытия, так и подложки.

Основной причиной малой эффективности применения нового класса износостойких покрытий является их низкая стойкость и разрушение в результате слабой адгезии с формообразующим телом. Для преодоления этих проблем в данной работе был применен комплексный подход, заключающийся в целенаправленном изменении физико-химических параметров подложек одного состава в результате легирования и последующем нанесении на них вакуумно-дуговым методом нитридных покрытий на основе титана с добавлением меди и алюминия в распыляемый катод. Легирование поверхности подложек различными элементами на небольшую глубину осуществляли с использованием ионных потоков, генерируемых газоразрядной плазмой и высоковольтным ускорителем.

Лабораторный анализ элементного состава и физико-механических свойств поверхностей с тонкими модифицированными слоями является сложной задачей, из-за возникновения большого числа факторов, затрудняющих однозначное толкование измеряемых параметров, находящихся в микро- и нанометровом диапазоне. Для определения и измерения этих свойств требуется современное оборудование, предназначенное для исследования тонкопленочных и слоистых материалов. В настоящей работе с использованием методов Оже-электронной спектроскопии, микро- и наноиндентирования, скретч-тестирования были определены состав легированных слоев и такие свойства покрытий, как толщина, твердость, модуль упругости, упругое восстановление и адгезия. Особое внимание в работе уделяется сопоставлению адгезионной стойкости покрытий с их упругопластическими характеристиками, сформированными в результате разных условий получения. В этом случае определяющим фактором являются не только электрофизические параметры процесса,

обуславливающие различные закономерности формирования эксплуатационных свойств покрытий, получаемых из одного и того же материала распыляемого катода, но и параметры материала подложки в области контакта с конденсирующимся слоем нитридной пленки.

В связи с перечисленными проблемами тематика настоящей работы, направленная на изучение влияния граничных условий при формировании вакуумно-дуговым методом тонкопленочных износостойких покрытий с необходимыми физико-механическими характеристиками, является, безусловно, актуальной.

ГЛАВА 1. КЛАССИФИКАЦИЯ, СВОЙСТВА И МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ

1.1 Классификация износостойких покрытий

Эффективность работы металлорежущего оборудования в немалой мере зависит от способности режущего инструмента. В процессе работы режущий инструмент подвергается абразивному, диффузионному и адгезионно-усталостному износу. Наиболее эффективным путем повышения работоспособности является нанесение на рабочую поверхность износостойких покрытий.

Нанесение износостойких покрытий, в отличие от других методов повышения работоспособности режущего инструмента, позволяет регулировать свойства рабочей поверхности при сохранении свойств в объеме твердого тела.

На сегодняшний день к износостойким покрытиям, для режущего инструмента, на производстве предъявляются повышенные требования. Эти требования зависят от композиции «покрытие – инструментальный материал» и с улучшением условий работы инструмента.

При выборе износостойких покрытий для металлорежущего инструмента необходимо соблюдать следующие требования:

- Требования, учитывающие критерий работы инструмента. Покрытию необходимо обладать: высокой твердостью; устойчивостью к коррозии, возникающей при высоких температурах; отсутствием схватываемости с обрабатываемым материалом; устойчивостью к разрушению при изменении значений температур и напряжений.
- Требование совместимости свойств материала покрытия с материалом инструмента: сходство кристаллохимического строения материала покрытия и инструмента; оптимальное соотношение по модулям упругости, коэффициентам Пуассона, линейного расширения, теплопроводности; малая склонность к образованию хрупких вторичных соединений.

- Требования к технологическим особенностям метода нанесения покрытий: соблюдение при нанесении покрытия условий, не оказывающих влияния на изменение свойства материала инструмента.
- Требования к покрытиям. Оно должно быть сплошным; иметь постоянную плотность; иметь стабильность свойств во времени.

Существует огромное количество видов покрытий, которые можно разделить по свойствам и функциям, определяющих их служебное назначение (Рисунок 1.1).



Рисунок 1.1 Классификация износостойких покрытий для режущего инструмента [1]

Процесс нанесения покрытия на поверхность режущего инструмента определяется как свойствами материала покрытия и инструмента, так и спецификой протекания процессов формирования покрытия. Среди большого числа существующих методик, наибольшее применение получили покрытия, получаемые методом конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой.

Данный метод позволяет наносить разные виды покрытий, с широким набором физико-механических свойств, как на твердосплавный, так и на быстрорежущий инструмент. В ряде случаев эффективность износостойких покрытий незначительна. Анализ работ, посвященных исследованию механизмов изнашивания режущего инструмента с покрытиями [2, 3], позволяет в качестве основных причин разрушения покрытия определить их

недостаточную когезионную прочность и трещиностойкость, а также адгезионную прочность сцепления покрытия с инструментальной основой.

Следовательно, становится необходимо проведение контроля значений полученных покрытий. Полный контроль качества покрытий проводят в следующем порядке:

- Визуальный осмотр. Покрытия должны иметь сплошную поверхность. Наличие сколов, шелушение не допускаются.
- Контроль на микротвёрдость. Осуществляется на микротвердомере ПМТ-3.
- Контроль толщины покрытия. Толщина покрытия замеряется на поперечных микрошлифах после травления в реактивах для основного материала.
- Контроль адгезионных свойств покрытия. Адгезия проверяется методом нанесения царапин алмазным наконечником с интервалом в 0,5 мм. Наличие сколов хотя бы в одном из углов квадратов сетки свидетельствует о некачественном покрытии.
- Контроль на хрупкость. Оценивается по виду отпечатка твердости по Кнупу при нагрузке 5 кгс или при нагрузке 200 гс на микротвердомере ПМТ-3.

1.2 Свойства износостойких покрытий

В качестве материалов износостойких покрытий применяют тугоплавкие соединения типа металл (Me-тугоплавкие металлы IV-VI групп)-металлоид (X-углерод, азот, кислород). Атомы металлоида занимают междоузлия в кристаллической решетке, образованной атомами металла, что способствует образованию сильных химических связей Me-X, изменяющих физико-химические свойства [4-8].

В зависимости от вида химической связи все материалы износостойких покрытий можно разделить на три группы [9, 10]:

- 1) Металлическая связь: нитриды, карбиды переходных металлов Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Mo, Cr.

- 2) Ковалентная связь: карбиды, нитриды Al, Si, Fe.
- 3) Ионная связь: оксиды Al, Ti, Zr.

В работах [9, 11] представили общую тенденцию изменения свойств материалов покрытия, в зависимости от связи (Таблица 1.2.1):

Таблица 1.2.1 Изменения свойств материалов твердых покрытий в зависимости от типа химической связи

Характеристика	Тенденция к снижению в зависимости от типа химической связи
Температура плавления	Ковалентная-металлическая-ионная
Стабильность	Ионная-металлическая-ковалентная
Коэффициент термического расширения	Ионная-металлическая-ковалентная
Твердость	Ковалентная-металлическая-ионная
Хрупкость	Ионная-ковалентная-металлическая
Склонность к взаимодействию	Металлическая-ковалентная-ионная
Сцепление с металлической подложкой, коэффициент трения	Металлическая-ионная - ковалентная
Многослойная совместимость	Металлическая-ионная - ковалентная

Необходимые свойства покрытий можно получить при определенном соотношении между фундаментальными характеристиками: 1) характер связи в материалах; 2) стехиометрия; 3) фазовые соотношения; 4) анизотропия; 5) характер растворимости в конкретных системах, определяющий образование в материалах покрытия и в подложке твердых растворов, интерметаллидов и т. п.

Основными решениями повышения работоспособности режущего инструмента с износостойкими покрытиями являются [3, 12]:

1. Структурное упрочнение материала износостойкого покрытия.
2. Повышение прочности связи границы «покрытие – инструментальный материал»;
3. Изменение физико-химического взаимодействия на границе «покрытие-обрабатываемый материал».

Процесс нанесения износостойкого покрытия протекает в среде реакционных газов в камере. В результате реакций между парами материала катода и газами происходит образование материала покрытия в виде соединения Me-X. Полученное соединение может отличаться нестехиометрией состава, в зависимости от давления остаточных газов.

Нестехиометрия оказывает влияние на прочностные характеристики материала.

Свободные вакансии в решетке металлоида порождают поля смещений, которые влияют на атомы металла. Упругое дальноедействие вакансий вызывает их упорядоченное размещение, которое вызывает упрочнение и уменьшение скорости движения дислокаций. В общем, из-за снижения сил Пайерлса и влияния вакансий скорость движения дислокаций от концентрации металлоида имеет экстремальную зависимость с минимумом [4, 5].

Основным механизмом изменения свойств является упрочнение растворенными атомами при формировании износостойких покрытий. За счет изменения типа химической связи можно оптимизировать физико-механические характеристики (Таблица 1.2.1). Изменение твердых растворов за счет легирования материала покрытия осуществимо по двум механизмам [13]:

1. Раствор замещения в подрешетке металлоида. Процесс осуществляется за счет изменения состава газовой среды в камере и наличия остаточных газов в камере. В этом случае образовывается соединение по типу MeX_1X_2 .
2. Раствор замещения в подрешетке металла. Процесс осуществляется за счет направленного «подпыления» различными элементами. В этом случае образовывается соединение по типу Me_1Me_2X .

По первому механизму введение второго металлоида меняет число электронов на атом, усиливая ковалентную связь, и отклонение от стехиометрии. Внедрение в подрешетку металлоида X_1 другого металлоида X_2 приводит к искажениям кристаллической решетки из-за большей силы связи X_1-X_2 . Изменяя объем и жесткость связи, металлоид X_2 участвует в более сильном закреплении дислокаций на примесных атомах [8, 13]. Для такого соединения наблюдаются экстремальные зависимости прочности при изгибе и твердости [14]. Так для карбонитрида титана наибольшая твердость составляет 39 ГПа при составе $TiC_{0,57}N_{0,39}$ [4]. При получении покрытий

такого типа в качестве металлоидов используют азот, углерод, кислород и бор.

По второму механизму, упрочнение материала покрытия имеет более широкие возможности. Все легирующие элементы в этом случае подразделяются[3]:

- Элементы, образующие соединения с неограниченной растворимостью.
- Элементы, образующие соединения с ограниченной растворимостью или не взаимодействующие между собой.

При легировании твердого раствора TiN к элементам первой группы относятся Zr, Mo, Cr, V, Ta, Nb, Hf. Они, как и нитрид титана образуют нитриды с ГЦК решеткой, обладают высокой твердостью и износостойкостью. В силу их неограниченной растворимости, их свойства можно регулировать в широких пределах.

Среди нитридообразующих элементов второй группы выделяют Al, Fe, Si, B. Ограниченная взаимная растворимость таких нитридов, позволяет предположить, что в покрытиях на основе нитрида титана, возможно возникновение механизма дисперсионного упрочнения.

Элементы второй группы являются относительно дешевыми и распространенными материалами. Легирующий элемент взаимодействует и с металлом, и с металлоидом. При этом действие различных механизмов упрочнения, влияет на формирование свойств покрытия. Ближний порядок «замещение-внедрение» дает такой тип препятствий, как пары Me_2-X . В зависимости от поля смещений пара Me_2-X как препятствие может оказаться сильнее одиночного атома внедрения. Поэтому упрочнение материала покрытия, влияет на величину силы Пайерлса [13]. Это проявляется в увеличении внутреннего трения и, следовательно, предела текучести растворов типа Me_1Me_2X .

Кривые упрочнения таких растворов имеют экстремум (Рисунок 1.2.1).

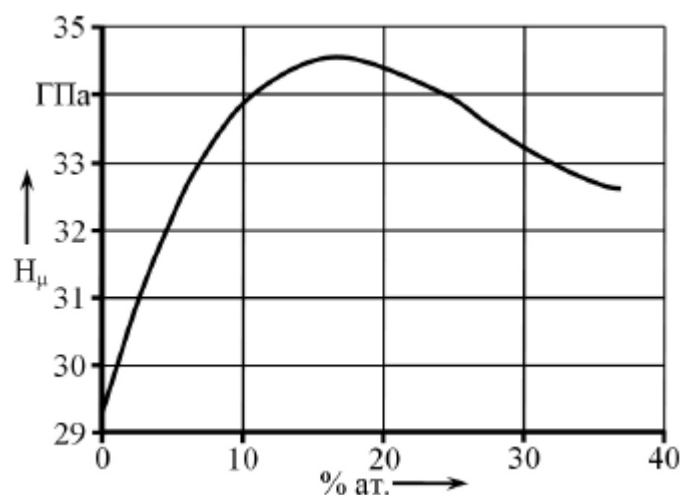


Рисунок 1.2.1 Влияние наличия хрома на микротвердость покрытия TiCrN [15]

В работах [16, 17] показано, что уменьшение толщины пленки приводит к значительному увеличению прочности и твердости (Рисунок 1.2.2). Основной причиной такой зависимости является то, что при уменьшении толщины пленки, наблюдается уменьшение размеров кристаллов, приводящее к упрочнению конденсата.

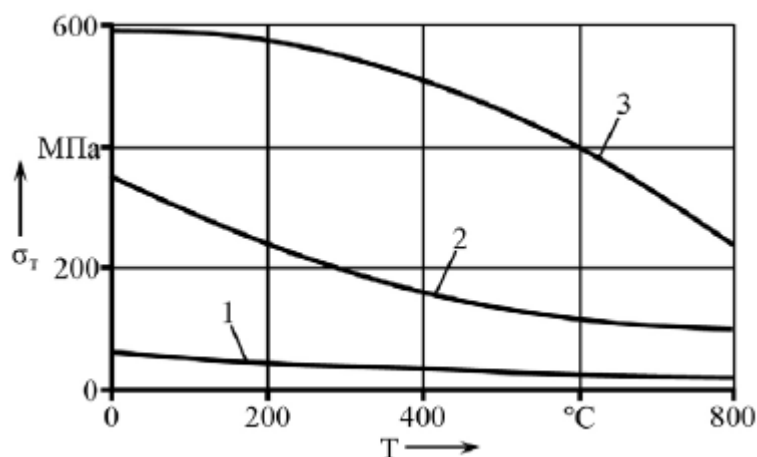


Рисунок 1.2.2 Температурные зависимости предела текучести, конденсатов медь-молибден с толщиной 1,1 мкм (Cu) в 1,8 мкм (Mb) [16]: 1- медь; 2- молибден; 3- композиция «медь-молибден»

Наиболее сильное влияние на свойства покрытия, в процессе его нанесения, оказывает температура. С точки зрения увеличения дефектности покрытия влияние температуры возможно по следующим механизмам [3]:

- Изменение дефектности покрытия за счет атомов остаточных газов [18, 19];
- Изменение дефектности покрытия за счет упрочнения вакансиями [20, 21];

- Изменение дефектности покрытия за счет измельчения субструктуры конденсата и повышения плотности дислокаций [21, 22].

Из Рисунка 1.2.3 видно, что снижение температуры конденсации приводит к увеличению дефектности износостойкого покрытия и, следовательно, к изменению его физико-механических свойств.

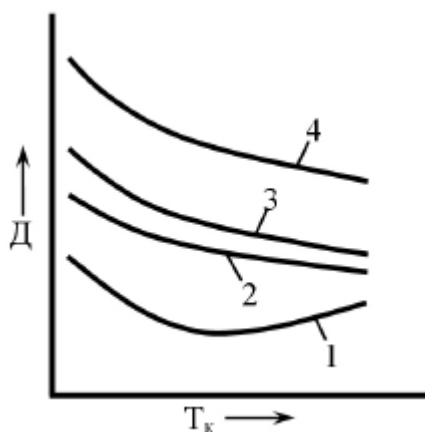


Рисунок 1.2.3 Зависимости дефектности покрытия D от его температуры конденсации T_k [3]: 1 – за счет примесных атомов остаточных газов; 2 – за счет роста числа вакансий; 3 – за счет измельчения микроструктуры и роста плотности дислокаций; 4 – суммарная дефектность

Давление рабочего газа в камере оказывает влияние на стабильность разряда, качество распыления и осаждения, а также формирование покрытия. Влияние давления реакционного газа проявляется в первую очередь в формировании состава покрытия – содержании металлоида в покрытии и, формировании его свойств. В работе [15] было изучено влияние давления реакционного газа (азота) на механические свойства покрытия $TiSiN$. Увеличение давления азота при конденсации покрытия приводит к увеличению микротвердости. Это связано с ростом содержания металлоида в покрытии и с увеличением доли ковалентной связи, приводящей к повышению жесткости межатомных связей. Рост содержания металлоида при увеличении давления азота приводит к увеличению остаточных сжимающих напряжений, что, видимо, связано с изменением физико-механических свойств материала покрытия.

На физико-механические свойства покрытия оказывает влияние и его микроструктура, формирование которой зависит от: давления реакционного

газа, температуры процесса и скорости осаждения. Увеличение скорости осаждения покрытия приводит к повышению однородности покрытия и уменьшению зерна [23].

На прочность адгезионной связи покрытия с подложкой оказывают влияние [9]: состояние подложки; чистота исходных компонентов материала покрытия; чистота используемого оборудования; формирование связи между подложкой и начальным конденсатом; рост конденсата. Также большое влияние оказывает шероховатость поверхности подложки и энергия связи атома покрытия с материалом подложки. При нанесении покрытий методами физического осаждения связь покрытия с инструментальной основой обусловлена в основном силами Ван-дер-Ваальса. Если плотность зародышей покрытия на поверхности подложки мала, то их боковой рост приводит к появлению пор на границе раздела и ухудшению адгезии.

Очистка поверхности подложки перед нанесением покрытия ионным распылением приводит к образованию дополнительных дефектов, наличие которых ведет к увеличению плотности зародышей покрытия и, следовательно, повышению адгезии [9, 24]. На величину адгезионной прочности оказывают влияние внутренние напряжения, возникающие в покрытии. Увеличение их снижает силы адгезии и может привести к отслоению покрытия.

Факторы, определяющие физико-механические свойства покрытий, полученных методами физического осаждения, и влияние их друг на друга представлены на рисунке 1.2.4.



Рисунок 1.2.4 Факторы, определяющие физико-механические свойства покрытий, полученных методами физического осаждения, и их влияния друг на друга

1.3 Методы модификации поверхностного слоя перед нанесением износостойких покрытий

1.3.1 Азотирование в плазме дугового разряда

Азотирование в плазме дугового разряда низкого давления – это процесс осуществляется с использованием, разработанного в ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН, генератора плазмы “ПИНК” (плазменный источник с накалимым катодом). Данный плазмогенератор может использоваться как самостоятельный источник плазмы для финишной очистки и активации поверхности материалов и изделий в инертных газах перед напылением, а также для плазменного ассистирования в процессе напыления защитных и упрочняющих покрытий. Кроме того, этот плазмогенератор успешно используется для азотирования стальных изделий в реактивных газах за счет бомбардировки ионами, ускоренными в слое пространственного заряда, образующегося у поверхности тел, помещенных в плазму, и на которые

подано отрицательное смещение ($0 \div 1000$ В), успешно заменяет тлеющий разряд.

Отличием азотирования в плазме дугового разряда от тлеющего разряда является то, что процесс проводится на технически чистом азоте без введения водорода, а не в диссоциированном аммиаке. Исключение ведения водорода необходимо в тлеющем разряде для восстановительных реакций. Это возможно благодаря высокой кинетической энергии ионов дугового разряда. Так как азотирование в плазме дугового разряда проходит при гораздо меньших давлениях рабочего газа по сравнению с тлеющим разрядом, то заряженные частицы имеют большую длину свободного пробега. За счет этого их кинетическая энергия может регулироваться в широком диапазоне от 10 до 1000 кэВ. Этой энергии достаточно для разрушения оксидных пленок, образующихся при азотировании, а также для активации обрабатываемой поверхности. Благодаря этому происходит разрушение образующихся оксидов, что приводит к ускорению процесса.

Кроме того, что азотирование может применяться как самостоятельный метод обработки, его часто используют для упрочнения титана и его сплавов, а также в качестве промежуточного этапа обработки материалов. Так в работах [25, 26] азотирование использовалось как этап предшествующий напылению твердых износостойких покрытий типа TiN, CrN и др. на стальные подложки, предварительное азотирование которых позволило создать твердую переходную зону между TiN покрытием и основным материалом – подложкой. В обеих работах отмечено значительное улучшение механических и трибологических характеристик. Использование в подобных экспериментах плазмогенератора "ПИНК" позволяет производить дополнительную ионизацию рабочего газа в процессе напыления покрытий из нитридов тугоплавких металлов, повышать адгезию, получить качественное покрытие на изделиях из металлов и диэлектриков при температурах конденсации гораздо более низких, чем в большинстве случаев.

1.3.2 Ионная имплантация

В основе процесса имплантации лежит легирование, которое включает в себя образование пучка ионов легирующего элемента, его ускорение и внедрение этих ионов в поверхность полупроводниковой пластины (Рисунок 1.3.2). По мере прохождения пути от ионного источника до поверхности пластины ионы могут приобрести дополнительную энергию (ускориться) или наоборот потерять часть энергии. Все это происходит благодаря переменным высокочастотным или постоянным электрическим полям.

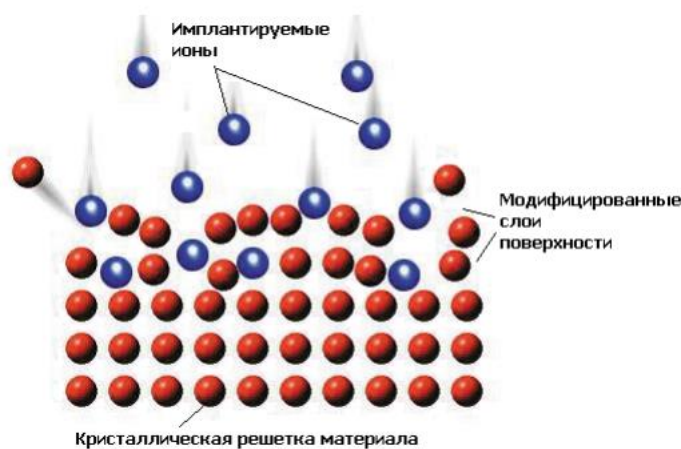


Рисунок 1.3.2 Процесс ионной имплантации

При ионной имплантации поверхности, наряду с процессами распыления, происходит проникновение ионов вглубь бомбардируемого объекта. Для металлов, ионную имплантацию применяют с целью повышения их твердости, износостойчивости, коррозионной стойкости и т. д.

Основными достоинствами метода ионной имплантации являются:

1. Возможность имплантировать любую примесь, любой элемент Таблицы Менделеева.
2. Возможность легировать любой материал.
3. Возможность вводить примесь в любой концентрации независимо от ее растворимости в материале подложки.
4. Возможность вводить примесь при любой температуре подложки, от гелиевых температур до температуры плавления включительно.

5. Возможность работать с легирующими веществами технической чистоты и даже с их химическими соединениями (тоже любой чистоты).

6. Изотопная чистота легирующего ионного пучка (т.е. возможность легировать не только исключительно данным элементом, но и исключительно данным изотопом этого элемента).

7. Легкость локального легирования (с помощью хотя бы элементарного механического маскирования).

8. Малая толщина легированного слоя (менее микрона).

9. Большие градиенты концентрации примеси по глубине слоя, недостижимые при традиционных методах с неизбежным диффузионным размыванием границы.

10. Легкость контроля и полной автоматизации технологического процесса.

11. Совместимость с планарной технологией микроэлектроники.

1.4 Методы получения износостойких покрытий

Характеристика процесса нанесения покрытия на поверхность определяется с одной стороны свойствами материала покрытия и подложки, и с другой – спецификой протекания процессов нанесения покрытия. В зависимости от этого все методы нанесения покрытий разделяются на две группы:

1. Методы химического осаждения покрытий из парогазовой фазы (ХОП).

2. Методы физического осаждения покрытий (ФОП, PVD).

Внутри этих двух основных групп существует довольно большое количество разновидностей. Кроме того, применяются комбинированные методы или методы с поддержкой или активацией от других источников энергии. [27]. Как следует из названия используемых процессов (PVD и CVD), они основаны на различных, по сути, явлениях. Конечный же результат и в том и в другом случае – осаждение из газовой фазы материала покрытия на подложку.

В последние годы, в технологии тонких пленок достигнут значительный прогресс. Могут применяться различные методики получения образцов, гарантирующие воспроизводимые и стабильные характеристики конечного продукта в зависимости от решаемой задачи.

1.4.1 Методы химического осаждения покрытий из парогазовой фазы

Метод химического осаждения (CVD) практически не имеет ограничений по химическому составу покрытий. Все присутствующие частицы могут быть осаждены на поверхность материала. Состав покрытия зависит от соотношения материалов и параметров процесса. Если процесс протекает при заполнении пространства реакционным газом, то происходит нанесение оксидных, нитридных и карбидных покрытий. При этом происходит химическая реакция между атомами осаждаемых металлов и молекулами реакционного газа.

При химическом осаждении происходят химические реакции около поверхности обрабатываемого материала. В отличие от PVD процессов, где твердые материалы покрытия изменяют в газообразную фазу путем испарения или распыления, при процессе CVD в камеру покрытия подается смесь газов. Температура протекания процесса, должна не превышать 1100°. Это условие ограничивает число материалов, на которые можно нанести покрытие данным методом. Если твердые сплавы выдерживают такой нагрев практически без последствий, то быстрорежущие стали теряют все свои свойства.

Преимуществом метода CVD, является отсутствие необходимости вращения изделия. Для получения одинаковых свойств покрытия во всем объеме камеры покрытия необходимо обеспечить оптимальные потоки газа. Для этого применяется специальная система подачи газа, так называемый газовый душ. Установки CVD имеют довольно большой размер. Для предотвращения опасных выбросов газов в атмосферу требуется система фильтров. Благодаря высокой температуре нанесения, обеспечивающей

частичную диффузию материала покрытия в материал основы, покрытия CVD характеризуются лучшей адгезией покрытия и основного материала.

1.4.2 Методы физического осаждения покрытий

Метод термического испарения представляет собой процесс перехода молекул из жидкости или твердого тела в пар вследствие разрыва связей между поверхностными атомами испаряемого вещества. Различают резистивное испарение, электронно-лучевое испарение и способ активации испаряемых потоков веществ с помощью электрического разряда [28].

Вероятность испарения поверхностного атома зависит от величины энергии разрыва межатомных связей E_c , а атомная удельная скорость испарения (т.е. количество атомов вещества, испаряющихся с единицы площади в единицу времени) определяется соотношением [28]:

$$N_{\text{и}} = N^{2/3} \nu \cdot \exp \left[-\frac{E_c}{kT_{\text{и}}} \right], \quad (1.4.2.1)$$

где N – концентрация атомов в объеме испаряемого вещества, см^{-3} ; $N^{2/3}$ – концентрация атомов на поверхности испаряемого вещества ($N^{2/3} \approx 1015 \text{ см}^{-2}$); ν – частота колебаний атомов кристаллической решетки, с^{-1} ; $T_{\text{и}}$ – температура испарения, К; k – постоянная Больцмана; $(kT_{\text{и}})$ – величина, пропорциональная средней кинетической энергии атомов вещества, Дж.

При отличной от абсолютного нуля температуре всегда имеется вероятность того, что мгновенная кинетическая энергия отдельных поверхностных атомов превысит E_c . Поэтому испарение вещества происходит практически при любой температуре. Скорость испарения G зависит от давления насыщенных паров и температуры и описывается уравнением Ленгмюра:

$$G = 7,76 P_s \sqrt{\frac{M_{\text{и}}}{T_{\text{и}}}}, \quad (1.4.2.2)$$

где P_s – давление насыщенного пара, Па; $M_{\text{и}}$ – молярная масса испаряемого вещества, $\text{г} \cdot \text{моль}^{-1}$; $T_{\text{и}}$ – температура испаряемого вещества, К.

Если ввести коэффициент испарения $\alpha_{\text{и}}$ (для чистой поверхности испаряемого вещества $\alpha_{\text{и}} = 1$), то для скорости свободного испарения $N_{\text{и}}$ в вакууме можно записать:

$$N_{\text{и}} = 4,66 \cdot 10^{24} \frac{\alpha_{\text{и}} P_s}{\sqrt{M_{\text{и}} T_{\text{и}}}}, \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1} \quad (1.4.2.3)$$

Следует отметить, что формула (1.4.2.3) справедлива только для так называемых молекулярных режимов, при которых испарившийся атом попадает на подложку без соударений, а упругость паров материала не превышает $1,33 \cdot 10^2$ Па. При большей упругости пара длина свободного пробега его атомов уменьшается из-за скопления паров над расплавом, и процесс испарения начинает зависеть от скорости рассасывания этого облака, т.е. от диффузии атомов из пограничного слоя в окружающий объем, что не учитывается формулой (1.4.2.3).

Скорость испарения нелинейно зависит от температуры. Зависимость давления насыщенного пара от температуры описывается уравнением Клаузиуса-Клапейрона:

$$\lg P_s = \frac{L_0}{2,303R} \frac{1}{T} + \frac{y_1}{R} \lg T + \frac{y_2}{2,303R} T + \dots + 1, \quad (1.4.2.4)$$

где L_0 – скрытая теплота испарения; y_1, y_2 – температурные коэффициенты; I – постоянная интегрирования; R – универсальная газовая постоянная. Следствием такой зависимости является то, что повышение температуры вещества на 10 – 15% (в диапазоне температур, превышающих температуру испарения) приводит почти к десяти кратному увеличению давления его насыщенных паров P_s .

Так как температурные зависимости скорости испарения разных материалов значительно различаются, это осложняет процесс формирования тонких пленок сплавов. Состав сплава не может оставаться одинаковым по толщине пленки, поскольку в первую очередь будет испаряться компонент, обладающий более высоким давлением насыщенного пара. Пленку с однородным по толщине составом можно получить, если компоненты сплава

испаряются из двух независимых источников. Однако в этом случае очень сложно воспроизводить одинаковый состав пленки в каждом процессе ее нанесения.

Характерной особенностью процесса вакуум-термического испарения и конденсации является то, что даже при самых больших температурах испарения (2000 – 5000 К) средняя энергия испаренных атомов составляет всего лишь $(0,3 - 6,4) \cdot 10^{-19}$ Дж. Конденсация частиц с такими энергиями практически не приводит к их проникновению в глубину материала подложки.

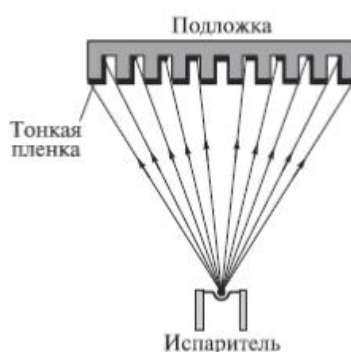


Рисунок 1.4.2 Покрывание неподвижной поверхности со сложным рельефом тонкой пленкой при вакуум-термическом испарении

Это определяет и достоинство, и недостатки метода вакуум-термического испарения и конденсации.

Покрывание неподвижной поверхности со сложным рельефом тонкой пленкой при вакуумно-термическом испарении.

Достоинство состоит в том, что метод обеспечивает очень резкую межфазную границу между осажденной пленкой и подложкой. Это важно при формировании оптических покрытий или рисунка в слое путем его травления через маску.

Первый недостаток, обусловленный низкой энергией конденсирующихся частиц, заключается в более слабой адгезии тонких пленок, полученных вакуумно-термическим испарением, по сравнению с другими методами формирования тонко-пленочных покрытий. Вторым недостатком метода связан с задачей покрытия поверхностей со сложным

рельефом. Без нагрева подложки энергия частиц оказывается недостаточной для реализации упругого отражения или конденсации с последующим испарением. По этой причине конденсация испаренного материала на затененных участках поверхности не происходит, и в результате осажденная пленка имеет разрывы (Рисунок 1.4.2)

1.5 Постановка задачи и цели работы

В настоящей работе были поставлены следующие цели и задачи:

Цель настоящей работы - изучение влияния физико-механических характеристик материала подложки на свойства, формируемого в дуговом разряде износостойкого нитридного покрытия. Проведение сравнительного анализа изменения значений твердости, модуля упругости и адгезии износостойких покрытий на основе нитрида титана, получаемых одновременно на подложках, предварительно легированных различными элементами.

Для достижения поставленной цели было необходимо выполнить следующие задачи:

- 1) Подготовить серию образцов в качестве исходных: пластины твердого сплава ВК8 без модификации, азотированные и имплантированные титаном (Ti), хромом (Cr) и цирконием (Zr);
- 2) Исследовать твердость и упруго-пластические характеристики исходных образцов без покрытий;
- 3) Провести элементный анализ состава поверхностей исходных образцов без покрытий методом электронной ожэ-спектроскопии;
- 4) Нанести методом вакуумно-дугового напыления три типа покрытий: TiN, nc-TiN и TiAlN на исходные образцы;
- 5) Исследовать физико-механические характеристики полученных покрытий в одинаковых условиях на разных подложках и определить величины упругой деформации разрушения (H/E) и сопротивления пластической деформации (H^3/E^2);

- 6) Исследовать адгезионную прочность покрытий с подложками методом scratch-test;
- 7) Проанализировать полученные результаты.

ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРЕМЕНТА

2.1 Материалы исследования

Твердый сплав ВК8 является инструментальным материалом, который применяется в инструментальной промышленности для изготовления режущих пластин сборных резцов, концевых фрез, сверл и др. Он используется в качестве материала фильер, опорных роликов, с покрытиями, нанесёнными при различных режимах формирования. Химический состав данного сплава представлен в Таблице 2.1.

