



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 Машиностроение**  
**Магистерская программа Физика высоких технологий в машиностроении**  
**Кафедра Физика высоких технологий в машиностроении**

**МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ**

| <b>Тема работы</b>                                                                                               |  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|
| <b>ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ<br/>ТЕПЛОСТОЙКОГО ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ПОКРЫТИЯ TiAlSiN</b> |  |

УДК \_621.793.14:539.422.52.

Студент

| Группа | Ф.И.О.      | Подпись | Дата |
|--------|-------------|---------|------|
| 4АМ41  | Куренбай А. |         |      |

Руководитель

| Должность | Ф.И.О.         | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|-----------|----------------|---------------------------|---------|------|
| Доцент    | Гончаренко И.М | к.т.н                     |         |      |

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

| Должность             | Ф.И.О.        | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|-----------------------|---------------|---------------------------|---------|------|
| Старший преподаватель | Гаврикова Н.А |                           |         |      |

По разделу «Социальная ответственность»

| Должность | Ф.И.О.        | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|-----------|---------------|---------------------------|---------|------|
| Профессор | Федорчук Ю.М. | д.т.н                     |         |      |

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

| Зав.<br>кафедрой | Ф.И.О.      | Ученая степень,<br>звание | Подпись | Дата |
|------------------|-------------|---------------------------|---------|------|
| ФВТМ             | С.Г. Псахье | д.ф-м.н., профессор       |         |      |

Томск – 2016

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

**Институт физики высоких технологий**

**Направление 15.04.01 Машиностроение**

**Магистерская программа Физика высоких технологий в машиностроении**

**Кафедра Физика высоких технологий в машиностроении**

УТВЕРЖДАЮ:

Зав. кафедрой, д.ф-м.н., профессор

\_\_\_\_\_ С.Г. Псахье

(Подпись) (Дата) (Ф.И.О)

### ЗАДАНИЕ

**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме

магистерской диссертации

Студенту:

| Группа | ФИО              |
|--------|------------------|
| 4АМ41  | Куренбай Акмарал |

Тема работы:

|                                                                                                       |          |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| Получение и исследование физико-механических свойств теплостойкого инструментального покрытия TiAlSiN |          |
| Утверждена приказом ректора (дата, номер)                                                             | № 3456/с |

|                                          |              |
|------------------------------------------|--------------|
| Срок сдачи студентом выполненной работы: | 16.06.2016г. |
|------------------------------------------|--------------|

### ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

|                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|-------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Исходные данные к работе</b>                                               | Образцы, установка ННВ-6.1, композиционный катод, сканирующий электронный микроскоп SEM-515 «Philips», оптический прибор MMP-4, микротвердомер, нанотвердомер NHT-S-AX-000X, прибор Calotest CSEM Instruments, скретч-тестер.                                           |
| <b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b> | <ul style="list-style-type: none"> <li>– обзор литературы по теме ВКР;</li> <li>– проведение экспериментов, расчетов;</li> <li>– экспериментальные результаты и их обсуждение;</li> <li>- расчеты ежемесячного расхода на проведение экспериментов и способы</li> </ul> |

|                                                                                                                                                                                            |                                                                                                                                |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                                                                                                                            | уменьшения затрат при сохранении качества получаемых результатов;<br><br>– анализ вредных и опасных факторов на рабочем месте. |
| <b>Перечень графического материала</b>                                                                                                                                                     | Презентация в формате Microsoft Power Point.                                                                                   |
| <b>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</b>                                                                                                                          |                                                                                                                                |
| <b>Раздел</b>                                                                                                                                                                              | <b>Консультант</b>                                                                                                             |
| Применение, основные характеристики и методы получения многокомпонентных износостойких покрытий TiAlSiN                                                                                    | Гончаренко И.М                                                                                                                 |
| Материалы, методы нанесения износостойких покрытий и оборудование для их реализации                                                                                                        | Гончаренко И.М                                                                                                                 |
| Закономерности формирования твердых износостойких покрытий в системе TiAlSiN, осаждаемых в плазме дуговых разрядов с использованием композиционного порошкового электрода состава Ti-Al-Si | Гончаренко И.М                                                                                                                 |
| Исследования твердости и адгезии                                                                                                                                                           | Гончаренко И.М                                                                                                                 |
| Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение                                                                                                                            | Гаврикова Н.А.                                                                                                                 |
| Социальная ответственность                                                                                                                                                                 | Федорчук Ю.М.                                                                                                                  |
| <b>Название разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</b>                                                                                                    |                                                                                                                                |
| <b>Материалы и методика эксперимента, результаты (исходные данные)</b>                                                                                                                     |                                                                                                                                |

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

\*\*\*\*\*

**Задание выдал руководитель:**

|           |                |                        |         |      |
|-----------|----------------|------------------------|---------|------|
| Должность | Ф.И.О.         | Ученая степень, звание | Подпись | Дата |
| Доцент    | Гончаренко И.М | к.т.н.                 |         |      |

**Задание принял к исполнению студент:**

|        |                  |         |      |
|--------|------------------|---------|------|
| Группа | Ф.И.О.           | Подпись | Дата |
| 4AM41  | Куренбай Акмарал |         |      |

## Запланированные результаты обучения по программе

| Код<br>результата                   | Результат обучения<br><br>(выпускник должен быть готов)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|-------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <i>Профессиональные компетенции</i> |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Р1                                  | Способность <b>демонстрировать</b> глубокие естественнонаучные, математические и инженерные знания структуры физико-механических свойств и, и <b>применять</b> их для решения научных и инженерных задач наукоемкого производства на мировом уровне                                                                                                                                                                                                                                             |
| Р2                                  | Способность планировать и проводить аналитические, имитационные и <b>экспериментальные исследования</b> по своей специализации с использованием новейших достижения науки и техники, передового отечественного и зарубежного опыта в области знаний, соответствующей выполняемой работе, уметь <b>критически оценивать</b> полученные теоретические и экспериментальные данные и делать выводы, использовать основы изобретательства, правовые основы в области интеллектуальной собственности. |
| Р3                                  | Способность <b>интегрировать знания</b> различных и смежных видов деятельности и решать задачи, требующие абстрактного мышления и оригинальности анализа для концептуализации инженерных моделей выбранного технологического направления                                                                                                                                                                                                                                                        |
| Р4                                  | Способность <b>оценивать экономическую эффективность</b> новых разработок и их инновационную направленность, выполнять требования по <b>защите окружающей среды</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |

## Реферат

Выпускная квалификационная работа представлена на 142 листах машинописного текста, включает 30 иллюстраций, 27 таблиц, 52 источников литературы.

Ключевые слова: вакуумно-дуговой разряд, композиционный катод, многокомпонентные покрытия, твердость поверхности, модуль Юнга, индекс пластичности, адгезия.

Предметом работы являются исследования тонких многокомпонентных износостойких покрытий системы Ti-Al-Si-N толщиной от 2 до 8 мкм, особенностей их синтеза в плазме электродугового вакуумного разряда на металлические подложки и анализ совокупности физико-механических свойств от параметров технологических режимов получения.

Объектом исследования являлись экспериментальные образцы с покрытиями в виде плоских пластин и шайб, изготовленные из двух видов материалов: твёрдого инструментального сплава ВК8 и аустенитной нержавеющей стали 12Х18Н9Т. Данные объекты имели достаточно удовлетворительные габаритные параметры для всесторонних лабораторных исследований и испытаний.

Цель настоящей работы заключалась в исследовании изменений основных физико-механических свойств покрытия TiAlSiN в зависимости от:

- условий транспортировки плазменного потока и параметров процесса;
- толщины пленки;
- материала подложки.

На полученных плёнках TiAlSiN исследовалась морфология поверхности (шероховатость), скорость роста покрытий в зависимости от транспортировки плазменного потока. Сопоставляли условия напыления с морфологией поверхности и основными физико-механическими характеристиками такими как твердость, модуль Юнга ( $E$ ) и упругое

восстановление ( $W_e$ ), упругая деформация разрушения ( $H/E$ ), сопротивление пластической деформации ( $H^3/E^2$ ) и адгезия. Установлена связь между условиями формирования, упругопластическими характеристиками, свойствами материала подложки и механизмами разрушения износостойкого нанокристаллического покрытия.

## Оглавление

|                                                                                                                                                                                                          |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Введение.....                                                                                                                                                                                            | 10 |
| 1 Применение, основные характеристики и методы получения<br>многокомпонентных износостойких покрытий TiAlSiN .....                                                                                       | 12 |
| 1.1 Назначение и область применения пленок состава TiAlSiN .....                                                                                                                                         | 13 |
| 1.2 Способы и оборудование для формирования многокомпонентных<br>износостойких покрытий на различные материалы .....                                                                                     | 15 |
| 1.3 Свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий на основе системы<br>TiAlSiN .....                                                                                                                      | 21 |
| 1.4 Особенности исследования физико-механических характеристик тонких<br>нанокристаллических покрытий.....                                                                                               | 24 |
| 1.5 Цель работы и постановка задачи .....                                                                                                                                                                | 24 |
| 2 Материалы, методы и экспериментальное оборудование, использованные в<br>настоящей работе .....                                                                                                         | 26 |
| 2.1 Обоснования выбора и характеристика параметров исходных образцов<br>.....                                                                                                                            | 26 |
| 2.2 Экспериментальное оборудование для получения функциональных<br>покрытий в плазме дуговых разрядов низкого давления .....                                                                             | 28 |
| 2.3 Методы и приборы для исследования свойств тонких поверхностных<br>слоев и покрытий .....                                                                                                             | 32 |
| 2.3.1 Определение шероховатости поверхности и толщины слоистых<br>структур.....                                                                                                                          | 33 |
| 2.3.2 Методы изучения физико-механических характеристик .....                                                                                                                                            | 34 |
| 2.3.3 Оценка функциональной пригодности поверхностей с покрытиями .                                                                                                                                      | 38 |
| 3 Закономерности формирования твердых износостойких покрытий в<br>системе TiAlSiN, осаждаемых в плазме дуговых разрядов с использованием<br>композиционного порошкового электрода состава Ti-Al-Si ..... | 42 |
| 3.1 Основные особенности параметров процесса получения покрытий из<br>прямого плазменного потока дугового испарителя .....                                                                               | 42 |
| 3.2 Основные особенности параметров процесса получения покрытий из<br>плазменного потока дугового испарителя с использованием плазменного<br>фильтра в виде криволинейного плазмоведа .....              | 50 |

|                                                                                                                                                                   |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.3 Сопоставление скорости роста покрытия и шероховатости поверхности от условий транспортировки плазменного потока вакуумно-дугового разряда.....                | 53 |
| 4 Сравнительный анализ основных физико-механических свойств покрытий TiAlSiN .....                                                                                | 58 |
| 4.1 Микротвердость поверхности образцов с покрытием TiAlSiN в зависимости от параметров напыления, толщины пленки и материала подложки.....                       | 58 |
| 4.2 Механические и упругие свойства пленочных покрытий, выявленные при малых испытательных нагрузках в результате динамического индентирования поверхностей ..... | 65 |
| 4.3. Адгезионная прочность покрытий в сопоставлении с их параметрическими данными и характеристиками материалов подложек...                                       | 68 |
| 5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективности и ресурсосбережение ..                                                                                              | 74 |
| 5.1 Предпроектный анализ .....                                                                                                                                    | 74 |
| 5. 1. 1 Потенциальные потребители результатов исследования .....                                                                                                  | 74 |
| 5. 1. 2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения .....                                                          | 76 |
| 5. 1. 3 SWOT-анализ.....                                                                                                                                          | 78 |
| 5. 1. 4 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....                                                                                                         | 80 |
| 5. 1. 5 Методы коммерциализации результатов научно-технического исследования .....                                                                                | 81 |
| 5. 2 Инициация проекта.....                                                                                                                                       | 82 |
| 5.2.1 Цель и результат проекта .....                                                                                                                              | 82 |
| 5. 2. 2 Организационная структура проекта .....                                                                                                                   | 83 |
| 5. 2.3 Ограничения и допущения проекта .....                                                                                                                      | 84 |
| 5. 3 Планирование управления научно-техническим проектом .....                                                                                                    | 85 |
| 5. 3.1 Иерархическая структура работ проекта.....                                                                                                                 | 85 |
| 5. 3.2 Контрольные события проекта.....                                                                                                                           | 86 |
| 5. 3.3 План проекта.....                                                                                                                                          | 87 |
| 5. 3.4 Бюджет научного исследования .....                                                                                                                         | 89 |
| 5.3.4.1 Отчисления на социальные нужды .....                                                                                                                      | 91 |
| 5.3.4.2 Накладные расходы .....                                                                                                                                   | 91 |

|                                                                                        |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 5.3.4.3 Затраты на электроэнергию .....                                                | 91  |
| 5.3.4.4 Затраты на водоснабжение.....                                                  | 92  |
| 5. 3.5 Матрица ответственности .....                                                   | 93  |
| 5. 3.6 Реестр рисков проекта .....                                                     | 93  |
| 5. 3.7 Оценка сравнительной эффективности исследования .....                           | 94  |
| 6 Социальная ответственность .....                                                     | 97  |
| 6.1.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой<br>производственной среды ..... | 97  |
| 6.1.2 Метеоусловия .....                                                               | 98  |
| 6.1.3 Вредные вещества.....                                                            | 99  |
| 6.1.4 Производственный шум .....                                                       | 100 |
| 6.1.5 Расчет уровня шума .....                                                         | 102 |
| 6.1.6 Освещенность .....                                                               | 103 |
| 6.2 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой<br>производственной среды .....   | 107 |
| 6.2.1 Факторы электрической природы .....                                              | 107 |
| 6.2.2 Факторы пожарной и взрывной природы.....                                         | 109 |
| 6.3 Охрана окружающей среды .....                                                      | 112 |
| 6.4 Защита в ЧС .....                                                                  | 114 |
| 6.5 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности ....                   | 117 |
| Заключение .....                                                                       | 119 |
| Приложение А .....                                                                     | 125 |

## Введение

Осаждаемые на поверхность деталей твердые защитные покрытия на основе химических соединений переходных металлов находят широкое применение для улучшения эксплуатационных свойств режущего и обрабатывающего инструмента, а также различных пар трения в механических устройствах изделий машиностроения и медицинской техники. Наибольшее распространение в промышленности получили покрытия на основе нитрида титана TiN. Однако в последнее время интенсивно разрабатываются многокомпонентные покрытия на основе данного материала. Это обусловлено тем, что в связи с резким расширением ассортимента используемых материалов и условий их эксплуатации произошла переоценка требований к параметрам износостойких покрытий. В частности, обязательным становится обеспечение совокупности параметров, объединенных в одном материале: механическая, тепловая и коррозионная стойкость, низкая механическая и термохимическая усталость и др. Из литературных источников известно, что введение в качестве легирующих добавок алюминия, хрома, бора и кремния в состав TiN позволяет значительно расширить диапазон его применения. Так, например, большая заинтересованность в применении покрытий системы Ti-Al-Si-N вызвана, прежде всего, их термической стабильностью и стойкостью к окислению при температурах до 800-900 °С. При этом материал покрытий данного состава обладает высокими значениями твердости и сопротивлением абразивному износу. Функциональные свойства многокомпонентных покрытий в большинстве случаев определяются методами и режимами их получения. Для нанесения твердых износостойких покрытий сегодня используют химическое осаждение из газовой фазы – CVD и физическое осаждение из плазмы в вакууме – PVD. Для CVD – метода требуется высокая температура (900 - 1000 °С), что не всегда приемлемо. PVD – метод более универсальнее, особенно для многокомпонентных покрытий, поскольку можно получать

более широкий спектр покрытий по составу и при достаточно низких температурах (300 - 600 °C). Одним из наиболее перспективных PVD – методов синтеза наряду с магнетронным распылением является вакуумно-дуговой. Поток плазмы, получаемый в электродуговом источнике, является сильно ионизованным. Плазма содержит значительное количество двух- и трехкратно ионизованных частиц. Этот метод считается наиболее производительным из всех существующих и позволяет достаточно гибко управлять структурой и составом покрытий, их физико-механическими свойствами.

Несмотря на определенные успехи в плане получения экспериментальных покрытий системы Ti-Al-Si-N и выявления их уникальных свойств, вопрос об использовании таких материалов на практике так же широко, как, например, TiN, пока остается открытым. Для успешного продвижения покрытий указанной системы на промышленное производство необходимы комплексные исследования, устанавливающие взаимосвязь между функциональными свойствами пленок определенного состава и их толщиной, количеством слоев, параметрами процесса синтеза, подготовкой поверхности подложки перед осаждением и т.д.

Все выше перечисленные задачи являются, безусловно, актуальными. В настоящей работе предпринята попытка получить, используя несколько режимов технологического процесса, а за тем изучить и сопоставить физико-механические свойства вакуумно-дуговых покрытий системы Ti-Al-Si-N с использованием современных методов исследования.

## **1 Применение, основные характеристики и методы получения многокомпонентных износостойких покрытий TiAlSiN**

В первой главе представлены результаты анализа состояния, тенденций развития и перспективных направлений применения многокомпонентных наноразмерных тонкопленочных покрытий, а также особенностей оборудования и технологий их формирования. Показано, что наноструктурные пленки обладают комплексом уникальных характеристик: Высокими твердостью и прочностью, высокой упругостью восстановления и вязкостью, повышенной коррозионной стойкостью. В результате анализа существующих методов нанесения тонкопленочных покрытий установлено, что для формирования широкого спектра многофункциональных тонкопленочных покрытий наиболее перспективен метод вакуумно-дугового осаждения.

В современной технике твердые защитные покрытия на основе нитридов, карбидов и боридов переходных металлов достаточно бурно и широко внедряются в различные сферы машиностроения. Данный класс материалов необходим для решения задач связанных с повышением значений физических, химических, механических и трибологических характеристик изделий при переходе к новым более жестким условиям работы. Еще совсем недавно в промышленности было известно только одно покрытие – нитрид титана (TiN), которое, в основном, предназначалось для упрочнения режущего инструмента. Однако, из-за окисления на воздухе и старения, диапазон рабочих температур для деталей и инструмента с покрытием из одноэлементного нитрида TiN не превышает 550 °С. Сегодня покрытия представляют интерес не только для защиты инструмента, но и для увеличения ресурса газовых турбин, клапанов двигателей, деталей авиастроения и т.д. Одним из направлений решения этой проблемы является разработка многокомпонентных покрытий на основе нитрида титана.

Из литературных источников известно, что введение в качестве легирующих добавок алюминия, хрома, бора и кремния в состав такого покрытия позволяет значительно расширить диапазон его применения [1-3]. Например, сравнительно недавно освоено получение наноструктурных покрытий системы Ti-Al-Si-N [4-6]. Большая заинтересованность в применении покрытий данной системы вызвана, прежде всего, их термической стабильностью и стойкостью к окислению при температурах до 800-900 °С. При этом материал покрытий данного состава обладает высокими значениями твердости и сопротивлением абразивному износу.

### **1.1 Назначение и область применения пленок состава TiAlSiN**

Одной из важных научно-практических задач современного материаловедения является исследование новых наноструктурных материалов и покрытий, обладающих комплексом уникальных характеристик. Специфические свойства наноструктурных покрытий во многом обусловлены особенностью их структуры: высокая объемная доля границ раздела и сильная энергия связи соседних фаз; отсутствие дислокаций внутри нанокристаллитов; осуществление деформации по типу зернограничного проскальзывания; присутствие межкристалльных аморфных прослоек; модифицирование взаимной растворимости компонентов в фазах внедрения [1-3].

В последнее годы возрос выпуск изделий машиностроения с наноструктурными и нанослойными покрытиями [4]. Наноструктурные покрытия успешно применяются для придания новых функциональных свойств поверхности инструмента благодаря сочетанию высокой термической стабильностью и жаростойкостью [5-7]. Не так давно освоено производство наноструктурных покрытий в системе Ti-Al-Si-N на режущем твердосплавном инструменте [6-8]. Покрытия Ti-B-N представляют определенный интерес для повышения ресурса работы штампового

инструмента [9] и фильер для производства изделий из алюминиевых сплавов [10].

Многие изделия машиностроения эксплуатируются в условиях воздействия агрессивных сред (охлаждающих жидкостей и смазок) и наносимые покрытия должны обладать высокой коррозионной стойкостью. В качестве положительного примера можно привести многослойные наноструктурные покрытия Ti-B-C/ Ti-Cr-C-N, обладающие высокой износостойкостью и коррозионной стойкостью, производство которого освоено в промышленных масштабах [11-13].

Наноструктурные покрытия также представляют интерес для защиты деталей авиационных двигателей, газовых турбин и компрессоров, клапанов двигателей.

Дальнейший прогресс в области создания защитных покрытий для машиностроения связан с освоением промышленных технологий нанесения многофункциональных наноструктурных покрытий и приданием им качественно новых характеристик – высокой твердости и износостойкости, низкого коэффициента трения, повышенной термической стабильности, жаростойкости и коррозионной стойкости.

Пленки TiAlSiN относятся к группе нитридов металлов, которые обладают свойствами нанокристаллических материалов. Основной термодинамически устойчивой фазой в этих материалах является TiN. В связи с этим пленки успешно используются в качестве износостойкого покрытия для режущего инструмента [14,15].

Особенностью нитридов (Ti,Al)N и (Ti,Si)N является образование при повышенных температурах резания на поверхности покрытия плотной аморфной пленки оксида алюминия  $Al_2O_3$  или кремния  $SiO_2$ . Пленка оксидов является барьером для проникновения кислорода в покрытие, что позволяет повысить его температуру на воздухе до 870 °C для покрытия (Ti, Al)N [16] и 800 °C для покрытия (Ti, Si)N [17]. Легирование нитрида титана алюминием и кремнием приводит также к измельчению кристаллитов TiN и

формированию более плотных нанокристаллических покрытий, обладающих твердостью выше, чем у известного и распространенного износостойкого покрытия TiN [18-20].

Для режущего инструмента первостепенное значение имеют механические свойства покрытий. В качестве основных свойств покрытий обычно рассматривают твердость  $H$ , модуль Юнга  $E$  и коэффициент упругого восстановления  $We$  [21, 22]. Условно, по численному значению величины твердости, покрытия принято разделять на три группы [23]: твердые ( $15 < H < 40$  ГПа), сверхтвердые ( $40 < H < 80$  ГПа) и ультратвердые ( $H > 80$  ГПа), приближающиеся к твердости алмаза [23]. В качестве комплексных характеристик механических свойств покрытий рассматривают стойкость к упругой деформации разрушения (сопротивление хрупкому разрушению)  $H/E$  и сопротивление пластической деформации  $H^3/E^2$  [24]. В совокупности параметры  $H/E$  и  $H^3/E^2$  характеризуют уровень прочности покрытия.

## **1.2 Способы и оборудование для формирования многокомпонентных износостойких покрытий на различные материалы**

Качество, производительность и стоимость получения тонкопленочных структур зависят от способов и оборудования по нанесению покрытий. Состав и свойства функциональных защитных покрытий в значительной степени зависят от технологии их осаждения на поверхность. Методы осаждения материала покрытия из газовой фазы на подложку делятся на две группы: физические (PVD) и химические (CVD). Внутри этих двух групп существует достаточно большое число методов нанесения покрытий, в том числе комбинированных или методов с поддержкой или активацией процесса от других источников энергии [25].

Нанесение тонких покрытий различными методами интенсивно развивается в направлении перевода структуры покрытий в нанокристаллическое состояние. Это объясняется тем, что образование НС в наносимом покрытии позволяет в несколько раз улучшить эксплуатационные

характеристики поверхности образца, не изменяя при этом его объемных свойств. Примером НС покрытий являются такие системы, как TiN/VN, TiN/NbN, (Ti,Al)N, (Ti,Si)N и др.

Самыми перспективными методами нанесения покрытий, которые используют для формирования НС на поверхности объемных образцов являются физическое и химическое паровые осаждения (PVD, CVD), [26-28] которые подразделяются в соответствии с более узкой классификацией на магнетронное распыление (magnetron sputtering) и плазменно-ассистированное электродуговое напыление (PVD методы), плазменное (PACVD) и термическое химические осаждения (TCVD) и т.д.

Методы CVD [27] базируется на гетерогенных химических реакциях в парогазовой среде, окружающей образец, в результате которых образуется покрытие. Исходными продуктами служат разные галогениды, при взаимодействии которых с другими составляющими смесей (водородом, аммиаком, окисью углерода и т.д.), образуется покрытие. Разложение галогенида происходит вследствие термических химических реакций при температуре  $T$  равной 1000 ... 1100°C.

На свойства и характеристики покрытия (микротвердость, толщину, фазовый состав, структуру), полученного с помощью CVD, оказывает влияние концентрация реагентов парогазовой смеси, давление смеси и скорость ее подачи, исходная чистота компонентов смеси. Наиболее немаловажную роль играет температура на границе раздела конденсата и инструментального материала. От температуры зависят структура покрытия, прочность его адгезии с твердым сплавом. Кроме того, взаимная диффузия повышает прочность сцепления покрытия и твердого сплава и, в свою очередь, зависит от кристаллохимического сродства осаждаемого покрытия и твердого сплава.

В работе [27] авторы рассматривают преимущества плазменного химического парового осаждения (PCVD) перед традиционным термическим CVD методом (TCVD). Напыление TiN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> пленок проводилось

плазменным CVD методом при оптимальных условиях с использованием реактивных газов: водорода, азота и  $\text{TiCl}_4$ . Температура подложки достигала  $T = 550^\circ\text{C}$ , но это обеспечивало низкое содержание хлора в покрытии и структурную стабильность. При таких условиях твердость  $\text{TiN/Si}_3\text{N}_4$  повысилась до  $H_v \approx 50$  ГПа по Виккерсу, а модуль упругости до  $E \approx 500$  ГПа. Эти значения превышают значения для  $\text{TiN}$  покрытий, полученных тем же методом ( $H_v \approx 20\text{-}30$  ГПа,  $E \leq 450$  ГПа). Подобные  $\text{TiN/Si}_3\text{N}_4$  покрытия, сформированные TCVD методом [27-30] при температуре  $T = 1050\text{-}1450^\circ\text{C}$ , показали худшие результаты по сравнению с покрытиями, образованными PCVD методом, так как первый метод не обеспечивает сильной связи между  $\text{TiN}$  кристаллитами и не регулирует внутреннюю диффузию. Авторы [32] делают предположение, что подобные результаты возможны также при напылении этого вида НС покрытий PVD методом.

Методы PVD базируется на испарении вещества в вакуумное пространство камеры с подачей реакционного газа ( $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{CH}_4$  и т.д.). Отличие способов PVD состоит в принципах физического испарения вещества, различной степени ионизации пароионного потока, конструктивных особенностях установок. Посреди способов PVD большое распространение получили: конденсация вещества из плазменной фазы в вакууме с ионной бомбардировкой (способ КИБ) и его разновидность Ion Bond, магнетронно-ионное распыление (метод МИР) и его разновидность магнетронно-ионное реактивное распыление (МИРР).

PVD и CVD методы нанесения покрытий обладают как преимуществами, так и недостатками [27,9]. Например, в PACVD методе можно легко контролировать соотношение каждого элемента в покрытии. Это является основным достоинством этого метода, однако, лишь ограниченное количество элементов можно перевести в газовую фазу этим методом. Более того, газовая фаза является паром не чистых элементов, а различных химических соединений, которые очень трудно отделить от

нежелательных примесных элементов, например, водорода, хлора и т.д. С этой точки зрения, магнетронное распыление (PVD метод) является более приемлемым способом для нанесения покрытий, так как позволяет формировать покрытия из требуемых элементов. Кроме того, PVD метод можно легко перевести на промышленный уровень. Это два основных преимущества PVD методов и являются причиной систематических исследований покрытий, получаемых этими методами.

Стоит также отметить, что большие способности варьирования температуры в зонах нанесения покрытий позволяют применять методы PVD [31] в качестве универсальных для нанесения покрытий на режущий инструмент, сверла и формирующие детали, выполненные из быстрорежущей, стали и твердого сплава. Методы PVD универсальны также и с точки зрения получения гаммы многослойных и композиционных покрытий на основе нитридов, карбидов, оксидов, боридов тугоплавких металлов. Примером могут служить такие покрытия, как  $(\text{TiAl})\text{N}$ , которые можно сформировать только с помощью плазменных методов. Изменяя композицию материала катода и изменяя характеристики нанесения, в покрытиях этого типа можно добиться замещения титана алюминием в разных пропорциях [32].

Использование способов PVD для получения покрытий значительно расширяет его технологические способности благодаря наиболее эффективному, чем в случае применения методов CVD, управлению процессами получения покрытий и их свойствами, а также направленному воздействию на геометрические, кристаллохимические дефекты поверхностных слоев инструментального материала.

В работе [33] на примере PVD метода доказывается, что ионная бомбардировка растущих покрытий в паровой фазе является основной причиной высокого качества покрытий с НС, так как обеспечивает возможность высокой температуры процесса и низкой температуры подложки. Более того, благодаря оптимизации параметров процесса, таких

как направление и энергия ионного пучка, можно сформировать покрытие с требуемыми свойствами (например, с высокой твердостью), с хорошей адгезией к поверхности образца, с заданной текстурой и даже с частичной кристаллизацией участков поверхности. В добавление к этому, ионно-ассистированные процессы проходят в вакууме, что позволяет не только контролировать состав, но и оптимизировать свойства покрытий.

