

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа: Инженерная школа новых производственных технологий
 Направление подготовки: Машиностроение
 Отделение школы (НОЦ): Материаловедения

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Особенности формирования структуры и свойств вакуумно-дуговых покрытий при использовании композитных порошковых катодных материалов на основе титана УДК 621.793:621.762.5:669.295

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Барзиев Мухриддин Нажмидинович		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Коростелева Е.Н.	к.т.н., доцент		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Рагозин Д.В	к.и.н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Исаева Е.С	-		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
15.04.01	Коростелева Е.Н.	к.т.н		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
ЗАПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП
15.04.01 «МАШИНОСТРОЕНИЕ»

Код	Результат обучения
	Профессиональные компетенции
P1	Применять глубокие естественно научные, математические и инженерные знания при разработке наукоемких технологий изготовления и обработки новых материалов и изделий из них
P2	Применять глубокие знания в области современных технологий машиностроительного производства для решения междисциплинарных инженерных задач
P3	Ставить и решать инновационные задачи инженерного анализа, связанные с созданием и обработкой материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов машиностроения
P4	Разрабатывать технологические процессы, проектировать и использовать новое оборудование и инструменты для обработки материалов и изделий, конкурентоспособных на мировом рынке машиностроительного производства, с подготовкой и анализом технической документации
P5	Проводить теоретические и экспериментальные исследования, расчеты на прочность в области современных технологий обработки материалов, производства узлов, деталей и конструкций в машиностроении
P6	Внедрять, эксплуатировать и обслуживать современное высокотехнологичное производство, обеспечивать его высокую эффективность, соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.

	Универсальные компетенции
P7	Использовать глубокие знания по проектному менеджменту для ведения инновационной инженерной деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности
P8	Активно владеть иностранным языком на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности
P9	Эффективно работать индивидуально, в качестве члена и руководителя группы, состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.
P10	Демонстрировать глубокие знания социальных, этических и культурных аспектов инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах устойчивого развития.
P11	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа новых производственных технологий

Направление подготовки (специальность) 15.04.01 «Машиностроение»

Отделение школы (НОЦ) материаловедение

УТВЕРЖДАЮ:

Руководитель ООП

_____ Коростелева Е.Н.
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

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

Студенту:

Группа	ФИО
4AM71	Барзиеву Мухриддину Нажмидиновичу

Тема работы:

Утверждена приказом директора (дата, номер)	

Срок сдачи студентом выполненной работы:

--	--

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Объект исследования являются система порошки Ti-Si и вакуумно-дуговые покрытия на основе Ti-Si.
---------------------------------	---

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов (	Изучение литературных источников с целью Выяснения достижений мировой науки в области получения и применения композиционных порошков; актуальность работы и постановка задачи; методы получения и исследования объекта; анализ результатов выполненной работы; заключение.
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы <i>(с указанием разделов)</i>	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Рагозин Д.В.
Социальная ответственность	Исаева Е.С.
Раздел выполненные на иностранном языке	Рыбушкина С.В.
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
Материалы, методы и оборудование	
Materials, methods and equipment	

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

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Коростелева Е.Н.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Барзиев М.Н		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 107 страниц, 21 таблиц, 21 Рисунок, 73 Источников, 1 приложение.

Ключевые слова: титан, кремний, силициды, композиционный катод, вакуумно-дуговые покрытия, покрытия с нанокристаллической структурой, усадка, адгезия,

Объект исследования являются система порошки Ti-Si и вакуумно-дуговые покрытия на основе Ti-Si.

Цель работы: разработка технологических основ изготовления спеченных порошковых катодов на основе Ti-Si для вакуумно-дугового синтеза нитридных покрытий с нанокристаллической структурой.

В процессе выполнения диссертации были исследован композиты системы Ti-Si с содержанием кремния от 6 до 25вес% .

В результате исследования были описаны объемные изменения, структурная особенности, показатели адгезионная прочности и износостойкости нанесенных покрытий композиционных катодов на основе титан-кремний.

Области применения порошковая металлургия, аддитивные технологии.

Значимость работы – проект обладает высокой ресурсоэффективностью и считается ресурсосберегающим.

Содержание

Введение

Актуальность темы диссертации	9
1 Обзор литературы	12
1.1 Общие понятия порошковой металлургии	12
1.2 Основы физики спекания двухкомпонентных систем	13
1.3 Наноструктурные композиционные покрытия (свойства и методы получения).....	17
1.3.1 Твёрдые износостойкие покрытия – основные направления развития	17
1.3.2 Современные методы получения износостойких покрытий	18
1.3.3. Влияние различных элементов на свойства покрытий	23
2. Материалы, методы и оборудование.	26
2.1. Используемые материалы	26
2.2. Изготовление композитных катодов	28
2.3 Оборудование и методы нанесения покрытий	30
3. Результаты исследования	34
3.1 Объемные изменения и структурные превращения при спекании порошковых смесей Ti-Si	34
3.2 Спекание порошковых композиций титан-силицид $Ti_5 Si_3$	36
3.3 Эффект обеднения кремнием покрытий полученных вакуумно-дуговым распылением катодов титан кремний	38
3.4 Фазовый состав , структура и свойства вакуумно-дуговых покрытий (Ti,Si)N	42
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	49
4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования	49
4.1.2 Анализ конкурентных технических решений	50
4.1.3 SWOT-анализ	51
4.2 Организация и планирование работ	53
4.2.1 Определение трудоёмкости выполнения работ.....	53

4.2.2	Расчет сметы затрат на выполнение проекта	59
4.2.3	Расчет затрат на материалы	59
4.2.4	Расчет затрат на оборудование	60
4.2.5	Расчет заработной платы	61
4.2.6	Расчет затрат на социальный налог.....	62
4.2.7	Расчет затрат на электроэнергию	62
4.2.8	Расчет прочих расходов	64
4.2.9	Расчет общей себестоимости разработки.....	64
4.2.10	Расчет прибыли	64
5	Социальная безопасность.....	68
5.1	Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	68
5.2	Производственная безопасность.....	71
5.2.1	Анализ опасных и вредных производственных факторов.....	73
5.2.2	Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов на исследователя.....	79
5.3	Экологическая безопасность	82
5.4	Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	84
	Заключение	88
	Список использованных источников	89
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	97

Введение

Актуальность темы диссертации.

В настоящее время произведено разные методы нанесения ионно-плазменных покрытий. Метод вакуумно-дуговые напыления считается наиболее перспективный и распространенный. Вакуумно-дуговые напыления позволяют контролировать свойства, составом и структурой покрытия за счет изменения технологических параметров (парциальное давление реакционного газа, температура подложки, напряжение смещения и др).

В качестве защитных и износостойких покрытия используется пленочные покрытия нитрида титана (TiN). Покрытия из нитрида титана в часто на поверхности режущего инструмента не обеспечивает высокую требования современных технологий. Добавит в состав TiN компенсирующих дополнительных элементов дают возможность модифицировать его структуру в результате способствует повышению механических и трибологических свойств покрытий. Введение дополнительных элементов позволяет поднимать уровень жаростойкость, коррозионную стойкость и термическую стабильность. Эти свойств очень важно для инструмента, работающего экстремальных условиях.

В процессе осаждение покрытий сложного состава возникает трудности, связанные с необходимостью получения однородной многокомпонентной плазмы. При разработке многокомпонентной плазмы в большинстве случаев используются мозаичные катоды или одновременное распыление нескольких катодов различного элементного состава. Выше перечисленные методы имеют свои недостатки : различная скорость дуговой эрозии частей мозаичного катода, сильная пространственная неоднородность элементного состава при этом усложнение оборудования. Решением данных недостатков считается катоды приготовленные на методы СВЧ в многокомпонентных порошковых смесях целевого состава. СВЧ – Самораспространяющий высокотемпературный синтез. В данном методе существуют некоторые ограничений : его можно использовать только в ограниченном диапазоне

концентрации порошковых компонентов, так как инициирование и процесс реакции горения происходит только при составных порошковых смесях, обладающий достаточную термичность.

Для обхождения данного ограничений применяется традиционная порошковая металлургия (смесеприготовление → холодное прессование → спекание). После спекания получаем катоды, содержащим небольшие добавки неметаллических и металлических компонентов, точнее обладающий элементный состав не входящие в концентрационный диапазон осуществления СВС. Обычно покрытия из нитридообразующих металлов (Ti, Al, Zr и т.д.) с небольшими добавками других элементов (Cu, Ag, Si и др.) позволяет получить сверхвысокую твердость с нанокристаллической структурой.

Основной целью диссертации является разработка технологических основ изготовления спеченных порошковых катодов для вакуумно-дугового синтеза нитридных покрытий с нанокристаллической структурой. В качестве исследуемых объекта выбрали система титан-кремний.

Для достижения этой основной цели в работе были поставлены следующие задачи:

1. Исследовать объемные изменения, микроструктуру и фазовый состав прессовок из порошковых смесей титан – кремний, спеченных с вариацией технологических режимов спекания.
2. Исследовать микроструктуру и фазовый состав порошковых композитов, спеченных с вариацией технологических режимов спекания.
3. Выявить связь объемных изменений со структурными превращениями при спекании. На основе результатов этих исследований определить режимы спекания, обеспечивающие минимальную пористость и однородную контролируемую структуру материала.
4. Разработать способ соединения спеченных катодных заготовок к титановым хвостовикам.

5. Провести испытания спеченных катодов в условиях вакуумно-дугового распыления с целью выявления особенностей их применения.

Глава 1. Обзор литературы

1.1. Общие понятия порошковой металлургии

Порошковая металлургия занимается изготовлением металлических порошков и разнообразных изделий из них. Характерной особенностью порошковой металлургии как промышленного метода изготовления различного рода материалов является применения исходного сырья в виде порошков. В дальнейшем этапе это сырье прессуется в изделия заданных параметров и подвергаются термообработке (спеканию).

Порошковая технология – это широкая область получения дисперсных тел удобрений, топлива, строительных материалов и др.

Вследствие некоторого внешнего сходства технологии порошковой металлургии с технологией керамического производства, изделия, изготавливаемые методами порошковой металлургии, широко известны также под названием металлокерамических.

Главными элементами технологии порошковой металлургии являются следующие:

- получение и подготовка порошков исходных материалов, которые могут представлять собой чистые металлы или сплавы, соединения металлов с неметаллами и различные другие химические соединения;
- прессование из подготовленной шихты изделий необходимой формы в специальных пресс-формах ;
- термическая обработка или спекание спрессованных изделий;

В производственной или исследовательской практике иногда встречаются отклонения от этих типичных элементов технологии, например совмещение операций прессования и спекания, пропитка пористого брикета расплавленными металлами, дополнительная механическая и другая обработка спекшихся изделий и пр. Однако основной принцип технологии – применение исходной порошковой шихты и спекание ниже температуры плавления основного элемента, образующего спрессованное тело – остается неизменным.

У метода порошковой металлургии есть следующие преимущества:

- возможность изготовления материалов, содержащих наряду с металлическими составляющими и неметаллическими.
- возможность получения пористых материалов с контролируемой пористостью, чего нельзя достигнуть плавлением и литьем.

Как и во все отрасли у порошковой металлургии тоже есть свои недостатки.

К основным недостаткам следует отнести высокую стоимость порошков металлов и отсутствие освоенных методов получения порошков сплавов — сталей, бронз, латуней и пр. Изделия, получаемые из металлических порошков, вследствие пористости обладают повышенной склонностью к окислению, причем окисление может происходить не только с поверхности, но и по всей толщине изделия. Металлокерамические изделия обладают также сравнительно низкими пластическими свойствами (ударная вязкость, удлинение).

1.2. Основы физики спекания двухкомпонентных систем

Спекание является частным случаем консолидации порошков. Термин “консолидация” в научный обиход порошковой металлургии ввел М.Ю. Бальшин [1]. Необходимость применения термина «консолидация» диктуется тем, что никакой другой термин не может характеризовать общую сущность многообразных процессов объединения отдельных элементов в цельные тела — например, таких частных процессов, как прессование порошков и волокон, спекание, получение тканей, войлока из неметаллических и металлических волокон и т. п. [1]. Консолидация — многозначное по смыслу слово, но применительно к порошковой технологии — это процесс или совокупность процессов получения цельных и связных твердых тел и изделий, образующихся в результате объединения входящих в их состав структурных элементов, причем основная часть этих структурных элементов остается в твердой фазе. Таким образом, формование порошков (то есть придание

порошковой массе определенной формы) и их спекание (термическая обработка для приобретения эксплуатационных свойств) – частные случаи консолидации. Пинес Б.Я. явление «спекания» спрессованных порошков при нагревании выразил как уменьшение пористости, сопровождаемое «усадкой» (т.е. сокращением линейных размеров), а также повышением механической прочности тела [2].

Процессы спекания порошковых тел происходят протекающие в твердой фазе, или протекающие с участием жидкой фазы. Это деление достаточно условное, т.к. некоторые моменты, присущие одному виду, могут встречаться и в другом.

Можно считать, что спекание происходит в несколько стадий. [3]:

1. на начальной стадии происходит припекание порошинок (частиц) друг к другу;
2. на второй стадии формирование замкнутых пор еще не завершается, а границы между частицами уже исчезают;
3. третья стадия характеризуется замкнутыми изолированными порами, которые могут уменьшаться, что приводит к уплотнению порошкового тела.

Усадка (уплотнение за счет уменьшения поровой составляющей) это один из основных особенностей поведения порошкового тела при спекании. Характерной особенностью усадки является замедление ее скорости при изотермической выдержке, с увеличением температуры начальная скорость повышения плотности увеличивается, но и замедление усадки происходит более интенсивно.

Из основных особенностей спекания многокомпонентных систем можно выделить следующие:

1. Понижение свободной энергии определяется не только факторами, указанными для спекания однокомпонентных порошков, но и протеканием процессов гетеродиффузии, способствующей выравниванию концентраций в

системе, а также образованием межфазных поверхностей, энергия которых, как правило, ниже, чем поверхностная энергия на границе вещество – пустота.

2. Ход процесса спекания в значительной мере определяется характером диаграмм состояния элементов, составляющих многокомпонентную систему. От степени протекания процесса сплавообразования зависит кинетика уплотнения спекаемого материала и изменение его физических и механических свойств.

3. В отличие от спекания однокомпонентных систем, где диффузионные процессы, как правило, способствуют уплотнению, гетеродиффузия в многокомпонентных системах может приводить к торможению процесса усадки.

Необходимо отметить, что при спекании ряда бинарных систем с неограниченной растворимостью можно получить и прямо противоположные концентрационные экстремальные зависимости усадки – кривые с максимумом [5].

Рассмотрим системы с ограниченной растворимостью компонентов. На промежуточных стадиях в этих системах могут существовать чистые исходные компоненты, один или два насыщенных твердых раствора и твердые растворы переменной концентрации. Эти новые области характеризуются своими собственными коэффициентами гетеродиффузии, которые зависят от состава и температуры. [5]. Концентрационная зависимость усадки определяется свойствами образующихся фаз. С увеличением содержания фазы с меньшей деформируемостью усадка уменьшается. Здесь, по мнению Федорченко, также концентрационный ход усадки определяется концентрационной зависимостью диффузионных процессов в системе.

Создание условий для эффективной межзеренной или межчастичной деформации является одним из существенных методов активирования усадки при спекании

Спекание порошков соединений, (карбидов, боридов, нитридов и др.) и сплавов по своим особенностям практически ничем не отличаются от спекания однокомпонентных систем. Следует только иметь в виду, что в качестве коэффициента диффузии следует использовать эффективный коэффициент диффузии.

Сплавы с ограниченной растворимостью в твердом состоянии являются самым многочисленным и практически важным классом двойных сплавов. Для них характерны диаграммы состояния как с эвтектикой и перитектикой, так и с химическими соединениями. Типичные модельные микроструктуры спрессованных порошковых смесей представляют собой изолированные частицы меньшей по количеству порошковой составляющей, распределенной в матрице основного компонента. Межчастичная пористость существует главным образом в матрице с некоторой долей пор, локализованных на межфазной границе. Распределение меньшей составляющей улучшается при уменьшении частиц порошка основы, что приводит к увеличению скорости гомогенизации.

При спекании двухкомпонентных систем с диаграммой состояния эвтектического типа характерным является наличие максимума на концентрационной кривой усадки в двухфазной области [5].

Спеченные материалы изготавливают, минуя стадию расплавления. Поэтому содержание примесей в них зачастую выше, чем в литых. Это сказывается на структурно-чувствительных характеристиках, например, на температуре перехода тугоплавких металлов из хрупкого состояния в пластическое. Повышенное содержание примесей обуславливается их сегрегацией в приграничные зоны спеченных образцов. Состав граничных и приграничных зон в спеченных материалах должен приниматься во внимание при анализе их структурно - чувствительных свойств.

1.3. Наноструктурные композиционные покрытия (свойства и методы получения)

1.3.1 Твёрдые износостойкие покрытия - основные направления развития

Разработки износостойкие ионноплазменные покрытия начались более 50 лет назад. С начала это были покрытия на основе нитрида титана, потом была разработана технология нанесения алмазоподобных пленки, середина 90-х широкий интерес получила наноструктурных покрытий. Применение износостойких покрытий существенно увеличило долговечность изделия. По структуре их можно разделить на следующие классы:

1. Однофазные покрытия. (TiC, TiN).
2. Твёрдые покрытия.
3. Градиентные покрытия.
4. Покрытия типа «сэндвич».
5. Многослойные покрытия.
6. Покрытия со структурой типа «superlattice».
7. Однослойные наноструктурные покрытия.

Сегодня большое значение уделяется наноструктурным покрытиям, они обладают рядом уникальных свойств.

Наноструктурными называют материалы, имеющие зёрна размером менее 100 нм. Первые исследования наноматериалов [10-18] показали, что в них изменяются, по сравнению с обычными материалами, такие фундаментальные характеристики, как удельная теплоемкость, модуль упругости, коэффициент диффузии, магнитные свойства и др. [14,19,20]. Например, нанокерамика может пластически деформироваться, что противоречит хрупкому поведению, ассоциирующемуся с обычной керамикой. Из вышесказанного можно сделать вывод, что наноструктурное состояние твердых тел, принципиально отличается от обычного кристаллического или аморфного.

Благодаря наличию в наноматериалах многочисленных поверхностей раздела, которые оказывают большое влияние на уникальные свойства данного вида материалов, стало возможно, с одной стороны, проводить модификацию структуры, с другой - использовать новые возможности в легировании элементами вне зависимости от химической природы и атомных размеров [21].

Одной из основных характеристик покрытий является твёрдость

Покрытия, демонстрируют феноменальные значения твёрдости [23, 24]. Причём наноструктурные покрытия при высокой твёрдости могут обладать различным сочетанием упругих и пластических характеристик [25,26].

Для улучшения свойств наноструктурных тонких плёнок используется принцип введения в состав покрытий (например, TiN или TiC) дополнительных элементов. При осаждении многокомпонентных покрытий формируются кристаллические фазы, растворимость в которых легирующего элемента ограничена, вследствие этого легирующий элемент сегрегирует по границам зёрен, что приводит к торможению роста зерна и формированию на границе аморфной фазы или кристаллической фазы другого состава.

1.3.2 Современные методы получения твёрдых износостойких покрытий

Среди множества методов нанесения покрытий применяемых в настоящее время (электродуговой наплавки, плазменного, газо-пламенного, детонационного напыления, диффузионного насыщения, электрохимические и вакуумные методы), наиболее перспективными являются вакуумные методы. Достоинствами этих методов являются: высокое качество и чистота покрытий; возможность формирования сложных покрытий различного стехиометрического состава широкого диапазона; высокая адгезия покрытий к подложке, за счет использования различных способов подготовки поверхности подложки перед нанесением покрытий; значительные возможности по легированию покрытий различными элементами; возможность создания напряжений сжатия в покрытии путем ионной бомбардировки; минимальное

изменение геометрии режущих кромок вследствие малой толщины покрытий; в большинстве случаев покрытия не требуют обработки после нанесения.

