

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

Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки – 14.03.02 Ядерные физика и технологии
 Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Осаждение хромовых покрытий с помощью дуального магнетронного диода с горячей мишенью

УДК 621.793.7:669.26:621.385.64

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0А8Б	Зиньковский Константин Алексеевич		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга	Сиделёв Дмитрий Владимирович	к.т.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ТПУ	Якимова Т.Б.	к.э.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОЯТЦ ТПУ	Передерин Ю.В.	к.т.н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор НОЦ Б.П. Вейнберга	Блейхер Г.А.	д.ф.-м.н., доцент		

Компетенции выпускников ООП «Ядерные физика и технологии» по направлению
14.03.02 Ядерные физика и технологии, специализация «Пучковые и плазменные
технологии» (2018 года приёма)

Код компетенции	Наименование компетенции
УК(У)-1	Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач
УК(У)-2	Способен определять круг задач в рамках поставленной цели и выбирать оптимальные способы их решения, исходя из действующих правовых норм, имеющихся ресурсов и ограничений
УК(У)-3	Способен осуществлять социальное взаимодействие и реализовывать свою роль в команде
УК(У)-4	Способен осуществлять деловую коммуникацию в устной и письменной формах на государственном языке Российской Федерации и иностранном(-ых) языке(-ах)
УК(У)-5	Способен воспринимать межкультурное разнообразие общества в социально-историческом, этическом и философском контекстах
УК(У)-6	Способен управлять своим временем, выстраивать и реализовывать траекторию саморазвития на основе принципов образования в течение всей жизни
УК(У)-7	Способен поддерживать должный уровень физической подготовленности для обеспечения полноценной социальной и профессиональной деятельности
УК(У)-8	Способен создавать и поддерживать безопасные условия жизнедеятельности, в том числе при возникновении чрезвычайных ситуаций
УК(У)-9	Способен проявлять предприимчивость в практической деятельности, в т.ч. в рамках разработки коммерчески перспективного продукта на основе научно-технической идеи
ОПК(У)-1	Способен использовать базовые знания естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности, применять методы математического анализа и моделирования, теоретического и экспериментального исследования
ОПК(У)-2	Способен осуществлять поиск, хранение, обработку и анализ информации из различных источников и баз данных, предоставлять ее в требуемом формате с использованием информационных, компьютерных и сетевых технологий
ОПК(У)-3	Способен использовать в профессиональной деятельности современные информационные системы, анализировать возникающие при этом опасности и угрозы, соблюдать основные требования информационной безопасности, в том числе защиты государственной тайны
ПК(У)-1	Готов принимать участие в теоретических исследованиях в различных

Код компетенции	Наименование компетенции
	областях физики, связанных с современными высокотехнологическими способами энергетического воздействия на материалы, основанными на использовании радиационных и плазменных потоков, разрабатывать адекватные физические и математические модели изучаемых процессов.
ПК(У)-2	Способен участвовать в экспериментальных исследованиях в различных областях физики, связанных с воздействием плазмы и пучков заряженных частиц на вещество, самостоятельно осваивать современную физическую аналитическую и технологическую аппаратуру, применять современные методы исследования свойств материалов и различных структур, проводить стандартные и сертификационные испытания технологических процессов, оборудования и изделий.
ПК(У)-3	Способен осуществлять самостоятельный поиск, изучение и использование научно-технической информации по тематике исследования, применять современные компьютерные технологии и информационные ресурсы в своей предметной области
ПК(У)-4	Способен проектировать плазменно-пучковые технологические процессы и оборудование для применения в научных исследованиях и промышленности
ПК(У)-5	Готов к участию в производственно-технологической деятельности, связанной с применением плазменных и пучковых технологий для обработки материалов и синтеза новых материалов (в том числе нанесению функциональных покрытий), определению основных параметров технологических процессов, анализу физических и механических свойств изделий и материалов.
ПК(У)-6	Способен применять современные цифровые технологии и пакеты прикладных программ для расчета технологических параметров, обосновывать принятие конкретного технического решения при разработке технологических процессов.
ПК(У)-7	Способен к контролю за соблюдением технологической дисциплины и обслуживанию технологического оборудования

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

Инженерная школа ядерных технологий
 Направление подготовки – 14.03.02 Ядерные физика и технологии
 Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Блейхер Г.А.
 (Подпись) (Дата)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

бакалаврской работы

Студенту:

Группа	ФИО
0А8Б	Зиньковский Константин Алексеевич

Тема работы:

Осаждение хромовых покрытий с помощью дуального магнетронного диода с горячей мишенью	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	16.02.2022 г., №47-2/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:	15.06.2022 г.
--	---------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объектом исследования служат хромовые покрытия на подложке из циркониевого сплава Э110, а предметом исследования является стойкость циркониевого сплава Э110 с хромовым покрытием к окислению.</p>
<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<p>Анализ литературных источников по нанесению хромовых покрытий на циркониевые сплавы с целью увеличения стойкости к окислению; изучение кристаллической и микроструктуры хромовых покрытий на циркониевом сплаве Э110; исследование полученных образцов на стойкость к окислению; раздел «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»; раздел «Социальная ответственность».</p>

<p>Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей)</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Титульный лист; - Актуальность работы; - Цель работы и задачи; - Экспериментальное оборудование; - Параметры осаждения хромовых покрытий; - Кристаллическая структура образцов; - Микроструктура образцов; - Оптические изображения; - Кинетика окисления циркониевого сплава Э110 с хромовым покрытием; - Заключение.
--	---

<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы (с указанием разделов)</p>	
<p>Раздел</p>	<p>Консультант</p>
<p>“Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение”</p>	<p>Якимова Татьяна Борисовна</p>
<p>“Социальная ответственность”</p>	<p>Передерин Юрий Владимирович</p>

<p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p>	<p>04.10.2021 г.</p>
--	----------------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
<p>Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга</p>	<p>Сиделёв Дмитрий Владимирович</p>	<p>к.н.т.</p>		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
<p>0А8Б</p>	<p>Зиньковский Константин Алексеевич</p>		

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

Студенту:

Группа	ФИО
0А8Б	Зиньковский Константин Алексеевич

Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	НОЦ Б.П. Вейнберга
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	14.03.02 Ядерные физика и технологии

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

<i>1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Стоимость материальных ресурсов в соответствии с рыночными ценами г. Томска. Тарифные ставки исполнителей в соответствии со штатным расписанием НИ ТПУ.</i>
<i>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>- районный коэффициент- 1,3; - коэффициент дополнительной заработной платы - 1,15; - накладные расходы – 15%</i>
<i>3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды – 30 %.</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	<i>Анализ потенциальных потребителей результатов исследования. Исследование конкурентных технических решений. Проведение SWOT-анализа</i>
<i>2. Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	<i>Определение трудоемкости работ. Разработка графика проведения научного исследования. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта</i>
<i>3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	<i>Оценка сравнительной эффективности проекта</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

<ol style="list-style-type: none"> 1. Оценка конкурентоспособности технических решений 2. Матрица SWOT 3. График проведения и бюджет НИ 4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ
--

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Якимова Т.Б.	канд. экон. наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0А8Б	Зиньковский Константин Алексеевич		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
0А8Б	Зиньковский Константин Алексеевич

Школа	ИЯТШ	Отделение школы (НОЦ)	НОЦ Б.П. Вейнберга
Уровень образования	бакалавр	Направление/специальность	14.03.02 Ядерные физика и технологии

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

<i>1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:</i>	<ul style="list-style-type: none"> – вредных проявлений факторов производственной среды (микроклимат, освещение, шумы, вибрации); – опасных проявлений факторов производственной среды (электрической, пожарной и взрывной природы); – чрезвычайных ситуаций
<i>2. Перечень законодательных и нормативных документов по теме</i>	<ul style="list-style-type: none"> – электробезопасность; – пожаровзрывобезопасность; – требования по обращению с газовыми баллонами; – требования безопасности при работе на вакуумной установке.

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<i>1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</i>	<ul style="list-style-type: none"> – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты.
<i>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности</i>	<ul style="list-style-type: none"> – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения).
<i>3. Защита в чрезвычайных ситуациях:</i>	<ul style="list-style-type: none"> – перечень возможных ЧС на объекте; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.
<i>4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</i>	<ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Передерин Юрий Владимирович	К. Т. Н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0А8Б	Зиньковский Константин Алексеевич		

Реферат

Выпускная квалификационная работа: 101 с., 32 рис., 22 табл., 48 источников.

Ключевые слова: хромовые покрытия, циркониевые сплавы, магнетронное распыление, горячая мишень, высокотемпературное окисление, тепловыделяющий элемент.

Объектом исследования являются хромовые покрытия на подложке из циркониевого сплава Э110.

Цель работы – установление зависимости влияния толщины хромовых покрытий на стойкость циркониевого сплава к окислению.

В процессе исследования были получены хромовые покрытия различной толщины в соответствии с выбранным режимом осаждения. Рентгеноструктурный анализ показал, что рост кристаллитов происходит в направлении Cr (200) независимо от толщины покрытия. В результате испытаний, получены данные о влиянии толщины хромовых покрытий с текстурой Cr (200) на стойкость циркониевого сплава Э110 к высокотемпературному окислению (1100 °С).

Область применения: защитные хромовые покрытия для оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов).

Оглавление

Введение.....	13
Глава 1. Защитные покрытия для циркониевых оболочек тепловыделяющих элементов	15
1.1. Цирконий и его сплавы	15
1.2 Защитные покрытия для циркониевых оболочек ТВЭЛов.....	20
1.3 Магнетронное распыление.....	24
1.4 Магнетрон с горячей мишенью	35
1.5 Модельные представления о росте покрытий	36
Глава 2. Экспериментальное оборудование и методы исследования .	39
2.1 Вакуумная ионно-плазменная установка	39
2.2 Магнетронная распылительная система.....	41
2.3 Методика пробоподготовки подложек	43
2.4 Измерение толщины покрытий	44
2.5 Высокотемпературное окисление на воздухе	45
2.6 Анализ кристаллической структуры.....	46
2.7 Анализ микроструктуры.....	48
Глава 3. Экспериментальная часть.....	50
3.1 Выбор режима осаждения.....	50
3.2 Получение контрольных образцов	51
3.3 Высокотемпературное окисление на воздухе	53
Глава 4. “Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение”	60
4.1 Потенциальные потребители результатов исследования	60
4.2 Анализ конкурентных технических решений.....	60

4.3. SWOT – анализ	62
4.4 Планирование научно-исследовательских работ	64
4.4.1 Структура работ в рамках научного исследования	64
4.4.3 Разработка графика проведения научного исследования.....	65
4.5 Бюджет научно-технического исследования	67
4.5.1 Расчет материальных затрат НТИ.....	68
4.5.2 Затраты на специальное оборудование для научных работ	68
4.5.3 Основная заработная плата исполнителей темы	70
4.5.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы	72
4.5.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления). 72	
4.5.6 Накладные расходы	73
4.5.7 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта.....	73
4.6 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	74
Выводы по разделу “Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение”	78
Глава 5. Социальная ответственность	79
Введение.....	79
5.1. Компоновка рабочей зоны исследователя.....	80
5.2. Анализ вредных и опасных производственных факторов.....	81
5.2.1. Анализ вредных факторов.....	82
5.2.2 Анализ опасных факторов.....	88
5.3. Анализ вероятных чрезвычайных ситуаций (ЧС)	91
Выводы по разделу “Социальная ответственность”	95

Заключение	96
Список литературы	97

Введение

Непрерывный рост спроса на электроэнергию во всем мире наряду с необходимостью управления выбросами парниковых газов в атмосферу приводит к росту спроса на экологически безопасное производство электроэнергии. Атомная энергетика обеспечивает надёжное и экономичное производство электроэнергии с очень низким уровнем выбросов углерода и относительно небольшим количеством отходов, которые можно безопасно хранить и в конечном итоге утилизировать. В настоящее время ядерная энергетика обеспечивает около 17 % мирового производства электроэнергии, при этом по состоянию на октябрь 2021 года по всему миру в эксплуатации находилось 437 реакторов.

Безопасность является ключевой основой успешного использования ядерных технологий. Материалы внутри активной зоны ядерного реактора подвергаются воздействию чрезвычайно суровых условий эксплуатации из-за сочетания высокой температуры, высокого механического напряжения, химически агрессивного теплоносителя и сильного радиационного воздействия. В 2011 году произошла авария на атомной электростанции (АЭС) «Фукусима-дайити» в результате землетрясения в Японии, повлекшего за собой прекращение снабжения электричеством насосов системы охлаждения, что привело к полному разрушению активной зоны реакторов №1, №2 и №3. После этой аварии была предложена концепция толерантного ядерного топлива (на англ. яз. – accident tolerant fuel (ATF)). Данная концепция направлена на предотвращение или ограничение взаимодействия материала оболочки с водяным паром при нормальных условиях эксплуатации, а также в случае аварии. К краткосрочной стратегии решения данной проблемы относится нанесение покрытий на поверхность тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов) ядерных реакторов. Наиболее перспективным материалом для подобного рода покрытий выступает хром, отвечающий большинству предъявляемых требований: относительно малое

поперечное сечение захвата тепловых нейтронов (3,05 бн), стойкость оксида хрома (Cr_2O_3) к окислению до температуры 1600 °С, приемлемые механические свойства.

Тем не менее, необходимо выполнить оценки того, как толщина покрытия может влиять на стойкость циркониевой оболочки ТВЭЛа к окислению. Данное требование вызвано значительной разностью значений поперечного сечения захвата тепловых нейтронов между циркониевыми сплавами (0,2 бн) и хромовым покрытием.

Цель работы – получение зависимости влияния толщины хромовых покрытий на стойкость циркониевого сплава к окислению.

Задачи следующие:

- выбор режима нанесения хромовых покрытий с помощью дуального магнетронного распыления “горячей” Cr мишени;
- получение контрольных образцов хромовых покрытий на циркониевом сплаве;
- изучение кристаллической и микроструктуры хромовых покрытий на подложках из сплава Э110;
- изучение стойкости циркониевого сплава Э110 с хромовым покрытием к окислению в зависимости от толщины этого покрытия.

Объект исследования: хромовые покрытия на подложке из циркониевого сплава Э110.

Предмет исследования: стойкость циркониевого сплава Э110 с хромовым покрытием к окислению.

Методы исследования: анализ литературы по теме исследования, изучение кристаллической структуры, микроструктуры, морфологии поверхности, твердости с помощью экспериментальных методов, обобщение и анализ, сравнение.

Глава 1. Защитные покрытия для циркониевых оболочек тепловыделяющих элементов

1.1. Цирконий и его сплавы

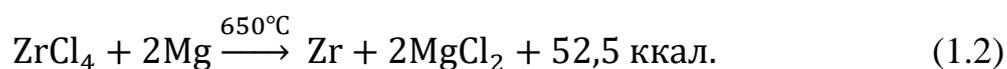
Впервые элемент цирконий был обнаружен в 1789 году М.Г. Клапротом в результате анализа минерала *циркона* (если быть точнее *жаргона* – разновидностью минерала циркона, имеющей золотисто-жёлтый цвет), который является природным силикатом циркония [1,2]. В 1824 году был получен цирконий, но не чистый, а со значительным содержанием примесей, в результате реакции восстановления гексафтороцирконата калия (K_2ZrF_6) металлическим натрием в железной трубке при температуре 800 °С [2,3]:



Полученный металл не нашёл практического применения в виду того, что был хрупким и не поддавался обработке.

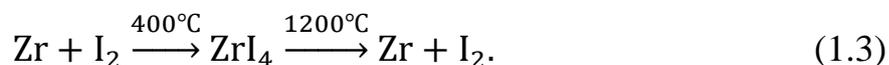
Чистый же металл был получен лишь в 1925 году А. ван Аркелем при помощи разработанного им метода высокой очистки циркония, основанного на иодидном рафинировании [1,4]. В чистом виде данный материал является пластичным и уже тогда применялся в электронной промышленности для поглощения остаточных газов [1].

Лишь в 1950-е годы в США был осуществлен промышленный процесс иодидного рафинирования, который и в настоящее время является основным для получения циркония в таких странах, как США, Франция и др. [5]. Данный процесс протекает следующим образом. Изначально губчатый цирконий получают по процессу магнийтермического восстановления тетрахлорида циркония (метод Кроля) [5,3]:



Из губчатого металлического циркония избыток магния и хлорида магния удаляют, промывая его соляной кислотой.