Известно, что плазменные методы обеспечивают кроме низкой температуры при напылении возможность контролировать рост пленок ионной бомбардировкой, которая способствует образованию кристаллической структуры с малым размером зерна ( $d < 100$  нм) и регулирует значение сжимающего напряжения. Последние особенности НС могут значительно повысить твердость напыляемых покрытий ( $H_v \geq 20-30$  ГПа). К тому же, в отличие от TiC и TiN пленок, которые окисляются на воздухе при  $500^\circ\text{C}$ , термические покрытия  $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$  с НС показывают сопротивление к окислению и при температуре выше  $800^\circ\text{C}$  [32]. Этот факт очень важен для различных трибологических применений таких, как высокотемпературная обработка под давлением, сверление, резка, фрезерование. Но для получения требуемых свойств покрытий необходимо для каждой элементной системы подобрать оптимальный метод для их нанесения, а в дальнейшем и оптимальный режим для данного способа нанесения.

В ряде случаев для улучшения поверхностных и адгезионных характеристик совмещают два или несколько методов. Например, лазерное распыление и магнетронное распыление [33], дуговое испарение и плазменное химическое осаждение [34]. Возможно и дополнительное воздействие на образец после нанесения покрытия, такое как последующий отжиг, что способствует кристаллизации на основе аморфной матрицы. Так в работе [33,34] при помощи реактивного магнетронного распыления были получены Al-Si-N и Al-Cu-N пленки. Эти сверхтвердые пленки в твердостью

$H_v \geq 40$  ГПа имели аморфную структуру, их последующий отжиг позволил во время кристаллизации регулировать размер зерен в зависимости от температуры отжига и достигнуть твердости  $H_v \geq 59$  ГПа при размере кристаллитов  $d \leq 10$  нм. Но в основном для получения НС достаточно одноступенчатого процесса.

На основе всех вышеперечисленных работ можно заключить, что получение НС покрытий возможно практически любым плазменным методом, но каждый из них оптимален для определенного химического состава покрытия.

На сегодняшний день основными и конкурирующими между собой способами нанесения многокомпонентных покрытий являются метод магнетронного распыления и электродуговой. Преимущество вакуумно-дугового состоит в высокой удельной плотности испарения, чем в случае магнетронного распыления [34]. Эволюция технологий нанесения идет по пути преодоления присущих данным методам недостатков, в частности, для дугового метода – уменьшение количества капельной фазы, для магнетронного – увеличение степени ионизации распыленного материала и повышение энергетики ионного потока на пути транспортировки к поверхности конденсации. В обоих случаях конечной целью является достижение возможности оптимизировать свойства наносимого покрытия (твердость, коэффициент трения, адгезия и т.д.) посредством регулировки параметров технологического процесса.

### **1.3 Свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий на основе системы TiAlSiN**

Разработано и изготовлено большое количество напылительных установок, предназначенных для нанесения защитных, декоративных, теплоизолирующих покрытий на металлы, стекло, пластмассу, керамику и т.д.

Все процессы испарения, плазмохимических реакций, ионной бомбардировки и конденсации покрытия происходят в вакуумной камере, металлический корпус которой служит анодом. Рабочие поверхности режущего инструмента подвергаются в процессе работы интенсивному воздействию высоких контактных давлений и температур, а также взаимодействию с обрабатываемым материалом, которое приводит к деградации физико-механических свойств инструментального материала вследствие адгезии. Соответственно важнейшими свойствами инструментальных материалов являются твердость, прочность, теплостойкость, износостойкость, теплопроводность и химическая пассивность по отношению к обрабатываемому материалу и окружающей среде. Современным методом обеспечения высокого уровня указанных свойств является нанесение на режущий инструмент разнообразных покрытий.

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 [36]. Поток плазмы, получаемый в электродуговом источнике, является сильно ионизованным. 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 [37]. Широкая номенклатура композиционных материалов для нанесения вакуумных ионно-плазменных покрытий различного функционального назначения разработана в НИТУ «МИСиС» под руководством профессора Е.А. Левашова [10-12]. Практически все они апробированы в качестве распыляемых мишеней для нанесения магнетронных покрытий. Существенное различие физических процессов распыления и испарения обуславливает различные свойства магнетронных и вакуумно-дуговых покрытий, полученных из одного и того же материала мишени или катода.

Кроме того, этот метод считается наиболее производительным из всех существующих. Главный недостаток вакуумно-дугового метода состоит в наличии в плазменном потоке большого количества микрокапельной фазы из материала катода [37]. В большинстве случаев синтез многоэлементных вакуумно-дуговых покрытий реализуется путем одновременного осаждения на подложку потоков напыляемых частиц от двух или нескольких катодов.

Основное преимущество вакуумно-дуговых систем по сравнению с другими - существенно более простое аппаратное оснащение, более высокая степень ионизации и отсутствие ограничений на скорость роста покрытий [38]. Кроме того, электродуговое испарение является высокопроизводительным и обеспечивает высокую адгезионную прочность покрытия с подложкой. Последнее достигается за счет очистки поверхности инструмента бомбардировкой ионами материала катода (ионная очистка).

Получение многоэлементных вакуумно-дуговых покрытий требует осаждения на подложку многоэлементных потоков плазмы. В большинстве случаев синтез таких покрытий реализуется путем одновременного осаждения на подложку потоков напыляемых частиц от двух или нескольких катодов. Такие способы осаждения требуют дорогостоящего нестандартного оборудования. Поэтому интерес представляют исследования, в которых покрытия получают на традиционных установках с одним катодом, содержащим необходимые компоненты в нужном соотношении. Это

составные катоды, катоды из сплавов или порошковые композиционные катоды. Следует отметить, что количество капельной фазы уменьшается при росте температуры плавления катодного материала [38].

Вакуумно-дуговые методы основаны на генерации вещества катодным пятном вакуумной дуги: сильнооточного, низковольтного разряда, развивающегося исключительно в парах материала катода. [39] Для вакуумной дуги характерны низкое напряжение горения разряда, сравнимое с ионизационным потенциалом атомов материала катода, большая плотность тока в области катодной привязки, высокая концентрация плазмы в прикатодной области, испускание высокоскоростных плазменных струй из катодного пятна. Электрический дуговой разряд в вакууме состоит из трех стадий: пробой, искра и дуга.

В момент подачи напряжения на катод включается импульсное питание электрода поджига дуги. Импульсы поджига подаются до тех пор, пока не загорается дуга на катоде. После чего питание электрода поджига прекращается. Дуга проходит вдоль катода, совершая вращение по поверхности катода. Удержание дуги на катоде происходит за счет магнитного поля, наводимого протекающим током катода [39]. При подходе дуги к электроду гашения дуги включается блок гашения дуги, и она гаснет. Процесс повторяется вновь с поджига дуги до тех пор, пока не будет выключено

Важнейшими параметрами метода являются плотность потока и энергия ионов. Энергия ионов определяется атомным строением испаряемого материала, значением ускоряющего напряжения, приложенного к деталям.

Недостаток метода – наличие в плазменном потоке и на поверхности конденсации капельной фракции.

Использование электродуговых распылителей в вакуумных напылительных установках объясняется следующими причинами:

- сравнительная дешевизна оборудования;
- сравнительная простота изготовления длинномерных распылителей;

- пониженные требования к точности поддержания рабочего давления реакционного газа при реактивном распылении;
- возможность увеличения расстояния от мишени до подложки.

#### **1.4 Особенности исследования физико-механических характеристик тонких нанокристаллических покрытий**

В последнее время интенсивно разрабатываются упрочняющие нанокompозитные покрытия. Они состоят как минимум из двух фаз с нанокристаллической структурой и демонстрируют уникальные физико-механические и функциональные свойства. В этом направлении особый интерес представляют исследования тонких нанокристаллических покрытий.

Таким образом, область наноструктурных покрытий является приоритетной при создании новых уникальных по своим свойствам твердых износостойких материалов. Имеется острая необходимость в исследовании новых возможных технологических путей получения материалов данного класса.

Данная работа посвящена исследованиям по формированию нанокристаллических покрытий вакуумно-дуговым методом при распылении композиционных катодов типа Ti-Al-Si, а также анализу физико-механических свойств и структурно - фазового состояния покрытий.

#### **1.5 Цель работы и постановка задачи**

Цель настоящей работы заключалась в исследовании изменений основных физико-механических свойств покрытия TiAlSiN в зависимости от толщины пленки; материала подложки; энергии ионов.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Подготовить образцы для эксперимента (шлифовка, полировка, размеры, обезжиривание).

2. Нанести покрытия разной толщины (не более 10  $\mu\text{м}$ ) на экспериментальные образцы вакуумно-дуговым методом при отрицательном напряжении смещения в диапазоне от 2-600 В подаваемого на образцы.

3. Измерить толщину экспериментальных покрытий.

4. Измерить микротвердость поверхности образцов с покрытием методом Виккерса при разных испытательных нагрузках на индентор (в диапазоне 20-500 гр).

5. С помощью динамического метода индентирования определить нанотвердость, модуль Юнга и провести анализ с диаграммой (нагрузка-разгрузка).

6. Провести испытания поверхности образцов с покрытием на адгезионную прочность.

7. Сопоставить результаты испытаний на адгезию с результатами пластической деформации и сопротивлением пластической деформации, рассчитанными из результатов по наноиндентированию.

## **2 Материалы, методы и экспериментальное оборудование, использованные в настоящей работе**

### **2.1 Обоснования выбора и характеристика параметров исходных образцов**

В качестве объекта исследований в настоящей работе рассматриваются покрытия в виде тонких пленок TiAlSiN, получаемых на поверхности образцов результате комплексной ионно-плазменной обработки в дуговых разрядах низкого давления. Как правило, основным назначением покрытий TiAlSiN на инструментальных материалах является повышение износостойкости, теплостойкости режущих поверхностей в условиях ускоренного резания. Поэтому, совершенно необходимым является оценка влияния особенностей технологии получения покрытий на физико-механические свойства в целом и адгезию с подложкой, в частности.

Для формирования покрытий данного состава покрытий TiAlSiN в настоящей работе использовали подложки из твердого сплава ВК-8 (WC-92%, Co-8%, HV~17 ГПа, E=285 ГПа) и аустенитной стали 12X18H10T (C-0,12%, Cr-18%, Ni-10%, Ti -0,6-0,8%, HV~3,5 ГПа, E=180 ГПа). [40] Данные материалы подложек были выбраны из следующих соображений. Сплав ВК8 является одним из основных инструментальных материалов, применяемых в машиностроительных производствах, обладающий высокими эксплуатационными характеристиками. А нержавеющая сталь выбрана в данной исследовательской работе в качестве модельного материала, обладающего более низкими физико-механическими характеристиками по сравнению с твердым сплавом для сопоставления параметров поверхности образцов с покрытием в зависимости от материала подложки. Существенно различаются их коэффициенты термического расширения сплав ВК-8  $\alpha=5,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , сталь 12X18H10T  $\alpha=17,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , которая является наиболее важным условием успешной эксплуатации инструмента с износостойким покрытием, приводящее к образованию в покрытии высоких остаточных

напряжений и, как следствие, к снижению прочности адгезионной связи покрытия с основой. В данной работе он приводится чтобы показать что применение современного покрытия с высочайшими свойствами недостаточно для изготовления инструмента целиком. Для проведения экспериментов по модификации поверхности образцы, в зависимости от материала, были приготовлены двух типов геометрических параметров. Объекты из нержавеющей стали изготавливали в виде цилиндров из круглого проката путем механической обработки (резание, шлифование и полирование). Они имели следующие размеры: Образцы из сплава ВК8 были подготовлены в виде четырехугольника размером 12×15 мм толщиной 10 мм из стандартных заготовок, выпускаемых заводом – изготовителем (г. Кировоград, Россия). Нержавеющая сталь 12Х18Н10Т в виде цилиндра диаметром 20 мм и толщиной 10 мм, Окончательная шероховатость приготовленных поверхностей всех образцов (и Сталь и ВК) перед началом проведения экспериментов по осаждению покрытий была очень низкая и составляла  $R_a=0,2$  мкм.

Хорошо известно, что одним из основных недостатков вакуумно-дугового нанесения покрытий является наличие в них капельной фракции распыляемого материала. Помимо наличия в этом случае неоднородности слоя, включений мягкой фракции чистого металла в твердой фазе, появления дополнительных внутренних напряжений во включениях и окружающей матрице, на поверхности «включение-покрытие» обнаруживаются микротрещины. Все это, приводит к преждевременному разрушению покрытия и снижению износостойкости. Поэтому, разрабатываются различные методы снижения капельной фракции путем введения изменений в конструкцию оборудования, используемого при электродуговом методе осаждения покрытий [41-43]. В настоящей работе выполнена экспериментальная проверка возможности снижения доли капельной фракции с использованием идеи отклонения капель, заряженных в плазме электрическим полем, образованным пространственным зарядом вблизи

поверхности конденсации при подаче отрицательного смещения на подложке.

## **2.2 Экспериментальное оборудование для получения функциональных покрытий в плазме дуговых разрядов низкого давления**

Все эксперименты по формованию покрытий проводились в лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники СО РАН на технологической установке вакуумно-дугового напыления ННВ 6.6-И1, блок-схема которой представлена на рис.2. Процесс вакуумно-дугового напыления покрытия  $\text{TiAlSiN}$  осуществляется при одновременной работе испарителя титана и генератора газоразрядной плазмы, обеспечивая рост покрытия в условиях низкоэнергетического облучения как ионами металла, так и ионами азота. В процессе такого напыления необходимо выдерживать некоторое соотношение токов разрядов обоих источников с целью обеспечения определенного элементного состава в покрытии. Определяющими параметрами процесса здесь являются давление азота, ток разряда каждого источника плазмы, напряжение смещения, температура образца и время, варьируя которыми в широком диапазоне, можно получать различные структуру и фазовый состав покрытий в зависимости от ожидаемых условий эксплуатации готового изделия.

Таблица 1. Технические характеристики вакуумной установки

| Параметр, характеристика                                                                                                                                                                     | Допускаемое значение |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| Предельное значение вакуума в рабочей камере, Па                                                                                                                                             | $3 \times 10^{-3}$   |
| Время достижения в камере давления $6 \times 10^{-3}$ Па без прогрева рабочего объема камеры, при рабочем режиме диффузионного насоса с начала откачки воздуха из камеры, мин, не более      | 30                   |
| Потенциал смещения, подаваемый на изделия, регулируемый, В                                                                                                                                   | 10-1000              |
| Максимальный ток смещения на изделиях:<br>- в диапазоне 0-150В, А<br>- в диапазоне 650-1200В, А                                                                                              | 20<br>3              |
| Ток разряда каждого магнетрона, регулируемый, А                                                                                                                                              | 1-20                 |
| Подача рабочих газов (азот, метан, аргон) с точностью поддержания:<br>- заданного расхода, %, не более<br>- заданного давления, %, не более                                                  | 1,2<br>5             |
| Контролируемый диапазон частоты вращения планетарного механизма, (об/мин)                                                                                                                    | 0-40                 |
| Время напуска воздуха в камеру, с, не более                                                                                                                                                  | 60                   |
| Внутренний диаметр камеры, мм                                                                                                                                                                | 400                  |
| Мощность, потребляемая вакуумной установкой, кВт, не более:<br>- в режиме откачки<br>- в режиме напыления                                                                                    | 10<br>30             |
| Расход холодной водопроводной воды в системе охлаждения в режиме напыления при давлении на входе от $3 \times 10^5$ Па до $5 \times 10^5$ Па (от 3 до 5 кгс/см <sup>2</sup> ), не менее, л/с | 0,3                  |
| Общая масса установки, кг                                                                                                                                                                    | 600                  |
| Высота вакуумной установки, не более, мм                                                                                                                                                     | 2000                 |
| Общая площадь, занимаемая вакуумной установкой, не более, м <sup>2</sup>                                                                                                                     | 6                    |
| Установленный срок службы до капитального ремонта при двухсменной работе при соблюдении правил эксплуатации, не более, лет                                                                   | 5                    |

Для получения плазменного потока в устройстве содержится холодный катод (8) (выполненный из материала, содержание которого предполагается в покрытии), криволинейный плазмовод (10), выполненный в виде части тора, электромагнитную катушку, охватывающую корпус плазмовода (рисунок 1), а также источники питания плазмовода(3), дугового разряда(4) и электромагнитной катушки(5).



Рисунок 1 Внешний вид устройства, установленного на экспериментальную установку

Для обработки различных изделий широко используются вакуумные камеры, которые имеют боковую дверь. Камеры изготавливаются из нержавеющей сталей. Размеры вакуумных камер имеет от  $\text{Ø}600 \times 600$  мм (~200 л) до  $\text{Ø}1200 \times 1400$  мм (~1600 л). Стенки камеры имеют водяную "рубашку" для охлаждения во время работы и подогрева горячей водой при открытии камеры с целью предотвращения конденсации паров воды и обезгаживания во время откачки.

Механизмы вращения деталей обеспечивает нанесение покрытий на подложку и перемещение подложки под источники плазмы для нанесения сложных многокомпонентных и многослойных покрытий. В установках используются планетарные и двойной планетарные механизмы. Планетарный механизм обеспечивает вращение деталей вокруг своей оси и вокруг оси камеры вакуумной установки. Двойной планетарный механизм обеспечивает одновременно тройное вращение изделий вокруг своей оси, вокруг оси камеры и вокруг оси сателлита.

Основными требованиями, предъявляемыми к источникам электропитания различных систем плазменных установок, являются надежная работа и стабильность параметров при длительных режимах эксплуатации. Даже кратковременное отклонение выходных параметров, приводит к нарушению режима работы установки и снижению качества получаемых материалов и покрытий. Для питания дугового разряда источника плазмы прямоточных источников плазмы с катодами большой площади предназначен стабилизированный источник электропитания дугового разряда. Система состоит еще источников питания электромагнитной катушки и источников питания корпуса сепаратора. Источник электропитания испарителя включает два источника - источник питания дугового разряда испарителя и источник питания электромагнитной катушки. В системе электропитания установки стойка источников включает два источника питания дугового разряда и два источника питания систем источников плазмы, четыре источника электропитания прямоточных источников плазмы - испарителей и высоковольтный источник питания подложки.

Для проведения работ по нанесению тонкопленочных покрытий типа TiAlSiN были изготовлены композиционные катоды, которые состоят из Ti-60%, Al-30%, Si-10%. В Институте физики прочности и материаловедения СО РАН г. Томск в рамках выполнения совместного с ИСЭ СО РАН проекта РФФИ были разработаны технологические варианты получения спеченных порошковых катодов состава Ti-Al-Si определённого состава. Отработаны технологические режимы, обеспечивающие однородную структуру и фазовый состав спеченных материалов приемлемую конечную пористость.

В данной работе обсуждаются варианты синтеза тонких наноструктурных покрытий из многокомпонентной плазмы, генерируемой вакуумно-дуговым распылением катода состава Ti-Al-Si (рисунок 2). Для изготовления таких катодов экономически и технологически оправданной альтернативой традиционной металлургии послужила технология

порошковой металлургии, включающая приготовление порошковых смесей нужного состава, холодное формование и вакуумное спекание.

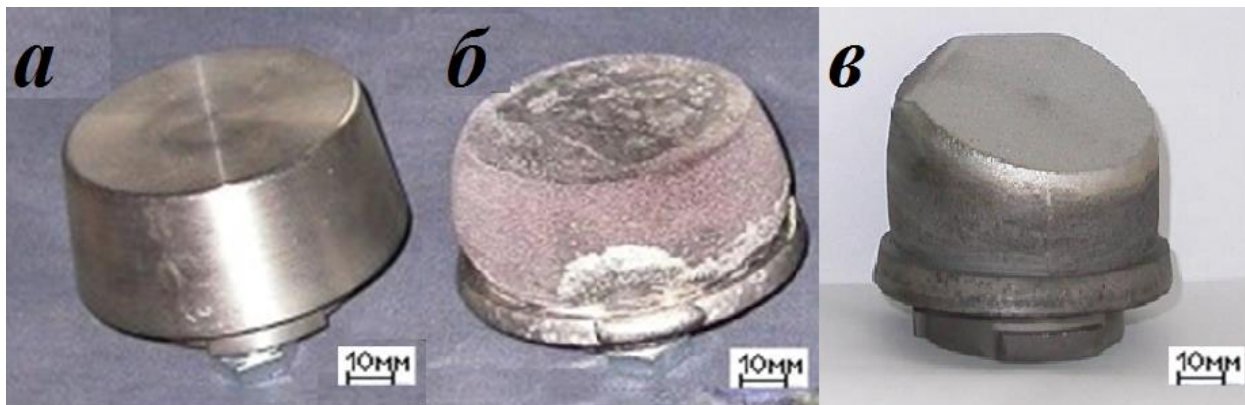


Рисунок 2. Общий вид катодов, используемых в экспериментах: а) стандартный катод для дугового испарителя установки ННВ-6, выполненный из сплава ВТ-1-0 (чистый титан); б) композиционный порошковый катод системы Ti-Al-Si (исходное состояние); в) композиционный порошковый катод системы Ti-Al-Si после нескольких циклов работы в криволинейном плазмоведе.

### **2.3 Методы и приборы для исследования свойств тонких поверхностных слоев и покрытий**

Лабораторный анализ структуры и физико-механических свойств поверхностей с тонкими модифицированными слоями является довольно сложной задачей, так как существует большое число факторов, затрудняющих однозначное толкование измеряемых параметров, находящихся в микро- и нанометровом диапазонах. Для определения и количественного измерения этих свойств требуется современное оборудование, предназначенное для исследования тонкопленочных и слоистых материалов. В настоящей работе с использованием методов оптического наблюдения, статического и динамического индентирования при различных нагрузках, прецизионного царапания и абразивного изнашивания определяли шероховатость и морфологию обработанной поверхности, толщины пленок, 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 напыления.

Применение комплекса поверхностно-чувствительных атомно-физических методов (РЭМ, ПЭМ) и таких механических методов, как скретч-тест, калотест, наноиндентирование дает возможность получать более достоверную информацию о химическом составе, структуре и механических свойствах модифицированной поверхности твердого тела, а использование полученных результатов позволит отрабатывать новые технологические процессы модификации свойств материалов и формирования покрытий.

Поэтому полученные нами покрытия типа  $\text{TiAlSiN}$  исследовались всеми вышеперечисленными методами, и на основе результатов этих исследований был проведен сравнительный анализ покрытий, сформированных при различных условиях нанесения. Микроструктуру поверхности и поверхности хрупкого излома образца наблюдали на сканирующем электронном микроскопе SEM-515 «Philips» и оптическом приборе MMP-4 Твердость измеряли на микротвердомере и нанотесте NHT-S-AX-000X фирмы CSEM Instruments. Толщину покрытий определяли с помощью прибора Calotest фирмы CSEM Instruments, а адгезию – скретч-тестером (Micro-Scratch Tester MST-S-AX-000 фирмы CSEM Instruments).

### **2.3.1 Определение шероховатости поверхности и толщины слоистых структур**

Для измерения толщины покрытий был выбран метод Calotest. Определение толщины осуществлялось вращением стального шара диаметром 25,4 мм (1 дюйм) по поверхности на одном выбранном участке образца с использованием алмазной суспензии. После такого механического воздействия на образце остается характерная лунка (рисунок), 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  $t$  (2.4.1.1), общая глубина внедрения  $T$  (2.4.1.2) и толщина покрытия  $s$  (2.4.1.3) по следующим соотношениям: [48]

$$t = R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - d^2} \quad (2.4.1.1)$$

$$T = R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - D^2} \quad (2.4.1.2)$$

$$s = T - t \quad (2.4.1.3)$$

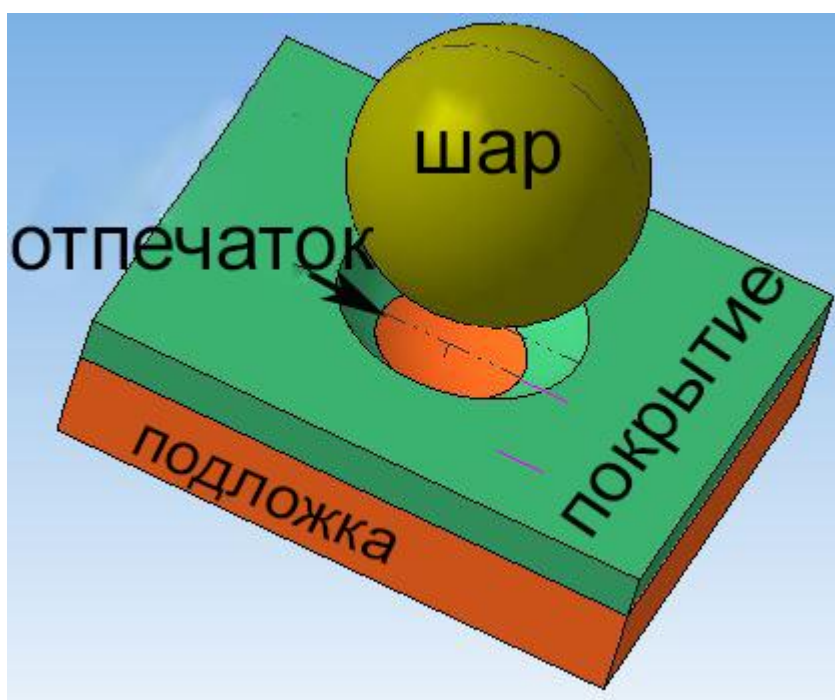


Рисунок 3. Схема определения толщины покрытия (Е) методом Calotest

### 2.3.2 Методы изучения физико-механических характеристик

Вдавливание является наиболее простым и распространенным видом механических испытаний материалов для определения твердости. Микротвердость поверхностных слоев покрытий на инструменте измерялась методом Виккерса на приборах ПМТ-3 путем вдавливания алмазной пирамидки при нагрузках 20- 500 Н. Методика испытания на микротвердость указана в ГОСТ 9450-60. Индентором служит алмазная пирамида с квадратным основанием правильной четырехгранной формы с углом при

вершине между противоположными гранями пирамиды, равным  $136^\circ$ . После вдавливания индентора под указанной нагрузкой в чистую плоскую поверхность на ней остается квадратный отпечаток. Используя источник (43-45) по длине диагонали отпечатка можно вычислить микротвердость по Виккерсу  $H_v$ :

$$H_v = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad (2.4.2.1)$$

где  $P$ - нагрузка на пирамиду, кГ;  $d$  - диагональ отпечатка, мм<sup>2</sup>.

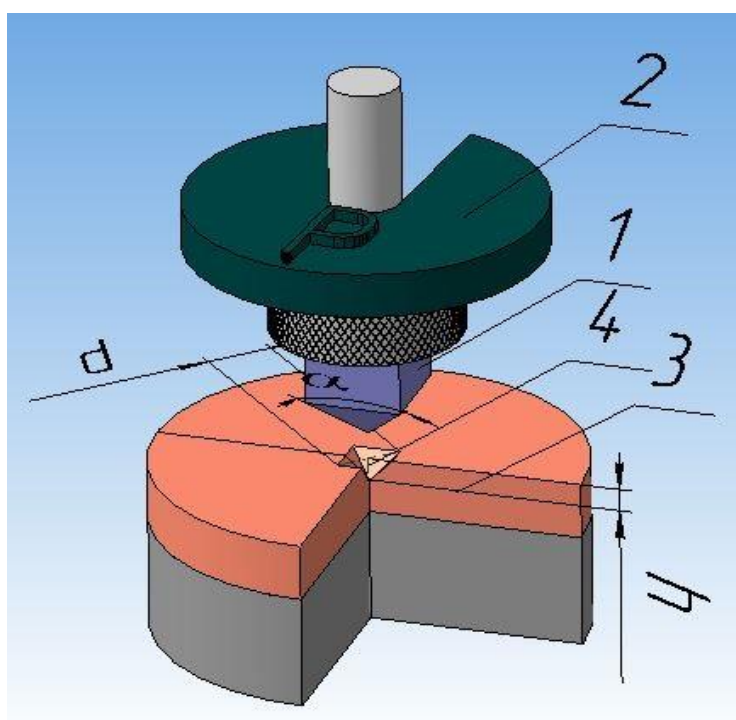


Рисунок 4. Методика испытания на микротвердость. Форма алмазной пирамиды. 1- индентор (четырёхгранная пирамида); 2 - груз; 3 - испытываемый материал; 4 - отпечаток;  $\alpha$  - угол между противоположными гранями пирамиды -  $136^\circ$ .

Форма отпечатка – квадрат:  $d$  - диагональ отпечатка (3 – 300 мкм);  $h$  - глубина отпечатка (0,5 – 40 мкм).

$$h = \frac{d}{2\sqrt{2}\tan 68^\circ} = \frac{d}{7} \quad (2.4.2.2)$$

Метод непрерывного индентирования при малых нагрузках(2) служит для определения твердости и модуля упругости поверхностных слоев. Для

измерения твердости (Н) и модуля Юнга (Е) образцы исследовались на таком приборе, как нанотвердомер Nano-Hardness-Tester-NHT-S-AX-00X фирмы CSEM Instruments.

Конструкция прибора позволяет выводить диаграмму внедрения индентора на монитор в режиме реального времени. Первичные данные – нагрузка и глубина проникновения пирамиды. По диаграмме внедрения прибор автоматический рассчитывает модуль упругости Е и микротвердость Н. Вдавливание индентора в материал вызывает локальную упругую и пластическую деформацию и приводит к образованию соответствующего отпечатка на определенной глубине. После снятия нагрузки упругая деформация восстанавливается и позволяет определить упругие свойства материала.

