



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 – 16.04.01 Техническая физика
Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА МАГИСТРАНТА

Тема работы
Влияние параметров осаждения на структуру и функциональные свойства покрытий Ti-Al-Ta-N при использовании среднечастотного импульсного магнетронного распыления

УДК 621.793.182.02:669.295.058

Обучающийся

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ11	Гаранин Юрий		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший научный сотрудник НОЦ Б.П. Вейнберга ИЯТШ	Шугуров А.Р.	д.ф.-м.н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Кащук И.В.	к.т.н		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД	Сечин А.А.	к.т.н		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент НОЦ Б.П. Вейнберга	Сиделёв Д.В.	к.т.н.		

Запланированные результаты освоения ООП

Код компетенции	Наименование компетенции
УК(У)-1	Способен осуществлять критический анализ проблемных ситуаций на основе системного подхода, вырабатывать стратегию действий
УК(У)-2	Способен управлять проектом на всех этапах его жизненного цикла
УК(У)-3	Способен организовывать и руководить работой команды, вырабатывая командную стратегию для достижения поставленной цели
УК(У)-4	Способен применять современные коммуникативные технологии, в том числе на иностранном (-ых) языке (-ах), для академического и профессионального взаимодействия
УК(У)-5	Способен анализировать и учитывать разнообразие культур в процессе межкультурного взаимодействия
УК(У)-6	Способен определять и реализовывать приоритеты собственной деятельности и способы ее совершенствования на основе самооценки
ОПК(У)-1	Способен к профессиональной эксплуатации современного научного и технологического оборудования и приборов в своей профессиональной деятельности
ОПК(У)-2	Способен использовать углубленные теоретические и практические знания фундаментальных и прикладных наук, в том числе технической физики
ОПК(У)-3	Способен работать в научном коллективе, готов генерировать, оценивать и использовать новые идеи, способен находить творческие, нестандартные решения профессиональных и социальных задач
ОПК(У)-4	Способен вскрывать физическую, естественнонаучную сущность проблем, возникающих в ходе осуществления профессиональной деятельности, проводить их качественный и количественный анализ
ОПК(У)-5	Способен осуществлять научный поиск и разработку новых перспективных подходов и методов к решению профессиональных задач, участвовать в научной и инновационной деятельности
ОПК(У)-6	Способен осваивать и применять современные физико-математические методы и методы искусственного интеллекта для решения профессиональных задач, составлять практические рекомендации по использованию полученных результатов
ОПК(У)-7	Способен представлять результаты исследования в формах отчетов, рефератов, публикаций и презентаций
ОПК(У)-8	Способен проводить патентные исследования, определять формы и методы правовой охраны и защиты прав на результаты интеллектуальной деятельности.
ПК(У)-1	Способен самостоятельно проводить научные исследования в областях, связанных с применением пучковых и плазменных технологий, с использованием стандартных и

Код компетенции	Наименование компетенции
	специально разработанных инструментальных и программных средств
ПК(У)-2	Способен к организации и выполнению научно-исследовательских разработок в области создания функциональных покрытий и технологий их изготовления методами осаждения в вакууме
ПК(У)-3	Способен к организации и выполнению научно-исследовательских разработок в области создания микро- и наноразмерных систем с использованием плазменных и пучковых технологий
ПК(У)-4	Готов принимать непосредственное участие в учебной и учебно-методической работе по направлению «Техническая физика», участвовать в разработке программ учебных дисциплин и курсов
ПК(У)-5	Способен проводить учебные занятия, лабораторные работы, обеспечивать практическую и научно-исследовательскую работу обучающихся
ПК(У)-6	Способен применять и разрабатывать новые образовательные технологии
ПК(У)-7	Способен разрабатывать, оптимизировать и реализовывать современные наукоёмкие технологии в областях технической физики, связанных с применением пучковых и плазменных технологий
ПК(У)-8	Способен разрабатывать, проводить наладку и испытания, а также эксплуатировать наукоёмкое технологическое и аналитическое оборудование для решения технологических задач в областях, связанных с применением пучковых и плазменных технологий
ПК(У)-9	Готов решать прикладные инженерно-технические и технико-экономические задачи, связанные с применением пучковых и плазменных технологий, с помощью стандартных и специально разработанных инструментальных и программных средств



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 – 16.04.01 Техническая физика
Научно-образовательный центр Б.П. Вейнберга

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП
_____ 06.02.2023 г. Сиделёв Д.В.
(Подпись) (Дата)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

Обучающийся:

Группа	ФИО
ОДМ11	Гаранин Юрий

Тема работы:

Влияние параметров осаждения на структуру и функциональные свойства покрытий Ti-Al-Ta-N при использовании среднечастотного импульсного магнетронного распыления	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	Приказ №34-110/с от 03.02.2023 г.

Срок сдачи студентом выполненной работы:	15.06.2023 г.
--	---------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><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 являются покрытия Ti-Al-Ta-N, полученные в различных режимах магнетронного распыления</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>-Обзор литературных источников; -Нанесение покрытий Ti-Al-Ta-N в различных режимах среднечастотного импульсного магнетронного распыления; -Исследование микроструктуры и функциональных свойств полученных покрытий -Анализ результатов исследований; -Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение; -Социальная ответственность; -Заключение.</p>
--	--

<p>Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	
--	--

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы
(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Кашук И.В., к.т.н, доцент отделения социально-гуманитарных наук
Социальная ответственность	Сечин А.А., к.т.н., доцент отделения общетехнических дисциплин
Раздел на английском языке	Матвеевко И.А., д.фил.наук, профессор отделения иностранных языков

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

Глава 1. Wear-resistant protective coatings of the Ti-Al-N system and methods for their depositing

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	06.02.2023 г.
--	---------------

Задание выдал руководитель / консультант (при наличии):

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
с.н.с. НОЦ Б.П. Вейнберга ИЯТШ	Шугуров А.Р.	д.ф.-м.н.		06.02.23 г.

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ11	Гаранин Юрий		06.02.23 г

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

Обучающемуся:

Группа	ФИО
ОДМ11	Гаранин Юрий

Школа	<i>ИЯТШ</i>	Отделение школы (НОЦ)	<i>НОЦ Б.П. Вейнберга</i>
Уровень образования	<i>магистр</i>	Направление/специальность	<i>16.04.01 Техническая физика</i>

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

1. <i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Стоимость материальных ресурсов и специального оборудования определены в соответствии с рыночными ценами г. Томска Тарифные ставки исполнителей определены штатным расписанием НИ ТПУ</i>
2. <i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	<i>Норма амортизационных отчислений на специальное оборудование</i>
3. <i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	<i>Отчисления во внебюджетные фонды 30 %</i>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. <i>Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ</i>	<i>Расчет конкурентоспособности SWOT-анализ</i>
2. <i>Разработка устава научно-технического проекта</i>	<i>Структура работ. Определение трудоемкости. Разработка графика проведения исследования</i>
3. <i>Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок</i>	<i>Расчет бюджетной стоимости НИ</i>
4. <i>Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности</i>	<i>Интегральный финансовый показатель. Интегральный показатель ресурсоэффективности. Интегральный показатель эффективности.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. <i>Оценка конкурентоспособности ИП</i>
2. <i>Матрица SWOT</i>
3. <i>Диаграмма Ганта</i>
4. <i>Бюджет НИ</i>
5. <i>Основные показатели эффективности НИ</i>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	13.03.2023 г.
---	---------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН	Кашук И.В.	К.Т.Н		13.03.2023 г.

Задание принял к исполнению обучающийся:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ11	Гаранин Юрий		13.03.2023 г.

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Обучающемуся:

Группа	ФИО

Школа	<i>ИЯТШ</i>	Отделение школы (НОЦ)	<i>НОЦ Б.П. Вейнберга</i>
Уровень образования	<i>магистр</i>	Направление/специальность	<i>16.04.01 Техническая физика</i>

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
<p>Введение</p> <ul style="list-style-type: none"> – Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика) и области его применения. – Описание рабочей зоны (рабочего места) при разработке проектного решения/при эксплуатации 	<p><i>Объект исследования:</i> защитные покрытия на основе системы Ti-Al-Ta-N</p> <p><i>Область применения:</i> детали и механизмы, работающие в узлах трения</p> <p><i>Рабочая зона:</i> офис/производственное помещение</p> <p><i>Размер помещения:</i> 6*5 м</p> <p><i>Количество и наименование оборудования рабочей зоны:</i> установка магнетронного распыления МИР-1М, источники питания магнетрона, чиллер, компрессор</p> <p><i>Рабочие процессы, связанные с объектом исследования, осуществляющиеся в рабочей зоне:</i> откачивание камеры до рабочего давления, магнетронное распыление, контроль параметров работы источников питания.</p>
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности при эксплуатации:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> - инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В; - инструкция № 2-07 по охране труда при работе с баллонами, работающими под давлением. - ГОСТ 12.2.049-80 ССБТ. Оборудование производственное. Общие эргономические требования.
<p>2. Производственная безопасность при эксплуатации:</p> <ul style="list-style-type: none"> – Анализ выявленных вредных и опасных производственных факторов – Расчет уровня опасного или вредного производственного фактора 	<p>При проведении исследования возможны проявления следующих вредных факторов:</p> <ul style="list-style-type: none"> – механические колебания твердых тел и их поверхностей и характеризуемые повышенным уровнем локальной вибрации; – акустические колебания в производственной среде и характеризуемые повышенным уровнем и другими неблагоприятными характеристиками шума; <p>При проведении исследования возможны проявления следующих опасных факторов:</p> <ul style="list-style-type: none"> – чрезмерно высокая или низкая температурой материальных объектов производственной среды, могущих вызвать ожоги (обморожения) тканей организма человека;

	– электрический ток, вызываемый разницей электрических потенциалов, под действие которого попадает работающий, включая действие молнии и высоковольтного разряда в виде дуги, а также электрического разряда живых организмов
3. Экологическая безопасность <u>при эксплуатации</u>	– Атмосфера: выбросы продуктов горения машинного масла при работе пластинчато-роторного и диффузионного насосов
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях <u>при эксплуатации</u>	Возможные чрезвычайные ситуации: – Утечка газа из баллона; – Возникновение возгорания; Наиболее типичная ЧС: – Возгорание.
Перечень графического материала:	
<i>При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)</i>	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	13.03.2023 г.
---	---------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ООД	Сечин А.А.	к.т.н		13.03.2023 г.

Задание принял к исполнению обучающийся:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ11	Гаранин Юрий		13.03.2023 г.

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 106 страниц, 19 рисунков, 22 таблицы, 107 источников, 1 приложение.

Ключевые слова: импульсное среднечастотное магнетронное распыление, покрытия Ti-Al-Ta-N, микроструктура, механические характеристики, износостойкость.

Объектом исследования являются защитные покрытия на основе системы Ti-Al-Ta-N, полученные в различных режимах магнетронного распыления.

Цель работы: исследовать влияние режимов магнетронного распыления покрытий Ti-Al-Ta-N на их элементный состав, микроструктуру и функциональные свойства.

Для достижения поставленной цели были определены следующие задачи:

1. Методом среднечастотного импульсного магнетронного распыления нанести покрытия Ti-Al-Ta-N при различных значениях частоты импульсов и коэффициента заполнения.

2. Изучить влияние частоты импульсов и коэффициента заполнения на элементный состав, микроструктуру и механические характеристики покрытий Ti-Al-Ta-N.

3. Получить покрытия Ti-Al-Ta-N в различных режимах магнетронного распыления.

4. Исследовать влияние режимов магнетронного распыления на микроструктуру и функциональные свойства покрытий Ti-Al-Ta-N.

В ходе работы были получены покрытия Ti-Al-Ta-N в различных режимах магнетронного распыления. Осаждение покрытий осуществлялось на подложки из стали марки 12X18H10T и Si (100). В работе проводилось изучение элементного и фазового состава, микроструктуры, механических и трибологических характеристик.

В результате исследований было показано, что использование частоты импульсов 50 кГц и коэффициента заполнения 60 % позволяет получить

оптимальный элементный состав и микроструктуру покрытий Ti-Al-Ta-N, обеспечивающие максимальное значение твердости. Применение среднечастотного импульсного магнетронного распыления позволило подавить рост столбчатых зерен, и, как следствие, существенно повысить трещиностойкость и износостойкость покрытий на основе системы Ti-Al-Ta-N по сравнению с покрытиями, полученными в режиме постоянного тока.

Область применения: защитные покрытия для режущего и обрабатывающего инструмента, пресс-форм, подвижных узлов механизмов, протезов и имплантов.

Экономическая значимость/эффективность ВКР состоит в разработке режимов магнетронного распыления для нанесения покрытий Ti-Al-Ta-N, позволяющих повысить долговечность деталей и механизмов, работающих в условиях интенсивных фрикционных нагрузок.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	13
Глава 1. Износостойкие защитные покрытия системы Ti-Al-N и методы их получения	17
1.1 Износостойкие защитные покрытия на основе системы Ti-Al-N.....	17
1.2 Легирование покрытий системы Ti-Al-N неметаллами.....	18
1.3 Легирование покрытий системы Ti-Al-N металлами III-VI групп	19
1.4 Магнетронное распыление при постоянном токе	21
1.5 Магнетронное распыление импульсами высокой мощности.....	26
1.6 Среднечастотное импульсное магнетронное распыление.....	28
Глава 2. Методы и материалы	32
Глава 3. Результаты и обсуждение.....	35
3.1 Исследование влияния параметров среднечастотного импульсного магнетронного распыления на элементный состав, микроструктуру и механические характеристики покрытий Ti-Al-Ta-N	35
3.2 Сравнительный анализ покрытий Ti-Al-Ta-N, полученных в различных режимах магнетронного распыления	42
Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	53
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	53
4.1.1 Анализ конкурентных технических решений	54
4.1.2 SWOT-анализ	55
4.2 Планирование научно-исследовательских работ.....	57
4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования	57
4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ.....	58
4.2.3 Разработка графика проведения исследования	59

4.3 Бюджет научно-технического исследования.....	61
4.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования.....	62
4.3.2 Расчет амортизации специального оборудования.....	62
4.3.3 Основная заработная плата исполнителей исследования	63
4.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей исследования.....	64
4.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	65
4.3.6 Накладные расходы.....	66
4.3.7 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта..	66
4.4 Определение ресурсной эффективности исследования.....	67
Глава 5. Социальная ответственность.....	71
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	71
5.1.1 Специальные правовые нормы трудового законодательства.....	71
5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя	72
5.2 Производственная безопасность	74
5.2.1 Анализ вредных производственных факторов	75
5.2.2 Анализ опасных факторов.....	80
5.3 Экологическая безопасность	82
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	82
5.4.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований	82
5.4.2 Разработка порядка действия в случае возникновения ЧС	83
5.5 Выводы по разделу	85
Список литературы	88
Приложение А	98

Введение

Покрyтия на основе нитридов переходных металлов (НПМ) находят все большее применение в качестве защитных покрyтий от износа, коррозии и эрозии. Среди большого многообразия используемых композиций широкое применение в промышленности нашли покрyтия на основе системы Ti-Al-N. Это обусловлено их высокой твердостью, износостойкостью и стойкостью к окислению вплоть до 800-850 °C [1–3]. Однако ионный характер связей Al-N обуславливает хрупкость покрyтий Ti-Al-N [4]. Твердые хрупкие покрyтия подвержены растрескиванию, выкрашиванию и расслаиванию, что приводит к ухудшению их функциональных свойств [5]. Более того, сквозные трещины, возникающие в покрyтиях Ti-Al-N, являются путями легкой диффузии атомов кислорода, которые могут легко достигать подложки, вызывая ее окисление [6].