После этого, полученный губчатый металлический цирконий очищается в результате процесса иодидного рафинирования. В основе данного процесса лежит реакция термической диссоциации тетраиодида циркония:



В сосуд помещаются губчатый цирконий и напускается иод в виде газа I_2 . При температуре 400°C иод взаимодействует с цирконием и образуется тетраиодид циркония ZrI_4 . При температуре 431°C тетраиодид циркония сублимируется и, взаимодействуя с нитью из вольфрама или циркония, термически диссоциирует при температуре 1200°C [3].

С помощью данной технологии удастся получить губчатый цирконий с примесью гафния порядка 0,010–0,015 % [5].

Было установлено, что цирконий обладает малым сечением захвата тепловых нейтронов при достаточно хороших механических свойствах, и в 1949 году это привело к тому, что данный материал стал использоваться в качестве конструкционного материала для ядерных реакторов в подводных лодках США [1,6]. С конца 1950-х годов цирконий стал доступен для использования не только в военных целях, но и в промышленных – как чистый, так и в виде сплавов. В чистом виде цирконий использовался в химической промышленности, а сплавы циркония были разработаны для использования в ядерной энергетике [1].

Создание атомной энергетики в 50-60-е годы прошлого столетия в первых ядерных державах строилось на высокотемпературных реакторах на тепловых нейтронах. В качестве основного конструкционного материала был выбран цирконий по причине наличия малого сечения захвата тепловых нейтронов. В эти годы не было четко выверенной промышленной технологии получения чистого циркония. Разрабатывались методы получения, очистки и плавки циркония, а также выполнялся поиск материалов, способных улучшить механические, но в первую очередь коррозионные свойства циркония.

Данные работы велись одновременно в двух странах – США и СССР. В США – первоначально в направлении использования циркония для активной зоны реактора на тепловых нейтронах для подводной лодки, а только потом для активных зон энергетических реакторов. В СССР – в направлении производства изделий из циркониевых сплавов для проектируемых энергетических реакторов ВВЭР (водо-водяной энергетический реактор) и РБМК (реактор большой мощности канальный).

В результате этих работ в США на основе губчатого циркония, полученного по методу Кроля, был разработан сплав при помощи легирования циркония оловом. В СССР метод получения циркония был более чистым – иодидный, а затем – электролитический. В качестве легирующего материала был выбран ниобий.

Таким образом, в США создаются сплавы “циркалой” для оболочек ТВЭЛов и других элементов реакторов PWR (реактор с водой под давлением) и BWR (кипящий водяной реактор). Вскоре был выявлен главный недостаток “циркалов” – значительное поглощение водорода, приводящее к охрупчиванию изделий при длительной работе. С целью уменьшения поглощения водорода были разработаны “циркалой” с пониженным содержанием никеля (циркалой-2 и циркалой-4).

В результате исследований циркония, легированного ниобием, проводимых в СССР, было выявлено, что введение до 2,5 % ниобия позволяет значительно повысить прочность циркония и обеспечить малое поглощение водорода. В результате на основе исследований создаются циркониевые сплавы Н-1 и Н-2.5 с 1 и 2,5 % Nb соответственно (в дальнейшем при использовании электролитического циркония им присвоены марки Э110 и Э125) для первых атомных реакторов ВВЭР и РБМК.

Химический состав основных коммерческих сплавов циркония приведен в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Состав различных циркониевых сплавов (мас. %)

Сплав	Sn	Fe	Cr	Ni	Nb
Циркалой-2	1,50	0,12	0,10	0,05	-
Циркалой-4	1,50	0,20	0,10	-	-
ZIRLO	1,02	0,10	-	-	1,01
OPT-ZIRLO	0,66	0,11	-	-	1,04
M5	-	0,05	0,015	-	1,0
Э110	-	-	-	-	0,95 – 1,05
Э110 опт.	-	0,025 – 0,07	-	-	0,90 – 1,10
Э110М	-	0,07 – 0,15	-	-	0,90 – 1,10
Э125	-	-	-	-	2,20 – 2,60
Э125 опт.	-	0,025 – 0,05	-	-	2,40 – 2,70
Э635	1,1 – 1,3	0,30 – 0,40	-	-	2,40 – 1,05
Э635М	0,70 – 0,90	0,30 – 0,40	-	-	0,70 – 0,90

В 70-е годы в СССР группой ученых, возглавляемой А.В. Никулиной, создается многокомпонентный сплав, комплексно легированный 1–% Nb, (1,0...1,3)–% Sn и (0,3...0,5)–% Fe, которому была присвоена марка Э635. Комплексное легирование сплава оловом, ниобием и железом повышает коррозионную стойкость в воде и паре, ниобий обеспечивает повышенное сопротивление наводороживанию и коррозии при облучении, олово уменьшает вредное влияние примесей на коррозионную стойкость, а железо повышает стойкость против коррозии в широком диапазоне температуры в среде воды и пара.

Дальнейшее развитие основывалось на легировании циркония оловом и ниобием и выявлении их оптимального соотношения. Другое не менее важное направление совершенствования циркониевых сплавов – добавление в сплавы легирующих элементов (железа, кислорода, хрома, никеля, ванадия, молибдена), содержание которых в сплавах достаточно мало, но оказывает существенное влияние на различные свойства.

Отечественные сплавы Э110 и Э635 получили признание во всем мире. Они различаются по своим характеристикам, что проявляется прежде всего в коррозионном поведении, ползучести и радиационном росте в реакторе.

Сплав Э110 имеет высокую коррозионную стойкость в высокотемпературной воде под давлением, но подвержен значительной коррозии в условиях кипения, а также имеет невысокие прочность, сопротивление ползучести и радиационному росту.

Сплав Э635 имеет высокую прочность, высокое сопротивление ползучести и радиационному росту, а также хорошо сопротивляется коррозии в кипящей воде, но уступает сплаву Э110 в равномерной коррозии в воде под давлением.

Дальнейшим развитием является совершенствование этих сплавов с помощью легирования различными веществами или изменения содержания легирующих элементов. Проведенные исследования показали перспективу использования сплава Э110М, легированного кислородом и железом, а также сплава Э635М, содержащего меньшее количество ниобия и олова.

Сплавы Циркалой-4 и Циркалой-2 до сих пор используют для оболочек ТВЭЛов, хотя они сильно уступают по свойствам сплавам Э110 и Э635.

В 1990-е годы в США был разработан новый сплав ZIRLO, который по составу очень близок к сплаву Э635 и, следовательно, обладает лучшим комплексом свойств по сравнению с “Циркалоями”.

Сплавы близкие по составу к российскому сплаву Э635, были созданы в 1990-е годы в Японии (сплавы NDA и MDA), изделия из которых работают в реакторах PWR и BWR. В тоже время во Франции был создан аналог российского сплава Э110 – сплав M5, который используется для оболочек ТВЭЛов реакторов PWR. Однако, эти сплавы по своим характеристикам не превосходят российские сплавы Э110 и Э635, а по некоторым свойствам даже уступают [5].

1.2 Защитные покрытия для циркониевых оболочек ТВЭЛов

Как было сказано ранее, циркониевые сплавы используются в качестве основного материала для изготовления тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов). Цирконий был выбран в виду наличия малого сечения захвата тепловых нейтронов и одновременно с этим приемлемых механических свойств.

Во всех водоохлаждаемых реакторах оксид урана (UO_2) или другие делящиеся порошки спекаются в топливные таблетки, а затем заключаются в металлические трубы из сплавов на основе циркония для формирования единого топливного стержня (рис. 1.1). Эти топливные стержни группируются в тепловыделяющие сборки, образуя активную зону ядерного реактора. Активная зона реактора обычно состоит из нескольких сотен тепловыделяющих сборок в зависимости от типа реактора. Сплавы циркония также используются в качестве других конструктивных компонентов тепловыделяющих сборок, таких как дистанционирующие решетки и коллекторы. Получение электричества осуществляется за счет тепла, выделяющегося в результате реакции деления урана. Данное тепло переносится водой (теплоносителем), протекающей в первом контуре [7].

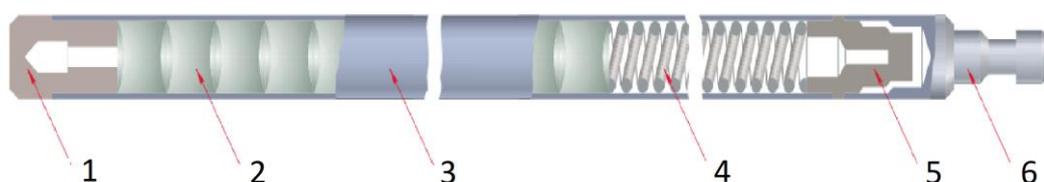


Рисунок 1.1 – Устройство ТВЭЛа реактора ВВЭР: 1 – заглушка; 2 – таблетки диоксида урана; 3 – оболочка из циркония; 4 – пружина; 5 – втулка; 6 – наконечник

Жидкая вода используется в качестве теплоносителя. На рис. 1.2 показана фазовая диаграмма воды с двумя точками, представляющими нормальные условия работы для PWR и BWR реакторов. Рабочие

температуры и давления в активной зоне составляют порядка 330°C и 15,5 МПа для PWR, 285°C и 7,5 МПа для BWR. Вода находится в подкритическом состоянии из-за сочетания высокой температуры и высокого давления, тем самым образуя высококоррозионную среду. Выше критической точки (374°C, 22 МПа) вода находится в сверхкритическом состоянии.

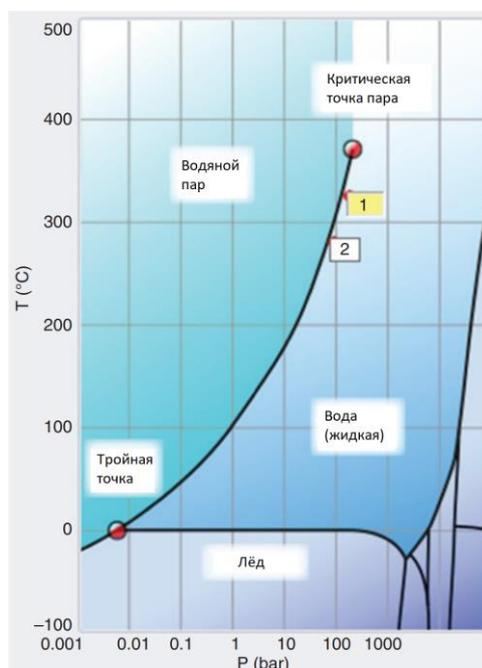


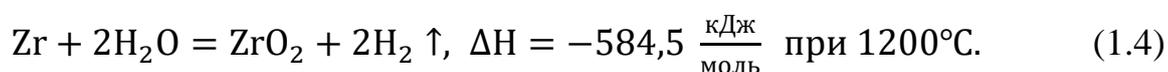
Рисунок 1.2 – Фазовая диаграмма воды: точка 1 – 330 °С, 15,5 МПа (PWR), точка 2 – 285 °С, 7,5 МПа (BWR) [8]

При нормальных условиях эксплуатации ввиду контакта циркониевых оболочек с водой происходит их окисление и, как вследствие, образование оксидной пленки на поверхности ТВЭЛов. Кинетика роста оксидной пленки обычно делится на две стадии – предпереходную и постпереходную. В конце топливного цикла толщина оксидной пленки достигает десятков микрометров.

Дополнительной проблемой, связанной с циркониевыми сплавами при нормальной эксплуатации, является поглощение водорода. Водород образуется в результате коррозии оболочки или радиолитического распада. Часть ионов водорода (протонов) проникает через оксидную пленку и растворяется в металлической матрице, что приводит к образованию хрупких гидридов. В

результате, наблюдается снижение пластичности и прочности оболочки ТВЭЛа. Данное явление получило название водородное охрупчивание [9,10].

Несмотря на удовлетворительные эксплуатационные характеристики при нормальных условиях работы ядерного реактора, циркониевые сплавы не обладают необходимой стойкостью в аварийных условиях. Наиболее критические состояния для оболочек ТВЭЛов могут возникнуть в случае аварии с потерей теплоносителя (на англ. яз. – loss of coolant accident (LOCA)). Потеря теплоносителя может быть вызвана разрушением системы охлаждения первого контура, что ведет к потере давления в активной зоне и испарению теплоносителя. В этих условиях температура топлива повышается, что увеличивает пористость топлива и приводит к его фрагментации. Температура оболочек ТВЭЛов также резко возрастает. При взаимодействии циркониевых оболочек с водяным паром при высокой температуре (выше 800 °С) происходит их усиленное окисление и охрупчивание за счет выделения дополнительного тепла в процессе экзотермической реакции [10]:



После такой трагической аварии на АЭС «Фукусима-дайти», большое внимание уделяется разработке новой концепции ядерного топлива для повышения безопасности ядерных реакторов при нормальной эксплуатации, переходных режимах и в аварийных условиях. Концепция под названием “толерантное ядерное топливо (англ. accident tolerant fuel (ATF))” направлена на предотвращение или ограничение взаимодействия материала оболочки с водяным паром. Также, данная концепция направлена на уменьшение тепловыделения при окислении оболочек ТВЭЛов и увеличение времени, необходимого для залива холодной воды в случае аварии.

В настоящее время рассматриваются две основные стратегии развития ATF концепции. Первая заключается в замене существующего материала оболочки композитами (SiC, FeCrAl), сплавами молибдена или нержавеющей стали на основе никеля. С учётом длительности и

возможных общих затрат (финансовых, трудовых и т.д.) на разработку нового вида материала, способного заменить цирконий, этот путь рассматривается как долгосрочная стратегия. Вторая ATF концепция – разработка защитных покрытий на поверхности оболочек ТВЭЛов. Цель нанесения защитных покрытий – улучшение стойкости к высокотемпературному окислению и износостойкости, а также уменьшение поглощения водорода циркониевыми сплавами. Технология нанесения покрытий может быть добавлена в технологический процесс производства ТВЭЛов, что может быть достигнуто в краткосрочном периоде. Несмотря на простоту этого подхода, большое количество возможных факторов (адгезия покрытия, теплопроводность, сечение тепловых нейтронов, радиационная стойкость, механические свойства материала покрытия) могут влиять на поведение циркониевых оболочек с покрытием как в нормальных, так и в аварийных условиях.

В настоящее время проводятся многочисленные исследования по улучшению характеристик циркониевых сплавов путем осаждения металлических (сплавы на основе Fe, Cr, Cr-Al, Y, Ni-Cr и т. д.), неметаллических (оксиды, нитриды, карбиды) или МАХ-фазных покрытий. Среди множества покрытий самые высокие характеристики в испытаниях типа LOCA принадлежат материалам, которые могут образовывать стабильные фазы оксидов, такие как оксиды алюминия, циркония, хрома или кремния [10].

Наиболее перспективным материалом в качестве покрытий для оболочек ТВЭЛов является хром, так как он отвечает основным предъявляемым требованиям. Хром имеет высокую температуру плавления, высокую коррозионную стойкость в воде и паре (благодаря формированию плотной защитной плёнки оксида хрома (Cr_2O_3) на поверхности), что видно из фазовой диаграммы Cr – O (рис. 1.3), и коэффициент теплового расширения, аналогичный циркониевым сплавам.