Настоящее время все методы нанесения покрытия разделено на две основной группы: методы физические нанесение или PVD (physical vapor deposition) и методы химического нанесение или CVD (chemical vapor deposition).

Методы физического осаждения, в свою очередь, можно разделить на три группы: термическое испарение, испарение дуговым разрядом и ионное распыление. Также существуют и другие способы (ионное осаждение, взрывное распыление и т.п.), однако они не получили широкого применения.

Осаждение тонких пленок в вакууме методом *термического испарения* осуществляется путем подведения к веществу энергии резистивным или высокочастотным нагревом, электронной бомбардировкой, электронно-лучевым нагревом [27,28] и нагревом с помощью лазерного излучения [29,30]. При температуре вещества, равной, либо превышающей температуру испарения вещества, частицы из испарителя переносятся в вакууме на подложку и конденсируются на ее поверхности в виде тонкой пленки. В случаях тугоплавких веществ (карбидов, боридов, нитридов) применяют электронно-лучевой или нагрев с помощью лазера или используют реакционные разновидности метода термического испарения. В этом случае помимо физических процессов, происходящих во время осаждения тонкой пленки, при напуске в рабочую камеру реактивного газа в пространстве между источником и подложкой или на поверхности подложки протекает химическая реакция. Электронно-лучевое испарение часто сочетают с другими процессами, например, с обработкой поверхности растущей пленки пучком высокоэнергетических (100 кэВ) ионов - в результате осуществляется так называемое динамическое ионное смешение [31,32].

К недостаткам метода термического испарения можно отнести: нерегулируемую скорость осаждения; низкую, непостоянную и

нерегулируемую энергию осаждаемых частиц, проблемы при использовании в качестве испаряемых мишеней керамических и металлокерамических материалов, связанные с локализацией нагрева и, как следствие, высокими термическими напряжениями, ведущими к преждевременному разрушению мишени.

Среди физических методов осаждения наиболее широкое распространение при нанесении тонких плёнок получил метод ионного распыления.

Распыление катода происходит с помощью выбивания частиц (атомов, молекул) в результате прямой передачи распыляемой поверхности импульса положительного иона.

Методы ионного распыления можно разделить на ионно-лучевые и ионно-плазменные методы.

Ионно-лучевое распыление осуществляется с помощью автономных источников ионов (АИИ): Пеннинга (с холодным катодом) или Кауфмана (с горячим катодом).

Ионно-плазменное катодное распыление может осуществляться по нескольким схемам, отличающимся условиями образования плазмы тлеющего разряда: диодной, триодной и магнетронной. Первые две схемы характеризуются низкой степенью ионизации и, соответственно, производительностью и для осаждения износостойких покрытий практически не используются.

К преимуществам метода нанесения покрытий ионным распылением следует отнести: высокий коэффициент использования материала, приближающийся к единице; высокую производительность процесса при магнетронной схеме распыления; повышенную энергию распыленных атомов.

Вакуумно-дуговой метод характеризуется созданием потоков высокоионизированной плазмы испаряемого материала [35]. Именно эрозия катода лежит в основе перехода материала катода из твердого состояния в

плазму, которая, в свою очередь служит либо источником заряженных частиц нужного сорта для поверхностного модифицирования материалов, либо средой, конденсацией которой осуществляют формирование покрытий [36]. С подачей на подложку высокого отрицательного потенциала происходит очистка распылением её поверхности ионами испаряемого материала, активация поверхности, частичная диффузия атомов в подложку. При последующем нанесении покрытия продолжается взаимная диффузия атомов материала подложки в покрытие и, наоборот, на границе образуется диффузионный слой толщиной 1,5-2,5 мкм. В результате кратковременного (5-7 мин) нагрева до 850 °С толщина этого слоя удваивается. Это обеспечивает адгезию покрытий к подложке значительно более высокую, чем при магнетронном методе. При напуске в вакуумную камеру реакционных газов образуются соответствующие соединения с металлами, обладающими высокими физико-механическими характеристиками. Вакуумно-дуговые испарители способны работать независимо от их расположения в пространстве, что даёт возможность наносить на одну и ту же подложку материалы из различных источников. Скорость нанесения защитных покрытий дуговым методом выше, чем магнетронным. Существенным недостатком вакуумно-дугового метода по сравнению с магнетронным является наличие в плазменных потоках полидисперсных капель испаряемого материала размерами 0,1-40 мкм, причём их относительное количество увеличивается с уменьшением размеров.

Капли влияют на равномерность структуры покрытий, вводя в неё дополнительные искажения, границы, поры, возрастает шероховатость поверхности. Капли уменьшают износостойкость покрытий, в особенности сопротивление эрозии и коррозии [35,36,37].

Структура и свойства вакуумно-дуговых покрытий сильно зависят от параметров осаждения: величины тока дуги, давления рабочего газа в вакуумной камере, потенциала смещения на подложке и ее температуры и т.д.

Для получения стабильных композитов различных систем вакуумно-дуговым методом оптимальными параметрами являются: потенциал смещения на подложке 100 - 150 В и температура подложки 300 - 500 °С.

В последние годы, достигнут существенный прогресс в развитии технологии нанесения вакуумно-дуговых покрытий. Можно отметить два основных приема, которые зачастую комбинируют в экспериментах:

1. осаждение из фильтрованных от макрочастиц потоков плазмы;
2. синтез при подаче высоковольтных импульсов на подложку;

При осаждении покрытий системы *Ti-Si-N* хорошие результаты получают при использовании одновременного вакуумно-дугового осаждения нитрида титана и магнетронного распыления кремния [38,39].

Метод химического осаждения (CVD) тонких пленок осуществляется при напуске в рабочую камеру (реактор) газовых реагентов, содержащих компоненты получаемой пленки, их диссоциацию и/или химические реакции между ними, активируемые с помощью подвода энергии (нагрев, облучение, плазма). В результате протекания этих процессов (в газовой фазе и/или на поверхности подложек) осаждаются слои твёрдого продукта, а остатки непрореагировавших исходных реагентов и газообразные продукты реакций удаляются из реактора с потоком газа-носителя или откачиваются вакуумной системой.

К недостаткам метода следует отнести: высокие рабочие температуры (500-1400°С), ограничивающие диапазон применяемых подложек, использование токсичных, экологически небезопасных газовых смесей, проблемы коррозии хлорсодержащими продуктами вакуумного оборудования, проблемы осаждения гидрофильной плёнки на стенках реактора и деталях вакуумной системы, высокая загрязнённость плёнок, особенно по хлору [40].

Достоинствами метода химического осаждения можно считать высокую производительность и воспроизводимость, высокую однородность осаждаемых плёнок, коэффициент заполнения рельефа поверхности подложек, близкий к

единице, широкий диапазон скоростей осаждения и возможность получения, заданной кристаллической структуры пленки (вплоть до монокристаллов).

1.3.3 Влияние различных элементов на свойства покрытий

Традиционные покрытия TiN используются довольно продолжительное время, однако их свойства не всегда удовлетворяют растущим потребностям. Улучшения эксплуатационных свойств покрытий удастся добиться усложнением их элементного и фазового состава.

Двухфазные твёрдые и сверхтвёрдые наноконпозиционные покрытия можно разделить на две группы: первый тип наноконпозиции –nc-MeN/твёрдая фаза (напр. nc-TiB₂, nc-Si₃N₄ и др.) или второй тип наноконпозиций –nc-MeN/мягкая фаза (например Cu, Ag, Y и т.д.), где nc и na соответственно нанокристаллические и наноморфные фазы; Me - металлы образующие нитриды. Твёрдость в таких покрытиях может достигать 70 ГПа и 55 ГПа, соответственно. Наноконпозиты с твёрдостью выше 70 ГПа являются многофазными покрытиями на основе тройных и четверных сплавов, таких как Ti-Si-N или Ti-Al-V-N.

В наноконпозитах первой группы (nc-MeN/тв.фаза) вторая фаза может быть наноморфной (nc-Si₃N₄, DLC) или нанокристаллической (BN, AlN, Ti(B,O) и др.) [49]. Они обладают сверхвысокой твердостью, большими коэффициентами упругого возврата и отношения H^3/E^{*2} , высокой термостойкостью [50-53]. Ожидается, что данные покрытия будут существенно улучшать эксплуатационные свойства режущего инструмента.

Наноконпозиты второй группы также имеют нанокристаллическую структуру и высокую твердость. В системе ZrN/Ni максимальная твердость 57 ГПа достигается при содержании Ni в покрытии около 4 ат.%. При этом размер зерен около 5 нм, коэффициент упругого возврата 79%, отношение $H^3/E^{*2}=1,00$, где $E^*=430$ ГПа [62]. Схожие показатели получаются при содержании Ni= 6,3% и при размере зерна 23 нм. В покрытии TiN/Ag, осажденном при одновременном распылении титана дуговым способом и серебра

магнетронным, с увеличением содержания серебра увеличивается твердость до 37,5 ГПа при содержании $Ag=0,35$ ат. %. Одновременно уменьшаются размеры зерен до 19 нм. При уменьшении размера зерен меньше 19 нм, содержание серебра на межзеренных границах увеличивается, вследствие чего внутренние напряжения и твердость покрытия снижаются. Серебро не образует с нитридом титана твердого раствора и, располагаясь по границам зерен TiN, способствует их измельчению. При содержании серебра до 1,5 ат.% на рентгенограммах линии Ag отсутствуют, что может свидетельствовать о том, что серебро находится в аморфном состоянии или его слишком мало.

Немного другие результаты были получены в работе [55]. Были получены покрытия с максимальной твердостью 45 ГПа при вакуумно-дуговом испарении титана и магнетронном распылении меди в атмосфере азота.

В последнее время особое внимание уделяется изучению покрытий системы Ti-Si-N. Одним из недостатков покрытий TiN является образование столбчатой структуры, которая приводит к снижению механических свойств. Как известно, границы столбчатых зёрен являются местом зарождения трещин, что ведёт к преждевременному разрушению покрытия [59,60]. Один из способов увеличения твёрдости и прочности покрытий нитрида титана заключается в предотвращении образования столбчатой структуры TiN посредством осаждения аморфных разделительных слоев SiN_x [61].

При введении кремния в состав TiN формируется плотная мелкозернистая структура, характеризующаяся более высоким по сравнению с TiN уровнем твёрдости [62-64]. В [65] благодаря формированию на частицах TiN аморфной фазы Si_3N_4 , препятствующей росту зёрен TiN, получены покрытия (Ti,Si)N с размером кристаллитов менее 20 нм. Было установлено, что с увеличением содержания кремния существенно уменьшается размер кристаллитов нитрида титана, ведёт к увеличению твёрдости согласно уравнению Холла-Петча [79]. В работах Вепрека [80, 81] на образцах плёнок nc-TiN/a- Si_3N_4 , nc-TiN/a- Si_3N_4 /a-TiSi₂, nc-TiN/a- Si_3N_4 /a-TiSi₂+nc-TiSi₂ получены

значения твёрдости -47 ГПа, -85 ГПа и ~138 ГПа соответственно, которые приближаются и даже превышают величины для монокристаллического (~100 ГПа) и поликристаллического (~38-58 ГПа) алмаза.

При добавлении в состав - TiN кремния в разных работах наблюдается увеличение твёрдости по сравнению с базовым покрытием, полученным в тех же условиях: в 1,6 раза [69], в 1,8 раза [66], в 2,3 раза [67].

Помимо твёрдости введение кремния способствует увеличению модуля упругости [69].

Кремний, как элемент, формирующий твёрдые и стабильные оксиды использовался для повышения стойкости к окислению в первых пленках типа пс-TiN/a-Si₃N₄ [68]. Повышение стойкости объясняется тем, что аморфный Si₃N₄ является эффективным барьером, препятствующим диффузии кислорода и других элементов [69,70]. Это ведёт к уменьшению скорости образования SiO₂, который, в свою очередь, также защищает покрытие от проникновения атомов кислорода. Согласно большинству опубликованных работ наибольший интерес представляет собой интервал содержания кремния 6-10 ат.% [61-63,65-68,70,71]. Именно в данном интервале обнаружили наиболее высокие физико-механические свойства.

Из вышеприведённого обзора видно, что механические характеристики двухфазных нанокомпозитных покрытий очень сильно зависят от состава обеих фаз. Нанокомпозиты, составленные из двух твердых фаз имеют более высокий модуль Юнга, чем состоящие из твердой и мягкой фазы. В нанокомпозитах, содержащих мягкую фазу, модуль Юнга намного легче регулировать вариацией содержания мягкой фазы и условиями осаждения. Это дает возможность управлять сопротивлением пластической деформации, которая пропорциональна отношению H^3/E^{*2} , и создавать покрытия пригодные для конкретного практического применения.

Глава 2. Материалы, методы и оборудование

2.1 Используемые материалы

В ходе исследовательских работ в качестве исходных материалов использовали следующие порошки:

- Титан марки ТПП-8 (крупнозернистый, фракции <160 мкм и <125 мкм) получен методом дробления, содержание примесей не более 0.5%,

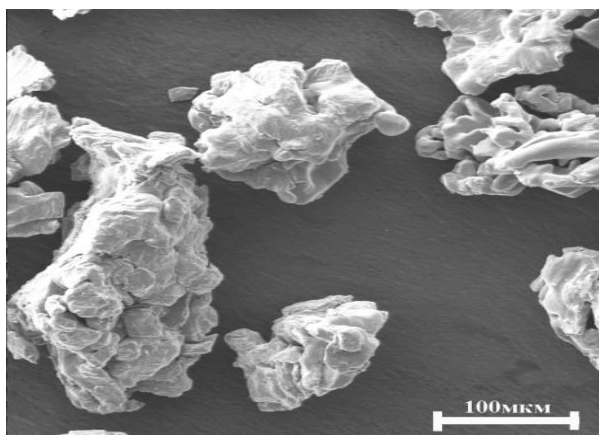


Рисунок 2.1 - Порошок титана ТПП-8
(форма частиц губчато-осколочная)

- Титан марки ПТМ (мелкозернистый, основной фракции <40 мкм) кальциметрический, произведен в городе Тула ОАО «Полема», содержанием примесей не более 1.0%

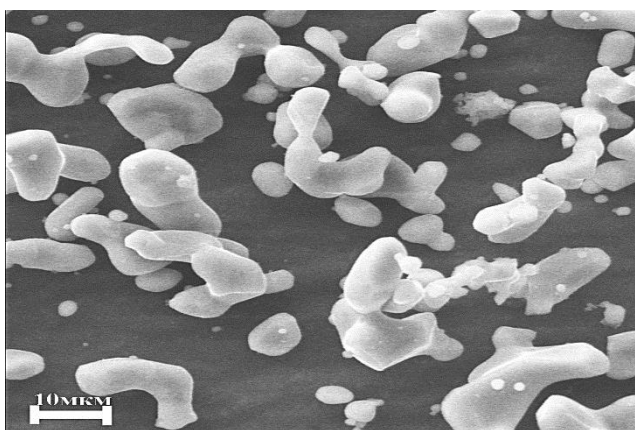


Рисунок 2.2 - порошок титана ПТМ
(форма частиц слабоветвленные дендриты со сглаженной поверхностью).

- Порошок кремния Кр00 (размер фракции <40 мкм) содержанием примесей 1 %, получен путем восстановительной плавки кварцита в дуговых электропечах. ООО «НПК Специальная металлургия».

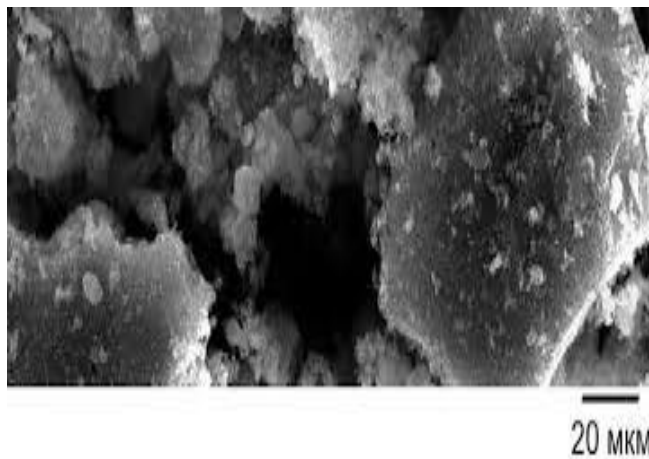


Рисунок 2.3 - Порошок кремний Кр00

Порошок силицида титана получали дроблением рыхлых спеков – продуктов СВС.

Из исходных материалов готовились смеси, весовые содержание керна до 25ат%%. На рисунке 2.1, 2.2 и 2.3 изображено структура данных порошков. В течении 2-4 часов проводили процесс смешивания в смесителе типа «шаровая мельница».

В следующем этапе из полученных смесей формировалось образы. Образцы для экспериментальных исследований готовили холодным прессованием порошковых смесей и последующим вакуумным спеканием.



Рисунок 2.4 - Электродпечь СНВЭ-1.3.1/16

Формированные образцы спекли в электродпечи СНВЭ-1.3.1/16 (Рисунок 2.4) в не ниже 10^{-2} Па. Температура спекания составляла 1250°C , время оптимальное выдержки 60 минут.

С помощью линейных измерений вычисляли объем прессовок. Их масса определялась с помощью аналитических весов с точностью 0,001 г., а их плотность рассчитывалась по формуле:

$$\rho_{обр.} = \frac{m}{V} \quad (2.1)$$

Где V – объем образца.

Пористость определялась по формуле;

$$P = \left(1 - \frac{\rho_{обр}}{\rho_{теор}} \right) \times 100\% \quad (2.2)$$

$\rho_{обр}$ – плотность образца,

$\rho_{теор}$ – теоретическая плотность материала из порошковой смеси данного состава.

Относительное изменение объема образцов в результате спекания определялось как:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{V_0 - V_k}{V_0} \times 100\% \quad (2.3)$$

V_0 – объем прессовки до спекания;

V_k – ее объем после спекания;

Знак $\Delta V/V_0$ зависит от того, рост или усадку испытывает образец в результате спекания.

2.2. Изготовление композитных катодов

Так как спекленные катодные заготовки хрупкие и имеют значительную остаточную пористость, была разработана конструкция составного катода. В этой конструкции спекленная порошковая прессовка соединялась с тыльной

частью из металлургического титана (хвостовик) методом контактно-реактивной пайки (рис.2.2.). Этот метод основан на эффекте контактного плавления основного металла (титан или сплав на основе титана) с прослойкой из металла, образующего легкоплавкую эвтектику с основным металлом.