Таблица 2.1 Химический состав стали ВК8

Химический элемент	%
Вольфрам (W)	92
Кобальт (C)	8

Характеристики сплава ВК8:

- большая твёрдость ($H = 16-17$ ГПа),
- высокое значение модуля Юнга ($E = 610$ ГПа),
- высокое сопротивление износу при нагреве до 1000°C ,
- неподверженность заметной пластической деформации,
- большая прочность на сжатие,
- практическое отсутствие упругой деформации.

Для исследования применяли 5 видов полированных подложек-пластин размером 10×10 мм., изготовленных из этого сплава: сплав ВК8 исходный, после азотирования и после ионной имплантации ионами титана, хрома и циркония.

Подготовка образцов включала в себя следующие операции:

- Резка образцов сплава ВК8.
- Механическая шлифовка.
- Полировка на алмазном инструменте.

- Процедура очистки поверхности от различного рода загрязнений: обезжиривание образцов с помощью спирта и сушка.

В результате анализа литературных данных, можно сказать, что многие характеристики металлических материалов, такие как усталостная прочность, трение, износ и коррозия, зависят от структуры и свойств поверхностного слоя материала. Разрушение инструмента начинается с поверхности, поэтому оптимизация поверхностных структур имеет большое значение для улучшения срока эксплуатации изделия. Использование инструмента, с предварительно нанесенными тонкими (1-5 мкм) износостойкими покрытиями, обеспечивает: повышение производительности обработки резанием на 20-200%, увеличение срока службы инструмента до 1,5-10 раз при обработке конструкционных сталей, до 4 раз – при резании коррозионностойких и жаропрочных сталей, в 1,5-2,5 раза – при обработке титановых и никелевых сплавов.

В настоящее время, благодаря использованию многокомпонентных катодов, покрытия на основе нитридов титана получили широкое применение в качестве защитных и износостойких покрытий благодаря высокой твердости, термической стабильности и адгезионной прочности к подложке [29].

2.2 Оборудование и методы легирования подложки

2.2.1 Конструкция и параметры имплантера

Одним из методов модификации поверхностей является ионная имплантация.

Процесс ионного имплантирования позволяет внедрить заданное количество любого химического элемента, таким образом, легировать одно вещество другим в требуемых пропорциях. Введение имплантируемого элемента в основную решетку материала возможно без «соблюдения» законов термодинамики, определяющих равновесные процессы, например, диффузию и растворимость. Этот процесс намного более точен, чем диффузионный метод легирования.

Нанесение покрытий одновременно с ионной имплантацией позволяют:

- Получить высокую адгезию покрытия к подложке за счет "ионного перемешивания" материала подложки и материала покрытия, особенно когда эти материалы в природе плохо смешиваются.

- Изменить состав покрытия, за счет легирования материалом катода имплантера.

- Изменить дислокационную структуру бомбардировкой высокоэнергетическими ионами.

Для измерения свойств и химического состава в нашей работе использовали имплантацию и азотирование. Имплантация ионов титана (Ti), хрома (Cr) и циркония (Zr) в поверхностные слои образцов из сплава ВК8 выполнялась с помощью вакуумно-дугового частотно-импульсного ионного источника «Диана 2». Имплантер разработан в сотрудничестве с Республиканским Инженерно-Техническим Центром (РИТЦ, г. Томск) на базе имплантера "Диана", разработки Института Сильноточной Электроники СО РАН, г. Томск [30].

На рисунке 2.2.1 изображена конструкция ионного источника с блок-схемой электропитания. Устройство работает следующим образом. При подаче напряжения свыше 300 В от источника 4 питания между анодом 1 и катодом 3 во вспомогательной газоразрядной камере (ГРК) зажигается магнетронный разряд, плазма которого вместе с неионизированным газом через отверстие 7 поступает в полный-электрод-экспандер 5. При положении напряжения свыше 800 В от источника 6 питания зажигается основной тлеющий разряд в основной ГРК, где полым катодом является электрод-экспандер 5. Ионный ток извлекается из электрода-экспандера 5 через эмиссионное отверстие, закрытое сеткой 8 при приложении извлекающего напряжения к электроду-экспандеру 5 от источника 14 питания. Электрод служит для подавления электронно-силовой эмиссии с коллектора 9 путем приложения к ней отрицательного напряжения от источника питания 11.

Регистрация импульсов тока разряда I_p , и тока ионного пучка I_i осуществляется соответственно поясом Роговского 13 и активным шунтом 12.

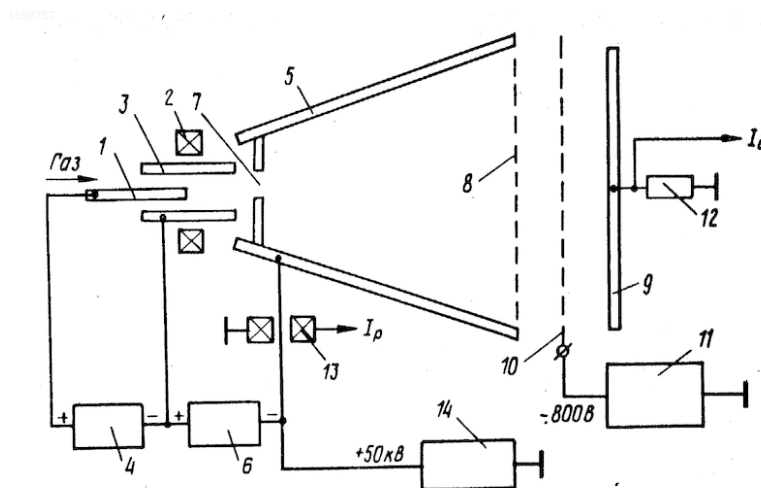


Рисунок 2.2.1 Схема конструкции ионного источника. 1-анод; 2-магнита; 3-катод; 4,6,11,14-источник питания вспомогательного разряда; 5-электрод-экспандер; 7-отверстие; 8-сетка; 9-коллектор; 10-электрод; 12-активный шунт, для регистрации импульсов тока ионного пучка; 13- пояс Роговского, для регистрации тока разряда.

2.2.2 Конструкция и параметры генератора газоразрядной плазмы «ПИНК»

Азотирование проводилось с использованием, разработанного в ЛПЭЭ ИСЭ СО РАН, генератора плазмы “ПИНК” (плазменный источник с накалимым катодом). Основными элементами установки являются, расположенные на боковых поверхностях камеры типовой электродуговой испаритель и плазмогенератор “ПИНК”.

На Рисунке 2.2.2 приведена схема плазмогенератора, установленного на заземленный корпус вакуумной камеры.

Принцип действия плазмогенератора состоит в следующем. Эмитируемые накалимым катодом электроны движутся вдоль силовых линий магнитного поля в направлении анода, роль которого выполняют заземленные стенки вакуумной камеры. Так как напуск рабочего газа производится в катодную полость, то вблизи накалимого катода создается область повышенного давления.

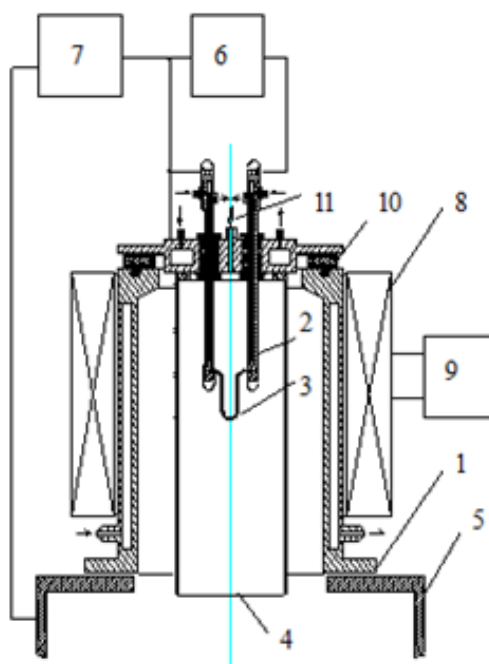


Рис.2.2.2 Схема источника генератора газоразрядной плазмы «ПИНК» в вакууме: 1- водоохлаждаемый корпус генератора плазмы; 2 – электроввод; 3 – нагретый катод; 4 – цилиндрический полый катод; 5 – анод (стенки вакуумной камеры); 6 – источник питания накала; 7 – источник питания разряда; 8 – магнитная катушка; 9 – источник питания магнитной катушки; 10 – изолятор; 11 – газопровод.

Наличие потока ускоренных электронов, траектории которых удлиняются за счет магнитного поля, и области с повышенной концентрацией молекул рабочего газа облегчают зажигание и горение несамостоятельного дугового разряда при низких давлениях. Разряд существует между катодом, которым являются как нагретая катодная нить, так и соединенная с ней катодная полость, и полым анодом с площадью, равной площади внутренней поверхности вакуумной камеры [31]. Плазма, генерируемая таким разрядом, заполняет анодную полость, являясь рабочей средой для, обработки поверхности помещенных в нее материалов и изделий.

2.3 Состав оборудования для вакуумно-дугового метода получения износостойких покрытий и особенности его рабочих параметров

2.3.1. Экспериментальная установка для создания нитридных износостойких покрытий, включая многокомпонентные, методом вакуумно-дугового распыления

Метод конденсации соединений в вакууме с ионной бомбардировкой относится к вакуумным электродуговым способам осаждения вещества. Процесс осуществляется в стационарном эрозионном плазменном

ускорителе. Основными преимуществами метода являются: возможность напыления многослойных покрытий; наличие высокой степени ионизации испаряемого материала; возможность легирования металлов, вводя в камеру легирующий газ.

Вакуумная установка в плазме дуговых разрядов низкого давления состоит из вакуумной камеры с электродуговым испарителем, высоковольтного блока, блока управления, блока питания и вакуумной системы. Основным узлом установки является электродуговой испаритель металла. Эрозия катода происходит за счёт выделения энергии на его поверхности. При этом анод, которым служит поверхность вакуумной камеры, почти не разогревается, так как на большой поверхности разряд имеет диффузионно-распределительный характер.

Вакуумно-дугового осаждение для износостойких нитридных пленок, происходит по принципу плазменного ускорителя [32]. Основные параметры для плазменного испарителя металлов при формировании плазменного потока ускоренных частиц, применяемого для получения покрытий в вакууме показаны в таблице 2.3.1.

Таблица 2.3.1 Основные параметры для плазменного испарителя металлов при формировании плазменного потока ускоренных частиц

Ток разряда	10 - 200 А
Напряжение разряда	40 - 60 В
Рабочее давление	0,0133 – 13,3 Па
Скорости потока частиц	до 10^5 м/с
Энергиями	10 – 100 эВ
Степень ионизации потока	от 60 до 95%
Коэффициент использования материала	Приблизительно 100%.

Работа испарителя (Рисунок 2.3.1.1) основана на эрозионном разрушении поверхностного слоя катода, выполненного из испаряемого электропроводящего материала, под действием горения электрической дуги, возникающей в разрядном промежутке между катодом и положительным анодом. Использование в одной установке несколько ускорителей с катодами из разных чистых и композиционных металлов позволяет формировать многослойные пленки. Специально вводимые в рабочую камеру реактивные

газы (азот, углеводород, кислород) дают возможность образовывать в процессе конденсации металлических частиц на подложке твердые износостойкие соединения, такие как нитриды, карбиды и оксиды.

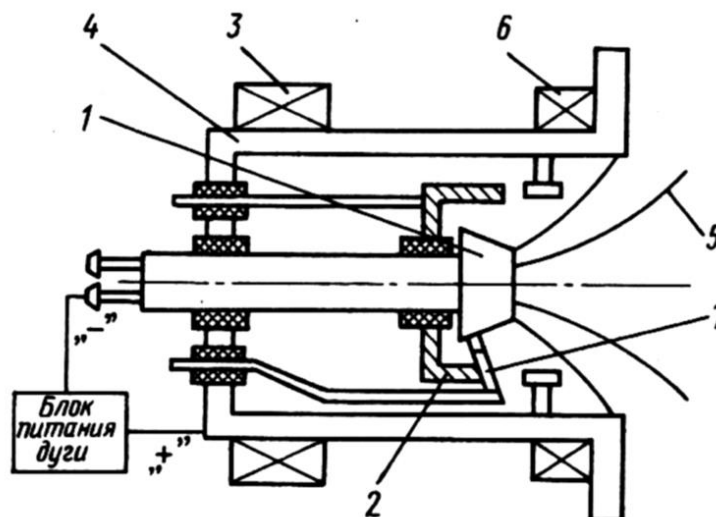


Рисунок 2.3.1.1 Схема испарителя металлов для формирования плазменного потока ускоренных частиц, применяемого для получения покрытий в вакууме: 1 - водохлаждаемый катод; 2 - экран; 3 - соленоид стабилизации дуги; 4 - анод, 5 - силовые линии электрического поля; 6 - соленоид, фокусирующий плазменную струю; 7 - поджигающий электрод. [32]

2.3.2. Конструкция катодного узла дугового испарителя с криволинейным устройством для фильтрации капельной составляющей плазменного потока и его характеристики

Повышение эффективности и очистки плазменного потока от макрочастиц, генерируемых с холодного катода электрического дугового разряда, заключается в пропускании ее через криволинейный плазмовод, при этом электродуговую плазму создают внутри криволинейного плазмовода и пропускают через нее в продольном направлении электрический ток с образованием продольного, непрерывного и равномерного по всей длине плазмовода между катодом и анодом магнитного поля и электрического поля, направленного к стенкам или от стенок плазмовода [33] (Рисунок 2.3.2).

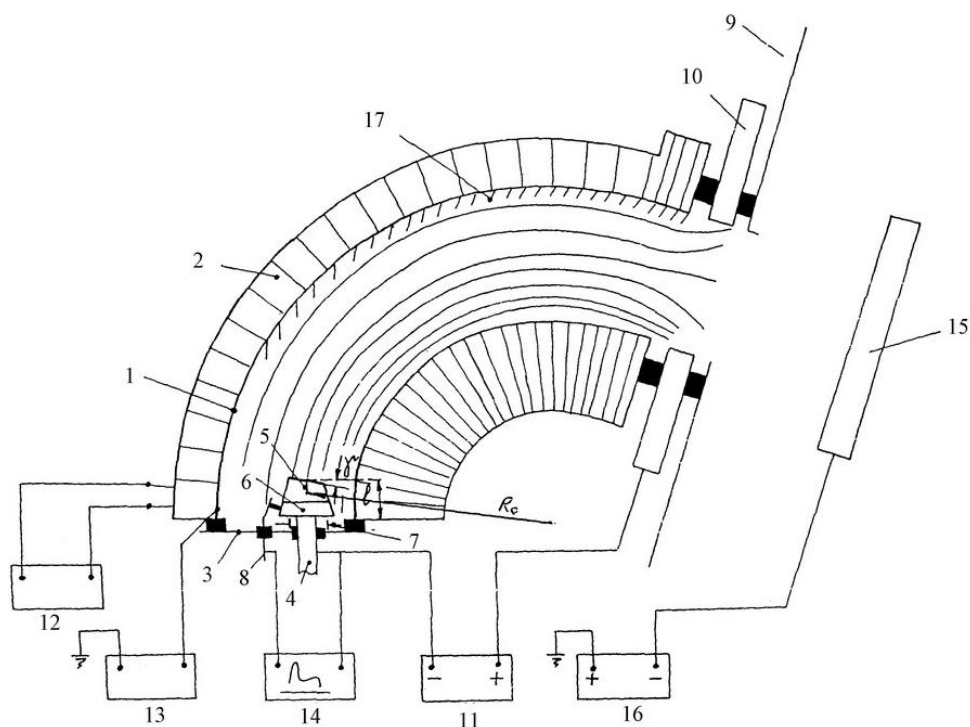


Рисунок 2.3.2 Криволинейный плазмовод. 1-поверхность плазмовода; 2-электромагнитная катушка; 3-фланец; 4-водоохлаждаемый катододержатель; 5-конусный катод; 6-металлическая юбка (является продолжением катода); 7-защитный экран; 8-поджигающий электрод; 9-вакуумная камера; 10-изолированный электрод; 11-источник питания дугового разряда; 12- источник питания электромагнитной катушки; 13-двухполярный источник питания корпуса плазмовода; 14- источник формирующий высоковольтный импульс поджига дугового разряда; 15-подложка; 16- источник питание подаваемый напряжение на подложку; 17-съемная решетка.

Внутри плазмовода создается равномерное по длине магнитное поле, так что магнитные силовые линии перпендикулярны рабочей поверхности катода и проходят через плазмовод параллельно его оси. Дуговой разряд зажигается между анодом и катодом, обеспечивая прохождение электронного тока дуги через плазму, сформированную внутри плазмовода. На корпус плазмовода подается положительный или отрицательный потенциал. Поскольку электронная компонента плазмы замагничена, то силовые линии, пересекающие катод и проходящие вблизи оси плазмовода, принимают потенциал близкий к потенциалу катода, а силовые линии вблизи стенок плазмовода - потенциал стенок. Таким образом, в замагниченной плазме создается электрическое поле, перпендикулярное к стенкам плазмовода.

Электрическое поле обеспечивает дополнительный дрейф ионов от стенок или к стенкам плазмоведа.

На выходе источника образуется поток газометаллической плазмы, в которой сильно ионизована, генерируемая дуговым разрядом, так и газовая, образованная за счет ионизации газа, находящегося в плазмоведе. Изменяя потенциал на корпусе плазмоведа и таким образом увеличивая или уменьшая дрейф ионов к стенкам плазмоведа, можно регулировать соотношение металлических и газовых ионов в потоке плазмы. Устанавливая такой потенциал, что практически все металлические ионы, поступающие в начало плазмоведа с катода, дрейфуют на стенки, на выходе источника можно получить поток практически газовой плазмы. Этот поток образован теми частицами газа, которые ионизовались близко к выходу из плазмоведа и, ускорившись, достигли выхода ранее, чем конденсировались на стенках за счет поперечного дрейфа. Устанавливая такой потенциал, что ионы металла дрейфуют от стенок плазмоведа к центру, на выходе источника можно получить поток газометаллической плазмы, содержащей как ионы металла, так и ионы газа.

2.3.3. Параметры катодов испарителя для получения покрытий

В данной работе обсуждаются варианты синтеза тонких наноструктурных покрытий из многокомпонентной плазмы, генерируемой вакуумно-дуговым распылением катодов системы Ti-Al и Ti-Cu (Рисунок 2.3.3).

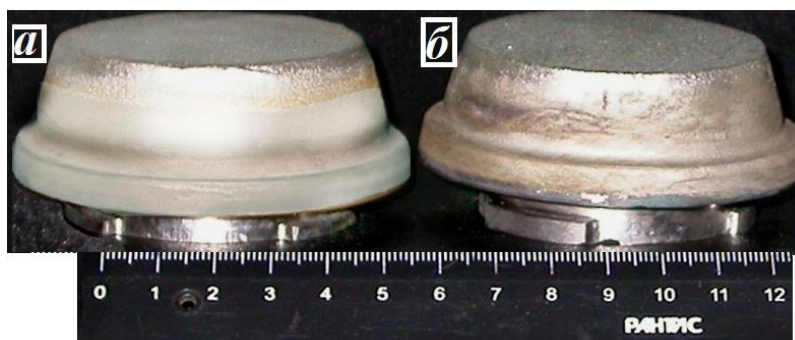


Рисунок 2.3.3 Общий вид катодов, используемых в экспериментах: композиционные порошковые катоды системы а) Ti-Cu; б) Ti-Al

Для многоэлементных катодов экономически и технологически оправданной альтернативой традиционной металлургии послужила технология порошковой металлургии, включающая приготовление порошковых смесей нужного состава, холодное формование и вакуумное спекание. Изделия, полученные из порошковых смесей, обладают более однородным химическим составом по объему, их фазовый состав можно легко регулировать вариацией технологических режимов спекания.

2.4 Метод исследования состава поверхностных слоев экспериментальных образцов

Электронная оже-спектроскопия (ЭОС) является, одной из самых перспективных методик измерения анализа поверхности. Методика позволяет изучать физические и химические свойства поверхности, осуществлять входной и выходной контроль полупроводниковых материалов, оценивать степень чистоты обработанных пластин.

В электронной Оже-спектроскопии измеряется энергия и количество Оже-электронов, эмитируемых с поверхности мишени в результате бомбардировки. Оже-эффект связан с ионизацией атома в результате соударения первичного электрона с электроном на одной из внутренних оболочек атома, на которой возникает вакансия. За очень короткое время происходит переход электрона с более высоких оболочек на образовавшуюся вакансию. Выделившаяся в результате такого перехода энергия может либо перейти в энергию γ -кванта (радиационный переход), либо перейти к электрону одной из внешних оболочек, который покидает атом и регистрируется как Оже-электрон. Так как вероятность радиационного перехода растет с ростом атомного номера, как функция Z^4 , то вероятность эмиссии Оже-электронов соответственно падает. Для легких элементов она составляет 95%, а для элементов с $Z=70$ не превышает 10%.

Главным преимуществом ОЭС по сравнению со многими другими методами является очень малая глубина анализа, что делает эту методику пригодной для исследования химического состава на поверхности и тонких

приповерхностных областях. Глубина анализа определяется длиной «свободного» пробега электронов в твердом теле до первого неупругого взаимодействия с электронами атомов вещества. Действительно, если зародившийся в твердом теле Оже-электрон при движении к поверхности испытает хоть одно неупругое взаимодействие (например, совершит ионизацию атома), то он потеряет часть энергии и не будет зарегистрирован в интересующем нас месте энергетического спектра вторичных электронов, который формируется при бомбардировке твердого тела ускоренными электронами. То есть Оже-электроны, рожденные на глубине большей, чем длина «свободного» пробега, не будут нести информацию о нахождении атомов данного сорта. Длина «свободного» пробега электрона в сильной степени зависит от скорости движения, а следовательно, от его энергии. Обычно исследуются Оже-электроны с энергиями от нескольких десятков электрон-вольт до нескольких килоэлектронвольт. Во всех материалах длина «свободного» пробега (а следовательно, и глубина анализа) таких электронов не превышает 2-3 нм, то есть величины, сопоставимой с периодом кристаллической решетки твердого тела. При этом львиная доля информации поступает с глубины 0,5-1,0 нм, что и делает ОЭС уникальным методом исследования поверхности, а в последние годы - предпочтительным методом оценки химического состава в нано фазах.

Регистрация энергетических спектров Оже-электронов осуществлялась в двух режимах зондирования: без сканирования электронным пучком (информация бралась с площади, определяемой сечением пучка, диаметр которого равен 1 мкм), и в режиме сканирования электронным пучком с площадью сканирования 10×10 мкм². Изображение поверхности исследуемого образца в поглощённых электронах выводилось на телевизионный монитор, что позволило визуально контролировать место анализа. Управление спектрометром и регистрацию Оже-спектров производили компьютером. Скорость распыления поверхностного слоя образцов составляла $2 \div 3$ нм/мин.

2.5 Методы исследования физико-механических свойств покрытий

2.5.1 Методики определения твердости

Для определения твердости в нашей работе использовались статический и динамический метод.

2.5.1.1. Статический метод определение твердости по Кнупу

Метод определения твердости по Кнупу [35] основан на внедрении в материал, жесткого индентора и измерении установившегося (стационарного) размера отпечатка и деформированной зоны около него после поднятия индентора [36,37]. Для измерения размеров отпечатка, величины и характера зоны деформирования материала используют оптические твердомеры типа ПМТ-3.

Самым твёрдым из распространённых веществ является алмаз. Для измерения твердости алмаза наиболее целесообразно использовать индентор Кнупа, который позволяет получить четкие отпечатки без трещин в большом диапазоне нагрузок и снизить погрешности измерения, связанные с нагружением и замерах отпечатков.

Определение микротвердости осуществляется путем измерения длины большой диагонали отпечатка и рассчитывается по формуле:

$$H = 14.23 \cdot \frac{P}{L^2} \quad (2.5.1.1);$$

где P - нагрузка (в Ньютонах); L -размеры отпечатка (большая диагональ ромба в мм).

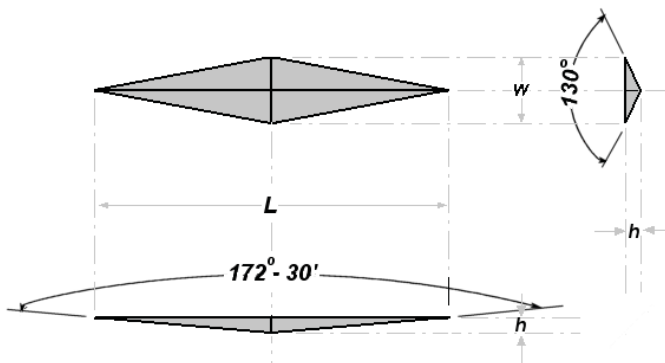


Рисунок 2.5.1.1 Геометрические параметры пирамиды Кнупа

Отпечатки имеют вид сильно вытянутого ромба, большая диагональ d в семь раз превышает малую, глубина отпечатка в 30 раз меньше большей

диагонали [38]. Большая диагональ позволяет получать измерения микро-твёрдости с высокой точностью, при малых нагрузках или при исследовании особо твёрдых тел. Она, в отличие от малой диагонали, почти не восстанавливается. Что способствует определить другую очень важную механическую характеристику - модуль упругости первого рода E (модуль Юнга). В работе [35] для определения модуля упругости первого рода предложена методика, основанная на индентировании поверхности испытуемого материала пирамидой Кнупа. В результате упругого восстановления размеры отпечатка после снятия нагрузки искажаются по сравнению с размерами самого индентора, вычислив соотношение полученных размеров диагонали и сравнив с действительным соотношением диагоналей, можно вычислить модуль Юнга.

2.5.1.2 Динамический метод определения твёрдости

Для материалов с большой долей упругой, составляющей работы (более 20%), определение твёрдости по невосстановленному отпечатку статическим методом, даёт искажённые значения: твёрдость будет очень сильно завышена. Поэтому определение твёрдости по невосстановленному отпечатку производят динамическим методом Оливера и Фарра [39, 40]. Определение твёрдости H , модуля упругости E и упругого восстановления We по методу наноиндентирования осуществляется на приборе Nanohardness Tester, CSM Instruments, Швейцария.

Метод заключается в следующем. Индентор заданной геометрии вдавливается в материал с увеличивающейся нагрузкой. Перед измерением в программе задают параметры испытания: нагрузка, скорость нагружения, время выдержки под нагрузкой и скорость разгружения.

Наноиндентирование осуществлялось при нагрузках 50 мН и 10 мН, скорости нагружения 10 мН/мин и 50 мН/мин с помощью предварительно откалиброванного на кварце алмазного индентора Виккерса с известным модулем упругости $E=72$ ГПа, $H=9,5$ ГПа.

При достижении предварительно установленного максимального значения, нагрузка уменьшается, до тех пор, пока не произойдет частичное или полное восстановление поверхности отпечатка. Во время указанного цикла нагружение – разгрузка постоянно фиксируется величина нагрузки, глубина проникновения индентора, а также их изменение во времени. В процессе измерений снимается кривая «нагружение - разгрузка» (Рисунок 2.5.1.2), которая в дальнейшем обрабатывается по методу Оливера-Фарра.

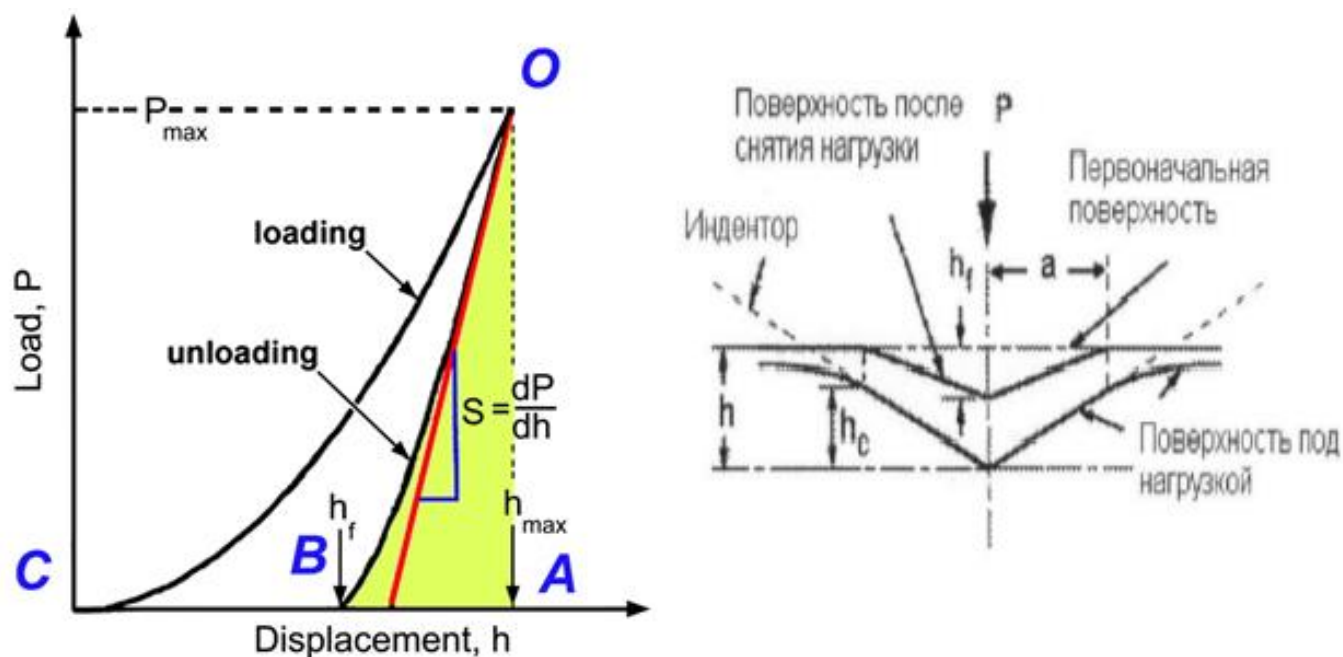


Рисунок 2.5.1.2 Кинетическая диаграмма нагрузка-глубина отпечатка (P-h)

На кинетической диаграмме «нагрузка-глубина отпечатка» (P-h), левая ветвь экспериментальной кривой соответствует движению индентора в процессе нагружения, правая ветвь – при снятии нагрузки.

Наклон начального этапа разгрузочной кривой определяет жесткость материала. Непрерывное индентирование позволяет не только определять нанотвердость материала от глубины проникновения индентора, но и изучать соотношение упругой и пластической составляющих деформации.

Упругая составляющая работы индентирования (W_y) характеризуется площадью ОВА, пластическая составляющая – площадью ОВС, полная работа индентирования (W) – площадью ОАС. Соотношение упругой и

пластической составляющих работы рассчитывается из соотношения площадей OAB к OAC в %.

Существует три важных значения, которые снимаются с кривых нагрузка-перемещение:

- 1) $P_{\max}$ – максимальная нагрузка;
- 2) $h_{\max}$ – максимальное перемещение;
- 3) $S = \frac{dP}{dh}$ – упругая жесткость при разгрузке (контактная жесткость),

определяемая как наклон к кривой разгрузки на начальной стадии. Точность измерений твердости и модуля упругости, по сути, зависит от того как точно эти параметры будут измерены экспериментально.

Конечная глубина h_f проникновения индентора, после того как он полностью разгружен, необходима, для того чтобы оценить долю упругой составляющей в общей деформации, которую характеризует упругое восстановление (W , %). Упругое восстановление материалов рассчитывают по формуле:

$$W = \frac{h_{\max} - h_f}{h_{\max}} \quad (2.5.1.2)$$

По экспериментальным значениям H и E , определенным в результате динамического наноиндентирования, вычисляются два значимых параметра, характеризующих функциональные свойства поверхности материалов [41, 42]:

- Величина, H/E называемая индексом пластичности материала. Характеризует способность материала сопротивляться изменению размеров и формы в процессе деформации. Она отражает сложившиеся на основании стандартных механических испытаний материалов представления о соотношении их пластичности.
- Величина, H^3/E^2 называемая сопротивлением пластической деформации («вязкостью»). Использоваться для прогнозирования склонности

материала к образованию полос сдвига при деформации, также показывает сопротивление материала пластической деформации и является показателем стойкости материала к пластической деформации.

2.5.2 Методика определения толщины покрытия методом Calotest

Толщину покрытий оценивали с помощью метода калотест на приборе CSEM Calotest

Прибор предназначен для измерения толщины в диапазоне (0,1-50) микрон, в том числе и многослойных. Определение толщины производят вращением стального шара диаметром 25,4 мм [2.5.2.1] по поверхности на одном выбранном участке образца с использованием алмазной суспензии. После такого механического воздействия на образце остается лунка (Рисунок 2.5.2.1), в срезе которой наблюдается резкая граница между подложкой и покрытием. По параметрам отпечатка, таким как диаметры отпечатков, на подложке и в покрытии, а также, зная диаметр шара, могут быть определены глубина внедрения в субстрат t [2.5.2.2], общая глубина внедрения T [2.5.2.3] и толщина покрытия s [2.5.2.4].

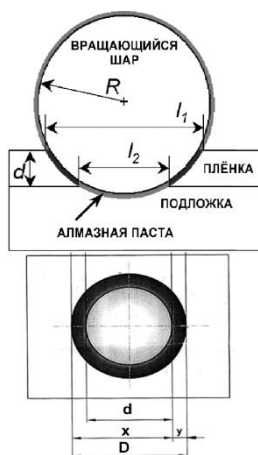


Рисунок 2.5.2.1 Схематическое изображение метода calottes

$$d = \frac{l_1 + l_2}{2R} \quad (2.5.2.1)$$

$$t = R - \frac{1}{2} \sqrt{4R^2 - d^2} \quad (2.5.2.2)$$

$$T = R - \frac{1}{2} \sqrt{4R^2 - D^2} \quad (2.5.2.3)$$

$$s = T - t \quad (2.5.2.4)$$

2.5.3 Определения адгезионной прочности методом Scratch-test

Для определения адгезионной прочности покрытий методом скретч-тест проводилось на приборе CSEM Micro Scratch Tester.