Одним из способов дальнейшего повышения функциональных свойств покрyтий Ti-Al-N является их легирование дополнительными химическими элементами. В частности, четырехкомпонентные покрyтия Ti-Al-Ta-N показали улучшенную вязкость разрушения, термическую стабильность и стойкость к окислению по сравнению с трехкомпонентными покрyтиями [7]. Однако было показано, что если при высоких температурах покрyтия Ti-Al-Ta-N проявляют повышенную износостойкость по сравнению с покрyтиями Ti-Al-N, то при испытаниях в условиях комнатной температуры они ее не обеспечивают. Пониженную износостойкость при комнатной температуре можно частично объяснить тем фактом, что преимущественно используемые методы нанесения покрyтий Ti-Al-Ta-N, ионно-плазменное распыление [8] и магнетронное распыление при постоянном токе [9], формируют столбчатую микроструктуру. При низких температурах, когда керамические покрyтия склонны к хрупкому разрушению, границы столбчатых зерен служат легкими путями распространения трещин, что служит причиной их выкрашивания и откола при циклическом нагружении. Исходя из вышеизложенного, для улучшения трещиностойкости и износостойкости покрyтий Ti-Al-Ta-N необходимо модифицировать их микроструктуру.

Установлено, что подавление формирования столбчатых структур и уплотнение покрытий на основе НПМ может быть достигнуто за счет их облучения в процессе роста низкоэнергетическими ионами [10]. Поскольку, прикладывая отрицательно напряжение смещения на подложку, ионы, в отличие от нейтральных атомов, можно ускорять, ионная бомбардировка формирующегося покрытия снабжает атомы дополнительной энергией, увеличивая диффузионную подвижность, что приводит к модификации процессов зародышеобразования. В результате формирующаяся более плотная микроструктура обуславливает улучшение функциональных свойств покрытий [11]. Ионное облучение в процессах физического осаждения из паровой фазы может быть реализовано за счет использования дополнительного источника ионов [12] или увеличения отношения ионов к нейтральным атомам в потоке распыляемых частиц, поступающих на подложку [11].

Повышение ионной составляющей в потоке распыляемых частиц может быть достигнуто благодаря использованию импульсных режимов магнетронного распыления. В частности, магнетронное распыление импульсами высокой мощности, в котором используются импульсы с частотой менее 2 кГц и пиковой плотностью мощности в несколько кВт/см², позволяет ионизировать большую часть распыляемого материала, достигающую для некоторых химических элементов 90 % [13]. В тоже время, главным недостатком данного метода, из-за низких коэффициентов заполнения (отношение отрицательной длительности импульса к общему периоду), является крайне низкая скорость осаждения покрытий. Данный недостаток можно преодолеть, используя среднечастотное импульсное магнетронное распыление. Из-за значительно более длительных коэффициентов заполнения (60-90 %) по сравнению с магнетронным распылением импульсами высокой мощности данный режим, позволяет обеспечить скорости осаждения, сравнимые с магнетронным распылением при постоянном токе. Вместе с тем, за счет более высокой пиковой плотности мощности на мишени чем в магнетронном распылении при постоянном токе (900 Вт/см², при частоте импульсов в диапазоне 5-350 кГц) [14], степень ионизации распыляемого

материала намного выше в сравнении с магнетронным распылением при постоянном токе. Было показано, что применение импульсного среднечастотного магнетронного распыления позволяет получать покрытия на основе НПИМ (Ti-N, Ti-Al-Si-N, Hf-N и др.) с улучшенной микроструктурой и функциональными свойствами. В тоже время, исследования посвященные исследованию влияния данного режима на покрытия Ti-Al-Ta-N нет.

В связи с вышеизложенным, целью данной работы является исследование влияния режимов магнетронного распыления на элементный состав, микроструктуру и функциональные свойства покрытий Ti-Al-Ta-N.

Для достижения данной цели были поставлены следующие задачи:

1. Методом среднечастотного импульсного магнетронного распыления нанести покрытия Ti-Al-Ta-N при различных значениях частоты импульсов и коэффициента заполнения.

2. Изучить влияние частоты импульсов и коэффициента заполнения на элементный состав, микроструктуру и механические характеристики покрытий Ti-Al-Ta-N.

3. Получить покрытия системы Ti-Al-Ta-N в различных режимах магнетронного распыления.

4. Исследовать влияние режимов магнетронного распыления на микроструктуру и функциональные свойства покрытий Ti-Al-Ta-N.

Положения, выносимые на защиту:

1. Частота импульсов 50 кГц и коэффициент заполнения 60 % являются наиболее оптимальными параметрами импульсного среднечастотного магнетронного распыления покрытий Ti-Al-Ta-N.

2. Использование импульсного среднечастотного магнетронного распыления позволяет подавить формирование столбчатой структуры в покрытиях Ti-Al-Ta-N, что обуславливает повышение их механических и трибологических характеристик.

Научная новизна работы заключается в том, что впервые методом среднечастотного импульсного магнетронного распыления получены покрытия

Ti-Al-Ta-N, а также исследовано влияние параметров осаждения на их микроструктуру и механические характеристики.

Практическая значимость результатов ВКР состоит в разработке режимов осаждения покрытий Ti-Al-Ta-N, использование которых позволит повысить надежность и долговечность деталей и механизмов, работающих в условиях сильных механических и фрикционных нагрузок.

Реализация и апробация работы: результаты, полученные в рамках выполнения выпускной квалификационной работы, были представлены на XIX и XX Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук».

Глава 1. Износостойкие защитные покрытия системы Ti-Al-N и методы их получения

1.1 Износостойкие защитные покрытия на основе системы Ti-Al-N

Тонкие защитные покрытия на основе системы Ti-Al-N нашли широкое применение в различных областях промышленности в качестве защиты механизмов и деталей от износа и коррозии. Это обусловлено их высокой твердостью и износостойкостью, в совокупности с термической стабильностью и стойкостью к окислению [1,15]. Повышенные твердость и износостойкость таких покрытий обусловлены тем, что вследствие высоконеравновесных условий осаждения в них формируется метастабильный пересыщенный твердый раствор $Ti_{1-x}Al_xN$, в котором алюминий замещает титан, образуя метастабильную ГЦК структуру типа сфалерита (с-AlN) [16]. Поскольку Al обладает меньшим ионным радиусом, чем Ti, то он способствует уменьшению параметра решетки покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ по сравнению с TiN [17]. Это приводит к упругой дисторсии кристаллической решетки и, как следствие, к твердорастворному упрочнению материала покрытия. Твердость метастабильных покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ возрастает с увеличением содержания в них Al и может достигать ~ 40 ГПа при $x = 0,50-0,55$ [18].

В то же время, поскольку химическая связь Al-N имеет выраженный ионный характер, то введение Al в покрытия TiN приводит к снижению их вязкости разрушения (трещиностойкости). Как было показано в работе [19] данный эффект становится все более существенным с увеличением содержания алюминия, что оказывает негативное воздействие на износостойкость покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$. Кроме того, развитие технологий обработки материалов требует повышения рабочих температур защитных покрытий до 1000 °C и выше, тогда как покрытия $Ti_{1-x}Al_xN$ теряют свои защитные свойства уже при температурах $800-850$ °C. Во-первых, при таких температурах происходит снижение стойкости данных покрытий к окислению, причиной которого является изменение кинетики их окисления [20]. Во-вторых, при температурах $800-950$ °C происходит спинодальный распад метастабильного твердого раствора

$Ti_{1-x}Al_xN$ с образованием доменов $c-TiN$ и $c-AlN$ [21]. При последующем термическом воздействии домены $c-AlN$ трансформируются в стабильную гексагональную фазу вюрцит ($w-AlN$), что вызывает резкое снижение твердости и износостойкости покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ [1]. Учитывая указанные недостатки покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$, в последние два десятилетия интенсивные усилия исследователей направлены на поиск путей улучшения их трещиностойкости, износостойкости, термической стабильности и стойкости к окислению. На сегодняшний день одними из наиболее перспективных направлений решения данной задачи являются легирование покрытий дополнительными химическими элементами и использование новых методов осаждения.

1.2 Легирование покрытий системы Ti-Al-N неметаллами

Для получения нанокристаллической структуры в покрытия обычно вводят неметаллические элементы (B, C, Si) [21–24]. В равновесных условиях эти элементы являются нерастворимыми в Ti-Al-N. В высоконервновесных покрытиях их небольшое количество (несколько атомных процентов) внедряются в подрешетку титана или азота, однако большая часть сегрегируется по границам зерен, образуя в них зернограничные аморфные фазы (BN, TiB_2 , C, Si_xN_y). Это приводит к существенному уменьшению размера зерен в покрытиях (до 10 нм и меньше) и сопровождается значительным повышением их твердости (до 50-80 ГПа [25]). Одним из наиболее эффективных методов является легирование покрытий на основе Ti-Al-N кремнием. Его введение позволяет существенно увеличить их твердость (свыше 50 ГПа) с одновременным повышением термической стабильности и стойкости к окислению [24,25]. В то же время добиться существенного повышения трещиностойкости и износостойкости покрытий Ti-Al-N путем их легирования кремнием не удастся.

1.3 Легирование покрытий системы Ti-Al-N металлами III-VI групп

Другой подход предполагает введение в покрытия переходных металлов III-VI групп, атомы которых замещают Ti или Al в подрешетке металла, что позволяет в широких пределах варьировать электронную конфигурацию атомов (число валентных электронов, дополнительные электронные d- и f-состояния и т.п.). Это обуславливает существенное изменение характера химической связи и, тем самым, ключевых свойств покрытий. Так, добавление Y и Cr позволяет повысить твердость, термическую стабильность и стойкость к окислению покрытий на основе Ti-Al-N [26–28]. Введение V в покрытия $Ti_{1-x}Al_xN$ обеспечивает значительное снижение их коэффициента трения (до 0,3) за счет образования оксидной орторомбической фазы Магнели V_2O_5 [28]. Аналогичный эффект наблюдается и при добавлении Mo и W [29,30]. Однако повышенные трибологические характеристики покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$, легированных V, Mo и W, сохраняются только при температурах 500-700 °С, поскольку при более высоких температурах оксидные фазы Магнели становятся летучими [31]. Добавление V также замедляет спинодальный распад покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$, обеспечивая сохранение их высокой твердости при температурах вплоть до 1100 °С [32]. В то же время введение ванадия существенно снижает стойкость покрытий к окислению [33].

Весьма эффективным является добавление в покрытия на основе Ti-Al-N элементов IV и V групп (Zr, Nb, Hf и Ta). В частности, Zr повышает стойкость покрытий к окислению, способствуя образованию на их поверхности плотного защитного оксидного слоя [34]. Кроме того, введение его небольших добавок приводит к повышению твердости покрытий и температуры начала их спинодального распада. Легирование Nb обуславливает увеличение термической стабильности и трещиностойкости покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$, однако при этом имеет место некоторое снижение их твердости [35]. Hf обеспечивает рост твердости и термической стабильности покрытий на основе Ti-Al-N, однако данные относительно его влияния на стойкость покрытий к окислению на сегодняшний день противоречивы [36].

В последнее время широко изучается легирование покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ танталом, который, предотвращая образование в них фазы $w-AlN$ вплоть до $1200\text{ }^\circ C$, позволяет существенно повысить как трещиностойкость, так и стойкость к окислению, что обеспечивает сохранение высокой твердости покрытий при повышенных температурах

В последнее время широко изучается легирование покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ танталом, который, предотвращая образование в них фазы $w-AlN$ вплоть до $1200\text{ }^\circ C$, позволяет существенно повысить как трещиностойкость, так и стойкость к окислению [37], но и повысить температуру образования в них фазы $w-AlN$ вплоть до $1200\text{ }^\circ C$ что обеспечивает сохранение высокой твердости покрытий при повышенных температурах [7]. Анализ электронной структуры системы $Ti-Al-Ta-N$ показал, что повышение трещиностойкости покрытий на основе $Ti-Al-N$ при введении в них Ta связано с ростом степени металличности атомных связей в твердом растворе $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ [18]. В свою очередь, повышенная термическая стабильность покрытий $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ объясняется изменениями их электронной структуры, вызванными внедрением в кристаллическую решетку атомов Ta , и более высокой энергией активации диффузии Ta по сравнению с Ti и Al [38]. Покрытия $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ также характеризуются повышенной стойкостью к окислению, что обусловлено уменьшением количества кислородных вакансий в оксидном слое и подавлением фазового превращения анатаз-рутил в слое TiO_2 [7,38]. Необходимо отметить, что у легирования танталом есть определенные недостатки. Во-первых, повышение содержания Ta в твердом растворе $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ приводит к снижению прочности атомных связей, причем не только $Ta-N$, но и $Al-N$ [18]. Это обуславливает уменьшение твердости покрытий $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ по сравнению с $Ti_{1-x}Al_xN$ [36]. Во-вторых, с повышением содержания Ta в покрытиях $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ вместо V -образной столбчатой мелкозернистой структуры формируются более крупные столбчатые зерна с прямыми ровными границами [36]. Это способствует быстрому распространению внутри покрытия трещин при циклических нагрузках и диффузии кислорода при повышенных

температурах. Одним из методов решения данной проблемы может быть поиск альтернативных режимов осаждения покрытий.

1.4 Магнетронное распыление при постоянном токе

Одним из наиболее часто используемых методов нанесения покрытий на основе НПМ является магнетронное распыление (МР) [39,40]. В МР распыление реализовывается с помощью магнетрона (рис. 1.1), который содержит катод (распыляемая мишень), анод (стенки вакуумной камеры или заземленный подложкодержатель) и магнитную систему (может состоять из постоянных магнитов или электромагнитов для управления магнитным полем). Между анодом и катодом прикладывают разность потенциалов U в несколько сотен вольт с токами I от 0,1 до 10 ампер. В результате приложенной разности потенциалов происходит разделение атомов рабочего газа (чаще всего аргона) на ионы (Ar^+) и электроны (e^-), что приводит к образованию квазинейтральной плазмы. Так как на катод приложена отрицательное напряжение, ионы ускоряются в направлении мишени и бомбардируют ее, вызывая выбивание атомов, которые затем осаждаются на подложку [41]

Магниты расположены таким образом, что один полюс расположен на центральной оси, а второй образован кольцом магнитов вокруг наружного края мишени. Так как магнитное поле расположено параллельно поверхности катода, вторично эмитированные электроны двигаются у поверхности мишени. Силовые линии магнитного поля (\mathbf{B}) влияют на движение электронов и за счет силы Лоренца заставляют совершать круговое движение. При приложении электрического поля (\mathbf{E}) между мишенью и подложкодержателем, дрейф $\mathbf{E} \times \mathbf{B}$ приводит к дополнительному круговому или эллиптическому движению электронов над зоной эрозии, где распыление мишени особенно эффективно [42]. Удержание электронов таким образом значительно увеличивает вероятность их столкновения с атомами рабочего газа. Зона эрозии расположена там, где электрическое и магнитное поле перпендикулярны друг

другу (самый сильный холловский дрейф), то есть где-то между внутренним и внешним магнитными кольцами.

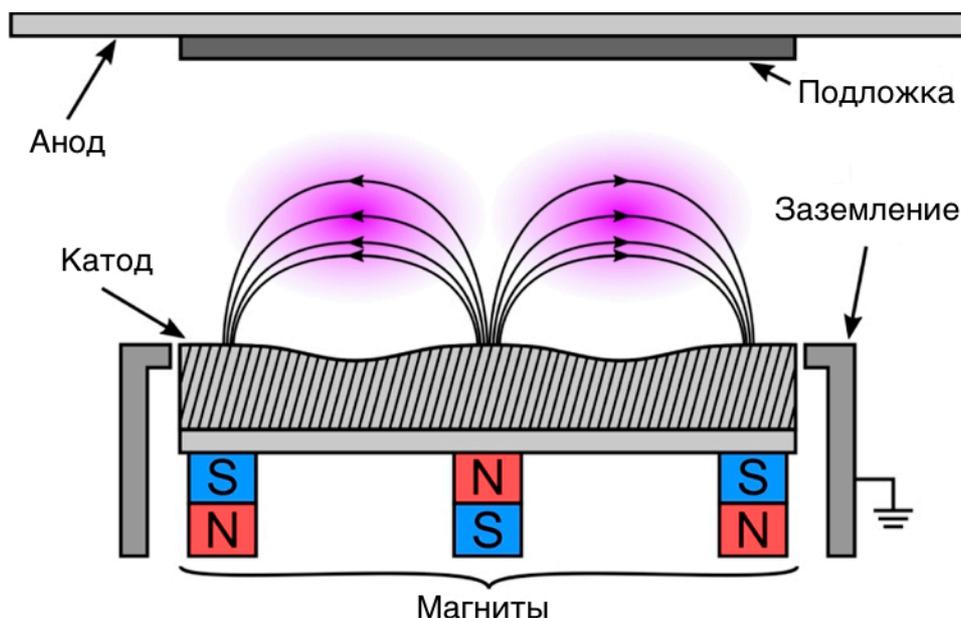


Рисунок 1.1 – Схематический вид сбоку планарного сбалансированного магнетрона [41].