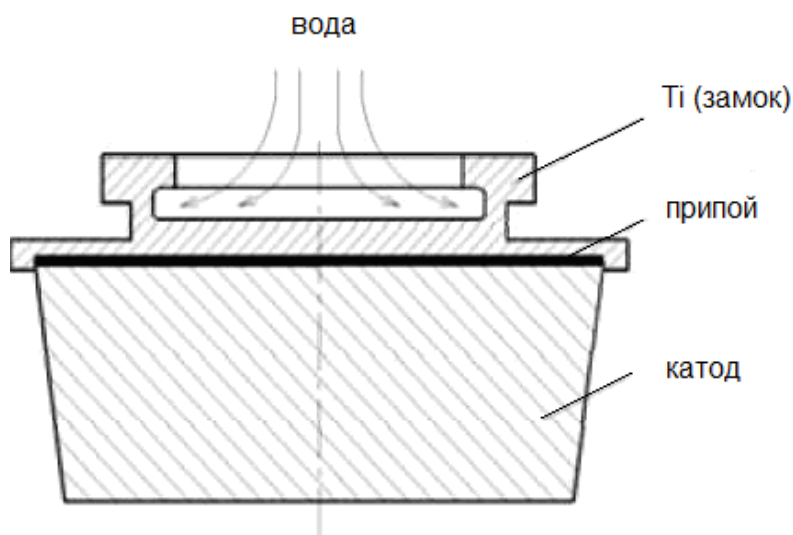


Рисунок 2.4 - Конструкция составного катода

В качестве контактной прослойки в нашем случае использовали фольгу из титана или титанового сплава 79 НМ толщиной 200 мкм. При выборе оптимального режима пайки (температура и время выдержки) на границе титанового хвостовика со спеченными заготовками Ti-Cu и Ti-Si формировался сплошной бездефектный паяный шов (рис.2.3.), не препятствующий эффективному теплоотводу от рабочей поверхности катода к водоохлаждаемой тыльной части.

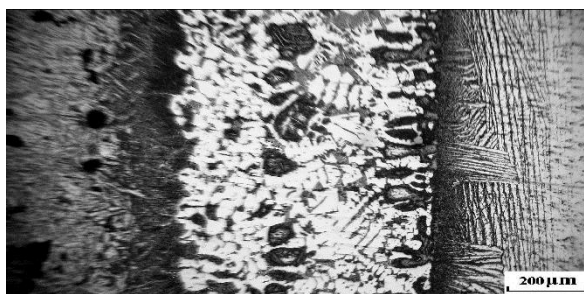


Рисунок 2.5 - Микроструктура паяных соединений спеченных порошковых материалов Ti+6 ат.% Si с титаном VT1-0.

2.3. Оборудование и методы нанесения покрытий

Для нанесения ионноплазменной покрытия использовали вакуумно-дуговой метод и соответствующие оборудование («Булат» и ВНН-6).

2.3.1 Оборудования института сильноточной электроники СО РАН

Процесс нанесения выполнен на модифицированная вакуумная установка типа ВНН-6 с разработанным в ИСЭ СО РАН источником ионов газа на основе несамостоятельной дуги с комбинированным катодом .



Рисунок 2.6 - Внешний вид установке ВНН-6

В качестве подложки использовали материал нержавеющей стали 12Х18Н10Т и твердого сплава ВК-8. С подложками проходили предварительную шлифовку и полировку с алмазной пастой и отчистка в ультразвуковой ванне. Перед напылением покрытия финишная отчистка и активация поверхности образцов проводилась аргоновой газоразрядной плазмой в течение 60 мин при токе разряда $I_p = 20 - 70 \text{ A}$, напряжении

смещения на подложках $U_{см} = 0 - 500 В$ и давления газа $P_{Ar} = 1,2 \cdot 10^{-3}$ Тор. Образцы за время отчистки нагревались до температуры $300^{\circ}C$. После активация в рабочем камеру напускался азот. Давления азота ограничен, до $2,8 \cdot 10^{-3}$ торр. Затем включается система поджига дуги. Инициированное катодное пятно, стабилизированное магнитным полем соленоида, хаотически перемещалось по поверхности катода. В парах материала катода (металлической плазмы) зажигался дуговой разряд, а на подложку подавалось отрицательное напряжение смещения.

2.4 Приборы и методы исследования спеченных материалов и покрытий.

Образцы для экспериментальных исследований готовили холодным прессованием порошковых смесей и последующим вакуумным спеканием.

Смешивания проводили в смесителе типа «шаровая мельница», в течении 4-х часов, а прессование – в закрытых прессформах на прессе МС-500.

Шлифы для металлографических исследований готовили механической шлифовкой и полировкой на алмазных пастах. Шлифы подвергали легкому травлению реактивом Келлера ($2,5 \text{ ml HNO}_3 + 1,5 \text{ ml HCl} + 95 \text{ ml H}_2\text{O}$) во избежание растравливания материала, имеющего остаточную пористость, и длительной промывке в проточной воде.

Структурные исследования проводили с использованием металлографического микроскопа МИМ-9 и рентгеновского дефектометра ДРОН-1.



Рисунок 2.8 - Микроскоп МИМ-9

Твердость по Бринеллю спеченных материалов определялась в соответствии с ГОСТом 9012-59 с использованием шарового индентора диаметром 5 мм. Число твердости определялось из выражения:

$$HB = P / \left[\frac{2 / \pi}{1 - \sqrt{1 - (d / D)^2}} \right] \quad (2.4)$$

Микротвердость (H_{μ}) измеряли с помощью микротвердомера модели ПМТ-3 по ГОСТ 9450-76, при нагрузке 0,981 Н (0,1 кгс). Использовалась алмазная пирамида с квадратным основанием и углом при вершине между противоположащими гранями 136° . Время нагружения индентора – 5с, время выдержки под нагрузкой 15с.



Рисунок 2.9 - Микротвердомер ПМТ-3

Для исследования осажденных покрытий дополнительно использовали нижеуказанные приборы и методы.

Толщина покрытий определялась по методике сферического шлифа с применением прибора Caloset Cat-S-AX-0000 (CSM).

Микротвердость покрытий измерялась нанотвердомером NHT-S-AX-000X(CSM).

Износостойкость и коэффициенты трения покрытий определялись на высокотемпературном трибометре THT-S-AX0000 (CSM). Трибологические испытания проводились по схеме "неподвижный сферический индентор - вращающийся диск". Параметры теста: линейная скорость - 6 см/с, сила нагружения - 5 Н, количество циклов - 40000 об, шар SiC.



Рисунок 2.10 – Триботестер фирмы «Tribotechnic»

Морфология поверхности покрытий и характер распределения частиц капельной фазы на поверхности покрытия исследовались на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-840.

Для исследования шероховатости поверхности покрытия использовали оптического профилометра MICROMEASURE 3D stations (STIL).

Для исследования адгезионных свойств покрытий применялась методика скрэтч-теста при динамической нагрузке на индентор, реализованная на приборе Micro-ScratchTester MST-S-AX-0000 (CSM). Параметры скрэтч-теста: индентор – алмазный Роквелла с радиусом кривизны острия $d = 20$ мкм; длина царапины – 7,5 мм, скорость нагружения – 9,99 Н/мин.

3 Результаты исследования

3.1 Объемные изменения и структурные превращения при спекании порошковых смесей Ti-Si

В этом разделе приведены результаты исследований спекания порошковых смесей титан – кремний с содержанием кремния до 25 ат%. При ионноплазменном напылении нитридных покрытий с нанокристаллической структурой и сверхвысокой твердостью, наиболее интересные с точки зрения их применения в качестве распыляемых катодов включает составы материалов, концентрационные этим интервал.

Зависимость плотности прессовок с различным содержанием кремния от температуры спекания приведена на рис.3.1 (3.1a) и концентрационная зависимость объемных изменений образцов после спекания при различных температурах (3.1б).

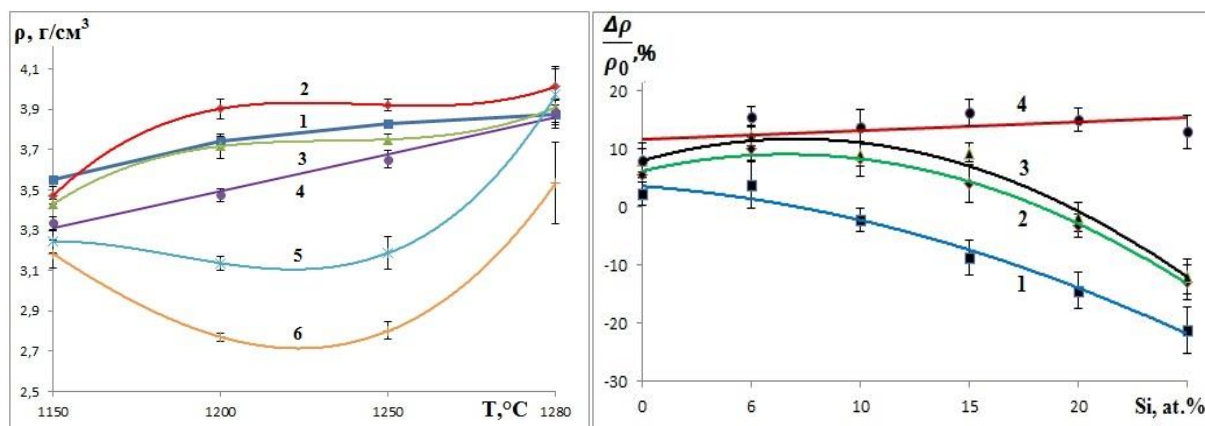


Рисунок 3.1 - Зависимости изменения плотности прессовок от температуры спекания для различных составов (а): 1 – Ti; 2 – Ti-6%Si; 3 – Ti-10%Si; 4 – Ti-15%Si; 5 – Ti-20%Si; 6 – Ti-25%Si; и относительного изменения плотности спеченных прессовок Ti-Si от атомной концентрации второго компонента (б): температура спекания: 1-1150⁰С; 2-1200⁰С; 3-1250⁰С; 4-1280⁰С.

При низком содержании кремния (6-10ат.%) происходит усадка образцов при всех температурах спекания, причем величина усадки тем больше, чем выше температура спекания, а при спекании образцов с высоким содержанием кремния (15-25 ат.%) происходит другое. При температуре спекания 1150⁰С эти прессовки испытывают сильный рост; тем больший, чем

больше содержание кремния в порошковой смеси. При увеличении температуры спекания объемный рост постепенно уменьшается, причем степень этого уменьшения зависит от содержания кремния. Сильное влияние температуры изотермической выдержки на объемные изменения при спекании смесей всех исследованных составов свидетельствует о важной роли диффузионных процессов, приводящих к уплотнению прессовок. При температуре спекания 1280°C объемный рост сменяется усадкой для всех исследованных составов.

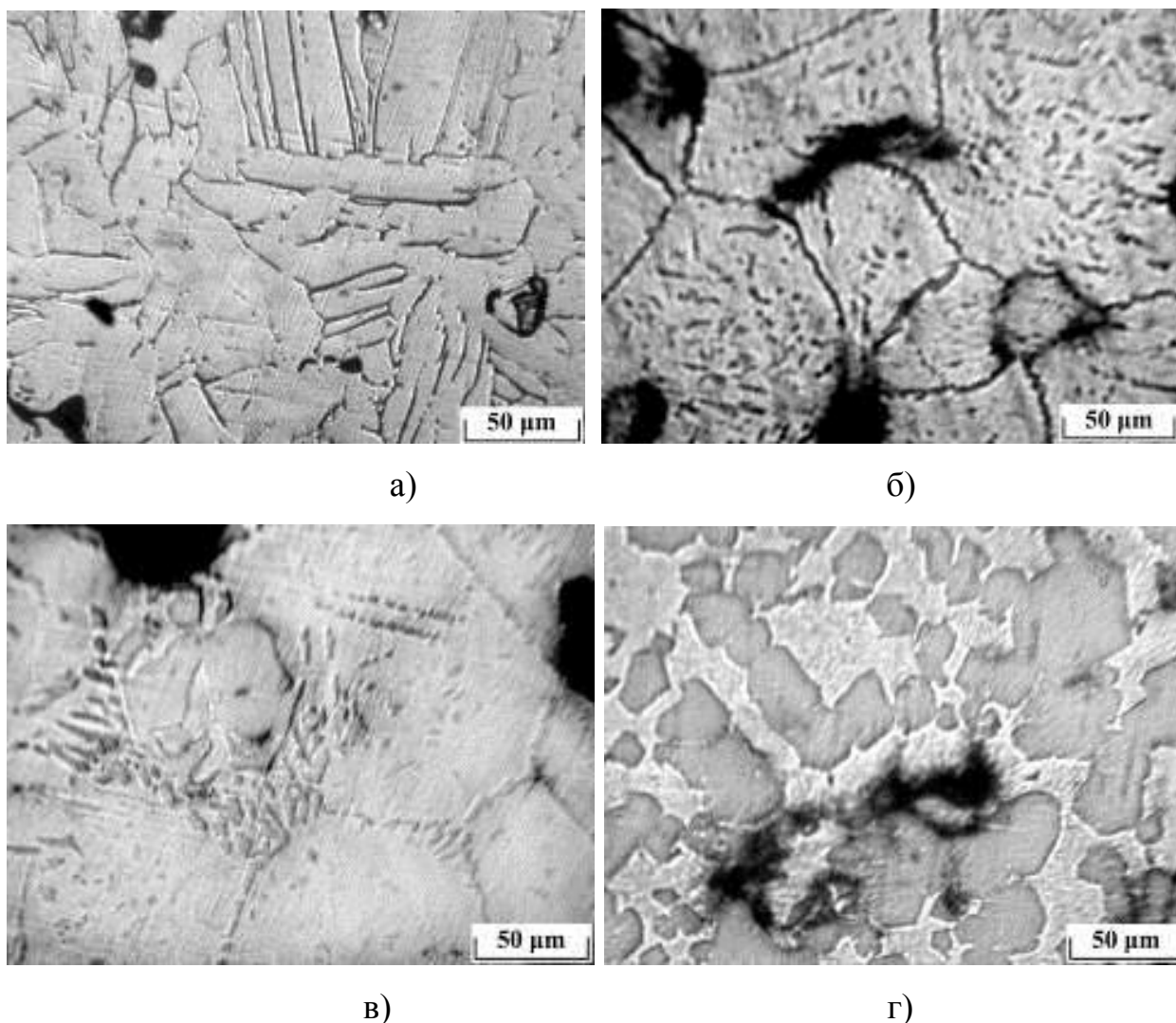


Рисунок 3.2 - Микроструктура спекенного титана и спекенных порошковых смесей титан кремний

а) спекенный титан, б) смесь титан кремний содержанием 6 ат% кремний, в) 10%, г) 15%. Температура спекание 1250° С, 4 часа.

3.2. Спекание порошковых композиций титан - силицид Ti_5Si_3

Обычно для магнетронного нанесения сложносоставных нитридных покрытий применялась многокомпонентные катоды изготовленные по СВС технологии. Содержание кремния в СВС катодах во всех случаях значительно превышало его оптимальное содержание (7-9 ат %) для покрытий $(Ti,Si)N$. Так как СВС технология изготовления многокомпонентных катодов усложнена необходимостью прессования горячего СВС продукта непосредственно после завершения реакции синтеза. Традиционную порошковую металлургию (холодное формование смесей порошков титана и кремния + спекание) предпочтительно применять при содержании кремния в порошковых смесях не превышающем 15 ат%. Спекание составов с 20 и 25 ат% кремния приводит к высокой пористости, а при большем содержании кремния вообще невозможно из-за теплового взрыва при нагреве до температуры спекания. Предотвратить образование эвтектической жидкости и тепловой взрыв, как следствие образования силицидов можно, если ввести в состав порошковых смесей силицид кремния Ti_5Si_3 . В этом случае тепловыделение при диффузионном взаимодействии компонентов мало или отсутствует, а процесс протекает полностью в режиме твердофазного спекания. Добавляя к Ti_5Si_3 порошки титана или кремния можно получить любой элементный состав порошковой смеси от 0 до 100% кремния в двойной системе титан – кремний.

На рисунке представлена (рис.3.3) микроструктура образцов, спеченных при $1270^{\circ}C$, где иллюстрируется увеличение пористости при повышении содержания кремния в смесях. Наиболее плотный спеченный материал с крупными округлыми зернами силицида на фоне титановой матрицы получается для состава с 14 ат% кремния (рис.3.3а).

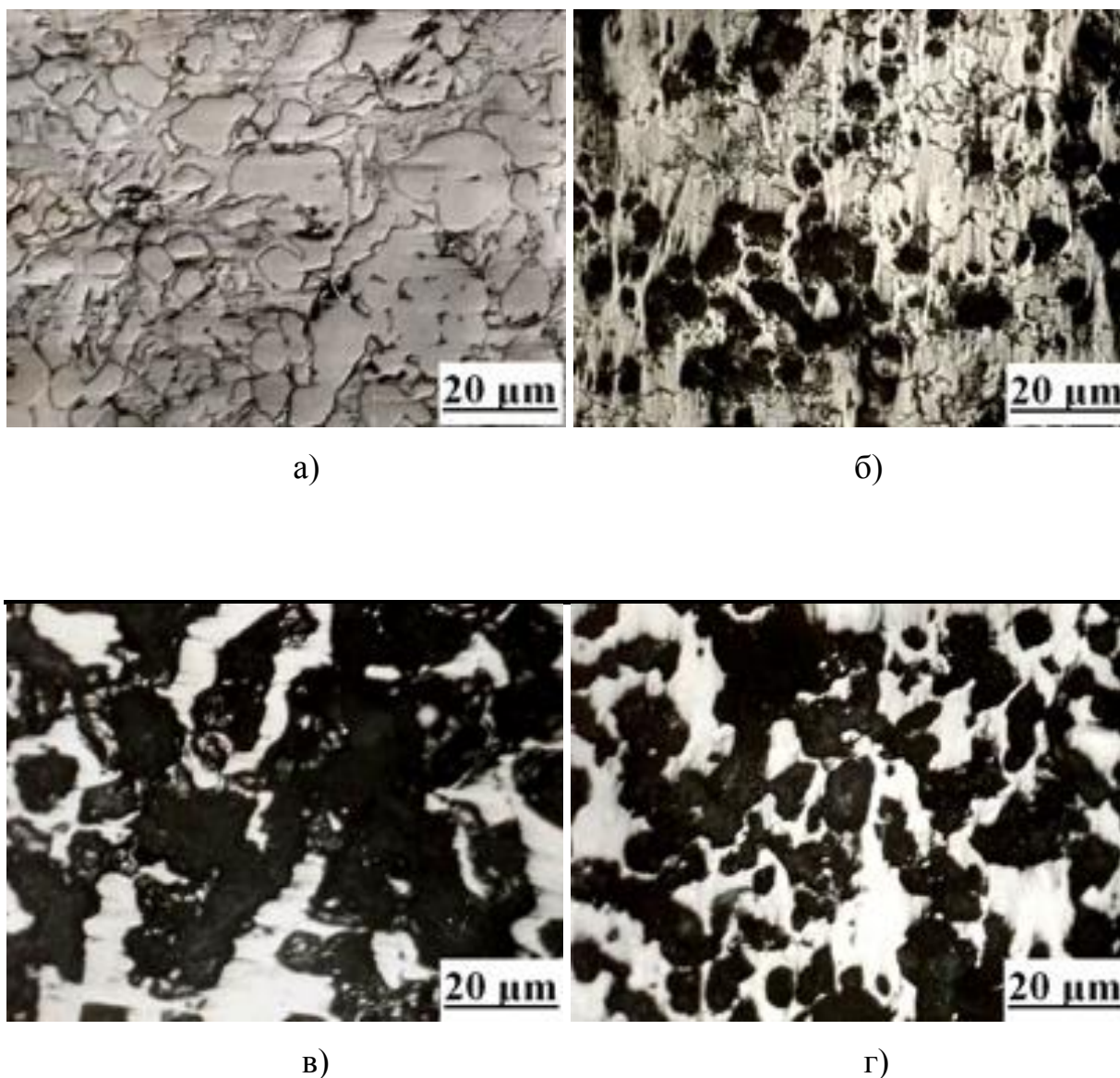


Рисунок 3.3 - Микроструктура спеченных (1270°C , 60 минут.) порошковых смесей $\text{Ti} + \text{Ti}_5\text{Si}_3$ и $\text{SiTi} + \text{Ti}_5\text{Si}_3$ с содержанием кремния (ат%): а) – 14 %; б) – 25 %; в) – 75 %; г) – 86 %.