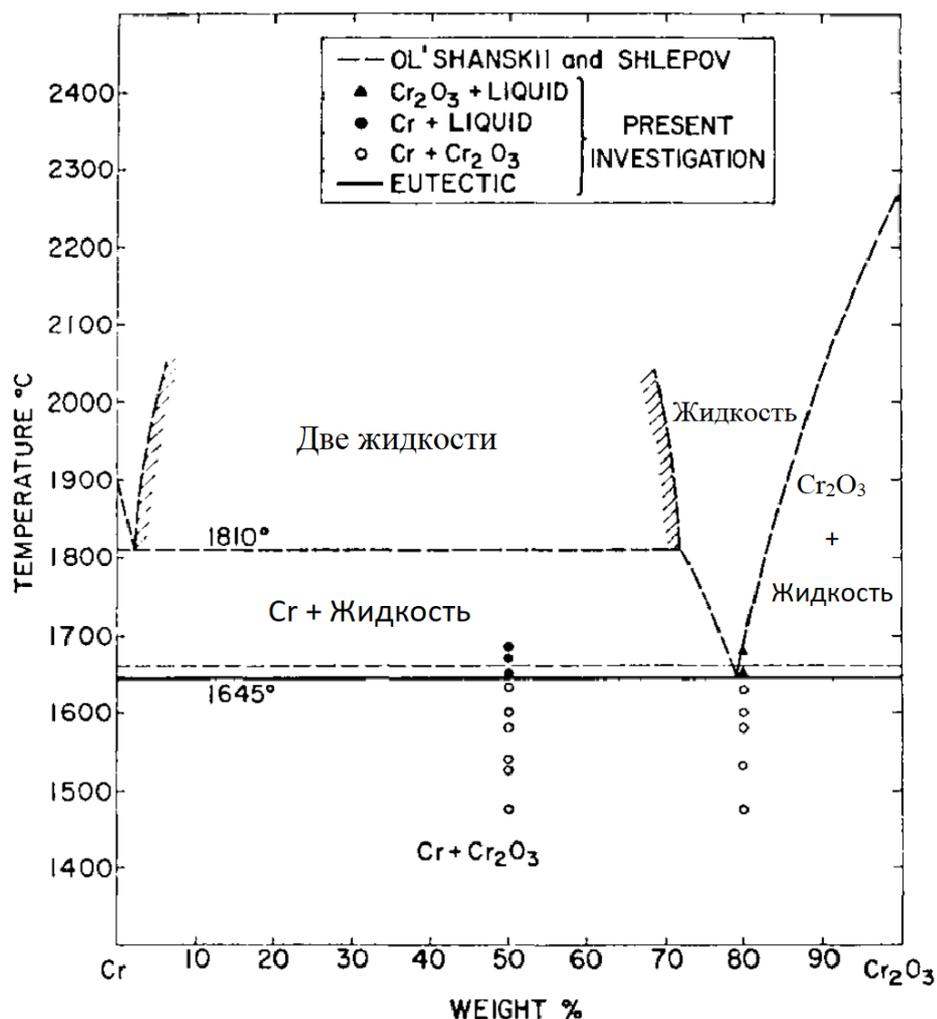


Рисунок 1.3 – Фазовая диаграмма Cr – O [11]

1.3 Магнетронное распыление

В настоящее время распыление твёрдых тел при воздействии плазмы получило широкое распространение в технологиях модифицирования поверхности материалов и изделий путём осаждения на них атомов мишени. На рис. 1.4 изображена схема магнетронного диода в дисковом исполнении. Данный магнетрон состоит из катода (который является мишенью), анода (выполняющего роль корпуса), магнитной системы (система постоянных магнитов и магнитопровод) и системы охлаждения.

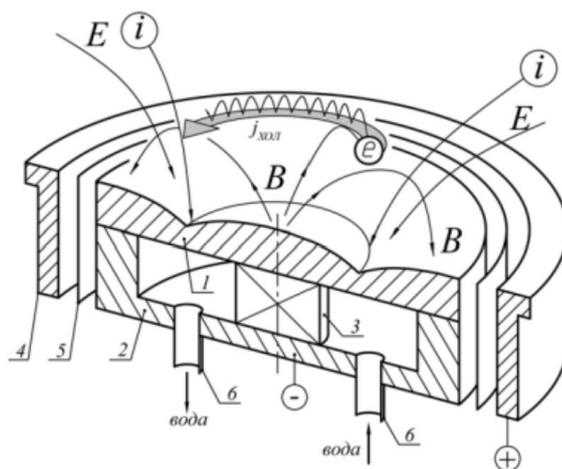


Рисунок 1.4 – Магнетронный диод: 1 – катод, 2 – магнетронпровод, 3 – магнит, 4 – анод, 5 – электростатический экран, 6 – штуцера для подачи воды [12]

Принцип работы магнетронного диода заключается в следующем. На анод и катод подается разность потенциалов порядка 0,3-1,0 кВ, в результате чего возникает электрическое поле. Данное электрическое поле вызывает эмиссию электронов с поверхности катода, которые в свою очередь, ускоряясь, ионизируют атомы рабочего газа в разрядном промежутке.

Электрическое поле в газоразрядном промежутке имеет следующую зависимость, изображенную на рис. 1.5. Видно, что оно условно разделено на три участка: катодный слой, область частично замагниченной плазмы и анодный слой.

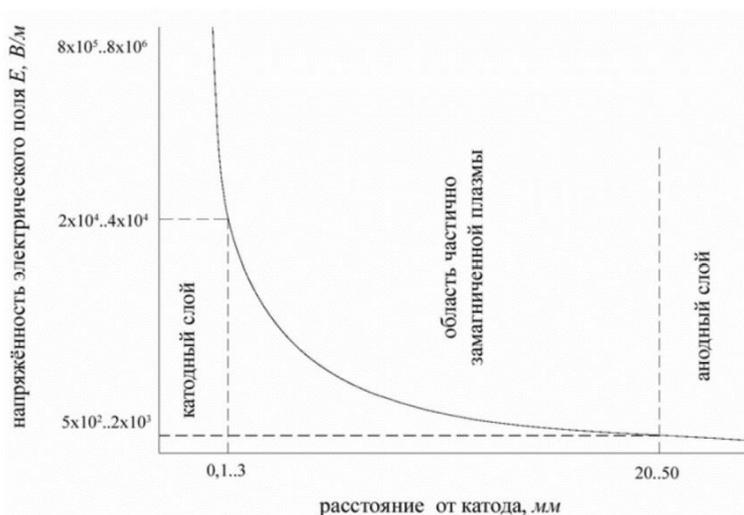


Рисунок 1.5 – Распределение напряженности электрического поля [12]

Катодный слой, находящийся вблизи поверхности мишени, характеризуется резким падением потенциала и снижением напряженности электрического поля на 80-90 % ввиду избытка скопившихся вблизи катода ионов. Ток в данной области переносится ионами, так как они получают большую часть своей кинетической энергии. Ионизация газа происходит в основном в области частично замагниченной плазмы, которая располагается между катодным и анодным слоями. Напряженность в этой области достаточно мала. В анодном слое ток разряда обеспечивается электронами, и он не влияет на параметры разряда.

Ввиду наличия системы постоянных магнитов, которые образуют арочное магнитное поле, электроны движутся циклоидально. Это позволяет увеличить траекторию движения электронов, что способствует большему количеству столкновений с атомами газа и, следовательно, увеличению актов ионизации. Магнитное поле подбирается с целью локализации плазмы, образуя своего рода “ловушку” для электронов. Таким образом, становится возможным поддержание газового разряда при довольно низких рабочих давлениях порядка 0,1 – 1 Па.

Образованные положительно заряженные ионы ускоряются в сторону мишени, набирая при этом значительную энергию (до 1 кэВ), и бомбардируют её. В качестве рабочего газа обычно используют аргон или его смесь с реактивными газами. При взаимодействии ионов с атомами мишени наблюдаются два типа столкновений: неупругие и упругие; в результате которых образуются вторичные электроны и выбиваются атомы мишени в случае, если импульс направлен в сторону подложки. Также необходимо, чтобы энергия, переданная частице, была выше порогового значения энергии связи для данного материала мишени. На распыление тратится лишь незначительная доля энергии падающих ионов (не более 5 %), порядка 80 % энергии рассеивается, вызывая нагрев мишени, а расход остальной части мощности связан с внедрением ионов в тело мишени, ее радиационными

повреждениями, обратным рассеиванием ионов, вторичной электронной эмиссией и электромагнитным излучением [13].

Поток атомов, расплывённых на поверхности мишени, направлен в сторону подложки, которая обычно располагается соосно с магнетронным диодом на расстоянии 50-200 мм. В качестве мишеней обычно используются поликристаллические материалы. Поэтому при нормальном падении ионов на такую мишень профиль распределения расплывённых частиц на подложке представляет собой сумму угловых распределений осаждённых атомов, полученных в результате эрозии различно ориентированных кристаллических зёрен. Такой профиль описывается косинусоидальным законом. Эта зависимость изображена на рис. 1.6.

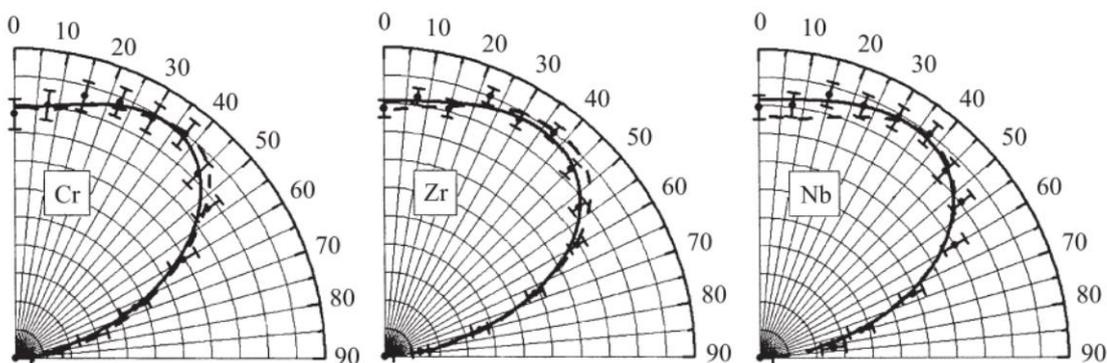


Рисунок 1.6 - Угловые распределения расплывённых атомов Cr, Zr и Nb на подложке: точки - эксперимент, сплошные линии - аппроксимация, штриховые линии – моделирование [14]

По сравнению с термическим испарением использование магнетронного распыления позволяет достичь лучшей адгезии за счет различия энергии распыленных атомов мишени. При магнетронном распылении она больше (более 1 эВ), чем при термическом испарении (обычно не превышает 0,3 эВ).

За долгие годы использования магнетронных диодов были созданы магнетронные диоды различной геометрии. Первоначально использовались диоды с мишенью конусной формы. К недостаткам диодов такой формы можно отнести повышенное загрязнение объема рабочей камеры в результате

того, что магнитная система размещается вне магнетрона, и высокую стоимость и сложность их изготовления.

В настоящее время большой популярностью пользуются планарные (дисковые и прямоугольные) и цилиндрические МРС, которые изображены на рис. 1.7. У таких магнетронных диодов магнитная система расположена внутри, что увеличивает их надёжность. МРС с дисковой и прямоугольной формой обладают довольно низким коэффициентом использования мишени порядка 20 – 45 % (КИМ – отношение количества распрыснутого вещества мишени к его первоначальному количеству до момента, когда глубина эрозионной канавки сравняется с толщиной мишени). Это обусловлено фокусирующим действием магнитного поля, вызванным неравномерностью распределения силовых линий над поверхностью мишени вдоль её длины или радиуса. Для примера, это продемонстрировано на рис. 1.8 для горячей и охлаждаемой мишеней из никеля. Как видно, эрозия мишени наблюдается в областях, где составляющая индукции магнитного поля параллельная плоскости мишени максимальна. Параметр КИМ можно повысить до 40-60% при оптимизации профиля распределения силовых линий магнитного поля.

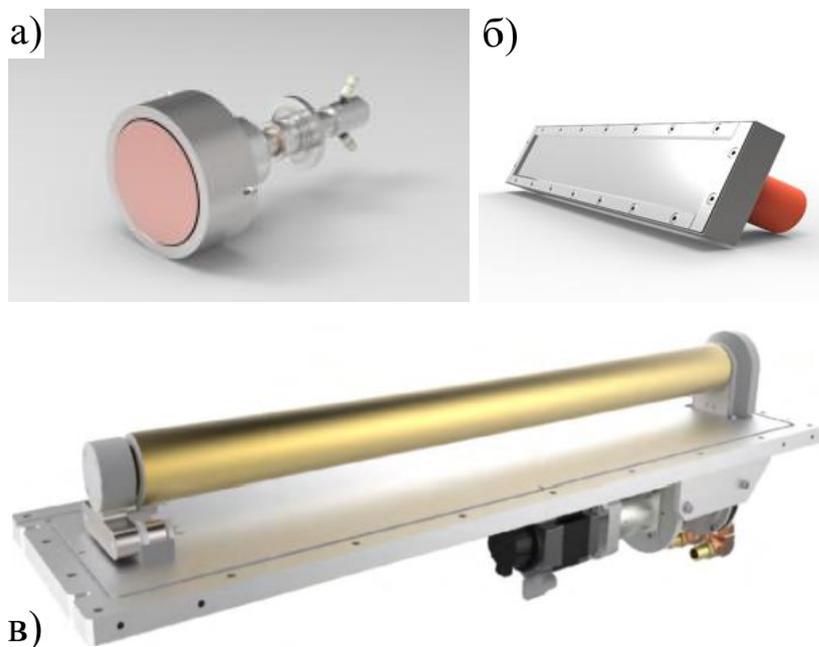


Рисунок 1.7 – МРС с (а) дисковой, (б) прямоугольной и (в) цилиндрической мишенями [12, 15]

МРС с планарной прямоугольной мишенью используются для осаждения плёнок на подложки большой площади (рулонные материалы, листовое стекло). Они имеют существенный недостаток – увеличенная эрозия мишени на её концах, которая возникает из-за неоднородности магнитной индукции по длине мишени.

Дисковые магнетроны применяются в плазменных установках для проведения экспериментальных исследований, нанесения упрочняющих, оптических и электрических покрытий на подложки небольших размеров.

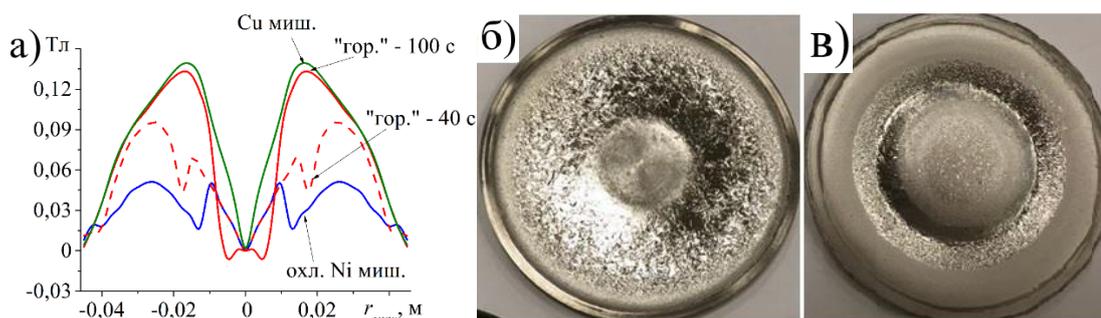


Рисунок 1.8 – а) пространственные распределения магнитного поля над поверхностью Ni мишени по мере её разогрева при плотности мощности разряда 16 Вт/см^2 в момент времени 40 и 100 с. Показаны распределения магнитного поля при распылении Cu и охлаждаемой Ni мишеней; Фотографии горячей (б) и охлаждаемой (в) Ni мишеней после их распыления

[12]

Использование магнитов в МРС позволяет получать более чистые покрытия при более низких давлениях. Различают три вида МРС в зависимости от типа магнитной системы (рис. 1.9): сбалансированное поле, несбалансированное поле I-го и II-го рода.

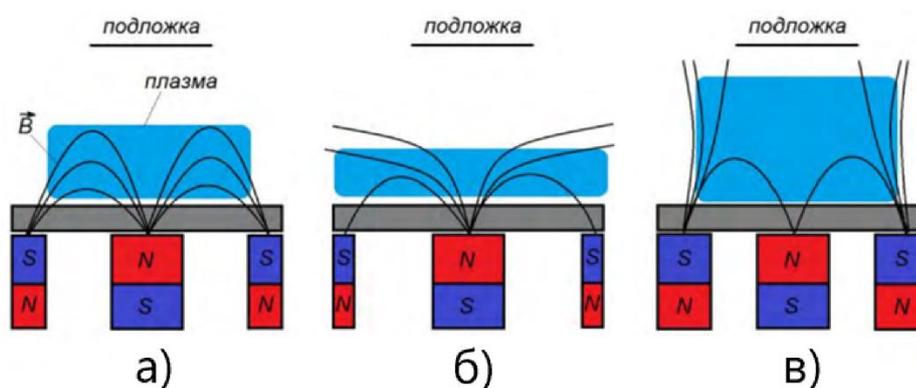


Рисунок 1.9 – МРС в зависимости от типа магнитной системы:

а – сбалансированное поле; б – несбалансированное поле I-го рода;

в – несбалансированное поле II-го рода [12]

В случае сбалансированного поля линии магнитного поля, выходящие из центрального магнита, замыкаются на полюсах боковых магнитов. Особенностью сбалансированного поля является то, что плазма сконцентрирована вблизи мишени, что позволяет минимизировать тепловое и радиационное воздействия на подложку (плотность ионного тока на подложку обычно не превышает 1 мА/см^2). Эта конфигурация используется при получении пленок для микроэлектроники.

В свою очередь, несбалансированные МРС разделяются на два типа: I-го и II-го рода. В случае несбалансированного поля I-го рода потоки плазмы направлены на стенки вакуумной камеры и удалены от подложки. В этом случае необходимо создать преобладающий магнитный поток из центрального магнита. Этим системам свойственно более низкое воздействие плазменных потоков на подложку, чем сбалансированным МРС. Но они не получили большого распространения ввиду того, что не обеспечивают поддержание газового разряда при низких рабочих давлениях ввиду потери электронов на стенках камеры.