Более высокая степень ионизации в сравнении с обычным катодным распылением, приводит к образованию плотной плазмы (10^{17} м^{-3} при давлении 0,3 Па [43]) у поверхности мишени, благодаря чему увеличивается ионная бомбардировка мишени и как следствие приводит к более высокой скорости распыления и скорости осаждения покрытия на подложку. Кроме того, повышенная эффективность ионизации, позволяет поддерживать разряд при более низких рабочих давлениях (как правило, 1 Па или ниже по сравнению с 10 Па или выше) и более низких рабочих напряжениях (обычно 500 В по сравнению с 2-3 кВ), чем это возможно при катодном распылении.

В зависимости от конфигурации магнитного поля магнетроны делятся на сбалансированные и несбалансированные. Когда все линии магнитного поля, выходящие из центра катода, попадают в кольцевую часть, магнетронное распыление называют обычным или сбалансированным [44]. В обычном магнетроне плазма строго ограничена у поверхности (рисунок 1.2 а). Покрытия, выращенные на подложке в области, подверженной воздействию плазмы, будут

подвергаться ионной бомбардировке, которая влияет на структуру и свойства покрытий. Однако подложки, расположенные за пределами этой области, будут находиться в области низкой плотности плазмы. Следовательно ионный ток на подложке будет недостаточным для изменения структуры. Для устранения данного эффекта можно использовать отрицательное напряжение смещения. Однако это может привести к дефектам в структуре покрытия и, как следствие, ухудшению общих свойств [45,46].

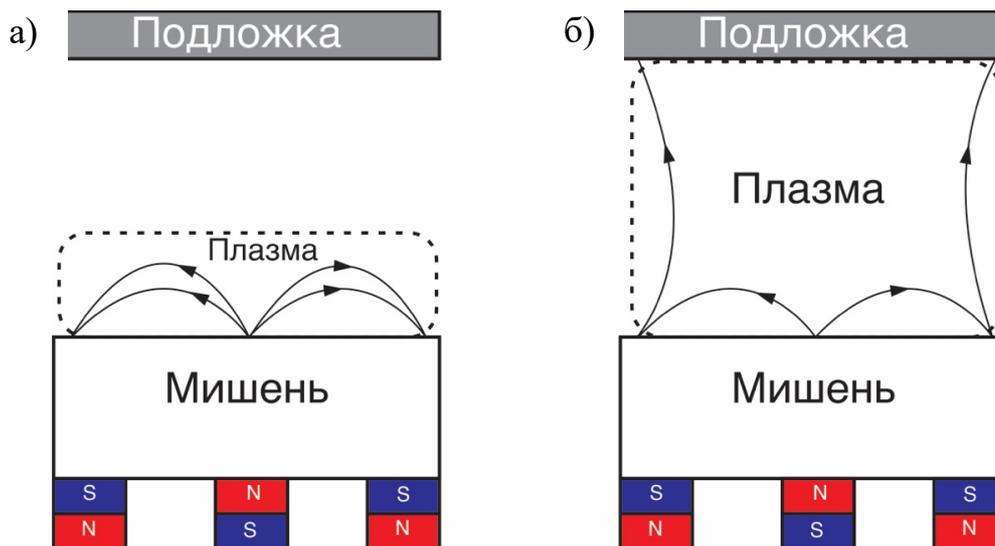


Рисунок 1.2 – а) сбалансированный и б) несбалансированный магнетрон [41]

При несбалансированном магнетронном распылении внешнее кольцо магнитов усилено относительно центрального полюса. В этом случае не все линии поля замкнуты между центральными и внешними полюсами в магнетроне, а часть направлена в сторону подложки (рис. 1.2 б), это позволяет части вторичных электронов следовать за линиями магнитного поля. Следовательно, плазма больше сильно не привязана к области мишени и может «вытекать» к подложке. Таким образом, можно получить высокий ионный ток на подложку без необходимости использования внешнего смещения. В результате, помимо обеспечения высокого потока распыляемых атомов (по сравнению с обычным распылением), несбалансированный магнетрон также действует как эффективный источник ионов.

Для напыления оксидов, нитридов, карбидов и их комбинаций используют реактивное магнетронное распыление. Это обусловлено тем, что производство многокомпонентных составных мишеней с высокой стехиометрией затруднено. В результате намного легче распылять чисто металлические мишени, напуская в камеру реактивный газ, необходимый для образования соединений на поверхности мишени, в плазме и растущей пленке, что приводит к получению покрытия с необходимой стехиометрией состава [47]. Однако поддержание стабильности процесса МР усложняется при использовании реактивного газа [48]. Основная трудность поддержания стабильности процесса заключается в контроле гистерезисного поведения параметров напыления, стехиометрии и скорости осаждения покрытия, на которые значительным образом влияет поток реактивного газа [48].

Гистерезисное поведение параметров нанесения при использовании реактивного распыления можно объяснить следующим образом. В начале процесса распыления на поверхности мишени отсутствуют диэлектрические слои, а значение напряжения на катоде – фиксированное. После напуска реактивного газа, на поверхности мишени начинают образовываться химические соединения. Так как эти соединения имеют более низкие коэффициенты вторичной электронной эмиссии, ток на катоде падает, что можно рассматривать как увеличение импеданса плазмы из-за более низкого вторичного выхода электронов. Снижение тока означает, что меньшее количество ионов будут распылять мишень по отношению к количеству молекул реактивного газа, которые достигают поверхности и формируют соединения. Когда поток реактивного газа увеличится, поверхность мишени будет все больше покрываться диэлектрическим слоем, до тех пор, пока при некотором расходе газа, положительная обратная связь (более низкий вторичный выход электронов → более низкий ток → меньшее количество ионов на молекулы газа) не приведет к большому падению тока и мишень полностью не покроется диэлектрическим слоем. Падение тока сопровождается повышением давления реактивного газа в камере, так как он уже не потребляется мишенью в большом количестве. Для возврата в режим с

высокими значениями тока необходимо меньшее значение потока реактивного газа, поскольку существует избыточное давление, поддерживающее мишень в отравленном режиме. Такое же гистерезисное поведение наблюдается, когда значение тока остается постоянным, а значение потока газа изменяется.

Наиболее часто для нанесения защитных покрытий на основе НПМ применяется магнетронное распыление при постоянном токе (DCMS – direct current magnetron sputtering) [49,50]. Источники постоянного тока обычно работают с использованием аргона в качестве рабочего газа в диапазоне давлений 0,1-1,5 Па и приложенного на катод напряжения в диапазоне 300-700 В. Напряжение, приложенное на катод, всегда отрицательное, поэтому мишень постоянно распыляется. Скорость осаждения $\approx 20-200$ нм/с. В процессах DCMS используется довольно низкая плотность мощности на мишени (обычно 5-15 Вт/см²), чтобы предотвратить перегрев магнетронных систем [51,52]. Поэтому они производят низкую плотность плазмы и низкую степень ионизации распыляемых частиц (1-3 %) [53]. По этой причине ионная составляющая осаждаемого потока частиц не оказывает уплотняющего эффекта на структуру покрытий. Помимо этого, при использовании реактивного режима DCMS наблюдается «отравление» мишени, которое заключается в образовании на поверхности диэлектрических слоев в результате взаимодействия атомов металла и реактивного газа. Образование диэлектрических слоев приводит к накоплению на его поверхности положительного заряда, который экранирует катод от бомбардирующих его ионов. Кроме того, диэлектрические слои имеют отличные от элементов мишени коэффициенты вторичной электронной эмиссии и распыления [54]. В результате появляется описанный выше гистерезисный тип поведения параметров распыления и уменьшается скорость осаждения.

Таким образом, магнетронное распыление при постоянном токе позволяет обеспечить высокую скорость осаждения металлических материалов и наносить покрытия сложного состава с необходимой стехиометрией. Однако данный метод имеет ряд недостатков, таких как: «отравление» мишени и наличие гистерезиса при использовании реактивного газа, а также низкая

степень ионизации плазмы, не позволяющая добиться плотной микроструктуры покрытий.

1.5 Магнетронное распыление импульсами высокой мощности

Преодолеть недостатки магнетронного распыления на постоянном токе позволяет магнетронное распыление импульсами высокой мощности (HiPIMS). HiPIMS – это современный метод физического осаждения из паровой фазы на основе магнетронного распыления, характеризующийся высокой пиковой плотностью мощности ($> 1 \text{ кВт/см}^2$) и высокой плотностью плазмы (10^{19} м^{-3}), а также короткой продолжительностью импульсов (50-200 мкс) [55–57]. С помощью высокой степени ионизации распыляемого материала (для некоторых элементов до 90 %) применение технологии HiPIMS позволяет получать тонкие покрытия высокого качества с более плотной микроструктурой, гладкой морфологией поверхности, более высокой твердостью и адгезией, чем покрытия, полученные с использованием обычного магнетронного распыления при постоянном токе [58,59].

При использовании метода HiPIMS происходит увеличение количества носителей заряда за счет высокой пиковой плотности мощности [60]. Это значит, что плотность электронов в области ионизации у поверхности мишени достигает 10^{18} - 10^{19} м^{-3} [61], что на порядок больше, чем при использовании DCMS, где наблюдается плотность электронов 10^{17} м^{-3} . В связи с этим, длина свободного пробега ионизирующих электронов составляет около 1 см при значении плотности 10^{18} - 10^{19} м^{-3} в режиме HiPIMS [62], в то время как для плотности электронов, равной 10^{17} м^{-3} , длина свободного пробега составляет 50 см [63]. Из-за высокой концентрации электронов в области ионизации большая часть распыляемого материала будет ионизированна, что подтверждается множеством публикаций [13,64,65].

За счет высокой степени ионизации распыляемого материала, варьируя напряжение смещения на подложке, направление и энергию ионного потока,

НІРІМС применяют для нанесения покрытий на поверхности сложной формы [66,67]. НІРІМС также используется для предварительной очистки поверхности подложки. Ионы, бомбардирующие поверхность, распыляют оксидные слои и тем самым очищают подложку перед нанесением. В ходе процесса некоторые ионы внедряются в поверхность. Это приводит к постепенному изменению состава в переходном слое между подложкой и пленкой. В результате метод НІРІМС позволяет улучшить адгезию, коррозионные свойства и износостойкость защитных покрытий [56,68]. Более того в плазме НІРІМС содержится большое количество высокоэнергетических ионов (средняя энергия которых без использования напряжения смещения составляет около 20 эВ) [69], которые оказывают уплотняющее действие на структуру покрытий [70].

Присутствие в плазме многозарядных ионов некоторых распыляемых материалов, таких как Ti и Al, , если импульс поддерживается достаточно долго в сочетании с достаточно высокими отрицательными разрядными напряжениями приводит к возникновению режимов самораспыления, характеризующихся повторным увеличением тока сверх начального пикового значения [71]. Было высказано предположение, что длительное самораспыление происходит из-за вторичной электронной эмиссии, вызванной многозарядными ионами распыленного материала (потенциальная эмиссия), которые ускоряются у поверхности мишени. Однократно ионизированные атомы не могут вносить вклад в этот процесс, так как обычно не обладают энергией, позволяющей превысить энергетический порог ионизации и последующего выхода вторичных электронов в плазму [72]. Режим самораспыления предполагает напыление покрытий без использования рабочего газа (он необходим только, чтобы зажечь магнетронный разряд).

Основным недостатком НІРІМС является низкая скорость осаждения по сравнению с МР при постоянном токе. В среднем для эквивалентных средних мощностей наблюдается падение скорости на 70-75 % [64]. Это можно объяснить несколькими причинами. В первую очередь, низкая скорость распыления связана с низкими коэффициентами заполнения и частотой импульсов. Это значит, что зачастую длительность отрицательной амплитуды

импульса, за время которого происходит распыление, составляет всего 10-25 % [73,74]. Также на скорость влияет процесс самораспыления; Ионы, образующиеся при столкновении в плазме, повторно притягиваются сильным отрицательным напряжением, приложенным к мишени. Поэтому они больше не достигают подложки в достаточном количестве, и, следовательно, эффективность распыления снижается. Высокоэнергетические ионы, притягиваемые отрицательным смещением на подложке, могут распылять поверхность формируемого покрытия, что также влияет на скорость осаждения [75,76].

1.6 Среднечастотное импульсное магнетронное распыление

Решить проблему, связанную с низкой скоростью осаждения HiPIMS, а также преодолеть трудности реактивного магнетронного распыления при постоянном токе можно, используя среднечастотное импульсное магнетронное распыление (MFMS – middle frequency magnetron sputtering). Установлено, что импульсное магнетронное распыление в диапазоне средних частот (10-250 кГц), при нанесении диэлектрических покрытий, позволяет значительно уменьшить дугообразование и, как следствие, уменьшить количество дефектов в получаемых пленках [77]. Кроме того, скорости осаждения при использовании MFMS сопоставимы со скоростями при использовании магнетронного распыления на постоянном токе [78].

При использовании MFMS мишень распыляется при нормальном рабочем напряжении (обычно от 400 до 500 В) в течение фиксированного времени импульса. Время импульса ограничено, так что зарядка отравленных областей не достигает момента, при котором происходит пробой и искрение. Как в промышленных, так и в лабораторных установках обычно используют две основные конфигурации импульсов: униполярный, когда напряжение на мишени пульсирует между нормальным рабочим напряжением и «землей»; и биполярный, при котором напряжение на мишени фактически меняется на

противоположное и становится положительным во время «выключения» импульса [79,80]. Последние могут быть симметричными и асимметричными.

Униполярное импульсное магнетронное распыление работает с использованием источника питания, работающего часть времени (обычно 10-50 % от общего периода импульса) на низком (или нулевом) уровне мощности, но пульсирующего до более высоких значений на короткий период в каждом цикле [64]. Таким образом, достигается существенное увеличение мгновенной плотности мощности без увеличения тепловой нагрузки на мишень [81]. Однако при использовании униполярного типа импульса не происходит компенсации разряда, вследствие чего могут происходить пробой, что влияет на свойства покрытий.

Для оптимизации осаждения при реактивном магнетронном распылении используют асимметричное биполярное среднечастотное магнетронное распыление [82]. Значение напряжения в асимметричных биполярных импульсах меняется с отрицательного значения на положительное, а форма волны напряжения разряда имеет неравные амплитуды импульса. Амплитуда импульса отрицательного напряжения больше, чем амплитуда импульса положительного напряжения, и между различными полярностями нет времени отключения. Как правило, в асимметричном биполярном режиме напряжение меняется между нормальным рабочим и слегка положительным (примерно 10%-20% от амплитуды отрицательного напряжения) напряжением в течение короткого времени (период отключения импульса) [83]. Схема этой формы сигнала показана на рисунке 1.3. Сначала на катод прикладывается обычное разрядное напряжение V_d (например, -400 В) (рис. 1.3а), что приводит к ускорению положительных ионов, распыляющих мишень преимущественно на участках без диэлектрического слоя. Область, покрытая диэлектриком, будет слабо распыляться, так как она поглощает низкоэнергетические ионы, вследствие чего поверхность диэлектрика заряжается до $+V_d$ (+400 В). Это ограничивает ускорение ионов и, в конечном итоге, снижает коэффициент распыления. Затем полярность меняется на положительное значение V_{rev} (+100 В) (рис. 1.3б), что приводит к нейтрализации заряда на поверхности

диэлектрика и его зарядке до значения $-V_{rev}$ (-100 В). Когда полярность напряжения на мишени снова меняется на отрицательную и достигает V_d (-400 В), поверхность диэлектрика уже заряжена до значения -100 В (рис. 1.3в). Эффективное напряжение на стороне диэлектрика, обращенной к плазме, составляет -500. В результате, положительные ионы распыляют данную область с повышенной энергией по сравнению с мишенью из чистого металла и тем самым уменьшают степень «отравления» мишени [79].