Для оценки целесообразности замены кремния силицидом в композициях с атомным содержанием кремния 15 ат % и менее были сравнены плотность материалов, спеченных из смесей, различающихся исходным фазовым составом (табл. 3.1).

Таблица 3.1 - Зависимость плотности спеченных материалов титан – кремний от состава порошковых смесей.

Элементный состав, ат%Si	Фазовый состав порошковой смеси	Режим спекания	Плотность после спекания, г/см ³
14,0	Ti + Ti ₅ Si ₃	1250 °C, 60 мин	4,23
15,0	Ti + Si	1250 °C, 240 мин	3,65
14,0	Ti + Ti ₅ Si ₃	1270 °C, 60 мин	3,94
15,0	Ti + Si	1280 °C, 240 мин	3,88

Из таблицы 3.1. следует, что при содержании кремния 14-15 ат% спеченные прессовки с силицидом имеют большую плотность и, соответственно, меньшую пористость.

При спекании порошковых смесей Ti + Ti₅Si₃ первая стадия со структурным превращением и связанным с этим превращением объемным ростом отсутствует. Поэтому можно ожидать, что в порошковых смесях с силицидом вместо кремния при одинаковом режиме спекания пористость будет меньше.

3.3 Эффект обеднения кремнием покрытий, полученных вакуумно-дуговым распылением катодов титан-кремний

С целью определения работоспособности спеченных катодов, содержащие 6, 10 и 15 ат % кремния были испытаны при вакуумно-дуговом распылении в среде азота и в вакууме.

На рис. 3.4. показана морфология поверхности (Ti,Si)N-покрытия, полученного при испарении катода, содержащего 15 ат % Si. На снимке видны только те макрочастицы, которые прилипли к растущей поверхности на завершающей стадии синтеза покрытия. Анализ изображений по форме и контрасту макрочастиц указывает на различия между ними. Можно выделить

три основных типа макрочастиц: первый – светлые (сфероподобные), второй – темные (ограниченные), а также третий – темные (более крупные и сфероподобные). Они указаны стрелками на рис. 3.4. На поверхности покрытия преобладающим является присутствие макрочастиц первого типа (см. рис. 3.4, стрелка 1). Они имеют размеры в диапазоне от десятых долей мкм до 1 мкм.

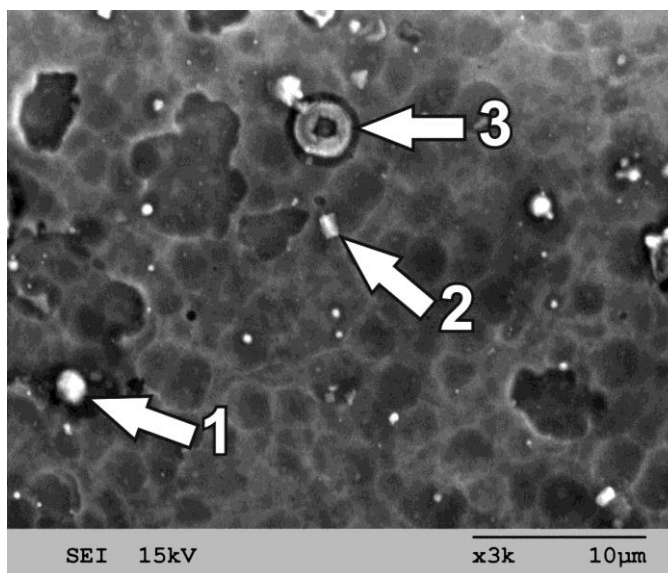


Рисунок 3.4 - Макрочастицы на поверхности Ti-Si-N-покрытия (потенциал смещения – 230 В, давление азота – 0,66 Па), полученного распылением в азоте катода с содержанием кремния 15 ат %)

Из результатов представленных в таблице 4.1 следует, что содержание кремния в покрытиях, определенное методом микрорентгеноспектрального анализа, значительно меньше, чем его содержание в материале испаряемых катодов. На участках покрытия, не содержащего макрочастицы, доля сохранившегося кремния по сравнению с его содержанием в материале катода увеличивается от 3,2% до 28,8%, а в каплях наоборот уменьшается от 94,0% до 51,1% при переходе от катода с 6 ат % кремния к катоду с 15 ат % кремния.

Таблица 3.2. Содержание кремния в покрытиях (Ti,Si)N, полученных при распылении спеченных катодов в среде азота.

Содержание Si в материале катода, ат %	Содержание кремния в покрытиях без учета азота (Si/(Si+Ti), ат %).	
	В скобках указана процентная доля кремния в покрытиях и макрочастицах по сравнению с его содержанием в катодах. Покрытия осаждены при напряжении смещения 230 В.	
	Участки покрытия, не содержащие макрочастицы	Макрочастицы
6	0,19±0,04 (3,2%)	5,64±1,96 (94,0%)
10	0,66±0,29 (5,1%)	4,62±1,75 (46,2%)
15	4,32±0,11 (28,8%)	7,67±5,29 (51,1%)

На рис 3.5 а,б,в показан типичный вид поверхности покрытий, осажденных при распылении катодов в вакууме.

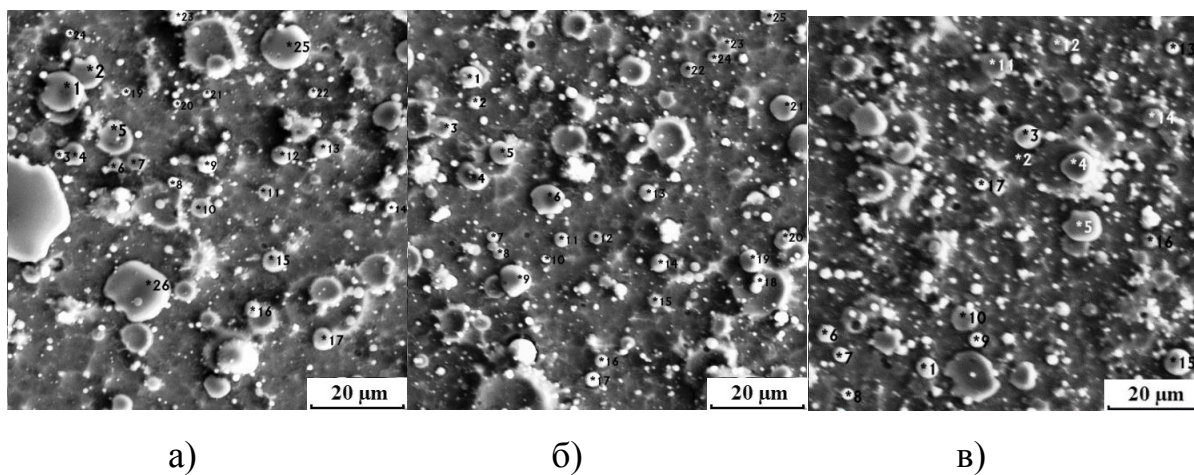


Рисунок 3.5 - Морфология капельной фазы и зависимость локального содержания кремния в каплях от диаметра капель на поверхности покрытий, полученных распылением в

вакууме катодов с различным содержанием кремния и при различном напряжении смещения:

а)Ti+10 ат. %Si; U=150 в; б)Ti+10 ат. %Si; U=70 в. в)Ti+15 ат. %Si; U=30 в.

В таблице 4.2 представлены результаты локальных измерений содержания кремния, а зависимости содержания кремния в покрытии.

Таблица 3.3 - Технологические режимы нанесения и содержание кремния в покрытиях.

№ обр.	U _{смещ} вольт	Р, мм.рт.ст.	Толщ. мкм	Содержание кремния, ат%		
				В катодах	В каплях	Вне капель
121	30	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-5}$	10	6	5,35±2,07 (89,1%)	2,38 ± 0,21 (39,7±3,5%)
119	30	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-5}$	10	10	9,28±2,20 (92,8%)	4,28 ± 0,18 (42,8±1,8%)
120	30	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-5}$	10	15	15,4±2,84 (102,6%)	8,52 ± 0,70 (56,8±4,7%)
118	70	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-5}$	8	10	8,92±3,12 (89,2%)	4,17±0,19 (41,7±...%)
117	150	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-5}$	7	10	10,57±5,15 (105,7%)	1,16±0,29 (11,6±...%)
116	230	$2 \cdot 3 \cdot 10^{-5}$	7	10	6,82±3,14 (68,2%)	0,55 ± 0,11 (5,5±1,1 %)
<i>Примечание: цифры в скобках указывают оставшуюся часть (в процентах) от исходного содержания кремния в катодах.</i>						

Выходя из анализа результатов можно сказать разброс значений локального содержания кремния в каплях очень велик и примерно на порядок превышает разброс значений локального содержания кремния в покрытии. При небольшом напряжении смещения (30 вольт) среднее содержание кремния в каплях мало отличается от его содержания в распыляемых катодах. Среднее

содержание кремния в покрытиях вне капель примерно вдвое меньше, чем его содержание в распыляемых катодах. Среднее содержание кремния в покрытии резко уменьшается при увеличении напряжения смещения. При напряжении смещения 30 вольт в покрытии остается от 39,7% до 56,8% от исходного содержания кремния в катоде. При увеличении напряжения смещения до 230 вольт содержание кремния в покрытии уменьшается до 5,5% от исходного.

3.4 Фазовый состав, структура и свойства вакуумно-дуговых покрытий (Ti,Si)N

Результаты исследования покрытий (Ti,Si)N в ряде случаев представлены ниже в виде, облегчающем их сравнение с ранее приведенными результатами исследования покрытий (Ti,Cu)N.

Измерения микротвердости свеженапиленных покрытий с помощью микротвердомера ПМТ-3 при нормальной нагрузке 500 мН показали, что наибольшей твердостью обладает покрытие, синтезированное при распылении катода Ti-10%Si, несколько меньшая твердость была у покрытия, полученного при распылении катода состава Ti-12%Cu (рис.3.6). В обоих случаях твердость покрытий при использовании двухкомпонентных катодов существенно выше твердости покрытия, синтезированного при распылении катода из чистого титана. Следует, однако, отметить, что микротвердость покрытия, синтезированного при распылении катода Ti-10%Si, быстро уменьшается до 20-25 ГПа в течение одного месяца, в то время как покрытие, полученное при распылении катода состава Ti-12%Cu, не изменяет своей твердости даже после года выдержки на воздухе при комнатной температуре.

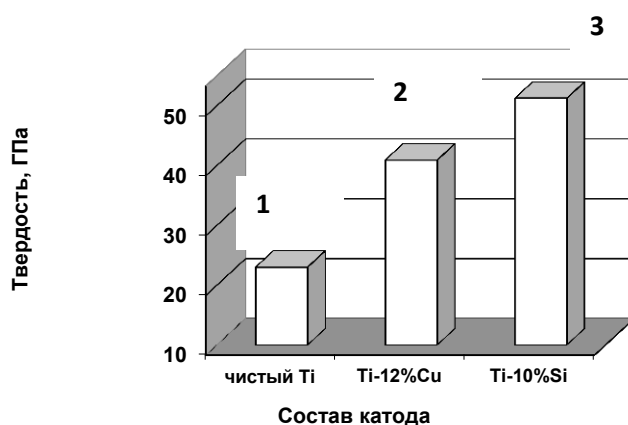


Рисунок 3.6 - Микротвердость свеженапыленных покрытий, сформированных при распылении: 1 – Ti катода; 2 – спеченного катода Ti-12ат% Cu; 3 – спеченного катода Ti-10ат% Si.

Дефектную субструктуру покрытия (Ti,Si)N и его фазовый состав анализировали методами сканирующей и дифракционной электронной микроскопии. Исследования поперечных сколов, выполненные методами сканирующей электронной микроскопии, столбчатую структуру в анализируемом покрытии не выявили (рис.3.7 а). Покрытия сплошные, без микропор и микротрещин, также как и покрытия (Ti,Cu)N (рис.3.7 б).

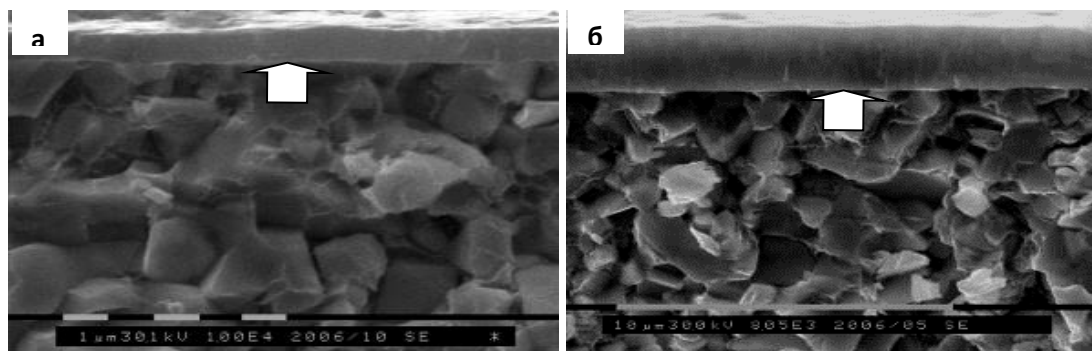


Рисунок 3.7 - Характерное изображение поперечного излома твердого сплава ВК-8 с покрытием (указано стрелкой), полученным при распылении спеченного катода состава Ti-10%Si (а) и Ti-12%Cu (б). Сканирующая электронная микроскопия.

Методами просвечивающей дифракционной электронной микроскопии тонких фольг установлено, что покрытие (Ti,Si)N сформировано кристаллитами с решеткой δ -TiN (рис.3.7). Средний размер кристаллитов $D = 7 \pm 3$ нм (рис.3.7 б). Следовательно, покрытие относится к классу нанокристаллических.

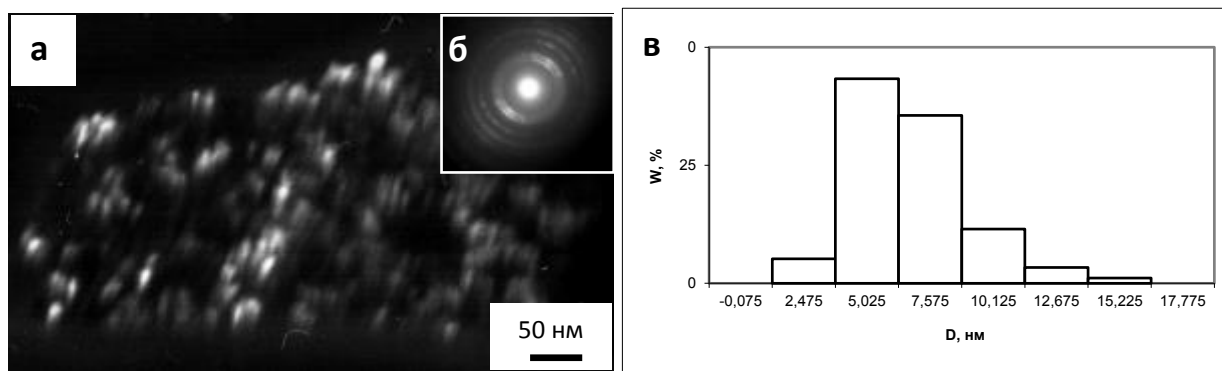


Рисунок 3.8 - Электронно-микроскопическое изображение структуры покрытия, синтезированного при распылении катода состава Ti-10%Si; а – темное поле, полученное в рефлексе кольца типа {111}TiN; б – микроэлектронограмма; в – распределение кристаллитов покрытия по размерам, $D = 7,0 \pm 3$ нм.

Кристаллиты покрытия формируют столбчатую структуру (рис.3.9а). Столбики, в свою очередь, группируются в разориентированные области (фрагменты), размеры которых изменяются в пределах 50-130 нм (рис.3.9в), что не позволило идентифицировать наностолбчатую структуру покрытия при анализе на сканирующем электронном микроскопе, имеющем недостаточную разрешающую способность.

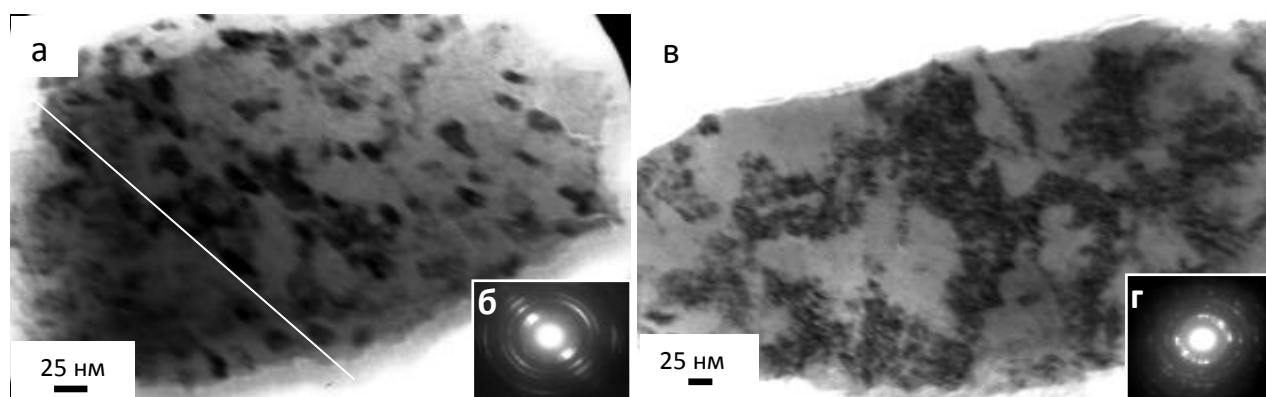


Рисунок 3.9 - Электронно-микроскопическое изображение структуры покрытия, синтезированного при распылении катода состава Ti-10%Si; а, в – светлые поля; б, г – микроэлектронограммы. Направление расположения столбиков указано на (а) светлой линией.

Ниже приедены исследование свойств (шероховатость, адгезия) покрытий. Покрытия наносили при распылении в азоте порошковых катодов

Ti-10% Si с применением и без применением плазменного фильтра жалюзийного типа.

Результаты измерения шероховатости поверхности сформированных покрытий представлены в табл. 5.7, из которой следует, что применение ПФ снижает шероховатость покрытий в несколько раз.

Таблица 3.4 - Параметры шероховатости (Ti,Si)N покрытий.

Тип покрытия	Ra, мкм	Rz, мкм
(Ti,Si)N покрытие без ПФ	1.36	9.87
(Ti,Si)N покрытие с ПФ	0.22	1.58

Исследование элементного состава (Ti,Si)N покрытий проводилось методом Оже-электронной спектроскопии. Результаты измерения концентрации элементов в структуре покрытия представлены в табл.5.8.

Таблица 3.5 - Результаты элементного анализа (Ti,Si)N покрытия, осажденного при распылении в азоте порошкового катода Ti – 10 ат%Si.

Анализируемый элемент	Концентрация, ат %
C	1,2
N	37,8
Ti	51,8
Si	4,8
O	4,4

Для покрытий, полученных с применением катода на основе Ti-Si характерно снижение доли Si в покрытии. Как показали результаты тестов (табл. 5.9), минимальная критическая нагрузка (2,4 Н) соответствует покрытиям, сформированным при наличии в потоке дуговой плазмы микрокапельной фракции. Применение плазменного фильтра приводит более чем двукратному (5,8 Н) повышению адгезионной прочности. Дальнейшего

улучшения адгезионной прочности (до 7,5 Н) удается достигнуть при переходе к многослойным структурам.