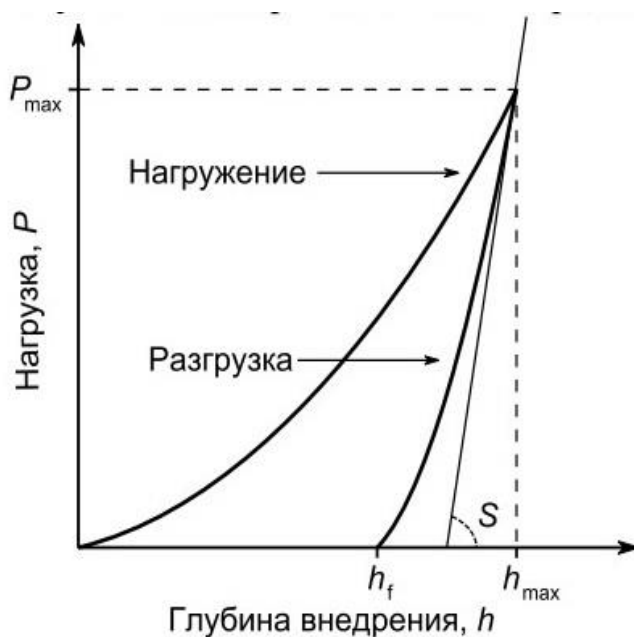


Рисунок 5. Кинетическая диаграмма нагрузка-глубина

По диаграмме определяются пиковая нагрузка  $P_{max}$ , глубина проникновения индентора  $h_{max}$ , остаточная глубина после разгрузки  $h_f$  и наклон начальной части кривой разгрузки  $S=dP/dh$ , который характеризует упругую жесткость контакта.

Для того чтобы оценить долю упругой составляющей, в общей деформации, которую характеризует упругое восстановление ( $R$ , %) необходим данный параметр:

Упругое восстановление материалов ( $R$ , %) рассчитывают по формуле [45-47].

$$R = \frac{(h_{\max} - h_f)}{h_{\max}} \quad (2.4.2.3)$$

Покрытия с трибологическим назначением должны обладать небольшим абразивным износом и высочайшей усталостной прочностью, а еще стойкостью к деформации и разрушению. Сообразно классической теории износа, низкий абразивный износ обычно связан с высокой твердостью, а высокая усталостная прочность соответствует огромным значениям модуля Юнга. Для основной массы объемных материалов высокой твердости характерно большое значение модуля упругости  $E$ , поэтому такие материалы являются хрупкими. Для оценки стойкости материалов к упругой деформации разрушения используют величину отношения твердости к модулю упругости  $H/E$ , называемую также индексом пластичности материала, а для оценки сопротивления материала пластической деформации используется параметр  $H^3/E^2$ . Отсюда следует, что для повышения стойкости к упругой деформации разрушению и уменьшения пластической деформации материал должен обладать высокой твердостью при низком модуле упругости. Одним из способов получения материалов с высоким отношением  $H/E$  является создание наноструктурных покрытий.

Важным преимуществом многокомпонентных наноструктурных пленок считается то, что можно получать сверхтвердые материалы с одинаковой твердостью, но различным значением модуля Юнга. Это означает, что тонкие пленки с одинаковой твердостью различаются упругой деформацией разрушения ( $H/E$ ) и сопротивлением пластической деформации ( $H^3/E^2$ ). Их упругие характеристики также могут существенно отличаться. Сочетание высокой твердости и упругого восстановления свидетельствует об

уникальности многокомпонентных наноструктурных пленок как новых твердых и в то же время эластичных материалов. Важно и то, что разные материалы могут обладать практически одинаковыми механическими характеристиками. Таким образом, можно получать сверхтвердые покрытия для конкретных целей и задач.

Вопрос о том, какими должны быть величины  $E$  и  $W_e$  с точки зрения получения высочайшей износостойкости материала. Одним из бесспорных преимуществ пленок с низким модулем упругости является их наилучшее соответствие стальным подложкам ( $E=205$  ГПа), что приводит к минимизации упругих напряжений на границе раздела покрытие/подложка и внутренних остаточных напряжений в системе. Это в свою очередь может приводить к существенному уменьшению износа.

### **2.3.3 Оценка функциональной пригодности поверхностей с покрытиями**

Адгезия к подложке является наиболее важным механическим свойством покрытия. Современные физические и химические методы испарения вещества и осаждения покрытий в вакууме разрешают достигать уровня адгезии, недостижимого ранее другими способами. С целью содействия широкому распространению такого-либо другого способа нанесения покрытий имеется крайняя необходимость применять обычные общепринятые методы по оценке адгезии, гарантирующие исследователям уверенность в получаемых результатах. Для твердых износостойких покрытий данные методы должны легко и быстро проводиться, не требовать специальной подготовки образцов и должны быть удобными для тестирования реальных инструментов и деталей машин. Для определения прочности сцепления покрытий и механических свойств материалов в данной работе использовали метод царапания (scratch-test), на установке Micro

Scratch Tester, который является наиболее прямым способом оценки адгезионных характеристик покрытий.

Применяемый нами скретч-тест заключается в предварительном наведении напряжений на границе сопряжения между покрытием и субстратом [36]. Это достигается давлением алмазной иглы на исследуемую поверхность образца при возрастающей нормальной нагрузке  $P_N$ . В то время как образец перемещается с постоянной скоростью под иглой, значение  $P_N$  увеличивается. Отслаивание, шелушение или откалывание фрагментов покрытия, возникающие у границы сопряжения могут вызвать результирующие напряжения. Минимальная нормальная нагрузка, при которой регистрируется событие, характерное для начала разрушения, называется критической нагрузкой ( $L_c$ ). Обнаружение значений  $L_c$  может быть зарегистрировано с помощью таких эффектов, как флуктуации акустической эмиссии и деформациями покрытия, наблюдаемыми при микроскопическом исследовании царапины, глубиной проникновения индентора.

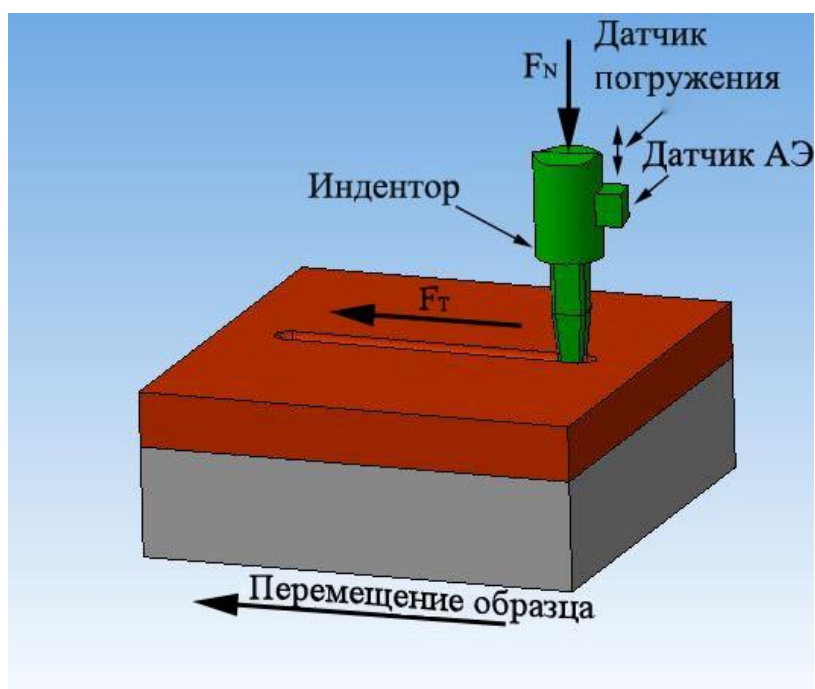


Рисунок 6 . Схема испытания на установке Micro Scratch Tester

Скретч-тесты покрытий проводилось на оборудовании CSEM Micro-Scratch Tester MST-S-AX-000 при возрастающей от 0,1 до 2,0 Н в течение 1 минуты нормальной нагрузке индентора радиусом 20 мкм на плоскости исследуемых образцов. Скорость продольного движения образца относительно алмазной иглы составляла 10 мм/мин. При этом регистрировались сигналы акустической эмиссии. Ширину оставленной бороздки измеряли с помощью оптического металлографического микроскопа ММР-4 при увеличении 1000 раз на том участке трека, на котором было зафиксировано начало флуктуаций звукового сигнала.

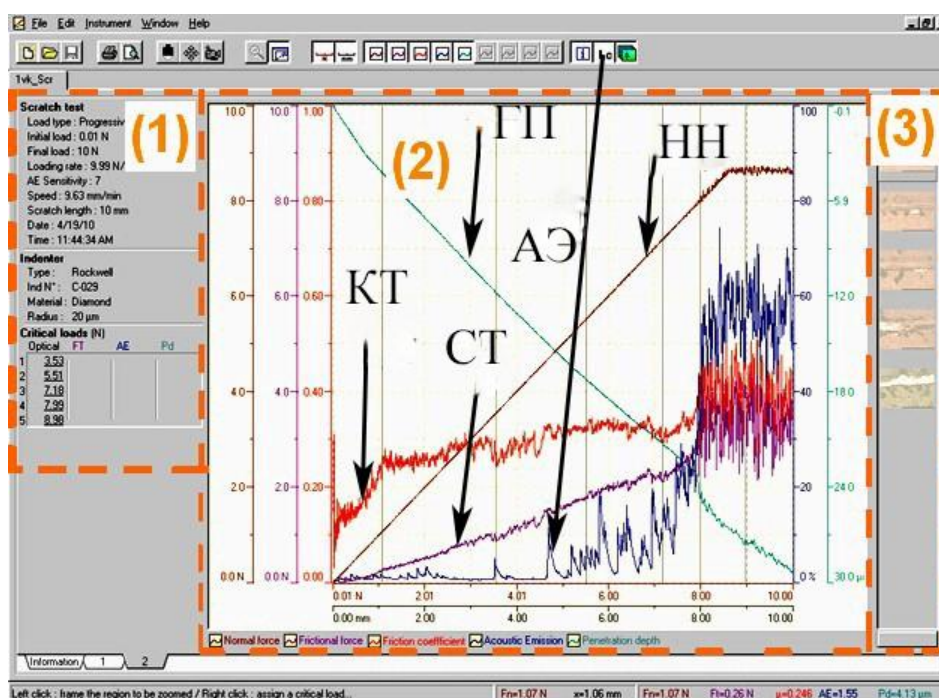


Рисунок 7 Изменения сигнала разных датчиков при царапании образца при нагрузке, нарастающей от 0,9 до 50 Н. ГП – глубина погружения, АЭ– акустическая эмиссия, КТ – коэффициент трения, НН- нормальная нагрузка, СТ - сила трения.

Колонка слева (1) показывает параметры скретч-теста: начальная и конечная нормальная нагрузка, скорость нагружения индентора, дата и время, характеристика индентора.

В центральной части (2) в графическом виде представлены датчиков во время скретч-теста. По оси абсцисс представляются данные о положении индентора во время проведения царапины и величине нормальной силы нагружения.

В правой колонке (3) информационного окна представлена галерея микрофотографий, сделанных во время анализа царапины после теста.

Условно процесс разрушения покрытия при царапании алмазным индентором можно разделить на три стадии (Рисунок 9). На стадии А происходит монотонное проникновение индентора в покрытие: глубина проникновения (ГП) и коэффициент трения (КТ) слабо понижаются, сила трения (СТ) слабо повышается, сигнал акустической эмиссии (АЭ) сохраняется неизменным. На стадии В проходит скачкообразное повышение уровня и амплитуды АЭ, изменение наклона кривых КТ и СТ. На стадии С заметно немонотонное изменение ГП, КТ и СТ.

Относительный анализ структурных особенностей царапины позволяет заключить, что на стадии А (нагрузка менее 1 Н) индентор фактически не оставляет следов на покрытии. Скольжение алмазного индентора по пленке проходит с очень низким коэффициентом трения (менее 0,1).

При нарастающей нагрузке (стадия В) происходит появление как шевронных трещин на дне царапины, так и диагональных трещин по ее берегам. При замыкании диагональных трещин по берегам царапины наблюдаются отщепления отдельных чешуек. Образование таких трещин сопровождается ростом уровня и амплитуды сигнала АЭ, а также монотонным повышением КТ. Третья стадия С связана с локальным, а затем непрерывным скалыванием подложки под давлением индентора. Возникновение отдельных отколов покрытия сопровождается резкими всплесками кривой КТ вверх, а кривой ГП – вниз.

По поведению АЭ анализировали наклон линии, соединяющий точку начало увеличения сигнала с точкой конца разрушения.

Чем больше угол, тем выше составляющая адгезионного разрушения, чем меньше угол, тем больше составляющая когезионного разрушения.

### **3 Закономерности формирования твердых износостойких покрытий в системе TiAlSiN, осаждаемых в плазме дуговых разрядов с использованием композиционного порошкового электрода состава Ti-Al-Si**

#### **3.1 Основные особенности параметров процесса получения покрытий из прямого плазменного потока дугового испарителя**

Модернизированная установка ННВ-6.6 имеет широкие технологические возможности, высокие технический уровень, эффективность, надежность и современный вид. Общий вид установки представлен в главе 2.1.

Нанесение покрытий на подложки проводилось в несколько этапов, для выбранного композиционного катода. Непосредственно перед напылением покрытий для активации поверхности образцы очищались от оксидных пленок, адсорбированных газов в рабочей камере бомбардировкой ионами аргона. За время очистки и активации образцы нагревались до температуры  $\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Как известно из литературных источников, с увеличением тока дуги увеличивается масса материала, испаряющегося с катода, следовательно, увеличивается скорость роста покрытий. Вместе с тем с ростом величины тока дуги происходит снижение доли ионной фазы при одновременном увеличении доли вредной микрокапельной фазы [27,46]. Поэтому в нашей работе покрытия наносили при минимально возможной величине тока дуги  $I_d$ , обеспечивающей стабильное горение вакуумной дуги 25 А.

Провели исследование связанные с комплексом изменений свойств покрытий (твердость, цвет и.т.д.) в зависимости от тока разряда газового плазмогенератора (это влияет на ионизацию азота, ток разряда и на количества ионов азота в плазме) и в зависимости отрицательного напряжения, подаваемого на образцы(0-600).

По окончании процесса очистки с активацией поверхности и достижении требуемой температуры изделия (100-300 °С), который длится от 5 до 30 минут, не выключая газового плазмогенератора и при постоянном значении потенциала смещения на изделии 0 В, переходят непосредственно к нанесению покрытия, поджигая электродуговой разряд, с помощью которого формируют плазменный поток, содержащий ионы распыляемого материала мишени-катода. Ионизованная компонента плазмы благодаря наличию магнитного и электрического полей транспортируется вдоль силовых линий магнитного поля по плазмоводу к выходу, а макрочастицы осаждаются на стенках плазмовода. Испытания проводились в четыре этапа: 30, 60, 90 и 120 минут (таб.2).

Таблица 2 - Исследование образцов

| № | Материал<br>образца | Режим | Смещение<br>V, Вт | Ток<br>разряда<br>испарителя<br>, I, А | Время<br>напыления<br>t, мин | Тем-а,<br>mV | Тем- а,<br>°C |
|---|---------------------|-------|-------------------|----------------------------------------|------------------------------|--------------|---------------|
| 1 | 12X18H10<br>Т       | 1     | 0                 | 50                                     | 30                           | 11,9         | 295           |
| 2 | ВК8                 |       |                   |                                        |                              |              |               |
| 3 | 12X18H10<br>Т       | 2     |                   |                                        | 60                           | 12,4         | 305           |
| 4 | ВК8                 |       |                   |                                        |                              |              |               |
| 5 | 12X18H10<br>Т       | 3     |                   |                                        | 90                           | 12,8         | 315           |
| 6 | ВК8                 |       |                   |                                        |                              |              |               |
| 7 | 12X18H10<br>Т       | 4     |                   |                                        | 120                          | 12,8         | 315           |
| 8 | ВК8                 |       |                   |                                        |                              |              |               |

Процесс напыления шел в три стадии. ОА - очистка, АВ- нанесения покрытия, ВС - осаждение (рис. 9).

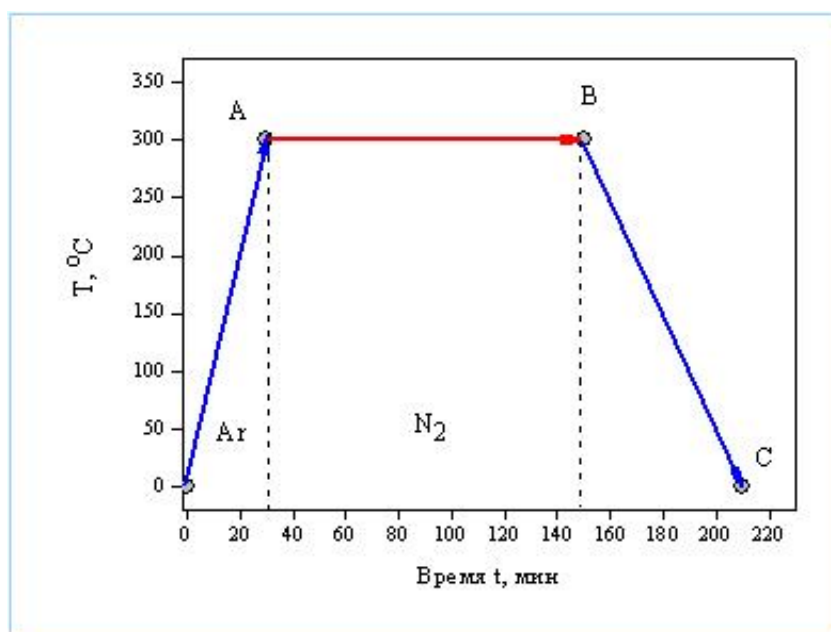


Рисунок 9. Температурно-временная диаграмма процесса

Перед процессом напыления образцы подвергались очистке в плазме газа аргона. Затем в камеру напускался азот и включалась система поджига дуги. Инициированное катодное пятно, стабилизированное магнитным полем соленоида, хаотически перемещалось по поверхности катода. В парах материала катода (металлической плазмы) зажигался дуговой разряд. Ток дуги во время нанесения покрытия составлял 50 А. На подложке установлено напряжение смещения  $U_{см} = 0$  В. (Таб.2).

Таблица 3- Режимы напыления покрытий Ti-Al-Si-N

| Параметры   | Рабочий газ | Ток разряда, А | Давление Па             | Потенциал смещение, В | Тем-а ,<br>Т, ° | Время, мин |
|-------------|-------------|----------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|------------|
| Обозначение | аргон       | 40             | $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па | 0-700 В; 50 кГц; 75%  | 0-300           | 60         |

На 2 этапе комбинированного способа в аргон добавляется азот в требуемом по технологии нанесения покрытия соотношении компонентов газовой смеси. Формируемый таким образом диффузионный поверхностный слой изделия обладает химическим сродством по своему элементному составу с наносимым покрытием, повышенной твердостью по сравнению с основой, а значит, способствует более плавному переходу физико-механических свойств от основы к покрытию. При этом газовый плазмогенератор продолжает функционировать, за счет чего обеспечивается более высокая степень диссоциации и ионизации реакционного газа в газовой смеси аргон-азот, а значит более полное протекание реакций ионно-плазменного синтеза на подложке. Хорошая управляемость параметрами потока плазмы при вариации составами катодов дает возможность обеспечить различный комплекс свойств покрытий в зависимости от их целевого назначения.

Таблица 4 –Нанесение покрытий -32-этап (а)

| Параметры   | Рабочий газ | Ток дуги, А | Рабочее давление        | Потенциал смещение, В | Тем-а ,<br>Т, ° | Время, мин |
|-------------|-------------|-------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|------------|
| Обозначение | азот        | 50          | $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па | 0                     | 0-300           | 120        |

2- этап (б)

| Параметры   | Рабочий газ | Ток дуги, А | Рабочее давление        | Потенциал смещение, В | Тем-а ,<br>Т, ° | Время, мин |
|-------------|-------------|-------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|------------|
| Обозначение | азот        | 50          | $6,65 \cdot 10^{-3}$ Па | 0                     | 0-300           | 120        |

При таких условиях нанесение пленок на подложки велось по 4 режимам :30 минут, 60 минут, 90 минут, 120 минут, после чего они остывали в вакууме в течение 60 мин до температуры  $T < 100^{\circ}\text{C}$ .

Если рассматривать цвет покрытий, полученных при разных напряжениях смещения можно видеть ряд изменений. На рисунке 4 (а) что от напряжения смещения изменяется величина адгезии (для покрытия  $U = -200$  В) наблюдается отслоение. На рисунке (б) можно увидеть покраснения. Покраснение может свидетельствовать об увеличении азота в покрытии. Увеличение напряжения, по-видимому, приводит к дополнительной ионизации азота вблизи поверхности конденсации. Активный азот (не молекулярный, а именно ионизованный) вступает в реакцию с ионами металла (Ti и Al). Из литературы известно, что в покрытия TiN с избыточным содержанием азота (область гомогенности достаточно широкая: 24%-49% азота может содержаться в покрытии, и все это является соединением TiN) как правило, имеют более высокую твердость и более хрупкие, они хуже держаться на подложке.

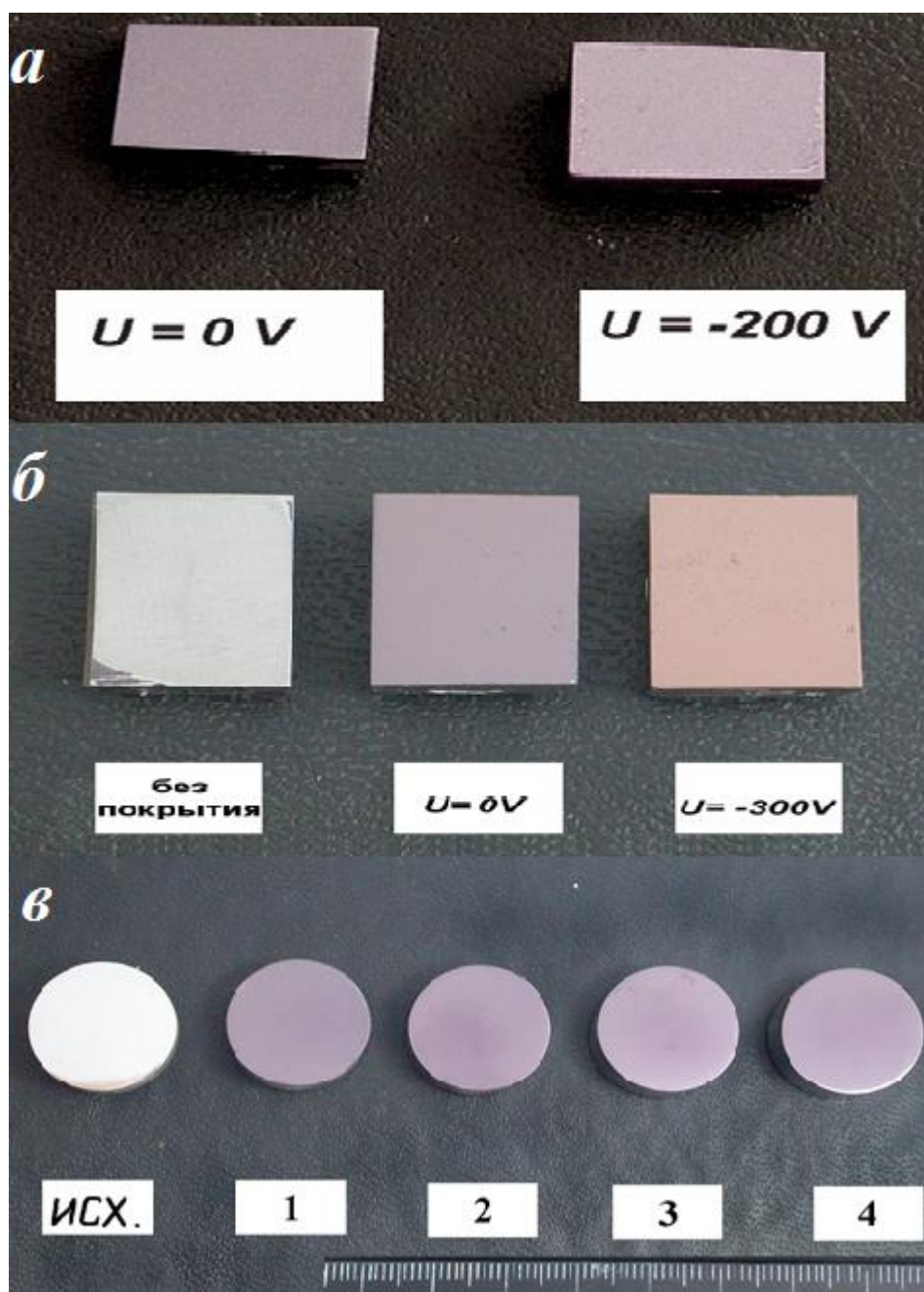


Рисунок 10: а) Изменение адгезии от напряжения смещения; б) цвет покрытий при разных напряжениях смещения; в) цвет покрытий при напряжении смещения равном 0 В.

При визуальном обследовании образцов было отмечено, что при увеличении амплитуды отрицательного смещения прослеживается устойчивая тенденция к изменению цвета пленки от темно-фиолетового до светло-коричневого. Очевидно, на цвет покрытий значительное влияние оказывает именно величина потенциала смещения, в то время как при одном и том же значении этого параметра способ транспортировки плазменного потока, следовательно, скорость формирования покрытия, не имеет значения.

Изменения цветовой гаммы покрытий косвенно свидетельствуют об изменении структуры и состава материала пленки.

Если рассматривать покрытия, полученные при напряжении смещения равном 0 В, но с изменением времени напыления, то есть различной толщины можно заметить, что цвет покрытия – насыщенный серо-фиолетовый, не отличается у всех образцов (рис. 10в).

Цвет меняется при изменении смещения и не меняется при одном и том же потенциале на образцах.

На твердость нитридных покрытий оказывает влияние содержание азота в формирующейся пленке. Чем выше в определенном диапазоне давление молекулярного азота в рабочей камере, тем соответственно, выше твердость конденсата. В нашем случае не меняя давления рабочего газа можно изменять его активность с помощью генератора газоразрядной плазмы, описанного в п.1.4. Поэтому на концентрацию азота в покрытии влияет ток разряда газового плазмогенератора. Зависимость микротвердости покрытия Ti-Al-Si-N от тока разряда ионного источника с накалимым катодом (Рис. 11) строилась по значениям микротвердости, полученным при помощи микротвердомера ПМТ-3 при нагрузке 50 гр. Все параметры процесса формирования покрытия, кроме тока разряда генератора газовой плазмы были идентичны и соответствовали следующим значениям: ток дугового испарителя - 25 А, давление газовой смеси (Ar:N<sub>2</sub>-50:50)  $p = 2,8 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст., напряжении смещения на образцах ~ 200 В, время конденсации - 60 мин.

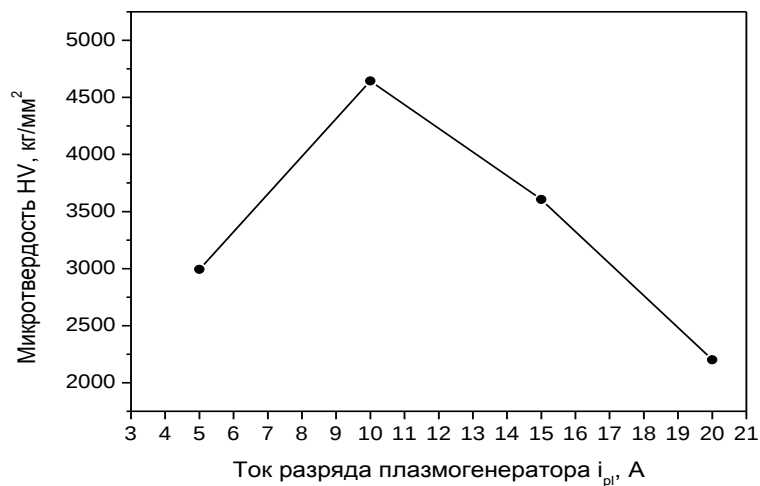


Рисунок 11. Зависимость микротвердости покрытия Ti-Al-Si-N от тока разряда ионного источника с накалимым катодом (Ar:N<sub>2</sub>, I<sub>d</sub>=25 А)

Кроме того, на твердость нитридного покрытия, получаемого вакуумно-дуговым методом, существенное влияние оказывает кинетическая энергия ионов, которая, в свою очередь зависит от величины отрицательного потенциала (смещения), приложенного к обрабатываемым образцам. Поэтому нами были проведены исследования (рис. 12) твердости получаемых покрытий при условиях, когда все параметры технологического процесса конденсации нитридных пленок на поверхности образцов из сплава ВК-8 кроме напряжения смещения были идентичны и соответствовали следующим значениям: ток дугового испарителя - 25 А, давление газовой смеси (Ar:N<sub>2</sub>-50:50)  $p = 2,8 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст., ток генератора газоразрядной плазмы ~10А, время конденсации - 60 мин.