Принцип скретч-тестирования состоит в следующем: на границе раздела покрытие - подложка создается напряжение путем вдавливания в поверхность образца твердого наконечника с действующей по нормали силой F_N напряжения вызывают появление трещин, сколов и отслаивания покрытий. В ходе перемещения индентора с заданной скоростью и с увеличивающейся нагрузкой, проходит запись на компьютер показаний нескольких датчиков, а именно: силы нагружения, интенсивности акустической эмиссии, силы трения, коэффициента трения, глубины царапины. Наименьшая величина нагрузки, при которой происходит разрушение, называется критической нагрузкой (L_c) (Рисунок 2.5.3). Значение критической нагрузки фиксировалось по изменению акустической эмиссии и с помощью визуального наблюдения разрушения в микроскоп с увеличением $\times 200$ и в микроскоп ММП-4 с увеличением $\times 333$. Испытания были проведены при следующих условиях: нагрузка нарастала от 0,9 до 50 Н со скоростью 10 мм/мин, длина царапины составляла 10 мм. Радиус закругления алмазного индентора был взят 20 мкм.

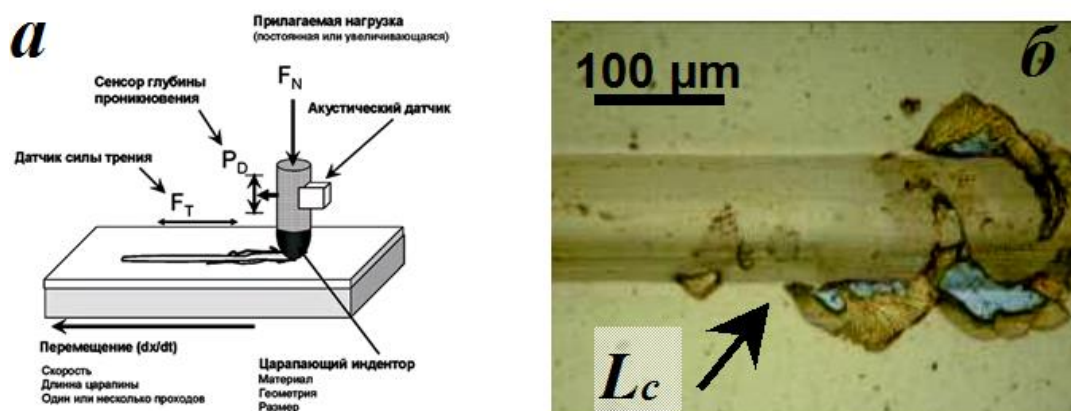


Рисунок 2.5.3 Схема определения адгезионной прочности покрытий методом скретч - тестирования

Таким образом, используя рассмотренный метод, может быть определена не только адгезионная прочность, но и сделан вывод о механизме разрушения.

Выводы ко второму разделу

1. Обоснован выбор материалов в качестве объектов исследования для реализации цели представленной работы.

2. Установлено, что использованное для экспериментов вакуумное электрофизическое оборудование обладает приемлемыми рабочими параметрами, с возможностью их регулирования в широком диапазоне и обеспечивает достаточную производительность при легировании и распылении различных материалов.

3. Вакуумные условия в рабочей зоне при обработке образцов являются достаточными для обеспечения модификации поверхности материалов свободных от загрязнений органического и окислительного происхождения.

4. Узлы источников генерации ионных потоков для формирования слоистых систем показали стабильную работу в течение многочасовых экспериментальных процессов.

5. Оценены возможности и сделан выбор метода Оже-спектроскопии в качестве инструмента определения концентрации легирующих элементов в сверхтонких поверхностных слоях нанометрового диапазона вблизи поверхности экспериментальных образцов.

6. Предложены и обоснованы приборы и методы, позволяющие исследовать и сопоставить физико-механические характеристики поверхности экспериментальных образцов, такие как твердость, модуль упругости и адгезию пленок.

ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА СВОЙСТВА МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ТВЕРДОГО СПЛАВА ВК8

В настоящем разделе диссертации рассматриваются вопросы, связанные с режимами получения износостойких покрытий на предварительно легированных подложках, изготовленных из инструментального сплава. Подробно изложены этапы и параметры процессов. В начале главы, представлена информация об особенностях процессов предварительного легирования и сопоставление результатов об изменении физико-химических свойств поверхностей одного и того же материала перед нанесением функциональных износостойких покрытий. Далее приводятся параметры технологических процессов, которые имели место при формировании непосредственно самих нитридных покрытий, отличающихся по составу. В заключение раздела представлено сопоставление параметрических характеристик, полученных образцов с покрытиями после комбинированной 2-х этапной обработки и приводятся экспериментальные данные по основным физико-механическим свойствам экспериментальных поверхностей.

3.1 Легирование поверхности инструментального сплава ВК8 высокоэнергетичными ионами и в газоразрядной плазме

3.1.1. Особенности процессов легирования экспериментальных подложек в вакууме с помощью ионных пучков

Имплантация ионов титана (Ti), хрома (Cr) и циркония (Zr) в поверхностные слои образцов из сплава ВК8 выполнялась с помощью вакуумно-дугового частотно-импульсного ионного источника «Диана 2», об особенностях конструкции которого подробно рассказано во 2- разделе настоящей диссертации. Режимы обработки поверхности образцов методом ионной имплантации приведены в таблице 3.1.1.

Таблица 3.1.1 Параметры процесса имплантирования

Материалы катода	Хром, Титан, Цирконий
Ток ионов в импульсе	200 мА
Энергия ионов	40 кэВ
Частота импульсов	30 с ⁻¹
Длительность импульсов	250 мкс
Доза	10 ¹⁸ ион/см ²

Диаметр ионного пучка на мишени с образцами	300 мм
---	--------

На начальном этапе нагрев и очистка образцов производится ионами аргона, ускоренными в слое нескомпенсированного пространственного заряда, образующемся из плазмы газового дугового разряда вокруг обрабатываемой детали. При токе разряда генератора газовых ионов 50 А, плотности ионного тока насыщения $j = 1 \div 2 \text{ мА/см}^2$ и давлении в рабочей камере порядка $\sim 10^{-3}$ мм рт.ст. В качестве инертного газа для очистки выбирается аргон из-за своей сравнительно большой атомной массы. Рост величины отрицательного смещения выше 600 В может привести к травлению полированной поверхности вследствие катодного распыления. Первый этап обработки изделий длится 20–30 мин и заканчивается в момент, когда образцы достигают температуры ~ 300 °С. После ионной очистки и нагрева осуществляется этап формирования легированного слоя, который получают распылением материала катода. Эта процедура может длиться несколько минут. После формирования подслоя, не выключая электродуговой испаритель металла в газоподающей системе меняют аргон на реактивный азот и устанавливают все параметры оборудования на значения, необходимые для получения оптимальных характеристик покрытия. Основные параметры этапа азотирования могут находиться в следующих диапазонах: ток разряда дугового испарителя – 20-100 А; ток разряда плазмогенератора – 5-20 А; отрицательное смещение –100-500 В; давление в камере – $1 \cdot 10^{-3}$ – $4 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.; температура образцов – 100-300 °С; время напыления – 10-300 мин. Скорость роста покрытия зависит от тока разряда и отрицательного потенциала смещения, но не превышает $\sim 2 \div 3$ мкм/ч. После завершения процесса разряд, газовое питание отключают и остывание происходит в вакууме при работающей системе вакуумной откачки в течение ~ 60 -90 минут. Затем отключается вакуумная система и дальнейшее остывание деталей до комнатной температуры происходит при остаточном вакууме выключенной установки.

3.1.2. Этапы и параметры легирования поверхности экспериментальных образцов в низкотемпературной плазме азота

Азотирование твердого сплава ВК-8 в плазме дугового разряда низкого давления проводились на генераторе плазмы “ПИНК” (плазменный источник с накаливаемым катодом).

Блок-схема экспериментальной установки показана на рисунке 3.1.2.1. Водоохлаждаемый корпус камеры (1) (стенки камеры являются анодом), выполнен из нержавеющей стали. Рабочий объем камеры имеет размер $\sim 0,2 \text{ м}^3$. Откачка из объема камеры осуществляется турбомолекулярным насосом ТМН-500 производительностью 500 л/с. Электродуговой испаритель (2) расположен на боковом фланце камеры, в связи, с чем продукты эрозии катода, разлетаясь изотропно, основной своей массой направлены перпендикулярно поверхности конденсации. Газовое снабжение в рабочее пространство вакуумной камеры производится прецизионно с помощью двухканальной автоматической системы напуска рабочего газа в полость генератора газоразрядной плазмы (3), который размещен на верхнем фланце рабочей камеры. Для работы используются в основном два рода газа: аргон и азот. Образцы (12) помещаются на рабочий стол (10), вращение которого через изолированный от камеры электропривод обеспечивает более однородное распределение роста конденсирующегося покрытия. Для регулирования величиной кинетической энергии ионов, извлекаемых из объемной плазмы дуговых разрядов, на образцы подается стационарное напряжение отрицательного смещения относительно анода в диапазоне значений от 20 до 1000 В.

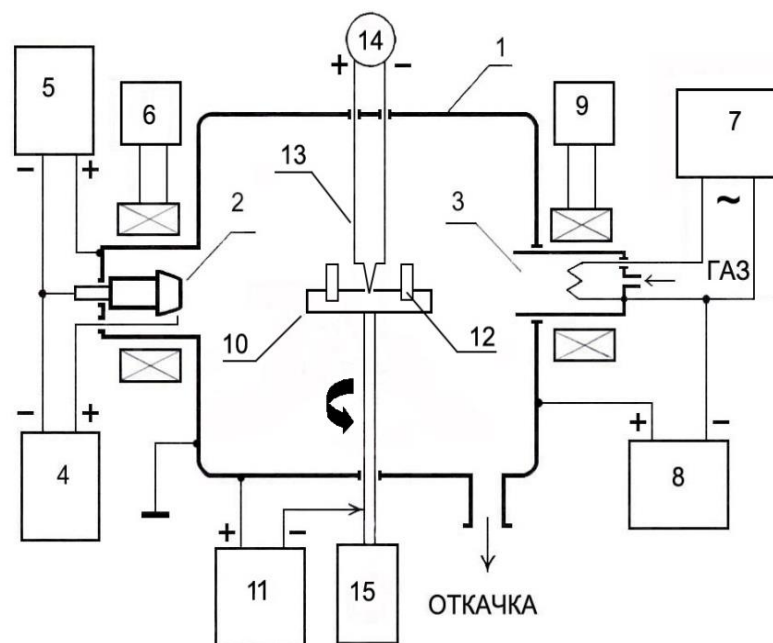


Рисунок 3.1.2 Блок-схема экспериментальной установки: 1 – водоохлаждаемый корпус вакуумной камеры; 2 – дуговой испаритель металла; 3 – плазмогенератор «ПИНК» – источник низкотемпературной газовой плазмы; 4 – источник питания поджига дугового разряда испарителя; 5 – источник питания дугового разряда испарителя ВД-200; 6 – источник питания катушек продольного магнитного поля; 7 – источник питания нити накала вольфрамового катода плазмогенератора «ПИНК»; 8 – источник питания дугового разряда плазмогенератора «ПИНК» ВД-200; 9 – источник питания катушек продольного магнитного поля плазмогенератора «ПИНК»; 10 – вращающийся рабочий стол; 11 – источник напряжения смещения рабочего стола; 12 – образец; 13 – термопара; 14 – блок регистрации температуры образцов; 15 – изолированный от камеры электропривод вращения рабочего стола.

Режимы обработки поверхности образцов методом азотирования приведены в таблице 3.1.2.

Таблица 3.1.2 Параметры процесса азотирования

Рабочие давления	0,2 – 0,4 Па
Ток разряда	70 А
Плотность ионного тока	3 мА/см ²
Напряжение смещения (Энергия)	600 В
Температура образцов	500 °С
Время обработки	60 минут

3.1.3. Глубина и химический состав легированных слоев сплава ВК8 после ионной обработки

После предварительного легирования сплава ВК8 различными элементами были изучены составы поверхностных слоев методом

электронной ожэ-спектроскопии и получены следующие результаты, представленные в таблице 3.1.3.1.

Таблица 3.1.3.1 Химический состав на поверхности подложки ВК8 в зависимости от элементов легирования

Внедряемые элементы	Количество легирующего элемента, %	Общая глубина диффузионного слоя, нм	Распределение элементов на поверхности образца, входящих в состав подложки, %			
			C	W	Co	O
отсутствуют	0	-	49.3	31.5	7.3	11.9
N	18.2	150	33.9	33.1	6.8	8
Ti	3.6	260	43.7	27.6	6.5	18.6
Cr	2.8	340	41.8	34.1	4.6	16.7

Были получены профили распределения концентраций элементного микроанализа в поверхностных и приповерхностных слоях исходных образцов твердого сплава ВК-8 (Рисунок 3.1.3.1), после азотирования (Рисунок 3.1.3.2) и после модификации поверхностей образцов ионными пучками Ti (Рисунок 3.1.3.3), Cr (Рисунок 3.1.3.4).

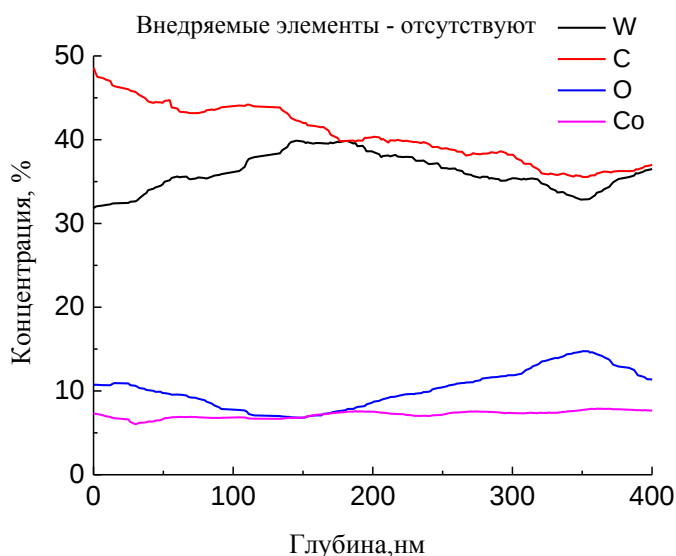


Рисунок 3.1.3.1 Профили концентрации элементов в поверхностных слоях твердого сплава ВК8 без модификаций

У исходного образца (Рисунок 3.1.3.1), выполненного из твердого сплава, на поверхности преобладают элементы углерод (C) и вольфрам (W), 49.3 ат.% и 31.5 ат.%. Данные элементы являются основными компонентами карбида WC, но на глубине свыше 200 нм значения концентраций углерода и вольфрама стабилизируются и держатся около 35-40 ат.%. Концентрация кобальта (Co) практически не изменяется, и сохраняет свое значение около

8ат.%. Так же в составе сплава присутствует кислород (O_2), его значение концентрации колеблется от 8 до 12ат.%.

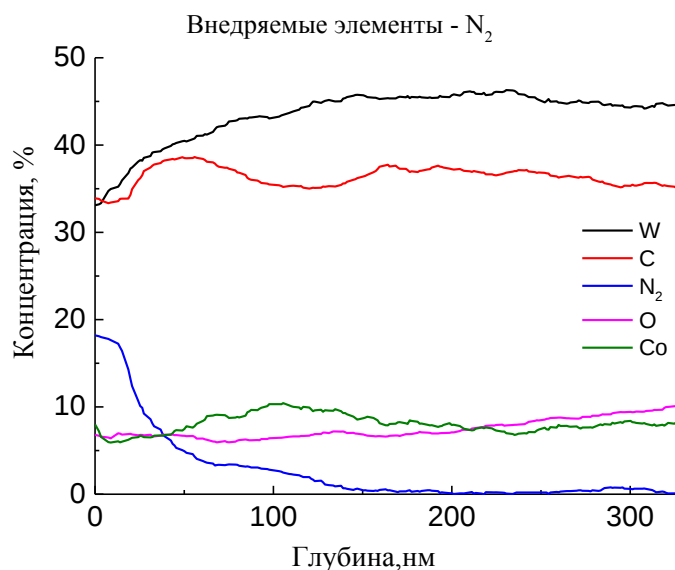


Рисунок 3.1.3.2 Профили концентрации элементов в поверхностных слоях твердого сплава ВК8 после азотирования

Образец твердого сплава прошедший азотирование (Рисунок 3.1.3.2), на глубине 10 нм имеет наибольшее значение концентрации 18,2 ат.% азота (N_2), после чего экспоненциально снижается. Содержание кобальта, вольфрама и кислорода имеет приблизительно такие же значения, как и у исходного образца. Однако за счет внедрения в приповерхностные слои атомов азота, значительно уменьшилась концентрация углерода. Это связано с частичным вытеснением углерода из кобальтовой связки.

На рисунке 3.1.3.3 приведены профили распределения основных элементов после ионной имплантации Ti. Видно, что в сравнении с исходным образцом твердого сплава ВК8 без предварительной модификации (Рисунок 3.1.3.1), наибольшее изменение перетерпел вольфрам, его концентрация в поверхностной зоне, понизилась с 27,6 ат.% до 21,8 ат.%. Содержание титана в поверхностных слоях равно 3,6 ат.% на всем протяжении до глубины 150 нм. Что касается концентрации кислорода, на поверхности его концентрация несколько выше, 18,6ат.%, возможно это связано с образованием на поверхности оксидов.

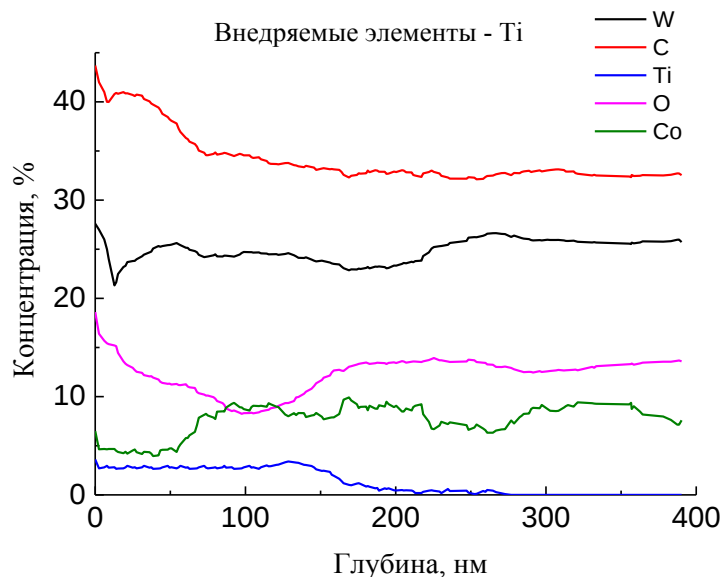


Рисунок 3.1.3.3 Профили концентрации элементов в поверхностных слоях твердого сплава ВК8 после ионной имплантации титаном (Ti)

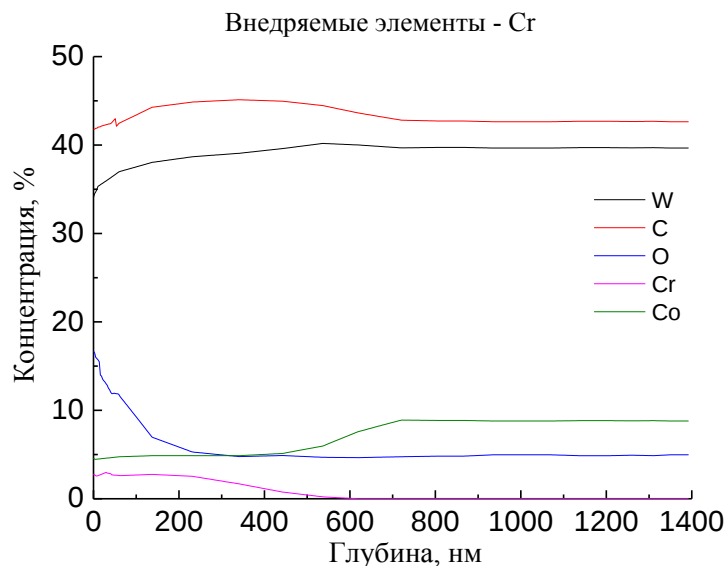


Рисунок 3.1.3.4 Профили концентрации элементов в поверхностных слоях твердого сплава ВК8 после ионной имплантации хромом (Cr)

Ионная имплантация хромом (Рисунок 3.1.3.4), повлияла в большей мере на содержание углерода в поверхностном слое глубиной до 150 нм. Содержание хрома, в поверхностных слоях, не превышает 3 ат.% и начинает плавно понижаться с глубин 200 нм до 500 нм. Данная глубина, для ионной имплантации является достаточно большой, что свидетельствует о высокой энергией ионов имплантируемых в поверхность. Можно предположить, что ионная имплантация способствовала формированию наноструктурного поверхностного слоя глубиной до 400 нм, за счет формирования вакансий и

дислокаций. Но это предположение следует подтвердить структурным анализом с помощью просвечивающей электронной микроскопии.

Методом электронной ожэ-спектроскопии не удалось выявить концентрацию распределения ионов циркония в поверхностных слоях образца твердого сплава ВК8 имплантированного Zr. Поэтому для изучения и анализа требуется провести дополнительные исследования с применением других методов фазового и структурного исследования поверхностных слоев.

3.1.4. Результаты исследования параметрических и физико-механических свойств поверхности сплава ВК8 до и после легирования

Одной из важнейших физико-механических характеристик приповерхностных слоев, тонких пленок и покрытий является микротвердость. Метод микро-индентирования обеспечивает неразрушающий характер и локальность исследований, проявляет высокую чувствительность к изменению структуры и состава приповерхностных слоев.

Износостойкие покрытия для металлорежущего инструмента должны обладать малым абразивным износом и высокой усталостной прочностью, а также стойкостью к деформации и разрушению. Согласно классической теории износа, низкий абразивный износ обычно связан с высокой твердостью, а высокая усталостная прочность соответствует большим значениям модуля Юнга E (упругости). На практике обычно измеряется твердость материала H , которая, однако, не является независимой характеристикой, а связана с упругими и пластическими свойствами материала.

Для большинства объемных материалов высокой твердости характерно большое значение модуля упругости E , поэтому такие материалы являются хрупкими. Для таких материалов при измерении микротвердости с увеличением нагрузки, отпечаток от алмазной пирамиды будет нечетким, с сопровождением по контуру отколами (Рисунок 3.1.4.1).

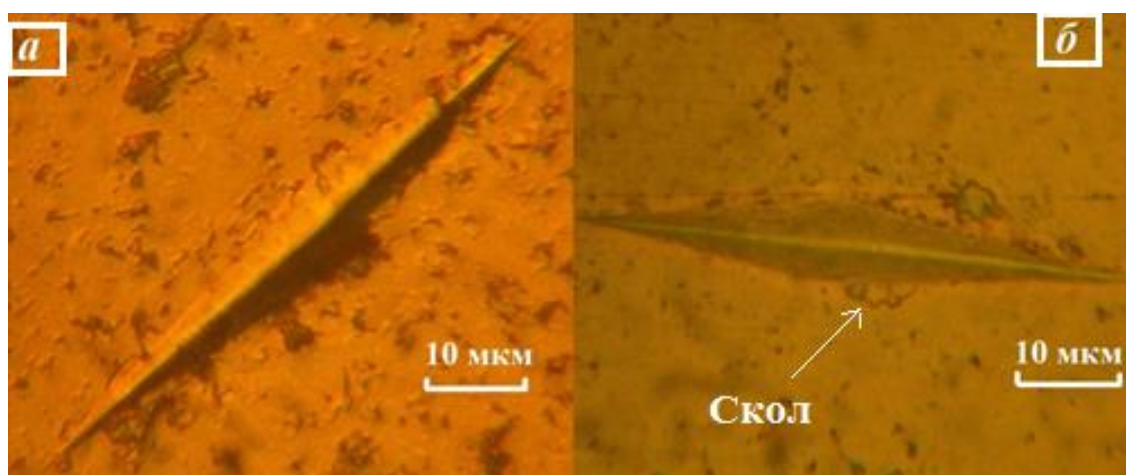


Рисунок 3.1.4.1 Отпечаток от алмазной пирамиды Кнупа на исходном твердом сплаве ВК8 при нагрузке 100 грамм: а-без отколов; б-с отколами

В нашей работе, для определения значений микротвердости и модуля упругости (Юнга), был выбран метод Кнупа. Измерение микротвердости подготовленных образцов, из твердого сплава ВК8, проводили при нагрузке 20г.($\approx 0,2$ Н), 50г.($\approx 0,5$ Н), 100г.(≈ 1 Н), 200г.(≈ 2 Н) и 500г.(≈ 5 Н), с использованием пирамиды Кнупа (Рисунок 3.1.4.2).

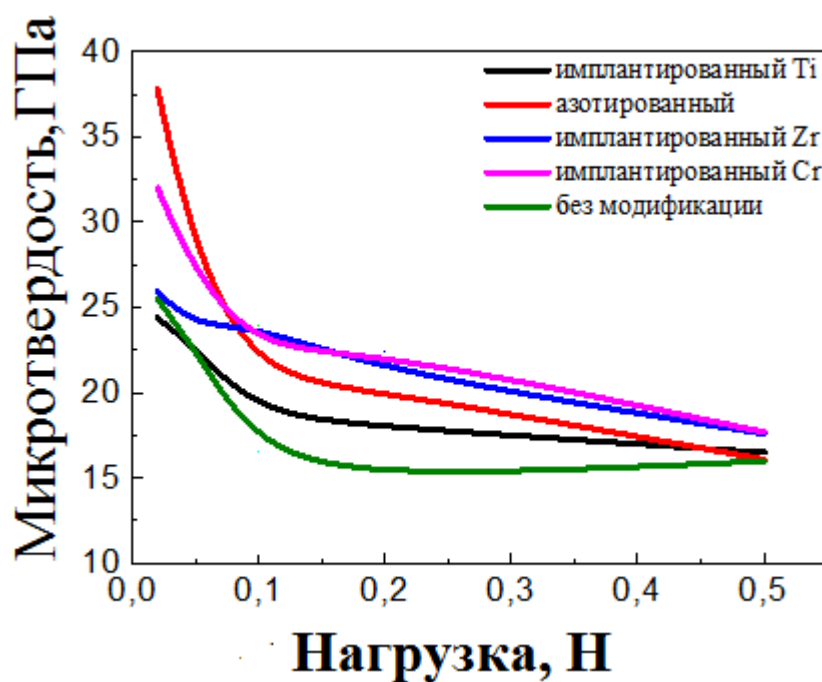


Рисунок 3.1.4.2 Кривые распределения микротвердости от нагрузки. Погрешность измерений составляет $\pm 0,3$ ГПа

Максимальную микротвердость при нагрузках 0,2 Н и 0,5 Н, имеет образец после азотирования от 27 до 37 ГПа. Так же высокую твердость при малых нагрузках показывает образец, имплантированный хромом (Cr), от 23 до 34 ГПа. Образцы имплантированные титаном и цирконием не имеют, в

отличие от азотированных и имплантированных хромом образцов, высокой микротвердости при малых нагрузках и не сильно отличается от микротвердости исходного образца без предварительной модификации. Но при малых нагрузках увеличение микротвердости происходит и у исходного образца. Так как, при малых нагрузках, 0,2-0,5 Н, отпечаток от алмазного индентора может поместиться на зерне карбида вольфрама, то соответственно значение микротвёрдости будет завышено, и как видно при нагрузке 0,2 Н на исходном образце без предварительной модификации микротвердость приблизительно соответствует микротвердости карбида вольфрама около 22 ГПа. Поэтому можно сделать вывод, имплантация титаном и цирконием приводит к незначительному увеличению микротвердости на 2-3 ГПа в приповерхностных слоях на малой глубине.

При нагрузках индентирования от 1 Н и больше, наблюдается совершенно другая картина. Наибольшую микротвердость имеют образцы имплантированные Cr и Ti. Наименьшую твердость показали образцы имплантированные цирконием (~15 ГПа). Что касается азотированного образца, то его микротвердость несколько выше микротвердости исходного образца, это объясняется так же высокой концентрацией азота, которая создает дефектную структуру в поверхностных слоях, имеющую более высокую твердость.

Хотелось бы отметить, что при увеличении нагрузки испытаний твердость всех модифицированных образцов снижается. Это объяснимо – с глубиной проникновения индентора в модифицированную поверхность, где с увеличением нагрузки сильнее оказывает влияние структура исходно сплава, которая имеет твердость ~16,5 ГПа. Этим самым объясняется незначительные отличия микротвердости при нагрузке 0,5 Н у всех образцов, вне зависимости от модификации поверхностей.

Кривые распределения микротвердости от глубины проникновения показаны на рисунке 3.1.4.3.

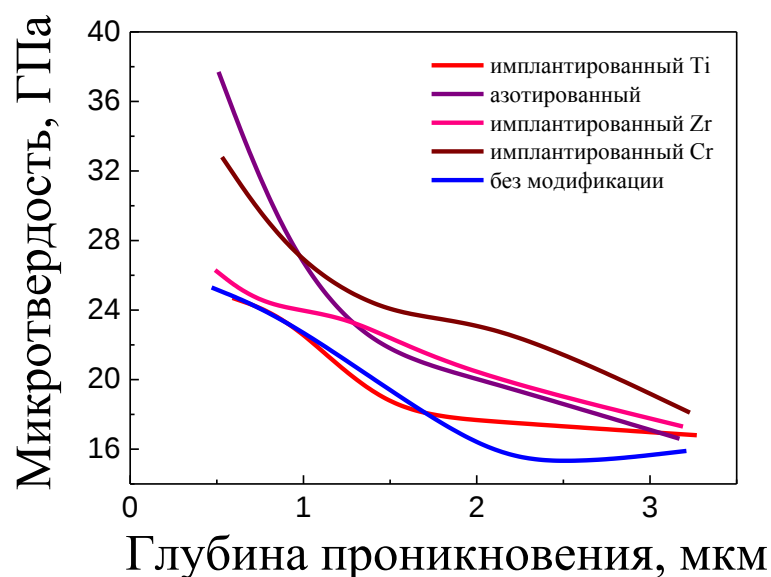


Рисунок 3.1.4.3 Кривые распределения микротвердости от глубины проникновения

При изменении глубины проникновения в диапазоне $h = 1-3$ мкм твердость покрытий H , в зависимости от модификации, имеет значение от 14-28 ГПа. С увеличением глубины значение микротвердости, для всех случаев, уменьшаются. При глубине проникновения $> 1,5$ мкм наблюдается монотонное уменьшение твердости. Видно, что максимальную твердость при глубине проникновения 0,5 - 1 мкм, имеет образец после азотирования от 27 до 38 ГПа, такая высокая микротвердость свидетельствует, вероятно, об упрочнении кобальтовой связки при большой концентрации азота в поверхностных областях, что не противоречит результатам электронной оже-спектроскопии.

Большое влияние на адгезионную прочность сцепления покрытия с подложкой оказывает модуль упругости (модуль Юнга) покрытия, на который в свою очередь оказывает большое влияние модуль упругости подложки. Для определения модуля упругости модифицированных образцов использовался динамический метод Оливера-Фара (при измерении нанотвердости).

Полученные результаты в ходе измерения нанотвердости при нагрузке 10 мН показаны в таблице 3.1.4.1. Наибольшее значение нанотвердости имеют образцы, имплантированные Zr, тогда как наименьшую - исходные,

азотированные и имплантированные Cr образцы. Заметно отличаются и величины модуля упругости. Наименьшее значение модуля упругости имеют азотированные образцы (Таблица 3.1.4.1), а наибольшее значение наблюдается в образцах имплантированных титаном.

Предварительное легирование поверхностного слоя твердого сплава ВК8 влияет на перераспределение базовых элементов, особенно углерода (Таблица 3.1.3.1). По-видимому, это обстоятельство привело к изменениям свойств подложки, наблюдаемых в Таблице 3.1.4.1.

Таблица 3.1.4.1 Значение нанотвердости и модуля Юнга

Режим	Нанотвердость, ГПа	Модуль Юнга (E), ГПа
ИСХОДНЫЙ	21	602
N	21.4	372
Ti	33.6	645
Cr	21.2	577
Zr	39.4	577

Толщину покрытий определяли по результатам оптических измерений геометрических параметров лунки абразивного износа (Рисунок 3.1.4.4), полученной от вращающегося шара с помощью прибора Calotest CSEM. Результаты представлены в таблице 3.1.4.2.

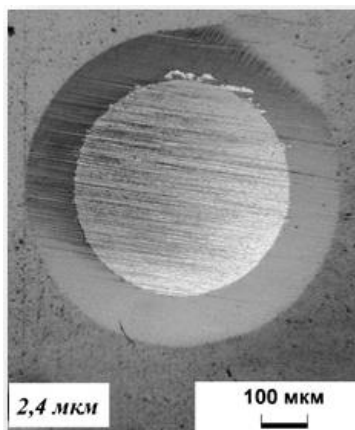


Рисунок 3.1.4.4 Внешний вид поверхности образца с кратером износа, полученным по методу КАЛОТЕСТ. Пленка – покрытие TiAlN, подложка – твердый сплав ВК8

Таблица 3.1.4.2 Значение толщины в зависимости от вида покрытия

Покрытие	Толщина, мкм
TiN	2,5 мкм
nc-TiN	2,3 мкм
TiAlN	2,4 мкм

3.1.5. Эволюция твердости приповерхностных слоев сплава ВК8 после ионной обработки

Подводя итог результатов после обработки поверхности слоев, в результате легирования подложки разными элементами, можно сказать, что в зависимости от внедряемого элемента, наблюдаются изменение содержания элементов входящих в состав подложки. Концентрация имплантированных элементов (Ti, Cr, Zr) не превышает 5 ат.% и отслеживается на глубине до 300 нм.