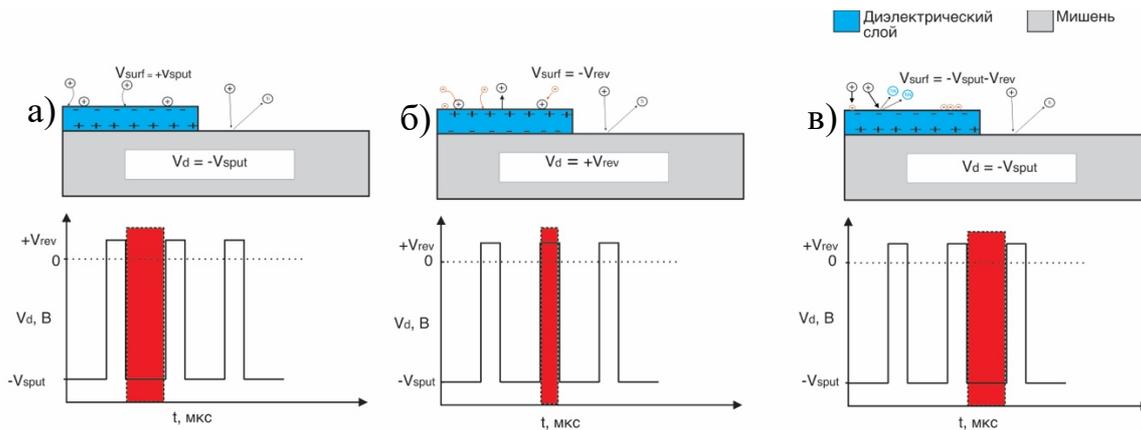


Рисунок 1.3 – Схема работы асимметричного биполярного среднечастотного магнетронного распыления. Отображены три момента времени: а) нормальный режим распыления, б) смена полярности и в) возврат к режиму распыления [79].

Исследования показали, что, если при использовании среднечастотного импульсного магнетронного распыления частота достаточно высока, чтобы предотвратить дугообразование, именно коэффициент заполнения играет наиболее важную роль в оптимизации процесса распыления [84]. Таким образом, главными параметрами при использовании импульсного среднечастотного магнетронного распыления являются частота импульсов и коэффициент заполнения. В то же время, подбор оптимальных параметров осуществляется для каждого покрытия индивидуально.

Обзор литературных источников показал, что композиции на основе системы Ti-Al-Ta-N являются одними из наиболее перспективных для получения покрытий с улучшенными функциональными свойствами. В то же

время традиционно используемая технология магнетронного распыления при постоянном токе не позволяет обеспечить оптимальные микроструктуру и механические характеристики данных покрытий. Эффективным способом решения данной проблемы может являться использование метода импульсного среднечастотного магнетронного распыления. Однако в настоящее время отсутствуют исследования, посвященные нанесению покрытий Ti-Al-Ta-N в режиме MFMS.

Глава 2. Методы и материалы

Покрyтия наносили на подложки из стали 12X18H10T и кремниевые пластины с помощью двухмагнетронной распылительной системы, включающей в себя два круглых планарных магнетрона, в одном из которых была размещена сплавная мишень Ti-Al (50 ат.% Ti, 50 ат.% Al), а в другом – мишень Ta (99,99 ат.%). Магнетроны были обеспечены отдельными источниками питания, что позволило задавать режим работы индивидуально для каждого магнетрона. Процесс нанесения происходил в среде из смеси газов аргона и азота при общем давлении в рабочей камере 0,3 Па. Стальные подложки использовали для изучения элементного и фазового состава, а также механических и трибологических свойств покрытий. Покрyтия на кремниевых подложках были предназначены для определения остаточных напряжений методом измерения кривизны прогиба подложки и изучения поперечных сечений методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Стальные подложки вырезали методом электроискровой резки в форме прямоугольных пластин, поперечные размеры которых составляли 15×10 мм², а толщина 1,5 мм. Перед осаждением покрытий стальные подложки подвергали механической шлифовке и полировке. Кремниевые подложки использовали в виде квадратных пластин размером 10×10 мм². Непосредственно перед нанесением покрытий все подложки подвергали очистке в ультразвуковой ванне в течение 20 минут. После этого в вакуумной камере проводили бомбардировку поверхности подложек ионами Ar⁺ в течение 20 минут с целью ее дополнительной очистки. Для обеспечения сильной адгезии покрытий на подложки наносили слой Ti-Al толщиной 30 нм методом магнетронного распыления.

На первом этапе для определения оптимальных параметров осаждения покрытий Ti-Al-Ta-N методом биполярного импульсного магнетронного распыления было экспериментально изучено влияние частоты импульсов тока f и коэффициента заполнения n (отношение длительности отрицательного импульса к периоду) на элементный состав и механические свойства покрытий.

На втором этапе были исследованы состав, структура, механические и трибологические свойства покрытий Ti-Al-Ta-N, полученных в различных режимах магнетронного распыления. В режиме 1 оба магнетрона работали на постоянном токе. В режиме 2 на мишень Ti-Al подавали постоянный ток, а мишень Ta использовалась в режиме биполярного импульсного распыления с частотой 50 кГц и коэффициентом заполнения 50 %. В режиме 3, наоборот, мишень TiAl распылялась в импульсном режиме, а на мишень Ta подавали постоянный ток. Наконец, в режиме 4 оба магнетрона работали в режиме импульсного распыления. Толщина покрытий составляла 3 мкм.

Элементный состав покрытий Ti-Al-Ta-N определяли методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии на сканирующем электронном микроскопе EVO 50 с помощью детектора INCA X-act. Структуру и фазовый состав покрытий исследовали методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu XRD-7000. Исследования проводили в геометрии Брэгга-Брентано с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения. Методом сканирующей электронной микроскопии исследована микроструктура поперечных сечений покрытий, полученных в различных режимах напыления. Твердость H и приведенный модуль Юнга E^* определяли методом наноиндентирования на установке NanoTest. Измерения проводили с использованием алмазного индентора Берковича в режиме контроля приложенной нагрузки, максимальная величина которой достигала 20 мН. При данной нагрузке максимальная величина проникновения индентора в покрытие не превышала 5% от его толщины, что позволило исключить влияние мягких стальных подложек на измеряемые характеристики. Для каждого образца было сделано не менее 20 вдавливаний индентора с расстоянием между отпечатками 100 мкм, что позволило исключить влияние пластической деформации системы покрытие/подложка в процессе индентирования на измеряемые характеристики. Остаточные напряжения в покрытиях определяли с помощью формулы Стоуни на основе измерений величины прогиба кремниевых подложек с помощью контактного профилометра Alpha-Step IQ до и после нанесения покрытий. Измерения проводили для двух образцов из каждой

партии покрытий, полученных в различных режимах осаждения. Для каждого покрытия измерения прогиба поверхности выполняли вдоль двух различных направлений. Величины остаточных напряжений усреднялись для каждой партии образцов.

Методом скретч-тестирования на установке Revetest проведены экспериментальные исследования влияния режимов осаждения покрытий Ti-Al-Ta-N на механизмы их деформации и разрушения, трещиностойкость и адгезионную прочность. Скретч-тестирование проводили с помощью конического индентора Роквелла с углом при вершине 120° и радиусом закругления 200 мкм. Путь перемещения индентора вдоль поверхности образца составлял 7 мм, скорость перемещения – 2 мм/мин, скорость нагружения 11,4 Н/мин, а максимальная приложенная нагрузка – 40 Н. Из каждой партии образцов измерения выполняли для двух покрытий. На поверхности каждого образца было сделано по три царапины.

Испытания на износ покрытий Ti-Al-Ta-N проводили в условиях сухого трения в геометрии диск-палец с помощью трибометра CSEM CH2000 при комнатной температуре. Для каждого типа покрытий было испытано по два образца, для каждого из которых было получено по два триботрека. В качестве контртела использовали шарик из сплава ВК8 диаметром 6 мм, радиус трека составлял 2 мм, скорость перемещения – 25 мм/с, нагрузка – 5 Н, путь трения – 100 м. В процессе испытаний регистрировали изменения коэффициента трения покрытий. Объемный износ покрытий определяли путем измерения профилей поперечного сечения триботреков с помощью контактного профилометра Alpha-Step IQ.

Глава 4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Целесообразность выполнения тех или иных исследований в современном мире определяется коммерческой ценностью работы - ее финансовой выгодностью. Оценка коммерческой ценности (потенциала) исследований является обязательным условием в поиске источников финансирования для проведения научной работы и коммерциализации ее результатов. Это представляет важность для исследовательских организаций, которые должны оценить перспективы проводимых научных исследований. Благодаря такой оценке учёный может рассматривать поиски партнеров для дальнейшего проведения научного исследования, планировать коммерциализацию результатов своих результатов и запуск собственного производства.

Данный раздел, предусматривает рассмотрение следующих задач:

- Оценка коммерческого потенциала.
- Планирование научно-исследовательской работы.
- Расчет бюджета научно-исследовательской работы.
- Определение ресурсной, финансовой, бюджетной эффективности исследования.

Целью данного раздела является экономическое планирование и оценка ресурсоэффективности исследования влияния на микроструктуру, механические и трибологические характеристики защитных покрытий на основе Ti-Al-Ta-N полученных методом среднечастотного магнетронного распыления.

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1 Анализ конкурентных технических решений

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки и определить направления для ее будущего повышения (таблица 4.1). Разработка 1 – покрытие Ti-Al-Ta-N. Конкурирующими материалами выбраны: Разработка 2 – покрытие Ti-Al-Cr-N; Разработка 3 – покрытие Ti-Al-Si-N. Расчет конкурентоспособности проводится по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot \text{Б}_i$$

где K – конкурентоспособность проекта; B_i – вес показателя (в долях единицы); Б_i – балл показателя.

Таблица 4.1 – Оценочная карта сравнения конкурентных разработок

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		1	2	3	1	2	3
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Механические характеристики	0,19	4	4	5	0,76	0,76	0,95
2. Трибологические характеристики	0,21	5	5	3	1,05	1,05	0,63
3. Окислительные свойства	0,18	5	3	4	0,9	0,54	0,72
4. Сложность получения покрытий	0,13	5	4	3	0,65	0,52	0,39
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0,05	5	5	4	0,25	0,25	0,2
2. Уровень проникновения на рынок	0,04	4	3	4	0,16	0,12	0,16
3. Цена	0,07	3	4	5	0,21	0,28	0,35
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0,08	5	4	4	0,4	0,32	0,32
5. Финансирование научной разработки	0,05	4	4	4	0,2	0,2	0,2
Итого	1	40	36	36	4,58	4,04	3,92

Таким образом, конкурентоспособность научной разработки составила 4,58, в то время как у конкурентов 4,04 и 3,92, соответственно. Результаты показывают, что данная научно-исследовательская разработка является конкурентоспособной и имеет полное преимущество по трибологическим и окислительным характеристикам, а также по сложности синтеза данных покрытий.

4.1.2 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 (таблицы 4.2-4.6).

Таблица 4.2 – SWOT-анализ

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: S1. Универсальность технологии S2. Высокое качество покрытий S3. Актуальность тематики исследования	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: W1. Использование устаревшего оборудования для исследований W2. Высокая сложность повторяемости состава W3. Относительно высокая стоимость расходных материалов
Возможности: O1. Расширение технической базы ИФПМ СО РАН Томск O2. Использовать материально-техническую базу российских и	O2S2S3. Высокое качество изготавливаемых и исследуемых покрытий актуальных на сегодняшний день позволяет организовать сотрудничество с привлечением	O1W1W3. Устаревшее оборудование и высокая стоимость расходных материалов не позволяет перенаправлять средства на развитие и расширение технической базы. O2W1W2. Низкий уровень технического обеспечения и

зарубежных университетов.	дополнительного финансирования института.	сложности в синтезе покрытий являются барьером для эффективного сотрудничества.
<p>Угрозы:</p> <p>T1. Отсутствие спроса на результаты исследования</p> <p>T2. Несвоевременное финансирование научного исследования при дальнейшем развитии проекта.</p> <p>T3. Развитая конкуренция среди научных групп с аналогичной тематикой</p>	<p>T1S1S2. Универсальность технологии и высокое качество покрытий делает результаты исследования востребованными</p> <p>T2S3 Актуальность исследований дает возможность получить финансирование на грантовой основе</p>	<p>T1W1. Применение устаревшего оборудования может поставить под сомнение качество результатов исследования</p> <p>T2W2W3. Высокие траты на отработку режимов и расходные материалы в совокупности с несвоевременным финансированием тормозят исследование вплоть до полной остановки</p> <p>T3W1. Более современное оборудование позволяет ускорить процесс исследования и получение результатов</p>

Таблица 4.3 – Связь сильных сторон с возможностями

	S1	S2	S3
O1	-	-	-
O2	-	+	+

Таблица 4.4 – Связь слабых сторон с возможностями

	W1	W2	W3
O1	+	-	+
O2	+	+	-

Таблица 4.5 – Связь сильных сторон с угрозами

	S1	S2	S3
T1	+	+	-
T2	-	-	+
T3			

Таблица 4.6 – Связь слабых сторон с угрозами

	W1	W2	W3
T1	+	-	-
T2	-	+	+
T3	+	-	-

Таким образом, проведенный SWOT-анализ показал, что на данном этапе технология исследования не лишена недостатков. Тем не менее, данные недостатки легко устраняемы, путем внедрения новых методов исследования. Несомненно, что на мировом рынке достоинства данной разработки должны быть оценены на высоком уровне.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Для выполнения исследовательского проекта формируется рабочая (научная) группа, в состав которой могут входить инженеры, техники, научные, сотрудники, преподаватели и лаборанты, численность группы может варьироваться. Каждый исполнитель получает соответствующую должность исходя из запланированных работ. Для дальнейшей оценки экономической эффективности составлен перечень этапов и работ в рамках проведения научного исследования и распределение исполнителей по видам работ (таблица 4.7).

Таблица 4.7 – Этапы и работы научного исследования

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-графика	Научный руководитель
	2	Календарное планирование выполнения работ	Инженер, научный руководитель
Выбор способа решения поставленной задачи	3	Обзор научной литературы	Инженер
	4	Выбор методов исследования	Инженер

Теоретические и экспериментальные исследования	5	Планирование эксперимента	Инженер, научный руководитель
	6	Подготовка образцов для эксперимента	Инженер
	7	Проведение эксперимента	Инженер
Обобщение и оценка результатов	8	Обработка полученных данных	Инженер
	9	Оценка правильности полученных результатов	Инженер, Научный руководитель
Оформление отчета по НИР (комплекта документации по ОКР)	10	Составление пояснительной записки	Инженер

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Основная часть стоимости разработки проекта составляется из трудовых затрат, поэтому важно определить трудоемкость работ всех участников разработки проекта. Несмотря на то, что трудоемкость зависит от трудно учитываемых параметров, т.е. носит вероятностный характер, ее можно определить экспертным путем, в «человеко-днях». Ожидаемое (среднее) значение трудоемкости $t_{ож\ i}$ определяется по формуле:

$$t_{ож\ i} = \frac{3t_{min\ i} + 2t_{max\ i}}{5}$$

где $t_{min\ i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.,

$t_{max\ i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

На основании расчетов ожидаемой трудоемкости работ, необходимо определить продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p :

$$T_{pi} = \frac{t_{ож\ i}}{Ч_i},$$

где $Ч_i$ – количество исполнителей, одновременно выполняющих поставленную задачу, чел.

По всем работам результаты расчета продолжительности в рабочих днях представлены в таблице 4.8.

4.2.3 Разработка графика проведения исследования

Диаграмма Гантта 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. Для построения графика Гантта длительность каждой из выполняемых работ из рабочих дней переводились в календарные дни по формуле:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}},$$

где $k_{\text{кал}}$ – календарный коэффициент.

Для каждого исполнителя расчеты производились индивидуально. Календарный коэффициент определялся по формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}},$$

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

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

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

В рамках планирования научного проекта необходимо построить календарный график проекта. Для планирования НИР была выбрана диаграмма Гантта (таблица 4.9), для построения которой определялась длительность каждого из этапов работы.