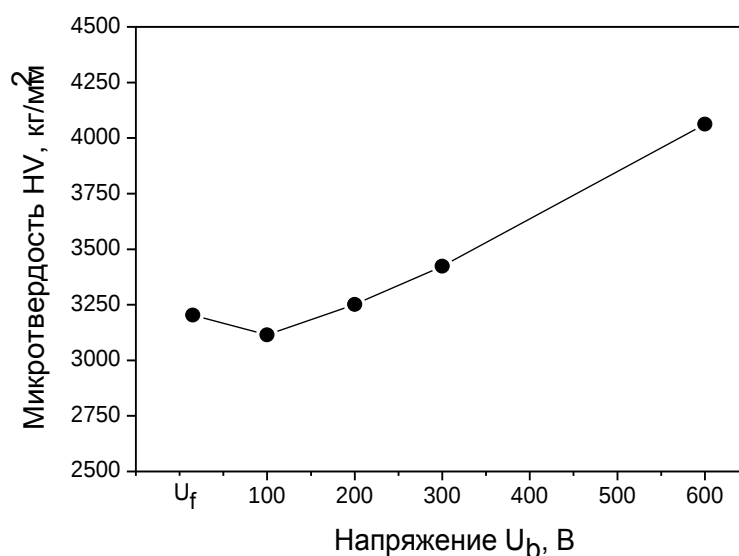


Рисунок 12. Зависимость микротвердости покрытия Ti-Al-Si-N от напряжения смещения.

Недостатком источника является наличие в потоке плазмы микрочастиц материала. Наличие микрочастиц в потоке плазмы не позволяет получать высококачественные однородные наноструктурированные многокомпонентные и многослойные материалы и покрытия. Из-за большого количества "капель" источник практически неприменим для получения материалов и покрытий на основе относительно легкоплавких материалов.

### **3.2 Основные особенности параметров процесса получения покрытий из плазменного потока дугового испарителя с использованием плазменного фильтра в виде криволинейного плазмоведа**

Формирование экспериментальных покрытий проводилось на модернизированной установке ННВ-6.6-И1, оборудованной электродуговым испарителем с устройством в виде криволинейного плазмоведа для отсечки микрокапельной фракции, источником газоразрядной плазмы для ионизации рабочего газа и импульсным источником питания отрицательного смещения, подаваемого на крутящийся стол с установленными на нем образцами. В качестве подложек для экспериментальных образцов в данной части работы был выбран сплав ВК8. Основные параметры плазменно-ассистированного

нанесения нитридного покрытий, получаемых в рамках настоящего этапа работы, были выбраны в последующих диапазонах: образцы устанавливались в центре рабочей камеры и вертелась во время напыления на расстоянии ~30 см от источников плазмы, диапазон давления газа в рабочем месте камеры –  $0,2 \div 0,4$  Па; ток разряда дугового испарителя – 25 А; ток разряда газового плазмогенератора – 5-20 А; отрицательное смещение от 0- до 300 В (стационарный и частотно-импульсный режимы); температура образцов – 200-300 °С; время напыления – 30-120 мин (Таб.2). В качестве катодов испарителя использовали композиционный материал  $Ti_{0,6}Al_{0,3}Si$ . Полученный способом вакуумного спекания спрессованной порошковой массы. Выбор покрытия системы Ti-Al-N для иллюстрации зависимости его свойств от параметров процесса получения обусловлен его высочайшей эффективностью и перспективностью внедрения в машиностроении, особенно на режущих инструментах. Предварительно механически отполированные до невысокой шероховатости поверхности ( $Ra \sim 0,02$ ). В каждом эксперименте подложки из разных материалов загружались в камеру одновременно, чтобы условия формирования покрытий на них были идентичны.

Принцип работы ионно-плазменного устройства для нанесения покрытий схематично представлен на рис.13 в случае реализации процесса осаждения функциональных покрытий на изделия из плазмы электродугового разряда с разделением плазменного потока.

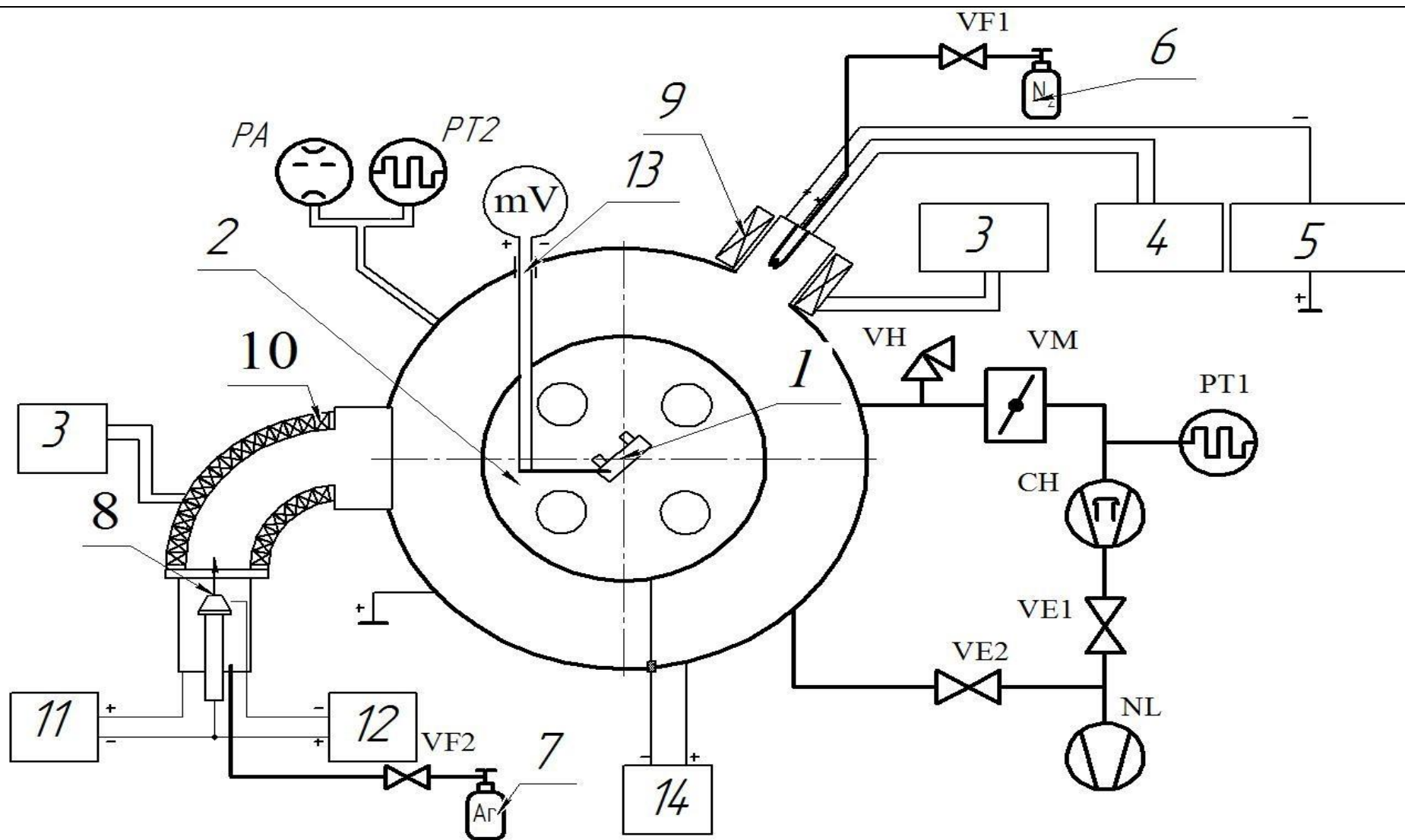


Рисунок 13. Схема экспериментальной установки для формирования покрытий с сепарированием плазменного потока.

1- образцы, 2 - вакуумная камера, 3 – питание магнитного поля, 4 – питание накала, 5 – источник питания плазмогенератора, 6 – азот, 7 – аргон, 8 – дуговой испаритель, 9 – источник газоразрядной плазмы ( $U=12\text{ В}$ ,  $I=100\text{ А}$ ), 10 – плазмооптическая система фильтрации микрокапель, 11 – источник питания дугового разряда испарителя ВД-200( $U=70\text{ В}$ ,  $I=200\text{ А}$ ); 12 – источник питания поджига дугового разряда испарителя ( $U=10\text{ кВ}$ ,  $I=10\text{ А}$ ); 13 – термopapa, 14- источник напряжения смещения рабочего стола ( $0-1000\text{ В}$ ,  $I=0-24\text{ А}$ ).

Датчики давления: РА- ионизационная (высоковакуумная) лампа, РТ1, РТ2 – термopapная лампа, VE1, VE2, VH- – клапаны; VF1, VF2 – клапаны для газа, СН - высоковакуумный насос; NL – форвакуумный насос; VM- затвор.

### **3.3 Сопоставление скорости роста покрытия и шероховатости поверхности от условий транспортировки плазменного потока вакуумно-дугового разряда**

Зависимости скорость осаждения  $V$  от условий транспортировки плазменного потока к подложке и приложенного к ней потенциала смещения  $U_b$  получены на основании измерений с помощью растровой электронной микроскопии и методики калотест.

Измерения отпечатков, полученных методом калотест, характерное изображение, одного из которых приведено на рис., для всех покрытий TiAlSiN и последующий расчет их толщин показали, что толщины покрытий находятся в диапазоне 2 - 8 мкм.

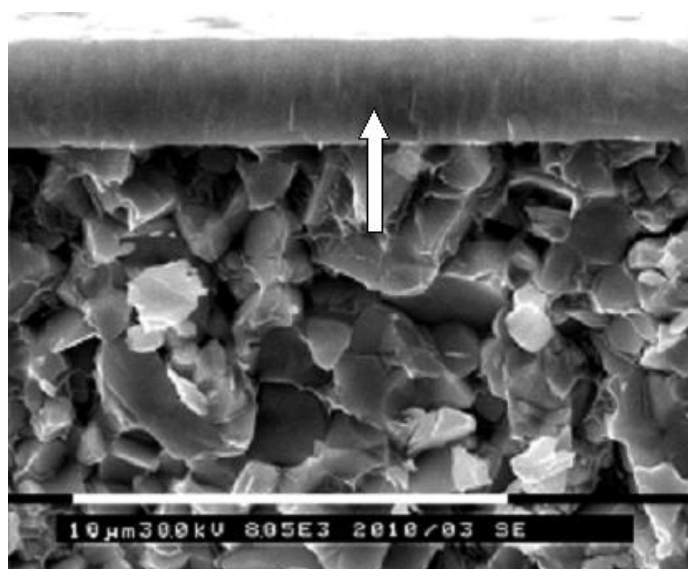


Рисунок 14. Характерное изображение поперечного излома твердого сплава ВК-8 с покрытием (указано стрелкой), полученным при распылении композиционного катода состава Ti-Al-Si. Сканирующая электронная микроскопия

По толщине полученной пленки и известному времени напыления этой пленки оценивалась скорость  $V$  ее нанесения. Напыление проводили при токах разрядов дугового испарителя  $I_d = 50$  А и газового источника  $I_{II} = 10$  А, давлении рабочего газа  $P = 0,4$  Па. Величину отрицательного смещения изменяли дискретно с интервалом 100 Вольт в диапазоне 0–300 В. В экспериментах применяли два режима подачи смещения: стационарный и импульсно-частотный. Частота импульсного смещения во всех случаях составляла 40 кГц, коэффициента заполнения импульса  $\gamma = 50\%$ . Графическая интерпретация результатов при описанных выше условиях исследования приведена на рис.14.

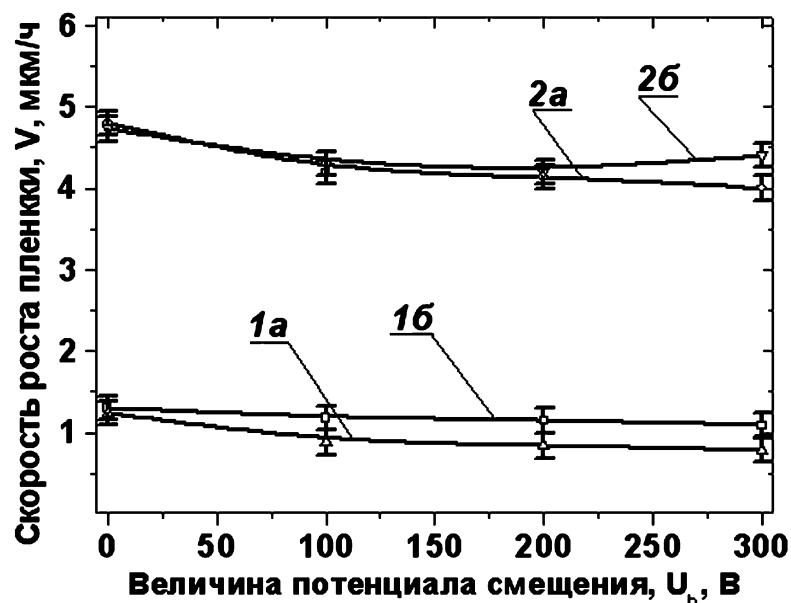


Рисунок 15. Скорость роста покрытия TiAlN в зависимости от значений отрицательного потенциала смещения  $U_b$  и условий транспортировки плазменного потока к поверхности конденсации: 1- без криволинейного плазмоведа в стационарном режиме (1a) и в частотно-импульсном (1б); 2- с применением криволинейного плазмоведа в стационарном режиме (2a) и в частотно-импульсном (2б).

Видно, что скорость нанесения пленки меняется в пределах от  $\approx 0,8$  до  $\approx 5,0$  мкм/час. Зависимости толщины полученной пленки от способа транспортировки плазменного потока имеет преобладающее значение и составляет 4-5 кратное увеличение для случая применения криволинейного плазмоведа. Такой эффект можно объяснить существенной фокусировкой заряженных частиц в данном устройстве и, как следствие, увеличением плотности тока ионов, приходящих на поверхность конденсации. Ионизованная компонента плазмы дугового разряда в криволинейном плазмоведе фокусируется и удерживается электрическим полем, создаваемым электронным током большой плотности, препятствуя уходу ионов на стенки плазмоведа, подключенному к положительному потенциалу источника питания. В связи с этим поток плазмы является сильно ионизованным и имеет высокую плотность по сечению, обеспечивая высокую реакционную способность при формировании соединений в процессе синтеза функциональных покрытий. Увеличение амплитуды потенциала смещения,

подаваемого на образцы, в диапазоне 0-300 В, равно как и переход со стационарного режима в частотно-импульсный, оказываются слабо эффективным параметрами, влияющими на скорость роста покрытия. Незначительное замедление скорости роста пленки (10-15%) с ростом амплитуды потенциала вероятно связано с процессами распыления. В случае частотно-импульсного смещения в представленном диапазоне значений они менее интенсивны.

Измерения шероховатости с помощью высокоточной измерительной установки для получения 3D-микрофотографий высокого разрешения “Micro Measure 3D station” показали, что в случае напыления без фильтрации макрочастиц увеличение параметра  $R_a$  может достигать 10 раз. В то время как с использованием плазменного фильтра размер микронеровностей практически повторяет рельеф подложки (0,02 мкм) и не изменяет геометрию поверхности с высоким классом чистоты. 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. Толщину готового покрытия оценивали по сколу образца с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) калотеста (рис. 16).

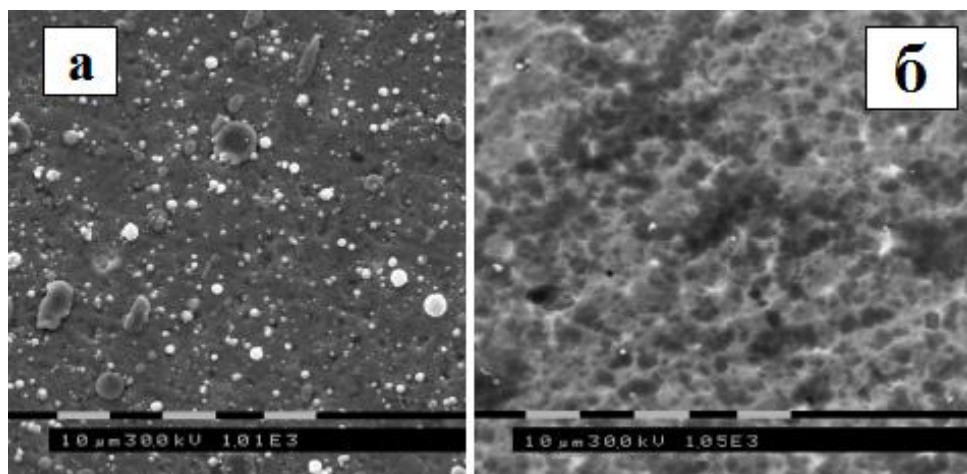


Рисунок 16. Изображения поверхности, снятые с помощью растровой электронной микроскопии при увеличении  $\sim 1000\times$ , после осаждения покрытий вакуумно-

дуговым методом: а) TiAlN без криволинейного плазмоведа; б) TiAlN с криволинейным плазмоводом.

Ионизованная компонента плазмы дугового разряда в криволинейном плазмоводе фокусируется и удерживается электрическим полем, создаваемым электронным током большой плотности, препятствуя уходу ионов на стенки плазмоведа, подключенному к положительному потенциалу источника питания. В связи с этим поток плазмы является сильно ионизованным и имеет высокую плотность по сечению, обеспечивая высокую реакционность при формировании соединений в процессе синтеза функциональных покрытий.

## 4 Сравнительный анализ основных физико-механических свойств покрытий TiAlSiN

### 4.1 Микротвердость поверхности образцов с покрытием TiAlSiN в зависимости от параметров напыления, толщины пленки и материала подложки

Исследования механических характеристик, как величина адгезии, микро и нанотвердость, показали следующее:

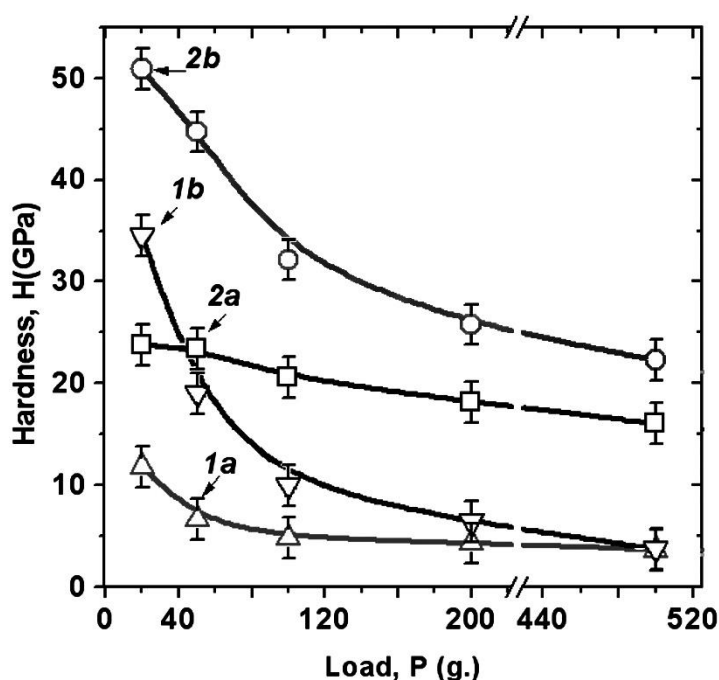


Рисунок 17. Зависимость микротвердости от нагрузки для TiAlSiN пленки различной толщины, нанесенной на подложки из 2-х различных материалов: 1a – подложка 12X18H10T, толщина пленки  $d=2$  мкм; 1b – подложка 12X18H10T, толщина пленки  $d=6$  мкм; 2a – подложка сплав ВК8, толщина пленки  $d=2$  мкм; 2b – подложка ВК8, толщина пленки  $d=6$  мкм. Микротвердость 12X18H10T – 3,6 ГПа; сплава ВК8 – 16,5 ГПа.

При нагрузке испытаний  $P=20$  г. (200 мН) на микротвердомере ПМТ-3 для всех образцов не наблюдались трещины вокруг отпечатков. Понятно, что покрытия сильно упругие (точные значения твердости дает наноиндентация динамическим методом) и отпечатки, оставленные от статического давления, частично восстанавливаются после снятия нагрузки и показывают завышенные значения твёрдости, но зато не вмешиваются в эти данные

эффекты, связанные с разрушением и появлением трещин, которые трудно учитывать при сравнении результатов с трещинами и без трещин.

Ниже приведена корреляция значений микротвердости, полученных с помощью статического метода (микротвердомер ПМТ-3) и упругие характеристики, выявленные динамическим методом с помощью наноиндентации при максимальной нагрузке  $P_{\max}=50$  мН

Характерной особенностью измерения микротвердости тонкопленочных поверхностей при нагрузках в диапазоне от 20 до 500 г является сильная зависимость твердости от глубины внедрения индентора. Поэтому фундаментальное значение приобретает выбор нагрузки индентирования, при которой осуществляется идентификация механических свойств покрытий. Анализ измерений глубин внедрения индентора, используемых в наших исследованиях при определении механических свойств вакуумных ионно-плазменных покрытий, показал, что в большинстве случаев свойства покрытий заметно отличались при глубине индентирования  $h \approx 700$  мкм, соответствующей диапазону нагрузок  $m=500$  грамм объектов (рис. 17)

Наибольшее распространение для измерения микротвердости очень малых слоев получил метод Виккерса, поскольку он позволяет получать четкие отпечатки при небольшой глубине проникновения индентора. В качестве индентора использовали правильную четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине  $136^\circ$ . Глубина вдавливания пирамиды в 7 раз меньше диагонали полученного отпечатка.

Для покрытий, полученных из холодного катода состава TiAlSi, в таблице представлены зависимости твердости HV от толщины покрытия TiAlSiN.

Таблица 5 - Значения микротвердости от толщины покрытия TiAlSiN (ПМТ-3)

| Нагрузка,<br>Р, мН | Без<br>покрытия,<br>HV, ГПа | Микротвердость покрытия<br>TiAlSiN на поверхности ВК8, HV, ГПа |               |               |              | Без<br>покрытия,<br>HV, ГПа | Микротвердость покрытия<br>TiAlSiN на поверхности<br>стали 12X18H10T, HV, ГПа |              |                   |                   |
|--------------------|-----------------------------|----------------------------------------------------------------|---------------|---------------|--------------|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|--------------|-------------------|-------------------|
|                    |                             | L=2,75<br>мкм                                                  | L=4,50<br>мкм | L=6,4<br>5мкм | L=8,0<br>мкм |                             | L=2,1<br>2 мкм                                                                | L=3,2<br>мкм | L=4,<br>44<br>мкм | L=5,<br>74<br>мкм |
| 200                | 20,13                       | 23,76                                                          | 30,79         | 50,86         | 41,20        | 3,71                        | 11,85                                                                         | 23,54        | 34,48             | 30,42             |
| 500                | 17,42                       | 23,36                                                          | 30,70         | 44,70         | 33,72        | 3,97                        | 6,67                                                                          | 14,58        | 19,02             | 24,15             |
| 1000               | 17,85                       | 20,56                                                          | 23,96         | 32,13         | 26,94        | 3,70                        | 4,83                                                                          | 8,73         | 9,97              | 14,53             |
| 2000               | 16,30                       | 18,20                                                          | 22,34         | 25,78         | 24,92        | 3,51                        | 4,32                                                                          | 6,45         | 6,39              | 8,37              |
| 5000               | 15,97                       | 16,10                                                          | 19,52         | 22,31         | 21,04        | 3,15                        | 3,68                                                                          | 4,49         | 3,77              | 3,97              |

Выполнены исследования зависимости твердости от глубины проникновения для образцов ВК8 и стали 12X18H10T от разной толщины. Результаты исследований представлены на рис. 18.

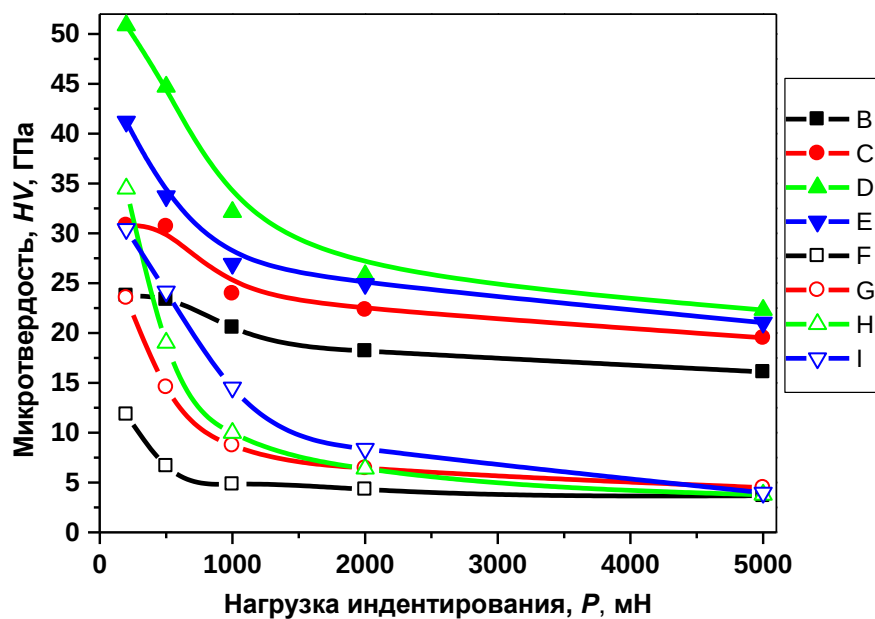


Рисунок 18. Зависимость значений твердости поверхностей с пленочным покрытием TiAlSiN от величины нагрузки при индентировании с помощью алмазной пирамиды Виккерса.

На рисунке 18 максимальная твердость  $HV=50,86$  ГПа приходится на покрытие TiAlSiN на поверхности твердого сплава ВК8, наносимое в течение 120 минут и толщиной  $L=8$  мкм. При увеличении толщины покрытий твердость покрытий увеличивается, что уже примерно в два раза больше, чем значение твердости на подложках без покрытия. Следовательно, увеличение толщины покрытия способствует росту значений твердости в покрытии. Как видно на рисунке 18.

Согласно формуле расчета твердости поверхности от приложенной нагрузки по Виккерса [39,40]:

$$H_v = \frac{2P}{d^2} \sin \frac{\alpha}{2} = 1854 \frac{P}{d^2} \quad (4.1.1)$$

Для однородного по всему объему материала глубина проникновения индентора при различных нагрузках подчиняется параболическому закону (квадратичная функция вида  $y=x^2$ , рис. 18).

$$h = \frac{d}{7} = \frac{\sqrt{1854 \frac{P}{H_v}}}{7} \quad (4.1.2)$$

При этом теоретически, значения твердости от величины применяемой нагрузки не должно изменяться, а должны оставаться постоянным (рис. 19).

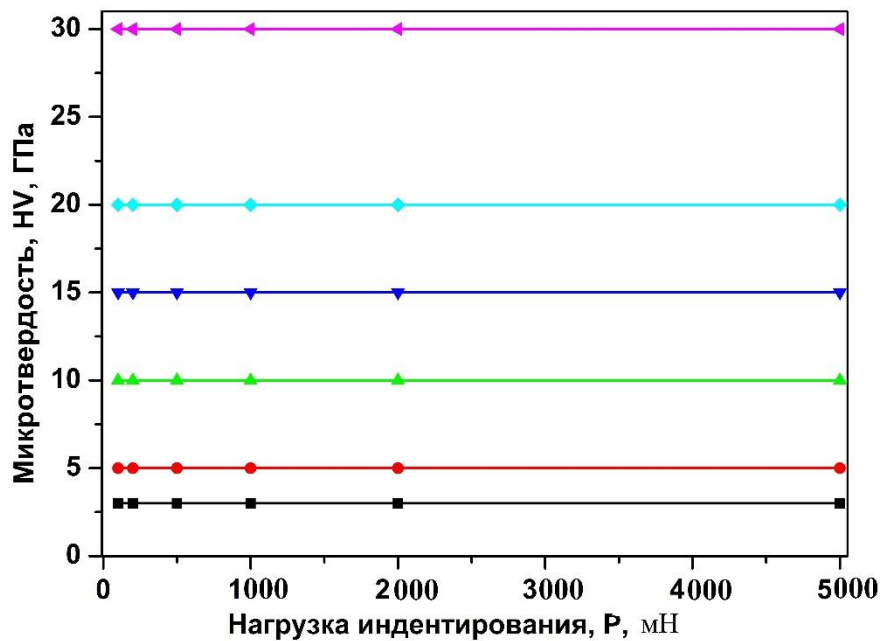


Рисунок 19. Теоретическое представление твердости однородных материалов, имеющих различные значения этого параметра, в зависимости от нагрузки индентирования проводимого с помощью алмазной пирамиды Виккерса.