Предварительное легирование, одного и того же материала подложки, различными элементами изменяет его физико-механические свойства и влияет на формирование характеристик покрытия, получаемых вакуумно-дуговым методом.

Благодаря предварительному азотированию поверхности микротвердость имеет максимальные значение при минимальных нагрузках.

На следующем этапе будет прослеживаться зависимость физико-механических свойств для каждого покрытия одного состава, полученного вакуумно-дуговым методом при напылении одновременно на 5 подложек с различающимися свойствами в одной закладке. Результаты этих исследований представлены в следующей главе.

3.2. Формирование износостойких нитридных пленок на легированных подложках

3.2.1. Основные этапы и технологические параметры вакуумно-дуговых процессов при формировании покрытий многокомпонентных систем на основе титана

После первого этапа обработки экспериментальных образцов, выполненных из сплава ВК8, были получены модифицированные поверхности с разными твердостью и химическим составом, на которые далее были нанесены нитридные покрытия вакуумно-дуговым методом. В качестве материалов покрытий были выбраны системы TiN, nc-TiN с добавками меди и TiAlN.

Покрyтия наносили методом вакуумно-дугового распыления катодов в среде азота на модернизированной установке ННВ-6.6-И1 укомплектованной системой для формирования криволинейного потока сепарированной эрозионной плазмы вакуумной дуги. В качестве катодов испарителя использовали поочередно титан и композиционные материалы $Ti_{0.88}Cu_{0.12}$, и $Ti_{0.5}Al_{0.5}$, полученные по технологии вакуумного высокотемпературного спекания спрессованной порошковой массы (дисперсностью менее 100 мкм). Пористость электродов дугового испарителя не превышала 8%.

Образцы устанавливали в центре рабочей камеры в специальный держатель, вблизи выпускного фланца криволинейного плазмоведа на расстоянии около 250-300 мм. Образец в процессе всей обработки не вращали (Рисунок 3.2.1.1).



Рисунок 3.2.1.1 Расположение образцов в установке

Основные стадии напыления покрытия:

1. Очистка и нагрев образца в аргоновой плазме. Проводили в два этапа:

- При давлении чистого аргона $P_{Ar} = 2,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., токе разряда плазмогенератора $I_{П} = 50$ А; без подачи смещения $U_b = 0$ В. Продолжительностью 20 минут.

• При давлении смеси газов $P_{Ar}+P_N = 2,2 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., токе разряда плазмогенератора $I_{II} = 10$ А; смещении частотно-импульсное $U_b = 140$ В, 40 кГц, 50%. Продолжительностью 5 минут.

2. Конденсация износостойкого покрытия.

Первые пять минут процесса напыления покрытий, происходили при подачи смещения (параметры аналогичные при очистке на втором этапе). Все последующее время формирования пленки проходило без подачи смещения.

Давление смеси газов $P_{Ar}+P_N = 2,2 \times 10^{-3}$ мм рт. ст. (до включения испарителя), ток разряда плазмогенератора $I_{II} = 10$ А; смещение $U_b = 0$ В (первые пять минут частотно-импульсное $U_b = 140$ В, 40 кГц, 50%). Ток разряда испарителя – 50 А. Ток питания соленоида плазмоведа от сварочного выпрямителя – 50 А. Напряжение на корпус плазмоведа – 24 В, при токе ~28-30 А.

Соотношение газа подбирали следующим образом: а) предельное давление в камере должно быть не выше $4,0 \times 10^{-4}$ мм рт. ст.; б) к предельному остаточному давлению газа добавляем аргон (Ar) до давления $8,0 \times 10^{-4}$ мм рт. ст.; в) далее добавляем азот (N_2) до суммарного давления $2,2 \times 10^{-3}$ мм рт. ст. После включения испарителя и в процессе напыления давление понижается до $1,4 \div 1,6 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., но в процессе осаждения не следует пытаться корректировать любые изменения по давлению газа. Эти изменения связаны с поглощением азота распыляемым титаном.

3. Охлаждение.

После выключения разрядов и подачи смеси рабочих газов, предельное давление в камере находилось в диапазоне $2 \div 6 \times 10^{-5}$ мм рт. ст. Далее добавляли аргон и осуществляли плавное охлаждение в газоразрядной плазме инертного газа при следующих параметрах: $P_{Ar} = 2,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., ток разряда плазмогенератора $I_{II} = 50$ А; без подачи смещения $U_b = 0$ В. Через каждые 5÷10 минут снижали ток разряда на 10 А. Через 40 минут разряд выключали. Охлаждение образцов происходит при остаточном давлении

$2\div 6 \times 10^{-5}$ мм рт. ст. при откачке высоковакуумным насосом в течение 1 часа. После закрытия затвора охлаждение продолжается в вакууме в течение еще 1 часа. Таким образом, общее время охлаждения до выемки образцов из камеры должно составлять не менее 2 часов 40 минут.

3.3. Эволюция твердости приповерхностных слоев сплава ВК8 после нанесения покрытий

В результате нанесения покрытия, были исследованы экспериментальные процессы по синтезу нитридных покрытий на основе Ti и Al. Так же были отработаны варианты технологических режимов, параметров получения покрытия на обрабатываемой поверхности сплава ВК8.

В следующей главе будет рассмотрена морфология и физико-механические характеристики полученных покрытий от основных параметров процесса электродугового осаждения с применением криволинейного плазмоведа и предварительной электронно-пучковой обработки поверхности подложки.

Глава 4. МОРФОЛОГИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ TiN, nc-TiN И TiAlN

4.1 Морфология поверхности образцов покрытием TiN, nc-TiN и TiAlN

Одними из главных характеристик покрытий являются их адгезионные свойства, которые с использованием современного оборудования могут быть описаны рядом параметров - силой трения и коэффициентом трения, силой сцепления с подложкой, магнитудами акустической эмиссии. Регистрация значений последнего параметра позволяет точно определить положение первых трещин на царапине, а также начало различных стадий разрушения. Особенно важным это становится тогда, когда анализируемые покрытия имеют малую толщину, а ширину царапины трудно измерить без привлечения прецизионных методов исследования.

После нанесения покрытий разных составов (Рисунок 4.1.1 - 4.1.3), была обнаружена следующая особенность этих покрытий на подложках предварительно легированных разными элементами. Визуально было замечено, что на ряде подложек покрытия имеют разрастания и отколы.

В частности, для покрытия TiN видно, что разрушение произошло на образцах после предварительного азотирования. При имплантации Cr, Ti покрытие отлетело частично. В то время как у образца без модификации и на покрытие имплантированных Zr, покрытие визуально держится устойчивым.

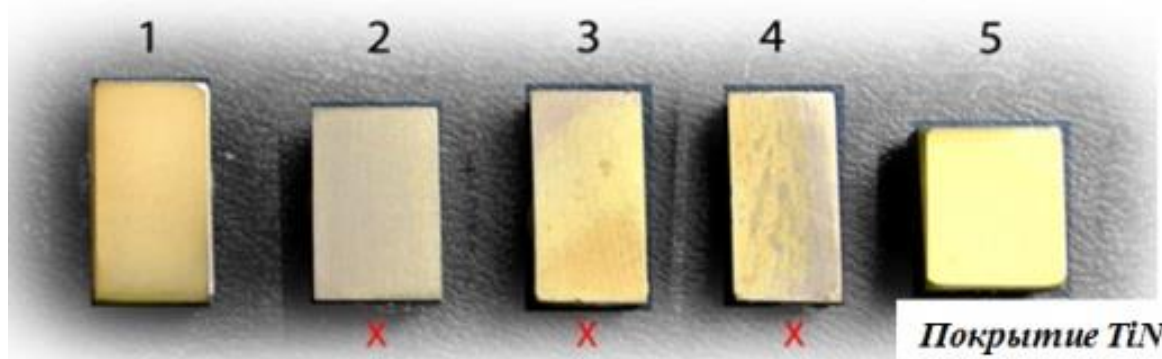


Рисунок 4.1.1 Внешний вид поверхности полученных покрытий: 1- без модификации; 2- азотированный; 3- имплантированный Ti; 4- имплантированный Cr; 5-имплантированный Zr. (Красным крестом обозначены отлетевшие покрытия)

Для другого состава покрытия pc-TiN полученного с катода содержащим Cu , сильно шелушение наблюдается на образцах предварительно азотированных, на остальных образцах разрушения нету.

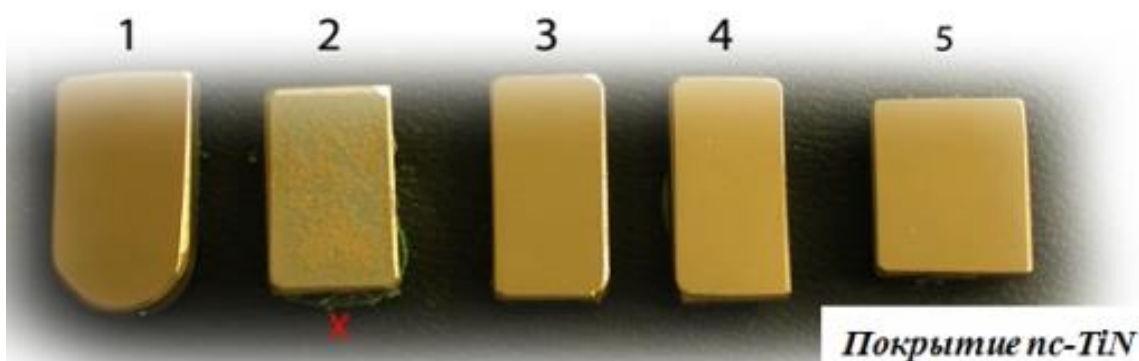


Рисунок 4.1.2 Внешний вид поверхности полученных покрытий: 1- без модификации; 2- азотированный; 3- имплантированный Ti; 4- имплантированный Cr; 5-имплантированный Zr. (Красным крестом обозначены отлетевшие покрытия)

Для покрытия TiAlN внешне на всех образцах не наблюдается ни трещин, ни отколов. Таким образом, несмотря на то, что подложки были обработаны одинаковым способом в одних условиях, в зависимости от состава покрытия стойкость наблюдается разная.

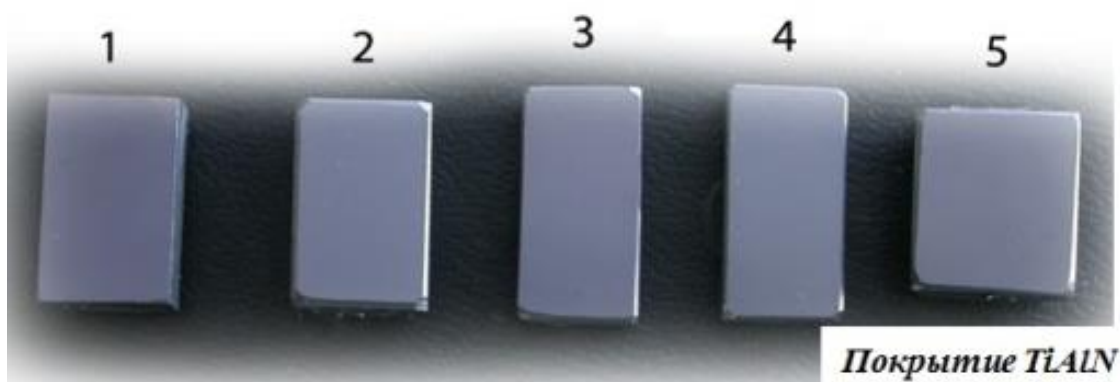


Рисунок 4.1.3 Внешний вид поверхности полученных покрытий: 1- без модификации; 2- азотированный; 3- имплантированный Ti; 4- имплантированный Cr; 5-имплантированный Zr.

Исследования шероховатости поверхности проводили путем сравнения результатов напыления при двух различных условиях транспортировки плазменного потока: без и с плазменным фильтром (Рисунок 4.1.4).

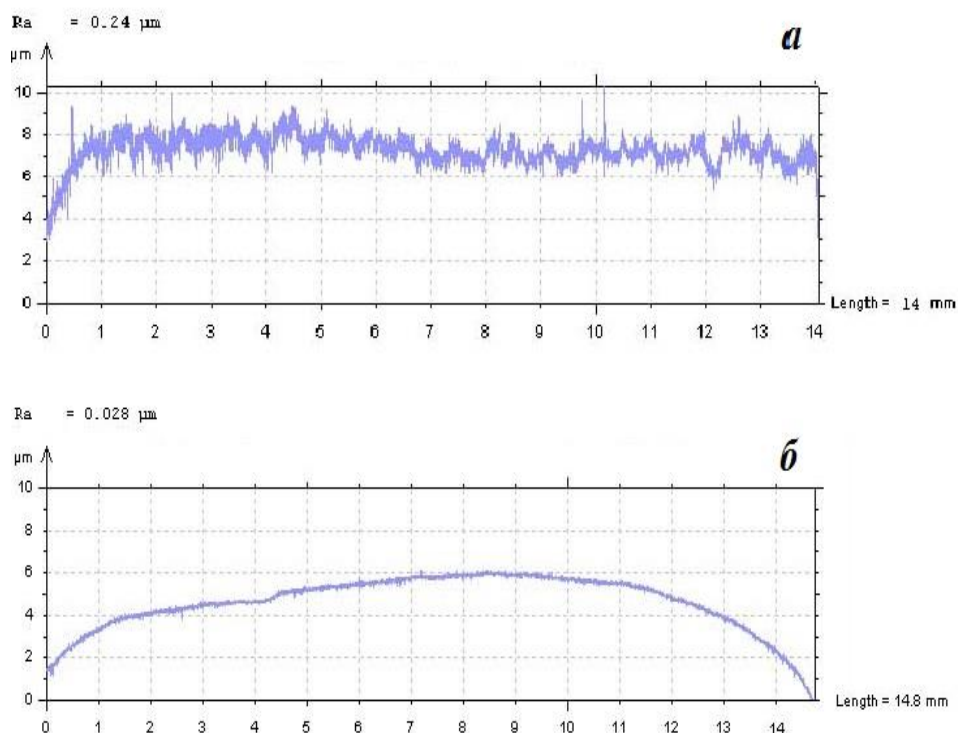


Рисунок 4.1.4 Поверхность после напыления TiN дуговым разрядом: а- без фильтрации макрочастиц; б- с фильтрацией макрочастиц

Покрyтия, полученные в результате распыления стандартного электродугового испарителя без применения криволинейного плазмoвoдa, имеют микронеровности на поверхности (Рисунок 4.1.4a). Измерения шероховатости показали, что она существенным образом увеличивается, и в данном случае значения параметр R_a могут достигать превышения в 10 раз по сравнению с исходной поверхностью.

В то время как с использованием плазменного фильтра (Рисунок 4.1.4б) размер микронеровностей практически повторяет рельеф подложки (0,028 мкм) и не изменяет геометрию поверхности с высоким классом чистоты. В результате применения криволинейного плазмoвoдa наблюдается формирование гладкой однородной поверхности, с минимальным количеством капельной фракции.

Несмотря на то, что в процессе напыления часть общего объема плазменного потока отсекается фильтром за счет отвода макрочастиц от поверхности конденсации, скорость роста пленки функционального

покрытия в разы превосходит этот параметр в случае использования традиционного источника.

Для получения адгезионных характеристик покрытий, был проведен, на каждом образце, скретч тест. Результаты, которого показаны в следующем разделе.

4.2 Тестирование адгезионной прочности покрытий с помощью скретч-теста

Адгезионные свойства являются важной характеристикой покрытий. Они могут быть описаны рядом параметров - силой трения и коэффициентом трения, магнитудами акустической эмиссии. Регистрация значений последнего параметра позволяет точно определить положение первых трещин на царапине, а также начало различных стадий разрушения. Особенно важным это становится тогда, когда анализируемые покрытия имеют малую толщину, а ширину царапины трудно измерить без привлечения прецизионных методов исследования.

В некоторых случаях полученное покрытие имеет настолько плохую адгезию, что невозможно описать и измерить ни один вышеприведенный параметр. Так на пример, из рисунка 4.1.1-4.1.2 видно, что покрытие TiN, пс-TiN имеет плохую адгезию к подложке на азотированном образце.

Для качественного определения адгезионной прочности покрытия к разным модифицированным подложкам был проведен скретч тест (Рисунок 4.2.1 - 4.2.9), по результатам которого были построены кривые зависимости акустической эмиссии от силы нормального нагружения. Скретч-тест проводили на установке CSEM Instruments Micro-Scratch-Tester при возрастающей нагрузке на базе 10 мм от 0,1 до 20 Н на алмазный индентор Rockwell с радиусом 20 мкм со скоростью нагружения 20 Н/мин. Измерялись акустическая эмиссия и сила трения индентора. Экспериментальные кривые акустических сигналов от тензодатчика установленного на инденторе, построенные с помощью программы Scratch Software v.2.6, экстраполировались с использованием редактора Origin Graph v. 9.1.

Для покрытия пс-TiN (Рисунок 4.2.1 - 4.2.4) для азотированной подложки разрушение покрытия наступает сразу, поэтому результаты скретч-теста не несут точных данных, что можно увидеть из рисунка 4.1.2. Разрушение покрытия у исходного образца без предварительной модификации и у имплантированного Zr наступает при 11Н, у образца предварительно имплантированного Ti покрытие разрушается при 10,7 Н, у имплантированного Cr первое разрушение происходит при 5Н.

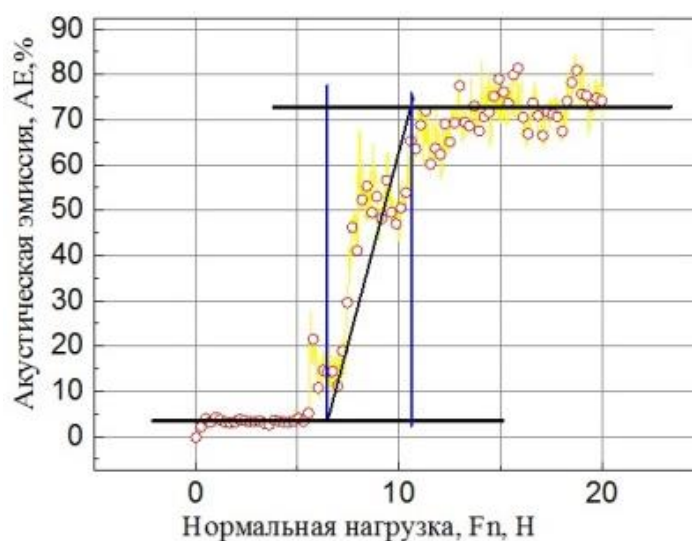


Рисунок 4.2.1 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий пс-TiN для образца без предварительной модификации

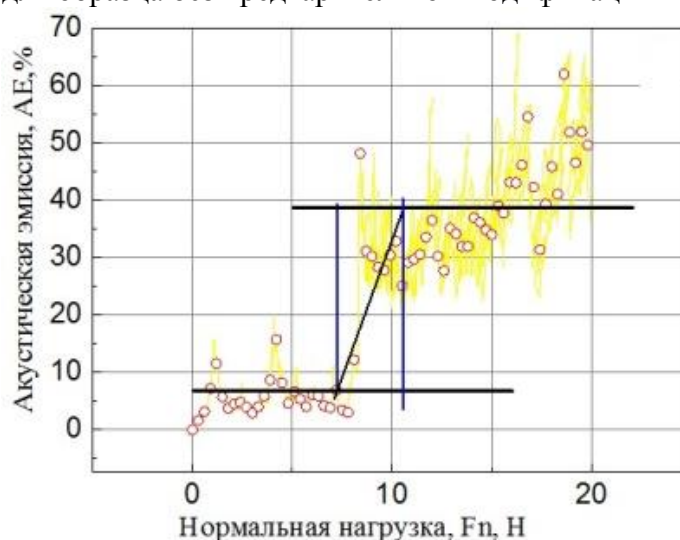


Рисунок 4.2.2 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий пс-TiN для образца имплантированного Zr

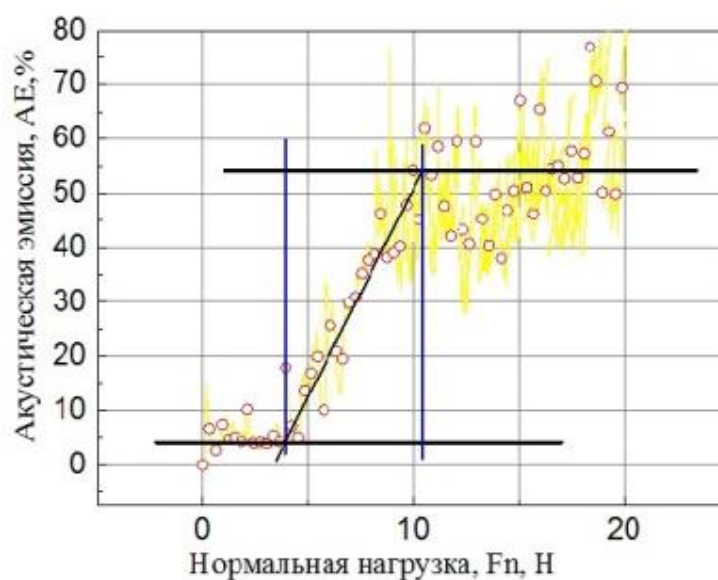


Рисунок 4.2.3 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий пс-TiN для образца имплантированного Ti

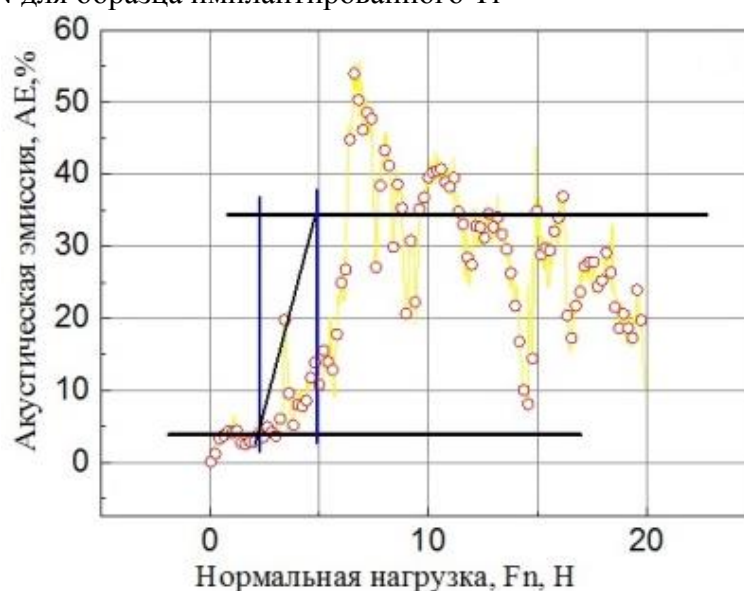


Рисунок 4.2.4 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий пс-TiN для образца имплантированного Cr

В таблице 4.2.1 представлены результаты обработки кривых для покрытия пс-TiN. За начало разрушения принимался момент пересечения нижней асимптоты и наклонного участка кривой акустической эмиссии. Полное разрушение фиксировалось при пересечении наклонного участка и верхней асимптоты.

Таблица 4.2.1 Результаты обработки кривых скретч-тестов для покрытия пс-TiN

Покрытие пс-TiN	Начало разрушения, F_{n_i} , Н	Полное разрушение, F_{n_t} , Н	Наклон кривой в области разрушения, град
Без предварительной	7	11	85,8

модификации			
Для образца имплантированного Zr	5	11	78
Для образца имплантированного Ti	4	10,7	82,4
Для образца имплантированного Cr	2,5	5	85,1
Для азотированного образца	0	0	0

В отличие от вышеупомянутых двух покрытия TiN и nc-TiN, при визуальном осмотре покрытий TiAlN видимых разрушений обнаружено не было (Рисунок 4.1.3). При проведении скретч-теста для покрытия TiAlN по кривым акустической эмиссии (Рисунок 4.2.5 - 4.2.9) можно наблюдать, что разрушение покрытия у исходного образца без предварительной модификации наступает при 16 Н, у образца предварительно имплантированного Ti покрытие разрушается при 14 Н, у имплантированного Zr при 10-11 Н, у имплантированного Cr первое разрушение происходит при 9Н, у азотированного при 19 Н. В отличии от покрытий TiN и nc-TiN, только для TiAlN покрытие при модификации подложки азотом, не отлетело и показало высокие результаты твердости (Таблица 4.3).

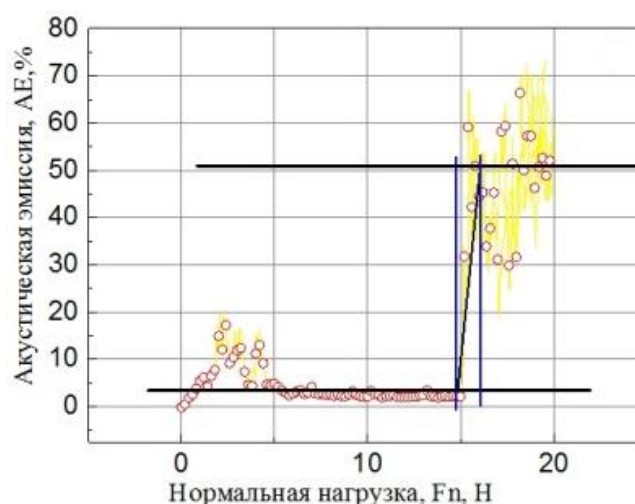


Рисунок 4.2.5 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий TiAlN для образца без предварительной модификации

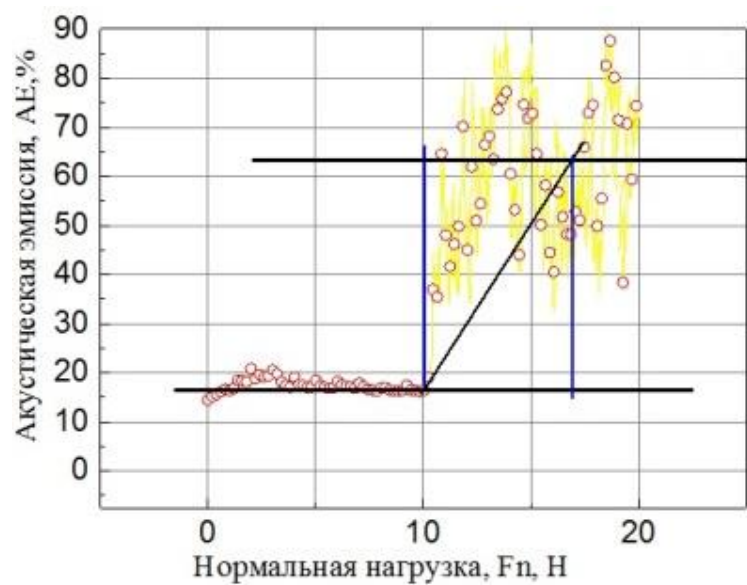


Рисунок 4.2.6 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий TiAlN для образца имплантированного Zr

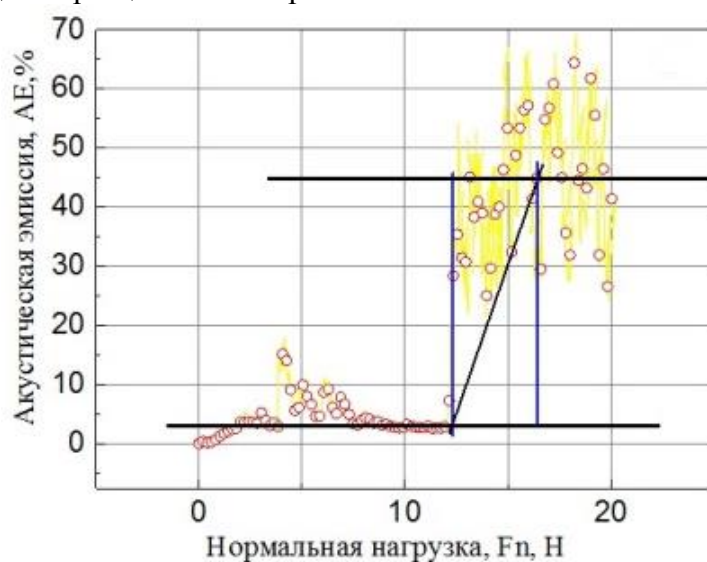


Рисунок 4.2.7 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий TiAlN для образца имплантированного Ti

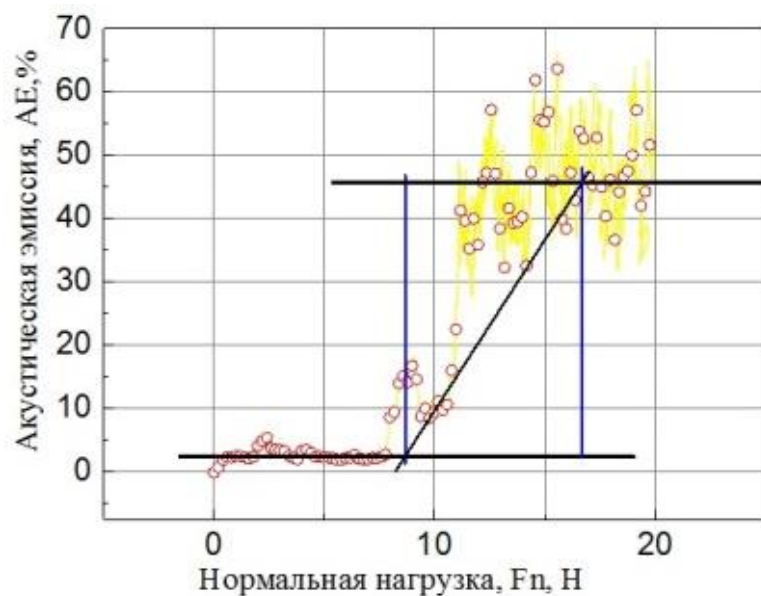


Рисунок 4.2.8 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий TiAlN для образца имплантированного Cr

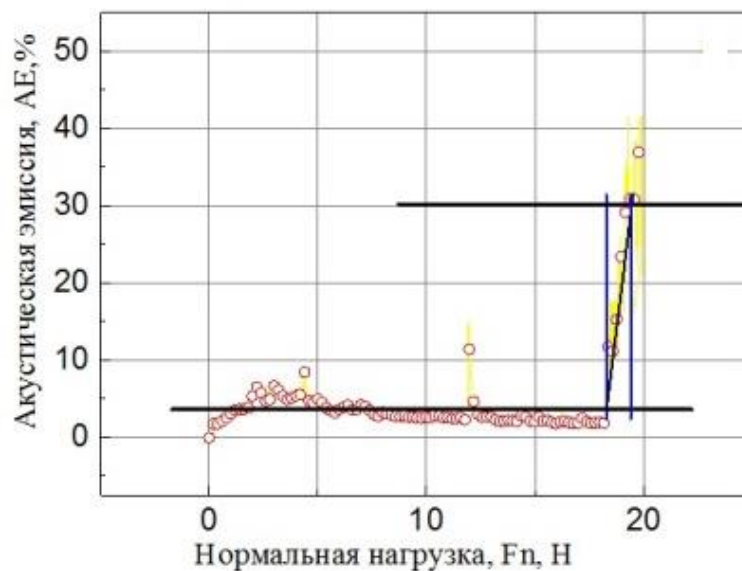


Рисунок 4.2.9 Зависимости акустической эмиссии АЕ (%) от нормальной силы нагружения для покрытий TiAlN для азотированного образца

В таблице 4.2.2 представлены результаты обработки кривых для покрытия TiAlN.

Таблица 4.2.2 Результаты обработки кривых скретч-тестов для покрытия TiAlN

Покрытие TiAlN	Начало разрушения, F_{n_i} , Н	Полное разрушение, F_{n_t} , Н	Наклон кривой в области разрушения, град
Без предварительной модификации	14,8	16	88,5
Для образца	10	10-11	89

имплантированного Zr			
Для образца имплантированного Ti	12	14	87,3
Для образца имплантированного Cr	8	9	88,7
Для азотированного образца	18	19	87,9

Из представленных диаграмм (Рисунок 4.3.1 и 4.3.2) и таблиц 4.3.1-4.3.2, видно влияние легирующего элемента на стойкость покрытия. Так, например, наибольшее значение силы нагружения, возникает у покрытия TiAlN на предварительно азотированной подложке, а наименьшее для покрытия ps-TiN для образцов имплантированных Cr.

Угол наклона кривых акустической эмиссии от величины возрастающей нагрузки при различных режимах формирования покрытия, приближается к значению 90 град, это говорит о слабой связи покрытия с поверхностью подложки и характеризует адгезионное разрушение материала. Уменьшение угла наклона свидетельствует о более равномерном разрушении покрытия в процессе испытания. Расширение области износа покрытия при увеличении нагрузки на индентор является следствием преимущественно когезионного характера разрушения материала нитридной пленки и соответственно роста стойкости системы на границе покрытие-подложка.

4.3 Физико-механические свойства покрытий

Твердость является одной из первых характеристик физико-механических свойств сложных композиционных систем в твердых телах. Современные методы измерения твердости позволяют получать кроме величины твердости значения модуля упругости (Юнга), коэффициента Пуассона в различных масштабных диапазонах измерений (нано-, субмикро-, микро-) и анализировать их изменения по глубине или вдоль каких-либо

направлений, в зависимости от поставленной задачи. В образцах из твердого сплава ВК8 с покрытиями на основе нитрида титана TiN, nc-TiN и TiAlN, были проведены исследования физико-механических свойств композиционных слоев с использованием методов динамического индентирования в нанодиапазонах. Отношение H/E – упругая деформация разрушения, характеризует способность материала сопротивляться изменению размеров и формы в процессе деформации. Другой параметр H^3/E^2 – характеризует трещиностойкость покрытия. Чем выше численные значения этих параметров, тем, должна быть выше прочность на границе раздела «подложка-покрытие».