Таблица 4.8 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Исполнитель	Трудоемкость			Длительность в рабочих днях, T_{pi}	Длительность в календарных днях, T_{ki}
		t_{min} , чел-дни	t_{max} , чел-дни	$t_{ож\ i}$, чел-дни		
Составление и утверждение технического задания, утверждение плана-	Руководитель	5	7	6	6	8

графика						
Календарное планирование выполнения работ	Руководитель, инженер	5	7	5,8	2,75	4
Обзор научной литературы	Инженер	20	30	24	24	36
Выбор методов исследования	Инженер	10	15	12	12	18
Планирование эксперимента	Руководитель, Инженер	10	15	12	6	9
Подготовка образцов для эксперимента	Инженер	10	15	12	12	18
Проведение эксперимента	Инженер	15	25	19	19	28
Обработка полученных данных	Инженер, руководитель	10	15	12	6	9
Оценка правильности полученных результатов	Руководитель, Инженер	5	7	6	3	5
Составление ВКР	Инженер	20	30	24	24	36

Таблица 4.9 – Диаграмма Гантта

Название работы	Ис-п-ль	T_{ki} , дн.	Продолжительность выполнения работ								
			Сен	Окт	Нояб	Дек	Янв	Фев	Март	Апр	Май
Составление технического задания	Р	8									
Календарное планирование	Р, И	4									
Обзор научной литературы	И	36									

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

4.3.1 Расчет материальных затрат научно-технического исследования

В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов, необходимых для выполнения работ по данной теме (таблица 4.10). Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода. Также в стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (5 % от цены). Материальные затраты в данном исследовании составили 26498 руб.

Таблица 4.10 – Материальные затраты

Наименование	Единицы измерения	Цена за ед., руб.	Количество	Сумма, руб.
Лист титана ВТ1-0	м ²	840	0,9	756
Баллон Ar	Шт.	680	1	680
Баллон N	Шт.	470	1	470
Мишень Ti/Al	Шт.	8330	1	8330
Мишень Ta	Шт.	15000	1	15000
Транспортно-заготовительные расходы				1262
Итого				26498

4.3.2 Расчет амортизации специального оборудования

Расчет сводится к определению амортизационных отчислений, так как оборудование было приобретено до начала выполнения данной работы и эксплуатировалось ранее, поэтому при расчете затрат на оборудовании

учитываем только рабочие дни по данной теме. Норма амортизации рассчитывается по формуле:

$$H_A = \frac{1}{n},$$

где n – срок полезного использования в количестве лет. Амортизация оборудования рассчитывается по формуле:

$$A = \frac{H_A I}{12} \cdot m,$$

где I – итоговая сумма, тыс. руб.; m – время использования, мес. Результаты расчетов представлены в таблице 4.11. Общие амортизационные расходы составили 50666 руб.

Таблица 4.11 – Амортизационные расходы

Наименование оборудования	I , руб.	n , лет	H_A , %	m , мес	A
Персональный компьютер	60000	5	20	4	4000
Установка МИР-1М	1400000	10	10	4	46666
Итого:					50666

4.3.3 Основная заработная плата исполнителей исследования

В данном разделе рассчитывается заработная плата инженера и руководителя, помимо этого необходимо рассчитать расходы по заработной плате, определяемые трудоемкостью проекта и действующей системой оклада. Основная заработная плата одного работника рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p,$$

где $Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата, руб.,

T_p – продолжительность работ, выполняемых работником, раб.дн.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_M \cdot M}{F_d},$$

где Z_M – месячный должностной оклад работника, руб.,

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года,

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (таблица 4.12).

Таблица 4.12 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней (выходные и праздничные дни)	118	118
Отпуск	24	24
Действительный годовой фонд рабочего времени	223	223

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p$$

где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.,

$k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{тс}$),

k_d – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5,

k_p – районный коэффициент, равный 1,3.

Расчет основной заработной платы приведен в таблице 4.13.

Таблица 4.13 – Основная заработная плата работников

Исполнители	$Z_{тс}$, руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , руб.	$Z_{дн}$, руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, руб.
Руководитель	49150	0,3	0,2	1,3	95843	4728	35	165480
Инженер	12140	0,3	0,2	1,3	23673	1168	91	106228
Итого $Z_{осн}$								271768

4.3.4 Дополнительная заработная плата исполнителей исследования

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:

$$Z_{\text{зп}} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}},$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата, руб.,

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата, по следующей формуле:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}},$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,15). Расчет дополнительной заработной платы приведен в таблице 4.14.

Таблица 4.14 – Дополнительная заработная плата исполнителей исследования

Исполнитель	Руководитель	Инженер
Основная зарплата, руб.	165480	106228
Дополнительная зарплата, руб.	24822	15934
Суммарная зарплата, руб.	190302	122222
Итого, руб.	312524	

4.3.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Отчисления во внебюджетные фонды (таблица 4.15) определяется по формуле:

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

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд ОМС и социальное страхование). Общая ставка взносов составляет в 2023 году – 30,2% (ст. 425, 426 НК РФ).

Таблица 4.15 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Суммарная зарплата, руб.	Отчисления во внебюджетные фонды
Руководитель	190302	57471
Исполнитель	122222	36911
Итого:		94382

4.3.6 Накладные расходы

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$Z_{\text{накл}} = \text{сумма статей} \cdot k_{\text{нр}}$$

где $k_{\text{нр}}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы. Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 16%.

$$Z_{\text{накл}} = (26498 + 271768 + 50666 + 312524 + 94382) \cdot 0,16 = 120934 \text{ руб.}$$

4.3.7 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы по теме: «Влияние параметров осаждения покрытий Ti-Al-Ta-N методом среднечастотного импульсного магнетронного распыления на их структуру, механические и трибологические свойства», является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции. Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект по каждому варианту исполнения приведен в таблице 4.16.

Таблица 4.16 – Рассчитанный бюджет затрат НТИ

Наименование статьи	Сумма, руб.
1. Материальные затраты	26498
2. Амортизация оборудования	50666
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей исследования	271768
4. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей исследования	312524

5. Отчисления во внебюджетные фонды	94382
6. Накладные расходы	120934
Бюджет затрат НИИ	876772

Таким образом, бюджет исследования, включающий в себя материальные затраты, амортизационные расходы, затраты на основную и дополнительную заработную плату, отчисления во внебюджетные фонды и накладные расходы составил 876772 рублей. Самыми затратными статьями расходов являются заработная плата, как основная, так и дополнительная, а также накладные расходы.

4.4 Определение ресурсной 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. В качестве вариантов исполнения были выбраны ближайшие аналоги магнетронного распыления ($\Phi_{p1} = 820000$), электролитический метод осаждения пленок ($\Phi_{p2} = 560000$) и дуговое испарение ($\Phi_{p3} = 710000$). Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{фин.р}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}},$$

где Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения; Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта

$$I_{\text{фин.р}}^{\text{исп.}1} = \frac{\Phi_{p1}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{624008}{624008} = 1;$$

$$I_{\text{фин.р}}^{\text{исп.}2} = \frac{\Phi_{p2}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{420000}{624008} = 0,68;$$

$$I_{\text{фин.р}}^{\text{исп.з}} = \frac{\Phi_{p3}}{\Phi_{\text{max}}} = \frac{540000}{624008} = 0,87;$$

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля). Таким образом, выбор электролитического или дугового методов осаждения покрытий позволил бы снизить стоимость разработки на ~ 32% и ~ 13% соответственно

Интегральный показатель ресурсоэффективности. Оценка ресурсоэффективности проекта определялась посредством расчета интегрального критерия по формуле:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i,$$

где: I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности; a_i – весовой коэффициент проекта; b_i – бальная оценка проекта, устанавливаемая опытным путем по выбранной шкале оценивания. путем по выбранной шкале оценивания.

Расставляем бальные оценки и весовые коэффициенты в соответствии с приоритетом характеристик проекта, рассчитываем конечный интегральный показатель и сводим полученные результаты в таблицу 4.17

Таблица 4.17 – Сравнительная оценка характеристик проекта

Критерий	Весовой коэффициент	Магнетронное распыление	Электролитический метод	Дуговое испарение
Чистота покрытий	0,25	5	3	3
Скорость осаждения	0,15	5	5	5
Адгезионная прочность	0,15	5	3	4
Коррозионная стойкость	0,2	5	4	4
Безопасность использования	0,13	4	4	4
Надежность	0,12	4	3	3

Итого:	1	4,55	3,63	3,78
--------	---	------	------	------

Видно, что магнетронное распыление является более выгодным методом нанесения относительно выбранных критериев.

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{\text{исп 1}} = \frac{I_{\text{р исп 1}}}{I_{\text{фин.р}}^{\text{исп 1}}} = 4,55.$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных (таблица 4.18). Сравнительная эффективность проекта ($\mathcal{E}_{\text{ср}}$):

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{исп 1}}}{I_{\text{исп 2}}} = 0,84.$$

Таблица 4.18 – Сводная таблица показателей оценки ресурсоэффективности

Показатели	Исполнение 1	Исполнение 2	Исполнение 3
Интегральный финансовый показатель разработки	1	0,68	0,87
Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,55	3,63	3,78
Интегральный показатель эффективности	4,55	5,34	4,34
Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1	0,85	1,05

Выводы по разделу

В результате выполнения целей раздела можно сделать следующие выводы:

1. Результатом анализа конкурентных технических решений является выбор одного из вариантов реализации НИР как наиболее подходящего и оптимального по сравнению с другими.

2. В ходе планирования для руководителя и инженера был разработан график реализации этапа работ, который позволяет оценивать и планировать рабочее время исполнителей. Определено следующее: общее количество календарных дней для выполнения работ составляет 171 дней; общее количество дней, в течение которых работал инженер, составляет 163 дней; общее количество дней, в течение которых работал руководитель, составляет 35 дней;

3. Для оценки затрат на реализацию проекта разработан проектный бюджет, который составляет 876772 руб;

4. Результат оценки эффективности НИР показывает следующие выводы:

1) значение интегрального финансового показателя НИР составляет 1, что является показателем того, что НИР незначительно финансово уступает по сравнению с аналогами;

2) значение интегрального показателя ресурсоэффективности НИР составляет 4,55, по сравнению с 3,63 и 3,78;

3) Значение интегрального показателя эффективности НИР составляет 4,58, по сравнению с 4,04 и 3,92, и является наиболее высоким, что означает, что техническое решение, рассматриваемое в НИР, является наиболее эффективным вариантом исполнения.

Глава 5. Социальная ответственность

Настоящая магистерская диссертация посвящена исследованию износостойких покрытий на основе системы Ti-Al-Ta-N нанесенных при помощи установки магнетронного распыления. Исследование предполагает работу с высоким напряжением и различными газами. Объектом исследования являются защитные покрытия, а предметом их механические и трибологические характеристики. Покрытия были получены методом реактивного магнетронного распыления в различных режимах на установке МИР-1М в кабинете №102, 3 корпуса ИФПМ СО РАН.

Рабочее место оператора МИР-1М позволяет человеку в полной мере осуществлять рабочие движения и перемещения при эксплуатации и техническом обслуживании оборудования. Прибор соответствует функциональным требованиям и предполагаемым условиям эксплуатации. На рабочем месте присутствует необходимое естественное и искусственное освещение. Основные органы управления размещены в оптимальном рабочем пространстве, где обеспечены наилучшие условия для ручного управления и контроля. Аварийные и ответственные органы управления размещены в оптимальной зоне досягаемости руки. Рабочее место оператора обеспечивает оптимальные условия проявления психических и физиологических функций оператора, т. о. в таких условиях достигается максимальная эффективность, точность и надёжность деятельности при минимальных энергетических затратах

5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

5.1.1 Специальные правовые нормы трудового законодательства

К работе на установке магнетронного распыления МИР-1М допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющих медицинских противопоказаний, прошедших вводный инструктаж и инструктаж по безопасности труда на

рабочем месте [1]. К самостоятельной работе допускаются работники после получения II группы электробезопасности и допуска к работе с газовыми баллонами, работающими под давлением [2]. Повторная проверка знаний норм и правил электробезопасности, а также правил безопасной работы с газовыми баллонами проводится с работниками не реже 1 раза в 12 месяцев, повторный инструктаж на рабочем месте – не реже 1 раза в 3 месяца [3].

Для работы на установке МИР-1М должны выполняться следующие требования [4]:

- Отсутствие затруднения выполнения трудовых действий работающим со стороны конструктивных частей установки, предназначенных для устранения или снижения уровней опасных и вредных производственных факторов до допустимых значений;

- Конструкция установки должна обеспечивать высокую эффективности функционирования системы "человек - производственное оборудование", а также такие физические нагрузки на работающего, при которых энергозатраты организма в течение рабочей смены не превышали бы 1046,7 кДж/ч (250 ккал/ч);

5.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны исследователя

Рациональная планировка рабочего места предусматривает четкий порядок и постоянство размещения предметов, средств труда и документации. Все необходимое для выполнения работ должно располагаться в зоне легкой досягаемости рабочего пространства, как показано на рисунке 5.1.

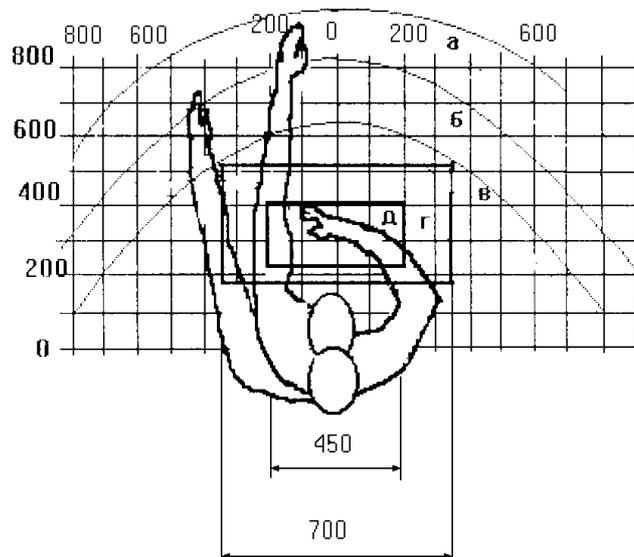


Рисунок 5.1 – Зоны досягаемости рук в горизонтальной плоскости: а – зона максимальной досягаемости рук; б – зона досягаемости пальцев при вытянутой руке – зона легкой досягаемости ладони; в – оптимальное пространство для грубой ручной работы; г – оптимальное пространство для тонкой ручной работы

Высота рабочей поверхности стола рекомендуется в пределах 680–800 мм [5]. Высота рабочей поверхности, на которую устанавливается клавиатура, должна быть 650 мм. Рабочий стол должен быть шириной не менее 700 мм и длиной не менее 1400 мм. Должно иметься пространство для ног высотой не менее 600 мм, шириной — не менее 500 мм, глубиной на уровне колен — не менее 450 мм и на уровне вытянутых ног — не менее 650 мм.

Рабочее кресло должно быть подъемно-поворотным и регулируемым по высоте и углам наклона сиденья и спинки, а также расстоянию спинки до переднего края сиденья [6]. Рекомендуется высота сиденья над уровнем пола 420–550 мм. Конструкция рабочего кресла должна обеспечивать: ширину и глубину поверхности сиденья не менее 400 мм; поверхность сиденья с заглубленным передним краем.

Монитор должен быть расположен на уровне глаз оператора на расстоянии 500–600 мм [7]. Согласно нормам, угол наблюдения в горизонтальной плоскости должен быть не более 45° к нормали экрана. Лучше

если угол обзора будет составлять 30°. Кроме того должна быть возможность выбирать уровень контрастности и яркости изображения на экране. Также должна предусматриваться возможность регулирования высоты и угла наклона экрана. Клавиатуру следует располагать на поверхности стола на расстоянии 100–300 мм от края.

5.2 Производственная безопасность

Производственные условия на рабочем месте характеризуются наличием опасных и вредных факторов, которые классифицируются по группам элементов: физические, химические, биологические, психофизиологические [8]. В таблице 5.1 приведены основные элементы производственного процесса, формирующие опасные и вредные факторы.