Несбалансированное поле II-го рода характеризуется более широкой областью образования плазмы в связи с тем, что часть линий магнитного поля не замыкается на расположенный в центре магнит с противоположным полюсом (за счет большего магнитного потока из боковых магнитов), а

направляется в сторону подложки. Это сказывается на увеличении ионного тока на подложку до 5 мА/см^2 и более. Данная особенность широко используется для получения упрочняющих и износостойких покрытий, обладающих повышенными механическими и трибологическими свойствами.

Регулировка магнитного поля становится возможной, если конструкцию магнетронного диода выполнить вместе с электромагнитной катушкой (рис. 1.10). Магнитные поля постоянных магнитов и электромагнитной катушки направлены аксиально. Таким образом, при изменении тока, протекающего по катушке, изменяется индукция магнитного поля, что позволяет управлять параметрами диода. Возможны даже варианты реализации МРС без постоянных магнитов.

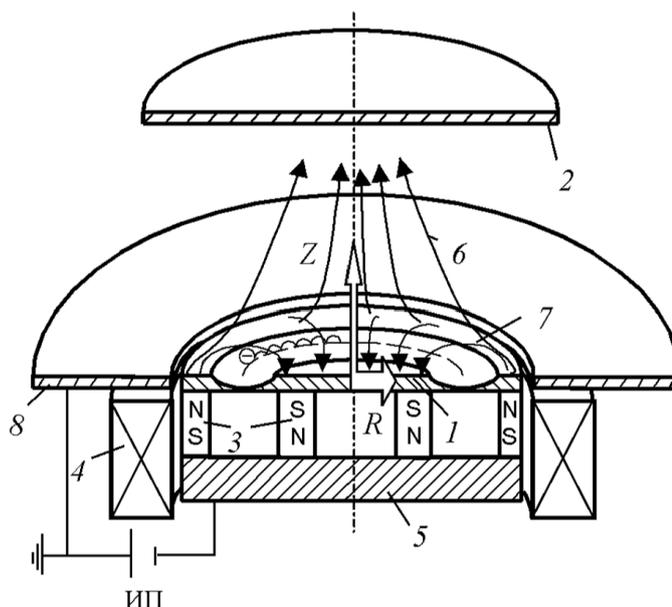


Рисунок 1.10 – МРС с электромагнитом [16]: 1 – мишень, 2 – подложка, 3 – постоянные магниты, 4 – электромагнит, 5 – магнитопровод, 6 – линии магнитного поля, 7 – анод, 8 – зона распыления мишени, ИП – источник питания магнетрона

При увеличении тока в электромагнитной катушке можно наблюдать многократное увеличение плотности ионного тока, наиболее выраженное на оси системы. Это объясняется увеличением степени несбалансированности магнитного поля, силовые линии которого, направляясь в сторону подложки,

ограничивают поперечную подвижность электронов и заставляют их двигаться по оси системы. Визуально, увеличение тока в катушке сопровождается уменьшением радиуса светящейся области на катоде и появлением на оси системы потока плазмы, направленного на подложку (рис. 1.11).

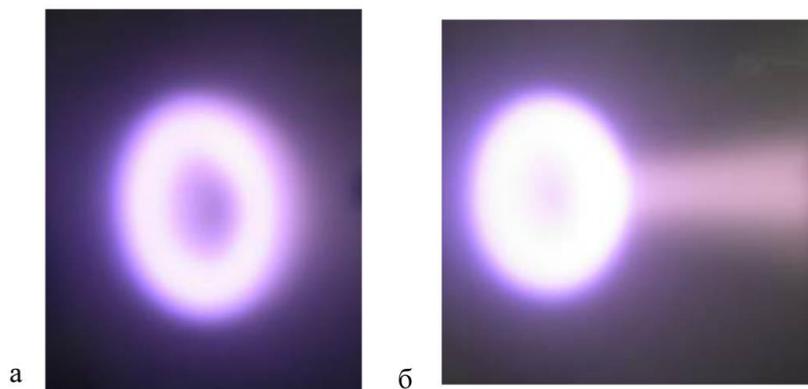


Рисунок 1.11 – Свечение плазмы на катоде при выключенной (а) и включенной (б) на максимальном токе (1 А) электромагнитной катушке [17]

Одна из наиболее важных характеристик магнетрона – форма напряжения, подаваемого на распыляемую мишень. Его форма и амплитуда определяют динамику процессов, происходящих в плазме, они влияют на скорость осаждения покрытий, их структурные и функциональные свойства [12].

Изначально использовались МРС на постоянном токе. В этом случае достаточно создать условия для формирования разряда, после чего он мог поддерживаться самостоятельно. Недостатком подобных источников питания является образование микродуг. Даже в среде инертного газа при низком давлении на поверхности мишени образуется тонкий слой оксида (1 – 2 нм). Положительные ионы, попадающие в мишень, притягивают электроны и, когда напряженность поля становится достаточно большой, происходит пробой, который перерастает в дугу. Образование микродуг негативно сказывается на росте покрытий и их свойствах.

На смену МРС на постоянном токе пришли импульсные МРС. Данные системы позволили избавиться от образования микродуг за счет паузы между импульсами, компенсируя скапливающийся заряд на поверхности мишени.

Процесс импульсного распыления можно разделить на четыре области (рис. 1.12): формирование плазмы, стационарный режим, распад плазмы и отсутствие плазмы.

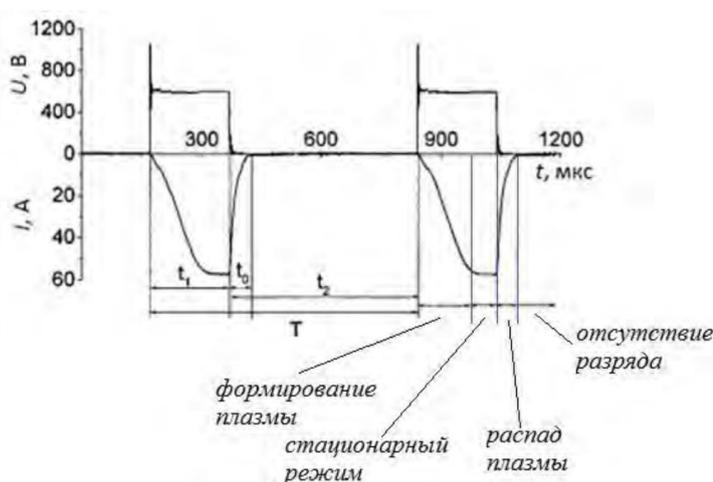


Рисунок 1.12 – Эпюры тока и напряжения в диоде [18]: t_1 – рабочая часть импульса t_0 – время рассеивания плазмы, t_2 – пауза между рабочими импульсами, T – период импульсов

Формирование плазмы происходит при подаче напряжения вдвое большего рабочего напряжения (так называемый “поджиг”). Затем ток плавно нарастает и достигает стационарного режима, при котором происходит наиболее интенсивное распыление. Когда прекращается подача напряжения, заряженные частицы рекомбинируют и растекаются на стенках камеры. В промежутке между подачей напряжения на катод плазма отсутствует. При использовании импульсных систем удалось добиться большего контроля процесса распыления.

В дальнейшем появились сильноточные МРС с более плотной плазмой в газоразрядном промежутке (10^{20} м^{-3}) по сравнению с диодами на постоянном токе (10^{14} м^{-3}). Импульсная мощность плазмы в таких системах достигает 10-100 кВт при поддержании средней мощности на уровне 2-5 кВт

за счет формирования импульсов с низким коэффициентом заполнения (1 – 10 %).

К преимуществам сильноточных систем относятся:

1. Возможность достижения высокой степени ионизации потока распыляемого материала мишени;
2. Они позволяют осуществить самораспыление, когда система работает на собственных парах.

Такие системы также имеют свои недостатки:

1. Низкая скорость осаждения покрытий;
2. Нелинейная зависимость коэффициента распыления материалов от энергии налетающих ионов (для сильноточных МРС обычно используются напряжения большей величины, поэтому скорость распыления в этом случае будет ниже).

В МРС существует два способа обеспечения охлаждения (рис. 1.13): прямое охлаждение и косвенное охлаждение.



Рисунок 1.13 – МРС с прямым (а) и косвенным (б) охлаждением системы [12]

В случае прямого охлаждения между мишенью и водой происходит непосредственный контакт, поэтому необходима предварительная подготовка поверхности мишени (полировка) для предотвращения попадания влаги в вакуумную камеру. Данное решение помогает обеспечить максимальный отвод тепла от мишени. Использование прямого охлаждения запрещено для хрупких и магнитных материалов.

Косвенное охлаждение является более универсальным, в нем охлаждение осуществляется через мембрану. Теплосъем в этом варианте

охлаждения слабее, но зато попадание влаги в систему исключено. Мишень должна быть плоской (неплоскостность не допускается) для поддержания теплового баланса.

В настоящее время с помощью магнетронного распыления возможно получение плёнок различной толщины, позволяющих улучшить такие свойства изделия, как износостойкость, коррозионная стойкость, твердость и т.д. Также, магнетронное распыление нашло свое применение в электронной, оптической и других промышленности.

1.4 Магнетрон с горячей мишенью

Параметры, при которых проходит процесс магнетронного распыления, зависят от характеристик конструкции диода, величины и формы распределения индукции магнитного поля, рабочего давления, материала мишени и т.д. Они оказывают значительное влияние на скорость роста покрытий и их конечные свойства. В конструкциях МРС, где охлаждение распыляемой мишени снижено или отсутствует, существует дополнительный фактор – температура мишени, он также может вызывать изменения параметров процесса распыления.

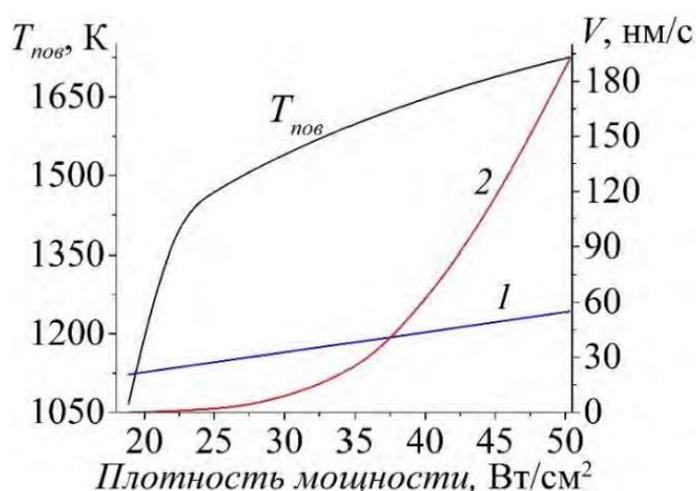


Рисунок 1.14 – Зависимость температуры поверхности «горячей» Sr мишени и скорости эрозии её поверхности от плотности мощности разряда:

1 – за счёт распыления, 2 – за счёт сублимации. Приведены значения скоростей эрозии мишени, усреднённые по всей её поверхности [12]

При распылении хромовой мишени в диапазоне плотности мощности 5 – 50 Вт/см² достигаются критические температуры, при которых возможна сублимация поверхности. При этих условиях следует ожидать повышения скорости осаждения хромовых плёнок. Для сублимации атомов на поверхности мишени необходимо нагреть её до температуры 1478 К и выше (рис. 1.14).

В данной работе используются два магнетрона с вращающимся центральным магнитом, что позволяет добиться большего коэффициента использования мишени.

1.5 Модельные представления о росте покрытий

Большое значение для свойств покрытий имеют параметры их осаждения. При магнетронном распылении таковыми обычно являются скорость осаждения, давление газа и плотность потока энергии, поступающей на подложку. Свойства плёнок зависят от их микроструктуры. Эта зависимость была изучена с помощью модели структурных зон (SZM), созданной Б.А. Мовчаном и А.В. Демчишиным (1969 г.) и, в последствии, развитой Торнтоном (1977 г.) и другими. Классификация микроструктуры была рассмотрена как функция гомогенной температуры, которая определяется как отношение температуры подложки к температуре плавления материала:

$$T_r = \frac{T_{\text{подложки}}}{T_{\text{плавления}}}. \quad (1.5)$$

В зависимости от величины данной температуры покрытие можно разделить на определенные зоны (рис. 1.15 и 1.16). Изначально Мовчан и Демчишин предложили деление только на 3 зоны [19].

Зона 1 ($T_r < 0,3$). В данной зоне мобильность адатомов очень низкая. Осажденные атомы остаются в области конденсации. Наблюдается неравномерная пористая структура с большим количеством пустот и пор. Скопления атомов образуют своего рода выпуклости, перпендикулярные к поверхности, в которых наблюдается либо поликристаллическая, либо аморфная структура. Образованные широкие впадины достаточно стабильны при низких температурах, благодаря низкой атомной мобильности и большой вероятности захвата примеси (загрязнений).

Зона 2 ($0,3 < T_r < 0,5$). В этой зоне возможны уже как поверхностная диффузия, так и миграция границ зерен. Это приводит к образованию столбчатой структуры с гораздо меньшим количеством дефектов. При повышении температуры наблюдается увеличение размера зерен.

Зона 3 ($T_r > 0,5$). Здесь достигается объёмная диффузия и рекристаллизация. Покрытия характеризуются плотной микроструктурой с большим размером зёрен.

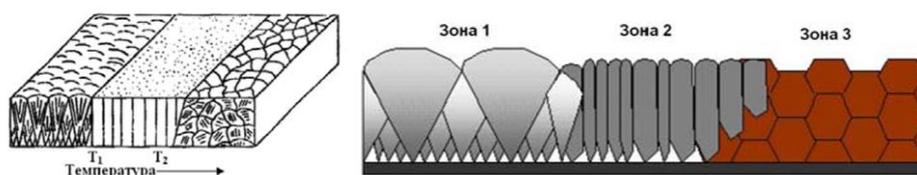


Рисунок 1.15 – Модель Мовчана и Демчишина [20]

Позднее в 1977 году модель была модернизирована Горнтоном путем дополнительного введения второй оси с таким технологическим параметром, как давление рабочего газа аргона, а также *переходной зоны T* между зонами 1 и 2 с гомогенной температурой в диапазоне $0,1 < T_r < 0,3$ [21] (рис. 1.16). В *зоне T* мобильность адатомов как на подложке, так и на собственной поверхности значительно высокая, в то время как объёмная диффузия сильно ограничена.

Давление рабочего газа (аргона) определенным образом влияет на микроструктуру осаждаемых покрытий. Увеличение давления инертного газа

в камере способствует увеличению столкновений, уменьшая направленность падающих ионов. Было показано, что при повышении давления наблюдается увеличение глубины зоны 1 [19] (рис. 1.16).

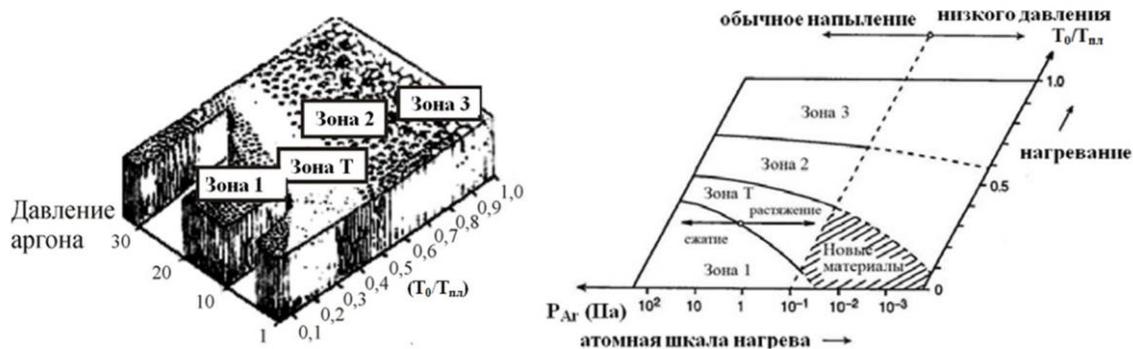


Рисунок 1.16 – Модель Торнтона [20]

Глава 2. Экспериментальное оборудование и методы исследования

2.1 Вакуумная ионно-плазменная установка

Для нанесения хромовых покрытий использовалась экспериментальная ионно-плазменная установка, представленная на рис. 2.1. Она была разработана и изготовлена в научно-образовательном центре Б.П. Вейнберга ТПУ и предназначена для ионно-плазменной обработки поверхности твёрдых тел.