Упругопластические свойства поверхности образцов с покрытиями были определены нами из анализа соответствующих диаграмм «нагрузка-перемещение» таблица 4.3.

Таблица 4.3 Значение основных характеристик полученных покрытий

Покрытие	Свойства	Исходный	N	Ti	Cr	Zr
TiN	H (ГПа)	26	x	x	x	28
	E (ГПа)	591	x	x	x	549
	H/E	0.044	x	x	x	0.051
	H^3/E^2 (ГПа)	0.050	x	x	x	0.073
	We (%)	37	x	x	x	45
nc-TiN	H (ГПа)	38.7	x	37	35	39
	E (ГПа)	605	x	673	745	542
	H/E	0.064	x	0.055	0.047	0.072
	H^3/E^2 (ГПа)	0.159	x	0.112	0.077	0.202
	We (%)	54	x	55	57	61
TiAlN	H (ГПа)	39	42	35	35	37
	E (ГПа)	459	472	422	455	468
	H/E	0.085	0.089	0.083	0.077	0.079
	H^3/E^2 (ГПа)	0.282	0.333	0.241	0.208	0.231

	We (%)	60.4	62.3	59.3	59	61.1
--	--------	------	------	------	----	------

Предварительное легирование подложек одного состава разными дополнительными элементами вызвало неоднозначные изменения в свойствах 3-х видов покрытий. Например, покрытия TiN, нанесенные на подложки легированные N, Ti и Cr, а также ps-TiN после легирования N, оказались непрочными и разрушились еще до начала лабораторных испытаний на твердость и адгезию. У покрытий, имеющих удовлетворительный внешний вид, наблюдается разница в значениях твердости и модуля упругости (E), несмотря на то, что они одинаковы по составу и толщине. Например, для покрытия TiAlN, нанесенного на исходную подложку из сплава BK8 и предварительно легированную N, прослеживается четкое изменение значений твердости от 39 до 42 ГПа. В то же время, после легирования Ti, твердость этого же покрытия снизилась до 35 ГПа. Значение модуля упругости для TiAlN покрытия после легирования подложки Ti стал ниже (422 ГПа) по сравнению с исходным образцом (459 ГПа) и легированным азотом (472 ГПа). Эти изменения повлияли на расчетные значения параметров H/E и H^3/E^2 . Кроме того, предварительное легирование изменило упругие свойства покрытий в зависимости от элемента легирования. Об этом свидетельствуют различия значений параметра We.

Как видно из результатов измерений, все покрытия имеют разные значения отношений H/E и H^3/E^2 . Максимальные значения упругого восстановления We и трещиностойкости H^3/E^2 , при наших условиях эксперимента, были достигнуты для покрытия TiAlN на поверхности азотированной подложки, выполненной из сплава BK8. Что хорошо согласуется с результатами адгезионных испытаний методом скретч-теста.

В заключение данной главы, можно сказать, что значение адгезии пленок на разных подложках хорошо согласуется с величинами H/E и H^3/E^2 , рассчитанными из экспериментальных кривых нагружения и разгрузки. С

помощью данных параметров можно прогнозировать работоспособность поверхности покрытия.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
4АМ41	Булдаковой Александре Сергеевне

Институт	ИФВТ	Кафедра	ФВТМ
Уровень образования	магистр	Направление/специальность	Машиностроение

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Работа с информацией, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах, статистических бюллетенях и изданиях, нормативно-правовых документах
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	1. Потенциальные потребители результатов исследования. 2. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения. 3. SWOT-анализ. 4. Оценка готовности проекта к коммерциализации. 5. Методы коммерциализации результатов НТИ.
2. Разработка устава научно-технического проекта	1. Инициация проекта. 2. Иерархическая структура работ проекта. 3. Контрольные события проекта.
3. Планирование и формирование бюджета научных исследований	1. Планирование НТИ 2. Определение бюджета НТИ
4. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	1. Определение сравнительной эффективности исследования.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

- Матрица SWOT
- Иерархическая структура работ проекта.
- Полная смета затрат.
- Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта.

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Гаврикова Н.А.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4АМ41	Булдакова Александра Сергеевна		

Глава 5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

5.1 Предпроектный анализ. Потенциальные потребители результатов исследования

В современном производстве находит широкое применение повышение эксплуатационных характеристик деталей из конструкционной стали за счет обработки поверхности. Методы нанесения упрочняющих и защитных покрытий позволяют достаточно успешно решать проблемы повышения надежности и увеличения срока службы деталей, работающих в самых разных условиях. Этому способствует широкий спектр материалов, используемых для нанесения покрытий, таких как металлы, сплавы с особыми свойствами, керамики и эмали. А также создание различных композиций на поверхности, т.е. получение покрытий из композиционных материалов.

При упрочнении поверхности без образования покрытия требуемые свойства модифицированной поверхности получают за счет изменения структуры, фазового состояния и химического состава поверхностного слоя деталей. Многолетний опыт показал, что практически нет каких-либо ограничений при выборе дополнительных элементов, вводимых в поверхностный слой (ХТО, диффузионная металлизация, ионная имплантация). Это позволяет либо проводить целенаправленное легирование материала поверхностного слоя, либо формировать в поверхностном слое структурное изменение материала (вводить дефекты кристаллической решетки, обеспечивать выделение второй фазы в т.ч. карбиды, нитриды и т.д.).

Дополнительные возможности получения поверхности деталей с заданными свойствами открываются при использовании комбинированных методов обработки поверхности. В основе данного подхода лежит идея комплексного использования достоинств и нивелирование недостатков

разных методов при одновременном или последовательном проведении различных технологических процессов.

В данной связи большой интерес представляет комбинированная обработка поверхности конструкционной стали в газоразрядной плазме. Комбинированный метод заключается в нанесении на поверхность конструкционной стали тонкой пленки металлов образующих нитриды, в частности твердого сплава ВК8, алюминия, титана. Нагрев образцов, в плазме аргона, изотермическая диффузионная выдержка и последующее азотирование в плазме дугового разряда низкого давления. Для нанесения пленки и последующего азотирования целесообразным является использование установки на базе вакуумно-дугового разряда, в которой за один технологический цикл без перегрузки обрабатываемых инструментов можно реализовать все этапы комбинированного упрочнения.

Данная исследовательская работа является пилотной, но полученные результаты позволяют говорить о применении в промышленности данного метода упрочнения поверхностей конструкционных материалов. Потенциальными потребителями данной технологии являются машиностроительные предприятия, в частности инструментальные заводы, занимающиеся производством режущего инструмента, а также заводы занимающиеся производством различных деталей для триботехнических систем, работающих в условиях увеличенных нагрузок, температур, агрессивных сред.

5.1.1 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Изменение свойств поверхности в желаемом направлении сегодня проводят, как уже говорилось выше, двумя основными способами: во-первых, нанесением слоев другого материала с необходимыми свойствами в виде пленочного покрытия на формообразующую поверхность детали, во-вторых, изменением состава поверхностной зоны металла в результате диффузионных процессов, приводящих к образованию нового структурно-

фазового состояния, отличного от сердцевины. Одним из популярных методов диффузионного изменения свойств поверхности на сегодняшний день является азотирование, при котором повышаются сопротивление усталости, коррозионная стойкость, теплостойкость, твердость и износостойкость. Традиционно процесс азотирования стальных деталей заключается в поверхностном насыщении азотом в азото-водородной среде (например, диссоциированного аммиака NH_3) при температурах нагрева 500 - 700 °С в течение 20 - 90 часов. Глубина упрочненного слоя находится в пределах 0,2 - 0,8 мм. Анализ существующих способов азотирования показывает существенно заметную эффективность данного метода для упрочнения сталей содержащих легирующие нитридообразующие элементы, такие, например, как титан, хром, ванадий, алюминий и др. Легированные стали после азотирования имеют поверхностную твердость HV 850 - 1200 кГ/мм^2 , в то время как твердость азотированной поверхности у деталей из углеродистых и слаболегированных сталей не превышает HV 350 - 500 кГ/мм^2 . Наличие легирующих материалов увеличивает растворимость азота в железе и способствует значительному увеличению твердости и прочности за счет формирования в насыщаемом слое ультрадисперсных нитридов указанных элементов. Однако высоколегированные стали, применяемые для изготовления деталей под азотирование, имеют сложную технологию выплавки и содержат дорогостоящие и дефицитные легирующие материалы. В большинстве случаев для конструкционной прочности узлов сопряжения различных деталей не требуется легирование их основы по всему объему. Поэтому, в связи с решением задач по экономии материалов, с одновременным достижением заданных механических эксплуатационных свойств поверхностного слоя, а также интенсификации производства разработка новых технологических операций химико-термической обработки (ХТО) является актуальной проблемой в современном машиностроении. Предлагаемая нами технология по упрочнению поверхности конструкционных материалов комбинированным вакуумным методом в

плазме дуговых разрядов, состоящим из легирования некоторыми металлами и азотом, позволяет намного эффективней решать проблему упрочнения, в сравнении с традиционными методами.

Технология комбинированной обработки в плазме дуговых разрядов дает преимущества по следующим параметрам:

- простота и высокая производительность процесса при низких трудозатратах и ресурсоемкости;
- экологическая безопасность процесса и улучшение условий производства;
- оптимизация энергoэкономических параметров процессов.

Таблица 5.1 Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы		Конкурентоспособность	
		Б _{к1}	Б _{к2}	К _{к1}	К _{к2}
1	2	4	5	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности					
1. Повышение производительности труда пользователя	0,2	4	3	0,8	0,6
2. Простота технологии нанесения покрытия	0,15	4	3	0,4	0,3
3. Энергоэкономичность	0,05	3	2	0,15	0,1
4. Надежность	0,05	4	4	0,2	0,15
5. Экологичность технологии и материала	0,1	3	3	0,3	0,3
6. Широта области применения покрытия	0,15	4	3	0,4	0,3
Экономические критерии оценки эффективности					
9. Стоимость покрытия	0,15	3	3	0,45	0,45
10. Финансирование научной разработки	0,05	4	4	0,2	0,2
Итого	1	37	33	3,65	3,25

К1 – методы комбинированная обработки поверхности металлов

К2 – традиционные методы азотирования

5.1.2 SWOT-анализ

Одним из эффективных средств сокращения расходов металлов при сокращении высокого уровня производительности металлообработки

является применение азотированных деталей и механизмов с износостойкими покрытиями.

Основные преимущества данного проекта - универсальность, высокая производительность и возможность создания оптимальных условий формирования упрочнённых слоев с улучшенными характеристиками, увеличение срока службы деталей и механизмов, улучшение качества обрабатываемой поверхности, эффективное использование оборудования, снижение себестоимости изделия.

Но, не смотря на все преимущества проекта, есть и слабые стороны. На данном этапе не до конца разработаны оптимальные режимы обработки, исследованы не все технологические параметры процесса комбинированной обработки деталей и механизмов.

Таблица 5.2 Матрица SWOT

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1. Возможность варьировать технологические факторы эксперимента(температуру, давление, легирующие материалы) С2. Высокая производительность С3. Снижение себестоимости изделия С4. Увеличение срока службы деталей и механизмов	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1. Не отработана до конца технология комбинированной обработки деталей и механизмов. Сл2. Отсутствие у потенциальных потребителей квалифицированных кадров по работе с научной разработкой Сл3.Вероятность получения брака
Возможности: В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ и ИСЭ СО РАН(т.е использование научного оборудования) В2. В связи с последними политическими событиями наблюдается тенденция на импортозамещение в данной отрасли.	С1В2 – вероятность расширения кол-ва поставщиков (снижение себестоимости изделия) С1В3 - улучшение технологии в производство за счет изменения параметров и режимов комбинированной обработки С2В2 – позволяют при наличии спроса быстро	В1Сл4 –новейшее оборудование, позволит на ранних стадиях исследование, выявить и предотвратить появление брака

В3. Возможность внедрения технологии в производство В4. Участие в грантах В5. Так как группа имеет знания и опыт в данном направлении, то если возможность расширить номенклатуру обрабатываемых изделий	нарастить объемы производства С3В2, С4В2- качество и стоимость изделия с упрочнённым поверхностным слоем в результате комбинированной обработки будет являться конкурентным преимуществом на российском рынке	
Угрозы: У1. Вероятность появления более выгодных предложений на рынке, так как в данном направлении ведется большое количество исследований.	С1У1-возможность изменения параметров и режимов комбинированной обработки, что позволит создавать новые и более качественные конкурентоспособные изделия.	-

5.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации

Согласно таблице 5.3 выявилось, что оценочные баллы готовности научного проекта к коммерциализации и уровень имеющихся знаний у разработчика не высоки. Перспективность данного проекта, к сожалению, является ниже средней.

Таблица 5.3 Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

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

8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	1	1
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	2	1
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	2	1
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	1	1
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	3	1
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	3	1
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	1	1
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	2	1
	ИТОГО БАЛЛОВ	31	21

5.1.4 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования

Выделяют следующие методы коммерциализации научных разработок:

1. Торговля патентными лицензиями.
2. Передача ноу-хау.
3. Инжиниринг.
4. Франчайзинг.
5. Организация собственного предприятия.
6. Передача интеллектуальной собственности в уставной капитал предприятия.
7. Организация совместного предприятия.
8. Организация совместных предприятий.

Из всех перечисленных методов коммерциализации, инжиниринг и торговля патентными лицензиями поможет успешному продвижению разрабатываемого проекта.

5.2 Инициация проекта

Цели и результат проекта

В получении результата заинтересованы следующие стороны, представленные в таблице 5.4.

Таблица 5.4 Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Университет	Наличие НИОКР
Студент	Защита магистерской диссертации. Получение высшего образования
Предприятия, занимающиеся изготовлением деталей и механизмов	Сокращение времени на производство. Большая производительность. Снижение себестоимости
Потребители	Низкая стоимость изделий по сравнению, с изделиями полученными стандартными методами. Качество покрытий.
Государство	Возможность импортозамещение

В таблице 5.5 представлена информация об иерархии целей проекта и критериях достижения целей.

Таблица 5.5 Цели и результат проекта

Цели проекта:	При разных режимах обработки исследовать структуру и свойства азотированного слоя деталей подвергнутых комбинированной обработке.
Ожидаемые результаты проекта:	Получение оптимальных режимов комбинированной обработки, которые обеспечат необходимые свойства получаемых упрочнённых слоев.
Критерии приемки результата проекта:	Законченная научно-исследовательская работа, авторы которой имеют список публикаций и участие на международных конференциях.
Требования к результату проекта:	Требование:
	Результат проекта должен иметь актуальное теоретическое и практическое значение
	Наглядные иллюстрации (графики и диаграммы)
	Выполнения проекта в срок

Организационная структура проекта

Таблица 5.6 Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1	Гончаренко Игорь Михайлович	<i>Заказчик проекта</i>	Укрупненный анализ проектов по показателям сроков, освоению затрат и финансированию	-
2	Гончаренко Игорь Михайлович	<i>Руководитель проекта</i>	Отвечает за реализацию проекта, координирует деятельность участников проекта	1024
3	Булдакова Александра Сергеевна	<i>Исполнитель по проекту 1</i>	Отвечает за работу оборудования, выполняет технологические работы	1624

Ограничения и допущения проекта

Таблица 5.7 Ограничения проекта

Фактор	Ограничения/ допущения
3.1. Бюджет проекта	
3.1.1. Источник финансирования	ИСЭ СО РАН
3.2. Сроки проекта:	
3.2.1. Дата утверждения плана управления проектом	25.10.2015
3.2.2. Дата завершения проекта	02.06.2016

5.3 Планирование управления научно-техническим проектом

5.3.1 Иерархическая структура работ проекта

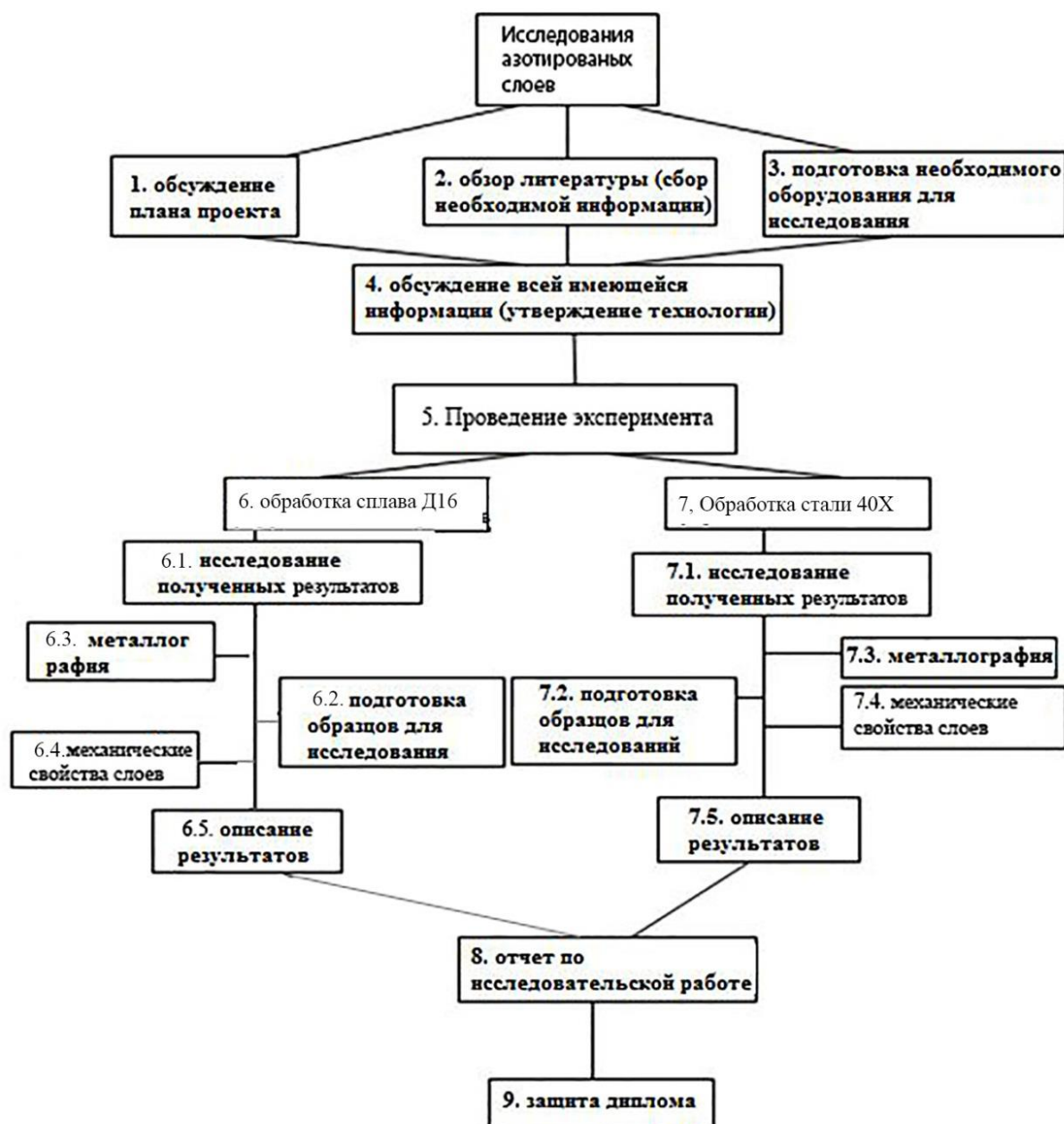


Рисунок 5.1. Иерархическая структура работ проекта

5.3.2 Контрольные события проекта

Таблица 5.8 Контрольные события проекта

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
1	Обсуждение плана проект	10.09.15	Утверждение участников исследования
2	Обзор литературы (сбор необходимой информации)	15.09.15	Отчет по изученной литературе.
3	Получение азотированных	25.10.15	Обработанные образцы

	материалов (сплав ВК8)		
4	Исследование азотированных материалов	8.11.15	Исследуемые образцы, иллюстрации (графики, картинки)
5	Описание результатов	23.11.15	Отчет
6	Получение азотированных материалов (сталь 40Х)	20.01.16	Обработанные образцы
7	Исследование	13.02.16	Исследуемые образцы, иллюстрации (графики, картинки)
8	Описание результатов	14.03.16	Отчет
9	Отчет по исследовательской работе	15.04.16	Отчет
10	Защита диплома	15.06.16	диплом

5.3.3 План проекта

Таблица 5.9 Календарный план проекта

Код работы (из ИСР)	Название	Длительность, рабочие дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
1-2	Обзор литературы (сбор необходимой информации). Обсуждение плана проект	22	15.09.15	15.10.15	Гончаренко И.М. Булдакова А.С.
3-4	Подготовка необходимого оборудования для исследований. Обсуждение всей имеющейся информации (утверждение технологии)	7	15.10.15	25.10.15	Гончаренко И.М. Булдакова А.С.
5	Проведение эксперимента	15	25.10.15	8.11.15	Гончаренко И.М. Булдакова А.С.

6	Обработка сплава ВК8				
6.1.	Исследование результатов	6	20.01.16	26.01.16	Булдакова А.С.
6.2.	Подготовка образцов для исследования				
6.3.	Металлография	10	2.02.16	11.02.16	Булдакова А.С.
6.4.	Механические свойства упрочнённых слоев	10	12.02.16	21.02.16	Булдакова А.С.
6.5.	Описание результатов	5	21.02.16	26.02.16	Булдакова А.С.
7.	Обработка стали 40Х	15	27.02.16	13.03.16	Гончаренко И.М. Булдакова А.С.
7.1.	Исследование полученных результатов	10	14.03.16	23.03.16	Булдакова А.С.
7.2.	Подготовка образцов для исследования				
7.3.	Металлография	10	24.03.16	2.04.16	Булдакова А.С.
7.4.	Механические	10	3.04.16	12.03.16	Булдакова

	свойства упрочнённых слоев				А.С.
7.5.	Описание результатов	3	13.04.16	16.04.16	Булдакова А.С.
8.	Отчет по исследовательской работе (написание статей, выступление на конференциях.)	10	16.04.16	25.04.16	Булдакова А.С.
9.	Написание дипломного проекта	20	25.04.16	15.06.16	Булдакова А.С.
10	Итого:	153			

5.3.4 Бюджет научного исследования

Таблица 5.10 Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Сталь ВК8		2 кг	980	1960
Сплав алюминия Д16		2кг.	211	422
Катод – нержавеющая сталь		1 шт.		400
Титановый катод		1 шт.		600
Алюминиевый катод		1 шт.		350
Баллон азота		20 л	460	9200
Алмазная паста		3	1200	3600
Наждачная бумага		20	45	900
Всего за материалы				17432
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%)				1000
Итого				18432

Амортизационные отчисления

$H_a = (1/T) \cdot 100\%$ - норма амортизации. $A = S \cdot H_a \cdot t$

Таблица 5.11 Амортизационные отчисления

№ п/п	Наименование оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Срок службы, Т, дни	Время эксплуатации, t, дни	Н _а , норма амортизации	Амортизационные отчисления, руб.
1.	Вакуумная ионно-плазменная установка типа ННВ 6.6-И1.	1300000	5475	10	0,00018	2340
2.	Микроскоп МБР 3	300000	3650	15	0,0002	900
3.	Микротвердометр ПМТ-3М	250000	5475	10	0,00018	450
4.	ИТОГО					3690

Заработная плата рабочим рассчитана по тарифным ставкам и отработанному времени

Расчет заработной платы персоналу сведен в таблицу 5.12:

Таблица 5.12 Расчёт заработной платы

Исполнители	Кол-во	З.п., руб./мес.	Количество отработ. дней	Всего з.п, руб.	Дополн. з.п.	Отчисл. на соц. нужды
Руководитель	1	25000	67	55823	6698	16746
Исполнитель 1	1	9000	123	36900	4428	11070
Итого:				92723	11124	27816

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 12% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}}$$

Отчисления на социальные нужды

Данный раздел включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$С_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}),$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

Отчисления на социальные нужды составляет 30%.

Затраты на электроэнергию

Тариф на электроэнергию – 4,36 руб/(КВт·ч).

Таблица 5.13 Затраты на электроэнергию

№ п/п	Наименование оборудования	Мощность кВт	Время эксплуатации, (час)	Расход электроэнергии. Руб.
1.	Вакуумная ионно-плазменная установка типа ННВ 6.6-И1.	8	80	2790
2.	Микроскоп МБР 3	0,2	120	104,6
3.	Микротвердомер ПМТ-3	0,02	80	6,9
	ИТОГО			2901,5

Затраты на водоснабжение

Тариф на водоснабжение 30,22 р. м³. Примерный расход воды за время исследований составляет 13 м³. Затраты на водоснабжение за весь период исследования составляет 392,8 руб.

Затраты на водоотведение: тарифы на водоотведение 20,59 р. м³, затраты на водоотведение за весь период исследования составляет 267,6 руб.

Полная смета затрат на выполнение НИР приведена в таблице 5.14.

Таблица 5.14 Полная смета затрат

Статьи	Затраты, руб
Основные и вспомогательные материалы	32320
Заработная плата	92723
Дополнительная заработная плата	11124
Отчисления на социальные нужды	27816
Затраты на электроэнергию	2901,5
Амортизация	3690
Затраты на водоотведение	267,6
Затраты на водоснабжение	392,8
Прочие расходы (2% от полной зарплаты)	1854,46
Итого	173089,4

5.3.5 Матрица ответственности

Таблица 5.15 Матрица ответственности

Этапы проекта	Руководитель	Исполнитель
Обзор литературы (сбор необходимой информации)	оиу	и

Получение азотированных материалов		и
Исследование азотированных материалов	у	ои
Описание результатов	иус	ои
Получение покрытий		и
Исследование полученных покрытий	у	ои
Описание результатов	иус	ои
Отчет по исследовательской работе	у	ои
Защита диплома	у	ои

5.3.6 Реестр рисков проекта

Таблица 5.16 Реестр рисков

№	Риск	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
1	Повышение цен на сырье, энергию и комплектующие, тем самым есть риск не уложиться в бюджет проекта	2	4	средний	Планирование финансирования проекта с учетом повышения цен.	Повышение цен поставщиками
2	Нехватка квалифицированной рабочей силы	3	4	средний	Повышение квалификации кадров	При условии, если уволиться или заболит один из участников проекта
3	Выпуск продукции низкого качества	2	5	средний	Постоянный контроль качества, входе реализации проекта	При условии не верного выполнении технологии изготовления покрытия
4	Не выполнение в срок проекта	2	4	средний	Выполнение в срок отдельных этапов проекта	При условии не хватки квалифицированной рабочей силы, а так же не выполнения в срок

						отдельных этапов проекта
--	--	--	--	--	--	--------------------------------

5.3.7 Оценка сравнительной эффективности исследования

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

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

где I_m – 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.

Таблица 5.17 Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии \ ПО	Весовой коэффициент параметра	Материал азотированный	Материал не азотированный
1. Увеличение объема производства	0,2	5	3
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,1	4	2
3. Цена (уменьшение себестоимость продукции)	0,2	5	3
4. Энергосбережение	0,15	4	3
5. Надежность. Качество	0,2	4	4
6. Материалоемкость	0,15	4	3
ИТОГО	1	4,4	3,1

$$I_m^a = 0,2 \cdot 5 + 0,1 \cdot 4 + 0,2 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,2 \cdot 4 + 0,15 \cdot 4 = 4,4$$

$$I_m^p = 0,2 \cdot 3 + 0,1 \cdot 2 + 0,2 \cdot 3 + 0,15 \cdot 3 + 0,2 \cdot 4 + 0,15 \cdot 3 = 3,1$$

При оценке сравнительной эффективности изделий подвергнутых комбинированной обработке, которые являются результатом данного проекта, можно сделать вывод, что проект является более ресурсоэффективным по сравнению с конкурентами.

Вывод к пятому разделу

В данной главе были проанализированы и рассчитаны экономическая эффективность научного исследования.

Проанализирован целевой рынок и произведено сегментирование потенциальных покупателей разрабатываемых технологий или готового продукта. Также проведен SWOT-анализ и составлена итоговая матрица SWOT-анализа. Приведен план проекта и рассчитан бюджет научного исследования.

Таким образом, можно сделать вывод, что предложенный научно-исследовательский проект имеет не только научную новизну, но и заявляет о своей экологичности, энергоэффективности и экономической эффективности.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4АМ41	Булдакова Александра Сергеевна

Институт	Институт Физики Высоких Технологий	Кафедра	ФВТМ
Уровень образования	магистр	Направление/специальность	Машиностроение

Тема дипломной работы: Влияние изменения состава подложки на свойства вакуумно-дуговых упрочняющих покрытий

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»: Целью данной работы является изучение влияния физико-механических характеристик материала подложки на свойства формируемого в дуговом разряде износостойкого нитридного покрытия. <u>Описание рабочего места на предмет возникновения:</u> <u>вредных проявлений факторов производственной среды</u> (для обслуживающего персонала необходимо обеспечить оптимальные, в крайнем случае, допустимые значения метеоусловий на рабочем месте, исключить контакт с вредными, токсичными веществами – бензин, кислоты и др., которые могут образовываться в процессе работы установки, обеспечить комфортную освещенность рабочего места, уменьшить до допустимых пределов шум от оборудования, вентиляции, обеспечить безопасные значения электромагнитных полей от электроприборов, в том числе компьютеров); <u>опасных проявлений факторов производственной среды</u> (в связи с присутствием электричества для питания компьютера, оборудования (шлифовальные машины) и освещенности лаборатории, наличии горючих (СО) и взрывоопасных газов (водород) необходимо предусмотреть, если есть, то перечислить средства коллективной и индивидуальной защиты от электро-, пожаро- и взрывоопасности); необходимо предусмотреть мероприятия по предотвращению негативного воздействия на окружающую природную среду используемых энергетических проявлений и образующихся отходов: для ликвидации негативного воздействия порошковой пыли необходимо реализовывать вентиляцию при работе с порошковыми материалами согласно ГОСТ 12.4.021-75, - необходимо обеспечить устойчивую работу вашего производственного участка при возникновении чрезвычайных ситуаций, характерных для Сибири – сильные морозы, пурга, человеческий фактор, диверсия (рассмотреть минимум 2 ЧС – 1 природную, 1 техногенную).
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке: Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: а) приводится перечень всех используемых в работе реагентов, их агрегатное состояние, класс опасности (токсичности), механизм воздействия их на организм человека, единицы измерения количества (концентрации); приводится перечень средств коллективной и индивидуальной защиты персонала, а также защиты окружающей среды; б) приводятся данные по оптимальным и допустимым значениям микроклимата на рабочем месте, перечисляются методы обеспечения этих значений; приводится 1 из расчетов (расчет освещенности на рабочем месте, расчет потребного воздухообмена на рабочем месте, расчет необходимого времени эвакуации рабочего персонала); в) приводятся данные по реальным значениям шума на рабочем месте, разрабатываются или, если уже есть, перечисляются мероприятия по защите персонала от шума, при этом приводятся значения ПДУ, средства коллективной защиты, СИЗ; г) приводятся данные по реальным значениям электромагнитных полей на рабочем месте, в том числе от компьютера или процессора, если они используются, перечисляются СКЗ и СИЗ; е) механические опасности (источники, средства защиты); быстровращающиеся элементы станков, мелкая порошковая пыль. Средства защиты – соблюдение инструкции по эксплуатации станков, использование спецодежды и средств защиты (очки, маска, перчатки) приведение допустимых норм с необходимой размерностью (с ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)

<i>Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности</i> <i>а) приводятся данные по значениям напряжения используемого оборудования, классификация помещения по электробезопасности, допустимые безопасные для человека значения напряжения, тока и заземления (в т.ч. статическое электричество, молниезащита - источники, средства защиты); перечисляются СКЗ и СИЗ;</i> <i>б) приводится классификация пожароопасности помещений, указывается класс пожароопасности вашего помещения, перечисляются средства пожарообнаружения и принцип их работы, средства пожаротушения, принцип работы, назначение (какие пожары можно тушить, какие – нет), маркировка; пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия).</i>
<i>Охрана окружающей среды:</i> <i>организация безотходного производства (приводится перечень отходов при эксплуатации установки, перечисляются методы улавливания, переработки, хранения и утилизации образовавшихся на вашем производстве промышленных отходов).</i>
<i>Защита в чрезвычайных ситуациях:</i> <i>а) Приводятся возможные для Сибири ЧС; Возможные ЧС: морозы, диверсия разрабатываются превентивные меры по предупреждению ЧС;</i> <i>разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС;</i> <i>разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий</i>
<i>Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</i> <i>специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства (приводится перечень ГОСТов, СНиПов и др. законодательных документов, использованных в своей работе);</i>
Перечень графического материала: 1) Пути эвакуации 2) План размещения светильников на потолке рабочего помещения

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
4АМ41	Булдакова А.С.		

ГЛАВА 6 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

Описание рабочего места

В данном разделе рассматриваются вопросы по охране труда и окружающей среды, а также обеспечения безопасности в чрезвычайных ситуациях, в процессе выполнения научно-исследовательской работы, которая проводилась на базе Института сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН), в лаборатории плазменной эмиссионной электроники (ЛПЭЭ).