Таблица 5.1 – Возможные опасные и вредные факторы

Факторы (ГОСТ 12.0.003–2015)	Этапы работ			Нормативные документы
	Разработка	Изготовление	Эксплуатация	
1. Повышенный уровень локальной вибрации	-	+	-	СН 2.2.4/2.1.8.566–96 Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий
2. Повышенный уровень шума	-	+	-	ГОСТ 12.1.029-80 «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства и методы защиты от шума. Классификация»
3. Недостаточная освещенность рабочего места	+	+	+	СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение
4. Отклонение показателей микроклимата	-	+	-	СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
5. Электрический ток, вызываемый разницей электрических потенциалов, под действие которого попадает работающий	-	+	+	ГОСТ 12.1.019-2017 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

5.2.1 Анализ вредных производственных факторов

При работе на установке МИР-1М возможно воздействие вредных и опасных факторов, негативно влияющих на здоровье сотрудников. К первой группе факторов можно отнести повышенный уровень локальной вибрации и шума, а также недостаточную освещенность помещения. В качестве второй группы факторов необходимо рассмотреть возможность поражения электрическим током [9].

5.2.1.1 Повышенный уровень локальной вибрации

Воздействие вибрации может приводить к нарушениям сердечной деятельности, расстройству нервной системы, спазму сосудов, изменению в суставах, приводящему к ограничению подвижности и изменению в вестибулярном аппарате [10]. Длительное воздействие вибрации приводит к вибрационной болезни. В качестве защиты от вибрационного воздействия могут использоваться виброгасители для установки, а также СИЗ оператора (сапоги, перчатки и т.д.) [11].

Помещение, в котором находится установка МИР-1М относится к категории 3 – технологического типа «а» [12]. Источником вибрации частотой 50 Гц является пластинчато-роторный насос с виброскоростью не превышающей 0,002 м/с. Согласно требованиям, при среднегеометрической частоте полос 50 Гц, виброскорость должна соответствовать значениям меньше 0,11 м/с. Таким образом, используемое оборудование полностью соответствует требованиям уровня локальной вибрации.

5.2.1.2 Повышенный уровень шума

Шум ухудшает 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.

Источник шумового загрязнения – вращающиеся части механических насосов. При работе механического насоса максимальность шумового загрязнения составляет 52 дБ на расстоянии 1 м [13]. Длительность возникновения максимальных шумов составляет не более 5 минут. Рабочее место расположено в 2-2,5 метров от установки. Предельно допустимый уровень шумов для напряженности легкой степени при легкой физической нагрузке составляет 80 дБ [14]. Для снижения негативного влияния шума на оператора установки могут применяться средства индивидуальной защиты, которыми являются специальные наушники, вкладыши в ушную раковину, противошумные каски, защитное действие которых основано на изоляции и поглощения звука [15]. При работе на установке МИР-1М используются наушники.

5.2.1.3 Недостаточная освещенность рабочего места

Уровень освещенности, на рабочем месте, должен соответствовать условиям работы и быть оптимальным по яркости (не более 500 кд/м² для площади рабочей поверхности более 0,1 м²) [16]. 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. Помещение, в котором располагается установка, имеет линейные размеры 6×5 м и высоту 3 м.

Учитывая особенности процесса работы на на установке МИР-1М (характеристика зрительной работы IV средней точности при норме наименьшего размера объекта различения от 0,5 до 1) возможно применение схемы общего равномерного освещения. Согласно нормам освещённости на рабочих местах производственных помещений при искусственном освещении в лаборатории требуется создать освещенность $E=200$ лк [17].

В лаборатории применяется общая система освещения люминесцентными лампами ЛД. Интегральным критерием оптимальности расположения светильников является величина λ , которая для люминесцентных светильников с защитной решеткой лежит в диапазоне 1,1–1,3. Принимаем $\lambda = 1,1$, расстояние светильников от перекрытия (свес) $h_c = 0,3$ м.

Высота светильника над рабочей поверхностью определяется по формуле:

$$h = h_n - h_p,$$

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

Высота светильника над полом в помещении высотой H равной 3 м:

$$h_n = H - h_c = 3 - 0,3 = 2,7 \text{ м}$$

Высота рабочей поверхности $h_{pp} = 0,8$ м. Высота светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{pp} = 2,7 - 0,8 = 1,9 \text{ м.}$$

Расстояние между соседними светильниками или рядами определяется по формуле:

$$L = \lambda \cdot h = 1,1 \cdot 1,9 = 2,09 \text{ м.}$$

Количество рядов светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле

$$n_{\text{ряд}} = \frac{(B - \frac{2}{3}L)}{L} + 1 = 2,73 \approx 2$$

где $n_{\text{ряд}}$ – количество рядов; B – ширина помещения, м.

Длина светильника $l_{\text{св}} = 1,23$ м.

Количество светильников с люминесцентными лампами определяется по формуле:

$$n_{\text{св}} = \frac{(A - \frac{2}{3}L)}{l_{\text{св}} + 0,5} = 2,66 \approx 2$$

где $n_{\text{св}}$ – количество светильников в ряду; A – длина помещения, м.

Общее количество светильников с люминесцентными лампами в помещении определяется по формуле:

$$N = n_{\text{ряд}} \cdot n_{\text{св}} = 4$$

где N – общее количество светильников; $n_{\text{ряд}}$ – количество рядов; $n_{\text{св}}$ – количество светильников в ряду.

Светильники размещаются в два ряда. В каждом ряду можно установить 2 светильника типа ОД мощностью 40 Вт (с длиной 1,23 м), при этом разрывы между светильниками в ряду составят 1,84 м. План помещения и размещения на нем светильников представлен на рисунке 5.2. Учитывая, что в каждом светильнике установлено две лампы, общее число ламп в помещении равно $N=8$.

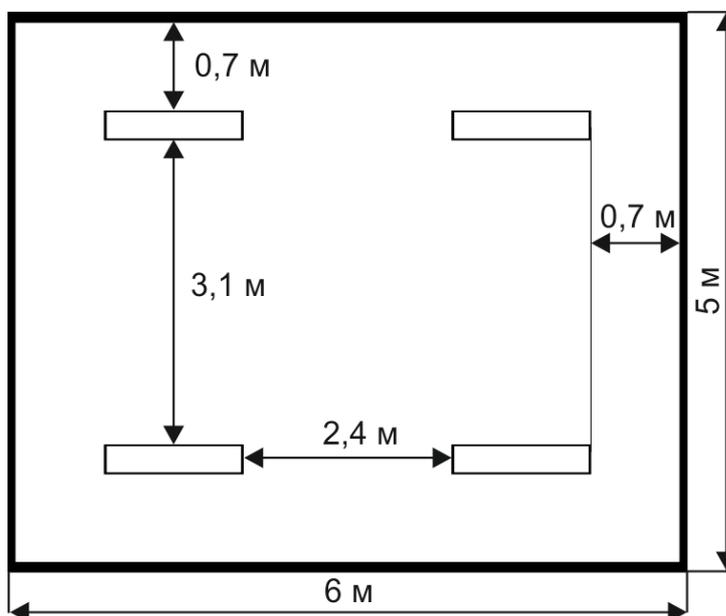


Рисунок 5.2 – План помещения и размещения светильников с люминесцентными лампами

Находим индекс помещения:

$$i = \frac{S}{h(A+B)} = \frac{30}{1,9 \cdot (6+5)} = 1,44$$

Для коэффициентов отражения берутся приблизительные значения: 30% для стен и 50% для потолка. Коэффициент использования светового потока η светильников с люминесцентными лампами с учетом индекса помещения соответственно равен 51 %.

Потребный световой поток ламп в каждом из рядов:

$$\Phi = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N_L \cdot \eta} = \frac{200 \cdot 30 \cdot 1,5 \cdot 1,1}{8 \cdot 0,51} = 2426 \text{ лм}$$

Ближайшая стандартная лампа – ЛД 40 Вт с потоком 2300 лм. Делаем проверку выполнения условия:

$$-10\% \leq \frac{\Phi_{\text{л.станд}} - \Phi_{\text{л.расч}}}{\Phi_{\text{л.станд}}} \cdot 100\% \leq +20\%$$

$$-10\% \leq -5,47\% \leq +20\%$$

Таким образом, электрическая мощность осветительной установки:

$$P = 8 * 40 = 320 \text{ Вт.}$$

5.2.1.4 Отклонение показателей микроклимата

Воздух рабочей зоны (микроклимат) производственных помещений определяют следующие параметры: температура воздуха, температура поверхностей, относительная влажность, скорость движения воздуха. Оптимальные значения характеристик микроклимата для категории Ia (уровень энергозатрат до 139 Вт) приведены в таблице 5.2 согласно СанПиН 2.2.4.548-96 Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [120].

Таблица 5.2 – Оптимальные и допустимые параметры микроклимата

Период года	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относительная влажность, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный и переходный	22-24	21-25	60-40	0,1

Теплый	23-25	22-26	60-40	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. В помещение должны подаваться следующие объёмы наружного воздуха: при объёме помещения до 20 м³ на человека – не менее 30 м³ в час на человека; при объёме помещения более 40 м³ на человека и отсутствии выделения вредных веществ допускается естественная вентиляция.

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 осуществляется естественная вентиляция. Воздух поступает и удаляется через щели, окна, двери. Основным недостатком такой вентиляции в том, что приточный воздух поступает в помещение без предварительной очистки и нагревания.

5.2.2 Анализ опасных факторов

5.2.2.1 Электрический ток, вызываемый разницей электрических потенциалов, под действие которого попадает работающий

Источниками поражения электрическим током являются неисправное электрооборудование в лаборатории и несоблюдение правил техники безопасности при работе с электрооборудованием. В зависимости от условий в помещении опасность поражения человека электрическим током увеличивается или уменьшается. Установка МИР-1М относится к классу электроустановок с

номинальным напряжением до 1000 В, следовательно помещение, в котором она находится, относится к категории помещений без повышенной опасности [18]. Не следует работать с ЭВМ и другими электрическими установками в условиях повышенной влажности (относительная влажность воздуха длительно превышает 75%), высокой температуры (более 35°C), наличии токопроводящей пыли, токопроводящих полов и возможности одновременного прикосновения к имеющим соединение с землёй металлическим элементам и металлическим корпусом электрооборудования. Опасность электропоражения существует в следующих случаях:

- при непосредственном прикосновении к токоведущим частям во время ремонта;
- при прикосновении к нетоковедущим частям, оказавшимся под напряжением (в случае нарушения изоляции токоведущих частей);
- при прикосновении с полом, стенами, оказавшимися под напряжением;
- при коротком замыкании в высоковольтных блоках.

Проходя через организм человека, электроток производит термическое, электролитическое, механическое, биологическое, световое воздействие. Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока.

Лаборатория относится к помещению без повышенной опасности поражения электрическим током. В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены. Недоступность токоведущих частей достигается путем их надежной изоляции, применения защитных ограждений, расположения токоведущих частей на недоступной высоте. К СКЗ относятся заземление и разделение электрической сети с помощью трансформаторов – в результате изолированные участки сети обладают большим сопротивлением изоляции и малой емкостью проводов относительно земли, за счет чего значительно улучшаются условия безопасности [19]. Основными электрозащитными

средствами в электроустановках напряжением до 1000 В являются изолирующие штанги, а также изолирующие устройства и приспособления для ремонтных работ. К дополнительным изолирующим электрозащитным средствам относятся изолирующие подставки на фарфоровых изоляторах и переносные заземления.

5.3 Экологическая безопасность

Основной урон окружающей среде процесс синтеза защитных покрытий составляет выброс продуктов горения машинного масла при работе пластинчато-роторного и диффузионного насосов. Для предотвращения дальнейшего загрязнения атмосферы необходимо улучшить систему фильтрации масляных паров при работе пластинчато-роторных насосов [20].

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

5.4.1. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории при проведении исследований

Наиболее типичными ЧС являются утечка газа из баллона и возгорание. В случае обнаружения утечки газа из баллона немедленно прекратить подачу газа и сообщить об аварийной ситуации непосредственному руководителю. При возникновении возгорания необходимо немедленно прекратить работу, закрыть баллоны с газом, отключить электрооборудование, позвонить в подразделение пожарной охраны по телефону 01 или 112, сообщить о случившемся руководителю подразделения и приступить к тушению огня первичными средствами пожаротушения.

5.4.2 Разработка порядка действия в случае возникновения ЧС

Одним из наиболее распространенных и опасных видов техногенных ЧС является пожар. Пожаром называется неконтролируемое горение вне специального очага. Пожары причиняют значительный материальный ущерб, в ряде случаев вызывают тяжелые травмы и гибель людей. Причины возникновения пожара электрического характера: короткое замыкание, перегрузки по току, статическое электричество и т. д. Для устранения причин возникновения и локализации пожаров в помещении лаборатории должны проводиться следующие мероприятия [21]:

- 1) использование только исправного оборудования;
- 2) проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности;
- 3) отключение электрооборудования, освещения и электропитания при предполагаемом отсутствии обслуживающего персонала или по окончании работ;
- 4) содержание путей и проходов для эвакуации людей в свободном состоянии (рисунок 5.3).

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии используются первичные средства пожаротушения. Первичные средства пожаротушения обычно применяют до прибытия пожарной команды. В общественных зданиях и сооружениях на каждом этаже должно размещаться не менее двух переносных огнетушителей. Огнетушители следует располагать на видных местах вблизи от выходов из помещений. Размещение первичных средств пожаротушения в коридорах, переходах не должно препятствовать безопасной эвакуации людей.

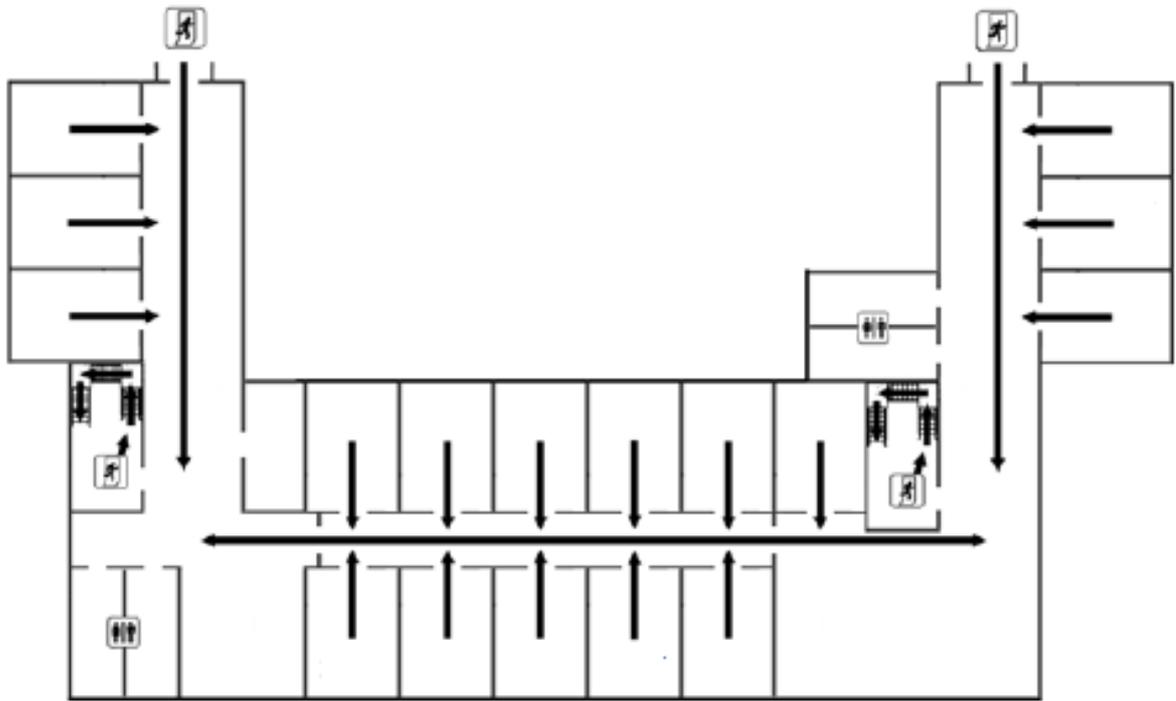


Рисунок 5.3 – План эвакуации при пожаре и других ЧС

Помещение, в котором располагается установка МИР-1М относится к категории Г умеренной пожароопасности вследствие наличия нагревательного элемента диффузионного насоса. Однако, наиболее вероятной причиной пожара служит короткое замыкание в электрических цепях установки. Для тушения пожара в помещении предусмотрен углекислотный огнетушитель (ОУ-8).