Рисунок 2.1 – Экспериментальная ионно-плазменная установка

Экспериментальная установка состоит из вакуумной камеры, оборудованной комплектом магнетронов, ионным источником, планетарным подложкодержателем на 8 образцов, ВЧ источником плазмы, системой нагревателей и системой подачи рабочих газов (Ar, O₂, N₂). Вакуумная схема установки представлена на рис. 2.2.

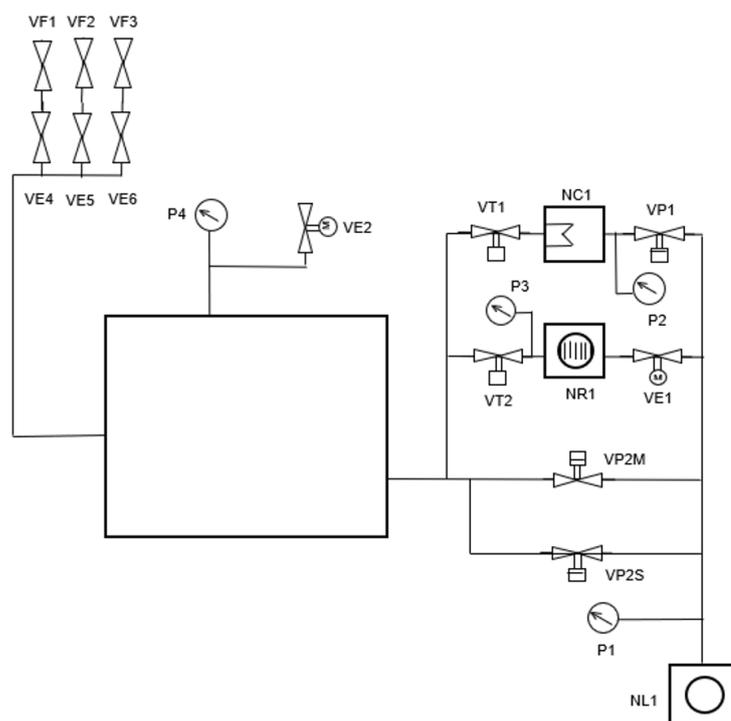


Рисунок 2.2 – Вакуумная схема ионно–плазменной установки: **P1** – вакуумметр Пирани терморезистивный цифровой (ВТРЦ-ДТВ); **P2, P3, P4** – широкодиапазонные вакуумметры (Edwards WRG-S); **VE1** – электромагнитный клапан (SMC XLS – 25); **VE2** – электромагнитный клапан напуска газов (SMC XSA1-12S-5G2); **VP1** – пневматический клапан (SMC XLD-40-M9NLA-01); **VP2M + VP2S** – пневматический клапан (Multifunction spool valve iso 24g001); **VF1, VF2, VF3** – регуляторы расхода газа (PPГ); **VT1, VT2** – сверхвысоковакуумные шиберные затворы с пневматическим приводом (CBVAC CCQ-160B (ISO-F)); **NR1** – турбомолекулярный насос (Shimadzu TMP-403LM); **NC1** – криогенный насос (Cryo Torr 8f); **NL1** – спиральный насос (Iwata ISP-250C)

Порядок работы на данной установке следующий:

1. Включить форвакуумный насос NL1 и открыть клапан с меньшим сечением VP2S. Откачку производить до давления 10^4 Па, фиксируемое датчиком P4.
2. Открыть клапан VP2M. Откачку производить до давления 50 Па, фиксируемое датчиком P4.

3. Закрыть клапаны VP2S и VP2M.
4. Открыть клапан VE1, выполнить откачку турбомолекулярного насоса до 50 Па (по датчику P3) и включить воду и турбомолекулярный насос NR1.
5. Если разница давления (P4-P3) меньше 100 Па, то открыть затвор VT2, откачку производить до давления 10^{-1} Па, фиксируемое датчиком P4.
6. Закрыть затвор VT2 и открыть затвор VT1. С помощью криогенного насоса произвести откачку до давления $3 \cdot 10^{-3}$ Па по датчику P4;
7. Закрыть затвор VT1 и открыть затвор VT2, поддерживая рабочее давление в камере турбомолекулярным насосом.
8. Установка готова к старту технологического процесса.

2.2 Магнетронная распылительная система

Несмотря на то, что получение хромовых покрытий, служащих в качестве защитной оболочки ТВЭЛов, возможно с помощью различных методов (холодное газодинамического напыление (ХГН), дуговое испарение и т.д.), наиболее перспективным является магнетронное распыление. В то же время магнетронные системы имеют множество конфигураций в зависимости от формы мишени, магнитной системы и источника напряжения. Магнетроны характеризуются большим количеством параметров напыления, выбор которых является важным для процесса формирования покрытий и их свойств.

В виду огромного количества ядерных реакторов и необходимости в их обеспечении безопасными покрытиями, рассматриваются различные методы по увеличению скорости получения защитных покрытий. Существует два способа для увеличения скорости осаждения хромовых покрытий. Первый способ заключается в увеличении плотности мощности мишени и использовании многокатодной распылительной системы (например, дуальная или магнетронная система с замкнутым полем с 4 катодами).

Второй способ – использование магнетрона с “горячей” мишенью, который обладает большой скоростью осаждения благодаря одновременному распылению и сублимации мишени. При больших плотностях мощности поток сублимирующих частиц будет преобладать над потоком распыленных частиц, что может привести к образованию пористых покрытий.

Сравнение данных методов приведено в работе [26]. Было показано, что с помощью дуального магнетронного распыления получают более стойкие к окислению покрытия за счет их большей плотности. В настоящей работе было использовано объединение упомянутых выше методов с целью определения стойкости покрытий, полученных дуальным магнетронным распылением горячей Cr мишени, к окислению.

В работе была использована экспериментальная схема, представленная на рис. 2.3. Перед напылением камера прогревалась для обеспечения более высокого вакуума. Ионная очистка производилась при помощи ионного источника. При напылении осуществлялось планетарное вращение подложки со скоростью 1,25 об/мин. Расстояние между магнетроном и подложкой было порядка 10 см.

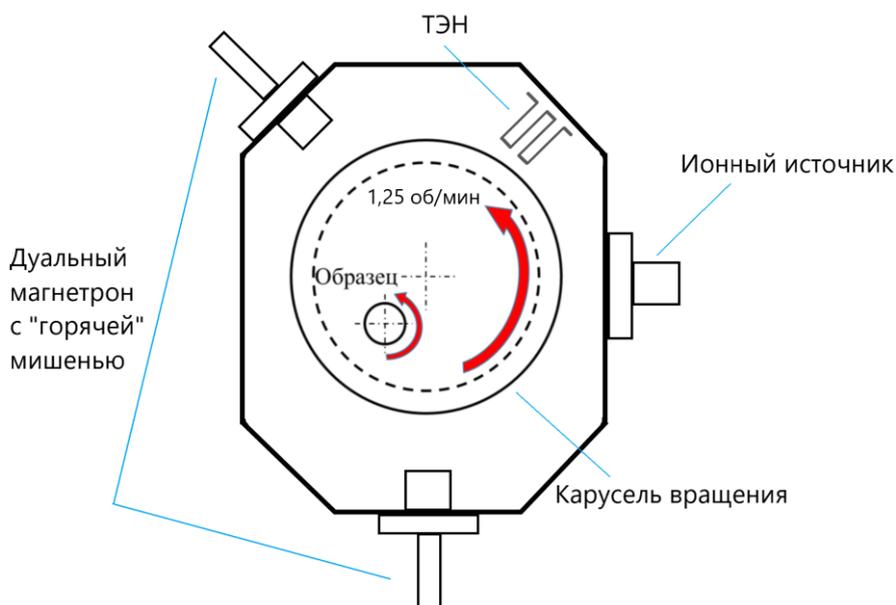


Рисунок 2.3 – Схема экспериментальной установки

2.3 Методика пробоподготовки подложек

Для пробоподготовки образцов из сталей, сплавов и других материалов применяются полировально-шлифовальные машины. В настоящей работе для пробоподготовки подложек из стали и циркония использовалась полировально-шлифовальная машина МР-1В. Фотография этой машины представлена на рис. 2.4.



Рисунок 2.4 - Полировально-шлифовальная машина МР-1В

Экспериментальные образцы шлифуют до устранения неровностей поверхности. При шлифовке последовательно применяют менее грубые материалы, чтобы свести к минимуму нарушения поверхности образца. Пробоподготовка подложек подразделяется на два этапа.

Изначально осуществляется механическая пробоподготовка образцов, которая предполагает шлифовку образцов на специальной шлифовальной бумаге с различной зернистостью: последовательно Р400, Р600, Р1200, Р2500. Затем при помощи полировального диска и алмазных суспензий с размером зерна 3 мкм и 1 мкм. Таким образом, шероховатость поверхности подложек уменьшается – поверхность становится более гладкой.

После этого осуществляется обезжиривание образцов, порядок его проведения следующий: 1) кипячение подложки в растворе флаттера (3 г

флаттера на 100 мл воды) в течение 8 минут; 2) последовательное погружение подложки в заранее приготовленную воду с температурой 50 – 60 °С и холодную воду; 3) промывка подложки проточной водой в течение 7 минут; 4) кипячение и сушка подложки в парах спирта; 5) после этого, образец помещается в печь атмосферного типа, нагретую до температуры 106 °С, и выдерживается там не менее 10 мин с целью окончательного удаления паров воды и спирта с поверхности образцов.

2.4 Измерение толщины покрытий

Измерение толщины полученных покрытий происходило методом сферического шлифа с помощью прибора Calotest CAT-S0000 (CSEM, Швейцария). Схема данного метода изображена на рис. 2.5.

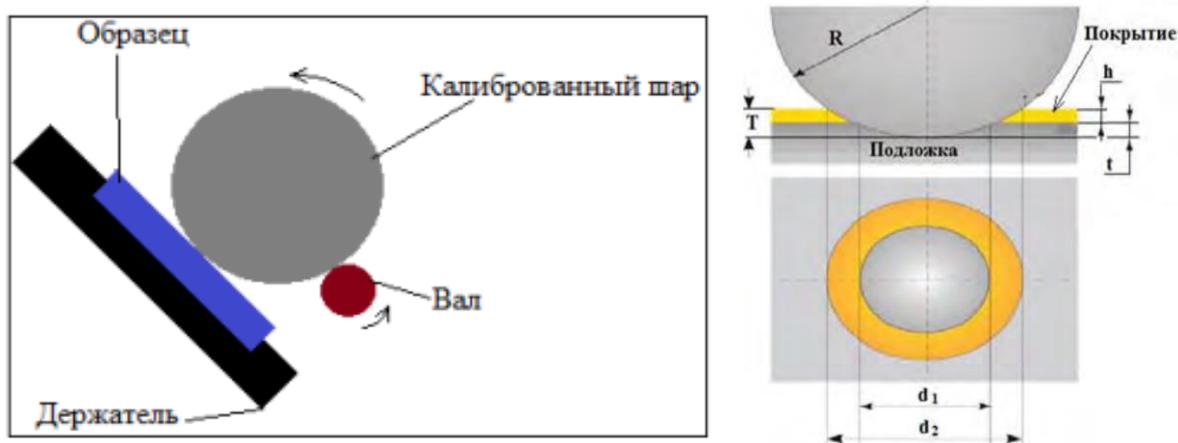


Рисунок 2.5 – Схема прибора для измерения толщины покрытия (слева); принцип метода сферического шлифа (справа): R – радиус шара, T – глубина сферического кратера, t – глубина кратера в материале подложки, h – толщина покрытия [12]

Калибровочный шар диаметром 1 дюйм помещается на образец, закрепленный с помощью специального держателя. На шар наносится небольшое количество алмазной суспензии (9 мкм). Вращение шара обеспечивается с помощью вращения вала (рис. 2.5). Контактная нагрузка и положение шара относительно образца остаются постоянными. Толщина

подложки при использовании данного метода определяется следующим образом:

$$h = T - t, \quad (2.1)$$

где T – глубина сферического кратера, t – глубина кратера в материале подложки, которые определяются с помощью следующих формул:

$$T = R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - d_2^2}, \quad (2.2)$$

$$t = R - \frac{1}{2}\sqrt{4R^2 - d_1^2}. \quad (2.3)$$

Тогда уравнение (2.1) примет вид:

$$h = \frac{1}{2}\left(\sqrt{4R^2 - d_2^2} - \sqrt{4R^2 - d_1^2}\right). \quad (2.4)$$

2.5 Высокотемпературное окисление на воздухе

Атмосферная печь ATS 3210 (Applied Test Systems Inc., Butler, the USA) (рис. 2.6) была использована для проведения высокотемпературных тестов на окисление с изотермической выдержкой при 1100 °С в течение 20 – 80 минут. В качестве держателей образцов использовались трубки из оксида алюминия. Образцы нагревались до температуры 1100 °С со скоростью ~25 °С/мин, а затем выдерживались в течение 20, 40 и 80 мин. После этого, камера печи открывалась и образцы охлаждались естественным образом до комнатной температуры (~22 °С/мин). Образцы обязательно фотографировались до и после проведения тестов на окисление.



Рисунок 2.6 – Атмосферная печь ATS 3210

2.6 Анализ кристаллической структуры

Для определения структуры исследуемого образца с использованием набора измеренных дифракционных данных обычно используется модель эксперимента XRD (X-ray diffraction, метод рентгеновской дифракции), где учитываются эффекты взаимодействия зондирующего излучения с образцом. Теоретический анализ, основанный на сравнении математической модели с экспериментальными данными, позволяет рассчитать структурные характеристики образца. Кристаллы представляют собой регулярные массивы атомов, в то время как рентгеновские лучи можно рассматривать как волны электромагнитного излучения. Кристаллические атомы рассеивают падающие рентгеновские лучи, в первую очередь, за счет взаимодействия с электронами атомов. Это явление известно как упругое рассеяние; электрон будет являться частицей вызывающее это рентгеновское излучение. Регулярный массив электронов создает регулярный массив сферических волн. В большинстве направлений эти волны нейтрализуют друг друга посредством деструктивной интерференции, однако они конструктивно складываются в нескольких конкретных направлениях, как это определено законом Брэгга. На рис. 2.7 изображена система плоскостей, характеризующая межплоскостным расстоянием d . Каждая плоскость отражает луч под одним и тем же углом θ , так как рентгеновские лучи распространяются в веществе практически без преломления.

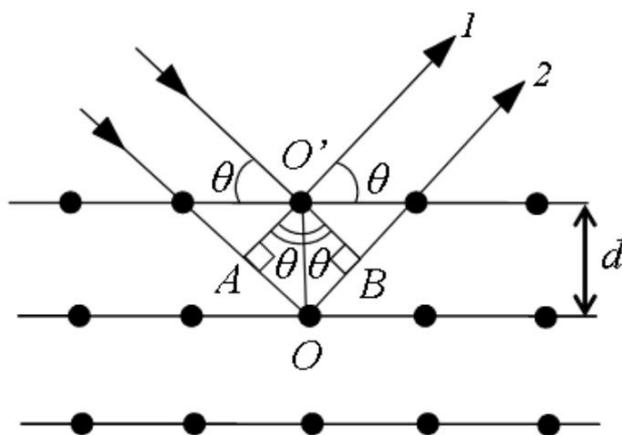


Рисунок 2.7 – Схема падения и отражения рентгеновского луча [22]

При отражении лучи могут интерферировать в том случае, если их разность хода (АОВ) будет равна целому числу длин волн $\Delta(\text{АОВ}) = n\lambda$. Из прямоугольных треугольников $\text{АОО}'$ и $\text{ВОО}'$ видно, что $\text{АОВ} = 2d \cdot \sin\theta$. Следовательно, условие дифракции рентгеновских лучей (Вульфа – Брэггов) будет иметь вид:

$$2d \cdot \sin(\theta) = n \cdot \lambda, \quad (2.5)$$

где n – порядок отражения ($n = 1, 2, 3$). Принципиальная схема дифрактометра показана на рис. 2.8.