В рамках научно-исследовательской работы, выполнялись исследования результатов комбинированного упрочнения поверхности конструкционных материалов, для этого использовалось следующее оборудование:

1. Установка ионно-плазменная камерная вакуумная, которая предназначена для нанесения на поверхности деталей упрочняющих покрытий и азотирования. Данная установка представляет собой комплекс сложного оборудования, в который помимо рабочей камеры входят, вакуумная система, которая обеспечивает создание в рабочей камере необходимого рабочего давления. Система состоит из клапана с электромагнитным приводом, напускного регулируемого клапана (автоматического натекателя) и электронного блока управления. Электрическая часть служит для электроснабжения установки и управления технологическим процессом. Электроснабжение производится от трехфазной сети напряжением 380 В, цепи управления питаются напряжением 220 В и частотой 50 Гц. Высоковольтный источник питания, включающий в себя тиристорный преобразователь напряжения, высоковольтный трансформатор и выпрямитель, обеспечивает регулирование напряжения в пределах от 100 до 1500 В. Источник опорного напряжения, включающий в себя тиристорный преобразователь (общий с высоковольтным источником), трансформатор и выпрямитель, обеспечивает регулирование напряжения от 20 до 280 В;

2. Шлифовально-полировальный станок, для подготовки образцов перед обработкой и подготовки поперечных шлифов для исследования;
3. Микротвердомер ПМТ-3М, для исследования эволюции прочности поверхности стальных подложек в зависимости от режима комбинированной обработки;
4. Световой металлографический микроскоп ММР-4, предназначенный для наблюдения и фотографирования микроструктуры исследуемых объектов.

Проведение исследований включает в себя работу непосредственно с вакуумной установкой, включающую в себя необходимую профилактику, настройку оборудования и контроль в процессе работы установки. А также работу по подготовки образцов и их исследованию с помощью приведенного выше оборудования.

6.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды

При выполнении исследовательской работы существует вероятность воздействия следующих производственных факторов: шума, вибраций, электромагнитного излучения, недостаточной освещенности, физические и эмоциональные перегрузки, умственное перенапряжение.

Все опасные и вредные производственные факторы приведены в соответствии с ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ.

6.1.1 Метеоусловия

От микроклимата на рабочем месте зависит состояние здоровья человека и его работоспособность. Не имея возможности эффективно влиять на протекающие в атмосфере климатообразующие процессы, люди располагают качественными системами управления факторами воздушной среды внутри производственных помещений.

Микроклимат производственных помещений — это климат внутренней среды данных помещений, который определяется совместно действующими на организм человека температурой, относительной

влажностью и скоростью движения воздуха, а также температурой окружающих поверхностей (ГОСТ 12.1.005 "Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны").

Факторы, влияющие на микроклимат, можно разделить на две группы: нерегулируемые (комплекс климатообразующих факторов данной местности) и регулируемые (особенности и качество строительства зданий и сооружений, интенсивность теплового излучения от нагревательных приборов, кратность воздухообмена, количество людей и животных в помещении и др.)

Длительное воздействие на человека неблагоприятных условий резко ухудшает его самочувствие, снижается производительность труда, и приводит к заболеванию.

1) воздействие высокой температуры быстро утомляет, может привести к перегреву организма, тепловому удару или профессиональным заболеваниям.

2) низкая температура – местное или общее охлаждение организма, причина простудных заболеваний или обморожения.

3) высокая относительная влажность при высокой температуре способствует перегреву организма; при низкой усиливает теплоотдачу с поверхности кожи, что ведет к переохлаждению.

4) низкая влажность вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей.

Проект относится к работе средней тяжести (категория IIб), микроклиматические условия на рабочих местах должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 6.1.1:

Таблица 6.1.1 Допустимые параметры микроклимата на рабочем месте (СанПиН 2.2.4.548-96)

Период года	Категория работы	Температура, °С	Относительная влажность, %	Скорость движения воздуха, м/с

Холодный	средняя	19 – 24	15 - 75	≤ 0.1
Теплый	средняя	20 - 28	15 - 75	≤ 0.2

При обеспечении допустимых показателей микроклимата температура внутренних поверхностей конструкции, ограждающих рабочую зону (стен, потолка, пола) не должна превышать предел допустимых величин температуры воздуха.

В холодный период года следует применять средства защиты рабочего места от радиационного охлаждения от остекленных поверхностей оконных проемов, в теплый период от попадания прямых солнечных лучей.

Температура в рабочей зоне поддерживается отоплением в холодный период и вентиляцией в теплый период.

Одними из основных мероприятий по оптимизации микроклимата и состава воздуха в производственных помещениях являются обеспечение надлежащего воздухообмена и отопления, тепловая изоляция нагретых поверхностей оборудования, воздухопроводов и гидротрубопроводов.

6.1.2 Вредные вещества

Вредными являются вещества, которые при контакте с организмом могут вызвать производственные травмы, профессиональные заболевания или отклонения в состоянии здоровья, как в процессе работы, так и в отдалённые сроки жизни настоящего и последующего поколений.

При выполнении работы по упрочнению поверхности образцов, в лаборатории используется газы: аргон и азот. Азот и аргон – газы без цвета и запаха (Таблица 6.1.2).

Таблица 6.1.2 Перечень веществ используемых при работе [ГОСТ 12.1.007-76]

Рабочий газ	ПДК _{р.з.} мг/м ³	Класс опасности	Агрегатное состояние
Ar	2,4	2	газ
N ₂	2	2	газ

Аргон и азот – физиологически инертные, нетоксичные газы. Замещая кислород в воздухе, и вытесняя собой кислород из организма, они

воздействуют на человека как удушающие агенты (асфиксанты) по причине снижения парциального давления кислорода.

При медленном снижении содержания кислорода в атмосфере до непродолжительно переносимого организмом уровня (5-7%) обнаруживаются симптомы:

- Учащение дыхания и пульса, ритм дыхания может быть волнообразным (периоды учащения дыхания сменяются периодами замедления).
- Потеря равновесия, головокружение, возможна эйфория.
- Чувство тяжести или сдавливания в лобной части головы.
- Чувство жара во всем теле.
- Чувство покалывания в языке, кончиках пальцев рук и ног.
- Изменение восприятия окружающей обстановки и угнетение функции органов чувств, особенно осязания.
- Возможны «провалы» памяти и потеря сознания.

Симптомы могут появляться в зависимости от индивидуальной предрасположенности человека к действию гипоксии.

При резком снижении содержания кислорода в атмосфере и, особенно при случайном попадании человека в среду азота или аргона достаточно нескольких вдохов для снижения парциального давления кислорода в крови до критического уровня – наступает потеря сознания, практически всегда внезапно. Разницы в воздействии на человека аргона или азота при полном вытеснении ими из атмосферы кислорода не существует.

6.1.3 Производственный шум

Шум – всякий нежелательный для человека звук. Звуковые волны возбуждают колебания частиц звуковой среды, в результате чего изменяется атмосферное давление. Шум, который возникает при работе оборудования и превышающий допустимые нормативные значения, воздействует на человека на вегетативную и центральную нервную систему и органы слуха.

Основными источниками шума при выполнении исследовательской работы в помещении являются вакуумная ионно-плазменная установка. Шум в лаборатории не должно превышать 80 дБА. Уровень шума установлен в ГОСТ 12.1.003-83 и СанПиН 2.2.4/2.1.8.10-32-2002. Максимальный уровень звука постоянного шума на рабочих местах не должно превышать 80 дБА. Уровень шума на рабочем месте инженеров, работающих с компьютером не должен превышать 50дБА, а в залах обработки информации на вычислительных машинах - 65дБА (ГОСТ 12.1.003-83).

Действие шума на человека зависит от уровня и характера шума, его продолжительности, а также от индивидуальных особенностей человека.

Во время действия шума, превышающего 85...90 Гц, чувствительность слуха снижается. Происходит временное понижение порога слышимости (ВПП), которое исчезает после окончания воздействия шума. Это снижение называется слуховой адаптацией и является защитной реакцией организма.

Действие шума на организм человека не ограничивается воздействием на орган слуха. Патологические изменения, возникшие под влиянием шума, рассматривается как шумовая болезнь. Это снижение называется слуховой адаптацией и является защитной реакцией организма.

Мероприятия по защите от шума выполняют с помощью применения средств и методов коллективной защиты, разработкой шумобезопасной техники, а также средств индивидуальной защиты. Защита от шума акустическими средствами предполагает звукоизоляцию (устройство звукоизолирующих кабин, кожухов, ограждений, установку акустических экранов); звукопоглощение (применение звукопоглощающих облицовок, штучных поглотителей); глушители шума (абсорбционные, реактивные, комбинированные).

Если невозможно уменьшить шум, действующий на работников, до допустимых уровней, то необходимо использовать средства индивидуальной защиты (СИЗ) - против шумные вкладыши из ультратонкого волокна

“Беруши” одноразового использования, а также противошумные вкладыши многократного использования (эбонитовые, резиновые, из пенопласта) в форме конуса, грибка, лепестка. Они эффективны для снижения шума на средних и высоких частотах на 10–15 дБА. Наушники снижают уровень звукового давления на 7–38 дБ в диапазоне частот 125–8 000 Гц. Для предохранения от воздействия шума с общим уровнем 120 дБ и выше рекомендуется применять шлемофоны, оголовья, каски, которые снижают уровень звукового давления на 30–40 дБ в диапазоне частот 125–8 000 Гц.

6.1.4 Расчет уровня шума

Одним из неблагоприятных факторов производственной среды в ИВЦ является высокий уровень шума, создаваемый печатными устройствами, оборудованием для кондиционирования воздуха, вентиляторами систем охлаждения в самих ЭВМ.

Для решения вопросов о необходимости и целесообразности снижения шума необходимо знать уровни шума на рабочем месте оператора.

Уровень шума, возникающий от нескольких некогерентных источников, работающих одновременно, подсчитывается на основании принципа энергетического суммирования излучений отдельных источников:

$$L_{\Sigma} = 10 \lg \sum_{i=1}^{i=n} 10^{0.1L_i}, \quad (6.1.4)$$

где L_i – уровень звукового давления i -го источника шума; n – количество источников шума.

Полученные результаты расчета сравниваются с допустимым значением уровня шума для данного рабочего места. Если результаты расчета выше допустимого значения уровня шума, то необходимы специальные меры по снижению шума. К ним относятся: облицовка стен и потолка зала звукопоглощающими материалами, снижение шума в источнике, правильная планировка оборудования и рациональная организация рабочего места оператора.

Уровни звукового давления источников шума, действующих на

оператора на его рабочем месте, представлены в таблице 6.1.4.

Таблица 6.1.4 Уровни звукового давления различных источников

Источник шума	Уровень шума, дБ
Жесткий диск	40
Вентилятор	45
Монитор	17
Клавиатура	10
Принтер	45
Сканер	42

Обычно рабочее место оператора оснащено следующим оборудованием: винчестер в системном блоке, вентилятор(ы) систем охлаждения ПК, монитор, клавиатура, принтер и сканер.

Подставив значения уровня звукового давления для каждого вида оборудования в формулу (6.1.4), получим:

$$L_{\Sigma}=10 \cdot \lg(10^4+10^{4,5}+10^{1,7}+10^1+10^{4,5}+10^{4,2}) = 49,5 \text{ дБ}$$

Полученное значение не превышает допустимый уровень шума для рабочего места оператора, равный 65 дБ (ГОСТ 12.1.003-83). И если учесть, что вряд ли такие периферийные устройства как сканер и принтер будут использоваться одновременно, то эта цифра будет еще ниже. Кроме того, при работе принтера непосредственное присутствие оператора необязательно, т.к. принтер снабжен механизмом автоподачи листов.

6.2 Освещенность

Согласно СНиП 23-05-95 в лаборатории, где происходит периодическое наблюдение за ходом производственного процесса при постоянном нахождении людей в помещении освещенность при системе общего освещения не должна быть ниже 150 Лк.

Правильно спроектированное и выполненное освещение обеспечивает высокий уровень работоспособности, оказывает положительное психологическое действие на человека и способствует повышению производительности труда.

На рабочей поверхности должны отсутствовать резкие тени, которые создают неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажает размеры и формы объектов различия, в результате повышается утомляемость и снижается производительность труда.

Для защиты от слепящей яркости видимого излучения (факел плазмы в камере с катализатором) применяют защитные очки, щитки, шлемы. Очки на должны ограничивать поле зрения, должны быть легкими, не раздражать кожу, хорошо прилегать к лицу и не покрываться влагой.

Расчёт общего равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности выполняется методом коэффициента светового потока, учитывающим световой поток, отражённый от потолка и стен. Длина помещения $A = 8$ м, ширина $B = 6$ м, высота = 3,5 м. Высота рабочей поверхности над полом $h_p = 1,0$ м. Согласно СНиП 23-05-95 необходимо создать освещенность не ниже 200 лк, в соответствии с разрядом зрительной работы.

Площадь помещения:

$$S = A \times B,$$

где A – длина, м;

B – ширина, м.

$$S = 8 \times 6 = 48 \text{ м}^2$$

Коэффициент отражения свежепобеленных стен с окнами, без штор $\rho_c = 50\%$, свежепобеленного потолка $\rho_{II} = 70\%$. Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым выделением пыли равен $K_z = 1,5$. Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп $Z = 1,1$.

Выбираем лампу дневного света ЛД-40, световой поток которой равен $\Phi_{ЛД} = 2600$ Лм.

Выбираем светильники с люминесцентными лампами типа ОДОР-2-40. Этот светильник имеет две лампы мощностью 40 Вт каждая, длина светильника равна 1227 мм, ширина – 265 мм.

Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , которая для люминесцентных светильников с защитной решёткой лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем $\lambda=1,1$, расстояние светильников от перекрытия (свес) $h_c = 0,5$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_n - h_p,$$

где h_n – высота светильника над полом, высота подвеса, h_p – высота рабочей поверхности над полом.

Наименьшая допустимая высота подвеса над полом для двухламповых светильников ОДОР: $h_n = 3,5$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = H - h_p - h_c = 3,5 - 1 - 0,5 = 2,0 \text{ м.}$$

Расстояние между соседними светильниками или рядами определяется по формуле:

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

Число рядов светильников в помещении:

$$Nb = \frac{B}{L} = \frac{6}{2,2} = 2,72 \approx 3$$

Число светильников в ряду:

$$Na = \frac{A}{L} = \frac{8}{2,2} \approx 4$$

Общее число светильников:

$$N = Na \cdot Nb = 3 \cdot 4 = 12$$

Расстояние от крайних светильников или рядов до стены определяется по формуле:

$$l = \frac{L}{3} = \frac{2,2}{3} = 0,7 \text{ м}$$

Размещаем светильники в два ряда. На рисунке изображен план помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами.

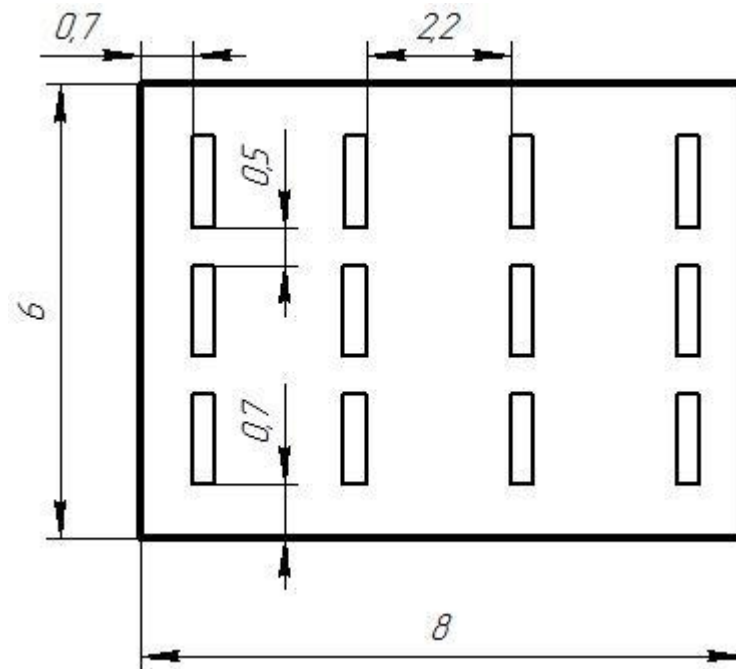


Рисунок 6.2 План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами
Индекс помещения определяется по формуле:

$$i = \frac{A \cdot B}{h \cdot (A + B)} = \frac{8 \cdot 6}{2,0 \cdot (8 + 6)} = 1,714$$

Коэффициент использования светового потока, показывающий какая часть светового потока ламп попадает на рабочую поверхность, для светильников типа ОДОР с люминесцентными лампами при $\rho_{\text{П}} = 70 \%$, $\rho_{\text{С}} = 50\%$ и индексе помещения $i = 1,6$ равен $\eta = 0,47$.

Потребный световой поток группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле:

$$\Phi_{\text{П}} = \frac{E \cdot A \cdot B \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{150 \cdot 8 \cdot 6 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{24 \cdot 0,47} = 2106,38 \text{ лм}$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% \leq 20\%;$$

$$\frac{\Phi_{\text{ЛД}} - \Phi_{\text{П}}}{\Phi_{\text{ЛД}}} \cdot 100\% = \frac{2600 - 2106,38}{2600} \cdot 100\% = 18,9\%.$$

Таким образом: $-10\% \leq 18,9\% \leq 20\%$, необходимый световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

6.3 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды

6.3.1 Факторы электрической природы

Корпус электродвигателя или трансформатора, арматура электрического светильника или трубы электропроводки не находятся под напряжением относительно земли благодаря изоляции от токоведущих частей. Однако в случае повреждения изоляции любая из этих частей может оказаться под напряжением, нередко равным фазному. Электродвигатель с пробитой на корпус изоляцией обычно соединен с машиной, которую он приводит в движение.

Поражение электрическим током возникает при соприкосновении с электрической цепью, в которой присутствуют источники напряжения или источники тока, способные вызвать протекание тока по попавшей под напряжение части тела. Обычно чувствительным для человека является пропускание тока силой более 1 мА. Кроме того, на установках высокого напряжения возможен удар электрическим током без прикосновения к токоведущим элементам, в результате утечки тока или пробоя воздушного промежутка. Сила поражения зависит от мощности разряда, от времени воздействия, от характера тока (постоянный или переменный), от состояния человека — влажности рук и т. п., а также от места соприкосновения и пути прохождения тока по организму.

Последствия поражением электрически током:

- Из-за высокого электрического сопротивления человеческих тканей происходит довольно быстрое их нагревание, что может вызывать ожоги.
- Даже сравнительно малые напряжения, порядка 110—230 В, при кратковременном контакте с грудной клеткой могут вызывать сбой в работе сердечной мышцы (60 мА для переменного тока, 300—500 мА для постоянного). Удар током также используется для восстановления работы

сердца, таким образом устраняя эффект фибрилляции. Такой прибор называется дефибриллятором.

- Удар током может вызвать сбой в работе нервной системы, например, беспорядочные сокращения мышц. Повторяющиеся удары могут вызвать невропатию. Острая электротравма может стать причиной нарастающей асистолии.

- При поражении головы электрическим током возможна потеря сознания.

Основными мерами защиты от поражения током являются: обеспечение недоступности токоведущих частей, находящихся под напряжением, для случайного прикосновения; защитное разделение сети; устранение опасности поражения при появлении напряжения на корпусах, кожухах и других частях электрооборудования, что достигается применением малых напряжений, применением двойной изоляции, выравниванием потенциала, защитным заземлением, занулением, защитным отключением и др.; применение специальных защитных средств - переносных приборов и приспособлений; организация безопасной эксплуатации электроустановок.

Окружающая среда (влажность и температура воздуха, наличие заземленных металлических конструкций и полов, токопроводящей пыли и др.) оказывает дополнительное влияние на условия электробезопасности. Степень поражения электрическим током во многом зависит от плотности и площади контакта человека с токоведущими частями.

6.3.2 Электробезопасность

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги, электромагнитного поля и статистического электричества.

Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В с

присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (помещения особо опасные).

В отношении опасности поражения людей электрическим током различают:

1. Помещения без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность.

2. Помещения с повышенной опасностью, которые характеризуются наличием в них одного из следующих условий, создающих повышенную опасность: сырость, токопроводящая пыль, токопроводящие полы (металлические, земляные, железобетонные, кирпичные и т.п.), высокая температура, возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей металлоконструкциям, технологическим аппаратам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования - с другой.

3. Особо опасные помещения, которые характеризуются наличием оборудования свыше 1000 В и одного из следующих условий, создающих особую опасность: особой сырости, химически активной или органической среды, одновременно двух или более условий повышенной опасности. Территории размещения наружных электроустановок в отношении опасности поражения людей электрическим током приравниваются к особо опасным помещениям.

По условиям электробезопасности установки, используемые при выполнении работы, относятся к категории установок, работающих с напряжением до 1000В. Устройства относятся к 1 классу, так как прибор имеет только рабочую изоляцию, но при этом имеет контакт для присоединения защитного провода.

Безопасность эксплуатации при нормальном режиме работы установок обеспечивается следующими защитными мерами:

1. применение изоляции;
2. недоступность токоведущих частей;

3. применение малых напряжений;
4. изоляция электрических частей от земли.

Рабочее помещение относится ко второй категории по степени опасности поражения электрическим током – помещения с повышенной опасностью, поскольку в помещении находится сырые с относительной влажностью воздуха более 75%; жаркие с температурой воздуха, длительно превышающей +30°C; с полами из токопроводящих материалов; с большим количеством выделяющейся токопроводящей технологической пыли, оседающей на проводах и проникающей внутрь электроустановок; с размещением электроустановок с металлическими корпусами, имеющих соединение с землей, металлоконструкций зданий и технологического оборудования, допускающих одновременное соприкосновение с ними. Безопасные номиналы $I \leq 0,1A, U \leq 36B, R_{\text{заземления}} \leq 40\text{м}$.

Соответственно, к работе допускается персонал с категорией электробезопасности II и выше - электротехнологический персонал, у которого в управляемом им технологическом процессе основной составляющей является электрическая энергия (например, электросварка, электродуговые печи, электролиз и т.д.), использующий в работе ручные электрические машины, переносной электроинструмент и светильники, и другие работники, для которых должностной инструкцией или инструкцией по охране труда установлено знание правил безопасности при эксплуатации электроустановок.

Дополнительные электрозащитные средства в электроустановках.

К дополнительным изолирующим электрозащитным средствам относятся диэлектрические перчатки, боты, резиновые коврики и дорожки, изолирующие подставки на фарфоровых изоляторах и переносные заземления.

Освобождение пострадавшего от действия тока напряжением свыше 1000 В может быть произведено только одним способом. Это отключение

соответствующей части электрической установки специально обученными людьми. Пострадавшему следует оказать посильную доврачебную помощь.

6.4 Давление

Баллоны - закрытые металлические сосуды (стандартные и нестандартные) для хранения, транспортировки сжатых, сжиженных или растворенных газов. Они изготавливаются из бесшовных труб (углеродистая или легированная сталь).

Объекты котлонадзора - это паровые и водогрейные котлы, сосуды, работающие под давлением, и трубопроводы пара и горячей воды. Перечисленное оборудование и трубопроводы представляют собой объекты повышенной опасности, разрушение которых в эксплуатации может вызвать большой материальный ущерб, а также другие тяжелые последствия.

В лаборатории используются сосуды и аппараты, работающие под давлением. Они являются источником повышенной опасности для окружающих. Основная опасность заключается в том, что в случае разрушения такого сосуда или аппарата может произойти значительное высвобождение энергии вследствие адиабатического расширения газа или пара, - так называемый физический взрыв. Так, мощность взрыва (разрыва) сосуда вместимостью 1 м^3 , в которой находится воздух под давлением 1 МПа (10 кгс/см^2), составляет 13 МВт. Если в сосуде при тех же условиях находится водяной пар, то мощность взрыва уже будет около 200 МВт[43]. В результате такого взрыва могут произойти значительные разрушения и тяжелые травмы людей.

К работам по эксплуатации, хранению и транспортировке баллонов с газами допускаются лица, прошедшие медицинское освидетельствование, вводный инструктаж, первичный инструктаж, обучение и стажировку на рабочем месте, проверку знаний требований охраны труда, имеющие удостоверение на право обслуживания сосудов под давлением.

- Персонал, обслуживающий сосуды под давлением, обязан:
- Выполнять только ту работу, которая определена рабочей инструкцией.

- Выполнять правила внутреннего трудового распорядка
- Правильно применять средства индивидуальной и коллективной защиты.
- Соблюдать требования охраны труда.
- Немедленно извещать своего непосредственного или вышестоящего руководителя о любой ситуации, угрожающей жизни и здоровью людей, о каждом несчастном случае, происшедшем на производстве, или об ухудшении состояния своего здоровья, в том числе о проявлении признаков острого профессионального заболевания (отравления);
- Проходить обучение безопасным методам и приемам выполнения работ и оказанию первой помощи пострадавшим на производстве, инструктаж по охране труда, проверку знаний требований охраны труда.
- Проходить обязательные периодические (в течение трудовой деятельности) медицинские осмотры (обследования), а также проходить внеочередные медицинские осмотры (обследования) по направлению работодателя в случаях, предусмотренных Трудовым кодексом и иными федеральными законами.
- Уметь оказывать первую помощь пострадавшим от электрического тока, от лазерного излучения и при других несчастных случаях.
- Уметь применять средства первичного пожаротушения.

При эксплуатации, хранении и транспортировке баллонов с газами возможны воздействия следующих опасных и вредных производственных факторов:

- возможность взрыва в результате неправильной эксплуатации или неисправности оборудования (баллоны с газом, газогенератор);
- газы (длительное вдыхание ацетилена может повлечь за собой головокружение или отравление; пропан-бутан-метановая смесь при больших концентрациях может вызвать отравление);
- физические перегрузки.

Каждый работник должен быть обеспечен спецодеждой, спецобувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с Типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты и Коллективным договором. В случаях травмирования или недомогания необходимо прекратить работу, известить об этом руководителя работ и обратиться в медицинское учреждение. За невыполнение данной инструкции виновные привлекаются к ответственности согласно законодательству Российской Федерации.

Техника безопасности при работе с газовыми баллонами:

- Не бросайте баллон.
- Не ударяйте по баллону.
- Поставьте баллон в такое место, в котором он не будет нагреваться, нельзя забывать, что в баллоне находится взрывчатое вещество.
- Держите баллоны в специальном проветриваемом ящике (вне дома) или специальном помещении, не ниже уровня земли (баллонный газ тяжелее воздуха и при утечке собирается в низинах).
- Укрепите баллоны вертикально (не лежа и не наклонно).
- Использованные баллоны не накапливайте, а сразу отправляйте на перезарядку: в каждом баллоне остается немного жидкого газа, возможны утечки, которые дадут в присутствии искры очень большой эффект.
- Не беритесь незащищенными руками за вентиль, чтобы закрыть его при нагревании баллона или появившемся небольшом язычке пламени у вентиля.
- Накиньте на горячий вентиль мокрую плотную ткань, и уже затем закройте вентиль.
- Помните, утечку газа можно обнаружить с помощью мыльной пены.

При хранении баллонов в помещении персонал обязан знать, что:

- а) баллон должен быть в вертикальном положении и надежно укреплен;

б) двери шкафа должны быть оборудованы так, чтобы не было доступа посторонним;

в) хранение баллонов с кислородом и горючими газами
ЗАПРЕЩАЕТСЯ!

г) на баллоны, используемые в работе, должны быть навернуты колпаки.

При транспортировке баллонов эксплуатирующий персонал должен знать, что:

а) при транспортировке баллонов должны быть предусмотрены меры, предотвращающие падение, повреждение и загрязнение баллонов;

б) перевозка баллонов должна производиться на рессорном транспорте или на автокарах в горизонтальном положении обязательно с прокладками между баллонами. В качестве прокладок могут применяться деревянные бруски с вырезанными гнездами для баллонов, а также веревочные или резиновые кольца толщиной не менее 25мм по два кольца на баллон;

в) баллоны во время перевозки должны укладываться вентилями в одну сторону;

г) при транспортировании баллонов с ядовитыми и горючими газами на боковых штуцерах вентилей баллонов должны быть поставлены заглушки;

д) разрешается перевозка баллонов в специальных контейнерах, а также без контейнеров, в вертикальном положении обязательно с прокладками между ними и ограждением от возможного падения;

е) при перевозке баллоны должны быть защищены брезентом от действия осадков и солнечных лучей;

ж) погрузка, выгрузка и переноска баллонов должна производиться с осторожностью, не менее чем двумя рабочими;

з) снимать баллоны с автомашины разрешается только вниз башмаком.

Взрывозащита систем повышенного давления достигается организационно-техническими мероприятиями; разработкой инструктивных материалов, регламентов, норм и правил ведения технологических процессов; организацией обучения и инструктажа обслуживающего

персонала; осуществлением контроля и надзора за соблюдением норм технологического режима, правил и норм техники безопасности, пожарной безопасности и т.п. Кроме того, оборудование повышенного давления должно быть оснащено системами взрывозащиты, которые предполагают:

- применение гидрозатворов, огнепреградителей, инертных газов или паровых завес;
- защиту аппаратов от разрушения при взрыве с помощью устройств аварийного сброса давления (предохранительные мембраны и клапаны, быстродействующие задвижки).

6.5 Факторы пожарной и взрывной природы

По взрывопожарной и пожарной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В1 - В4, Г и Д, а здания - на категории А, Б, В, Г и Д. По пожарной опасности наружные установки подразделяются на категории A_n , B_n , V_n , G_n и D_n .

Согласно НПБ 105-03 лаборатория относится к категории Б - производства, связанные с применением жидкости с температурой вспышки паров 28 ... 120°C и горючих газов, нижний предел взрываемости которых более 10% к объему воздуха, применением этих газов и жидкостей в количествах, которые могут образовать с воздухом взрывоопасные смеси, а также производства, в которых выделяются переходящие во взвешенное состояние горючие волокна или пыль в таком количестве, что они могут образовать с воздухом взрывоопасные смеси.

Помещение лаборатории можно отнести ко 2-ой группе по степени опасности развития пожара, характеризующейся достаточно серьезной пожарной нагрузкой, поскольку в лаборатории находится достаточное количество электрического оборудования, а также наличествуют легковоспламеняющиеся вещества (спирт, бензин и др.).

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства

пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды.

Средства индивидуальной защиты:

- Защитные пластиковые каски.
- Защитные очки.
- Щиты ограждения.
- Различные респираторы и противогазы.
- Рукавицы.
- Предохранительные пояса и страховочные канаты.
- Комплекты для защиты работающего от электрической дуги (термостойкие костюмы).

Огнетушители водо-пенные (ОХВП-10) используют для тушения очагов пожара без наличия электроэнергии. Углекислотные (ОУ-2) и порошковые огнетушители предназначены для тушения электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В. Кроме того, порошковые применяют для тушения документов. Для тушения токоведущих частей и электроустановок применяется переносной порошковый огнетушитель, например ОП-5.

В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений на высоте не более 1,35 м. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.

Ионные и лазерные установки должны компоноваться, а входящие в их состав блоки размещаться с учетом мер, обеспечивающих помехоустойчивость управляющих и измерительных цепей этих установок от электромагнитного воздействия, вызываемого флуктуацией газового разряда, обуславливающей характер изменения нагрузки источника питания (по ПУЭ, 1999).

Как известно причины возникновения пожаров может быть: неосторожное обращение с огнём; несоблюдение правил эксплуатации производственного оборудования и электрических устройств; самовозгорание веществ и материалов; разряды статического электричества; грозовые разряды.

Опасные факторы пожара, воздействующие на людей:

- высокая температура среды в зоне горения, открытый огонь, искры;
- дымообразование, токсичные продукты горения;
- пониженная концентрация кислорода в зоне пожара за счет его роли как окислителя в химических реакциях при горении;
- обрушение конструкций здания, падение обгоревших предметов;
- вероятность взрыва.

Высокая температура в зоне горения может привести к ожогам или сгоранию кожного покрова тела и внутренних органов человека, вызвать потерю несущей способности строительных конструкций зданий и сооружений, их обрушение.

Дымообразование чрезвычайно опасно для человека. При пожарах выделяется большое количество дыма. Дым — сложная смесь газообразных и мелкодисперсных продуктов горения. Большинство составляющих дыма для человека небезопасны. Их вдыхание приводит к острым отравлениям.

Исходя из выше сказанного, неотъемлемой частью комплекса защитных мероприятий на рабочем месте являются мероприятия, направленные на обеспечение противопожарной безопасности. Необходимо:

- Периодически проверять состояние пожарной безопасности объекта;
- Обеспечить содержание в постоянной исправности систем противопожарной защиты (противопожарного водопровода, установок сигнализации, автоматического пожаротушения и др.). В случае неисправности или выхода из строя этих систем принимать меры к приведению их в работоспособное состояние;

-Организовать противопожарную подготовку (противопожарный инструктаж, пожарно-технический минимум) подчиненных работников.

-Не допускать к работе лиц, не прошедших противопожарного инструктажа.

В нашем случае наиболее вероятным источникам возгорания может оказаться неисправность и неправильная эксплуатация электроустановок.

Предусмотренные в лаборатории средства пожаротушения (согласно требованиям противопожарной безопасности СНиП 2.01.02.-85) огнетушитель ручной углекислотный ОУ-5, пожарный кран с рукавом и ящик с песком (в коридоре). Кроме того, каждое помещение оборудовано системой противопожарной сигнализации.

При обнаружении обрыва проводов питания, неисправности заземления и других повреждений электрооборудования, появления запаха гари необходимо немедленно отключить питание и сообщить об аварийной ситуации руководителю отдела (ответственному) и дежурному электрику.

При обнаружении человека, попавшего под напряжение, немедленно освободить его от действия тока путем отключения электропитания и до прибытия врача оказать потерпевшему первую медицинскую помощь.