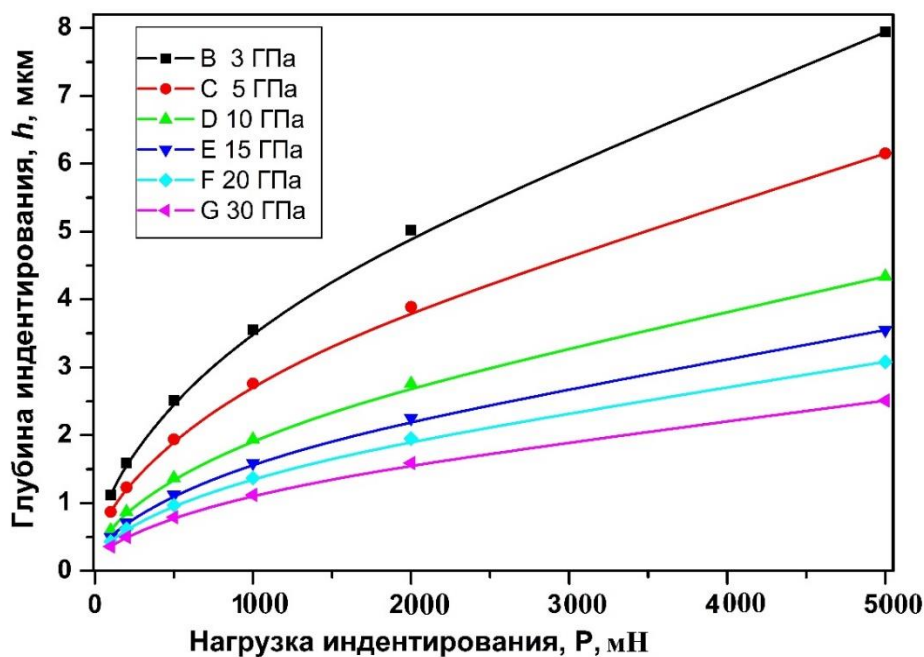


Рисунок 20 Теоретические значения глубины проникновения индентора в зависимости от нагрузки вдавливания алмазной пирамиды Виккерса для однородных материалов различной твердости (в диапазоне от 3 до 30 ГПа).

Судя по теоретическим данным образцы с большими значениями микротвердости при одинаковой нагрузке имеют меньшую глубины индентирования чем образцы с меньшими значениями микротвердости.

Видно, что чем выше твердость, тем ниже опускается ветвь параболы. Но это вид теоретического (расчетного) поведения кривых. При исследовании выяснилось, что зависимость изменение глубины индентирования от микротвердости для подложки сплава ВК8 совпадает с теоретическими значениями.

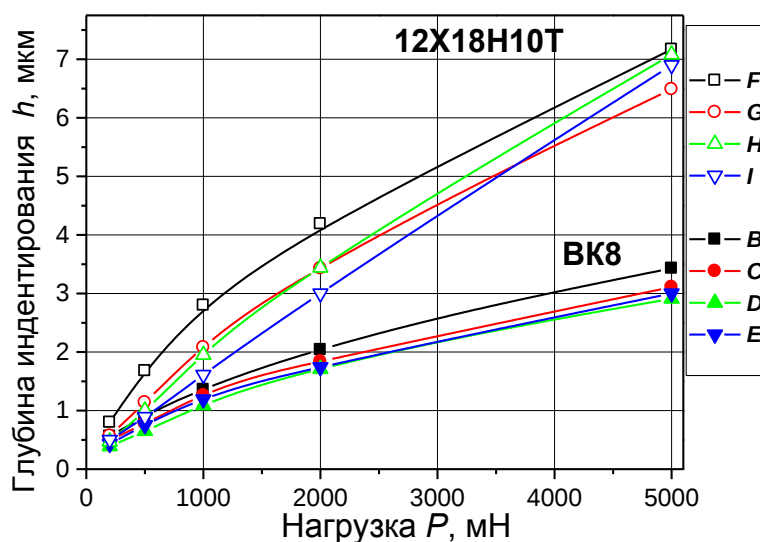


Рисунок 21. Практические значения глубины проникновения индентора в зависимости от нагрузки вдавливания алмазной пирамиды Виккерса для образцов с покрытием TiAlSiN на подложках, изготовленных из 2 сортов материалов.

Как видно на рисунке 21 образцы на подложке сплава ВК8 (кривые на графике с микротвердостью: при нагрузке  $P=5000$  мН, В – 16,1 ГПа, С – 19,52 ГПа, D – 22,31 ГПа, Е – 21,04 ГПа) имеет аналогичные изменение с теоретическими. Например, кривая В с наименьшей микротвердостью имеет самую большую глубину проникновения для подложек сплава ВК8 в порядке 3,5 мкм. Кривая D наибольшей микротвердостью имеет наименьшую глубины проникновения и такое изменение сохраняется во всех нагрузках. Для стали 12X18H10T изменение глубины индентирования не совпадает с теоретическими значениями. Как видно на графике кривая (при нагрузке 5000мН, F-3,68 ГПа, H- 3,9 ГПа, G - 3,77 ГПа, I - 4,49 ГПа), где кривая F с наименьшей микротвердостью имеет наибольшую глубину проникновения, а кривая I которая имеет наибольшую микротвердость до нагрузки в порядке

3500 мН имеет наименьшую глубину индентирования, а при увеличении нагрузки больше 3500 мН увеличивается глубина индентирования по сравнению с кривой G, которая имеет меньше микротвердости, чем кривая I.

Хотя твердость самого материала покрытия TiAlSiN должна быть одинаковой, т.к. напыление проводилось в одних условиях за исключением длительности процесса (это определяет толщину пленки), тем не менее поведение кривых носит различный (не одинаковый) характер.

Для покрытий, полученных из композиционного катода состава TiAlSi, на рисунке представлено зависимость твердости от глубины внедрения индентора.

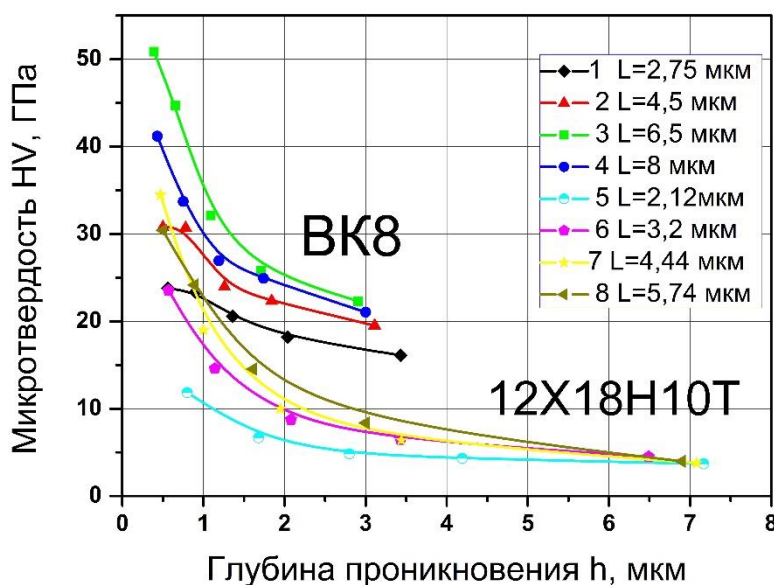


Рисунок 22. Зависимость микротвердости покрытия от глубины проникновения.

Для обоих покрытий механические свойства в зависимости от глубины внедрения изменяются примерно одинаково. При изменении глубин индентирования в диапазоне  $h = 2,75-8$  мкм твердость покрытий Н остается примерно постоянной.

Характерной особенностью индентирования при малых нагрузках является сильная зависимость твердости от глубины внедрения индентора. Поэтому фундаментальное значение приобретает выбор глубины индентирования, при которой осуществляется идентификация механических

свойств покрытий. Несмотря на большое число работ, проблема индентирования тонких покрытий до настоящего времени остается нерешенной [20].

При измерении микротвердости тонких пленок влияние подложки ничтожно мало при глубине индентирования меньше 1/10 толщины пленки.

При измерении микротвердости тонких пленок нагрузка существенно влияло более мягкой.

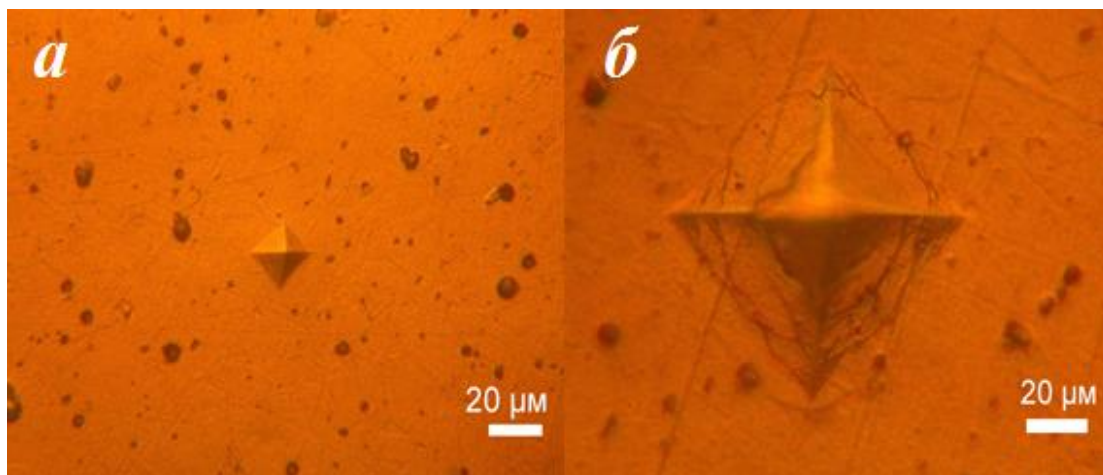


Рисунок 23. Отпечаток при нагрузке: а)  $P=200$  мН; б)  $P=1000$  мН.

На рисунке показано влияние нагрузки на образец с подложкой 12X18H10T и толщиной покрытия  $L=3,2$  мкм. При малых нагрузках рисунок 23 (а) выдерживает данную нагрузку отпечаток маленький и не имеет трещин. Если увеличить нагрузку увеличивается размер отпечатка и появляется трещины как показано на рисунке 23(б).

#### **4.2 Механические и упругие свойства пленочных покрытий, выявленные при малых испытательных нагрузках в результате динамического индентирования поверхностей**

Анализ механических свойств тонких покрытий требует применения современных методик и оборудования, позволяющих работать на субмикронном и нанометровом уровне. Для этих целей широко используется метод наноиндентирования с автоматической записью диаграммы нагружения индентора. Анализ таких диаграмм в рамках соответствующей

модели дает всю необходимую информацию о поведении материала под индентором. Следует отметить, что это единственный на сегодня метод, позволяющий с достаточно высокой точностью определить твердость и модуль упругости пленки.

Часто для характеристики механических свойств пленки используют отношение  $H/E$  – упругая деформация разрушения, характеризует способность материала сопротивляться изменению размеров и формы в процессе деформации. По высоким значениям этого параметра можно судить о повышенной износостойкости. Другой параметр  $H^3/E^2$  – характеризует сопротивление материала пластической деформации.

В таблице приведены средние основные механические характеристики исследуемых образцов, полученные из анализа соответствующих диаграмм нагружения.

Далее находили среднее значения этих параметров для каждой пленки на двух типах подложек:

Таблица 6 - покрытие TiAlSiN, Усмещения = 0V; время напыления –0,5 часа (а)

|                  | $W_e, \%$ | $H/E, \text{отн. ед.}$ | $H^3/E^2 \text{ ГПа}$ |
|------------------|-----------|------------------------|-----------------------|
| TiAlSiN на BK8   | 50,8      | 0,0637                 | 0,119                 |
| TiAlSiN на стали | 52,8      | 0,0781                 | 0,151                 |

покрытие TiAlSiN, Усмещения = 0V; время напыления –1 час (б)

|                | $W_e, \%$ | $H/E, \text{отн. ед.}$ | $H^3/E^2 \text{ ГПа}$ |
|----------------|-----------|------------------------|-----------------------|
| TiAlN на BK8   | 52,6      | 0,0692                 | 0,168                 |
| TiAlN на стали | 56,7      | 0,0758                 | 0,205                 |

покрытие TiAlSiN, Усмещения = 0V; время напыления –1,5 часа (в)

|                  | $W_e, \%$ | $H/E, \text{отн. ед.}$ | $H^3/E^2 \text{ ГПа}$ |
|------------------|-----------|------------------------|-----------------------|
| TiAlSiN на BK8   | 48,1      | 0,0509                 | 0,089                 |
| TiAlSiN на стали | 53,1      | 0,0647                 | 0,130                 |

покрытие TiAlSiN, Усмещения = 0V; время напыления –2 часа (г)

|                  | $W_e$ , % | $H/E$ , <i>отн. ед.</i> | $H^3/E^2$ ГПа |
|------------------|-----------|-------------------------|---------------|
| TiAlSiN на BK8   | 49,2      | 0,0529                  | 0,094         |
| TiAlSiN на стали | 47,5      | 0,0576                  | 0,106         |

Значения твердости, модуля упругости и упругого восстановления пленок приведены в таб. Глубина проникновения индентора при всех используемых нагрузках не превышает 15% толщины пленки. Максимальная твердость HV~50 ГПа соответствует покрытию TiAlSiN толщиной ~ 8 мкм на поверхности твердого сплава BK8. С увеличением значений испытательной нагрузки, твердость монотонно уменьшается, что связано с увеличением глубины индентирования и возрастающим влиянием на измерения твердости подложки.

Важным преимуществом многокомпонентных наноструктурных пленок считается то, что можно получать сверхтвердые материалы с одинаковой твердостью, однако различным значением модуля Юнга. Это означает, что тонкие пленки с одинаковой твердостью отличаются упругой деформацией разрушения ( $H/E$ ) и сопротивлением пластической деформации ( $H^3/E^2$ ). Их упругие характеристики также могут значительно отличаться. Сочетание высочайшей твердости и упругого восстановления свидетельствует об уникальности многокомпонентных наноструктурных пленок как новых твердых и в то же время эластичных материалов. Важно и то, что разве материалы могут обладать практически одинаковыми механическими характеристиками.

Полученные результаты измерений нанотвердости свидетельствуют о высокой термической стабильности многокомпонентных покрытий и являются косвенным подтверждением наноразмерной структуры покрытий.

#### 4.3. Адгезионная прочность покрытий в сопоставлении с их параметрическими данными и характеристиками материалов подложек

В случае многокомпонентных пленок идеальную поверхность можно получить и при отсутствии напряжения смещения. Скрепч для покрытий TiAlSiN, нанесенных на твёрдый сплав ВК8 и сталь 12Х18Н10Т с потенциалом смещения 0В. Измерялись по 8 режимам, представленным в таб. 3.

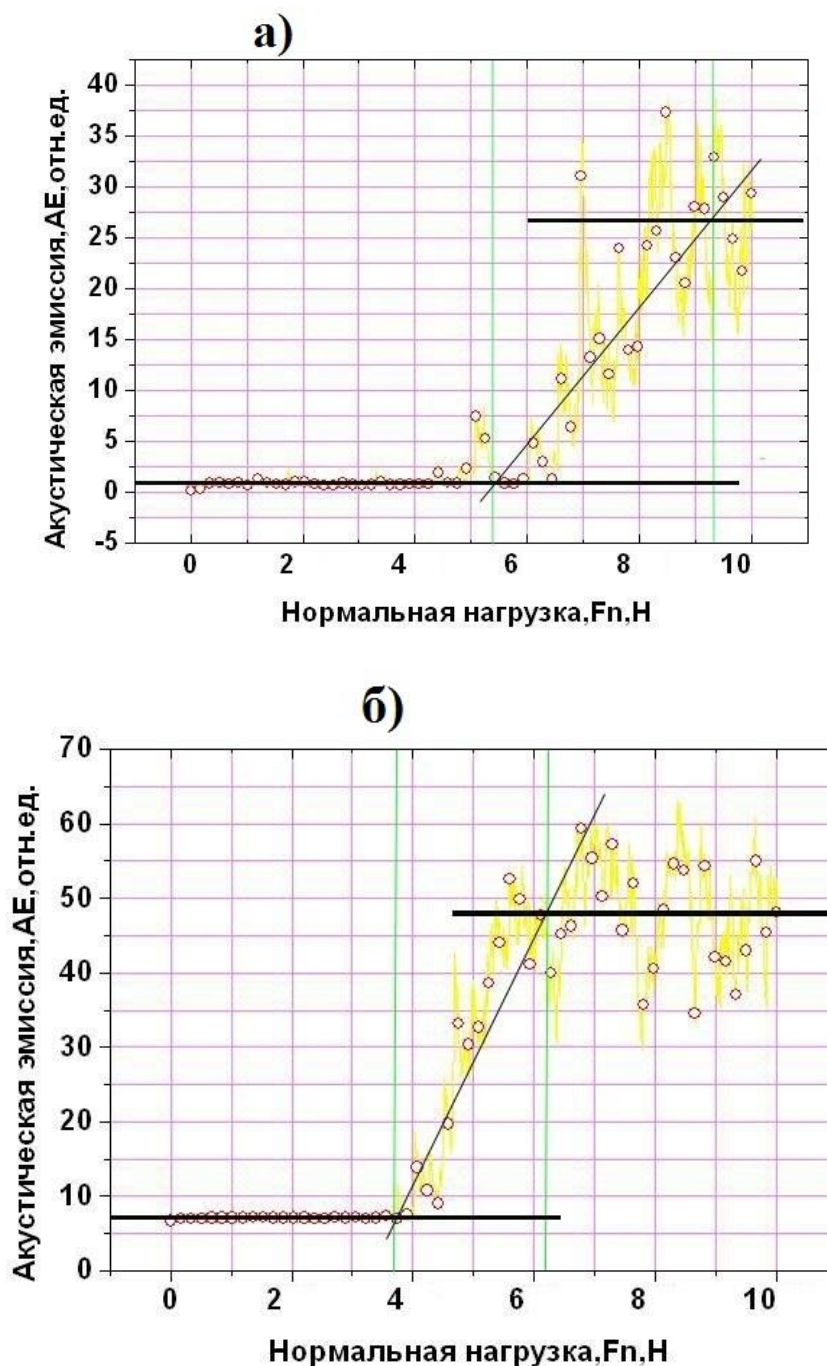


Рисунок 24 Покрытие TiAlSiN, время нанесения 30 минут: а) на подложке из тв.сплава ВК-8 , б) на подложке из стали 12Х18Н10Т

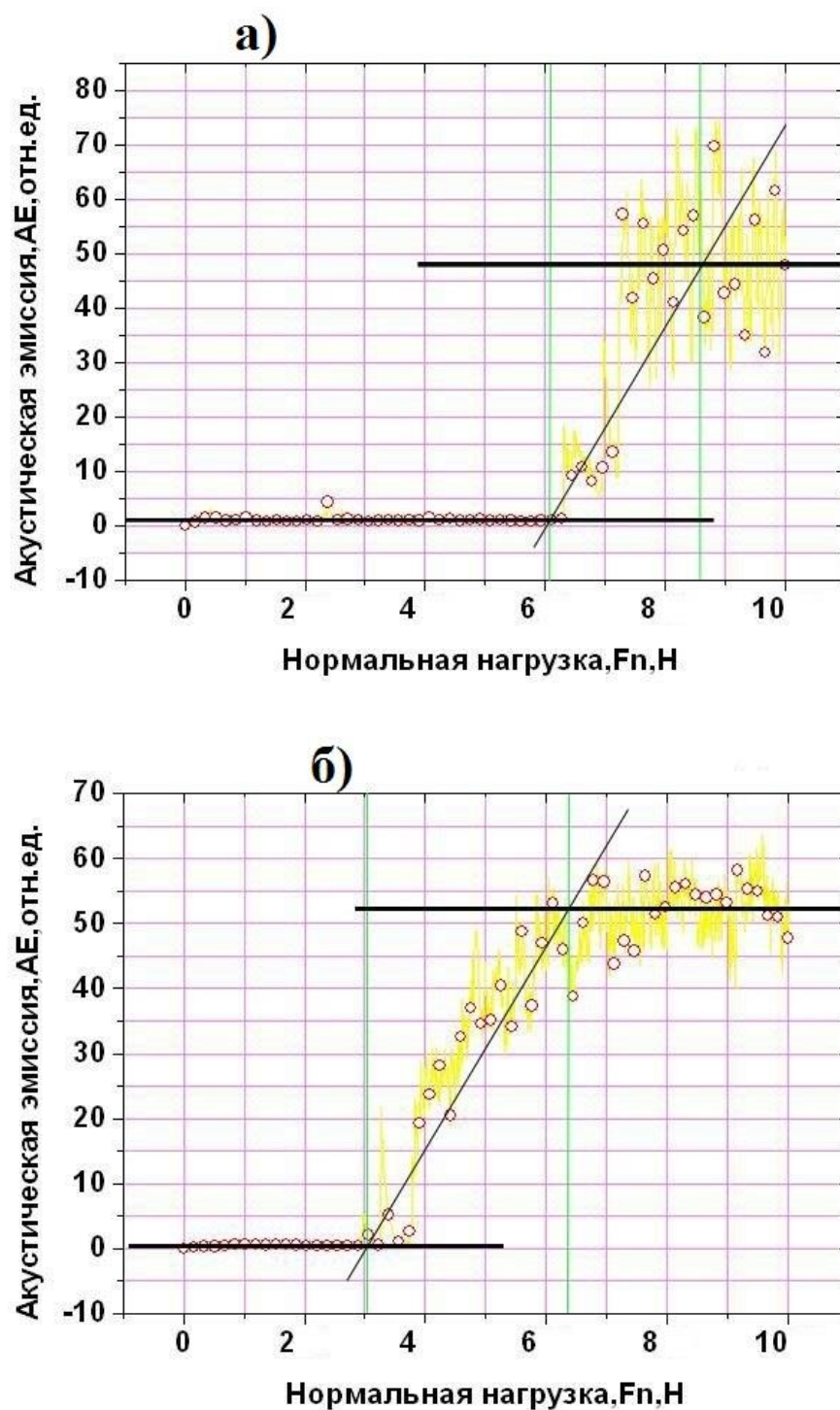


Рисунок 25 Покрытие TiAlSiN, время нанесения 60 минут: а) на подложке из твердого сплава ВК-8 , б) на подложке из стали 12Х18Н10Т

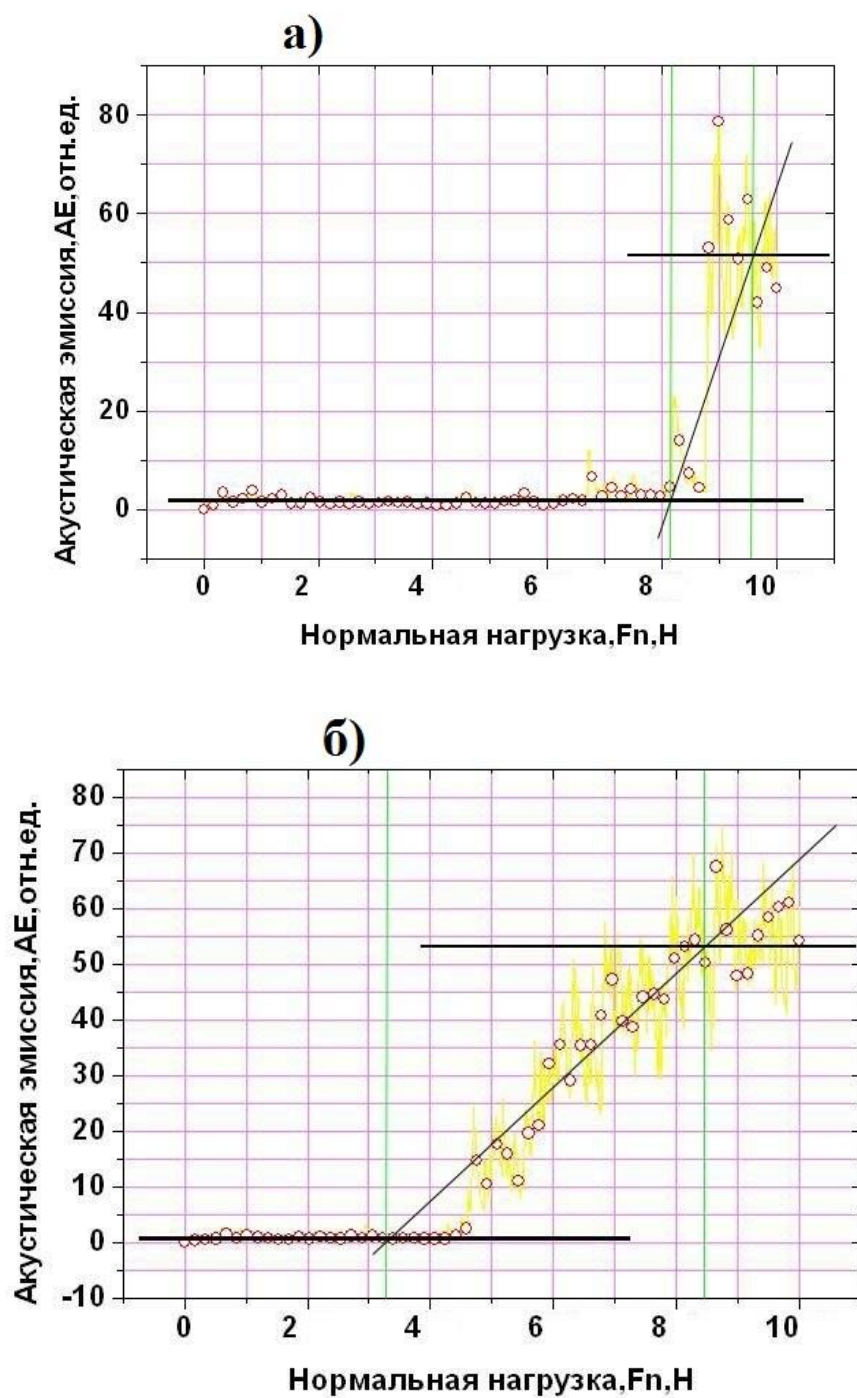


Рисунок 26 Покрытие TiAlSiN, время нанесения 90 минут: а) на подложке из твердого сплава ВК-8 , б) на подложке из стали 12Х18Н10Т

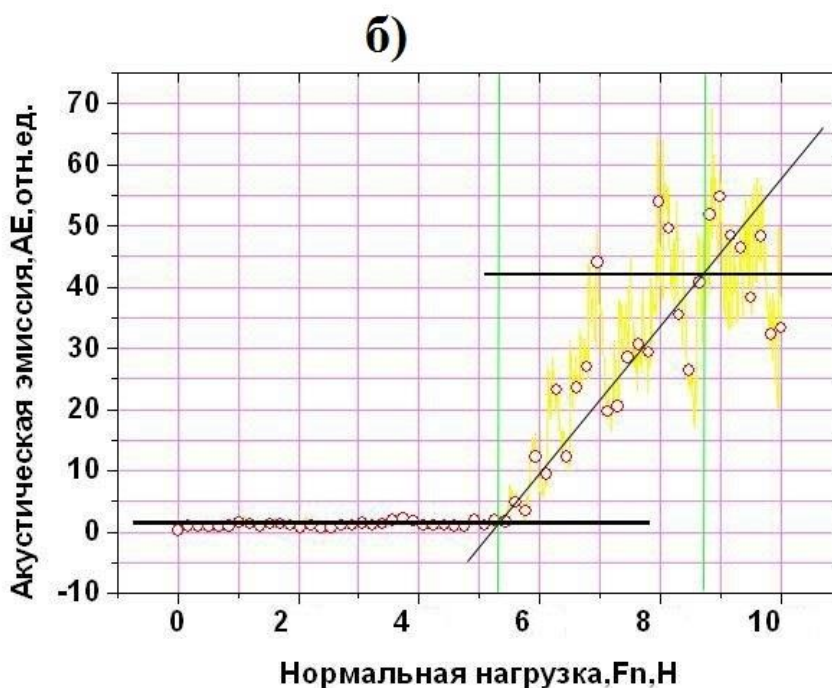
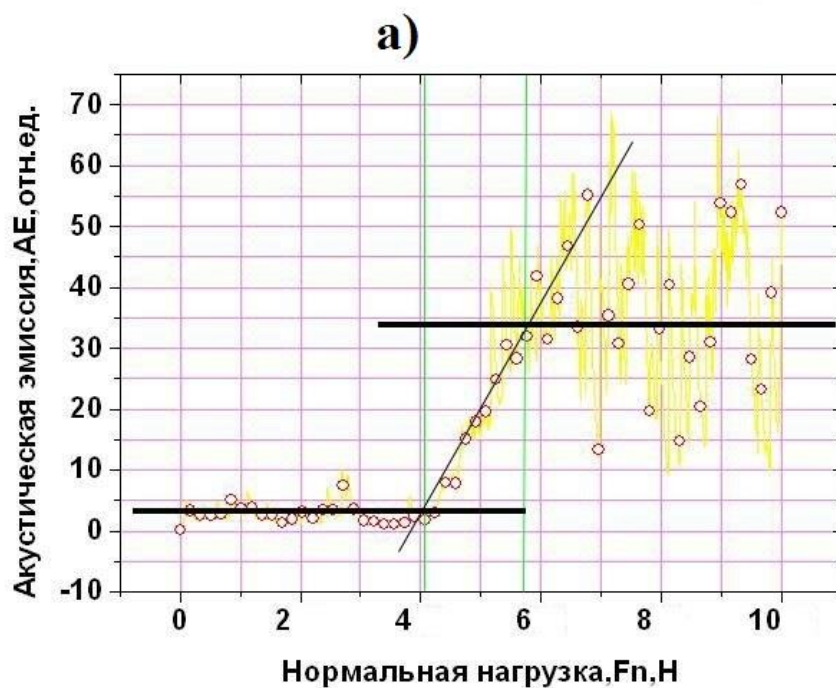


Рисунок 27 Покрытие TiAlSiN, время нанесения 120 минут: а) на подложке из твердого сплава ВК-8 , б) на подложке из стали 12Х18Н10Т.

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. 8.0.