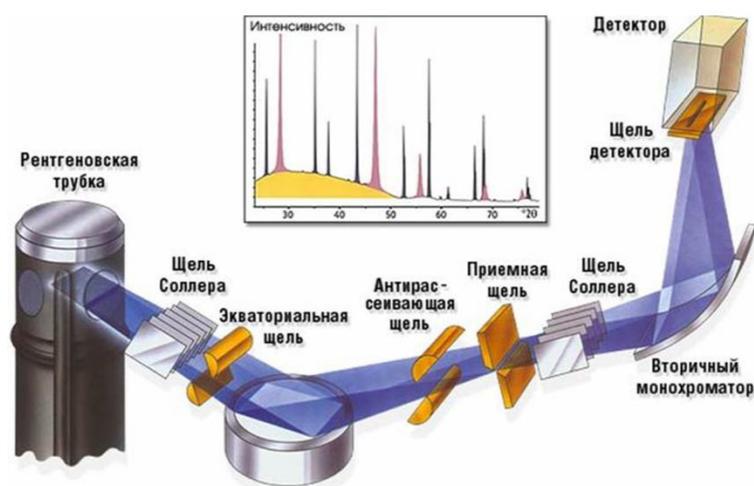


Рисунок 2.8 – Принципиальная схема дифрактометра [22]

Главные компоненты дифрактометра: рентгеновская трубка и детектор. Они размещаются на подвижном устройстве, называемом гониометром. Это система точной установки и отслеживания угла излучения по отношению к поверхности образца. Одно плечо гониометра задает угол облучения образца рентгеновской трубкой, другое определяет угол брэгговского отражения излучения от образца (детектируемый сигнал). Детектор непрерывно во время движения (при изменении угла) регистрирует интенсивность рентгеновского излучения. Остальные части оптической схемы дифрактометра придают излучению такие свойства, чтобы оптимизировать его для решения тех или иных задач дифрактометрических исследований. В данном исследовании использовался рентгеновский

дифрактометр XRD-7000S. Фото данного дифрактометра представлена на рис. 2.9.



Рисунок 2.9 – Рентгеновский дифрактометр XRD-7000S [22]

2.7 Анализ микроструктуры

Анализ микроструктуры образцов проводился с помощью сканирующей электронной микроскопии. Сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) – это прибор, предназначенный для получения увеличенного изображения объекта путем сканирования по объекту сфокусированным пучком электронов (его диаметр обычно не более 10 нм) и регистрации детектором сигнала, возникающего в результате взаимодействия электронов с веществом [23]. Принципиальная схема СЭМ приведена на рис. 2.10.

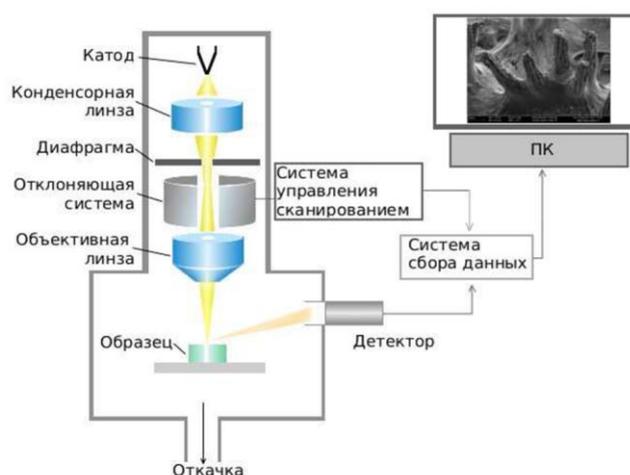


Рисунок 2.10 – Принципиальная схема СЭМ [23]

В результате взаимодействия ускоренных электронов с веществом происходит ряд процессов, которые приводят к выходу из исследуемого образца электронов или квантов электромагнитного излучения. Основными сигналами, которые регистрируются в СЭМ, являются вторичные электроны, отраженные электроны и рентгеновское излучение. Основным режимом работы микроскопа является регистрация вторичных электронов (вторичные электроны выходят с небольшой глубины $\sim 1 - 10$ нм), т.к. интенсивность их сигнала наибольшая.

Глава 4. “Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение”

4.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Данная работа посвящена изучению стойкости циркониевых оболочек с хромовым покрытием к окислению. Получение хромовых покрытий осуществляется с помощью дуального магнетронного диода с “горячей” мишенью.

Активная зона водо-водяных реакторов состоит из тепловыделяющих сборок (ТВС), которые в свою очередь состоят их тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ), в которых размещается ядерное топливо в виде таблеток. Материалы внутри активной зоны ядерного реактора подвергаются воздействию чрезвычайно суровых условий эксплуатации из-за сочетания высокой температуры, высокого механического напряжения, химически агрессивного теплоносителя и сильного радиационного воздействия. В случае аварии с потерей теплоносителя (Фокусима, 2011 г.) в результате пароциркониевой реакции происходит разрушение оболочек ТВЭЛов. Хромовые покрытия позволяют ограничить взаимодействие материала оболочки с водяным паром при нормальных условиях эксплуатации, а также в случае аварии.

Потенциальными потребителями являются организации, связанные с атомной энергетикой (в том числе и государственные), которые могут внедрить нанесение хромовых покрытий в производственный цикл получения ТВЭЛов.

4.2 Анализ конкурентных технических решений

Анализ конкурентных решений проводится при помощи оценочной карты. Для этого были определены 2 конкурента на рынке: получение

хромовых покрытий с помощью магнетрона с “холодной” мишенью (B_1), получение хромовых покрытий гальваническим методом (B_2).

Расчет показателя конкурентоспособности производился по следующей формуле:

$$K = \sum_i B_i \cdot V_i, \quad (4.1)$$

где K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента; V_i – вес показателя (в долях единицы); B_i – балл i -го показателя.

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки. Для этого была составлена оценочная карта (таблица 4.1) Обозначения в таблице: индекс ϕ – рассматриваемый метод, индекс $k1$ – метод конкурента B_1 , индекс $k2$ – метод конкурента B_2 .

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		B_ϕ	B_{k1}	B_{k2}	K_ϕ	K_{k1}	K_{k2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Производительность	0,25	5	3	4	1,25	0,75	1
2. Простота методики получения покрытий	0,1	5	5	5	0,5	0,5	0,5
3. Надёжность	0,1	4	4	4	0,4	0,4	0,4
4. Качество покрытий	0,2	4	5	2	0,8	1	0,4
5. Возможность автоматизации	0,1	5	5	3	0,5	0,5	0,3
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Предполагаемый срок	0,07	5	5	4	0,35	0,35	0,28

эксплуатации							
2. Стоимость технологии	0,05	3	4	5	0,15	0,2	0,25
3. Послепродажное обслуживание	0,04	5	5	3	0,2	0,2	0,12
4. Конкурентоспособность продукта	0,05	5	4	3	0,25	0,2	0,15
5. Уровень проникновения на рынок	0,04	5	5	4	0,2	0,2	0,16
Итого	1	46	45	39	4,6	4,3	3,56

Согласно вышеприведенному расчету видно, что предлагаемая нами технология нанесения хромовых покрытий имеет более высокий показатель конкурентоспособности (4,6). Это обусловлено следующим рядом факторов: технология безопасна, проста в эксплуатации и надёжна, а также имеет высокую производительность.

4.3. SWOT – анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта. Результаты исследования приведены в SWOT-анализе (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – SWOT-анализ

	<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>С1. Высокая производительность</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Недостаточная инструментальная база для проведения измерений</p> <p>Сл2. Отсутствие достаточного</p>
--	---	--

	технологии; С2. Простая методика получения хромовых покрытий;	финансирования; Сл3. Использование устаревшего оборудования для исследования;
Возможности: В1. Использование инновационной структуры ТПУ; В2. Повышение стоимости конкурентных разработок.	1. Получение результатов НТИ 2. Продвижение НТИ на рынок	1. Поиск дополнительного финансирования в виде грантов и др. 2. Повышение квалификации кадров у потенциальных потребителей 3. Приобретения необходимого оборудования либо использование инновационной инфраструктуры ТПУ
Угрозы: У1. Отсутствие спроса на технологию; У2. Уменьшение финансирования исследования; У3. Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции.	1. Продвижение технологии с целью создания спроса 2. Сертификация и стандартизация продукта	2. Повышение квалификации кадров у потенциальных потребителей 3. Приобретение необходимого оборудования либо использование инновационной инфраструктуры ТПУ

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

Приведённый анализ показал, что технология, находясь на этапе разработки, имеет хорошие шансы на коммерциализацию, с учетом проявляемого интереса партнеров и удачных исследований.

4.4 Планирование научно-исследовательских работ

4.4.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

В данном разделе необходимо составить перечень этапов и работ в рамках проведения научного исследования, провести распределение исполнителей по видам работ. Порядок составления этапов и работ, распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 4.3.

Таблица 4.3 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ работ	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследования	2	Подбор и изучение материалов по теме	Инженер
	3	Выбор направления исследования	Руководитель
	4	Календарное планирование	Руководитель, инженер

Теоретические и экспериментальные исследования	5	Проведение теоретических обоснований	Инженер
	6	Подготовка образцов для исследования	Инженер
	7	Проведения эксперимента	Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Оценка эффективности полученных результатов	Руководитель, инженер
	9	Определение целесообразности проведения	Руководитель, инженер
Разработка технической документации и проектирование	10	Оценка эффективности производства и применения проектируемого изделия	Руководитель, инженер
	11	Составление пояснительной записки	Инженер

4.4.3 Разработка графика проведения научного исследования

Диаграмма Ганта является наиболее удобным и наглядным способом представления графика проведения работ и представляет собой отрезки, размещенные на горизонтальной шкале времени. Каждый отрезок соответствует отдельной задаче или подзадаче. Начало, конец и длина отрезка на шкале времени соответствуют началу, концу и длительности задачи.

Длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}, \quad (4.2)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -ой работы в календарных днях;

T_{pi} – продолжительность выполнения i -ой работы в рабочих днях;

$k_{\text{кал}}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (4.3)$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году;

$T_{\text{вых}}$ – количество выходных дней в году;

$T_{\text{пр}}$ – количество праздничных дней в году.

Коэффициент календарности составляет:

$$k_{\text{кал.рук}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} = 1,22. \quad (4.4)$$

Продолжительность выполнения i -ой работы:

$$T_{ki} = 8 \cdot 1,22 = 9,76 \approx 10 \text{ раб. дн.} \quad (4.5)$$

Календарный план-график проведения НИОКР по теме представлен в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Календарный план-график проведения НИОКР

№	Вид работ	Тк, кал. дн.	Исполнитель	Продолжительность выполнения работ												
				Февр.			Март			Апр.			Май			
				1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
1	Составление ТЗ	5	Руководитель	■												
		5	Инженер	■												
2	Изучение литературы по теме	18	Инженер	■	■	■										
3	Подбор режимов работы	13	Руководитель			■	■									
		13	Инженер			■	■									
4	Календарное планирование	8	Руководитель				■	■								
		8	Инженер				■	■								
5	Осаждение покрытий	18	Руководитель					■	■	■						
		18	Инженер					■	■	■						
6	Измерение полученных покрытий	15	Руководитель							■	■	■				
		15	Инженер							■	■	■				
7	Анализ полученных результатов	5	Руководитель										■	■		
		10	Инженер										■	■		
8	Оценка эффективности и результатов	5	Руководитель											■	■	
		5	Инженер											■	■	
9	Составление пояснительной записки	30	Инженер												■	■
Итого		122														

4.5 Бюджет научно-технического исследования

При планировании бюджета научного исследования учитывается полное и достоверное отражение всех видов планируемых расходов, необходимых для его выполнения. В процессе формирования бюджета НИИ используется следующая группировка затрат по статьям:

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

4.5.1 Расчет материальных затрат НТИ

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. В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5 % от цены).

Таблица 4.5 – Сырье, материалы, комплектующие изделия

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Мишень Cr	Cr, 99,9 %	2	24 000	48 000
Кремний Si	Si	1	1 000	1 000
Баллон аргона	Ar, 99,9 %	1	9 000	9000
Всего за материалы				58 000
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%)				2 900
Итого				60 900

4.5.2 Затраты на специальное оборудование для научных работ

При выполнении ВКР было использовано оборудование, которое уже имелось в ТПУ, а именно: вакуумная установка и персональный компьютер.

Данный вид оборудования не учитывался в материальных затратах, так как был приобретен заранее, при оснащении лаборатории.

Проведем расчет амортизации использованного оборудования на примере персонального компьютера. Первоначальная стоимость 30 000. Срок полезного использования составляет от 2 лет и 1 месяца до 6 лет. Время работы на всем оборудовании не превышало 1 месяца за все время исследования.

Расчет нормы амортизации:

$$H_a = \frac{1}{n} \cdot 100\% = \frac{1}{6} \cdot 100\% = 16,7\%, \quad (4.6)$$

где H_a – норма амортизации в процентах; n – срок полезного использования в годах.

Годовые амортизационные отчисления:

$$A_r = 30\,000 \cdot 0,167 = 5010 \text{ руб.} \quad (4.7)$$

Ежемесячные амортизационные отчисления:

$$A_M = \frac{5010}{12} = 417,5 \text{ руб.} \quad (4.8)$$

Итоговая сумма амортизации основных средств:

$$A = 417,5 \cdot 1 = 417,5 \text{ руб.} \quad (4.9)$$

Результаты расчета амортизационных отчислений для всего оборудования представлены в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Расчет амортизационных отчислений

Наименование	Первоначальная цена, руб.	Норма амортизации, %	Годовые амортизационные отчисления, руб.	Ежемесячные амортизационные отчисления, руб.	Затраты, руб.
Вакуумная	8 000 000	20	1 600 000	133 333,3	133 333,3

установка					
Персональный компьютер	30 000	16,7	5 010	417,5	417,5
Итого					133 750,8

Таким образом, амортизационные затраты на специальное оборудование в ходе научного исследования в сумме на специальное оборудование (вакуумная установка, персональный компьютер) составили 133750,8 рублей.

4.5.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме и дополнительная заработная плата научно-производственного персонала. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы. Баланс рабочего времени и расчет основной заработной платы представлены в таблице 4.7 и 4.8, соответственно.

Таблица 4.7 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
– выходные дни	90	90
– праздничные дни	28	28
Потери рабочего времени		
– отпуск	28	28
– невыходы по болезни	-	-
Действительный годовой фонд	219	219

рабочего времени		
------------------	--	--

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИИ, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.10)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата, $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата.

Основная заработная плата $Z_{осн}$ руководителя рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = Z_{дн} \cdot T_{раб}, \quad (4.11)$$

где $T_{раб}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн., $Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_M \cdot M}{F_d}, \quad (4.12)$$

где Z_M – месячный должностной оклад работника, руб., M – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 28 раб. дней $M=11,08$ месяца, 5-дневная неделя, F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала (в рабочих днях).

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_M = Z_{ТС} \cdot k_p, \quad (4.13)$$

где $Z_{ТС}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.; k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томской области).

Таблица 4.8 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{ТС}$, руб.	k_p	Z_M	$Z_{дн}$	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	37 700	1,3	49 010	2 479,6	69	171 092,4
Инженер	13 900	1,3	18 070	914,2	122	111 535,6
Итого $Z_{осн}$						282 628

4.5.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10 – 15% от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы. Таким образом, сумма основной заработной платы участников проекта и дополнительной будет составлять статью затрат расходов на зарплату:

$$C_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (4.14)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата, руб., $Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата, по следующей формуле:

$$Z_{доп} = k_{доп} + Z_{осн}, \quad (4.15)$$

где $k_{доп}$ – коэффициент дополнительной зарплаты (на стадии проектирования принимаем равным 0,15).

Таблица 4.9 – Дополнительная заработная плата исполнителей НТИ

Заработная плата	Руководитель	Инженер
Основная заработная плата	171 092,4	111 535,6
Дополнительная заработная плата	25 663,9	16 730,3
Заработная плата исполнителей	196 756,3	128 265,9
Итого по статье, руб.	325 022,2	

4.5.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется по формуле:

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

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

Общая ставка взносов составляет в 2022 году – 30%.

$$Z_{\text{внеб}} = 0,30 \cdot 325\,022,2 = 97\,506,7 \text{ руб.}$$

4.5.6 Накладные расходы

Накладные расходы – это затраты на управление и хозяйственное обслуживание и расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. Что порядка 15% от заработной платы. Суммарно накладные расходы составляют 48 753,3 рублей.

4.5.7 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Расчет бюджета затрат НИИ представлен в таблице 4.10. Из таблицы видно, что наибольшая часть средств расходуется на заработную плату исполнителям.

Таблица 4.10 – Бюджет затрат НИИ

Наименование статьи	Сумма, руб.	Удельный вес, %
Материальные затраты	60 900	9,15
Затраты на специальное оборудование	133 750,8	20,08
Затраты на основную заработную плату	282 628	42,44
Затраты на дополнительную заработную плату	42 394,2	6,37

Страховые взносы	97 506,7	14,64
Накладные расходы	48 753,3	7,32
Бюджет затрат НИИ	665 933	100

4.6 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

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

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\Phi}^P = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\max}} = \frac{665\,933}{665\,933} = 1, \quad (4.17)$$

$$I_{\Phi}^{a1} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\max}} = \frac{600\,000}{665\,933} = 0,90, \quad (4.18)$$

$$I_{\Phi}^{a2} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\max}} = \frac{500\,000}{665\,933} = 0,75, \quad (4.19)$$

где I_{Φ}^P - интегральный финансовый показатель разработки; Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{\max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки показывает, что стоимость разработки больше стоимости конкурентов.