Таблица 3.6 - Адгезионная прочность покрытий

Тип покрытия	Тип катода	Критическая нагрузка, Н
TiN без ПФ	Металлургический Ti	2,4
TiN с ПФ		5,8
(Ti,Si)N с ПФ	Порошковый Ti-10ат%Si	5,9
Многослойное с ПФ ((Ti,Si)N)/TiN	Порошковый Ti-10ат%Si и металлургический	7,4

Компенсация внутренних напряжений в покрытии между сформированными слоями могут служить как причина для повышения адгезионной прочности покрытия. Этот эффект наиболее ярко проявляется при уменьшении толщины отдельных слоев. При этом наблюдается изменение механизма разрушения покрытия от поперечного, к продольному, вдоль отдельных слоев (рис. 5.27).

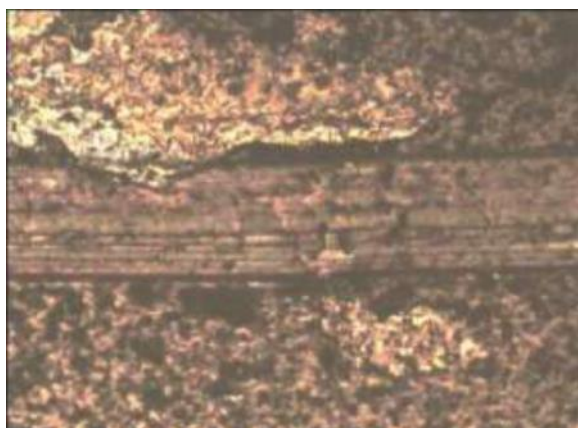


Рисунок 3.10 - Изображение трека от индентора для многослойного покрытия

((Ti,Si)N)/TiN.

Ниже в таблице представлены сравнительные исследования коэффициентов трения и интенсивность износа. Из полученных результатов видно что интенсивность износа многослойных систем с наноразмерными слоями в два раза ниже с одмослойными системами аналогичных составов.

Таблица 3.7 - Сравнительные характеристики коэффициента трения и интенсивности износа покрытий

Тип покрытия	Тип катода	Коэффициент трения	Интенсивность износа, отн.ед.
TiN без ПФ	Металлургический Ti	0,32	0,7
TiN с ПФ		0,21	0,35
(Ti,Si)N с ПФ	Порошковый Ti-10ат%Si	0,2	0,05
Многослойное с ПФ (Ti,Si)N)/TiN	Порошковый Ti-10ат%Si и металлургический	0,25	0,03

Результаты исследования структуры показала осажденные покрытия при распылении в азоте спеченных катодов, имеют размер кристаллитов примерно на порядок меньший, чем в покрытиях, полученных распылением чистого титана и дают сверхвысокой твердостью и хорошей адгезией к стальным и твердосплавным подложкам. Его измельченная структура приводит к увеличению покрытий в 1,5-2 раза и увеличение прочности сцепления покрытий с подложкой.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
4AM71	Барзиев Мухриддин Нажмитдинович

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	ОМ
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	15.04.01 Машиностроение

Тема НИР:

Особенности формирования структуры и свойств вакуумно-дуговых покрытий при использовании композитных порошковых катодных материалов на основе титана	
Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально – технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих 2. Нормы и нормативы расходования ресурсов 3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	- стоимость расходных материалов; - норматив заработной платы; - коэффициенты для расчета заработной платы; - тариф на электроэнергию;
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ	– Анализ конкурентных технических решений; – Выполнение SWOT – анализа проекта
2. Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	– Определение трудоемкости выполнения работ; – Разработка графика проведения научного исследования; – Расчет материальных затрат НТИ; – Формирование бюджета затрат научно – исследовательского проекта.
Перечень графического материала:	
1. Календарный график проведения исследования в виде диаграммы Ганта 2. Сегментирование рынка 3. Оценка конкурентоспособности технических решений 4. Матрица SWOT 5. График проведения и бюджет НТИ	
Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
	Рагозин Д.В.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
	Барзиев М.Н.		

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Целью данного раздела работы является технико-экономическое обоснование научно-исследовательских работ (НИР). Оно проводится с целью определения и анализа трудовых и денежных затрат, направленных на реализацию НИР, а также уровня научно-технической результативности НИР. Основной целью настоящей диссертационной работы было изучение закономерностей спекания и разработка технологических основ изготовления спеченных порошковых катодов для вакуумно-дугового синтеза нитридных покрытий с нанокристаллической структурой.

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Научный проект заинтересован в тех потребителях, которые заинтересованы в его разработке. Следовательно, необходимо четко представлять, кто является конечным потребителем проекта или, кто может стать им в будущем и по какой причине они эту разработку приобретают, т. е. в итоге определить свой целевой рынок.

Рассмотрим целевой рынок и проведем сегментирование по применению порошковых материалов и изделий из них, в различных отраслях промышленности. Принимаются во внимание два критерия: отрасль промышленности и объем потребления. На основании этих критериев составляется карта сегментирования рынка в виде таблицы 4.1.

Таблица 4.1 - Карта сегментирования рынка

		Отрасль промышленности		
		Космическая промышленность и авиастроение	Машиностроение	Приборостроение
Объем потреблен ия	Мелкий	—	—	+
	Средний	—	+	—

	Крупный	+	—	—
--	---------	---	---	---

Из анализа сегментов рынка видно, что композиционные изделия с крупным объемом потребления относятся к космической промышленности и авиастроению, средний объем относится к машиностроению, а мелкий объем потребления к приборостроительной отрасли.

4.1.2 Анализ конкурентных технических решений

Детальный анализ конкурирующих разработок, существующих на рынке, необходимо проводить систематически, поскольку рынки пребывают в постоянном движении. Такой анализ помогает вносить коррективы в научное исследование, чтобы успешнее противостоять своим соперникам.

Важно реалистично оценить сильные и слабые стороны разработок конкурентов. Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки и определить направления для ее будущего повышения

В таблице 4.2 приведена оценка конкурентов, где Ф –вакуумно-дуговых покрытия с использованием композиционных катодов на основе титана , к1 – гальванической метод, к2 –химической методы нанесения покрытий.

Таблица 4.2 - Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1.Повышение производительности труда пользователя	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,3

2. Энергоэкономичность	0,1	5	3	4	0,5	0,3	0,4
3. Удобство в эксплуатации	0,08	4	3	4	0,32	0,32	0,32
4. Надежность	0,1	5	4	3	0,5	0,4	0,3
5. Безопасность	0,1	4	3	3	0,4	0,3	0,3
6.Функциональная мощность (предоставляемые возможности)	0,08	3	4	4	0,24	0,24	0,32
7. Квалификация пользователя	0,1	5	4	4	0,5	0,4	0,4
Экономические критерии оценки эффективности							
1.Конкурентоспособность	0,08	4	4	4	0,32	0,32	0,32
2.Использование в промышленности	0,1	3	5	5	0,3	0,5	0,5
3. Цена	0,1	4	3	5	0,4	0,3	0,5
4.Предполагаемый срок эксплуатации	0,06	4	4	4	0,24	0,24	0,24
Итого Σ	1	46	41	42	4,22	3,72	3,9

Исходя из таблицы 4.1 видно, что такие критерии как производительность, надежность, безопасность тем самым технологический процесс нанесения вакуумно-дуговых покрытия с использованием композиционных катодов на основе титана перспективным.

4.1.3 SWOT-анализ

SWOT-анализ – это выявление сильных (S – strength) и слабых (W – weakness) сторон исследуемого объекта, что описывает внутреннюю среду, а также возможностей (O – opportunities) и угроз (T – troubles) внешней среды. SWOT-анализ дает возможность принимать любые управленческие решения. Основные преимущества данного проекта – универсальность, высокая производительность и возможность создания композиционного покрытия с заданными служебными характеристиками, увеличение срока службы инструмента, улучшение качества обрабатываемой поверхности, повышение эффективности использования оборудования, снижение себестоимости изделия.

Таблица 4.3 матрица SWOT

	Сильные стороны научно исследовательского проекта: С1: Высокая производительность С2: Снижение потребления энергии С3: Стабильность получения качественных сварных соединений С4: перспективы для дальнейший модернизации	Слабые стороны научно исследовательского проекта: Сл1: Высокие затраты на оборудование Сл2: Контроль большого количества параметров процесса Сл3: Вероятность получения брака;
Возможности: В1: Использование инновационный инфраструктуры ТПУ В2: Возможность расширит состав продукт. В3: Больше внедрение в производство данной технологии.	Используя полученные результаты исследования можно получить качественное сварное соединение трудно свариваемого материала. И исследование структуры и свойств полученного соединения	Результаты исследования могут послужить полезной информацией при применении данного метода в производстве.
Угрозы: У1: Присутствие зарубежных конкурентов на рынке У2: Появление новых инновационных технологий	Большой процент от общего объема рынка приходится на долю зарубежных производителей.	Отсутствие квалификации у специалистов может повлиять на спрос потенциальных потребителей.

На основе SWOT-анализа можно сделать выводы, что данная научно исследовательская работа перспективна. Рассматриваемая технология позволит улучшить качество и снизить временные и финансовые затраты.

4.2 Организация и планирование работ

Таблица 4.4 - Перечень работ и продолжительность их выполнения

Выполняемая работа	Загрузка исполнителей		
	НР	И	ИНЖ
Постановка целей и задач.	100%	—	—
Разработка календарного плана.	100%	10%	—
Подбор и изучение литературы по тематике.	20%	100%	—
Подготовка литературного обзора	15%	100%	—
Подготовка материалов	100%	20%	—
Выполнение исследовательской работы	10%	100%	80%
Анализ результатов	90%	100%	—
Оформление результатов исследования	—	100%	—
Подведение итогов	60%	100%	—

4.2.1 Определение трудоёмкости выполнения работ

Трудовые затраты в большинстве случаев образуют основную часть стоимости разработки, поэтому важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования. Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ож}$ используется следующая формула (4.1):

$$t_{ож} = \frac{3 \cdot t_{\min} + 2 \cdot t_{\max}}{5} \quad (4.1)$$

где $t_{ож}$ – ожидаемая трудоёмкость выполнения i -ой работы чел/дн.; $t_{\min}$ – минимально возможная трудоёмкость выполнения заданной работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел/дн.; $t_{\max}$ – максимально возможная трудоёмкость выполнения заданной работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел/дн.

Для построения линейного графика необходимо рассчитать длительность этапов в рабочих днях, а затем перевести ее в календарные дни. Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$) ведется по формуле:

$$T_{РД} = \frac{t_{ож}}{K_{ВН}} \cdot K_{Д} \quad (4.2)$$

где $t_{ож}$ – продолжительность работы, дн.;

$K_{ВН}$ – коэффициент выполнения работ, учитывающий влияние внешних факторов на соблюдение предварительно определенных длительностей, в частности, возможно $K_{ВН} = 1$;

$K_{Д}$ – коэффициент, учитывающий дополнительное время на компенсацию непредвиденных задержек и согласование работ ($K_{Д} = 1-1,2$; в этих границах конкретное значение принимает сам исполнитель).

$$T_{КД} = T_{РД} \cdot T_{К} \quad (4.3)$$

где $T_{КД}$ – продолжительность выполнения этапа в календарных днях;

$T_{К}$ – коэффициент календарности, позволяющий перейти от длительности работ в рабочих днях к их аналогам в календарных днях, и рассчитываемый по формуле

$$T_K = \frac{T_{\text{КАЛ}}}{T_{\text{КАЛ}} - T_{\text{ВД}} - T_{\text{ПД}}} \quad (4.4)$$

где $T_{\text{КАЛ}}$ – календарные дни ($T_{\text{КАЛ}} = 365$);

$T_{\text{ВД}}$ – выходные дни ($T_{\text{ВД}} = 118$);

$T_{\text{ПД}}$ – праздничные дни ($T_{\text{ПД}} = 14$).

$$T_K = \frac{365}{365 - 118 - 14} = 1,56$$

В таблице 4.2 приведена продолжительность этапов работ и их трудоемкости по исполнителям, занятым на каждом этапе. В столбцах (3-5) реализован экспертный способ по формуле (5.1-а). Столбцы 6 и 7 содержат величины трудоемкости этапа для каждого из двух участников проекта (научный руководитель и инженер) с учетом коэффициента $K_d = 1,2$. Каждое из них в отдельности не может превышать соответствующее значение $t_{\text{ож}} * K_d$. Столбцы 8 и 9 содержат те же трудоемкости, выраженные в календарных днях путем дополнительного умножения на T_K (здесь оно равно 1,205). Итог по столбцу 5 дает общую ожидаемую продолжительность работы над проектом в рабочих днях, итоги по столбцам 8 и 9 – общие трудоемкости для каждого из участников проекта. Две последних величины далее будут использованы для определения затрат на оплату труда участников и прочие затраты. Величины трудоемкости этапов по исполнителям $T_{\text{КД}}$ (данные столбцов 8 и 9 кроме итогов) позволяют построить линейный график осуществления проекта – см. пример в табл. 5.3.

Расчёт трудозатрат на поиск и изучение материалов:

Определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{\text{ож}}$:

$$T_{\text{ож}} = \frac{3 \cdot 2 + 2 \cdot 4}{5} = 2,8;$$

Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$), при $K_{Д} = 1,2$:

$$T_{РД} = \frac{2,8 \cdot 1,2}{1} = 3,36;$$

Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$) для научного руководителя, при $K_{Д} = 1,2$:

$$T_{РД} = \frac{2,8 \cdot 1,2 \cdot 0,2}{1} = 0,67;$$

Расчет продолжительности выполнения каждого этапа в рабочих днях ($T_{РД}$) для студента, при $K_{Д} = 1,2$:

$$T_{РД} = \frac{2,8 \cdot 1,2 \cdot 1}{1} = 3,36;$$

Продолжительность выполнения этапа в календарных днях:

$$T_{КД} = 3,36 \cdot 1,56 = 5,24;$$

Продолжительность выполнения этапа в календарных днях, для научного руководителя:

$$T_{КД} = 3,36 \cdot 1,56 \cdot 0,2 = 1,04;$$

Продолжительность выполнения этапа в календарных днях:

$$T_{КД} = 3,36 \cdot 1,56 = 5,24.$$

Таблица 4.5 - Трудозатраты на выполнение проекта

Этап	Исполнитель и	Продолжительность работ, дни			Трудоемкость работ по исполнителям чел.- дн.					
					$T_{РД}$			$T_{КД}$		
		t_{min}	t_{max}	$t_{ож}$	НР	И	ИНЖ	НР	И	ИНЖ
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Постановка целей и задач.	НР	1	3	1,8	2,16	–	–	2,6	–	–
Разработка календарного плана.	НР, И	2	4	2,8	3,36	0,34	–	4,05	4,1	–
Подбор и изучение литературы по тематике.	НР, И	7	11	8,6	2,1	10,32	–	2,53	12,44	–
Подготовка литературного обзора	НР, И	6	10	7,6	1,37	9,12	–	1,65	10,99	–
Подготовка материалов	НР, И	10	12	10,8	12,96	2,6	–	15,62	3,13	–
Выполнение исследовательской работы.	И, ИНЖ	21	28	23,8	2,86	28,56	22,85	3,45	34,41	27,53
Анализ результатов	НР, И	15	19	16,6	17,93	19,92	–	21,61	24	–
Оформление результатов исследования	И	23	26	24,2	–	29,04	–	–	34,99	–
Подведение итогов	НР, И	5	8	6,2	4,46	7,44	–	5,37	8,97	–
Итого:				102,4	47,2	100,34	22,85	56,88	123,03	27,53

Таблица 4.6 - Линейный график работ

Этап	НР	И	ИНЖ	Февраль 2019			Март 2019			Апрель 2019			Май 2019		
				10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30
1	2,6	–	–												
2	4,05	4,1	–	 											
3	2,53	12,44	–		 										
4	1,65	10,99	–			 									
5	15,62	3,13	–			 									
6	3,45	34,41	27,53				  								
7	21,61	24	–							 					
8	–	34,99	–												
9	5,37	8,97	–											 	

И ;  ИНЖ – 

4.2.2 Расчет сметы затрат на выполнение проекта

В состав затрат на создание проекта включается величина всех расходов, необходимых для реализации комплекса работ, составляющих содержание данной разработки. Расчет сметной стоимости ее выполнения производится по следующим статьям затрат:

- материалы и покупные изделия;
- заработная плата;
- социальный налог;
- расходы на электроэнергию (без освещения);
- амортизационные отчисления;
- командировочные расходы;
- оплата услуг связи;
- арендная плата за пользование имуществом;
- прочие услуги (сторонних организаций);
- прочие (накладные расходы) расходы.

4.2.3 Расчет затрат на материалы

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода. Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены). В эту же статью включаются затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов).

Таблица 4.7 – Расчет затрат на материалы

Наименование материалов	Цена за ед., руб.	Кол-во	Сумма, руб.
Порошок титана ТПП8	4500	1 кг.	4500
Порошок титана ПТМ	7000	1 кг	7000
Порошок кремния Кр00	2100	1 кг	2100
Алмазная паста зернистости АСМ 1/0 ВОМ	248	1 кг.	248
Наждачная бумага	450	3 уп.	1350
Итого:			15198

4.2.4 Расчет затрат на оборудование

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стенов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене.

Таблица 4.8 - Список оборудования для исследования

Наименование оборудования	Количество
Установка нанесения вакуумно-дугового покрытия ННВ-6	1
Вакуумная печь СНВЭ-1.3./16	1
Смеситель	1
Полировальный станок «Saphir 520»	1
Микроскоп «Axiovert 200 mat»	1
Компьютер	1

Вышеуказанное спецоборудование для научных работ были в лаборатории. Для оборудования не было финансовых расходов.

4.2.5 Расчет заработной платы

Данная статья расходов включает заработную плату научного руководителя и инженера (в его роли выступает исполнитель проекта), а также премии, входящие в фонд заработной платы. Расчет основной заработной платы выполняется на основе трудоемкости выполнения каждого этапа и величины месячного оклада исполнителя.

Среднедневная тарифная заработная плата ($ЗП_{\text{дн-т}}$) рассчитывается по формуле:

$$ЗП_{\text{дн-т}} = МО/20,58 \quad (4.5)$$

учитывающей, что в году 247 рабочий день и, следовательно, в месяце в среднем 20,58 рабочих дня (при пятидневной рабочей неделе).

Расчет затрат на полную заработную плату приведены в таблице 4.5. Затраты времени по каждому исполнителю в рабочих днях с округлением до целого взяты из таблицы 4.2. Для учета в ее составе премий, дополнительной зарплаты и районной надбавки используется следующий ряд коэффициентов: $K_{\text{ПР}} = 1,1$; $K_{\text{доп.ЗП}} = 1,113$; (при пятидневной рабочей неделе) $K_p = 1,3$. Таким образом, для перехода от тарифной (базовой) суммы заработка исполнителя, связанной с участием в проекте, к соответствующему полному заработку (зарплатной части сметы) необходимо первую умножить на интегральный коэффициент $K_{\text{и}} = 1,1 * 1,113 * 1,3 = 1,62$.

Таблица 4.9 - Затраты на заработную плату

Исполнитель	Оклад, руб./мес.	Среднедневная ставка, руб./раб.день	Затраты времени, раб.дни	Коэффициент	Фонд з/платы, руб.
НР	33664	2178,9	47	1,62	165901,06
ИНЖ	26298	1702,14	23	1,62	111491,64
И	10 633	688,22	100	1,62	63 603,79
Итого:					340814,69

4.2.6 Расчет затрат на социальный налог

Затраты на единый социальный налог (ЕСН), включающий в себя отчисления в пенсионный фонд, на социальное и медицинское страхование, составляют 30 % от полной заработной платы по проекту, т.е. $C_{\text{соц.}} = C_{\text{зп}} * 0,3$.
Итак, в нашем случае $C_{\text{соц.}} = 340\,814,69 * 0,3 = 102\,244,32$ руб.