5.5 Выводы по разделу

В данном разделе были рассмотрены необходимые правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности, в которых регламентируются условия труда, необходимые инструкции по работе со специальным оборудованием, а также гигиенические требования к организации работы.

Были выявлены и проанализированы опасные и вредные факторы производственной среды. К вредным факторам можно отнести: воздействие электрического напряжения на организм человека, микроклимат, воздействие шума и высоких электромагнитных полей. К опасным факторам можно отнести: электробезопасность, термическую опасность и пожаровзрывоопасность.

К факторам рабочего места, влияющим на окружающую среду, относятся масляные пары. Для предотвращения негативного влияния эксплуатации установки могут использоваться масляные фильтры. Также были рассмотрены различные чрезвычайные ситуации при работе на вакуумной установке и правильный порядок действий при их возникновении.

Заключение

В работе исследовано влияние среднечастотного импульсного магнетронного распыления покрытий Ti-Al-Ta-N на элементный состав, микроструктуру и функциональные свойства. Показано, что изменение частоты импульсов от 50 до 100 кГц обуславливает рост содержания Ti в покрытиях. В то же время с увеличением коэффициента заполнения от 60 до 80% содержание Ti в покрытиях снижается, а содержание Al и Ta растет. В результате оптимальный элементный состав покрытий, обеспечивающий максимальное значение твердости, формируется при частоте импульсов 50 кГц и коэффициенте заполнения 60 %. Поэтому данные параметры были использованы для нанесения покрытий Ti-Al-Ta-N в режиме среднечастотного импульсного магнетронного распыления с целью их сравнения с аналогичными покрытиями, полученными путем распыления мишеней Ti-Al и Ta в режиме постоянного тока, а также с покрытиями, полученными в комбинированных режимах, когда одна из мишеней распылялась при постоянном токе, а другая – в импульсном режиме.

Согласно полученным результатам, более высокий коэффициент распыления химических элементов и подавление образования диэлектрических нитридных слоев на поверхности мишеней при импульсном магнетронном распылении обуславливают изменение их элементного состава за счет повышения содержания Ti и снижения содержания Al. Методом рентгеновской дифракции установлено, что при использовании режимов, когда хотя бы одна мишень распыляется в импульсном режиме, наблюдается уменьшение размера областей когерентного рассеяния более чем в 2 раза. Распыление обеих мишеней в импульсном режиме также позволило подавить образование столбчатых зерен, распространяющихся через всю толщину покрытия и получить покрытие Ti-Al-Ta-N с более плотной смешанной микроструктурой, состоящей из фрагментированных столбчатых зерен и равноосных зерен. Поэтому, несмотря на снижение относительного содержания Ti/Al, а также величины остаточных сжимающих напряжений, твердость покрытия,

нанесенного посредством импульсного распыления, возросла до 33,8 ГПа по сравнению с 31,5 ГПа у покрытия, полученного при постоянном токе.

Методом скретч-тестирования изучены закономерности деформации и разрушения покрытий Ti-Al-Ta-N при царапании индентором и проведены оценки их трещиностойкости и адгезионной прочности. Показано, что наиболее высокими трещиностойкостью и адгезией характеризуются покрытия Ti-Al-Ta-N, полученные при импульсном распылении обеих мишеней.

Изучены закономерности изнашивания покрытий Ti-Al-Ta-N в процессе трибологических испытаний в условиях сухого трения. Установлено, что основным механизмом изнашивания всех исследованных покрытий является абразивный износ. Показано, что покрытие, полученное при импульсном распылении обеих мишеней, имеет самый низкий коэффициент трения и наиболее высокую износостойкость, которая в $\sim 2,4$ раза выше, чем у покрытия, нанесенного при постоянном токе. Полученные результаты свидетельствуют о том, что модификация микроструктуры покрытий Ti-Al-Ta-N (подавление роста столбчатых зерен через всю толщину покрытия и уменьшение размера кристаллитов) при использовании импульсного магнетронного распыления обеспечивает одновременное увеличение их твердости и трещиностойкости. Последнее обуславливает синергетический эффект в повышении износостойкости покрытий.

Таким образом, проведенные исследования показали, что среднечастотное импульсное магнетронное распыление позволяет получить покрытия Ti-Al-Ta-N с улучшенными свойствами по сравнению с аналогичными покрытиями, нанесенными при постоянном токе.

Список литературы

1. PalDey S., Deevi S.C. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review // *Materials Science and Engineering: A*. Elsevier. – 2003. – Vol. 342, № 1–2. P. 58–79.
2. Sousa V.F.C. et al. Characteristics and Wear Mechanisms of TiAlN-Based Coatings for Machining Applications: A Comprehensive Review // *Metals (Basel)*. – 2021. – Vol. 11, № 2. – P. 260
3. Jing L., Chen M., An Q. Study on Performance of PVD AlTiN Coatings and AlTiN-Based Composite Coatings in Dry End Milling of Hardened Steel SKD11 // *Metals (Basel)*. – 2021. – Vol. 11, № 12. – P. 2019.
4. Sangiovanni D.G., Chirita V., Hultman L. Toughness enhancement in TiAlN-based quaternary alloys // *Thin Solid Films*. – 2012. – Vol. 520, № 11. – P. 4080–4088.
5. Shuai J. et al. Comparative study on crack resistance of TiAlN monolithic and Ti/TiAlN multilayer coatings // *Ceramics International*. – 2020. – Vol. 46, № 5. – P. 6672–6681.
6. Kameda J. et al. High temperature environmental attack and mechanical degradation of coatings in gas turbine blades // *Materials Science and Engineering: A*. Elsevier. – 1997. – Vol. 229, № 1–2. – P. 42–54.
7. Hollerweger R. et al. Origin of high temperature oxidation resistance of Ti–Al–Ta–N coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2014. – Vol. 257. – P. 78–86.
8. Meyer Y.A. et al. EIS Investigation of the Corrosion Behavior of Steel Bars Embedded into Modified Concretes with Eggshell Contents // *Metals (Basel)*. – 2022. – Vol. 12, № 3. – P. 417.
9. Satizabal L.M. et al. Microstructural array and solute content affecting electrochemical behavior of SnAg and SnBi alloys compared with a traditional SnPb alloy // *Materials Chemistry and Physics*. – 2019. – Vol. 223. – P. 410–425.
10. Petrov I. et al. Microstructural evolution during film growth // *Journal of Vacuum Science & Technology A*. – 2003. – Vol. 21, № 5. – P. 117–128.

11. Contreras Romero E. et al. Microstructure, mechanical and tribological performance of nanostructured TiAlTaN-(TiAlN/TaN) coatings: Understanding the effect of quaternary/multilayer volume fraction // *Surface and Coatings Technology*. – 2019. – Vol. 377. – P. 124875.
12. Smidt F.A. Use of ion beam assisted deposition to modify the microstructure and properties of thin films // *International Materials Reviews*. – 1990. – Vol. 35, № 1. – P. 61–128.
13. Bohlmark J. et al. Ionization of sputtered metals in high power pulsed magnetron sputtering // *Journal of Vacuum Science & Technology A*. – 2004. – Vol. 23, № 1. – P. 18–22.
14. Tillmann W. et al. Structure and mechanical properties of hafnium nitride films deposited by direct current, mid-frequency, and high-power impulse magnetron sputtering // *Thin Solid Films*. Elsevier. – 2019. – Vol. 669. – P. 65–71.
15. Bartosik M. et al. Fracture toughness and structural evolution in the TiAlN system upon annealing // *Scientific reports*. – 2017. – Vol. 7. – P. 16476
16. Rogström L. et al. Strain evolution during spinodal decomposition of TiAlN thin films // *Thin Solid Films*. – 2012. – Vol. 520, № 17. – P. 5542–5549.
17. Liu Z.J., Shum P.W., Shen Y.G. Hardening mechanisms of nanocrystalline Ti–Al–N solid solution films // *Thin Solid Films*. – 2004. – Vol. 468, № 1–2. – P. 161–166.
18. Eremeev S. V., Shugurov A.R. Chemical bonding analysis in $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ solid solutions // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – Vol. 395. – P. 125802.
19. Chen L. et al. Thermal stability and oxidation resistance of Ti–Al–N coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2012. – Vol. 206, № 11–12. – P. 2954–2960.
20. Mayrhofer P.H. et al. Spinodal decomposition of cubic $Ti_{1-x}Al_xN$: Comparison between experiments and modeling // *International Journal of Materials Research*. – 2007. – Vol. 98. – P. 1054–1059.
21. Zeng Y. et al. Superhard TiAlCN coatings prepared by radio frequency magnetron sputtering // *Thin Solid Films*. – 2015. – Vol. 584. – P. 283–288.

22. Pshyk A. V. et al. High temperature behavior of functional TiAlBSiN nanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2016. – Vol. 305. – P. 49–61.
23. Chen M. et al. Influence of vacuum annealing on structures and properties of AlTiSiN coatings with corrosion resistance // *Surface and Coatings Technology*. – 2017. – Vol. 312. – P. 25–31.
24. Kretschmer A. et al. Improving phase stability, hardness, and oxidation resistance of reactively magnetron sputtered (Al,Cr,Nb,Ta,Ti)N thin films by Si-alloying // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. – Vol. 416. – P. 127162.
25. Veprek S. Recent search for new superhard materials: Go nano! // *Journal of Vacuum Science & Technology A*. – 2013. – Vol. 31.
26. Miletić A. et al. Microstructure and mechanical properties of nanostructured Ti–Al–Si–N coatings deposited by magnetron sputtering // *Surface and Coatings Technology*. – 2014. – Vol. 241. – P. 105–111.
27. Pei F. et al. Improved properties of TiAlN coating by combined Si-addition and multilayer architecture // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2019. – Vol. 790. – P. 909–916.
28. Chen Y.H. et al. Enhanced thermal stability and fracture toughness of TiAlN coatings by Cr, Nb and V-alloying // *Surface and Coatings Technology*. – 2018. – Vol. 342. – P. 85–93.
29. Glatz S.A. et al. Influence of Mo on the structure and the tribomechanical properties of arc evaporated Ti-Al-N // *Surface and Coatings Technology*. – 2017. – Vol. 311. – P. 330–336.
30. Glatz S.A. et al. Arc evaporated W-alloyed Ti-Al-N coatings for improved thermal stability, mechanical, and tribological properties // *Surface and Coatings Technology*. – 2017. – Vol. 332. – P. 275–282.
31. Gassner G. et al. Magnéli phase formation of PVD Mo–N and W–N coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2006. – Vol. 201, № 6. – P. 3335–3341.
32. Xu Y.X. et al. Thermal stability and oxidation resistance of V-alloyed TiAlN coatings // *Ceramics International*. – 2018. – Vol. 44, № 2. – P. 1705–1710.

33. Glatz S.A. et al. Thermal stability and mechanical properties of arc evaporated Ti–Al–Zr–N hard coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2015. – Vol. 266. – P. 1–9.
34. Mikula M. et al. Toughness enhancement in highly NbN-alloyed Ti–Al–N hard coatings // *Acta Materialia*. – 2016. – Vol. 121. – P. 59–67.
35. Guo F. et al. Impact of V, Hf and Si on oxidation processes in Ti–Al–N: Insights from ab initio molecular dynamics // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – Vol. 381. – P. 125125.
36. Shugurov A.R. et al. Tuning of mechanical properties of Ti_{1-x}Al_xN coatings through Ta alloying // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – Vol. 382. – P. 125219.
37. Rachbauer R., Holec D., Mayrhofer P.H. Increased thermal stability of Ti–Al–N thin films by Ta alloying // *Surface and Coatings Technology*. – 2012. – Vol. 211. – P. 98–103.
38. Shugurov A., Panin A., Kasterov A. Effect of Ta alloying on isothermal oxidation behavior of DC magnetron sputtered Ti_{1-x}Al_xN coatings on titanium substrate // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. – Vol. 421. – P. 127488.
39. Arnell R.D., Kelly P.J. Recent advances in magnetron sputtering // *Surface and Coatings Technology*. – 1999. – Vol. 112, № 1–3. – P. 170–176.
40. Musil J. et al. Reactive magnetron sputtering of thin films: present status and trends // *Thin Solid Films*. – 2005. – Vol. 475, № 1–2. – P. 208–218.
41. Gudmundsson J.T., Lundin D. Introduction to magnetron sputtering // *High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications*. – 2020. – P. 1–48.
42. Kaganovich I.D. et al. Physics of $e \times B$ discharges relevant to plasma propulsion and similar technologies // *Physics of Plasmas*. American Institute of Physics Inc. – 2020. – Vol. 27, № 12. – P. 120601
43. Konstantinidis S. et al. Measurement of ionic and neutral densities in amplified magnetron discharges by pulsed absorption spectroscopy // *Journal of Applied Physics*. – 2004. – Vol. 95. – P. 2900–2905.

44. Golosov D.A. Balanced magnetic field in magnetron sputtering systems // *Vacuum*. – 2017. – Vol. 139. – P. 109–116.
45. Wang Y.X. et al. Influence of bias voltage on the hardness and toughness of CrAlN coatings via magnetron sputtering // *Surface and Coatings Technology*. – 2012. – Vol. 206, № 24. – P. 5103–5107.
46. Gangopadhyay S. et al. Effect of substrate bias voltage on structural and mechanical properties of pulsed DC magnetron sputtered TiN–MoS_x composite coatings // *Vacuum*. – 2010. – Vol. 84, № 6. – P. 843–850.
47. Belosludtsev A. et al. Correlation between stoichiometry and properties of scandium oxide films prepared by reactive magnetron sputtering // *Applied Surface Science*. – 2018. – Vol. 427. – P. 312–318.
48. Safi I. Recent aspects concerning DC reactive magnetron sputtering of thin films: a review // *Surface and Coatings Technology*. – 2000. – Vol. 127, № 2–3. – P. 203–218.
49. Greczynski G. et al. Unintentional carbide formation evidenced during high-vacuum magnetron sputtering of transition metal nitride thin films // *Applied Surface Science*. – 2016. – Vol. 385. – P. 356–359.
50. Dinesh Kumar D. et al. Substrate effect on wear resistant transition metal nitride hard coatings: Microstructure and tribo-mechanical properties // *Ceramics International*. – 2015. – Vol. 41, № 8. – P. 9849–9861.
51. Hultman L. et al. Transmission electron microscopy studies of microstructural evolution, defect structure, and phase transitions in polycrystalline and epitaxial Ti_{1-x}Al_xN and TiN films grown by reactive magnetron sputter deposition // *Thin Solid Films*. – 1991. – Vol. 205, № 2. – P. 153–164.
52. Greene J.E. Review Article: Tracing the recorded history of thin-film sputter deposition: From the 1800s to 2017 // *Journal of Vacuum Science & Technology A*. – 2017. – Vol. 35.
53. Fager H. et al. Low-temperature growth of dense and hard Ti_{0.41}Al_{0.51}Ta_{0.08}N films via hybrid HIPIMS/DC magnetron co-sputtering with synchronized metal-ion irradiation // *Journal of Applied Physics*. – 2017. – Vol. 121. – P. 171902

54. Kubart T., Nyberg T., Berg S. Modelling of low energy ion sputtering from oxide surfaces // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 2010. – Vol. 43, № 20. – P. 205204.
55. Lundin D. et al. Transition between the discharge regimes of high power impulse magnetron sputtering and conventional direct current magnetron sputtering // *Plasma Sources Science and Technology*. – 2009. – Vol. 18, № 4. – P. 45008.
56. Helmersson U. et al. Ionized physical vapor deposition (IPVD): A review of technology and applications // *Thin Solid Films*. – 2006. – Vol. 513, № 1–2. – P. 1–24.
57. Konstantinidis S. et al. Transport of ionized metal atoms in high-power pulsed magnetron discharges assisted by inductively coupled plasma // *Applied Physics Letters*. – 2006. – Vol. 88, № 2. – P. 021501.
58. Wallin E., Helmersson U. Hysteresis-free reactive high power impulse magnetron sputtering // *Thin Solid Films*. – 2008. – Vol. 516, № 18. – P. 6398–6401.
59. Alami J. et al. On the relationship between the peak target current and the morphology of chromium nitride thin films deposited by reactive high power pulsed magnetron sputtering // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 2009. – Vol. 42, № 1. – P. 015304
60. Gudmundsson J.T. et al. On the electron energy in the high power impulse magnetron sputtering discharge // *Journal of Applied Physics*. – 2009. – Vol. 105, № 12. – P. 123302.
61. Bohlmark J. et al. Spatial electron density distribution in a high-power pulsed magnetron discharge // *IEEE Transactions on Plasma Science*. – 2005. – Vol. 33, № 2. – P. 346–347.
62. Freund R.S. et al. Cross-section measurements for electron-impact ionization of atoms // *Physical Review A*. – 1990. – Vol. 41, № 7. – P. 3575
63. Gudmundsson J.T. et al. High power impulse magnetron sputtering discharge // *Journal of Vacuum Science & Technology A*. – 2012. – Vol. 30, № 3. – P. 030801.