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

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (4.20)$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки; a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки; b_i – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания.

Далее в таблице 4.11 представлена сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта, где аналог 1 – получение хромовых покрытий с помощью магнетрона с “холодной” мишенью, а аналог 2 – получение хромовых покрытий гальваническим методом.

Таблица 4.11 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Объект исследования	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1	Аналог 2
Критерии				
1. Производительность	0,35	5	3	4
2. Простота методики получения покрытий	0,1	5	5	5
3. Надёжность	0,15	4	4	4
4. Качество покрытий	0,3	4	5	2
5. Возможность автоматизации	0,1	5	5	3
Итого	1	24	22	18

$$I_m^P = 0,35 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,3 \cdot 4 + 0,1 \cdot 5 = 4,55, \quad (4.21)$$

$$I_m^{a1} = 0,35 \cdot 3 + 0,1 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,3 \cdot 5 + 0,1 \cdot 5 = 4,15, \quad (4.22)$$

$$I_m^a = 0,35 \cdot 4 + 0,1 \cdot 5 + 0,15 \cdot 4 + 0,3 \cdot 2 + 0,1 \cdot 3 = 3,40, \quad (4.23)$$

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

$$I_{финр}^P = \frac{I_m^P}{I_\phi^P} = \frac{4,55}{1} = 4,55, \quad (4.24)$$

$$I_{\text{финр}}^{a1} = \frac{I_m^{a1}}{I_{\phi}^{a1}} = \frac{4,15}{0,90} = 4,61, \quad (4.25)$$

$$I_{\text{финр}}^{a2} = \frac{I_m^{a2}}{I_{\phi}^{a2}} = \frac{3,4}{0,75} = 4,53. \quad (4.26)$$

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

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр}}^{\text{P}}}{I_{\text{финр}}^{\text{ai}}}, \quad (4.27)$$

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

В таблице 4.12 представлена сравнительная эффективность разработки, где аналог 1 – получение хромовых покрытий с помощью магнетрона с “холодной” мишенью, а аналог 2 – получение хромовых покрытий гальваническим методом.

Таблица 4.12 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Разработка	Аналог 1	Аналог 2
1	Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,74	0,55
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,55	4,15	3,40
3	Интегральный показатель эффективности	4,55	4,61	4,53
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	0,99	1	0,98

Видно, что сравнительная эффективность используемого метода разработки такая же как у аналогов. Но в долгосрочной перспективе данный метод получения хромовых покрытий более выгоден благодаря качеству и скорости получаемых покрытий.

Выводы по разделу “Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение”

Была проведена оценка коммерческого потенциала и перспективности научного исследования. Разработка была также рассмотрена с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения в сравнении с существующими на рынке конкурентами. С помощью SWOT-анализа были определены сильные и слабые стороны проекта, а также изучены рыночные возможности и угрозы. Помимо этого, в данном разделе разработан поэтапный план проведения научно-исследовательских работ с привязкой к исполнителю. На основе этого плана был разработан график работы, спланирован бюджет проекта.

Глава 5. Социальная ответственность

Введение

Основная задача данного раздела – осветить вопросы, связанные с обеспечением нормативных условий труда, а именно: санитарно-гигиенических условий, пожарной безопасности, а также защиты от опасных производственных факторов. Важным условием является согласование данных действий с нормативными документами, действующими на территории Российской Федерации.

Настоящая дипломная работа посвящена осаждению хромовых покрытий с использованием дуального магнетронного диода с “горячей” мишенью. Эксперименты производились на вакуумной установке, состоящей из источника электромагнитного излучения, персональной электронно-вычислительной машины (ПЭВМ), баллонов со сжатым газом аргоном, форвакуумного пластинчато-роторного, турбомолекулярного и криогенного насосов, и блоков питания высокого напряжения. Следовательно, для внедрения определенных правил и мер предосторожности требуется разработать комплекс мероприятий технического, организационного, режимного и правового характера, минимизирующих негативные последствия.

Согласно [42] к выполнению работы на вакуумных системах допускается работник не моложе 18 лет, прошедший медицинский осмотр и не имеющий противопоказаний по состоянию здоровья, имеющий необходимую теоретическую и практическую подготовку, получивший необходимые практические навыки по выполнению работ на вакуум-формовочной машине и прошедший вводный и первичный на рабочем месте инструктажи по охране труда.

Работник, независимо от квалификации и стажа работы, не реже одного раза в три месяца должен проходить повторный инструктаж по

охране труда; в случае нарушения требований безопасности труда, при перерыве в работе более чем на 30 календарных дней, он должен пройти внеплановый инструктаж.

Для того чтобы работник был допущен к самостоятельной работе на вакуум-формовочной машине, он должен пройти стажировку под руководством более опытного работника для приобретения практических навыков работы на станке. Работник, показавший неудовлетворительные навыки и знания правил безопасности при работе на вакуум-формовочной машине, к самостоятельной работе не допускается.

5.1. Компоновка рабочей зоны исследователя

В этом разделе рассмотрены различные аспекты вопросов, тесно связанных с созданием рабочего места в полном соответствии с существующими нормами техники производственной безопасности, нормами санитарии и требованиями по охране окружающей среды [32, 33].

Помещение № 101 научного парка ТПУ, расположенное по адресу: проспект Ленина 2, строение 33, имеет линейные размеры 14,5×9,5 м и высоту 3 м. В аудитории есть четыре окна размерами 1,8×1,5 м, которые обеспечивают достаточное проникновение солнечного света.

Экспериментальные работы заключались в получении хромовых покрытий с помощью дуального магнетронного диода с “горячей” мишенью на вакуумной установке. Установка оснащена тремя насосами для откачки (пластинчато-роторный, турбомолекулярный и криогенный). После прогрева камеры и ионной очистки производился процесс напыления в плазме магнетронного разряда. В качестве рабочего газа был использован газ аргон.

5.2. Анализ вредных и опасных производственных факторов

Для идентификации потенциальных факторов был использован [34]. Перечень опасных и вредных факторов, характерных для проектируемой производственной среды и соответствующие им нормативные документы представлены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Нормативные документы	Факторы (ГОСТ 12.0.003-2015)	Нормативные документы
1. Отклонение показателей микроклимата	Требования к допустимым параметрам микроклимата регулируются СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [35].	3. Недостаточная освещенность рабочей зоны	Требования к освещению устанавливаются СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*[40].
2. Превышение уровня шума и вибрации	Требования к допустимым уровням шума приводятся в СН 2.2.4/2.1.8.562–96. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории застройки [38]. СН 2.2.4/2.1.8.566 Санитарные нормы. Производственная вибрация, вибрация в помещениях	4. Опасность поражения электрическим током	Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты. ГОСТ 12.1.019-2017 [41]

	жилых и общественных зданий [39].		
--	-----------------------------------	--	--

Работая на вакуумной установке возможно воздействие вредных и опасных факторов, негативно влияющих на здоровье сотрудников. К первой группе факторов можно отнести микроклимат помещения, шум, освещение рабочей зоны. В качестве второй группы факторов необходимо рассмотреть возможность поражения электрическим током и работу с баллонами.

5.2.1. Анализ вредных факторов

Основные параметры, характеризующие условия труда это: микроклимат, шум, вибрация, освещённость.

Микроклимат

Воздух рабочей зоны (микроклимат) производственных помещений определяют следующие параметры: температура, относительная влажность, скорость движения воздуха.

Оптимальные и допустимые значения характеристик микроклимата приведены в таблице 5.2. Допустимые микроклиматические не вызывают повреждений или нарушений состояния здоровья, но могут приводить к возникновению общих и локальных ощущений теплового дискомфорта, напряжению механизмов терморегуляции, ухудшению самочувствия и понижению работоспособности [35].

Таблица 5.2 – Оптимальные и допустимые параметры микроклимата [35]

Период года	Температура, °С	Относительная влажность,	Скорость движения воздуха, м/с
-------------	--------------------	-----------------------------	-----------------------------------

			%	
Холодный	Оптимальные параметры	22-24	40-60	0,1
	Допустимые параметры	20-22 / 24-25	15-40 / 60-75	0,1
Тёплый	Оптимальные параметры	23-25	40	0,1
	Допустимые параметры	21,23 / 25-28	15-40 / 40-75	0,1

К мероприятиям по оздоровлению воздушной среды в производственном помещении относятся: правильная организация вентиляции и кондиционирования воздуха, отопление помещений. Вентиляция может осуществляться естественным и механическим путём. Согласно [43] кратность воздухообмена аудитории, учебных кабинетов, лабораторий равна 2 с^{-1} в 1 час, при условии минимального расхода наружного воздуха на 1 человека не менее $20 \text{ м}^3/\text{ч}$.

На установке предусмотрена принудительная вытяжка из вакуумного насоса.

Система отопления должна обеспечивать достаточное, постоянное и равномерное нагревание воздуха. В помещениях с повышенными требованиями к чистоте воздуха должно использоваться водяное отопление. Параметры микроклимата в используемой лаборатории регулируются системой центрального отопления, и имеют следующие значения: влажность – 40%, скорость движения воздуха – 0,1 м/с, температура летом – 20-25 °С, зимой – 13- 15 °С. В лаборатории вентиляция осуществляется механическим путём.

Расчет вентиляции

Расчет вентиляции производится по формуле:

$$L = k \cdot V. \quad (5.1)$$

где L – расход воздуха, м³/ч; k – кратность воздухообмена, ч⁻¹; V – объем помещения, м³.

Площадь помещения составляет:

$$S = 14,5 \cdot 9,5 = 137,75 \text{ м}^2. \quad (5.2)$$

Высота потолков 3 м. Отсюда следует, объем помещения:

$$V = 137,75 \cdot 3 = 413,25 \text{ м}^3. \quad (5.3)$$

Таким образом:

$$L = 2 \cdot 413,25 = 826,5 \text{ м}^3/\text{ч}. \quad (5.4)$$

Необходимый расход воздуха обеспечивает радиальный вентилятор ВЦ 4-70(М)-2,5 производительностью 380 – 880 м³/ч [48].

Параметры микроклимата в помещении соответствуют нормам [35, 43].

Шум и вибрация

Шум и вибрация ухудшают условия труда, оказывают вредное воздействие на организм человека, а именно, на органы слуха и на весь организм через центральную нервную систему. В результате этого ослабляется внимание, ухудшается память, снижается реакция, увеличивается число ошибок при работе. Шум может создаваться работающим оборудованием, установками кондиционирования воздуха, осветительными приборами дневного света, а также проникать извне.

Уровни шума на рабочих местах пользователей персональных компьютеров не должны превышать значений, утвержденных [38].

В таблице 5.3 представлены предельно допустимые уровни звукового давления для лаборатории с шумным оборудованием.

Таблица 5.3 – Предельно допустимые уровни звукового давления для лаборатории с шумным оборудованием [38]

Рабочее место	Частота, Гц
	Уровень звукового давления, дБ

Лаборатории с шумным оборудованием	31	65	125	250	500	1000	2000	4000	8000
	103	91	83	77	73	70	68	66	64

Источник шумового загрязнения – вращающиеся части механических насосов. При работе механического насоса максимальность шумового загрязнения составляет 52 дБ на расстоянии 1 м. Длительность возникновения максимальных шумов составляет не более 5 минут. Рабочее место расположено в 2-2,5 метров от установки. Работающих в этих зонах администрация снабжает средствами индивидуальной защиты, которыми являются специальные наушники, вкладыши в ушную раковину, противошумные каски, защитное действие которых основано на изоляции и поглощения звука.

К средствам защиты от вибрации можно отнести вибродемпфирование (процесс уменьшения уровня вибрации путём превращения энергии механических колебаний системы в другие виды энергии), виброгашение (уменьшение уровня вибрации защищаемого объекта путем введения в систему дополнительных сопротивлений упругого или инерционного типа) и виброизоляцию (осуществляется посредством упругой связи, препятствующей передаче вибраций от источника колебаний к элементам конструкции или человеку).

В таблице 5.4 представлены предельно допустимые значения производственной локальной вибрации.

Таблица 5.4 – Предельно допустимые значения производственной локальной вибрации [39]

Среднегеометрические частоты октавных полос, Гц	Виброускорение		Виброскорость	
	м/с ²	дБ	м/с ² ·10 ⁻²	дБ
8	1,4	123	2,8	115

16	1,4	123	1,4	109
31,5	2,8	129	1,4	109
63	5,6	135	1,4	109
125	11,0	141	1,4	109

Параметры шума и вибрации в помещении соответствуют нормам [38, 39].

Уровень освещенности

Уровень освещенности, на рабочем месте, должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным по яркости. Световой спектр должен максимально соответствовать дневному освещению, так как оно оптимально соответствует человеческой физиологии. Очень высокий уровень освещенности, так же, как и недостаточный, приводит к быстрому утомлению зрения. Освещение должно быть равномерным на всей площади рабочего места, так как при переносе взгляда с более освещенных на менее освещенные участки рабочего места и наоборот происходит понижение остроты зрения на достаточно долгий промежуток времени. Требования к уровню освещенности в производственных помещениях утверждены сводом правил [40].

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего (равномерного или локализованного) и комбинированного (общего и местного) освещения. Выбор между равномерным и локализованным освещением проводится с учётом особенностей производственного процесса и размещения технологического оборудования. Система комбинированного освещения применяется для производственных помещений, в которых выполняются точные зрительные работы. Применение одного местного освещения на рабочих местах не допускается [40].

Расчет светильников

Производственное помещение, где располагается экспериментальная ионно – плазменная установка, имеет следующие параметры (Таблица 5.5).

Таблица 5.5 – Параметры помещения

Длина (A), м	Ширина (B), м	Высота (H), м	Высота рабочей поверхности над полом (h_{pn}), м
14,5	9,5	3,0	0,8

Согласно [40], необходимо создать освещенность данного помещения не ниже $E_H = 200$ лк, в соответствии с характеристикой зрительной работы (грубая, очень малой точности). Значение отклонения светового потока должно находиться в диапазоне от -10 % до 20 %.

Рассчитаем площадь помещения S :

$$S = A \cdot B = 14,5 \cdot 9,5 = 137,75 \text{ м}^2. \quad (5.5)$$

Коэффициент запаса, учитывающий загрязнение светильника, для помещений с малым выделением пыли равен $K_3 = 1,5$. Коэффициент неравномерности для люминесцентных ламп $Z = 1,1$.

В помещении установлены светодиодные светильники TDS-ARM 418-56 ESO, световой поток которых равен ФЛД = 4000 Лм, мощность 34 Вт, длина светильника равна 595 мм, ширина – 595 мм.

В помещении находится 3 ряда осветительных приборов по 8 светильников в каждом ряду. Тогда $N = 24$.

Потребный световой поток группы люминесцентных ламп светильника определяется по формуле [40]:

$$\Phi_{\Pi} = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot 0,53} = \frac{200 \cdot 137,75 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{24 \cdot 0,53} = 3573,7. \quad (5.6)$$

Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{лд}} - \Phi_{\Pi}}{\Phi_{\text{лд}}} \cdot 100\% \leq 20\%, \quad (5.7)$$

$$\frac{\Phi_{\text{лд}} - \Phi_{\Pi}}{\Phi_{\text{лд}}} \cdot 100\% = \frac{4000 - 3573,7}{4000} \cdot 100\% = 10,65\%. \quad (5.8)$$

Таким образом: $-10\% \leq 10,65\% \leq 20\%$. Значит световой поток светильника не выходит за пределы требуемого диапазона.

Параметры освещенности соответствуют нормам [40].

5.2.2 Анализ опасных факторов

Основные параметры, характеризующие условия труда это: поражение электрическим током, работа с сжатым газом в баллонах и пожаровзрывобезопасность (ПВБ).

Электробезопасность

В зависимости от условий в помещении опасность поражения человека электрическим током увеличивается или уменьшается. Не следует работать с ЭВМ и другими электрическими установками в условиях повышенной влажности (относительная влажность воздуха длительно превышает 75 %), высокой температуры (более 35 °С), наличии токопроводящей пыли, токопроводящих полов и возможности одновременного прикосновения к имеющим соединение с землёй металлическим элементам и металлическим корпусом электрооборудования [41].