При возгорании оборудования по питанию и принять меры к тушению очага пожара при помощи углекислого или порошкового огнетушителя, вызвать пожарную команду и сообщить о происшествии ответственному по пожарной безопасности отдела.

В случае, невозможности самостоятельного тушения возникшего пожара, необходимо эвакуироваться согласно плану, представленному на рисунке 6.5, предварительно плотно закрыв за собой дверь.



Рисунок 6.5 План эвакуации

Организационные защитные мероприятия

При поступлении на работу с каждым с сотрудником проводится инструктаж по технике безопасности, что незамедлительно фиксируется в соответствующем журнале.

Каждый сотрудник знакомится с правилами оказания первой помощи при поражениях электрическим током, в помещении лаборатории находится аптечка со всеми необходимыми медикаментами.

На стене вывешивается инструкция по технике безопасности, план эвакуации при пожаре.

Меры по технике безопасности на рабочем месте.

1. К работе с электроустановками допускаются лица, имеющие третью либо четвертую группу допуска, устанавливаемые квалификационной комиссией.

2. Лица, не имеющие непосредственного отношения к обслуживанию электроустановок, к работе с ними не допускаются.

3. Все питающие части должны быть заземлены. Сопротивление заземления должно не превышать 40м.

4. При замене (установке) плат расширения необходимо пользоваться браслетом заземления, либо перед осуществлением этой операции избавиться от накопленного на теле статического заряда посредством прикосновения к заземленной части компьютера, в противном

случае возможно повреждение чувствительных к статике микроэлементов ЭВМ.

5. Для исключения поражения электрическим током запрещается: часто включать и выключать компьютер без необходимости, прикасаться к экрану и к тыльной стороне блоков компьютера, работать на средствах вычислительной техники и периферийном оборудовании мокрыми руками, работать на средствах вычислительной техники и периферийном оборудовании, имеющих нарушения целостности корпуса, нарушения изоляции проводов, неисправную индикацию включения питания, с признаками электрического напряжения на корпусе, класть на средства вычислительной техники и периферийном оборудовании посторонние предметы.

6. Запрещается под напряжением очищать от пыли и загрязнения электрооборудование.

7. Запрещается проверять работоспособность электрооборудования в непригодных для эксплуатации помещениях с токопроводящими полами, сырых, не позволяющих заземлить доступные металлические части.

8. Недопустимо под напряжением проводить ремонт средств вычислительной техники и периферийного оборудования. Ремонт электроаппаратуры производится только специалистами-техниками с соблюдением необходимых технических требований.

9. Во избежание поражения электрическим током, при пользовании электроприборами нельзя касаться одновременно каких-либо трубопроводов, батарей отопления, металлических конструкций, соединенных с землей.

10. При приближении грозы необходимо оперативно закончить работу на компьютере и отключить его от сети во избежание повреждения последовательного порта и исключения сбоев при возможных скачках напряжения в сети, характерных в подобных случаях.

6.6 Охрана окружающей среды

Охрана окружающей среды — комплекс мер, предназначенных для ограничения отрицательного влияния человеческой деятельности на природу.

Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор водорода в специальные емкости (в настоящее время он выпускается в воздух).

Подложки, которые имеют дефекты, то есть не пригодные для дальнейшей работы, отправляются на переплавку.

Так же необходимо позаботиться о отдельных контейнерах для отходов бытового характера: отдельные мусорные баки для бумаги, стекла, металлических частей, пластика. Необходимо заключить договор с компанией, вывозящей мусор, чтобы она обеспечивала доставку разделенных отходов фирмам, занимающимся переработкой отходов.

6.7 Защита в ЧС

Производство находится в городе Томске с континентально-циклоническим климатом. Природные явления (землетрясения, наводнения, засухи, ураганы и т. д.), в данном городе отсутствуют.

Возможными ЧС на объекте в данном случае, могут быть сильные морозы и диверсия.

Для Сибири в зимнее время года характерны морозы. Достижение критически низких температур приведет к авариям систем теплоснабжения и жизнеобеспечения, приостановке работы, обморожениям и даже жертвам среди населения. В случае переморозки труб должны быть предусмотрены запасные обогреватели. Их количества и мощности должно хватать для того, чтобы работа на производстве не прекратилась.

Чрезвычайные ситуации, возникающие в результате диверсий, возникают все чаще.

Зачастую такие угрозы оказываются ложными. Но случаются взрывы и в действительности.

Для предупреждения вероятности осуществления диверсии предприятие необходимо оборудовать системой видеонаблюдения, круглосуточной охраной, пропускной системой, надежной системой связи, а также исключения распространения информации о системе охраны объекта, расположении помещений и оборудования в помещениях, системах охраны, сигнализаторах, их местах установки и количестве. Должностные лица раз в полгода проводят тренировки по отработке действий на случай экстренной эвакуации.

6.8 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

1. ГОСТ 54 30013-83 Электромагнитные излучения СВЧ. Предельно допустимые уровни облучения. Требования безопасности
2. ГОСТ 12.4.154-85 “ССБТ. Устройства экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты”
3. ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
4. СанПиН 2.2.4/2.1.8.055-96 "Электромагнитные излучения радиочастотного диапазона (ЭМИ РЧ)".
5. СанПиН 2.2.4.548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.
6. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий.
7. СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки.
8. ГОСТ 12.4.123-83. Средства коллективной защиты от инфракрасных излучений. Общие технические требования.
9. ГОСТ Р 12.1.019-2009. Электробезопасность. Общие требования и

номенклатура видов защиты.

10. ГОСТ 12.1.030-81. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление.

11. ГОСТ 12.1.004-91. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.2.037-78. Техника пожарная. Требования безопасности

12. СанПиН 2.1.6.1032-01. Гигиенические требования к качеству атмосферного воздуха

13. ГОСТ 30775-2001 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Классификация, идентификация и кодирование отходов.

14. СНиП 21-01-97. Противопожарные нормы.

15. ГОСТ 12.4.154. Система стандартов безопасности труда. Устройства, экранирующие для защиты от электрических полей промышленной частоты. Общие технические требования, основные параметры и размеры

16. СНиП 23-05-95 "Естественное и искусственное освещение"

Графические материалы

- 1) Освещенность на рабочем месте
- 2) Пути эвакуации

Вывод к шестому разделу

Были рассмотрены различные чрезвычайные ситуации при работе на установке и поведение в них, а также правила работы с установкой в целях предотвращения несчастных случаев. В целях практической работы, был произведен расчет искусственной освещенности рабочей зоны, результатом которого является соответствие рассчитанного типа ламп ЛД.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе содержится анализ необходимых для понимания механизмов повышения трещиностойкости и функциональной прочности вакуумных ионно-плазменных износостойких покрытий на основе нитрида титана, в зависимости от легирования в поверхностные слои подложки различных элементов. На примере покрытий TiN, nc-TiN и TiAlN, нанесенных вакуумно-дуговым методом получены экспериментальные данные, по которым можно сделать следующие выводы:

- 1) Предварительно легированные образцы из твердого сплава ВК8 имеют различные физико-механические характеристики и элементный состав поверхностных слоев. Концентрация имплантированных элементов (Ti, Cr, Zr) не превышает 5 ат.% и отслеживается на глубине до 300 нм; предварительное легирование различными элементами, одного и того же материала подложки, изменяет его физико-механические свойства и влияет на формирование характеристик покрытия, получаемых вакуумно-дуговым методом
- 2) Наибольшие значения микротвердости поверхности образцов из сплава ВК8 было обнаружено после их азотирования и легирования Cr.
- 3) По данным наноиндентирования образцы имплантированные Ti и Cr имеют наибольшие значения модуля упругости и нанотвердости, что свидетельствует о высоком напряженном состоянии поверхностных слоев. Наихудшей адгезионной прочностью обладают покрытия TiN и nc-TiN.
- 4) Экспериментальные данные свидетельствуют, что адгезионная прочность пленок на подложках разного состава, тем выше, чем больше величина отношений величин H/E и H^3/E^2 .
- 5) Исходя из визуальных наблюдений, можно сделать вывод, что наихудшею адгезионную прочность имеют покрытия TiN и nc-TiN

осажденные в плазме дугового разряда на азотированную подложку твердого сплава.

- б) Использование в качестве легирующих элементов Ti и Cr, не привело к значительным улучшениям прочностных и физико-механических свойств исследуемых покрытий. Но явно продемонстрировало, что при выборе состава защитного покрытия следует внимательно подходить к выбору легирующего элемента подложки.

Список публикаций студента

1) Ильина А.С., Гончаренко И.М. Влияние легирующих элементов, имплантированных в поверхность подложки, на свойства вакуумно-дуговых нитридных покрытий: Материалы конференции МИКМУС-2015. – Москва 2015, –7 с.

2) Ilina, A. S. The influence of changes in the composition of substrate on the mechanical properties of coatings [Electronic resources] / A. S. Ilina, E. S. Parfenova, I. M. Goncharenko // Mechanical Engineering, Automation and Control Systems (MEACS): proceedings of the International Conference, Tomsk, 1-4 December, 2015 / National Research Tomsk Polytechnic University (TPU); Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE). — [S. l.]: IEEE, 2015. — [5 p.]. — Title screen. — Доступ по договору с организацией-держателем ресурса.

Режим доступа: <http://dx.doi.org/10.1109/MEACS.2015.7414949>.

3) Ильина А.С., Парфенова Е.С., Гончаренко И.М. Направленное изменение химического состава подложки для оптимизации свойств износостойких покрытий. Материалы к VI всероссийской конференции молодых ученых "Материаловедение, технологии и экология в третьем тысячелетии". – Томск 2016, 2012-2016 с.

4) Ильина А.С., Парфенова Е.С., Гончаренко И.М. Влияние предварительного легирования, подложки на свойства вакуумно-дуговых нитридных покрытий. – Известие высших учебных заведений. Физика. – Томск 2016.

Список литературы

- 1) Верещака А. С. Работоспособность режущего инструмента с износостойкими покрытиями / А. С. Верещака. – М.: Машиностроение, 1993. – 336 с.
- 2) Верещака, А. С. Режущие инструменты с износостойкими покрытиями / Верещака А. С., И. П. Третьяков. – М.: Машиностроение, 1986. – 192 с.
- 3) Табаков, В. П. Работоспособность режущего инструмента с износостойкими покрытиями на основе сложных нитридов и карбонитридов титана / В. П. Табаков. – Ульяновск: УлГТУ, 1998. – 123 с.
- 4) Андриевский, Р. А. Прочность тугоплавких соединений и материалов на их основе: Справочник / Р. А. Андриевский, И. И. Спивак. – Челябинск.: Металлургия, 1989. – 368 с.
- 5) Зубарев, П. В. Жаропрочность фаз внедрения / П. В. Зубарев. – М.: Металлургия, 1985. – 102 с.
- 6) Гольдшмидт, Х. Дж. Сплавы внедрения: пер. с англ. Т. 1. / Х. Дж. Гольдшмидт. – М.: Мир, 1971. – 386 с.
- 7) Самсонов, Г. В. Тугоплавкие соединения: справочник / Г.В. Самсонов, И. М. Веницкий. – М.: Металлургия, 1976. – 560 с.
- 8) Андриевский, Р. А. Фазы внедрения / Р. А. Андриевский, Я. С. Уманский. – Главная редакция физико-математической литературы изд-ва «Наука», 1977. – 240 с.
- 9) Хокинг, М. Металлические и керамические покрытия: получение, свойства и применение: пер. с англ / М. Хокинг, В. Васантасри, П. Сидки. – М.: Мир, 2000. – 518 с.
- 10) Hollech, H. J. Vac. Sci. and Technol.. – 1986. – №6. – P. 2661.
- 11) Усова, В. Л. О влиянии атомного строения вещества на коэффициент трения / В. Л. Усова, В. Ф. Моисеев // Вестник машиностроения. – 2001. – №6. – С.23 – 24.

- 12) Верещака, А. С. Физические основы процесса резания и изнашивания режущего инструмента с износостойкими покрытиями: учебное пособие / А. С. Верещака, В. П. Табаков. – Ульяновск: УлГТУ, 1998. – 144 с.
- 13) Штремель, М. А. Прочность сплавов. Часть II. Деформация: учебник для вузов / М. А. Штремель. – М.: МИСИС, 1999. – 527 с.
- 14) Анциферов, В. Н. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: учебник для вузов / В. Н. Анциферов, Г. В. Бобров, Л. К. Дружинин. – М.: Металлургия, 1987. – 792 с.
- 15) Чихранов, А. В. Исследование влияния технологических параметров нанесения покрытий на основе нитрида титана и кремния на его свойства // Тезисы докладов XXXVIII научно-технической конференции УлГТУ «Вузовская наука в современных условиях» (26 января – 1 февраля 2004 года). Часть 1. – Ульяновск: УлГТУ, 2004. – С. 44.
- 16) Мовчан, Б. А. Композиционные материалы, получаемые осаждением из паровой фазы в вакууме / Б. А. Мовчан // Физика и химия обработки материалов. – 1990. – №5. – С. 108 – 117.
- 17) Ильинский, А. И. Структура и прочность слоистых и дисперсионно упрочненных пленок / А. И. Ильинский. – М.: Металлургия, 1986. – 143 с.
- 18) Барвинок, В. А. Управление напряженным состоянием и свойства плазменных покрытий / В. А. Барвинок. – М.: Машиностроение, 1990. – 384 с. 247
- 19) Повышение эффективности применения лезвийных инструментов путем совершенствования технологического процесса нанесения износостойких покрытий: отчет о НИР / рук. В. П. Табаков. – Ульяновск, 1990. – 125 с.
- 20) Тушинский, Л. И. Исследование структуры и физико-механических свойств покрытий / Л. И. Тушинский, А. В. Плохов. – Новосибирск: Наука, 1986. – 200 с.

- 21) Палатник, Л. С. Механизмы образования и субструктура конденсированных пленок / Л. С. Палатник, М. Я. Фукс, В. М. Косевич. – М.: Наука, 1972. – 320 с.
- 22) Технология тонких пленок / Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Т. 2. – М.: Сов. радио, 1977. – 768 с.
- 23) Jacobson, B. E. Microstructure of PVD-Deposited Films Characterised by Transmission Electron Microscopy / B. E. Jacobson / Films and Coating for Technology. – Sweden: CEI Course, 1981. – P. 691 – 703.
- 24) Thornton, J. A. Coating deposition by Sputtering / J. A. Thornton // Films and Coating for Technology. – Sweden: CEI Course, 1981. – P. 568 – 577.
- 25) Абдулин И.Ш., Ибрагимов, Г.Н. и др. Установка для ВЧ – плазменной обработки. Тез. докладов VI конф. по физике газового разряда. Казань, 23 – 24 июня 1992, ч. 2, с. 117 - 118.
- 26) Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н. Химико – термическая обработка металлов. М.: Металлургия, 1985, 256с.
- 27) Локтев Д. Наноструктурные покрытия высокопроизводительного инструмента. «Стружка» №2, 2004г.
- 28) Stone G.W., Ellis S.G., Cox D.A. et al. A polymer-based, paclitaxel-eluting stent in patients with coronary artery disease // N Engl J Med. – 2004. – Vol. 350. – P. 221-231.
- 29) Zhitomirsky V.N., Grimberg I., Joseph M.C., Boxman R.L., Weiss B.Z., Matthews A., Goldsmith Vacuum arc deposition of metal/ceramic coatings on polymer substrates // Surface and Coating Technology, 1998, V.108-109, P.160-165.
- 30) Патент РФ №1598757 А1. Зарегистр. в Госреестре 16.11.93г. Чесноков С.М. Широкоапертурный источник ионов.
- 31) S. Veprek, P. Nesladek, A. Neiderhofer, F. Glatz, M. Jilek, M. Sima, Surface and Coating Technology 108-109 (1998) 138.

- 32) Дороднов А.М., Петросов В.А. О физических принципах и типах вакуумных технологических плазменных устройств // ЖТФ.-1981.-Т. 51, вып. 3.-С. 504-524.
- 33) Патент № 2173911, С 2, Н 01, J 36/32, 37/36, С 23С 14/02, Н 05, Н 1/02. Получение электродуговой плазмы в криволинейном плазмоведе и нанесение покрытия на подложку/ Додонов А.И, Башков В.М./ Заявлено 04.04.1997 // БИ 2001.
- 34) Бриггс Д., Сих М.П. Анализ поверхности методами Оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. // М.: Мир. -1987. - 598с.
- 35) Riester L., Bell T.J., Fischer'Cripps A.C. Analysis of depth sensing indentation tests with a Knoop indenter //J. Mater. Res. 2001. № 6. P. 1660 – 1665.
- 36) Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов / М.: Наука. -1976.-231 с.
- 37) Маника И.П., Маникс Я.Е., Муктепавел Ф.О. Определение микротвердости тонких пленок и покрытий / Саласпилс.-1990.-39с.
- 38) С.В. Андреев, Е.В. Петрюк-Пугачев, К.А. Ефимов. Разработка инновационного нанотвердомера. – Санкт-Петербургский Государственный Университет Информационных Технологий Механики и Оптики.
- 39) Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments//J. Mater. Res. – 1992.– Vol. 7, No. 6. – P. 1564-1583.
- 40) Oliver W., Pharr G. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology//J. Mater. Res. – 2004. – Vol. 19, № 1. – P. 3-20.
- 41) Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П., Мамека Н.А. Связь прочностных характеристик материалов с показателями автоматического индентирования // Методы анализа и испытаний материалов. Материаловедение. –2007. – С. 26-31.

42) Толмачёва Г.Н., Куприн А.С. Применение метода наноиндентирования для исследования механических свойств сверхтвёрдых покрытий на основе нитрида титана //ФИП, 2011, т. 9, № 2, – Р. 157–163.

Приложение А

(обязательное)

Раздел 3,4

ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА СВОЙСТВА
МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ТВЕРДОГО СПЛАВА ВК8
ГЛАВА 4. МОРФОЛОГИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ TiN, nc-TiN И TiAlN

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4АМ41	Булдакова Александра Сергеевна		

Консультант – лингвист кафедры ИЯФТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ст. преподаватель	Ажель Ю.П.			

CHAPTER 3. THE EFFECT OF ALLOYING ELEMENTS ON THE PROPERTIES OF THE MODIFIED SAMPLES OF SOLID ALLOY VK8

In this section of the thesis the modes of obtaining wear-resistant coatings on the pre-doped substrates made of tool alloy are considered. Detailed steps and process parameters are described. In the beginning of the Chapter, the information about the characteristics of the pre-doping processes and the comparison of the results of surface changing physicochemical properties of the same material before applying the wear-resistant functional coatings is presented. Following are the parameters of the technological processes that took place during the formation of the nitride coatings that differ in composition. To conclude this section a comparison of the parametric characteristics of the obtained samples with coatings after the combined 2-stage processing and presents experimental data on the basic physico-mechanical properties of the experimental surfaces is given.

3.1 Implantation of instrumental alloy VK8 surface with high-energy ions in gas discharge plasma

3.1.1. Features of implantation processes of experimental substrates with ion beams in vacuum

Implantation of ions of titanium (Ti), chromium (Cr) and zirconium (Zr) in the surface layers of specimens of alloy VK8 was performed using a vacuum-arc pulse-frequency ion source "Diana -2", the particular construction of which is described in detail in the second section of this thesis. Processing modes of the sample surface by ion implantation are given in table 3.1.1.

Table 3.1.1 Parameters of the process of implantation

Cathode materials	Chrome, Titan, Zirconium
Current of ions in an impulse	200 mA
Energy of ions	40 keV
Pulse frequency	30 s ⁻¹
Pulse duration	250 mcs
Dose	10 ¹⁸ ion/sm ²
Diameter of an ionic bunch on a target with samples	300 mm

3.1.2. Stages and parameters of experimental sample surface doping in the low temperature plasma of nitrogen

Nitration of hard alloy VK-8 in plasma of arc low-pressure discharge was carried out at the plasma generator “PINK” (plasma source with the incandescent cathode).

The block diagram of the experimental setup is shown in figure 3.1.2.1. Water-cooled camera housing (1) (the walls of the chamber are the anode) is made of stainless steel. Working volume of the chamber has a size of $\sim 0.2 \text{ m}^3$. The volume of the pumping chamber is turbomolecular pump TMN-500 with capacity of 500 l/s. Electric arc evaporator (2) is located on the side flange of the camera, and therefore, the products of cathode erosion, when isotopically scattering, are directed perpendicular to the surface of condensation. The gas supply to the working space of the vacuum chamber is fulfilled with precision using the two-channel automatic system inlet working gas in the discharge cavity of plasma generator (3), which is placed on the upper flange of the working chamber. Mainly two kinds of gas are used: argon and nitrogen. The samples (12) are placed on the Desk (10), rotation of which through the isolated from the chamber actuator provides a uniform distribution of condensing cover growth. For regulating the magnitude of the kinetic energy of the ions extracted from arc discharge volume plasma, the samples are supplied with fixed voltage of negative bias relative to the anode in the range from 20 to 1000 V.

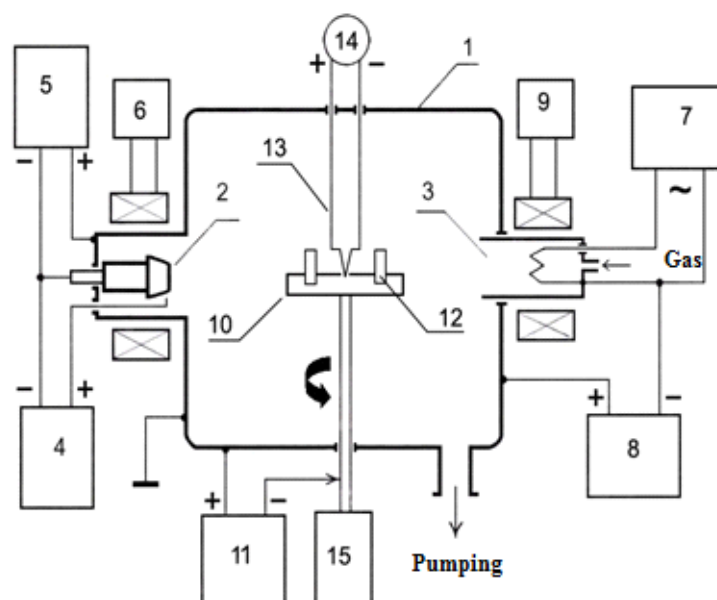


Figure 3.1.2.1 Block diagram of the experimental setup: 1 – water cooled body of the vacuum chamber; 2 – arc evaporator of metals; 3 – plasma generator "PINK" – source low-temperature gas plasma; 4 – power source of the ignition of the arc discharge evaporator; 5 – power source of arc discharge of evaporator VD-200; 6 – power supply coils a longitudinal magnetic field; 7 – power supply to the filament of tungsten cathode of a plasma generator "PINK"; 8 – the power source of arc discharge of a plasma generator "PINK" VD-200; 9 – power supply coils a longitudinal magnetic field of the plasma generator "PINK"; 10 – rotating Desk; 11 – source bias voltage desktop; 12 – specimen; 13 – thermocouple; 14 – unit check the temperature of the samples; 15 is insulated from the chamber, the actuator rotation of the working table.

Processing modes of the sample surface by nitriding are shown in table 3.1.2.1.

Table 3.1.2.1 Parameters of the nitriding process

Working pressure	0,2 – 0,4 Pa
Discharge current	70 A
Density of ionic current	3 mA/sm ²
Tension of the shift (Energy)	600 V
Temperature of samples	500 °C
Processing time	60 min

The entire coating process can be divided into three main stages: generation of plasma, transportation of plasma flow and increase of the applied layer.

At the initial stage heating and cleaning of the samples are performed by argon ions, accelerated in the layer of the uncompensated space charge produced from the gas arc discharge plasma around the workpiece, which is under negative

bias not exceeding -600 V, at the generator discharge of gas ions equals to 50A, the ion saturation current density $j = 1-2 \text{ mA/cm}^2$, and the pressure in the working chamber of the order of $10^{-3} \text{ mm Hg.St.}$ For purification argon is chosen as inert gas because of its relatively large atomic mass. An increase in the magnitude of the negative bias above 600 V may lead to etching of the polished surface due to the cathode sputtering. The first phase of treatment lasts 20-30 minutes and ends at the moment, when the sample reaches a temperature of $\sim 300^\circ\text{C}$. After ion cleaning and heating, there is a formation stage of the intermediate (damping the gradients of material properties of substrate and coating) layer with a thickness of a few tenths of a micrometer produced by sputtering of electric arc evaporator cathode material in the gas-discharge plasma of inert argon. This procedure can last several minutes. After formation of sublayer without turning off the electric-arc metal vaporizer, the argon is exchanged for reactive nitrogen and all the equipment parameters are set on the values needed for optimum performance of the coating in the gas delivery system. The main parameters of the phase plasma-assisted deposition of nitride in the coating are in the following ranges: discharge current of arc evaporator – 20-100 A, discharge current of the plasma generator – 5-20 A; negative offset –100-500 V, the pressure in the chamber – $1 \cdot 10^{-3} \text{ } 4 \cdot 10^{-3} \text{ mm Hg.St.}$ The temperature of the samples is – $100-300^\circ\text{C}$; the time of sputtering is 10-300 min. The coating growth rate depends on the discharge current and a negative bias potential, but does not exceed $\sim 2-3 \text{ }\mu\text{m/h}$. After the process completion, the gas supply is off, and the cooling is in vacuum during the operation of the vacuum pump system for $\sim 60-90$ minutes.

3.1.3. Depth and chemical composition of the doped layers of VK8 alloy after ion treatment

After pre-alloying of the alloy VK8 with different elements, the compositions of surface layers have been studied using electron OGA spectroscopy. The obtained results are presented in Table 3.1.3.1.

Table 3.1.3.1 Chemical composition on the surface of the substrate VK8 depending on the alloying elements

Rigime	% on the surface	The common depth of diffusive layer, nm	The distribution of substrate elements on the surface, %			
			C	W	Co	O
Original	0	-	49.3	31.5	7.3	11.9
N	18.2	150	33.9	33.1	6.8	8
Ti	3.6	260	43.7	27.6	6.5	18.6
Cr	2.8	340	41.8	34.1	4.6	16.7

Distribution profiles of the concentrations of elemental microanalysis in the surface and subsurface layers of the initial samples of solid alloy VK-8 (Figure 3.1.3.1) after the nitriding process (Figure 3.1.3.2) and after surface modification the samples of Ti ion beam (Figure 3.1.3.3), Cr (Figure 3.1.3.4) have been obtained.

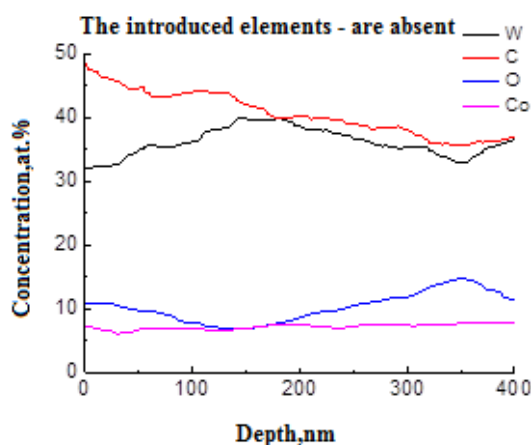


Figure 3.1.3.1 Distribution profiles of the concentration of major elements in surface layers of hard alloy VK8 without modifications

On the surface of the initial sample (Figure 3.1.3.1), made of hard alloy, the elements of carbon (C) and tungsten (W), 49.3 at% and 31.5 at% dominate. These elements are the main components of tungsten carbide (WC), but at the depth of over 200 nm the concentrations of carbon are held at about 35-40at%. The concentration of cobalt (Co) remains unchanged and retains its value of about 8at%. Also the alloy composition contains oxygen (O₂), which concentration ranges from 8 to 12at%.

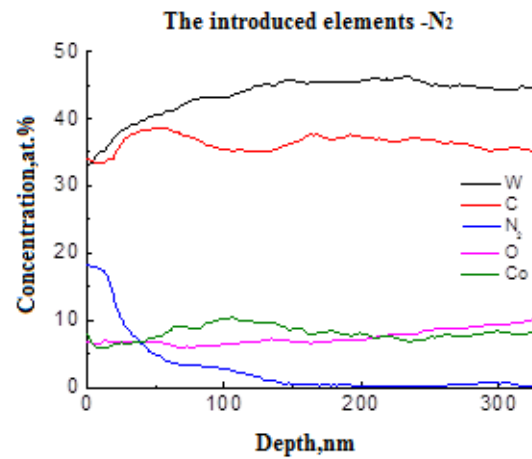


Figure 3.1.3.2 Distribution profiles of the concentration of major elements in surface layers of hard alloy VK8 after nitriding

Having been nitrided, a sample of hard alloy at the depth of 10 nm has the highest concentration of 18.2 at % nitrogen (N_2) (Figure 3.1.3.2), that then decreases exponentially. The contents of cobalt, tungsten and oxygen have approximately the same values as the original sample. However, due to introducing nitrogen atoms in the surface layers, the concentration of carbon is decreased significantly. This is thanks to the partial displacement of carbon from the cobalt binder.

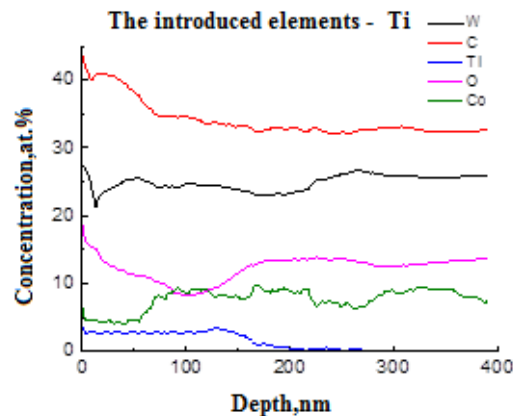


Figure 3.1.3.3 Distribution profiles of the concentration of major elements in surface layers of hard alloy VK8 after ion implantation with (Ti)

Figure 3.1.3.3 shows the distribution profiles of the main elements after ion implantation of Ti. It is seen that in comparison with the initial sample of solid alloy VK8 without pre-modification (Figure 3.1.3.1), tungsten has undergone the greatest change, its concentration in surface area has decreased from 27.6 at% to

21.8 at%. The titanium content in the surface layers is 3.6 at% up to the depth of 150 nm. As for oxygen concentration, the surface concentration is slightly higher at 18.6 at%, perhaps this is due to the formation of surface oxides.

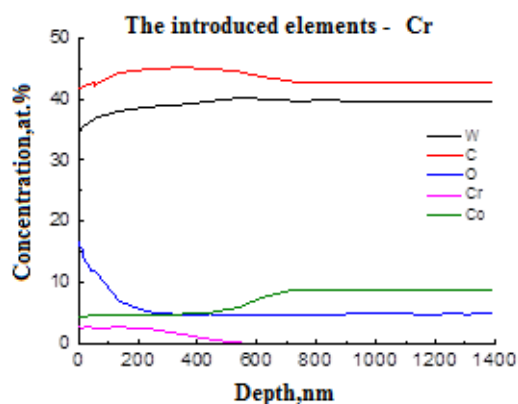


Figure 3.1.3.4 Distribution profiles of the concentration of major elements in surface layers of hard alloy VK8 after ion implantation with Cr)

Ion implantation of chromium (Figure 3.1.3.4) affected to a greater extent the carbon content in the surface layer up to the depth of 150 nm. The chromium content in the surface layers does not exceed 3 at% and starts gradual decrease from the depths of 200 nm to 500 nm. The depth is quite great for ion implantation, which is the evidence of high energy of ions implanted into the surface. We can assume that the ion implantation promoted the formation of nanostructured surface layer with the depth up to 400 nm due to the formation of vacancies and dislocations. But this assumption should be confirmed by structural analysis using transmission electron microscopy.

Identification of the concentration distribution of zirconium ions in the surface layers of a sample of solid alloy VK8 implanted Zr using electron spectroscopy failed. Therefore, for analysis it is required to conduct additional studies using other methods of phase and structural investigations of the surface layers.

3.2.2. The results of studying parametric and physico-mechanical properties of the surface of the initial hard alloy VK8 and doped layers

One of the most important physico-mechanical characteristics of the surface layers, thin films and coatings is microhardness. The method of

microindentation provides a non-destructive character and locality research, shows high sensitivity to changes in the structure and composition of the surface layers.

Wear resistant coatings used for cutting tools are to have low abrasion and high fatigue strength and resistance to deformation and fracture. According to the classical abrasion wear theory, low abrasive wear is usually associated with high hardness, while high fatigue strength corresponds to large values of Young's modulus E (elasticity). In practice the hardness of the material H is usually measured, which, however, is an independent characteristic, and is associated with elastic and plastic material properties.

For most materials of high hardness are characterized by a large value of the modulus of elasticity E , therefore, such materials are fragile. Such materials in the measurement of the microhardness with increasing load have fuzzy imprint of the diamond pyramid, with spalling on the contour of (Figure 3.2.2.1).