Таблица 7 – Результаты обработки кривых скретч-тестов для режимов 1-6

| Режим обработки                                          | Начало разрушения, $F_{n_i}$ , Н | Полное разрушение, $F_{n_t}$ , Н | Наклон кривой в области разрушения, град. |
|----------------------------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-------------------------------------------|
| Покрытие TiAlSiN на подложке из стали 12X18H10T, 30мин.  | 3,70                             | 6,20                             | 63                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из тв.сплава ВК-8, 30мин.   | 5,4                              | 9,30                             | 49                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из стали 12X18H10T, 60мин.  | 3,05                             | 6,40                             | 59                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из тв.сплава ВК-8, 60мин.   | 6,1                              | 8,6                              | 60                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из стали 12X18H10T, 90мин.  | 3,30                             | 8,45                             | 46                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из тв.сплава ВК-8, 90мин.   | 8,20                             | 9,6                              | 72                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из стали 12X18H10T, 120мин. | 5,40                             | 8,70                             | 51                                        |
| Покрытие TiAlSiN на подложке из тв.сплава ВК-8, 120мин.  | 4,05                             | 5,70                             | 62                                        |

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. 8.0 (Рис. 26-29).

В таблице 7 представлены результаты обработки этих кривых для режимов 1-8. За начало разрушения принимался момент пересечения нижней асимптоты и наклонного участка кривой акустической эмиссии. Полное разрушение фиксировалось при пересечении наклонного участка и верхней асимптоты.

Из результатов скретч-тестов следует, что разрушение покрытия на образце №7, начинается позже, чем у образца №2. Наибольшее увеличение стойкости покрытия наблюдается для образцов №3 и №5. Следует обратить внимание на угол наклона кривых акустической эмиссии от величины возрастающей нагрузки при различных режимах формирования покрытия. Угол наклона, приближающийся к значению 90 град, свидетельствует 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.

## **5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективности и ресурсосбережение**

### **5.1 Предпроектный анализ**

#### **5. 1. 1 Потенциальные потребители результатов исследования**

В настоящее время остро стоит проблема упрочнения деталей машин и механизмов, работающих в агрессивных средах и при больших механических нагрузках, с целью увеличения срока их службы и снижения негативного воздействия окружающей среды. Достичь этой цели предпочтительней путем модернизации приповерхностного слоя изделия, изготовленного из не особо прочного, но достаточно доступного материала, чем путем изготовления цельных деталей из дорогостоящего материала со схожими физическими свойствами, но без модернизации приповерхностного слоя.

Одним из наиболее доступных и при этом эффективных методов модернизации приповерхностного слоя деталей является азотирование - насыщение азотом поверхности деталей в особой азотной среде. Данный способ позволяет значительно увеличить коррозионную стойкость покрытий и повысить их прочность, данная методика по своим результатам превосходит борирование, цементацию и нитроцементацию при значительно меньшей стоимости проведения процедур по упрочнению по сравнению с этими методами.

Исследование этого дипломного проекта непосредственно связано с производством. В работе исследуются изделия, насыщенные азотом для повышения твердости, износоустойчивости и коррозионной стойкости. Потенциальные потребители данного проекта - это, преимущественно, машиностроительные и металлообрабатывающие заводы, занимающиеся производством различных деталей для машин и механизмов. Например, ОАО

«Ключевской завод ферросплавов»; ОАО « ПМЗ»; ОАО « Ашинский металлургический завод».

## **5. 1. 2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения**

Для изготовления деталей и механизмов применяют различные материалы: инструментальные углеродистые, легированные и быстрорежущие стали, твердые сплавы, минералокерамические материалы и алмазы. Основные же материалы, применяемые для изготовления деталей и механизмов, - это углеродистые и легированные стали.

Прочность деталей и механизмов, изготовленных из конструкционной стали, снижается вследствие влияния концентраторов напряжения (переходы, сечения, выточки и т. п.), а также рисок и задиров, остающихся после механической обработки. Они способствуют развитию трещин и разрушению детали.

В настоящее время для получения азотированных деталей и механизмов используется технология азотирования из растворов электролитов. Используется анодный эффект для диффузионного насыщения обрабатываемой поверхности азотом в многокомпонентных растворах электролитов, один из видов скоростной электрохимико-термической обработки малогабаритных изделий. Так же используется технология газового азотирования. Но после газового азотирования нельзя проводить термическую обработку. Однако с точки зрения производственных и экономических показателей эти способы дорогие. В этих отношениях предпочтительней выглядит технология ионно-плазменного азотирования.

Технология ионно-плазменного покрытия дает преимущества по следующим параметрам:

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

Таблица 8 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

| Критерии оценки                                    | Вес критерия | Баллы           |                 | Конкурентоспособность |                 |
|----------------------------------------------------|--------------|-----------------|-----------------|-----------------------|-----------------|
|                                                    |              | Б <sub>к1</sub> | Б <sub>к2</sub> | К <sub>к1</sub>       | К <sub>к2</sub> |
| 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            |

К<sub>1</sub> – ионное покрытие; К<sub>2</sub> – газовое покрытие

### 5. 1. 3 SWOT-анализ

Одним из эффективных средств сокращения расходов металлов при сокращении высокого уровня производительности металлообработки является применение деталей и механизмов с износостойкими покрытиями.

Основные преимущества данного проекта - универсальность, высокая производительность и возможность создания оптимальных условий формирования покрытий с улучшенными характеристиками, увеличение срока службы детали и механизма, 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 усовершенствована технология покрытия деталей и механизмов, которые используются для увеличения твердости и износостойкости.

Таблица 9 – Матрица SWOT

|  |                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
|--|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <b>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</b><br>С1. Возможность варьировать температуру и время эксперимента<br>С2. Высокая производительность<br>С3. Снижение себестоимости изделия<br>С4. Увеличение срока службы деталей и механизмов | <b>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</b><br>Сл1. Не отработана до конца технология получения, покрытия деталей и механизмов.<br>Сл2. Отсутствие у потенциальных потребителей квалифицированных кадров по работе с научной разработкой<br>Сл3. Вероятность получения брака |
|--|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

Продолжение таблицы 5

| <b>Возможности:</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | С1В2 – вероятность                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | В1Сл4 –новейшее                                                                                       |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ (т.е использование научного оборудования)</p> <p>В2. В связи с последними политическими событиями наблюдается тенденция на импортозамещение в данной отрасли.</p> <p>В3. Возможность внедрения технологии в производство</p> <p>В4. Участие в грантах</p> <p>В5. Так как группа имеет знания и опыт в данном направлении, то если возможность получать покрытия для других деталей и механизмов</p> | <p>расширения кол-ва поставщиков (снижение себестоимости изделия)</p> <p>С1В3 - улучшение технологии в производство за счет изменения параметров и режимов покрытия</p> <p>С2В2 – позволяют при наличии спроса быстро нарастить объемы производства</p> <p>С3В2, С4В2- качество и стоимость изделия к покрытием будет являться конкурентным преимуществом на российском рынке</p> | <p>оборудование, позволит на ранних стадиях исследование, выявить и предотвратить появление брака</p> |
| <p><b>Угрозы:</b></p> <p>У1. Вероятность появления более выгодных предложений на рынке, так как в данном направлении ведется большое количество исследований.</p> <p>У2. Отсутствие оборудования для массового производства</p>                                                                                                                                                                                                                           | <p>С1У1-возможность изменения параметров и режимов покрытия, что позволит создавать новые и более качественные конкурентноспособные изделия.</p>                                                                                                                                                                                                                                  |                                                                                                       |

### 5. 1. 4 Оценка готовности проекта к коммерциализации

Таблица 10 - Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

| №<br>п/п | Наименование                                                                     | Степень<br>проработанности<br>научного проекта | Уровень<br>имеющихся знаний<br>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                                             |

Продолжение таблицы 10.

|     |                                                                                   |    |    |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------------|----|----|
| 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  |
|     | <b>ИТОГО БАЛЛОВ</b>                                                               | 31 | 21 |

Согласно таблице 10 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.

#### **5. 1. 5 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

### 5.2.1 Цель и результат проекта

В получении результата заинтересованы следующие стороны, представленные в таблице 11.

Таблица 11 – Заинтересованные стороны проекта

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

В таблице 8 представлена информация о иерархии целей проекта и критериях достижения целей.

Таблица 12 – Цели и результат проекта.

|                                             |                                                                                                                                                                                                                                                     |
|---------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Цели проекта:</b>                        | При разных режимах температуры исследовать структуру и свойства покрытий, направленных для повышения твердости.                                                                                                                                     |
| <b>Ожидаемые результаты проекта:</b>        | Получение оптимальных режимов покрытия, которые обеспечат и удовлетворят параметры покрытий.                                                                                                                                                        |
| <b>Критерии приемки результата проекта:</b> | Законченная научно-исследовательская работа, авторы которой имеют список публикаций и участие на международных конференциях.<br>Параметры, необходимы для получения покрытия: высокая твердость, износостойкость, теплостойкость и высокая адгезия. |
| <b>Требования к результату проекта:</b>     | <b>Требование:</b>                                                                                                                                                                                                                                  |
|                                             | Результат проекта должен иметь актуальное теоретическое и практическое значение                                                                                                                                                                     |
|                                             | Наглядные иллюстрации (графики и диаграммы)                                                                                                                                                                                                         |
|                                             | Выполнения проекта в срок                                                                                                                                                                                                                           |

## 5. 2. 2 Организационная структура проекта

Таблица 13 – Рабочая группа проекта

| № п/п | ФИО, основное место работы, должность | Роль в проекте       | Функции                                                                      | Трудозатраты, час. |
|-------|---------------------------------------|----------------------|------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| 1     |                                       | Заказчик проекта     |                                                                              | -                  |
| 2     | Коростелева Елена Николаевна          | Руководитель проекта | отвечает за реализацию проекта, координирует деятельность участников проекта | 240                |

Продолжение таблицы 14

|        |                                   |                                         |                                                                                  |      |
|--------|-----------------------------------|-----------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|------|
| 4      | Куренбай<br>Акмарал               | Исполнитель<br>по проекту 2             | выполняет<br>отдельные<br>работы по<br>проекту                                   | 984  |
| 5      | Гончаренко<br>Игорь<br>Михайлович | Ответственный<br>исполнитель<br>проекта | Отвечает за<br>работу<br>оборудования,<br>выполняет<br>технологические<br>работы | 536  |
| ИТОГО: |                                   |                                         |                                                                                  | 2744 |

### 5. 2.3 Ограничения и допущения проекта

Таблица 15 – Ограничения проекта.

| Фактор                                            | Ограничения/ допущения |
|---------------------------------------------------|------------------------|
| 3.1. Бюджет проекта                               | ---                    |
| 3.1.1. Источник финансирования                    | ИФПМ СО РАН            |
| 3.2. Сроки проекта (дней)                         | 730                    |
| 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

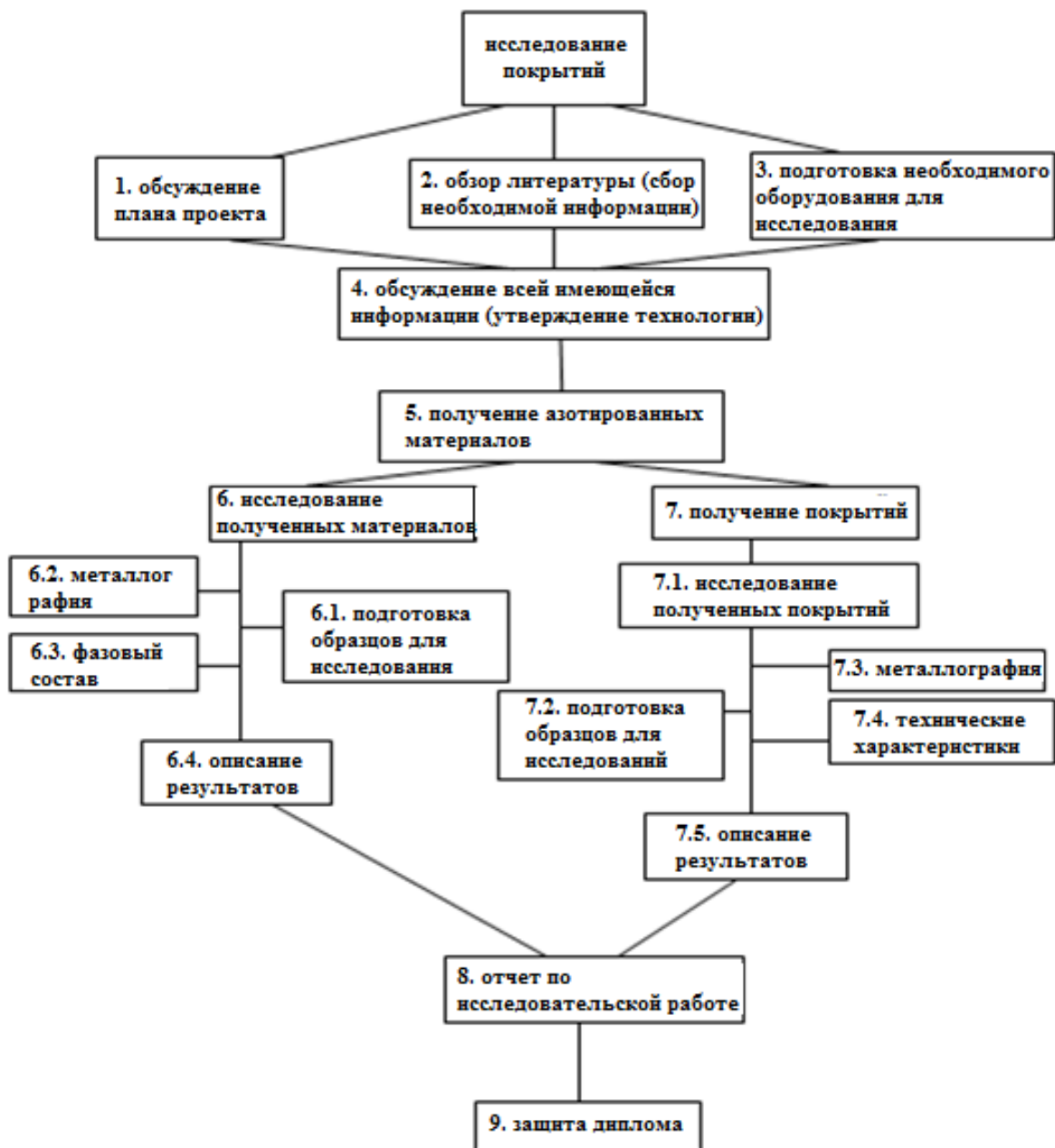


Рисунок 28– Иерархическая структура проекта

### 5. 3.2 Контрольные события проекта

Таблица 16 – Контрольные события проекта

| <b>№<br/>п/п</b> | <b>Контрольное<br/>событие</b>                           | <b>Дата</b> | <b>Результат<br/>(подтверждающий документ)</b>          |
|------------------|----------------------------------------------------------|-------------|---------------------------------------------------------|
| 1                | Обсуждение плана проекта                                 | 10.09.15    | Утверждение участников исследования                     |
| 2                | Обзор литературы (сбор<br>необходимой информации)        | 15.09.15    | Отчет по изученной литературе.                          |
| 3                | Подготовка необходимого<br>оборудования для исследования | 25.10.15    | Готовое оборудование для экспериментов                  |
| 4                | Обсуждение всей имеющейся<br>информации                  | 8.11.15     | Исследуемые образцы, иллюстрации<br>(графики, картинки) |
| 5                | Получение материалов                                     | 23.11.15    | Износостойкие покрытия                                  |
| 6                | Исследование полученных<br>материалов                    | 20.01.15    | Исследуемые образцы, иллюстрации<br>(графики, картинки) |
| 7                | Получение покрытий                                       | 13.02.15    | Отчет по результатам покрытия                           |
| 8                | Отчет по исследовательской<br>работе                     | 14.03.15    | Отчет                                                   |
| 9                | Защита диплома                                           | 15.06.15    | Диплом                                                  |

### 5. 3.3 План проекта

Таблица 17 – Календарный план проекта

| Код работ<br>ы (из ИСР) | Название                                                                                                                | Длительность,<br>рабочие дни | Дата начала работ | Дата окончания работ | Состав участников<br>(ФИО ответственных исполнителей) |
|-------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|-------------------|----------------------|-------------------------------------------------------|
| 1-2                     | Обзор литературы (сбор необходимой информации).<br>Обсуждение плана проект                                              | 22                           | 15.09.16          | 15.10.15             | Гончаренко И.М.<br><br>Куренбай А.                    |
| 3-4                     | Подготовка необходимого оборудования для исследований.<br>Обсуждение всей имеющейся информации (утверждение технологии) | 7                            | 15.10.16          | 25.10.15             | Гончаренко И.М.                                       |
| 5                       | Получение материалов                                                                                                    | 10                           | 25.10.16          | 8.11.15              | Гончаренко И.М.<br><br>Куренбай А.                    |
| 6                       | Исследование полученных материалов                                                                                      | 7                            | 8.11.16           | 17.11.15             | <br><br>Куренбай А.                                   |

|      |                                       |   |          |          |                                 |
|------|---------------------------------------|---|----------|----------|---------------------------------|
| 6.1. | Подготовка образцов для исследований. | 5 | 23.02.15 | 28.02.16 | Куренбай А..                    |
| 6.2. | Металлография.                        | 6 | 28.02.15 | 06.03.16 | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 6.3  | Фазовый состав                        | 3 | 06.03.15 | 09.03.16 | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 6.4. | Описание результатов                  | 8 | 14.03.15 | 23.03.16 | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 7    | Получение покрытий                    | 5 | 23.03.15 | 28.03.16 | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 7.1. | Исследование полученных покрытий      | 3 | 28.03.15 | 1.04.16  | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 7.2. | Подготовка образцов для исследований. | 4 | 1.04.15  | 5.04.16  | Куренбай А..                    |
| 7.3. | Металлография.                        | 4 | 5.04.15  | 9.04.16  | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 7.4. | Технические характеристики            | 2 | 9.04.15  | 10.04.16 | Гончаренко И.М.<br>Куренбай А.. |
| 7.5. | Описание результатов                  | 5 | 10.04.15 | 15.04.16 | Куренбай А..                    |

Продолжение таблицы 17

|   |                                   |     |          |          |              |
|---|-----------------------------------|-----|----------|----------|--------------|
| 8 | Отчет по исследовательской работе | 7   | 15.04.15 | 24.04.16 | Куренбай А.. |
| 9 | Написание дипломного проекта      | 35  | 25.04.15 | 15.06.16 | Куренбай А.. |
|   | Итого:                            | 133 |          |          |              |

### 5.3.4 Бюджет научного исследования

Таблица 18 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

| Наименование                               | Марка, размер | Кол-во | Цена за единицу, руб. | Сумма, руб. |
|--------------------------------------------|---------------|--------|-----------------------|-------------|
| Сплав ВК8                                  |               | 4 кг   | 980                   | 3920        |
| Баллон азота                               |               | 40 л   | 460                   | 18400       |
| Алмазная паста                             |               | 6      | 1200                  | 7200        |
| Наждачная бумага                           |               | 40     | 45                    | 1800        |
| Всего за материалы                         |               |        |                       | 31320       |
| Транспортно-заготовительные расходы (3-5%) |               |        |                       | 1000        |
| Итого                                      |               |        |                       | 32320       |

Амортизационные отчисления [47]:

$$H_a = (1/T) \cdot 100\% \text{ - норма амортизации}$$

$$A = S \cdot H_a \cdot t$$

Таблица 19 – Амортизационные отчисления

| №<br>п/п | Наименование<br>оборудования         | Цена<br>единицы<br>оборудова<br>ния, руб. | Срок<br>службы,<br>Т, дни | Время<br>эксплуатац<br>ии, t, дни | Н <sub>а</sub> , норма<br>амортизаци<br>и | Амортизац<br>ионные<br>отчисле<br>ния, руб. |
|----------|--------------------------------------|-------------------------------------------|---------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------------|---------------------------------------------|
| 1.       | Вакуумная ионно-плазменная установка | 1300000                                   | 5475                      | 10                                | 0,00018                                   | 2340                                        |
| 2.       | Микроскоп ММР 4                      | 300000                                    | 3650                      | 15                                | 0,0002                                    | 900                                         |
| 3.       | Микротвердомер<br>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 сведем в таблицу 15

Таблица 20 – Расчёт заработной платы

| Исполнители   | Количество | Зарплата,<br>руб./мес. | Количество<br>отработанных<br>дней | Всего з.п.,<br>руб. | Дополнительная з.п. | Отчисления на<br>социальные<br>нужды |
|---------------|------------|------------------------|------------------------------------|---------------------|---------------------|--------------------------------------|
| Руководитель  | 1          | 25000                  | 67                                 | 55823               | 6698                | 16746                                |
| Исполнитель 1 | 1          | 9000                   | 123                                | 36900               | 4428                | 11070                                |
| Итого:        |            |                        |                                    | 92723               | 11126               | 27816                                |

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

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

#### 5.3.4.1 Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

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

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%.

#### 5.3.4.2 Накладные расходы

Накладные расходы составляют 80-100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы [48].

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}),$$

где  $k_{\text{накл}}$  – коэффициент накладных расходов.

#### 5.3.4.3 Затраты на электроэнергию

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

Таблица 21 – Затраты на электроэнергию

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

#### 5.3.4.4 Затраты на водоснабжение

Тариф на водоснабжение 30,22 р. м<sup>3</sup>.

Примерный расход воды за время исследований составляет 13 м<sup>3</sup>

Затраты на водоснабжение за весь период исследования составляет 392,8 руб.

Тарифы на водоотведение 20,59 р.м<sup>3</sup>

Затраты на водоотведение за весь период исследования составляет 267,6 руб.

Полная смета затрат приведена в таблице 22.

Таблица 22 – Полная смета затрат

| Статьи                               | Затраты, руб |
|--------------------------------------|--------------|
| Основные и вспомогательные материалы | 32320        |
| Заработная плата                     | 92723        |
| Дополнительная заработная плата      | 11126        |
| Отчисления на социальные нужды       | 27816        |
| Затраты на электроэнергию            | 2901,5       |
| Амортизация                          | 3690         |
| Затраты на водоотведение             | 267,6        |
| Затраты на водоснабжение             | 392,8        |
| Прочие накладные                     | 93465        |
| Итого                                | 529404       |

### 5. 3.5 Матрица ответственности

Таблица 23 – Матрица ответственности

| Этапы проекта                                  | Руководитель | Исполнитель 1 | Исполнитель 2 |
|------------------------------------------------|--------------|---------------|---------------|
| Обзор литературы (сбор необходимой информации) | оиу          | и             | и             |
| Получение износостойких материалов             |              | и             | и             |
| Исследование износостойких материалов          | у            | ои            | ои            |
| Описание результатов                           | иус          | ои            | ои            |
| Получение покрытий                             |              | и             | и             |
| Исследование полученных покрытий               | у            | ои            | ои            |
| Описание результатов                           | иус          | ои            | ои            |
| Отчет по исследовательской работе              | у            | ои            | ои            |
| Защита диплома                                 | у            | ои            | ои            |

### 5. 3.6 Реестр рисков проекта

Таблица 24 – 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 поставщикам и |

Продолжение таблицы 24

|   |                                         |   |   |         |                                                        |                                                                                                              |
|---|-----------------------------------------|---|---|---------|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 2 | нехватка квалифицированной рабочей силы | 3 | 4 | средний | Повышение квалификации кадров                          | При условии, если уволиться или заболеет 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 [48,49].

Таблица 25 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

| Критерии                                                                  | Весовой<br>коэффициент<br>параметра | Материал<br>износостой<br>ки с<br>покрытием | Материал<br>без<br>покрытий |
|---------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------------------|
| 1. Увеличение объема производства                                         | 0,2                                 | 5                                           | 3                           |
| 2. Удобство в эксплуатации<br>(соответствует требованиям<br>потребителей) | 0,1                                 | 4                                           | 2                           |
| 3. Цена (уменьшение себестоимость<br>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                         |

$$I^{\text{п}}_{\text{м}} = 0,2 \cdot 5 + 0,1 \cdot 4 + 0,2 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,2 \cdot 4 + 0,15 \cdot 4 = 4,4$$

$$I^{\text{б}}_{\text{м}} = 0,2 \cdot 3 + 0,1 \cdot 2 + 0,2 \cdot 3 + 0,15 \cdot 3 + 0,2 \cdot 4 + 0,15 \cdot 3 = 3,1$$

При оценке сравнительной эффективности покрытия без покрытий и изделий с покрытиями, которые являются результатом данного проекта, можно сделать вывод, что проект является более ресурсоэффективным по сравнению с конкурентами.

## **Задание**

## **6 Социальная ответственность**

В данном разделе рассмотрены вопросы, связанные с организацией рабочего места в соответствии с нормами производственной санитарии, техники производственной безопасности и охраны окружающей среды.

Под проектированием рабочего места понимается целесообразное пространственное размещение в горизонтальной и вертикальной плоскостях функционально взаимоувязанных средств производства (оборудования, оснастки, предметов труда и др.), необходимых для осуществления трудового процесса.

При проектировании рабочих мест должны быть учтены освещенность, температура, влажность, давление, шум, наличие вредных веществ, электромагнитных полей и другие санитарно-гигиенические требования к организации рабочих мест.

При проектировании лаборатории необходимо уделить внимание и охране окружающей среды, а в частности, организации безотходного производства.

Также необходимо учитывать возможность чрезвычайных ситуаций. Так как лаборатория находится в городе Томске, наиболее типичной ЧС является мороз. Так же, в связи с неспокойной ситуацией в мире, одной из возможных ЧС может быть диверсия.

### **6.1.1 Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды**

В лаборатории, где находятся различные электроустановки, магнетрон, а также используются металлические порошки в качестве исходного продукта, могут быть следующие вредные факторы: наличие - а) не комфортных метеоусловий; б) вредных веществ; в) производственного шума; г) недостаточной освещенности; д) электромагнитного излучения;

### 6.1.2 Метеоусловия

Микроклимат в производственных условиях определяется следующими параметрами:

- 1) температура воздуха;
- 2) относительная влажность воздуха;
- 3) скорость движения воздуха.

При высокой температуре воздуха в помещении кровеносные сосуды кожи расширяются, происходит повышенный приток крови к поверхности тела, и выделение тепла в окружающую среду значительно увеличивается. При низкой температуре окружающего воздуха реакция человеческого организма иная: кровеносные сосуды кожи сужаются, приток крови к поверхности тела замедляется, и теплоотдача конвекцией и излучением уменьшается. Таким образом, для теплового самочувствия человека важно определенное сочетание температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха в рабочей зоне.

Повышенная влажность воздуха ( $\varphi > 85\%$ ) затрудняет терморегуляцию организма, т.к. происходит снижения испарения пота, а пониженная влажность ( $\varphi < 20\%$ ) вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей.

Оптимальные и допустимые показатели температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха в рабочей зоне производственных помещений должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 25 [ГОСТ 12.1.005-88].

Для обеспечения оптимальных и допустимых показателей микроклимата в холодный период года следует применять средства защиты рабочих мест от остекленных поверхностей оконных проемов, чтобы не было охлаждения. В теплый период года необходимо предусмотреть защиту от попадания прямых солнечных лучей.

Работы делятся на три категории тяжести на основе общих энергозатрат организма. Работа, относящаяся к инженерам – разработчикам, относится к категории легких работ. Допустимые значения микроклимата для этого случая даны в таблице.

Таблица 26 - Требования к микроклимату

| Период года | Категория работы | Температура, °С | Относительная влажность, % | Скорость движения воздуха, м/с |
|-------------|------------------|-----------------|----------------------------|--------------------------------|
| Холодный    | средняя          | 19 – 24         | 15 - 75                    | $\leq 0.1$                     |
| Теплый      | средняя          | 20 - 28         | 15 - 75                    | $\leq 0.2$                     |

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.

### 6.1.3 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 [50].

Аргон и азот – физиологически инертные, нетоксичные газы. Замещая кислород в воздухе, и вытесняя собой кислород из организма, они воздействуют на человека как удушающие агенты (асфиксанта) по причине снижения парциального давления кислорода [38].

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.

#### **6.1.4 Производственный шум**

Вентиляция производственных помещений предназначена для уменьшения запыленности, задымленности и очистки воздуха от вредных выделений производства, а также для сохранности оборудования. Она служит одним из главных средств оздоровления условий труда, повышения производительности и предотвращения опасности профессиональных заболеваний. Система вентиляции обеспечивает снижение содержания в

воздухе помещения пыли, газов до концентрации, не превышающей ПДК. Проветривание помещения проводят, открывая форточки. Проветривание помещений в холодный период года допускается не более однократного в час, при этом нужно следить, чтобы не было снижения температуры внутри помещения ниже допустимой. Воздухообмен в помещении можно значительно сократить, если улавливать вредные вещества в местах их выделения, не допуская их распространения по помещению. Для этого используют приточно-вытяжную вентиляцию. Кратность воздухообмена не ниже 3.

Предельно допустимый уровень (ПДУ) шума - это уровень фактора, который при ежедневной (кроме выходных дней) работе, но не более 40 часов в неделю в течение всего рабочего стажа, не должен вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Соблюдение ПДУ шума не исключает нарушения здоровья у сверхчувствительных лиц.

Допустимый уровень шума ограничен 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). При значениях выше допустимого уровня необходимо предусмотреть СКЗ и СИЗ.