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока. Электроустановки классифицируют по напряжению: с номинальным напряжением до 1000 В (помещения без повышенной опасности), до 1000 В с присутствием агрессивной среды (помещения с повышенной опасностью) и свыше 1000 В (особо опасные помещения) [41].

Лаборатория относится ко второму классу «Помещение с повышенной опасностью» ввиду большого количества металлического оборудования. Имеется угроза поражения электротоком при косвенном касании токоведущих элементов [41].

В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены. Недоступность токоведущих частей достигается путем их надежной изоляции, применения защитных ограждений, расположения токоведущих частей на недоступной высоте.

Работа со сжатым газом в баллонах

При работе на вакуумной установке в качестве газа-носителя используется особо чистый аргон. Газообразный и жидкий аргон получают из воздуха и остаточных газов аммиачных производств. Газообразный аргон не оказывает опасного воздействия на окружающую среду. Он тяжелее воздуха и может накапливаться в слабо проветриваемых помещениях у пола. При этом снижается содержание кислорода в воздухе, что вызывает кислородную недостаточность и удушье.

Необходимо знать и соблюдать правила пользования газовыми приборами. Проверить целостность газового баллона и прочность его крепления, наличие видимых повреждений. Вентиль газового баллона и резьба должны находиться в исправленном состоянии, редуктор должен соответствовать газу в баллоне [36, 37].

Пожаровзрывобезопасность

Согласно [45] помещение, в котором производится работа с вакуумной установкой и прочими ее узлами относится к категории В4, т.е. к помещениям, в которых находятся (обрабатываются) горючие и трудногорючие жидкости, твердые горючие и трудногорючие вещества и материалы (в том числе пыли и волокна), вещества и материалы, способные при взаимодействии с водой, кислородом воздуха или друг с другом только гореть. Помещения категории В4 [45] надлежит оборудовать системами автоматической противопожарной защиты, в соответствии с требованиями [46]. Согласно [47] класс зоны помещения №101 научного парка ТПУ – П Па. В таких помещениях обращаются твердые горючие

вещества в количестве, при котором удельная пожарная нагрузка составляет не менее 1 МДж на квадратный метр.

Для получения экспериментальных образцов требуются газ аргон (Ar), который находится под высоким давлением. Наполненный сжатым газом баллон обладает большой энергией, и если в нем образуется отверстие, то газ истекает из него с критической скоростью. Разрушение баллонов может явиться причиной взрыва и пожара.

Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, находящихся под высоким давлением описаны в [36,37].

В целях безопасности, необходимо выполнение общих правил эксплуатации баллонов:

- баллоны должны быть установлены вертикально и надежно закреплены в таком положении металлическим хомутом, цепью, тросом и так далее, а также защищены от падения на них сверху каких – либо предметов;

- баллоны с газом, устанавливаемые в помещениях, должны находиться от радиаторов отопления и других отопительных приборов на расстоянии не менее 1 метра и от печей и других источников тепла с открытым огнем не менее 5 метров. При невозможности выдержать необходимое расстояние, необходимо применять защитные экраны, предохраняющие баллоны от местного разогрева, располагая баллон не ближе 0,1 метра от экрана. Установленные баллоны также необходимо предохранять от действия солнечных лучей;

- выпуск газов из баллона должен производиться через редуктор, предназначенный исключительно для данного газа и окрашенный в соответствующий цвет. Камера низкого давления редуктора должна иметь манометр и пружинный предохранительный клапан, отрегулированный на соответствующее давление в емкости;

- во всех случаях открывать и закрывать вентиль баллона необходимо медленно.

Для обеспечения пожарной безопасности необходимо выполнение требований, описанных в [47]:

- к работе в лаборатории допускаются лица, прошедшие инструктаж по противопожарной безопасности;
- ответственным за противопожарную безопасность является руководитель лаборатории;
- средства пожаротушения (огнетушители, находящиеся в каждой комнате лаборатории) должны быть в постоянной готовности и проходить своевременную техническую проверку;
- в лаборатории должен быть план эвакуации работников в случае пожара;
- в целях предупреждения ожогов запрещается курить, пользоваться открытым огнем, применять электронагреватели открытого исполнения и с несгораемым основанием;
- легко испаряющиеся горючие жидкости должны храниться в плотно закрытых сосудах, вдали от нагревательных приборов, в специально отведенных местах;
- уметь пользоваться средствами пожаротушения и своевременно применять их;
- уходя из лаборатории, отключать свет;
- в случае возникновения пожара звонить по телефону 01, сообщить о случившемся администрации университета, одновременно принять меры к ликвидации пожара с помощью первичных средств огнетушения (огнетушители), находящихся в корпусе.

5.3. Анализ вероятных чрезвычайных ситуаций (ЧС)

При возникновении неисправностей в работе на вакуумной установке необходимо выполнить следующие действия:

- отключить питание компьютера;

- отключить действующие насосы;
- закрыть клапан подачи воды;
- закрыть вентиль подачи аргона;
- известить об этом вышестоящего руководителя.

В таблице 5.6 представлен перечень возможных чрезвычайных ситуаций, меры их предотвращения и меры по ликвидации последствий ЧС.

Таблица 5.6 – Чрезвычайные ситуации, меры их предотвращения и меры по ликвидации последствий ЧС

Чрезвычайная ситуация	Меры предотвращения ЧС	Меры по ликвидации последствий ЧС
Взрыв газового баллона	1. Проверка целостности газового баллона и прочности его закрепления 2. Вентиль газового баллона и резьба должны находиться в исправленном состоянии 3. Редуктор должен соответствовать газу в баллоне 4. Проведение периодических инструктажей по безопасности, связанной с утечкой газа из баллона	1. Отключить электрооборудование 2. Сообщить об аварийной ситуации непосредственному руководителю 3. Позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 112
Возгорание	1. Использование	1. Прекратить работу

	<p>только исправного оборудования</p> <p>2. Проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности</p> <p>3. Отключение электрооборудования, освещения и электропитания при предполагаемом отсутствии обслуживающего персонала или по окончании работ.</p>	<p>2. Закрывать баллон с газом</p> <p>3. Отключить электрооборудование</p> <p>4. Позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 112</p> <p>5. Сообщить о случившемся руководителю подразделения</p> <p>6. Приступить к тушению огня первичными средствами пожаротушения.</p>
<p>Поражение электрическим током</p>	<p>1. Использование только исправного оборудования</p> <p>2. Недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения</p> <p>3. Проведение периодических инструктажей по электробезопасности</p>	<p>1. Освободить пострадавшего от воздействия электрического тока</p> <p>2. Проверить состояние пострадавшего и вызвать при необходимости скорую помощь</p> <p>3. Оказать пострадавшему</p>

		<p>необходимую первую помощь</p> <p>4. Позвонить в службу экстренного реагирования по телефону 112</p> <p>5. При необходимости, организовать доставку пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение</p> <p>6. О произошедшем несчастном случае поставить в известность руководителя подразделения.</p>
--	--	--

Выводы по разделу “Социальная ответственность”

В разделе рассмотрены следующие вредные и опасные факторы:

- микроклимат [35, 43];
- шум [38];
- вибрация [39];
- освещенность [40];
- электробезопасность [41];
- работа со сжатым газом в баллонах [36, 37];
- пожаровзрывобезопасность [44,45,47].

Помещение № 101 научного парка ТПУ относится:

- по электробезопасности ко второму классу «Помещение с повышенной опасностью» [41];
- по взрывопожарной безопасности к категории В4 [45]. Класс зоны помещения П-Па [47].

Также в разделе описан перечень возможных чрезвычайных ситуаций, меры их предотвращения и меры по ликвидации последствий ЧС.

Возможные чрезвычайные ситуации:

- взрыв газового баллона;
- возгорание;
- поражение электрическим током.

Заключение

В ходе выполнения данной выпускной квалификационной работы были изучены кристаллическая и микроструктура хромовых покрытий на подложках циркониевого сплава Э110. Установлено, что с помощью дуального магнетронного диода с “горячей” мишенью получают хромовые покрытия с ярко выраженной текстурой Cr (200).

В процессе испытаний образцов на окисление получены данные о влиянии толщины хромовых покрытий на стойкость циркониевого сплава к окислению. Выявлено, что хромовые покрытия с текстурой Cr (200) при атмосферном окислении при температуре 1100°С являются защитными для циркониевого сплава Э110 при следующих условиях:

- при толщине 2,1 мкм – менее 20 минут;
- при толщине 4,0 мкм – менее 40 минут;
- при толщине 10,8 мкм – более 80 минут.

Полученные данные могут быть использованы для обоснования выбора толщины хромовых покрытий на циркониевых оболочках ТВЭЛов.

Список литературы

1. Northwood D. O. The development and applications of zirconium alloys //Materials & design. – 1985. – Т. 6. – №. 2. – С. 58-70.
2. Haynes W. M. (ed.). CRC handbook of chemistry and physics. – CRC press, 2014.
3. Рипан Р. И. Четяну Неорганическая химия. Т-2. – 1972.
4. Раков Э. Г. Цирконий. Химическая энциклопедия: в 5 т./Раков ЭГ //Триптофан–Ятрохимия. М.: Большая Российская энциклопедия. – 1998. – Т. 5. – С. 384-783.
5. Никулин С. А. Циркониевые сплавы для ядерных энергетических реакторов. – 2007.
6. Rickover A. H. G. The Decision to Use Zirconium in Nuclear Reactors. – ASTM International, 2010.
7. Никулин С. А. и др. Поведение циркониевых оболочечных труб ТВЭЛОВ атомных реакторов в экстремальных эксплуатационных условиях //Металловедение и термическая обработка металлов. – 2009. – №. 5. – С. 32-39.
8. Tang C. et al. Protective coatings on zirconium-based alloys as accident-tolerant fuel (ATF) claddings //Corrosion Reviews. – 2017. – Т. 35. – №. 3. – С. 141-165.
9. Krishnan R., Asundi M. K. Zirconium alloys in nuclear technology //Proceedings of the Indian Academy of Sciences Section C: Engineering Sciences. – 1981. – Т. 4. – №. 1. – С. 41-56.
10. Kashkarov E. et al. Recent advances in protective coatings for accident tolerant Zr-based fuel claddings //Coatings. – 2021. – Т. 11. – №. 5. – С. 557.
11. Johnson R. E., Muan A. Phase Diagrams for the Systems Si-O and Cr-O //Journal of the American Ceramic Society. – 1968. – Т. 51. – №. 8. – С. 430-433.

12. Сиделёв Д. В. Осаждение покрытий из хрома и никеля с помощью магнетронного диода с "горячей" мишенью: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук: спец. 01.04. 07: дис. – 2018.
13. Кузьмичёв А. И. Магнетронные распылительные системы. Книга 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. – 2008.
14. Мартыненко, Ю.В. Угловое распределение атомов при магнетронном распылении поликристаллических мишеней / Ю.В. Мартыненко, А.В. Рогов, В.И. Шульга // Журнал технической физики. – 2012. – т. 82. – вып. 4. – с. 13– 18.
15. Компания ООО “ИОНТЕК-нано” [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://iontec.ru/>
16. Соловьев А. А. и др. Характеристики плазмы несбалансированной магнетронной распылительной системы и их влияние на параметры покрытий ZnO: Ga // Физика и химия обработки материалов. – 2009. – №. 2. – С. 58-65.
17. Руководство пользователя «Магнетронная распылительная система с фланцевым креплением и плавной регулировкой степени несбалансированности Apel-MRE-95/100» [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://apelvac.com/library/Manuals/> (Дата обращения 14.02.2022).
18. Musil, J. Pulsed DC magnetron discharge for high-rate sputtering of thin films / J. Musil, J. Leština, J. Vlček, T. Tölg // J. Vac. Sci. Technol. A. – 2000. – v. 19. – p. 420–424.
19. Haghiri-Gosnet, A.M. Stress and microstructure in tungsten sputtered thin films / A.M. Haghiri-Gosnet, F.R. Ladan, C. Mayeux, H. Launois, M.C. Joncour // J. Vacuum Science Technol.A. – 1989. – v. 7. – p. 2663–2669.
20. Каменева А. Л. Эволюция представлений о структурных зонах пленок, формируемых методами вакуумных технологий // Известия высших

учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия.
– 2011. – №. 4. – С. 41-48.

21. Barna P. B., Radnóczy G. Structure formation during deposition of polycrystalline metallic thin films //Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications. – Woodhead Publishing, 2014. – С. 67-120.

22. Курзина И.А. К93 Рентгенофазовый анализ нанопорошков. Методические указания к выполнению лабораторной работы по курсу «Отрасли nanoиндустрии. Области 107 применения наноматериалов» для магистрантов, обучающихся по направлению 150600 «Материаловедение и технология новых материалов» / сост. Курзина И.А., Годымчук А.Ю., Качаев А.А. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 14 с.

23. Лабораторные работы по теме “Сканирующая электронная спектроскопия и рентгеновский микроанализ” [Электронный ресурс]. Режим доступа: <https://nsp.phys.spbu.ru/Pdf/Лекции>.

24. Kashkarov E. B. et al. Influence of coating parameters on oxidation behavior of Cr-coated zirconium alloy for accident tolerant fuel claddings //Corrosion Science. – 2022. – С. 110359.

25. Sidelev D. V. et al. A comparative study on the properties of chromium coatings deposited by magnetron sputtering with hot and cooled target //Vacuum. – 2017. – Т. 143. – С. 479-485.

26. E. B. Kashkarov, D. V. Sidelev, D. V., M. Rombaeva, M.S. Syrtanov, G.A. Bleykher, Chromium coatings deposited by cooled and hot target magnetron sputtering for accident tolerant nuclear fuel claddings, Surface and Coatings Technology 389 (2020) 125618.

27. M.S. Syrtanov, E.B. Kashkarov, A.V. Abdulmenova, D.V. Sidelev, High-temperature oxidation of Zr-1Nb zirconium alloy with protective Cr/Mo coating, Surface and Coatings Technology 439 (2022) 128459.

28. D.V. Sidelev, E.B. Kashkarov, M.S. Syrtanov, V.P. Krivobokov, Nickel-chromium (Ni–Cr) coatings deposited by magnetron sputtering for accident

tolerant nuclear fuel claddings, *Surface and Coatings Technology* 369 (2019) 69-78.

29. D.V. Sidelev, C. Poltronieri, M. Bestetti, M. G. Krinitcyn, V.A. Grudinin, E.B. Kashkarov, A comparative study on high-temperature air oxidation of Cr-coated E110 zirconium alloy deposited by magnetron sputtering and electroplating, *Surface and Coatings Technology* (2022) 128134.

30. Grudinin V. A. et al. Hot target magnetron sputtering enhanced by RF-ICP source for CrN_x coatings deposition // *Vacuum*. – 2021. – Т. 191. – С. 110400.

31. Harris G. B. X. Quantitative measurement of preferred orientation in rolled uranium bars // *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*. – 1952. – Т. 43. – №. 336. – С. 113-123.

32. ГОСТ 22269-76. Система «человек-машина». Рабочее место оператора. Взаимное расположение элементов рабочего места. Общие эргономические требования.

33. ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).

34. ГОСТ 12.0.003-2015 ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.

35. СанПиН 2.2.4/548-96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений.

36. ПБ 10-115-96. Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением. – 1996.

37. ГОСТ 12.2.085-82. ССБТ. Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. Требования безопасности. – 1982.

38. СН 2.2.4/2.8.1.562-96 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки.

39. СН 2.2.4/2.1.8.566. Санитарные нормы. Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий.

40. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*.

41. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты. ГОСТ 12.1.019-2017.

42. Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 11 декабря 2020 г. № 887н “Об утверждении Правил по охране труда при обработке металлов”.

43. СП 118.13330.2012*. Свод правил. Общественные здания и сооружения. Актуализированная редакция СНиП 31-06- 2009.

44. ГОСТ 22.0.01-94. Безопасность в ЧС. Основные положения.

45. СП 12.13130.2009. Свод правил. Определение категорий помещений, зданий и наружных установок во взрывопожарной и пожарной опасности.

46. СП 5.13130.2009. Системы противопожарной защиты. Установки пожарной сигнализации и пожаротушения автоматические. Нормы и правила проектирования.

47. Федеральный закон от 22.07.2008 N 123-ФЗ (ред. от 30.04.2021) "Технический регламент о требованиях пожарной безопасности".

48. Вентилятор ВЦ 4-70(М)-2,5 [Электронный ресурс] – Режим доступа: https://jiner.ru/catalog/sistemy_ventilyatsii/radialnye_ventilyatory/nizkog_o_davleniya/ventilyator_vts_4_70_2_5_0_12_kv/ (Дата обращения: 25.05.2022).