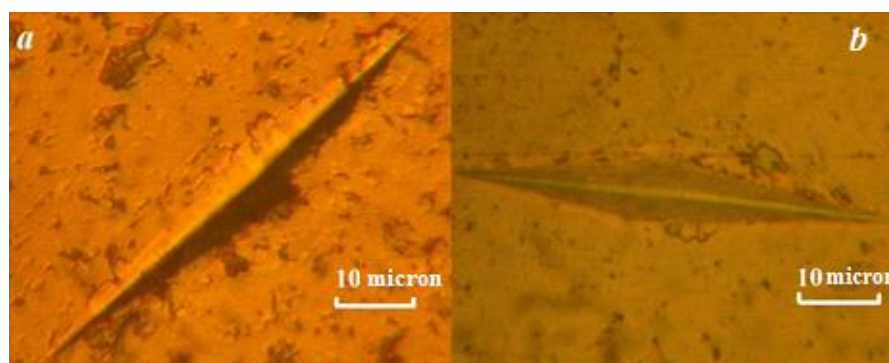


Figure 3.2.2.1 the Imprint of the diamond pyramid Knope on the source hard alloy VK8 with a load of 100 grams and without splits; b – spalling

In the work the Knope method was chosen to determine the values of microhardness and modulus of elasticity. Microhardness testing of prepared samples of solid alloy VK8 was carried out under the load of 20g (≈ 0.2 N), 50g (≈ 0.5 N), 100g (≈ 1 W), 200g (≈ 2 N) and 500g (≈ 5 N), with the use of the Knope pyramid (Figure 3.2.2.1).

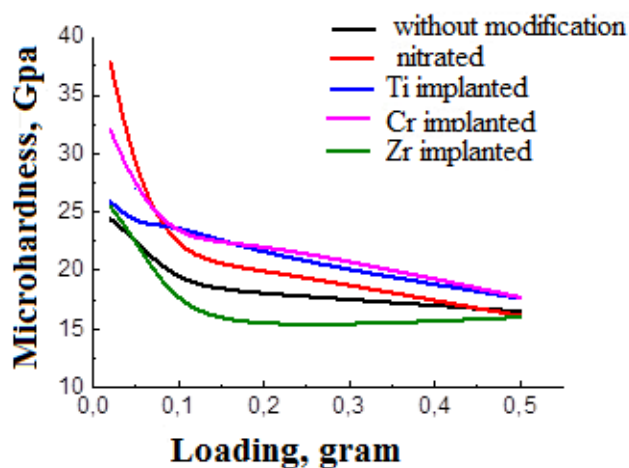


Figure 3.2.2.1 Curves of distribution of microhardness on load

The sample after nitriding from 27 to 37 GPA has maximum microhardness under the loads of 20 and 50 grams. Also a sample implanted with chromium (Cr) from 23 to 34 GPA shows high hardness under low loads. Samples implanted with titanium and zirconium do not have high microhardness at low load in contrast to the nitrated and implanted with chromium samples, and do not much differ from the microhardness of the initial sample without prior modification. But at low load, the increase in microhardness occurs in the initial sample. Since, at low loads of 20-50 g, the imprint of the diamond indenter can fit on a tungsten carbide grain, then the value of microhardness will be too high, and, as seen at the load of 20 grams, the original sample without prior modification has microhardness approximately corresponding to the microhardness of tungsten carbide of about 22 GPA. Therefore, we can conclude that the implantation of titanium and zirconium leads to slight increase in microhardness by 2-3 GPA in the surface layers at a shallow depth.

With the loads of 100 grams and more, the situation is completely different. The samples implanted with Cr and Ti had the highest microhardness. The samples implanted with Zirconia showed the lowest hardness (~15GPa). As for the nitrated sample, its microhardness higher than the microhardness of the initial sample is due to high concentration of nitrogen, which creates a defect structure in the surface layers having a higher hardness.

I should be noted that with the increasing workload tests the hardness of all the modified samples is reduced. This is understandable – with the depth of penetration of the indenter into the modified surface, where the increase is strongly influenced by the structure of the original alloy having a hardness of ~16.5 GPa. This is due to minor differences of microhardness at the load of 500 grams in all samples, regardless of surface modification.

Curves of microhardness distribution depending on the depth of penetration are shown in Figure 3.2.2.2.

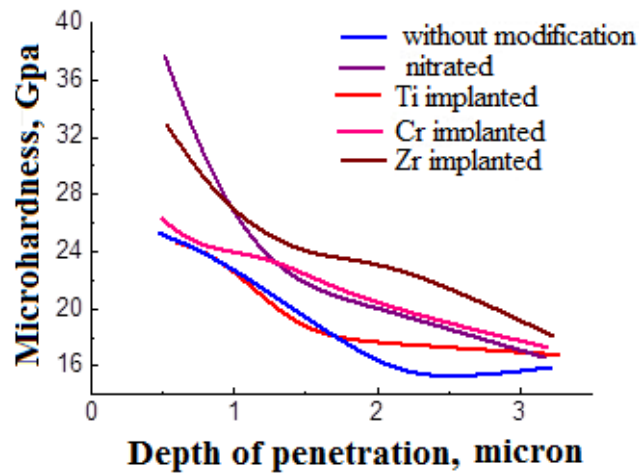


Figure 3.2.2.2 distribution Curves of microhardness from the depth of penetration

When changing the penetration depth in the range of $h = 1-3$ micron, coating hardness H depending on the model has a value from 14 to 28 GPa. With increasing the depth, the value of microhardness for all cases decreases. When the penetration depth is > 1.5 micron, a monotonous decrease in hardness is observed. It is seen that the sample after nitriding from 27 to 38 GPa has maximum hardness at the penetration depth of 0.5-1 microns. Such a high microhardness indicates probably the hardening of the cobalt binder at high concentration of nitrogen in the surface areas, which does not contradict the results of the electronic spectroscopy.

The adhesion strength of the coating to the substrate is greatly influenced by the modulus of elasticity (Young's modulus) of the coating, which in turn has a great influence on the modulus of elasticity of the substrate. For determining the

elastic modulus of the modified samples a dynamic method of Oliver-Phar (in the measurement of another date) was used.

The results obtained during the measurement of nanohardness with a load of 10 mN are shown in Table 3.2.2.1. The highest value of nanohardness belongs to the samples implanted with Zr, whereas the lowest one – to the initial nitrided and implanted with Cr samples. The values of the modulus of elasticity differ greatly. The lowest value of modulus of elasticity are nitrided samples (table 3.2.2.1), and the highest value was observed in samples implanted with titanium.

Pre-alloying of the surface layer of hard alloy VK8 affects the redistribution of basic elements, especially carbon (table 3.1.3.1). Apparently, this circumstance has led to changes in the properties of the substrate observed in Table 3.2.2.1.

Table 3.2.2.1 Value of nanohardness and Young's modulus

Rigime	Nanohardness, GPA	Young's modulus (E), GPa
Original	21	602
N	21.4	372
Ti	33.6	645
Cr	21.2	577
Zr	39.4	577

Thickness of coatings was determined by the results of optical measuring the geometrical parameters of the abrasive wear hole (Figure 3.2.2.3) obtained from a rotating sphere using an instrument Calotest CSEM. The results are presented in Table 3.2.2.2.

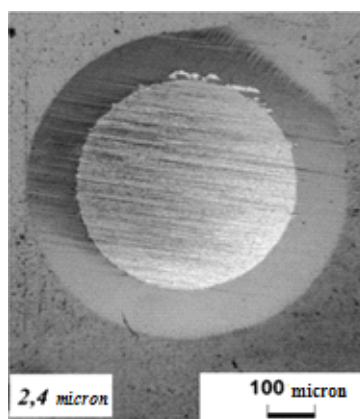


Figure 3.2.2.3 appearance of the sample surface with the crater wear obtained by the method calotest. Film – TiAlN coating, the substrate is a hard alloy VK8

Table 3.2.2.2 thickness Value depending on the type of coating

Coating	Thickness, micron
TiN	2,5
nc-TiN	2,3
TiAlN	2,4

3.1.4 The evolution of the hardness of VK8 alloy surface layers after ion treatment

As surfaces with different physical-mechanical characteristics have been obtained as the result of alloying with different elements on the basis of the same substrate material, we can conclude that depending on the implemented element, there is a change in the content of the items included in the composition of the substrate. The concentration of implanted elements (Ti, Cr, Zr) does not exceed 5 at% and is monitored at the depth of 300 nm.

Pre-alloying of the same substrate material using various elements leads to changing its physical and mechanical properties and affects the formation of the coating characteristics obtained using vacuum arc method.

Thanks to the pre-nitriding of the surface, the microhardness has a maximum value at minimum load.

At the next stage the dependence of physical-mechanical properties of each coating having the same composition obtained by vacuum arc method while sputtering simultaneously on 5 substrates with different properties in one tab will be demonstrated. The results of these studies are presented in the next Chapter.

3.2. Formation of wear-resistant nitride films on doped substrates

3.2.1. The main stages and the process parameters of vacuum-arc processes in the formation of coatings of multicomponent systems based on titanium

After the first stage of processing of the experimental samples made of alloy VK8, the modified surfaces with different hardness and chemical

composition, on which the nitride coatings were deposited by vacuum arc method, have been obtained. As coating materials the system TiN, nc-TiN with additions of copper and TiAlN were selected.

The coating was applied by cathode vacuum arc sputtering in a nitrogen atmosphere at the upgraded installation NNV-6.6-I1 equipped with a system for forming separated curvilinear flow of erosion plasma of a vacuum arc. As the evaporator cathodes the titanium and composite materials Ti_{0.88}Cu_{0.12} and Ti_{0.5}Al_{0.5} obtained by the technology of vacuum high temperature sintering the pressed powder masses (a dispersity of less than 100 microns) were variably used. The porosity of the arc evaporator electrodes did not exceed 8%.

The samples were mounted in the centre of the working chamber in a special holder, near the exhaust flange of the curved plasma duct. The samples were not rotated during the whole treatment (figure 3.2.1.1).



Figure 3.2.1.1 the Location of the samples in the installation

Main stages of coating deposition:

1. Cleaning and heating of the sample in argon plasma conducted in two phases:

- When the pressure of pure argon $P_{Ar} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ mm.hg.st. article, the discharge current of the plasma generator $I_p = 50$ A; without supplying the bias $U_b = 0$ V with a duration of 20 minutes.

- At a pressure of mixture of gases $P_{Ar}+P_P = 2,2 \cdot 10^{-3}$ mm.hg.st article, the discharge current of the plasma generator $I_P = 10$ A; offset pulse-frequency $U_b = 140$ V, 40 kHz, 50% with a duration of 5 minutes.

2. Condensation of resistant coating.

The first five minutes of coating deposition were during the filing of the offset (parameters are the same when cleaning the second stage). All subsequent time the film was formed without the filing offset.

The pressure of gases mixture of $P_{Ar}+P_P = 2,2 \cdot 10^{-3}$ mm.ht.st article (before turning on the evaporator), the discharge current of plasma generator $I_P = 10$ A; bias $U_b = 0$ V (the first five minutes of pulse-frequency $U_b = 140$ V, 40 kHz, 50%). The discharge current of the evaporator is 50A. Supply current of the plasma duct solenoid from the welding rectifier 50A. The voltage on the body of the plasma duct is 24 V at a current of ~28-30 A.

3. Cooling.

After turning the discharges and the filing of the mixture of working gases off, the limit pressure in the chamber were in the range of $2-6 \cdot 10^{-5}$ mm.ht.st. Further argon was added and gradual cooling in gas-discharge plasma of inert gas with the following parameters: $P_{Ar} = 2,5 \cdot 10^{-3}$ mm.ht.st was carried out. The discharge current of the plasma generator $I_P = 50$ A; without supplying the bias $U_b=0$ V. Every 5-10 minutes the discharge current was reduced by 10 A. After 40 minutes, the discharge was turned off. Cooling of the samples occurred at a residual pressure of $2-6 \cdot 10^{-5}$ mm hg.st during pumping by high vacuum pump for 1 hour. After the shutter had been closed, the cooling continued in vacuum for further 1 hour. Thus, the total cooling time before removal of specimens from the chamber shall not be less than 2 hours and 40 minutes. Total cooling time before removal of specimens from the chamber shall not be less than 2 hours and 40 minutes.

3.1.4. The evolution of the hardness of the VK8 alloy surface layers after coating

As result of applying the coatings, experimental processes of synthesis of nitride coatings based on Ti and Al were investigated. The same options of

technological regimes, parameters to produce a coating on the treated surface of the alloy VK8 were worked out.

In the next Chapter the morphology and physical-mechanical characteristics of the coatings obtained from the basic process parameters of the electric arc deposition with the use of a curved plasma duct and preliminary electron-beam treatment of the surface of the substrate will be examined.

CHAPTER 4. MORPHOLOGY AND PHYSICAL-MECHANICAL CHARACTERISTICS OF THE EXPERIMENTAL TiN, nc-TiN AND TiAlN COATINGS

4.1 The surface morphology of the samples with TiN, nc-TiN and TiAlN coatings

One of the main characteristics of the coatings are their adhesive properties, which with the use of modern equipment can be described by a number of parameters - friction force and coefficient of friction, force of adhesion to the substrate, the magnitudes of acoustic emission. The value of the last parameter allows us to accurately determine the position of the cracks in the scratch, as well as the beginning of various stages of destruction. It becomes especially important, when the analyzed coatings have small thickness, and the width of the scratch is difficult to measure without the involvement of the precision methods.

After applying the coatings with different compositions (Figure 4.1.1-4.1.3), the next feature of these coatings on the substrates pre-doped with different elements was found. It was visually observed that on a number of substrates there is a coating spalling.

In particular, for TiN coating it is seen that the destruction has occurred on the samples after pre-nitriding. During the implantation of Cr, Ti, the coating came partially off. While on the sample without modification the coating visually is steady, as well as on the samples with implanted Zr.

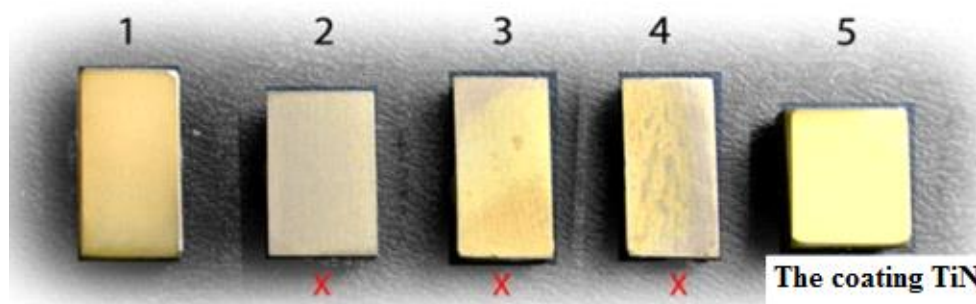


Figure 4.1.1 surface appearance of the obtained coatings: 1 - without modification; 2-is nitrided; 3 - implanted Ti; 4 - implanted Cr; 5-implanted Zr. (A red cross marked without coating)

For other composition of nc-TiN coatings obtained from the cathode containing Cu, strong exfoliation is observed on the pre-nitrided samples, the remaining samples are without destruction.

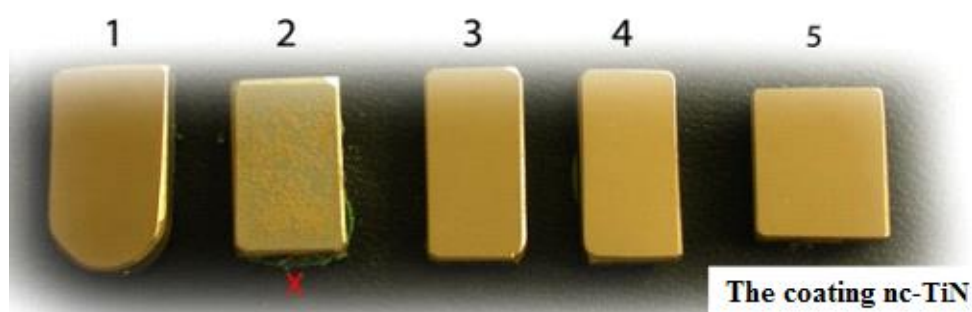


Figure 4.1.2 surface appearance of the obtained coatings: 1 - without modification; 2-is nitrided; 3 - implanted Ti; 4 - implanted Cr; 5-implanted Zr. (A red cross marked without coating)

For TiAlN coating, all specimens are externally without any cracks or splits. Thus, despite the fact that the substrates were processed in the same way, under the same conditions, durability varies depending on the composition of the coating.

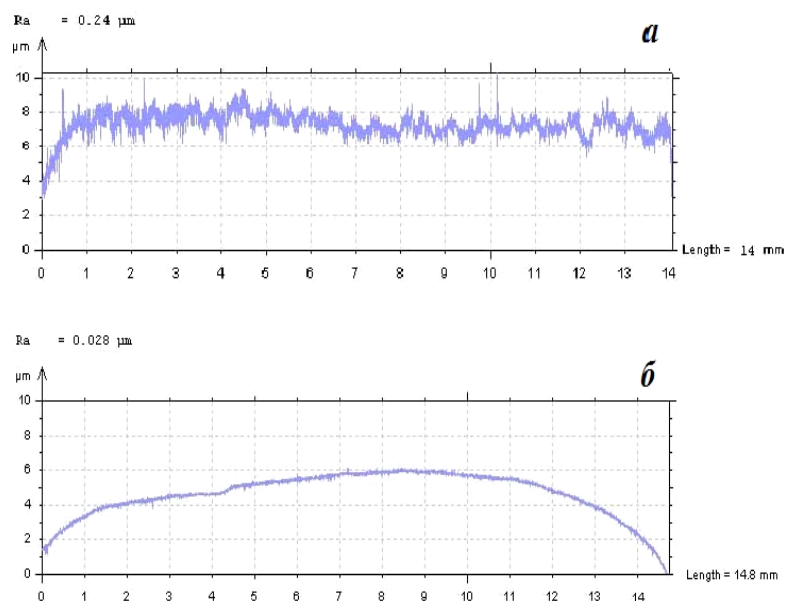


Figure 4.1.4 Surface after deposition of the TiN arc discharge and without filtration of particulates; b - c filtering of particulates

Coatings, obtained by standard arc evaporator spraying without using a curved plasma duct, have pores (Figure 4.1.4 a). Roughness measurements have shown that it increases significantly, and in this case, the values of the parameter Ra can exceed 10 times compared to the original surface.

While using a plasma filter (Fig.4.1.4 b), the size of asperities is very similar to the topography of the substrate (0,028 μm) and does not change the geometry of the surface with high cleanliness class. As the result of curved plasma duct application, the formation of a smooth uniform surface with minimum number of droplet fraction is observed.

Despite the fact that during the spraying process part of the total volume of plasma flow is cut off by the filter due to the removal of particulates from the surface condensation, the growth rate of the functional coating film significantly surpasses this parameter in case of using a traditional source.

To obtain the adhesion characteristics of the coatings each sample was subjected to a scratch test, the results of which are given in the next section.

4.2 Testing adhesion strength of coatings using the scratch test

Adhesion properties are important coating characteristics. They can be described by a number of parameters - friction force and coefficient of friction, adhesion force to the substrate, the magnitudes of acoustic emission. The values of the last parameter allow determining the position of the scratch, as well as the beginning of various stages of destruction. It becomes especially important when the analyzed coatings have small thickness and the width of the scratch is difficult to measure without the involvement of the precision methods.

In some cases the produced coating has poor adhesion, so that it is impossible to describe and measure none of the above option. So for example, from Fig.4.1.1-4.1.2 it is seen that the TiN, nc-TiN coatings have poor adhesion to the substrate on the nitrided sample.

For the qualitative determination of adhesion strength of the coating to various modified substrates a scratch test (figure 4.2.1-4.2.9) was carried out, the results of which were used to construct curves of the dependence of acoustic emission on the strength of normal loading. The scratch test was performed using the CSEM Instruments Micro-Scratch Tester with increasing load on the basis of 10 mm from 0.1 to 20 N on Rockwell diamond indenter with radius of 20 μm with a loading rate of 20 N/min. Acoustic emission and friction force of the indenter were measured. Experimental curves of acoustic signals from the strain sensor installed on the indenter were constructed using the program Scratch Software v.2.6 and the Graph editor v Origin. 9.1.

The destruction of the Nc-TiN coating (Figure 4.2.1-4.2.4) of the nitrided substrate occurs immediately, so the results of the scratch test are not accurate data that is seen from Figure 4.1.2. The destruction of the coating in the initial sample without pre-modification and implanted Zr comes with 11N, the sample pre-implanted Ti coating is destroyed at 10,7 N, Cr implanted the first failure occurs at 5H.

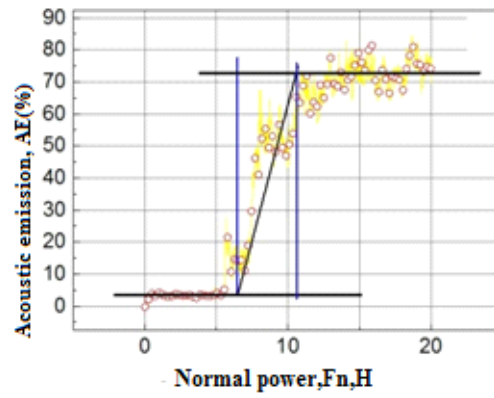


Figure 4.2.1 Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for nc-TiN coatings for the sample without pre-modification

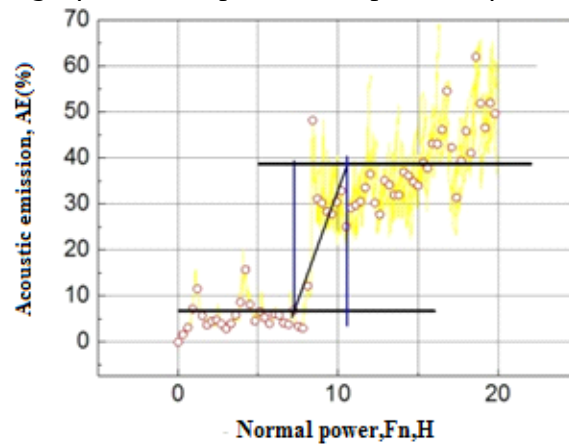


Figure 4.2.2 Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for nc-TiN coatings for the sample implanted Zr

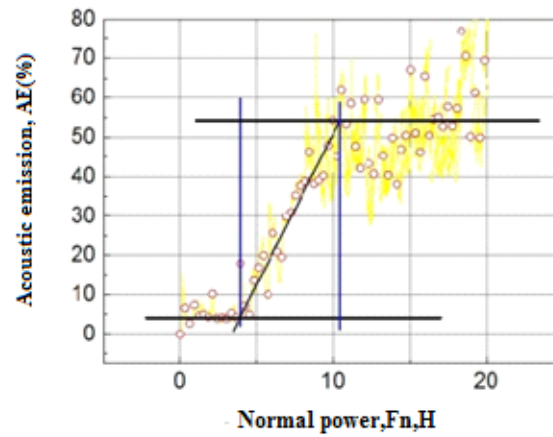


Figure 4.2.3 Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for nc-TiN coatings for the sample implanted with Ti

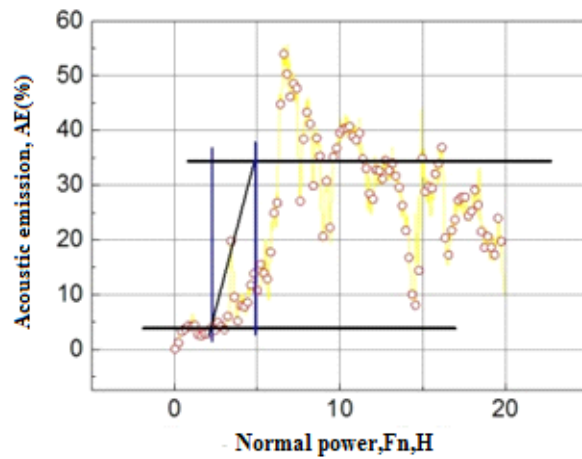


Figure 4.2.4 the Dependence of acoustic emission AE(%) on loading normal power for nc-TiN coatings for the sample implanted with Cr

The Table 4.2.1 presents the results of processing curves for nc-TiN coatings. The time of crossing the lower asymptote and the oblique portion of the curve of acoustic emission was taken as the beginning of the destruction. Complete destruction was recorded at the intersection of the inclined area and upper asymptote.

Table 4.2.1 the Results of processing curves of scratch tests for nc-TiN coating

Coating nc-TiN	Initial load, F_{n_i} , N	Final load, F_{n_t} , N	Curve inclination in the field of destruction, degree
For sample without pre modification	7	11	85,8
For sample implanted with Zr	5	11	78
For sample implanted with Ti	4	10,7	82,4
For sample implanted with Cr	2,5	5	85,1
For nitrided sample	0	0	0

Unlike the above two coatings TiN and nc-TiN, visual inspection of the coatings TiAlN hasn't revealed visible damage (Figure 4.1.3). During conducting the scratch test for TiAlN coating on the acoustic emission curves (Figure 4.2.5-4.2.9), one can observe that the destruction of the coating in the initial sample without pre-modification occurs at 16H, the coating of the sample pre-implanted with Ti is destroyed at 14N, implanted with Zr - at 10-11 N. The sample implanted

with Cr has first failure at 9H, a nitrided one - at 19N. Unlike the TiN and nc-TiN coatings, TiAlN coating was not destroyed and showed good hardness results during the modification of the substrate with nitrogen, fl(Table 4.3).

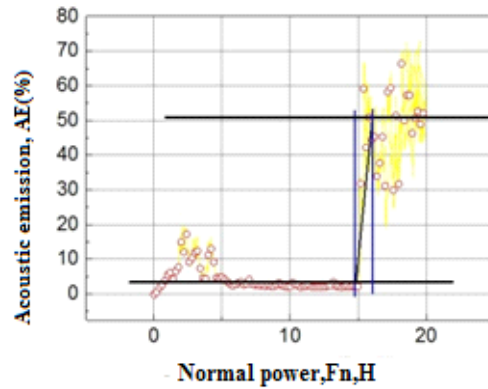


Figure 4.2.5 Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for the TiAlN coatings for the sample without pre-modification

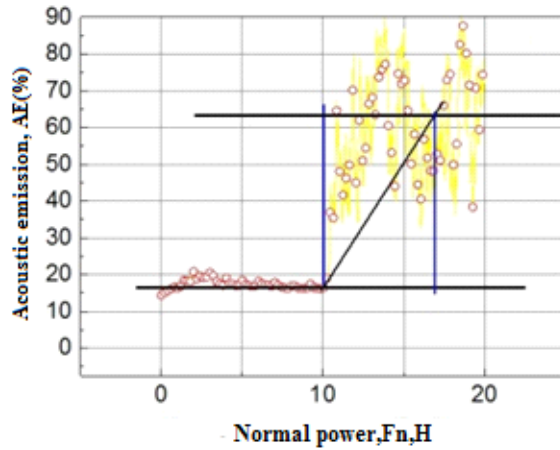


Figure 4.2.6 Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for the TiAlN coatings for sample implanted with Zr

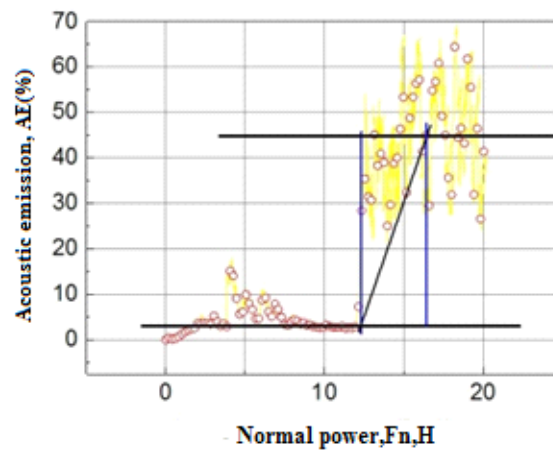


Figure 4.2.7 Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for the TiAlN coatings for the sample implanted with a Ti

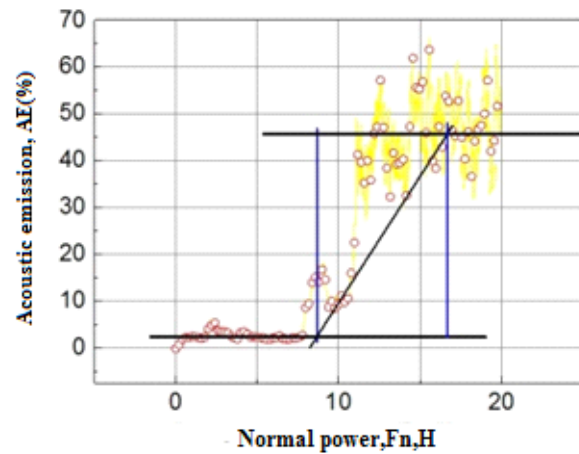


Figure 4.2.8 the Dependence of acoustic emission AE(%) on the loading under normal force for the TiAlN coatings for sample implanted with Cr

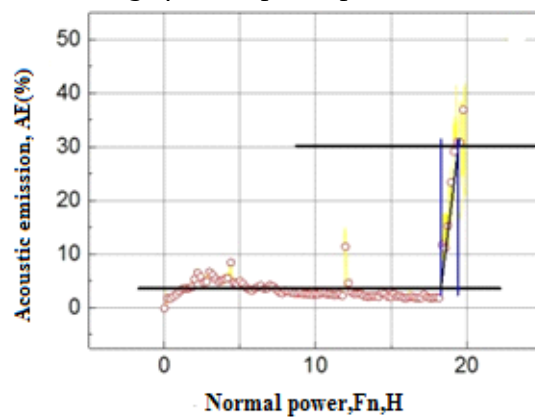


Figure 4.2.9 Dependence of acoustic emission AE(%) of on the loading under normal force for the TiAlN coatings for the nitrided sample

Table 4.2.2 presents the results of processing curves for TiAlN coatings.

Table 4.2.2. Results of processing curves of scratch tests for TiAlN coating

Coating TiAlN	Initial load, F_{n_i} , N	Final load, F_{n_f} , N	Curve inclination in the field of destruction, degree
For sample without pre modification	14,8	16	88,5
For sample implanted with Zr	10	10-11	89
For sample implanted with Ti	12	14	87,3
For sample implanted with Cr	8	9	88,7
For nitrided sample	18	19	87,9

From the presented diagrams (Figures 4.3.1 and 4.3.2 and Tables 4.3.1-4.3.2), one can see the influence of alloying element on the resistance of the

coating. For example, the greatest loading force occurs in the TiAlN coating on the pre-nitrided substrate, and the lowest one - in the nc-TiN coatings for the samples implanted with Cr.

The angle of the curve of acoustic emission on the magnitude of the increasing load at different modes of formation of the coating approaches to the value of 90 degrees, this suggests a weak coupling of the coating with the surface of the substrate and characterises adhesion failure of the material.

4.3 Physical and mechanical properties of coatings

Hardness is one of the first characteristics of physical and mechanical properties of the complex composite systems in solids. Modern methods of measuring the hardness allow you to get in addition to the hardness values of the modulus of elasticity (Young's), Poisson's ratio in different scale ranges (nano-, submicro-, micro-) and to analyze their variation with depth or along any of the directions depending on the task. In samples of solid alloy VK8 with a coating based on titanium nitride TiN, nc-TiN and TiAlN researches of physical-mechanical properties of composite layers using the methods of dynamic indentation in nanorange were carried out. The ratio of H/E is the elastic deformation of the destruction characterising the ability of a material to resist changes of size and shape during deformation. Another parameter H^3/E^2 characterises the fracture toughness of the coating. The higher the numerical values of these parameters, the higher the strength at the interface "substrate-coating".

Elastic-plastic properties of the surface samples with coatings were determined by us from the analysis of the corresponding diagrams "load-displacement" (Table 4.3).

Table 4.3 Significance of main characteristics of the obtained coatings

Coating	Property	Original	N	Ti	Cr	Zr
TiN	H (GPa)	26	x	x	x	28
	E(GPa)	591	x	x	x	549
	H/E	0.044	x	x	x	0.051
	H^3/E^2 (GPa)	0.050	x	x	x	0.073

	We(%)	37	x	x	x	45
nc-TiN	H(GPa)	38.7	x	37	35	39
	E(GPa)	605	x	673	745	542
	H/E	0.064	x	0.055	0.047	0.072
	H^3/E^2 (GPa)	0.159	x	0.112	0.077	0.202
	We(%)	54	x	55	57	61
TiAlN	H(GPa)	39	42	35	35	37
	E(GPa)	459	472	422	455	468
	H/E	0.085	0.089	0.083	0.077	0.079
	H^3/E^2 (GPa)	0.282	0.333	0.241	0.208	0.231
	We(%)	60.4	62.3	59.3	59	61.1

Preliminary doping of the substrates with the same composition with various additional elements has caused controversial changes in the properties of three types of coatings. For example, TiN coating deposited on a substrate doped with N, Ti and Cr, and nc-TiN coating after doping with N proved unstable and collapsed before the start of laboratory testing on hardness and adhesion. In coatings having satisfactory appearance, there is a difference in the hardness values and elastic modulus (E) despite the fact, that they are identical in composition and thickness. For example, for TiAlN coating deposited on the original substrate of alloy VK8 and pre-implanted with N, there is a clear change in hardness values from 39 to 42 GPA. At the same time, after doping with Ti, the hardness of the same coating has decreased to 35 GPA. The value of the modulus of elasticity for TiAlN coating after alloying of the Ti substrate has been lower (422 HPa) in comparison with the initial sample (459 HPa) and nitrogen doped (472 HPa). These changes have influenced the estimated values of parameters H/E and H^3/E^2 . In addition, pre-alloying has changed the elastic coating properties depending on the alloying element. This is evidenced by the differences in the values of We parameter.

According to the measurement results, all coatings have different values of the relationship of H/E and H^3/E^2 . The maximum value of elastic recovery W_e and crack resistance of H^3/E^2 under our experimental conditions have been achieved for TiAlN coating on the surface of the nitrided substrate made of alloy VK8, which agrees well with the results of the adhesion testing method of the scratch test.

In conclusion of this chapter, we can say that the value of adhesion of films on different substrates agrees well with the value H/E and H^3/E^2 calculated from experimental curves of loading and unloading. Using these parameters, we can predict the performance of surface coatings.