4.2.7 Расчет затрат на электроэнергию

Данный вид расходов включает в себя затраты на электроэнергию, потраченную в ходе выполнения проекта на работу используемого оборудования, рассчитываемые по формуле:

$$C_{\text{эл.об.}} = P_{\text{об}} \cdot t_{\text{об}} \cdot Ц_{\text{э}} \quad (4.6)$$

где $P_{\text{об}}$ – мощность, потребляемая оборудованием, кВт;

$Ц_{\text{э}}$ – тариф на 1 кВт·час;

$t_{\text{об}}$ – время работы оборудования, час.

Для ТПУ $Ц_{\text{э}} = 5,748$ руб./кВт·час (с НДС).

Время работы оборудования вычисляется на основе итоговых данных таблицы 4.2 для инженера ($T_{\text{рд}}$) из расчета, что продолжительность рабочего дня равна 8 часов.

$$t_{\text{об}} = T_{\text{рд}} * K_{\text{в}} \quad (4.7)$$

где $K_t \leq 1$ – коэффициент использования оборудования по времени, равный отношению времени его работы в процессе выполнения проекта к $T_{рд}$, определяется исполнителем самостоятельно. В ряде случаев возможно определение $t_{об}$ путем прямого учета, особенно при ограниченном использовании соответствующего оборудования.

Мощность, потребляемая оборудованием, определяется по формуле:

$$P_{об} = P_{ном.} * K_C \quad (4.8)$$

где $P_{ном.}$ – номинальная мощность оборудования, кВт;

$K_C \leq 1$ – коэффициент загрузки, зависящий от средней степени использования номинальной мощности. Для технологического оборудования малой мощности $K_C = 1$.

Пример расчета затраты на электроэнергию для технологических целей приведен в таблице 4.10.

Таблица 4.10 - Затраты на электроэнергию технологическую

Наименование оборудования	Время работы оборудования $t_{об}$, час	Потребляемая мощность $P_{об}$, кВт	Затраты $\mathcal{E}_{об}$, руб.
Гидравлический пресс МС-500	9,8	1,5	84,5
Вакуумная печь СНВЭ-1.3.1/16	11,2	18	1158,8
Полировальный станок «Saphir 520»	7	3,2	128,8
Микроскоп «Axiovert 200 mat»	7,7	0,1	4,42
Персональный компьютер	34	0,3	58,63
Итого:			1435,15

4.2.8 Расчет прочих расходов

В статье «Прочие расходы» отражены расходы на выполнение проекта, которые не учтены в предыдущих статьях, их следует принять равными 10% от суммы всех предыдущих расходов, т.е.

$$C_{\text{проч.}} = (C_{\text{мат}} + C_{\text{зп}} + C_{\text{соц}} + C_{\text{эл.об.}}) \cdot 0,1$$

Для нашего примера это

$$C_{\text{проч.}} = (16\,370 + 340\,814,39 + 102\,244,32 + 1435,15) \cdot 0,1 = 46\,086,39 \text{ руб.}$$

4.2.9 Расчет общей себестоимости разработки

Проведя расчет по всем статьям сметы затрат на разработку, можно определить общую себестоимость проекта «Структура и свойства сварного соединения аустенитной стали, полученного при совместном воздействии электрической дуги и лазерного излучения».

Таблица 4.11 – Смета затрат на разработку проекта

Статья затрат	Условное обозначение	Сумма, руб.
Материалы и покупные изделия	$C_{\text{мат}}$	15198
Основная заработная плата	$C_{\text{зп}}$	340 814,69
Отчисления в социальные фонды	$C_{\text{соц}}$	102 244,32
Расходы на электроэнергию	$C_{\text{эл.}}$	1435,15
Прочие расходы	$C_{\text{проч}}$	46 086,39
Итого:		505 778,55

Затраты на разработку составили $C = 505\,778,55$ руб.

4.2.10 Расчет прибыли

Прибыль от реализации проекта в зависимости от конкретной ситуации может определяться различными способами. Если исполнитель работы не располагает данными для применения «сложных» методов, то прибыль следует принять в размере $5 \div 20 \%$ от полной себестоимости проекта. В нашем

примере она составляет 101155,71 руб. (20 %) от расходов на разработку проекта.

Заключение по разделу

В ходе проделанной работы определены затраты на научно исследовательскую работу. Рационально спланирована занятость каждого из участников и сроки проведения отдельных работ для организации процесса реализации исследовательской работы. Опытно-статистическим методом были определены продолжительности этапов работ и их трудоемкости по исполнителям, занятым на каждом этапе.

С учетом всех рассмотренных вопросов по разделу, анализе различных факторов и расчетов денежных затрат исследовательского проекта, можно резюмировать, что данная научно исследовательская работа перспективна.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
4AM71	Барзиев Мухриддин Нажмидинович

Школа	ИШНПТ	Отделение (НОЦ)	Материаловедения
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	Машиностроение

Тема ВКР:

Особенности формирования структуры и свойств вакуумно-дуговых покрытий при использовании композитных порошковых катодных материалов на основе титана	
Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объектом исследования являются композиционные порошки системы Ti-Si. Исследованы характеристики синтезированных порошков Ti-Si и нанесенные покрытия композиционных катодов на основе Ti-Si (морфология, микроструктура и фазовый состав, внутри частичная пористость микротвердость адгезия и т.п.). Исследование проводилось на базе лаборатории физики наноструктурных функциональных материалов ИФПМ СО РАН. Область применения: порошковая металлургия.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.	<i>"Трудовой кодекс Российской Федерации" от 30.12.2001 N 197-ФЗ;</i> <i>Расстояния между рабочими зонами, параметры освещение и микроклимата соответствует нормам. Эффективный и безопасный труд возможен только в том случае, если условия на рабочем месте отвечают всем требованиям международных стандартов в области охраны труда.</i>

2. Производственная безопасность: 2.1. Анализ выявленных вредных и опасных факторов 2.2. Обоснование мероприятий по снижению воздействия	<i>1. Превышение уровня шума 2. Вредные вещества 3.Отклонение показателей микроклимата 4.Отсутствие или недостаток естественного света. Недостаточная освещенность рабочей зоны 5. Опасность поражения электрическим током</i>
3. Экологическая безопасность:	<i>Воздействие на атмосферу в связи с токсичностью порошков. взрывоопасностью и пожароопасностью некоторых материалов и газов; Влияние на гидросферу посредством слива кислот, щелочей, солей отходов вредных веществ в общую систему канализации..</i>
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	<i>Возможные ЧС на объекте: поражение электрическим током; замыкание электрической цепи, и как следствие, пожар. Превентивные меры по предупреждению ЧС: применение изоляции, недоступность токоведущих частей, применение малых напряжений, изоляция электрических частей от земли. Действия в результате возникшей ЧС и ликвидации ее последствий должны быть описаны в каждой инструкции охраны труда, при приеме на работу сотрудники должны проходить инструктаж по технике безопасности.</i>
Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
01.04.2019	

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Исаева Е.С.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Барзиев М.Н.		

5. Социальная ответственность

В данной научно-исследовательской работе проводится исследование физико-механических свойств наноструктурных покрытий на основе системы титан-кремний. В ходе оценки показателей качества разработанной методики необходимо проведение работ, связанных с наноструктурными материалами, которые могут оказать вредное воздействие на организм человека. В лабораториях используются приборы и оборудование, неосторожное обращение с которыми может стать причиной травм. В условиях производственной деятельности безопасность работника определяется соблюдением им специальных правил.

При проведении исследовательских работ для магистерской диссертации было использовано следующее оборудование: пресс гидравлический MC 500, универсальная испытательная машина Walter+Bai AG LFM-125, микроскоп AXIOVERT-200MAT, шлифовально-полировальный станок MECAPOL P 230, триботестер фирмы «Tribotechnic».

В процессе подготовки исследуемых образцов выполняется настройка оборудования, работа с ручным инструментом и работа с электронно-вычислительной машиной (ЭВМ).

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

В соответствии с законодательством Российской Федерации[1] нормальная продолжительность рабочего дня не может превышать 40 часов в неделю. Сокращенная продолжительность рабочего дня устанавливается для лиц в возрасте 16-18 лет и составляет не более 36 часов в неделю, а для учеников от 14 до 15 лет, а также работников в возрасте 15 и 16 лет – 24 часа в неделю. При наличии вредных условий труда рабочий день лимитирован 26 часами в неделю. Накануне официальных праздничных дней продолжительность рабочего дня сокращается на один час. При работе в ночное время (с 22 до 6 утра) продолжительность рабочего дня также

сокращается на час. Указом Министерства здравоохранения от 29 декабря 1993 года №256 создан перечень тяжелых работ и опасных условий труда, согласно которому запрещается привлекать женщин к работам, которые связаны с постоянным (больше 2-х раз) на протяжении одного часа перемещением грузов массой свыше 7 кг. Если женщина занята подъемом или перемещением грузов до двух раз в течение часа, то ей может поручаться такая работа при весе груза до 10 кг. Причем в обоих случаях суммарная масса груза, который перемещается на протяжении каждого часа рабочей смены, не должна превышать 350 кг - с поверхности рабочего места и 175 кг с пола. Действующее законодательство особое внимание уделяет защите жизни и здоровья несовершеннолетних, то есть лиц, не достигших возраста 18 лет. Допускается с согласия одного из родителей принятие на работу учеников общеобразовательных школ для выполнения работы, которая не наносит ущерб их здоровью, в свободное от учебы время при достижении ими 14 - летнего возраста (на время школьных каникул). Как правило, несовершеннолетние принимаются на работу после достижения 16 лет. Их запрещается привлекать к работам, предусмотренным Перечнем тяжелых работ и работ с вредными и опасными условиями труда.

Основные принципы организации работы по охране труда, структуру и функции органов управления охраной труда, обязанности и ответственность Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН) устанавливается положением об организации работы по охране труда в ИФПМ СО РАН. Организация работ по охране труда в ИФПМ СО РАН возлагается на работников отдела охраны труда и техники безопасности, пожарной безопасности, гражданской обороны и чрезвычайных ситуаций (ОТ и ТБ, ПБ, ГО и ЧС)[2].

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

Сотруднику разъясняются основные опасные факторы среды, правила оказания первой помощи, расположения средств пожаротушения, планов эвакуации и аптек первой помощи. На стенах лаборатории вывешены инструкции по технике безопасности, план эвакуации при пожаре.

Меры по технике безопасности на рабочем месте:

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

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

3. Все питающие части должны быть заземлены. Сопротивление заземления должно не превышать 4 Ом.

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

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

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

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

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

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

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

5.2 Производственная безопасность

В данном пункте анализируются вредные и опасные факторы, которые могут возникать при проведении исследований в лаборатории, при разработке проекта.

Для идентификации и описания потенциально опасных и вредных факторов, перечень которых приведен в таблице 1, использован ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация».

Таблица 1 - Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
1. Превышение уровня шума		+	Эксплуатация в авиационной и машиностроении	ГОСТ 12.1.003-2014 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности[2]
2. Вредные вещества	+	+		ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности[3]
3.Отклонение показателей микроклимата	+	+		1)СанПиН 2.2.2/2.4.1340–03. Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы»[6] 2)ГОСТ Р 52084-2003. Приборы электрические бытовые. Общие технические условия[7].
4.Отсутствие или недостаток естественного света. Недостаточная освещенность рабочей зоны	+	+		СНиП 23 – 05 –95. Нормы проектирования. Естественное и искусственное освещение[8]. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*[9].
5.Опасность поражения электрическим током		+		ГОСТ 12.1.045-84 ССБТ. Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля[10].

5.2.1 Анализ опасных и вредных производственных факторов

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

Все опасные и вредные производственные факторы приведены в соответствии с ГОСТ 12.0.003-2015.

К физическим факторам можно отнести опасность поражения электрическим током, поскольку работать приходится с оборудованием, питающимся от сети 220В 50Гц. Воздействие излучения монитора компьютера также относится к данной категории.

К химическим факторам относится наличие в воздухе металлической пыли, которая образуется при шлифовании образцов. При попадании в организм через дыхательные органы, через поры кожи пыль может вызывать профессиональные заболевания. При передвижении людей пыль может легко подниматься с пола вверх и проникать в легкие.

К психофизическим факторам можно отнести шумовое воздействие, монотонность работы, умственное перенапряжение и т.п. При обработке данных полученных на рентгеновском дифрактометре или на микроскопе, оператор выполняет монотонную работу, что может вызвать возникновение нервных расстройств или переутомляемость.

5.2.1.1 Превышение уровня шума

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

являются вакуумная ионно-плазменная установка. Шум в лаборатории не должно превышать 80 дБА. Уровень шума установлен в ГОСТ 12.1.003-83.

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

Во время действия шума, превышающего 85...90 Гц, чувствительность слуха снижается. Происходит временное понижение порога слышимости (ВПП), которое исчезает после окончания воздействия шума. Это снижение называется слуховой адаптацией и является защитной реакцией организма. Действие шума на организм человека не ограничивается воздействием на орган слуха. Патологические изменения, возникшие под влиянием шума, рассматривается как шумовая болезнь. Это снижение называется слуховой адаптацией и является защитной реакцией организма. Мероприятия по защите от шума выполняют с помощью применения средств и методов коллективной защиты, разработкой шумобезопасной техники, а также средств индивидуальной защиты. Защита от шума акустическими средствами предполагает звукоизоляцию (устройство звукоизолирующих кабин, кожухов, ограждений, установку акустических экранов); звукопоглощение (применение звукопоглощающих облицовок, штучных поглотителей); глушители шума (абсорбционные, реактивные, комбинированные) . Если невозможно уменьшить шум, действующий на работников, до допустимых уровней, то необходимо использовать средства индивидуальной защиты (СИЗ) — противοшумные вкладыши из ультратонкого волокна “Беруши” одноразового использования, а также противοшумные вкладыши многократного использования (эбонитовые, резиновые, из пенопласта) в форме конуса, грибка, лепестка. Они эффективны для снижения шума на средних и высоких частотах на 10–15 дБА. Наушники снижают уровень звукового давления на 7–38 дБ в диапазоне частот 125–8 000 Гц. Для предохранения от воздействия шума с общим уровнем 120 дБ и выше рекомендуется применять шлемофоны,

оголовья, каски, которые снижают уровень звукового давления на 30–40 дБ в диапазоне частот 125–8 000 Гц .

Основными источниками шума при выполнении исследовательской работы в помещении являются принтер, вентиляторы системы охлаждения, шлифовально-полировальный станок Saphir 520.

Уровень шума в лабораториях для теоретических работ и обработки данных, не должен превышать 50 - 60 дБ А[3].

5.2.1.2 Вредные вещества

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

Токсическое действие вредных веществ характеризуется показателями токсикометрии, в соответствии с которыми вещества классифицируют на чрезвычайно опасные (1-го класса), высокоопасные (2-го класса), умеренно опасные (3-го класса) и малоопасные (4-го класса). Эффект токсического действия различных веществ зависит от количества попавшего в организм вещества.

Для выявления структуры металлических наплавки применяется метод травления азотной кислотой. Она является едким веществом и относится к веществам 3-го класса опасности. Азотная кислота вызывает сильные ожоги при контакте с кожей, а её пары поражают слизистые оболочки, дыхательные пути, вызывают конъюнктивит. Предельно допустимая концентрация вредного вещества третьего класса опасности в воздухе рабочей зоны составляет от 1,1 до 10 мг/м³ [4].

5.2.1.3 Отклонение показателей микроклимата

Микроклимат – это сочетание температуры, влажности и скорости движения воздуха в рабочих помещениях. Микроклимат влияет на процессы теплообмена и характер работ. Длительное воздействие неблагоприятных

условий на человека ухудшает его самочувствие, снижает производительность труда и приводит к заболеваниям.

Рассмотрим воздействие факторов поподробнее:

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

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

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

4) низкая влажность вызывает пересыхание слизистых оболочек дыхательных путей.

ЭВМ является источником существенных тепловыделений, что может привести к повышению температуры и снижению относительной влажности в помещении. В санитарных нормах СН-245-71 установлены величины параметров микроклимата, создающие комфортные условия.

Допустимые микроклиматические условия установлены по критериям допустимого теплового и функционального состояния человека на период восьмичасового рабочего дня. Они не вызывают повреждений или нарушений состояния здоровья, но могут привести к возникновению общих и локальных ощущений теплового дискомфорта, ухудшению самочувствия и понижению работоспособности.

5.2.1.4 Отсутствие или недостаток естественного света. Недостаточная освещенность рабочей зоны

Создание комфортных световых условий труда улучшает условия зрительной работы, снижает утомляемость, способствует повышению производительности труда, благоприятно влияет на производственную среду, оказывая положительное психологическое воздействие на рабочих, повышая безопасность труда и снижая травматизм.

Недостаточное освещение приводит к перенапряжению зрения, ослабляет внимание, приводит к наступлению преждевременной утомленности. Чрезмерно яркое освещение вызывает ослепление, раздражение и резь в глазах. Неправильное направление света на рабочем месте может создавать резкие тени, блики, дезориентировать рабочего.

5.2.1.5 Опасность поражения электрическим током

Опасность поражения электрическим током зависит от таких факторов, как сырость, жара, едкие пары и газы, токопроводящая пыль. При наличии данных факторов возникает возможность перехода напряжения на нетокопроводящие части электрооборудования (корпуса, станины, кожухи), с которыми работающий находится в контакте. В таких условиях также понижается электрическое сопротивление тела человека, дополнительно увеличивая опасность поражения током.

Предельно допустимые величины напряжения и тока согласно ГОСТ 12.1.038-82 приведены в таблице 3.

Таблица 2 - Предельно допустимые величины напряжения и тока

Допустимое время действия, с	Длительность	До 30	1	0,5	0,2	0,1
Величина тока, мА	1	6	50	100	250	500
Величина напряжения, В	6	36	50	100	250	500

Действующими правилами устройства электроустановок (ПУЭ) все помещения подразделены на следующие три класса:

I. Помещения без повышенной опасности: сухие, с нормальной температурой воздуха, с токонепроводящими полами.

II. Помещения с повышенной опасностью: сырые с относительной влажностью воздуха (длительной) более 75%; жаркие с температурой воздуха, длительно превышающей +30°C; с полами из токопроводящих материалов; с

большим количеством выделяющейся токопроводящей технологической пыли, оседающей на проводах и проникающей внутрь электроустановок; с размещением электроустановок с металлическими корпусами, имеющих соединение с землей, металлоконструкций зданий и технологического оборудования, допускающих одновременное соприкосновение с ними.

III. Помещения особо опасные: особо сырые с относительной влажностью воздуха, близкой к 100%, химически активной средой, одновременным наличием двух и более условий, свойственных помещениям с повышенной опасностью.

Поражение электрическим током возникает при соприкосновении с электрической цепью, в которой присутствуют источники напряжения и/или источники тока, способные вызвать протекание тока по попавшей под напряжение части тела. Обычно чувствительным для человека является пропускание тока силой более 1 мА[11].

Одной из особенностей поражения электрическим током является отсутствие внешних признаков грозящей опасности, которые человек мог бы заблаговременно обнаружить с помощью органов чувств.

Ток приводит к серьезным повреждениям центральной нервной системы таких жизненно важных органов как сердце и легкие. Поэтому второй особенностью воздействия тока на человека является тяжесть поражения.

Третья особенность поражения человека электрическим током заключается в том, что токи промышленной частоты силой в 10-15мА способны вызвать резко интенсивные судороги мышц.