- устранение причин шума или существенное его ослабление в источнике образования;
- изоляция источников шума от окружающей среды средствами звуко- и виброизоляции, звуко- и вибропоглощения;
- применение средств, снижающих шум и вибрацию на пути их распространения;

- применение спецодежды, спецобуви и защитных средств органов слуха: наушники, беруши, антифоны.

### 6.1.5 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:

$$L_{\Sigma} = 10 \lg \sum_{i=1}^{i=n} 10^{0,1L_i},$$

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 27.

Таблица 27. 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, 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.

### 6.1.6 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.

Основными источниками света являются люминесцентные лампы. В помещении лаборатории используются светильники типа ШОД. ШОД - для нормальных помещений с хорошим отражением потолка и стен, допускается при умеренной влажности и запыленности.

Основные требования и значения нормируемой освещенностей рабочих поверхностей изложены в строительных нормах и правилах СНиП 23-05-95, выбор освещенности осуществляется в зависимости от размера объекта различения, контраста объекта с фоном, характеристики фона. Для того чтобы установить в каждом конкретном случае все перечисленные предметы, необходимо знание особенностей зрительной задачи на данном рабочем месте.

При работе с персональным компьютером в сочетании с работой с нормативной и технической документацией согласно нормам СНиП 23-05-95 регламентируется значение освещенности рабочих мест.

Значение коэффициента запаса, выбираемого для помещения с малым выделением пыли менее  $1 \text{ мг/м}^3$  пыли, дыма, копоти, для светильников ШОД  $K_3=1,4$ .

При выборе расположения светильников необходимо руководствоваться двумя критериями:

1. Обеспечение высокого качества освещения, ограничение ослепленности и необходимой направленности света на рабочие места.
2. Наиболее экономичное создание нормированной освещенности.

Для равномерного общего освещения светильники расположены параллельно стенам. Площадь помещения равна  $S=42 \text{ м}^2$ .

В зависимости от типа светильников существует выгодное относительное расстояние между рядами светильниками:

$$\lambda = L/h, \quad (1.4.1)$$

где L-расстояние между светильниками, м; h- высота подвеса светильника над рабочей поверхностью, h=2,5 м.

Светильники с люминесцентными лампами рекомендуется устанавливать рядами параллельно длинной стороне помещения или стене с окнами. При использовании светильников с люминесцентными лампами  $\lambda = 1,3 \dots 1,5$ .

Выберем для светильников ШОД  $\lambda=1,4$ .

Отсюда следует:

$$L = \lambda \cdot h = 1,4 \cdot 2,5 = 3,5 \text{ м} - \text{округлим значение до } L=3$$

При размещении светильников общего освещения для сокращения равномерности распределения освещенности по помещению необходимо регламентировать расстояние от крайнего ряда светильников до стен. В производственных помещениях это расстояние не должно превышать  $(0,25 \dots 0,3) L$ .

Изобразим в соответствие с исходными данными план помещения, укажем на нем расположение светильников и определим их число.

Всего необходимо 6 светильников ШОД-2-80. Размеры одного светильника длина - 1м., ширина - 0,5 м.

Произведем расчет осветительной установки методом коэффициента использования светового потока. Этот метод является наиболее точным и распространенным методом расчета. Применяя этот метод, можно определить световой поток ламп, необходимый для создания заданной освещенности горизонтальной поверхности с учетом света, отраженного стенами и потолком или, наоборот, найти освещенность при заданном потоке.

### **Расчет осветительной установки**

Величина светового потока лампы определяется по формуле:

$$F = E \cdot S \cdot z \cdot k_3 / n \cdot \eta, \text{ лм}, \quad (6.1.4.2)$$

где  $F$ -световой поток лампы, лм;  $E$ - минимальная освещенность, лк,  
 $E = 300 \text{ лк}$  [42];  $S$ - площадь помещения,  $\text{м}^2$ ,  $S=42 \text{ м}^2$ ;  $z$ -поправочный коэффициент,  $z=0,9$ ;  $k$ - коэффициент запаса,  $k=1,4$  осветительной установки;  
 $\eta$ -коэффициент использования осветителей, %;  $n$ - число ламп в помещении.

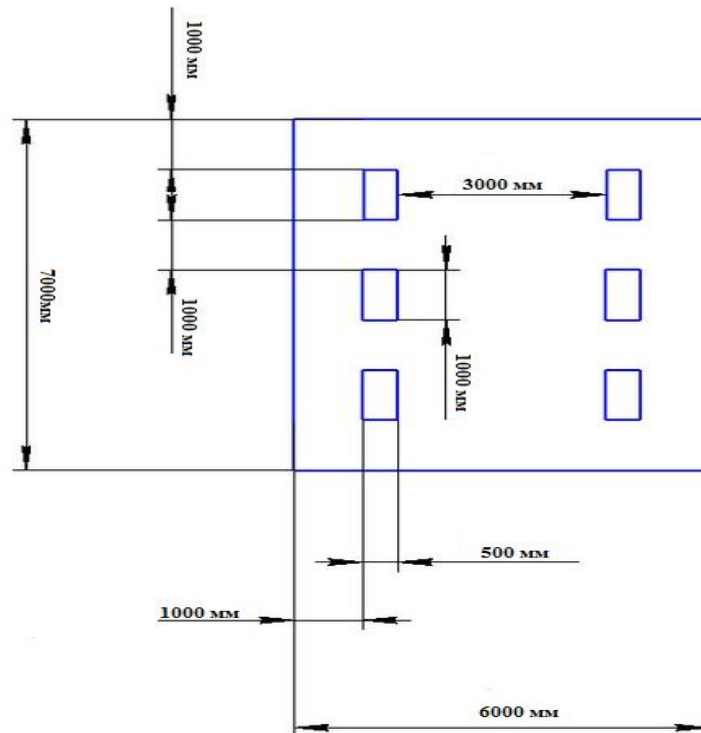


Рисунок 29. Схема расположения светильников

Коэффициент использования светового потока - это отношение полезного светового потока, достигающего освещенной поверхности, к полезному световому потоку в помещении. Для определения коэффициента  $\eta$  необходимо знать индекс помещения  $i$ , значение коэффициентов отражения стен, тип светильника.

Индекс помещения определяется по формуле:

$$i = S/h(A + B), \quad (6.1.4.3)$$

где  $S$ - площадь помещения,  $h$ - высота подвеса светильника над рабочей поверхностью,  $A, B$ - стороны помещения.

$$i = 42/2,5(6 + 7) = 1,3$$

Коэффициент отражения стен и потолка оцениваются субъективно и определяются по таблице для свежепобеленного потолка и со свежепобеленными окнами без штор равно 50% и 70% соответственно.

Находим коэффициент использования светового потока светильников с люминесцентными лампами:  $\eta=42\%$ .

Теперь определим  $F$  (1.4.2):

$$F = 300 \cdot 42 \cdot 0,9 \cdot 1,4 / 12 \cdot 0,42 = 2250 \text{ лм}$$

Выбираем ближайшую стандартную лампу с потоком 2480Лм. Тип источника света ЛБХ. Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \Phi_{\text{л.станд.}} - \Phi_{\text{л.расч.}} / \Phi_{\text{л.станд.}} \cdot 100\% \leq +20\%, \quad (6.1.4.4)$$

Получаем

$$-10\% \leq 5,96\% \leq +20\%$$

Определяем электрическую мощность осветительной установки

$$P = n \cdot P_0, \quad (6.1.4.5)$$

где  $n$ - количество осветительных элементов;  $P_0$ - мощность одного осветительного элемента.

$$P = 12 \cdot 80 = 960 \text{ Вт.}$$

## **6.2 Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды**

### **6.2.1 Факторы электрической природы**

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.

Лаборатория относится к помещению с особой опасностью поражения электрическим током. В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены. Недоступность токоведущих частей достигается путем их надежной изоляции, применения защитных ограждений (кожухов, крышек, сеток и т.д.), расположения токоведущих частей на недоступной высоте.

Основными электрозащитными средствами в электроустановках напряжением выше 1000 В являются изолирующие штанги, изолирующие и электроизмерительные клещи, указатели напряжения, а также изолирующие

устройства и приспособления для ремонтных работ (площадки, изолирующие звенья телескопических вышек и пр.).

Работать со штангой разрешается только специально обученному персоналу в присутствии лица, контролирующего действия работающего. При операциях с изолирующей штангой необходимо пользоваться дополнительными изолирующими защитными средствами - диэлектрическими перчатками и изолирующими основаниями (подставками, ковриками) или диэлектрическими ботами.

Изолирующие клещи применяют в электроустановках до 35 кВ для операций под напряжением с плавкими вставками трубчатых предохранителей, а также для надевания и снятия изолирующих колпаков на ножи однополюсных разъединителей.

При пользовании изолирующими клещами оператор должен надевать диэлектрические перчатки и быть изолированным от пола или грунта; при смене патронов трубчатых предохранителей он должен быть в очках. Клещи нужно держать в вытянутых руках.

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.

### **6.2.2 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  $A_n$ ,  $B_n$ ,  $B_n$ ,  $G_n$  и  $D_n$ .

Помещение лаборатории можно отнести группе Б по степени опасности развития пожара, характеризующейся достаточно серьезной пожарной нагрузкой, поскольку в лаборатории находится достаточное количество оборудования, а также наличествуют легковоспламеняющиеся вещества (спирт, бензин и др.) [51].

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 [52].

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. (и другие мероприятия по НПБ-105-03)

В нашем случае наиболее вероятным источником 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.

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.

Здание должно соответствовать требованиям пожарной безопасности, а именно, наличие охранно-пожарной сигнализации, плана эвакуации, порошковых или углекислотных огнетушителей с поверенным клеймом, табличек с указанием направления к запасному (эвакуационному) выходу (рис.30).



Рисунок 30. Пути эвакуации.

### 6.3 Охрана окружающей среды

Охрана окружающей среды - это комплексная проблема и наиболее активная форма её решения - это сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства.

Для перехода к безотходным производствам в лаборатории необходимо осуществлять сбор водорода в специальные емкости (в настоящее время он выпускается в воздух). В настоящее время на первый план выдвигаются задачи борьбы с загрязнением атмосферы, так как от их решения в значительной мере зависит здоровье людей.

Охрана атмосферы включает в себя:

- уменьшение и полное прекращение выбросов вредных веществ в атмосферу;

- сохранение и увеличение биомассы производителей кислорода и поглотителей углекислоты;
- сохранение и восстановление оптимальной циркуляции атмосферы в региональном масштабе;
- утилизация отходов вредных производств.

В настоящее время нет какого-либо кардинального способа, позволяющего решить проблему загрязнения атмосферы. Однако существует, ряд мер, которые в комплексе позволяют существенно снизить степень загрязнения воздуха. Основными мерами, которые необходимо предусмотреть при проектировании и строительстве новых реконструкций и расширение действующих производств являются совершенствование их технологии, обеспечивающей сокращение выбросов и оснащение их современным оборудованием и пылеуловительной аппаратурой по очистке газов, дымовых и вентиляционных выбросов.

Важнейшим направлением уменьшением выбросов и экономии капитальных затрат является максимально возможная утилизация тепла в промышленности.

Совершенствование техники газоочистителей повышает степень очистки выбросов. Для обезвреживания выделяемых производствами органических растворителей применяются адсорбционные методы, которые наряду с полным извлечением примесей из газов обеспечивают и их рекуперацию.

В лаборатории в процессе работы образуются такие вещества как пыль, и аэрозоли. Для их удаления применяют вытяжную вентиляцию, для снижения выбросов этих веществ в атмосферу применяют фильтры.

Вследствие использования работниками душевых, туалетов, специальных веществ для обработки материалов, а так же средств хозяйственного назначения, образуются жидкие отходы для удаления которых применяют канализационную систему. Система канализации

подсоединена к городской канализационной сети, поэтому полная очистка сточных вод на нем не проводится.

Также из-за использования обтирочных материалов образуются твердые отходы, для которых предусмотрены места хранения, и в конце рабочего дня они очищаются. При удалении отходов с территории предприятия им присваиваются категории опасности и вывозятся на соответствующие полигоны (промышленных отходов, токсичных отходов и т.д.).

#### **6.4 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.

На случай возникновения чрезвычайной ситуации (землетрясение, наводнение, пожары, химическое либо радиоактивное заражение и т.п.) должен быть предусмотрен следующий комплекс мероприятий:

- рассредоточение и эвакуация;
- укрытие людей в защитных сооружениях;
- обеспечение индивидуальными средствами защиты;
- организация медицинской помощи пострадавшим;
- организация служебного транспорта для эвакуаций людей;

В чрезвычайной обстановке особенно важное значение имеют сроки эвакуации людей за пределы зон возможного поражения или разрушений. В наиболее короткие сроки эвакуацию можно провести комбинированным способом, который заключается в том, что при его применении массовый вывод населения пешим порядком сочетается с вывозом некоторых категорий населения (пенсионеры, инвалиды, больные и т.д.) всеми видами имеющегося транспорта [51].

Рассредоточение и эвакуация населения комбинированным способом осуществляется по территориально-производственному принципу. Это значит, что вывод населения организуется через предприятия, учреждения, учебные заведения и домоуправление по месту жительства.

Ведение спасательных работ в районах производственных аварий существенно различаются в зависимости от размеров и опасности аварий и катастроф. Однако, ряд требований к организации спасательных работ является общим.

*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 заниженной 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.

## **6.5 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

## **Заключение**

В ходе проделанной работы были изучены физико-механические свойства образцов из сплава ВК8 и стали 12Х18Н10Т с покрытием TiAlSiN, полученные вакуумно-дуговым методом, по 8 режимам формирования. Проведенные исследования дают возможность сделать следующие выводы:

1. Получены покрытия системы Ti-Al-Si-N вакуумно-дуговым методом с одного композиционного катода.
2. Покрытия указанного состава при определенных режимах конденсации, могут иметь плотную однородную структуру с низким уровнем шероховатости поверхности.
3. Абсолютная твердость покрытий, полученных с помощью катода предлагаемого состава, заметно выше, чем у обычного TiN ( $H \sim 20$  ГПа) и имеет значение  $H \sim 30-32$  ГПа.
4. Экспериментально подтверждено, что механические свойства поверхности с покрытие существенно зависят от толщины пленки.
5. Адгезионные характеристики покрытия имеют немонотонную зависимость от толщины пленки. С ростом покрытия адгезия ухудшается.
6. В разделе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» определили перспективность научных исследований и оценки коммерческого потенциала, ресурсной, финансовой, бюджетной, экономической эффективности исследования.
7. В разделе «Социальная ответственность» рассмотрены вопросы, связанные с организацией рабочего места в соответствии с нормами производственной санитарии, техники производственной безопасности и охраны окружающей среды.

## Список литературы

1. Veprek S., Argon A.S. Towards the understanding of mechanical properties of super- and ultrahard nanocomposites // J. Vac. Sci. Technol. 2002. V. 20. №2. P. 650–664.
2. Shtansky D.V., Sheveiko A.N., Petrzhik M.I., Kiryukhantsev-Korneev F.V., Levashov E.A., Leyland A., Yerokhin A.L., Matthews A.. Hard tribological Ti–B–N, Ti–Cr–B–N, Ti–Si–B–N and Ti–Al–Si–B–N coatings // Surf. And Coat. Technol. – 2005. – Vol. 200. – P. 208-212.
3. Левашов Е.А., Штанский Д.В. Многофункциональные наноструктурные пленки // Успехи химии. – 2007. – Т. 76. № 5. – С. 501-509.
4. Holubar P., Jilek M., Sima M. Nanocomposite nc-TiAlSiN and nc-TiN-BN coatings: their applications on substrates made of cemented carbide and results of cutting tests // Surf. Coat. Techn. – 1999. V. 120–121. – P. 184–188.
5. Mannling H.-D., Patil D.S., Moto K. et al. Thermal stability of superhard nanocomposite coating consisting of immiscible nitrides // Surf. Coat. Techn. 2001. V. 146–147. P. 263–267.
6. Martin P.J., Bendavid A., Cairney J.M., Hoffman M. Nanocomposite Ti–Si–N, Zr–Si–N, Ti–Al–Si–N, Ti–Al–V–Si–N thin film coatings deposited by vacuum arc deposition. // Surf. Coat. Technol. 2005. V.200. P. 2228–2235.
7. Погребняк А.Д., Шпак А.П., Азаренков Н.А., Береснев В.М. Структура и свойства твёрдых и сверхтвёрдых нанокомпозитных покрытий // Успехи физических наук. – 2009. – Т.179. - №1. – С.35 – 64.
8. J.Musil. Hard and superhard nanocomposite coatings. // Surface and Coating Technology 125 (2000) 322-330.
9. Штанский Д.В., Кулинич С.А., Левашов Е.А., Moore J.J. Особенности структуры и физико-механических свойств наноструктурных тонких плёнок // Физика твёрдого тела. – 2003. – Т.45, вып.6. – С.1122 – 1129
10. Левашов Е.А. Физико-химические и технологические основы само распространяющегося высокотемпературного синтеза [Текст] / Е.А. Левашов, А.С. Рогачев, В.И. Юхвид, И.П. Боровинская. – М.: Бином, 1999. – 176 с.
11. Левашов, Е.А. Перспективные материалы и технологии само распространяющегося высокотемпературного синтеза [Текст] / Е.А. Левашов, А.С.Рогачев, В.В. Курбаткина, Ю.М. Максимов, В.И. Юхвид// М.: Изд. Дом МИСиС, 2011. – 377 с.
12. Левашов, Е.А. Макрокинетика процессов горения СВС-смесей в системе Ti–Al–V. Фазо- и структурообразование компактных мишеней на основе диборида и алюминида титана для ионно-плазменного распыления [Текст] / Е.А. Левашов, Р.Г. Рахбари, А.Н. Иванов, Б.Р. Сенатулин.// Изв. вузов. Цветная металлургия. – 2000. – № 2. – С. 55-61.
13. Fedotov A. F. Fabrication of vacuum-arc Ti-Al-N Coatings Using Multicomponent compacted Cathodes [Text]/ A.F. Fedotov, A.A. Ermoshkin,

A.P.Amosov, V.N. Lavro, S.I. Altukhov, E.I. Latukhin, S. Smetanin // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2013/ Vol. 54. No.6. PP.548-554.

14. Amosov, A. P. Producing Multicomponent SHS-Compacted Cathodes Based on Refractory Titanium Compounds for Vacuum-Arc Coatings [Text] / A. P.Amosov, E. I. Latukhin, A. F. Fedotov, A. A. Ermoshkin and S. I. Altukhov// Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2012, Vol. 53, No. 5, pp. 415–419.

15. Амосов, А.П. Получение и исследование свойств ионно плазменных покрытий с использованием многокомпонентных СВС прессованных катодов на основе тугоплавких соединений титана [Текст] / А.П. Амосов, В.Н. Лавро, А.Ф. Федотов, С.И. Алтухов, А.А. Ермошкин // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2011. Т. 13. № 4 (3). Приложение. С. 16-18.

16. Werner, Z. New types of multi-component hard coatings deposited by ARC PVD on steel pre-treated by pulsed plasma beams [Text] / Z. Werner, J. Stanislawski, J. Pukoszewski, E.A. Levashov, W.Szywczyk // Vacuum. 2003. V. 70. № 2 - 3. P. 263-267.

17. Левашов, Е.А. Перспективные материалы и технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза [Текст] / Е.А. Левашов, А.С. Рогачев, В.В. Курбаткина, Ю.М. Максимов, В.И. Юхвид// М.: Изд. Дом МИ СиС, 2011. – 377 с.

18. Патент № 2305717 РФ. МПК C23C14/36, B22F3/105. Мишень для получения функциональных покрытий и способ ее изготовления [Текст] / Левашов Е.А., Курбаткина В.В., Штанский Д.В., Сенатулин Б.Р. Приоритет от 14.11.2005. Заявка 2005135023/02. Оpubл. 10.09.2007 г. Бюлл. № 25.

19. Патент № 1785144 РФ. МПК B22F7/04, C22C1/04. Способ получения многослойных композиционных изделий [Текст] / Богатов Ю.В., Левашов Е.Л., Питюлин А.Н., Боровинская И.П., Мержанов А.Г. приоритет от 14.11.1990. Заявка 4882361/02. Оpubл. 27.02.1995 г. Бюлл. № 26.

20. А.А. Андреев, С.Н. Григорьев Износостойкие вакуумно-дуговые покрытия на основе титана в инструментальном производстве [Текст] // СТИН (Станки Инструмент). – 2006. – №2. – С. 19-24.

21. Шулаев В.М., Андреев А.А. Сверхтвердые наноструктурные покрытия в ННЦ ХФТИ [Текст] / // Физическая инженерия поверхности. – 2008. – Т. 6. – № 1-2. – С. 4-19.

22. Федотов, А.П. Амосов, А.А. Ермошкин, В.Н. Лавро, Е.И. Латухин, К.С. Сметанин, С.И. Алтухов Получение вакуумно-дуговых Ti–Al–N-покрытий с использованием многокомпонентных СВС-прессованных катодов // Известия ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2012. – №1 С. 58-65.

23. Ермошкин, А.А. Вакуумно-дуговые покрытия, полученные из многокомпонентных СВС-прессованных катодов системы Ti–C–Al–Si [Текст] / А.А. Ермошкин, А.Ф. Федотов, В.Н. Лавро, К.С. Сметанин // 13-й Международная научно-практическая конференция «Технологии ремонта, восстановления и упрочнения деталей машин, механизмов, оборудования,

инструмента и технологической оснастки от нано- до макроуровня», С.-Петербург, 2011, С. 122-127.

24. Амосов, А.П. Получение и исследование свойств ионно - плазменных покрытий с использованием многокомпонентных СВС - прессованных катодов на основе тугоплавких соединений титана [Текст] / А.П. Амосов, В.Н. Лавро, А.Ф.Федотов, С.И. Алтухов, А.А. Ермошкин // Известия Самарского научного центра РАН: Самара, 2011, №4(3) – Приложение, Т.13,С.16-18.

25. . Погребняк, А.Д. Структура и свойства твердых и сверхтвердых нанокompозитных покрытий [Текст] / А.Д. Погребняк, А.П. Шпак, Н.А. Азаренков, В.М. Береснев // Успехи физических наук. 2009. – Т. 179. – № 1. – С. 35-64.

26. . Андреев, А.А. Свойства, применение и особенности получения наноструктурных покрытий методами физического осаждения в вакууме [Текст]. А.А. Андреев, В.М. Шулаев, С.Н. Григорьев // Вестник машиностроения. –2005. – № 9. – С. 38-42.

27. Левашов, Е.А. Многофункциональные наноструктурные покрытия: получение, структура и обеспечение единства измерений механических и трибологических свойств [Текст] / Е.А. Левашов, Д.В. Штанский, Ф.В. Кирюханцев-Корнеев и др. // Деформация и разрушение материалов. 2009. № 112. С. 19-36.

28. Rogachev, A. S. Phase evolution in the Ti-Al-B and Ti-Al-C systems during combustion synthesis: Time resolved study by synchrotron radiation diffraction analysis [Text] / A. S. Rogachev, J.-C. Gachon, H. E. Grigoryan et al. // Journal of Materials Science – 2005. – V. 40. – P. 2689 - 2691.

29. Питюлин, А.Н. СВС – прессование инструментальных твердых сплавов и функционально – градиентных материалов [Текст] // Автореф. доктор. дисс.: Черноголовка. – 1996. – 43 с.

30. Shtansky, D.V. Hard tribological Ti-B-N, Ti-Cr-B-N, Ti-Si-B-N and Ti-Al-Si-B-N coatings [Text] / Shtansky D.V., Sheveiko A.N., Petrzhik M.I., Kiryukhantsev-Korneev F.V., Levashov E.A., Leyland A., Yerokhin A.L., Matthews A. // Surf. And Coat. Technol. – 2005. – Vol. 200. – P. 208-212.

31. Karvankova, P. Superhard nc-TiN/a-BN and nc-TiN/a-TiBx/a-BN coatings prepared by plasma CVD and PVD: a comparative study of their properties [Text] / Karvankova P., Veprek-Heijman M.G.J., Zindulka O. e. a. // Surf. Coat. Techn. 2003. - V. 163-164. - P. 149-156.

32. Neidhardt, J. Wear-resistant Ti-B-N nanocomposite coatings synthesized by reactive cathodic arc evaporation [Text] / J. Neidhardt, Z. Czigany, B. Sartory, R. Tessedri, C. Mitterer // Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials –2010. – Vol. 28. – P. 23-31.

33. Dobrzanski, L.A. Structure of TiBN coatings deposited onto cemented carbides and sialon tool ceramics [Text] / Dobrzanski L.A., Staszuk M., Konieczny 176 J., Kwaoeny W., Pawlyta M. // Archives of Materials Science and Engineering –2009. – Vol. 38. –Issue 1. – P. 48-54.

34. Dobrzanski, L.A. Properties of Ti(B,N) coatings deposited onto cemented carbides and sialon tool ceramics [Text] / Dobrzanski L.A., Staszuk M., Golombek K., Pancielejko M.//Archives of Materials Science and Engineering – 2010. –Vol. 41. – Issue 2. – P. 66-73.
35. <http://www.pvdcoating.ru/rus/company/index.php>.
36. Дадонов А. И., Башков В. М. Описание изобретения к патенту российской федерации.
37. Хрущев М. М., Беркович Е. С. Микротвердость, определяемая методом вдавливания. Издательство Академии Наук СССР. Москва 1943 Ленинград.
38. Глазов В. М., Вигдорович В.Н. Микротвердость металлов. Государственное Научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии. Москва 1962.
39. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников ГОСТ 9450-76. Издание официальное. Издательство стандартов. Москва 1977.
40. Харитонов Л. Г. Определение микротвердости. Издательство металлургия. Москва 1988.
41. Справочник. Инженерный журнал. №11, приложение, 2004, с. 18-21 О.А.ГОРЛЕНКО (БГТУ)
42. М.К. Бойченко, Е.В. Булыгина, Ю.А. Быков, С.Д. Карпухин, А.В. Осипов, Ю.В. Панфилов. Исследование твердости сверхтонких пленок. Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, Российская Федерация
43. Rotshtein V.P., Markov A.B., Ivanov Yu.F., Karlik K.V., Uglov B.V., Kuleshov A.K., Novitskaya M.V., Dub S.N., Pauleau Y., Thiery F., Shulepov I.A. Pulsed Electron-Beams Melting of Cu-Steel 316 System: Evolution of Chemical Composition and Properties// Proc. 7<sup>th</sup> Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk. – 2004. – P.258-262.
44. <http://www.cleandex.ru/print/analytic/2009/01/01/nanocomposite-market>
45. J.Musil. Hard and superhard nanocomposite coatings. // Surface and Coating Technology 125 (2000) 322-330.
46. Anders S., Juttner B., et. al. Investigations of the current density in the cathode spot of a vacuum arc // Contrib. Plasma Phys. – 1985. – Vol. 25, No 5. – P. 467-473.
47. Волкова Л. Методика проведения SWOT-анализа // [http://market.narod.ru/S\\_StrAn/SWOT.html](http://market.narod.ru/S_StrAn/SWOT.html).
48. Криницына З.В. Ресурсоэффективность отрасли: Учебное пособие /З.В.Криницына. – Томск, издательство Томского политехнического университета, 2013. – 182 с.
49. Методическая поддержка центров коммерциализации технологий /под ред. А.Бретта, О.Лукши. –М.:ЦИПРА РАН, 2006. – 368 с.

50. Безопасность жизнедеятельности. Учебник для студентов средних профессиональных учебных заведений/С.В.Белов, В.А.Девисилов, А.Ф.Козьяков и др. Под общ. ред. С.В.Белова.- 6-е издание, стереотипное - М.: Высшая школа, 2008.- 423 с.

51. Девисилов В.А. Охрана труда: учебник / В.А. Девисилов. – 4-е изд., перераб. и доп. – М.: ФОРУМ, 2009. -496 с.: ил. – (Профессиональное образование).

52. В.А. Акимов. Безопасность жизнедеятельности. Безопасность в чрезвычайных ситуациях природного и техногенного характера: Учебное пособие / В.А. Акимов, Ю.Л. Воробьев, М.И. Фалеев и др. Издание 2-е, переработанное — М.: Высшая школа, 2007. — 592 с: ил.

## **Приложение А**

## **2 Materials, methods of wear resistant coatings and equipment for their implementation**

### **2.1 Materials the studied samples and coatings**

As the object of research in this paper, we consider the coating in the form of thin films of TiAlSiN obtained in the sample surface through a complex ion-plasma processing in arc low-pressure discharges. As a rule, the main purpose of TiAlSiN coatings on tool materials is the improvement of wear resistance, heat resistance cutting surfaces in the context of rapid cutting. Therefore, it is necessary to assess the impact of peculiarities of the technology of obtaining coatings on the physico-mechanical properties in general, and the adhesion to the substrate, in particular.

For the formation of the composition of TiAlSiN coatings in the present work a substrate of hard alloy BK8 (WC-92%, Co 8%, HV~17 GPA, E=285 GPA) and austenite steel 12X18H10T (C-0,12%, Cr 18%, Ni-10%, Ti -0,6-0,8%, HV~3.5 GPA, E=180 GPA) were used. The material samples were chosen with the following considerations. Alloy BK8 is one of the main tool materials used in the engineering industries, which has a high performance. Stainless steel was chosen as a model material with a lower physico-mechanical characteristics in comparison with hard alloy to compare the parameters of the sample surface with the coating depending on the substrate material. Significant difference in their coefficients of thermal expansion: alloy BK-8  $\alpha=5,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , steel 12X18H10T  $\alpha=17,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , is the most important condition for successful operation of the tool with wear-resistant coating.