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

5.2.2 Обоснование мероприятий по снижению уровней воздействия опасных и вредных факторов на исследователя

В данном подразделе разрабатываются решения, обеспечивающие снижение влияния выявленных опасных и вредных факторов на работающих. Также предлагаются мероприятия, обеспечивающие безопасность технологического процесса и эксплуатации оборудования.

Также необходимым является рассмотрение требования безопасности, предъявляемые ко всем видам работ, установкам и устройствам, формирующим опасные факторы, в том числе и электротехническим установкам в соответствии с нормативно-технической документацией.

Предусматриваются мероприятия и средства защиты работающих от поражения электрическим током установок, разрабатываемых и используемых при выполнении исследовательской работы.

5.2.2.1 Превышение уровня шума

В целях уменьшения или устранения шума в лаборатории применяются следующие меры: машины, производящие сильный шум, находятся в отдельной комнате, изолированной от помещений, в которых находится рабочий персонал; при длительном использовании данного оборудования, рабочим выдаются средства индивидуальной защиты, в виде противошумных наушников.

5.2.2.2 Вредные вещества

Для работы с опасными веществами применяют такие средства индивидуальной защиты, как латексные перчатки, защитные маски. Все работы проводятся в вытяжном шкафу.

Первая помощь - при попадании азотной кислоты в глаза их промывают проточной водой в течение 10 – 30 мин.; при попадании на кожу пораженную поверхность обмывают водой, прибавляя к ней питьевую соду, мыло. При проглатывании азотной кислоты показано промывание желудка обильным количеством воды, инъекции морфина, атропина.

5.2.2.3 Отклонение показателей микроклимата

Воздух, поступающий в рабочие помещения операторов ЭВМ, должен быть очищен от загрязнений, в том числе от пыли и микроорганизмов.

Вычислительная техника является источником существенных тепловыделений, что может привести к повышению температуры и снижению относительной влажности в помещении. В помещениях, где установлены компьютеры, должны соблюдаться определенные параметры микроклимата(табл. 2)[6].

Кондиционирование воздуха должно обеспечивать поддержание параметров микроклимата в необходимых пределах в течение всех сезонов года, очистку воздуха от пыли и вредных веществ, создание необходимого избыточного давления в чистых помещениях для исключения поступления неочищенного воздуха. Температура подаваемого воздуха должна быть не ниже 19 °С[7].

В помещении имеется только естественная вентиляция (форточки окон, двери). Отопление зимой осуществляется через систему общего отопления (городская). В крайнем случае, устанавливаются электрические обогреватели в зимнее время и вентилятор в летнее[8].

Таблица 3 - Нормы подачи свежего воздуха в помещения с ЭВМ

Характеристика помещения	Объемный расход воздуха в помещении, м ³ /на одного человека в час
Объем до 20м ³ на человека	Не менее 30
20-40м ³ на человека	Не менее 20
Более 40м ³ на человека	Естественная вентиляция

5.2.2.4 Отсутствие или недостаток естественного света.

Недостаточная освещенность рабочей зоны

В соответствии со СНиП II-4-79 в вычислительных центрах применяется система комбинированного освещения. Для работ категории высокой зрительной точности (наименьший размер объекта различения 0,3 - 0,5 мм) величина коэффициента естественного освещения (КЕО) должна быть не ниже 1,5 %, а при зрительной работе средней точности (наименьший размер объекта различения 0,5 - 1,0 мм) КЕО должен быть не ниже 1,0 % [9].

Искусственное освещение подразделяется на рабочее, аварийное, охранное и дежурное. Часть светильников рабочего или аварийного освещения может использоваться для дежурного освещения. Для общего освещения производственных помещений следует использовать светодиоды и энергоэффективные разрядные источники света. Применение ламп накаливания общего назначения для освещения ограничивается в соответствии с Федеральным законом от 23 ноября 2009 г. № 261-ФЗ «Об энергосбережении и о повышении энергетической эффективности и о внесении изменений в отдельные законодательные акты Российской Федерации»[10].

В помещениях, где установлены ЭВМ действуют следующие требования:

- при выполнении зрительных работ высокой точности общая освещенность должна составлять 300 лк, а комбинированная – 750 лк;
- при выполнении работ средней точности - 200 и 300 лк соответственно.

При этом крайне важно, чтобы все поле зрения было освещено равномерно. Это значит, что степень освещения помещения и яркость экрана ЭВМ должны быть примерно одинаковыми, так как яркий свет в районе периферийного зрения значительно увеличивает напряженность глаз и, как следствие, приводит к их быстрой утомляемости.

Для работы с ЭВМ рекомендуются помещения с односторонним боковым естественным освещением с северной, северо-восточной или северо-западной ориентацией светопроемов. Площадь световых проемов должна составлять 25 % от площади пола. Удовлетворительное естественное освещение проще создать в небольших помещениях на 5-6 рабочих мест, а больших помещений с числом сотрудников более 20, лучше избегать. В случае, если экран ЭВМ обращен к окну, должны быть предусмотрены специальные экранизирующие устройства.

5.2.2.5 Опасность поражения электрическим током

По условиям электробезопасности установки, используемые при выполнении работы, относятся к категории установок, работающих с напряжением до 1000В. Устройства относятся к 1 классу, так как имеют рабочую изоляцию и место заземления.

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

1. применение изоляции;
2. недоступность токоведущих частей;
3. применение малых напряжений;
4. изоляция электрических частей от земли.

Рабочее помещение по опасности относится к 1 группе, т.е. пожарная нагрузка относительно мала.

Категория персонала – I (неэлектротехнический персонал), то есть это люди, прошедшие только первичный инструктаж.

Рабочее место удовлетворяет всем требованиям безопасности жизнедеятельности: нет доступа к токоведущим частям, все источники питания пронумерованы, корпуса компьютеров заземлены.

5.3 Экологическая безопасность

Под экологической безопасностью следует понимать состояние защищенности окружающей среды и здоровья человека от возможного

негативного влияния производственной деятельности. Для охраны окружающей среды необходимо проводить комплекс мероприятий, предназначенный для ограничения отрицательного влияния человеческой деятельности на следующие природные зоны: гидросфера; атмосфера; литосфера.

Любое предприятие, осуществляющее деятельность, неизбежно наносит тот или иной вред окружающей среде. В настоящем проекте основными факторами воздействия на среду являются:

- токсичность или другое физиологическое действие порошков ряда металлов и неметаллов, газов применяемых в производстве;
- взрывоопасность и пожароопасность некоторых материалов и газов;
- слив кислот, щелочей, солей отходов вредных веществ в общую систему канализации;
- пыль на рабочем месте.

Наибольшее внимание в природоохране уделяется охране атмосферы, в которые включено:

- 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.

Полностью исключить факторы загрязнения невозможно, однако есть методы, позволяющие их существенно снизить. Оснащение производственных площадок современными пылеуловителями, использование современных фильтрационных установок, новых видов фильтров и мембран. 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 также 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.).

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

При выполнении работ возможны следующие чрезвычайные ситуации: поражение электрическим током, короткое замыкание и пожар.

Согласно нормам пожарной безопасности, в зависимости от характеристики используемых в производстве веществ и их количества, по пожарной и взрывной опасности помещения подразделяются на категории А, Б, В, Г, Д [12].

Для большинства помещений вычислительного центра установлена категория пожарной опасности В. Характерной особенностью помещений является их малый размер. Горючими компонентами в комнатах являются двери, перегородки, отделка, перфокарты и перфоленты, эстетическая отделка помещений, изоляция кабелей. Источниками воспламенения могут быть электросхемы ЭВМ, устройства электропитания, в которых в результате неполадки образуются перегретые элементы, возникают электрические искры и дуги, способные вызывать загорание горючих материалов. Для отвода тепла от ЭВМ используются системы охлаждения, кондиционирования воздуха. Учитывая высокую стоимость электронного оборудования ВЦ, а также категорию его пожарной опасности, здания для ВЦ и части здания другого

назначения, в которых предусмотрено размещение ЭВМ, должны быть первой и второй степени огнестойкости. Для изготовления строительных конструкций используются, как правило, кирпич, железобетон, стекло, металл и другие негорючие материалы. Применение дерева должно быть ограничено, а в случае использования необходимо пропитывать его огнезащитными составами.

Пожарная безопасность обеспечивается системой предотвращения пожара и системой пожарной защиты. Во всех служебных помещениях обязательно должен быть «План эвакуации людей при пожаре», регламентирующий действия персонала в случае возникновения очага возгорания и указывающий места расположения пожарной техники. Предусмотрены 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.

Для предотвращения ЧС необходимо осуществлять меры по технике безопасности на рабочем месте, указанные ниже.

При возникновении пожара крайне важно соблюдать правила поведения при данном ЧС, так как данное явление может развиваться непредсказуемо и стремительно. Действия при пожаре прописаны в инструкции, которую обязан знать каждый сотрудник.

Действия персонала при пожаре на предприятии:

- услышав крики: "Пожар", ни в коем случае не поддаваться панике, сохранять спокойствие;
- осмотреться вокруг. Заметив телефон или кнопку пожарной безопасности, действовать незамедлительно - сообщить службам о возгорании;
- попробовать самостоятельно потушить возгорание, используя огнетушитель, землю;

- если ликвидировать пожар не получается, покинуть помещение через эвакуационный выход;
- не поддаваться панике, стараться успокоить других;
- двигаться к выходу, дышать через рукав одежды или носовой платок;
- если в помещении сильная задымленность, перемещаться, опираясь на стены или поручни;
- оказавшись на свежем воздухе, немедленно вызвать "Скорую помощь".

Основными мероприятиями, обеспечивающими успешную эвакуацию людей и имущества из горящего здания, являются:

- составление планов эвакуации;
- назначение лица, ответственного за эвакуацию, которое должно следить за исправностью дверных проемов, окон, проходов и лестниц;
- ознакомление работающих в лаборатории сотрудников с планом эвакуации (рисунок 1), который должен висеть на видном месте.



Рисунок 1 – План эвакуации

Выводы по разделу

При рассмотрении безопасности и гигиены труда при исследовании особенностей формирования структуры и свойств вакуумно-дуговых покрытий при использовании композитных порошковых катодных материалов на основе титана, были выявлены вредные факторы рабочей зоны такие как шум и вибрация, освещенность, микроклимат, содержания токсических и раздражающих веществ в воздухе рабочей зоны, а также опасные – поражение электрическим током, пожаро- и взрывоопасность. Проведен их анализ по воздействию фактора на организм человека, по допустимым нормам и предлагаемым средствам защиты. Рассмотрена типичная чрезвычайная ситуация, поведение в ней и представлены превентивные меры по ее предупреждению. Проведено знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по данной теме.

Заключение

1. Объемные изменения в порошковых смесях титана и кремния зависят от концентрации кремния. При содержании кремния не превышающем его предельную растворимость в β -Ti(Si) при температуре спекания наблюдается объемная усадка, большая по величине, чем усадка при спекании порошкового титана в тех же условиях.

2. Основная причина тенденции к объемному росту - образование пор на месте бывших частиц кремния, перешедшего в состав силицида по реакции $\text{Ti} + \text{Si} \rightarrow \text{Ti}_5\text{Si}_3$. Чем больше содержание кремния в порошковой смеси, тем больше пор образуется на месте частиц кремния, тем больше объемный рост.

3. Исследование зависимостей свойств нитридных покрытий от содержания кремния в распыляемых катодах титан – кремний показало, что наибольшую твердость и хорошую адгезию к подложке имеют покрытия, полученные при распылении катодов Ti+ 10 ат % Si. По-видимому, при указанном содержании в катодах легирующих элементов обеспечивается их оптимальное содержание в осаждаемом покрытии.

4. Спеченные катоды на основе титана, содержащие до 15 ат% кремния можно использовать для вакуумно-дугового нанесения нитридных покрытий с нанокристаллической структурой. Для уменьшения содержания капельной фазы в плазменном потоке ток дуги не должен превышать 50-100 ампер. При больших токах дуги рекомендуется использовать плазменные фильтры.

5. Вакуумно-дуговые покрытия, осажденные при распылении в азоте спеченных катодов Ti-Si, имеют размер кристаллитов примерно на порядок меньший, чем в покрытиях, полученных распылением чистого титана. Измельчение структуры, приводит к увеличению твердости покрытий. Одновременно происходит увеличение прочности сцепления покрытий с подложкой. Испытания инструмента с покрытиями показали увеличение стойкости в два раза.

Список использованных источников

1. Бальшин М.Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна. – М.: Металлургия, 1972 – 336 с
2. Пинес Б.Я. О спекании (в твердой фазе). Порошковая металлургия, 2006 №5/6 102-108.
3. Гегузин Я.Е. Физика спекания.-М:Наука,1967.-360 с
4. Федорченко И.М, Андриевский Р.А.. Основы порошковой металлургии. Изд-во АН УССР, Киев,1963, с.420.
5. Скороход В.В., Солонин С.М.. Физико – металлургические основы спекания порошков. - М:Металлургия,1984. – 159с.
6. Андриевский Р.А.. Введение в порошковую металлургию.// Изд-во Илим.Фрунзе 1988.
7. Волосова М.А.. Повышение стойкости быстрорежущего инструмента за счет вакуумно-плазменной поверхностной обработки. Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук. - М.: Изд. центр МГТУ «Станкин», 2003.
8. Царьков С.М. Износостойкие покрытия на твердых сплавах // Материаловедение. – 1997. - №8-9. - С.53-54.
9. Ljungcrantz H., Engstrom C., Hultman L. e.a. Nanoindentation hardness, abrasive wear, and microstructure of TiN/NbN polycrystalline nanostructured multilayer films grown by reactive magnetron sputtering // J.Vac. Sci. Techn. -1998. – V.5. – P.3104-3113.
10. Junhua X., Geyang L., Minguan G. The microstructure and mechanical properties of TaN/TiN and TaWN/TiN superlattice films // Thin Solid Films. – 2000. V.-370. – P.45-49.
11. Thomas G.J., Siegel R.W., Eastman J.F. Grain boundaries in nanophase palladium: High resolution electron microscopy and image simulation // Scripta met.mater. – 1990. – V.24. – P.201-206.

12. Shtansky D.V., Tsuda O., Ikuhara Y. e.a. Crystallography and Structural Evolution of Cubic Boron Nitride Films During Bias Sputter Deposition // *Acta mater.* – 2000. – V.48. – P.3745-3759.
13. Штанский Д.В., Левашов Е.А., Шевейко А.Н. и др. Состав, структура и свойства Ti-Al-B-N покрытий, полученных вакуумным реактивным распылением СВС-мишеней// *Цветные металлы.* – 2000. Т.4. - С.116-120.
14. Морохов И.Д., Трусов Л.Д., Лаповок В.И. Физические явления в ультродисперсных средах. – М.: Наука, 1984. 224 с.
15. Gleiter H. Materials with microstructures: Retrospectives and perspectives // *Nanostruct Mater.* – 1992. V.1. - №1. –P.1-19.
16. Siegel R.W. What do we really know about atomic-scale structures of nanophase materials? // *Journal of Physics and Chemistry of Solid.* – 1994. – V.55. - №10. – P.1097.
17. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М.: Логос, 2000. 272 с.
18. Iijima S. Helical Microtubules of Graphitic Carbon // *Nature.* – 1991. – V.354.
19. Гусев А.И. Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства. – Екатеринбург: УрОРАН, 1998. 199 с.
20. Сидорова Е.Н., Дзидзигури Э.Л., Левина В.В. и др. Сплавообразование в ультрадисперсных порошках системы железо-никель// *Материаловедение.* – 2001. -№9. С.47-52.
21. Андриевский Р.А. Наноматериалы: концепция и современные проблемы // *Рос.Хим. Ж.* – 2002. – Т. XLVI. -№5. – С.50-56.
22. Veprec S.J. The search for novel, superhard materials // *J.Vac. Sci. Techn.* – 1999. – V.5. – P.2401-2418.

23. Veprec S., Argon A.S. Towards the understanding of the mechanical properties of super- and ultrahard nanocomposites// J.Vac. Sci. Techn. B. – 2002. – V.20. – №2. – P.650-664.
24. Veprec S., Nesladek P., Niederhofer A. e.a. Recent progress in the superhard nanocrystalline composites: towards their industrialization and understanding of the origin of the superhardness // Surf.Coat.Techn. – 1998. – V.108-109. – P.138-143.
25. Andrievsky R.A., Kalinnikov G.V. Physical-mechanical and physical properties of thin nanostructured boride/nitride films // Surf.Coat. Techn. – 2001. – V.142-144. – P. 573-578.
26. Musil J., Kunz F., Zeman H. e.a. Relationships between hardness, Young's modulus and elastic recovery in hard nanocomposite coatings // Surf. Coat. Techn. – 2002. – V.154.- P.304-313.
27. Rebholz C., Leyland A., Matthews A. Deposition and characterization of TiAlBN coatings produced by direct electron-beam evaporation of Ti and Ti-Al-B-N material from a twin crucible source // Thin Solid Films. – 1999. – V.343-344. – p.242-245.
28. Bunshah R.F., Nimmagadda R., Dunford W. e.a. Structure and properties of refractory compounds deposited by electron beam evaporation// Thin Solid Films. – 1978.- V.54. – p.85-106.
29. Andrievski R.A. Review. Films of interstitial phases: synthesis and properties// Journal of materials science. – 1997. – V.32. – p.4463-4484.
30. Suda Y., Nakazono T., Ebihara K. e.a. Effects of r.f. bias on cubic BN films synthesis by pulsed Nd: YAG laser deposition // Thin Solid Films. – 1996. – V.281-282. P.324-326.
31. Riviere J.R. Formation of hard coatings for tribological and corrosion protection by dynamic ion mixing// Surf.Coat.Techn. – 1998. –V.108-109. P.276-283.
32. Matsumoro A., Muramatsu M., Takahashi Y. e.a. Synthesis of Ti-N thin

films prepared by dynamic ion mixing technique and their mechanical properties// Thin Solid Films. – 1999. – V.349. – p.199-204.

33. Richthofen A.V., Cremer R., Domnick R e.a. Preparation of polycrystalline Ti-Al-O films by magnetron sputtering ion plating: constitution, structure and morphology// Journal of Analytical Chemistry. – 1997. – V.358. – p.308-311

34. Беянин А.Ф., Одинцов М.А., Сушенцов Н.И. и др. Получение пленок AlN реактивным ВЧ магнетронным распылением // Материалы V международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России». - Международная академия информатизации, 1999. – С.181-183

35. Андреев А.А, Саблев Л.П., Шулаев В.М., Григорьев С.Н.. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. Под ред. Неклюдова И.М., Шулаева В. М. Харьков, 2005. 240с

36. Аксенов И.И. Вакуумная дуга в эрозивных источниках плазмы. Под ред. И.М.Неклюдова, В. М. Шулаева. Харьков, 2005. 216с

37. Mahan J.E. Physical vapor deposition of thin films: John Wiley & Sons, 2000

38. Решетняк Е.Н., Стрельницкий В.Е.. Синтез упрочняющих наноструктурных покрытий. Вопросы атомной науки и техники, №2, 2008, с.119-130

39. Martin P.J., Bendavid A.. Properties of Ti_{1-x}Si_xNy films deposited by concurrent cathodic arc evaporation and magnetron sputtering //Surf. and Coat. Technol. 2003, v. 163-164, p. 245–250

40. Shtansy D.V., Tsuda O., Ikuhara Y. e.a. Crystallography and Structural Evolution of Cubic Boron Nitride Films During Bias Sputter Deposition// Acta mater. – 2000. V.48.- P.3745-3759

41. Schintlmeister W., Packer O., Raine T. Wear characteristics of hard material coatings produced by chemical vapour deposition with particular reference

to machining// Wear. – 1978. – V.48. – P.251-266

42. Csorbai H., Kovats A., Katai S. e.a. In situ diagnosis of chemical species for the growth of carbon nanotubes in microwave plasma-enhanced chemical vapor deposition // Diamond and Related Materials. – 2002. – V.11. – p.519-522.

43. Wang W.L., Liao K.J., Wang S.X. e.a. Microstructure and semiconducting properties of c-BN films using r.f. plasma CVD thermally assisted by a tungsten filament// Thin Solid Films. – 2000. – V.368. P.283-286

44. Kuhr M., Reinke S., Kulich W. Nucleation of cubic boron nitride (c-BN) with ion-induced plasma-enhanced CVD// Diamond and Related Materials. – 1995. – V.4. – P.375-380.

45. Lee E.-A., Kim K.H. Deposition and mechanical properties of Ti-Si-N coated layer on WC-Co by RF inductively coupled plasma-enhanced chemical vapor deposition// Thin solid films. – 2002. – V.420. –P.371-376.

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

47. Mitterer C., Holler F., Reitberger D. e.a. Industrial applications of PACVD hard coatings //Surf.Coat.Techn. – 2003. V. 163-164. –P.716-722.

48. Veprek S., Jilek M. Super- and ultrahard nanocomposite coatings: generative concept for their preparation, properties and industrial applications // Vacuum. – 2002. – V.67. – P.443-449.

49. Musil J., Veprek J.. Magnetron sputtering of hard nanocomposite coatings and their properties// Surf. Coat. Techn. 2001, v.142-144, p.557-566.

50. Musil J. Hard and superhard nanocomposite coatings// Surf. Coat. Techn. 2000, v.268, p.322-330.

51. Veprek S., Reiprich S. A concept for design of novel superhard coatings// Thin Solid Films. 1995, v.268, p.64-71.

52. Mayrhofer P.H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationship in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings // Surf. Coat. Techn. 2003, v.174-175, p.725-731.
53. Mayrhofer P.H., Willmann H., Mitterer C. Recrystallisation and grain growth of nanocomposite Ti-B-N coatings// Thin Solid Films. 2003, v.440, p.174-179.
54. He J.L., Sethuhara Y., Shimuzu I., Miyake S.. Structure refinement and hardness enhancement of titanium nitride films by additional of copper// Surf. Coat. Techn. 2001, v.137, p.38-42.
55. Myung H.S., Lee H.M., Shaginyan L.R., Han J.G.. Microstructure and mechanical properties of Cu doped TiN superhard nanocomposite coatings// Surf. Coat Techn. 2003, v.163-164, p.591-596.
56. Musil J., Zeman P., Hruby H., Mayrhofer P.H.. ZrN/Cu nanocomposite film – a novel superhard material // Surf. Coat. Techn. 1999, v.120-121, p.179-183
57. Musil J., Vicek J., Zeman P.. Morfology and microstructure of hard and superhard Zr-Cu-N nanocomposite coatings// Japan Journal of Applied Physics. 2002, v.41, part 1, N 11A, p.6569-6533.
58. Musil J., Hruby H., Zeman P. et.al. Hard and superhard nanocomposite Al-Cu-N Films prepared by magnetron sputtering// Surf. Coat. Techn. 2001, v.142-144, p.603-609.
59. Polonsky I.A., Chang T.P., Keer L.M. e.a. An analysis of the effect of hard coatings on near-surface rolling contact fatigue initiation induced by surface roughness // Wear. – 1997 – V.208. – P.204-219
60. Polonsky I.A., Chang T.P., Keer L.M. e.a. A study of rolling-contact fatigue of bearing steel coated with physical vapor deposition TiN films: Coating response to cyclic contact stress and physical mechanisms underlying coating effect on the fatigue life // Wear. – 1998. V.215. – P.191-204
61. Chen Y.-H., Lee K.W., Chiou W.-A. e.a. Synthesis and structure of smooth, superhard TiN/SiN_x multilayer coatings with an equiaxed microstructure //Surf. Coat. Techn. – 2001. – V.146-147. –P.209-214.

62. Oc-Nam Park, J. H. Park, S.-Y. Yoon, Mi-Hye Lee, K. Ho Kim, Tribological behavior of Ti-Si-N coating layers prepared by a hybrid system of arc ion plating and sputtering techniques. // Surf.Coat.Techn 179, 83-88 (2004).
63. Ye Xu, Liuhe Li., Xun Cai, Paul K. Chu. Hard nanocomposite Ti-Si-N films prepared by DC reactive magnetron sputtering using Ti-Si mosaic target. Sur.Coat. Techn, 201, 6824-6827 (2007).
64. Diserens M., Patscheider J., Levy F. Improving the properties of titanium nitride by incorporation of silicon // Surf. Coat. Techn. – 1998. –V.108-109. - P.241-246.
65. Hu X., Han Z., Li G. e.a. Microstructure and properties of Ti-Si-N nanocomposite films // J. Vac. Sci. Nechnol. A. – 2002. – V.20. -№6. –P. 1921-1926.
66. Watanable H., Sato Y., Nie C. e.a. The mechanical properties and microstructure of Ti-Si-N nanocomposite films by ion plating // Surf. Coat.Techn. – 2003. V. -169-170. – P.452-455
67. Veprek S., Argon A.S. Towards the understanding of the mechanical properties of super- and ultrahard nanocomposites // J.Vac.Sci. Technol. B. – 2002. V.20. -№2. – P. 650-664.
68. Martin P.J., Bendavid A. Properties of $Ti_{1-x}Si_xN_y$ films deposited by concurrent cathodic arc evaporation and magnetron sputtering // Surf.Coat.Techn. – 2003. –V. 163-164. – P.245-250
69. Veprek S., Haussmann M., Reiprich S. e.a. Novel thermodynamically stable and oxidation resistant superhard coating materials // Surf. Coat. Techn. – 1996. –V. 86-87. – P.394-401.
70. Veprek S., Reiprich S., Shizhi L., Superhard Nanocrystalline Composit Materials: The c-TiN/a-Si₃N₄ System // Appl. Phys. Lett. – 1995. – V.66. - №20
71. Sun X., Reid J.S., Kolawa E. e.a. Reactivelli sputtered Ti-Si-N films I. Physical properties // J.Appl. Phys. – 1997. V.81. – №2. – P.656-663.
72. Tsuji Y., Gasser S.M., Kolawa E. e.a. Texture of copper films on Ta₃₅Si₁₈N₄₇ and Ti₃₃Si₂₃N₄₄ underlayers // Thin Solid Films. – 1999. – V.350. – P. 1-4.

73. Хороших В.М.. Капельная фаза эрозии катода стационарной вакуумной дуги. Физическая инженерия поверхности , 2004, т. 2, № 4, с 200-213

Приложение «А»

Раздел на иностранном языке

Глава 2. Материалы, методы и оборудование.

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
4AM71	Барзиев М.Н.		

Консультант отделения/школы _____ ИШНПТ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Коростелева Е.Н.	к.т.н.		

Консультант – лингвист отделения материаловедения ШБИП:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Рыбушкина С.В.	-		

Chapter 2. Materials, methods and equipment

2.1. Used materials

In the course of research, the following powders were used as starting materials :

- Titanium grade TPP-8 (coarse-grained, fractions $<160\text{ }\mu\text{m}$ and $<125\text{ }\mu\text{m}$) was obtained by crushing, the impurity content is not more than 0.5% .

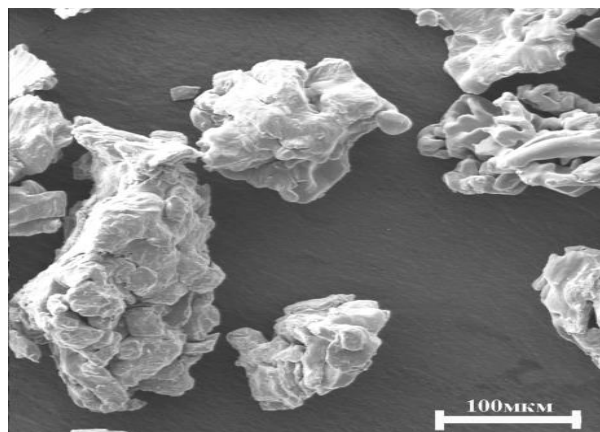


Figure 2 .1 Titanium powder CCI-8

(particle form spongy and fragmentation)

Titanium grade PTM (fine grained, main fraction $<40\text{ }\mu\text{m}$) calcimetric, made in Tula of «Field», an impurity content of not more 1.0 %.

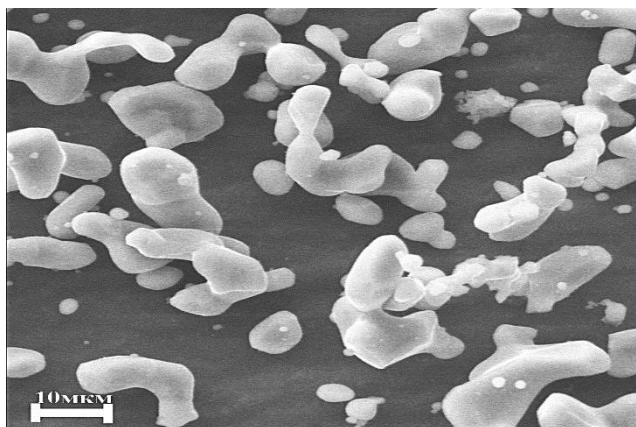


Figure 2.2 PTM titanium powder

(particle shape weakly branched dendrites with a smooth surface).

- The silicon powder Kr00 (fraction size $<40\ \mu\text{m}$) with an impurity content of 1% is obtained by the reduction melting of quartzite in electric arc furnaces. LLC «NPK Special Metallurgy».

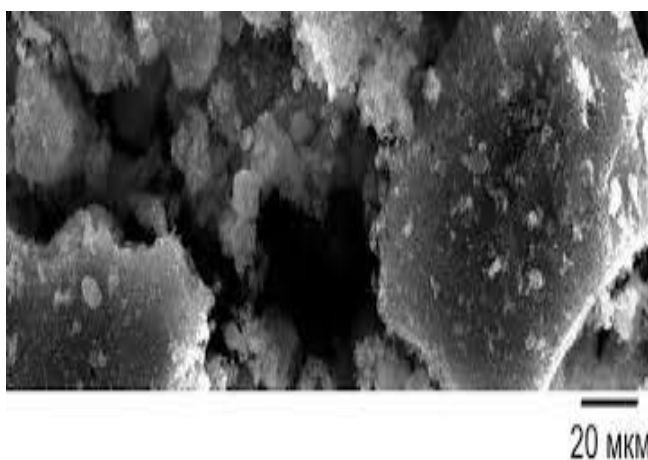


Figure 2 .3 Silicon Kr00 Powder.

The powder of titanium silicide was obtained by crushing loose specks - products of SHS.

Mixtures were prepared from the starting materials, the weight content of kernium is up to 25 %. Figure 2.1, 2.2, and 2.3 depicts the structure of these powders during 2-4 hours and was carried out.

AT the next stage of the resulting mixtures formed images. Samples for experimental studies were prepared by cold pressing powder mixtures and subsequent vacuum sintering.



Fig.2.4 Electric furnace SNVE-1.3.1 / 16

Formed samples were sintered in electric furnace SNVE-1.3.1 / 16 (Figure 2.4) in no lower than Pa. The sintering temperature was 1250 ° C , the optimal exposure time was 60 minutes.

Using linear measurements, the volume of the compacts was calculated. Their mass was determined using analytical balances with an accuracy of 0.001 g, and their density was calculated by the formula:

$$\rho_{op.} = \frac{m}{V} \quad (2.1)$$

Where V is the volume of the sample.

Porosity was determined by the formula;

$$\Pi = \left(1 - \frac{\rho_{\text{exp}}}{\rho_{\text{theor}}} \right) \times 100\% \quad (2.2)$$

ρ_{exp} – sample density,

ρ_{theor} – theoretical density of the material from powder Smemi this composition.

The relative change in the volume of samples as a result of sintering was defined as:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{V_0 - V_k}{V_0} \times 100\% \quad (2.3)$$

V_0 – volume of pressing before sintering;

V_k – its volume after sintering;

The sign $\Delta V / V_0$ depends on the growth or shrinkage test sample after sintering.

2.2. Manufacturing of composite cathodes

Since the sintered cathode blanks are fragile and have significant residual porosity, a composite cathode design was developed. In this design, the sintered powder compact was connected to the rear part of metallurgical titanium (shank) using the contact-reactive soldering method (Fig.2.2.). This method is based on the effect of contact melting of the base metal (titanium or an alloy based on titanium) with a layer of metal forming a low-melting eutectic with the base metal .

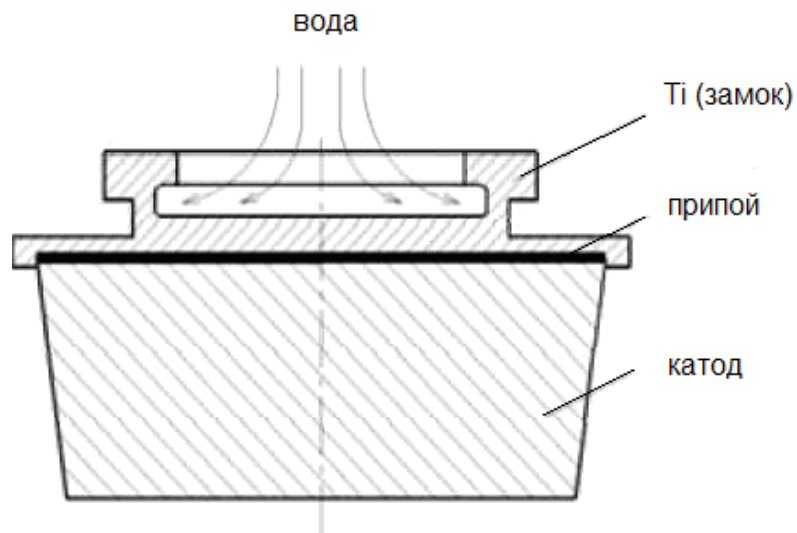


Fig . 2. 4. The design of the composite cathode.

In our case, a foil made of titanium or titanium alloy 79 NM with a thickness of 200 μm was used as a contact layer. When choosing the optimal soldering mode (temperature and holding time), a continuous defect-free solder joint (Fig. 2.3.)/ Was formed on the border of the titanium shank with sintered Ti-Cu and Ti-Si blanks, which did not interfere with the effective heat sink from the cathode working surface to the water cooled back.



Fig.2.5 . Microstructure of soldered joints of sintered powder materials Ti +6 at .% Si with titanium VT1-0.

2.3. Coating Equipment and Methods

For deposition of ion - plasma coatings, the vacuum-arc method and the corresponding equipment were used (Bulat and NNV-6).

2.3.1 Equipment of the Institute of High-Current Electronics SB RAS

The deposition process is performed on a modified vacuum unit of the type VNN-6 with a gas ion source developed in the ISE SB RAS on the basis of a non-independent arc with a combined cathode .



Fig.2.6 External view of the installation VNN-6

The quality of the substrate was stainless steel material 12X18H10T and VK-8 hard alloy. Pre-grinding and polishing with diamond paste and cleaning in an ultrasonic bath were carried out with substrates. Before spraying the coating, the final cleaning and surface activation of the samples was carried out with argon gas-discharge plasma for 60 minutes at a discharge current themixing voltage on substrates and

gas pressure Thor. Samples during the cleaning were heated to a temperature of 300 ° C. After activation in the working chamber was filled with nitrogen. Nitrogen pressure is limited to $2.8 \cdot 10^{-3}$ torr . Then the arc ignition system is activated . The initiated cathode spot, stabilized by the magnetic field of the solenoid, randomly moved along the cathode surface. In pairs of cathode material (metallic plasma), an arc discharge was ignited, and a negative bias voltage was applied to the substrate .

2.4 Instruments and methods for the study of sintered materials and coatings.

Samples for experimental studies were prepared by cold pressing powder mixtures and subsequent vacuum sintering.

Mixing was performed in a mixer such as "ball mill", and during 4 hours and pressing - in closed molds to the MS-500 press.

Grinders for metallographic studies were prepared by mechanical grinding and polishing on diamond pastes. Sections were lightly etched with Keller's reagent (2.5 ml HNO_3 +1,5 ml HCl +95 ml H_2O) in order to avoid etching of the material having residual porosity, and prolonged washing in running water.

Structural studies were performed using a MIM-9 metallographic microscope and a DRON-1 X-ray flaw meter.



Fig.2.8. Microscope MIM-9

The Brinell hardness of sintered materials was determined in accordance with GOST 9012-59 using a spherical indenter with a diameter of 5 mm . The hardness number was determined from the expression:

$$HB = P / \left[\frac{2 / \pi}{1 - \sqrt{1 - (d / D)^2}} \right] \quad (2.4)$$

Microhardness (H_{μ}) was measured using a PMT-3 microhardness tester according to GOST 9450-76, with a load of 0.981 N (0.1 kgf). A diamond pyramid was used with a square base and a vertex angle between 136 ° opposite faces . Loading time indenter - 5s, holding time under load 15c.



Pic.2.9 Microhardness tester PMT-3

To study the deposited coatings, the following instruments and methods were additionally used.

The thickness of the coatings was determined by the method of spherical thin section using a Caloset instrument. Cat - S - AX-0000 (CSM).

The microhardness of the coatings was measured by a nanohardness meter. NHT - S - AX -000 X (CSM).

The wear resistance and friction coefficients of the coatings were determined on a TNT-S-AX0000 high-temperature tribometer (CSM). Tribological tests were carried out according to the scheme "fixed spherical indenter - rotating disk". Test parameters: linear speed - 6 cm / s, force loading -5 N, the number of cycles - 40000 about, ball SiC.

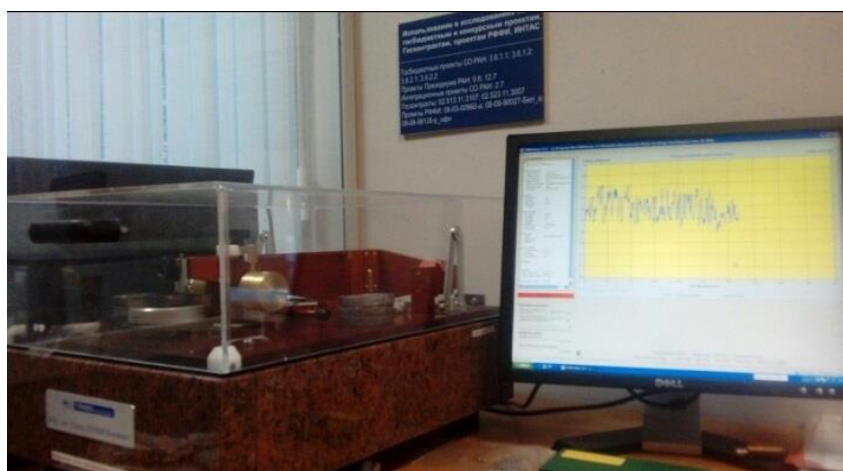


Figure 2.10 - «Tribotechnic» company Tribotester

The morphology of the surface of the coatings and the character of the distribution of particles of the droplet phase on the surface of the coating were studied using a JEOL JSM-840 scanning electron microscope.

To study the surface roughness of the coating used optical profilometer MICROMEASURE 3 D stations (STIL) .

To study the adhesion properties of the coatings, we used the Scratch-test method with a dynamic load on the indenter implemented on the Micro-Scratch Tester MST-S-AX-0000 (CSM) instrument. Parameters scratch -test: indenter - Rockwell diamond tip with a radius of curvature $d = 20$ microns; scratch length - 7.5 mm, speed loading - 9.99 N / min .