For the experiments on the modification of the surface samples depending on the material two types of geometrical parameters were prepared. Objects were made from stainless steel, e.g. cylinders from round steel bars by machining (cutting, grinding and polishing). They had the following dimensions: alloy sample VK8 was prepared in the form of a quadrangle with a size of 12×15 mm, with a

thickness of 10 mm from the standard blanks issued by the manufacturer (Kirovograd, Russia). Stainless steel 12X18H10T was in the form of a cylinder with a diameter of 20 mm and a thickness of 10 mm. Final roughness of the prepared surfaces of all samples was very low and amounted to  $Ra=0.2\text{ }\mu\text{m}$ .

One of the major drawbacks of vacuum-arc deposition of coatings is the presence of the droplet fraction of the sprayed material.

## **2.2 Experimental equipment for producing functional surfaces in plasma of arc low-pressure discharges**

All the experiments on the coatings were carried out at the Institute of High Current Electronics SB RAS on a process plant vacuum arc deposition of HHB6.6-II1. The working space of the chamber with inner wall made of stainless steel and serves as the anode, has a volume of  $\sim 0,25\text{ m}^3$  and evacuated to ultimate pressure  $10^{-3}\text{ Pa}$  (Fig.2). The installation operates as follows: pre-prepared for the coating parts are installed in the technological tooling for the rotational positions of the planetary mechanism. The parts installation is done by pumping the working chamber to a residual pressure not less  $1,33\times 10^{-3}\text{ Pa}$ . After starting the water, the current supplied from a cylinder of gas is turned on.

Table 2.1. Technical characteristics of the vacuum installation

| Options                                                                                                                                               | Permitted<br>the value |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|
| The limit value of the vacuum in the working chamber, Pa                                                                                              | $3 \times 10^{-3}$     |
| The time to reach inside the pressure chamber $6 \times 10^{-3}$ Pa without a warm-up the working volume of the chamber                               | 30                     |
| The bias potential applied to products, V                                                                                                             | 10-1000                |
| The maximum bias current on the products:<br>- in the range of 0-150V, A<br>- in the range of 650-1200V, A                                            | 20<br>3                |
| The discharge current of each magnetron, adjustable, A                                                                                                | 1-20                   |
| Supply of working gases (nitrogen, methane, argon) with an accuracy of borrowing:<br>- set flow rate, %, not more<br>- set pressure, %, not more      | 1,2<br>5               |
| Controlled speed range of the planetary                                                                                                               | 0-40                   |
| Time allowing air to leak into the camera, c                                                                                                          | 60                     |
| The inner diameter of the chamber, mm                                                                                                                 | 400                    |
| The power consumed by the vacuum system, кВт, not more:<br>- in the mode of pumping<br>- in the mode of deposition                                    | 10<br>30               |
| The consumption of cold tap water in the cooling system in the mode of deposition in the inlet pressure from $3 \times 10^5$ Pa to $5 \times 10^5$ Pa | 0,3                    |
| Total weight of installation, kg                                                                                                                      | 600                    |
| The height of the installation, mm                                                                                                                    | 2000                   |
| The total area occupied by the vacuum system not more than, m <sup>2</sup>                                                                            | 6                      |
| Specified service life before overhaul when two-shift operation in compliance with the rules of operation, not more, years                            | 5                      |

Plasma flow in the device contains a cold cathode (8) (made of a material which is expected to cover), curvilinear plasma duct (10), made in the form of a torus portion, the housing the plasma duct (figure 1), as well as the power sources of the plasma duct (3), arc discharge (4) and electromagnetic coil (5).



Figure2.1. External view of the device installed on the experimental setup

The defining parameters of the process are nitrogen pressure, the discharge current of each plasma source, bias voltage, sample temperature and time.

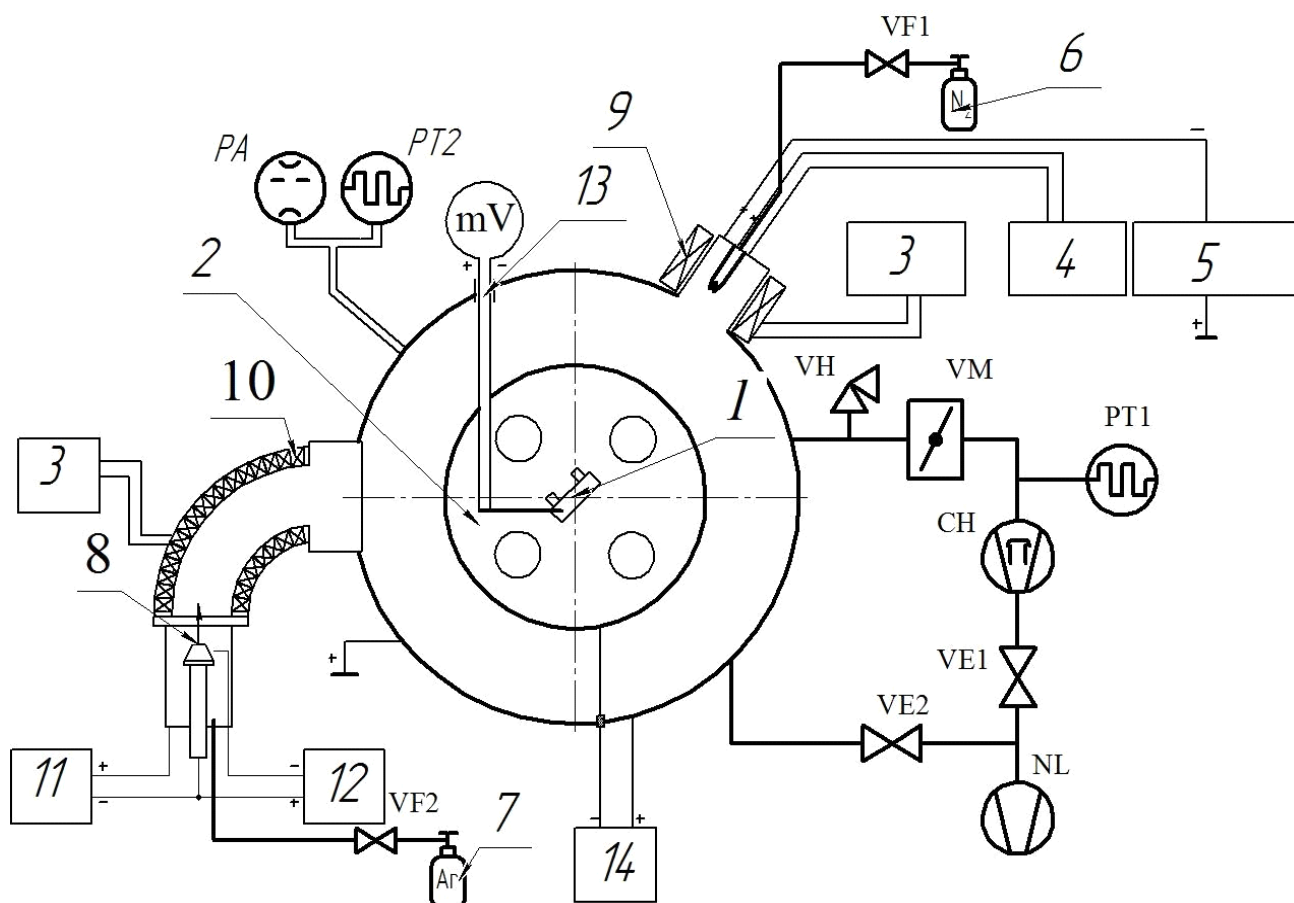


Figure 2.2. Scheme of the experimental setup for the formation of coatings with plasma flow separation.

1 – sample; 2 - vacuum chamber; 3 – power magnetic field; 4 – filament, 5 – power supply of plasma generator; 6 – nitrogen; 7 – argon; 8 – arc evaporator; 9 – source gas-discharge plasma ( $U=12$  V,  $I=100$  A); 10 – plasma optical system; 11 – the power source БД-200 ( $U=70$  В,  $I=200$  А); 12 – power supply of ignition of the arc discharge evaporator ( $U=10$  kV,  $I=10$  А); 13 – thermocouple; 14 - source bias voltage desktop (0-1000 V,  $I=0-24$  (A)).

### 2.3 The equipment for vacuum-arc method to obtain wear-resistant coatings and the peculiarities of its working parameters

To handle different products vacuum chamber is widely used. The cameras are made of stainless steel. Dimensions of the vacuum chambers are  $\varnothing 600 \times 600$  mm ( $\sim 200$  l) and  $\varnothing 1200 \times 1400$  mm ( $\sim 1600$  l). The walls of the chamber have a water "jacket" for cooling during operation and heating of hot water. The installations use double planetary and planetary mechanisms.

For applying thin-film coatings type of TiAlSiN composite cathodes consisting of Ti-60, Al-30, Si- 10 were made. At the Institute of strength, physics and materials science SB RAS, technological options for obtaining sintered powder cathodes of composition Ti-Al-Si have been developed (Fig.2.3).

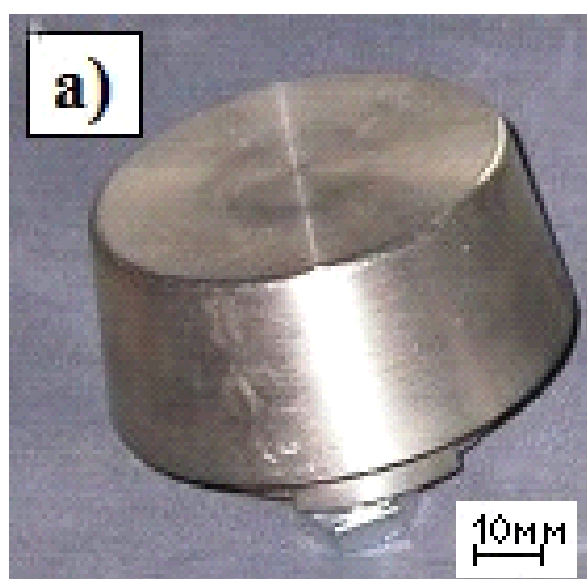


Figure 2.3: General view of cathodes used in the experiments:  
a) a standard cathode arc evaporator installation HHB-6, made of alloy BT-1-0 (pure titanium);



b) composite cathode powder system  
Ti-Al-Si (initial state)



c)- composite cathode powder system  
Ti-Al-Si after a few cycles in a  
curvilinear plasma duct.;

## 2.4 The study of thin coating properties

The application of a set of surface-sensitive nuclear-physical methods (SEM, TEM) and mechanical methods, such as scratch test, calotest, nanoindentation allows obtaining more reliable information about the chemical composition, and the obtained results will allow working out new technological processes of modification of properties of materials and of coating formation.

The microstructure of the surface and the surface of brittle fracture of the sample were observed using scanning electron microscope SEM-515 "Philips" optical device and MMR-4. The hardness was measured by means of NHT-S-AX-000X company CSEM Instruments. The thickness of the coatings was determined using the Calotest instrument company CSEM Instruments, and adhesion with the

help of scratch tester (Micro-Scratch Tester MST-S-AX-000 firms CSEM Instruments).

#### **2.4.1 Determination of thickness and adhesion of coatings using the methods of calotest and scratch test**

To measure the coating thickness the method calotest was chosen. To determine the thickness, the rotating steel ball with a diameter of 25.4 mm was used. After this mechanical action a characteristic hole remains on the sample. The slice is a sharp boundary between the substrate and the coating and can be determined by the depth of penetration into the substrate  $t$  (2.4.1.1), the total depth of penetration  $T$  (2.4.1.2) and the coating thickness  $s$  (2.4.1.3) in the following ratios.

$$t = R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - d^2}, \quad (2.4.1.1)$$

$$T = R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - D^2}, \quad (2.4.1.2)$$

$$s = T - t, \quad (2.4.1.3)$$

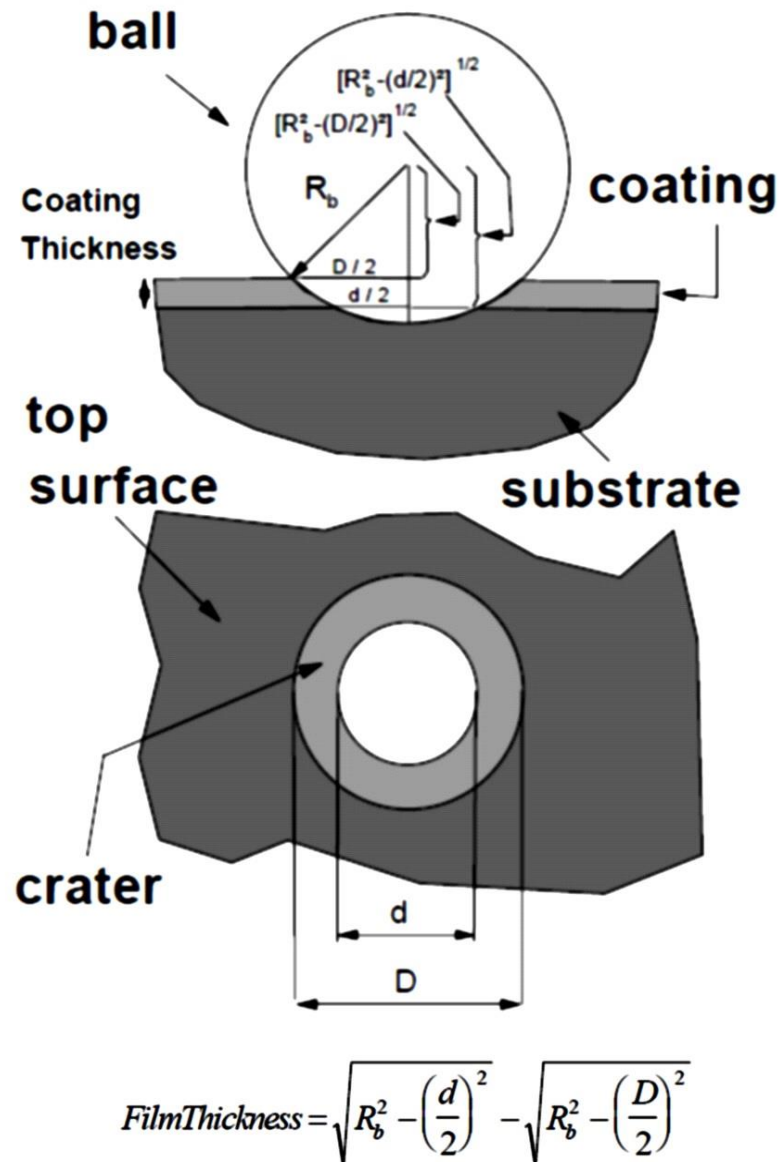


Figure 2.4. A schematic drawing of ball crater using a method for coating thickness determination

### 2.4.2 Hardness and elastic properties of materials

Indentation is the most simple and common type of mechanical testing of materials for hardness. The microhardness of the surface layers of the coatings was measured by Vickers using the instrument IIMT-3. Methods of microhardness testing are specified according to GOST 9450-60.

Using the source (12-17) at the diagonal length of the imprint the microhardness Vickers Hv can be calculated :

$$H_v = 1,8544 \frac{P}{d^2},$$

where P - load on the pyramid, kg, d – the diagonal of the imprint , mm<sup>2</sup>

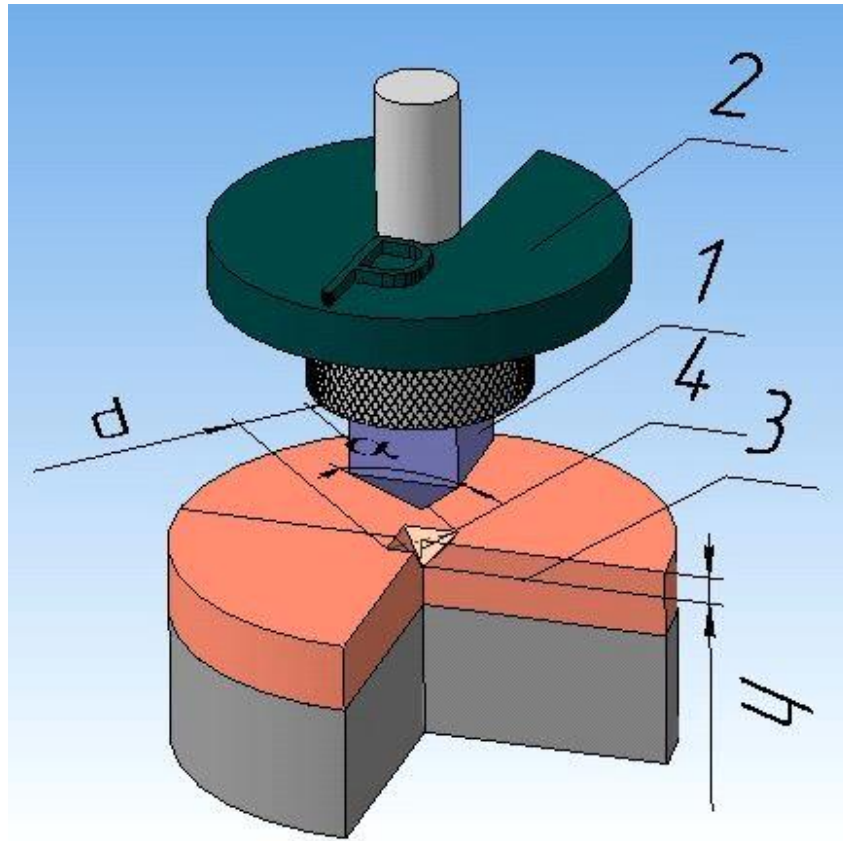


Figure 2.5 Method of test for microhardness. Shape of the diamond pyramid.

1-the indenter (quadrangular pyramid); 2 - cargo; 3 - tested material; 4 imprint; - angle between opposite faces of the pyramid is 136°;

Form of a print – square:

d - the diagonal of the print (3 – 300 μm)

h – the indentation depth of (0,5 – 40 μm).

$$h = \frac{d}{2\sqrt{2}\tan 68^\circ} = \frac{d}{7}$$

The method of continuous indentation at low loads (2) was used to determine hardness and elastic modulus of the surface layers. To measure the hardness ( $H$ ) and elastic modulus ( $E$ ) samples were investigated using Nano-Hardness-Tester NHT-S-AX-00X company CSEM Instruments.

The method was developed to measure the hardness and elastic modulus of a material from indentation load – displacement data obtained during one cycle of loading and unloading

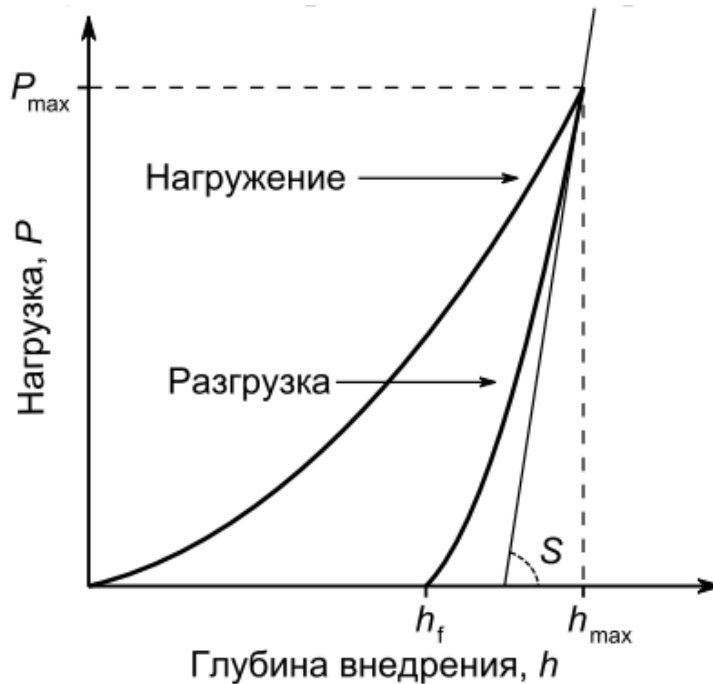


Fig 2.6. Schematic illustration of indentation load – displacement data showing important measured parameters

A schematic representation of a typical data set obtained with a Vickers indenter is presented in Fig.1, where the parameter  $P$  designates the load and  $h$  - the displacement relative to the initial underformed surface. For modeling purposes, deformation during loading is assumed to be both elastic and plastic in nature as the permanent hardness impression forms. During unloading, it is assumed that only the elastic displacements are recovered; it is the elastic nature of the unloading curve that facilitates the analysis. For this reason, the method does not apply to materials in which plasticity reverses during unloading.

There are three important quantities that must be measured from the P-h curves: the maximum load,  $P_{\max}$ , the maximum displacement,  $h_{\max}$ , and elastic

unloading stiffness,  $S=dP/dh$ , defined as the slope of the upper portion of unloading curve during the initial stages of unloading (also called the contact stiffness). The accuracy of hardness and modulus measurement depends inherently on how well these parameters can be measured experimentally. Another important quantity is the final depth,  $h_f$ , the permanent depth of penetration after the indenter is fully unloaded.

The analysis used to determine the hardness,  $H$ , and elastic modulus,  $E$ , is essentially an extension of the method proposed by Doerner and Nix, that accounts for the fact that unloading curves distinctly curved in a manner that cannot be accounted for by the flat punch approximation. In the flat punch approximation used by Doener and Nix, the contact area remains constant, as the indenter is withdrawn, and the the resulting unloading curve is linear. In contrast, experiments have shown that unloading curves are distinctly curved and usually well approximated by the power law relation:

$$P=\alpha(h - h_f)^m ,$$

where  $\alpha$  and  $m$  are power law fitting constants.

Improvements to measurement procedures have also been facilitated by advanced testing techniques and apparatus. One of the most important of these is the “continuous stiffness measurement” technique (CSM), in which stiffness is measured continuously during the loading of the indenter by imposing a small dynamic oscillation on the force (or displacement) signal and measuring the amplitude and phase of the corresponding displacement signal by means of a frequency-specific amplifier. As this technique has matured over the last 10 years, it has dramatically reduced our reliance on unloading curves and offers several distinct advantages. First, it has the clear advantage of providing continuous results as a function of depth. Second, the time required for calibration and testing procedures is dramatically reduced, because there is no need for multiple indentations or unloading. Third, at high frequencies, CSM allows avoiding some of the complicating effects of time-dependent plasticity and thermal drift, which cause so much consternation in our original calibration method. Fourth, the CSM

technique allows measuring the effects of stiffness changes, as well as damping changes at the point of initial contact. This facilitates an important new technique for precisely identifying the point of initial contact of the indenter with the sample.

### **2.4.3 Determination of the material strength of adhesion of the coatings.**

Adhesion to the substrate is the most important mechanical properties of the coating. The Nano Scratch Tester is specially suited to characterizing the practical adhesion failure of thin films and coatings with a typical thickness below 1000 nm. The Nano Scratch Tester can be used in the analysis of organic and inorganic, soft and hard coatings. Examples are thin and multilayer PVD, CVD, PECVD, photoresist, paints, lacquers, and many other types of films covering optical, micro-electronic, protective, decorative and other applications. Substrates can be hard or soft including metal alloys, semiconductors, glass, refractive and organic materials.

Scratch tests were performed using a CSM Revetest scratch tester (CSM Instruments SA, Switzerland), a Rockwell indenter (120° diamond cone). The length of each scratch was 5 mm, and the load was increased linearly. For each processing condition, the reported values are the average of three tests and errors are the standard deviations.

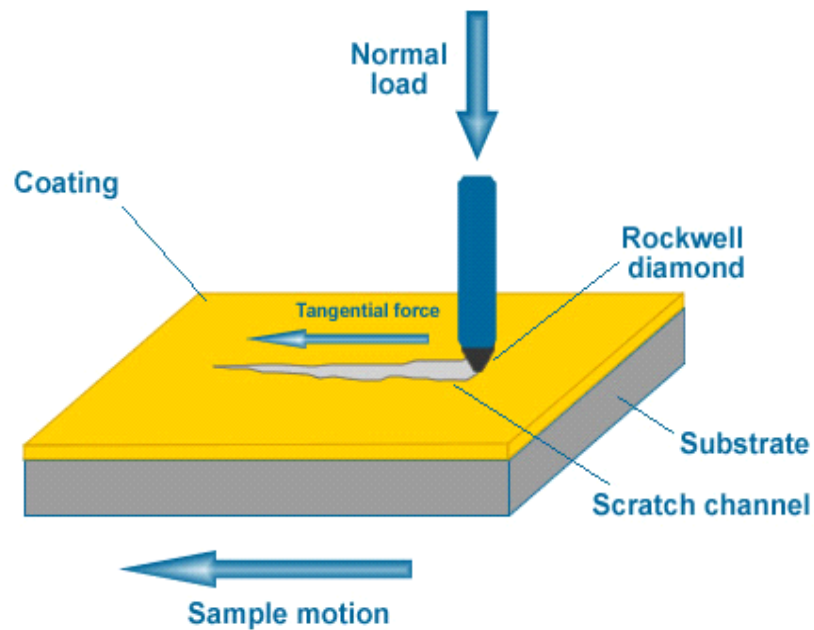


Figure 2.7. Scheme the installation of Micro Scratch Tester

The operating principles of the instrument are as follows:

- an indenter tip, normal to the sample surface, is driven into the sample by applying an increasing load up to a preset value. The load then is gradually decreased until partial or complete relaxation of the material occurs. The ability of the scratch tester to characterize the substrate system and to quantify parameters, such as friction force and adhesive strength using a variety of complementary methods, makes it an invaluable tool for the research, development and quality control. The technique involves generating a controlled scratch with a diamond tip on the sample under test. The tip is drawn across the coated surface under constant, incremental or progressive load.

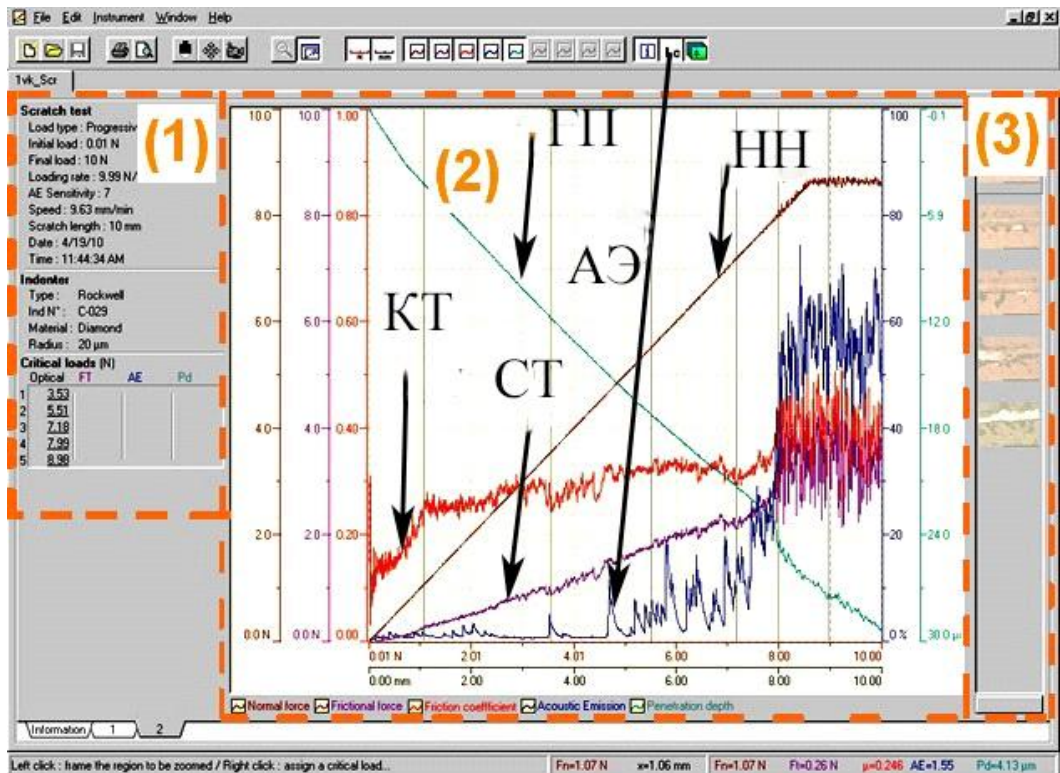


Figure .8 Changes signal different sensors during scratching of the sample under load, increasing from 0.9 to 50 N.  $\Gamma\Pi$  – immersion depth,  $A\Theta$ – acoustic emission,  $KT$  is the friction coefficient,  $HH$  is the normal load,  $CT$  is the friction force.

At a certain load the coating will start to fail. Critical loads are very precisely detected by means of the frictional coefficient, the penetration depth, and the acoustic emission sensors together with observations from a built-in optical microscope. The critical load data used to quantify the adhesive properties of different film - substrate combinations by using different sensors (acoustic emission, penetration depth, friction force).

The left column (1) shows the parameters of the scratch test: the initial and the final normal load, speed of loading of indenter, date and time, characteristic of the indenter.

In the Central part (2) sensors during the scratch test are graphically shown.

In the right column (3) of the information window, you can see a gallery of photomicrographs, taken during the analysis of scratches after the test.

The behavior of AE has analyzed the slope of the line connecting the point of beginning of the increase of the signal with the end of destruction.

## **Приложение Б**