64. Kouznetsov V. et al. A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities // *Surface and Coatings Technology*. – 1999. – Vol. 122, № 2–3. – P. 290–293.
65. Vlček J. et al. Ion flux characteristics in high-power pulsed magnetron sputtering discharges // *Europhysics Letters*. – 2007. – Vol. 77, № 4. – P. 45002.
66. Anders A., Andersson J., Ehiasarian A. High power impulse magnetron sputtering: Current-voltage-time characteristics indicate the onset of sustained self-sputtering // *Journal of Applied Physics*. – 2007. – Vol. 102, № 11. – P. 113303.
67. Ehiasarian A.P. et al. Comparison of microstructure and mechanical properties of chromium nitride-based coatings deposited by high power impulse magnetron sputtering and by the combined steered cathodic arc/unbalanced magnetron technique // *Thin Solid Films*. – 2004. – Vol. 457, № 2. – P. 270–277.
68. Bohlmark J. et al. Guiding the deposition flux in an ionized magnetron discharge // *Thin Solid Films*. – 2006. – Vol. 515, № 4. – P. 1928–1931.
69. Ehiasarian A.P. et al. High power pulsed magnetron sputtered CrN_x films // *Surface and Coatings Technology*. – 2003. – Vol. 163–164. – P. 267–272.
70. Bohlmark J. et al. The ion energy distributions and ion flux composition from a high power impulse magnetron sputtering discharge // *Thin Solid Films*. – 2006. – Vol. 515, № 4. – P. 1522–1526.
71. Eriksson F. et al. Interface engineering of short-period Ni/V multilayer X-ray mirrors // *Thin Solid Films*. – 2006. – Vol. 500, № 1–2. – P. 84–95.
72. Andersson J., Ehiasarian A.P., Anders A. Observation of Ti⁴⁺ ions in a high power impulse magnetron sputtering plasma // *Applied Physics Letters*. – 2008. – Vol. 93, № 7. – P. 071504.
73. Liu Y. et al. Effect of duty cycle on microstructure and mechanical properties of AlCrN coatings deposited by HiPIMS // *Vacuum*. – 2022. – Vol. 205. – P. 111409.
74. Chang C.L. et al. Effect of duty cycles on the deposition and characteristics of high power impulse magnetron sputtering deposited TiN thin films // *Surface and Coatings Technology*. – 2014. – Vol. 259, № PB. – P. 232–237.

75. Morel E. et al. Impact of self-sputtering in high power impulse magnetron sputtering (HiPIMS) with helium // *Journal of Applied Physics*. – 2023. – Vol. 133, № 15. – P. 153301.
76. Brenning N. et al. A unified treatment of self-sputtering, process gas recycling, and runaway for high power impulse sputtering magnetrons // *Plasma Sources Science and Technology*. – 2017. – Vol. 26, № 12. – P. 125003.
77. Kelly P.J. et al. The deposition of aluminium oxide coatings by reactive unbalanced magnetron sputtering // *Surface and Coatings Technology*. – 1996. – Vol. 86–87, № 1. – P. 28–32.
78. Sproul W.D. High-rate reactive DC magnetron sputtering of oxide and nitride superlattice coatings // *Vacuum*. – 1998. – Vol. 51, № 4. – P. 641–646.
79. Sellers J. Asymmetric bipolar pulsed DC: the enabling technology for reactive PVD // *Surface and Coatings Technology*. – 1998. – Vol. 98, № 1–3. – P. 1245–1250.
80. Bartzsch H. et al. Properties of SiO₂ and Al₂O₃ films for electrical insulation applications deposited by reactive pulse magnetron sputtering // *Surface and Coatings Technology*. – 2003. – Vol. 174. – P. 774–778.
81. Bradley J.W., Welzel T. Physics and phenomena in pulsed magnetrons: an overview // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 2009. – Vol. 42, № 9. – P. 093001.
82. Hubička Z. et al. Hardware and power management for high power impulse magnetron sputtering // *High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications*. – Elsevier. – 2020. – P. 49–80.
83. Schiller S. et al. Pulsed magnetron sputter technology // *Surface and Coatings Technology*. – 1993. – Vol. 61, № 1–3. – P. 331–337.
84. Vlček J., Pajdarová A., Musil J. Pulsed dc Magnetron Discharges and their Utilization in Plasma Surface Engineering // *Contributions to Plasma Physics*. – 2004. – Vol. 44. – P. 426–436.
85. Stadler B.J.H. Vapor Processes // *Materials Processing*. – 2016. – P. 513–588.

86. Kelly P.J. et al. The Influence of Pulse Frequency and Duty on the Deposition Rate in Pulsed Magnetron Sputtering // Plasma Processes and Polymers. – 2007. – Vol. 4, № 3. – P. 246–252.

87. Трудовой кодекс Российской Федерации от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 01.04.2019).

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

89. Инструкция No 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В

90. ГОСТ Р 12.4.026-2001 Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная Назначение и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний

91. ГОСТ Р 50923-96 Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения.

92. ГОСТ 21889-76 Система «Человек-машина». Кресло человека-оператора. Общие эргономические требования

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

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

95. Безопасность жизнедеятельности: учебное пособие / О.Б. Назаренко, Ю.А. Амелькович. — Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2013. — 178 с

96. ГОСТ 26568-85 Вибрация. Методы и средства защиты. Классификация

97. СН 2.2.4/2.1.8.566-96 Производственная вибрация, вибрация в помещениях жилых и общественных зданий

98. ГОСТ 12.1.003-83 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности

99. СН 2.2.4/2.1.8.562-96 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки. Санитарные нормы
100. ГОСТ 12.1.029-80 Система стандартов безопасности труда. Средства и методы защиты от шума.
101. СП 52.13330.2016 Естественное и искусственное освещение
102. СП 52.13330.2011 «Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95*»
103. СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
104. ГОСТ 12.1.019-2017 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
105. ГОСТ 12.1.030-81 ССБТ. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление
106. Третьякова Н. А. Нормирование выбросов в окружающую среду: учебное пособие. – 2018
107. Федеральный закон Российской Федерации от 22 июля 2008 г. N 123–ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности»

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Раздел 1

Chapter 1. Wear-resistant protective coatings of the Ti-Al-N system and methods for their depositing

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
ОДМ11	Гаранин Юрий		

Консультант НОЦ Б.П. Вейнберга ИЯТШ:

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

Консультант – лингвист отделения иностранных языков:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор ОИЯ	Матвеев И.А.	д.фил.наук		

Chapter 1. Wear-resistant protective coatings of the Ti-Al-N system and methods for their depositing

1.1. Wear-resistant protective coatings based on the Ti-Al-N system

Ti-Al-N coatings are extensively utilized in various industries such as manufacturing, automotive, and aerospace to enhance wear resistance and prevent corrosion of parts and mechanisms. These coatings have attracted significant attention due to their exceptional properties, including high hardness, superior wear resistance, excellent thermal stability, and resistance to oxidation [1, 15]. The increased hardness and wear resistance of the coatings are due to their deposition under highly nonequilibrium conditions, which leads to the formation of a metastable supersaturated $Ti_{1-x}Al_xN$ solid solution. The substitution of Ti for Al leads to the formation of a metastable FCC structure of sphalerite (c-AlN) [16]. Due to the smaller ionic radius, Al causes a decrease in the lattice constant of $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings compared to TiN [17]. This causes an elastic distortion of the crystal lattice, which leads to solid solution hardening of the coating. The hardness of metastable $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings increases with increasing Al concentration and can reach about 40 GPa at $x \sim 0.5-0.55$ [17].

At the same time, because the Al-N chemical bond is strongly ionic, alloying of TiN with Al leads to a decrease in the fracture toughness of the coatings. It has been shown in our recent study [19] that this effect becomes even more pronounced with increasing aluminum content in the $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings that has a negative influence on their wear resistance. Moreover, further development of materials processing technologies requires increasing of operating temperatures of wear-resistant protective coatings up to 1000 °C and higher, whereas the $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings lose their protective properties already at temperatures of 800-850 °C. Firstly, a sharp decrease in oxidation resistance of the coatings occurs at these temperatures, which resulted from changes in their oxidation kinetics [20]. The metastable $Ti_{1-x}Al_xN$ solid solution with a single-phase FCC structure undergoes spinodal decomposition in the temperature range of 800–850°C with the formation of domains consisting of c-TiN and c-AlN [21]. Later, during annealing, domains consisting of c-AlN

transform into a stable hexagonal w-AlN phase (wurtzite). This transformation causes a significant decrease in the hardness and wear resistance of $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings [1].

Taking into account the drawbacks of the coatings, in the last two decades intensive efforts of researches are directed at search of ways to improve their toughness, wear resistance, thermal stability and oxidation resistance. Currently the most promising directions to solve this problem are alloying of the coatings with additional elements and deposition of multilayer compositions combining layers of different materials, which properties complement each other.

1.2. Alloying coatings of the Ti-Al-N system with non-metals

Two main approaches are usually applied to alloy the $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings. One of the usual approaches to obtain the nanocrystalline structure in the coatings is their alloying with nonmetallic elements (B, C, Si) [21-24]. In equilibrium conditions these elements are insoluble in Ti-Al-N. In highly nonequilibrium coatings their small amounts (several atomic percent) incorporate on the N sublattice, however most of them segregate at grain boundaries forming amorphous phases (BN, TiB_2 , C, Si_xN_y). This results in substantial grain refinement in the coatings (down to 10 nm and less) that is accompanied by a considerable increase in their hardness (up to 50-80 GPa [25]). One of the most effective ways is alloying of Ti-Al-N based coatings with silicon. Its introduction results in substantial hardening of the coating (over 50 GPa) with simultaneous enhancement of thermal stability and oxidation resistance [24, 25]. Despite previous attempts, there has not been a significant increase in the wear resistance of coatings using this approach. Based on the available data, it is believed that an effective method for enhancing the properties of Ti-Al-N coatings is to combine them with tantalum and silicon. This will result in coatings that possess the improved properties of both $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ (high fracture toughness, thermal stability, and oxidation resistance) and $Ti_{1-x-y}Al_xSi_yN$ (higher hardness and nanocrystalline structure). However, there is currently a lack of research focused on the deposition and examination of such coatings.

1.3. Alloying coatings of the Ti-Al-N system with metals of III-VI groups

The second method involves incorporating transition metals from III-VI groups into the coatings, where the atoms replace Ti or Al in the metal sublattice. This allows for a wide range of electronic configurations, including the number of valence electrons and additional d- and f-states. This alloying process leads to significant changes in bonding types and, consequently, results in variations in the key properties of the coatings. For instance, the addition of Y and Cr increases the hardness, thermal stability, and oxidation resistance of Ti-Al-N based coatings [26-28]. The inclusion of V is beneficial in substantially reducing the friction coefficient of $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings (to 0.3) due to the formation of an orthorhombic V_2O_5 Magnéli phase [8]. A similar effect is observed with the inclusion of Mo and W [29, 30]. However, the enhanced tribological characteristics of the $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings alloyed with V, Mo, and W are affected by the volatility of oxide Magnéli phases above 500-700°C [31]. The inclusion of V also slows down the spinodal decomposition of the $Ti_{1-x}Al_xN$ solutions, thereby maintaining their high hardness at temperatures up to 1100°C [32]. However, the introduction of vanadium considerably decreases the oxidation resistance of the coatings [33].

Very effective way is to alloy Ti-Al-N based coatings with elements of IV and V groups (Zr, Nb, Hf and Ta). For example, Zr enhances oxidation resistance of these coatings, promoting the formation of a dense protective oxide on their surface [15]. Moreover, introduction of its small additions leads to increasing the hardness of the coating as well as the temperature of their spinodal decomposition. Alloying with Nb increases thermal stability and toughness of the $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings but a little decreases their hardness [35]. Hf enhances the hardness and thermal stability of Ti-Al-N based coatings, while information about its influence on their oxidation resistance is contradictory [36].

One of the most promising alloying elements is Ta which allows not only sufficient increasing of fracture toughness of the $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings [37], but also rising the temperature of the formation of the w-AlN phase up to 1200 °C that provides high coating hardness at elevated temperatures [7]. According to recent ab-

initio calculations carried out by the applicants, the increase in fracture toughness of Ti-Al-N based coatings alloyed with Ta is attributed to the growing metallicity of interatomic bonds in the $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ solid solution [18]. The improved thermal stability of $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ coatings can be explained by changes in their electronic structure caused by the incorporation of Ta atoms into the crystal lattice and the higher diffusion activation energy for Ta compared to Ti and Al [38]. The $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ coatings also exhibit superior oxidation resistance due to a decrease in the number of oxygen vacancies in the oxide layer and suppression of the anatase-rutile phase transformation in the TiO_2 layer [7, 38]. However, the recent studies conducted by the applicants have revealed some limitations associated with Ta alloying. Firstly, an increase in the Ta content in the $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ solid solution weakens the strength of both Ta-N and Al-N bonds [18]. This results in a decrease in the hardness of $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ coatings compared to $Ti_{1-x}Al_xN$. The latter results in decreasing hardness of the $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ coatings compared to $Ti_{1-x}Al_xN$. Secondly, large columnar grains with straight vertical boundaries were formed in the $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ coatings with higher Ta contents instead of V-shaped columnar fine-grained structure [36]. This facilitates propagation of cracks into the coatings under cyclic loads as well as fast oxygen diffusion at elevated temperatures. The problem is supposed to be solved by formation of nanocrystalline structure in the Ti-Al-Ta-N based coatings.

1.4. Direct current magnetron sputtering

One of the most commonly used NPM based coating methods is magnetron sputtering (MS) [39,40]. In MS, sputtering is implemented using a magnetron (Fig. 1.1), which contains a cathode (sputtered target), an anode (vacuum chamber walls or a grounded substrate holder) and a magnetic system (may consist of permanent magnets or electromagnets to control the magnetic field). A potential difference U of several hundred volts is applied between the anode and cathode with currents I from 0.1 to 10 amperes. As a result of the applied potential difference, the atoms of the working gas (most often argon) are separated into ions (Ar^+) and electrons (e^-), which leads to the formation of a quasi-neutral plasma. Since a negative voltage is

applied to the cathode, the ions are accelerated towards the target and bombard it, causing the atoms to be knocked out, which are then deposited on the substrate [41].

The magnets are positioned in a way that one pole is located on the central axis, while the second pole is created by a ring of magnets around the target's outer edge. The magnetic field runs parallel to the cathode surface, and the re-emitted electrons move near the target surface. The magnetic field lines (**B**) influence electron movement and, due to the Lorentz force, cause them to move in a circular path. When an electric field (**E**) is applied between the target and substrate holder, the drift $\mathbf{E} \times \mathbf{B}$ causes an additional circular or elliptical motion of electrons over the erosion zone, which is where target sputtering is most effective [42]. Holding the electrons in this way greatly increases the chance of them colliding with atoms of the working gas. The erosion zone is located where the electric and magnetic fields are perpendicular to each other (the strongest Hall drift), that is, somewhere between the inner and outer magnetic rings.

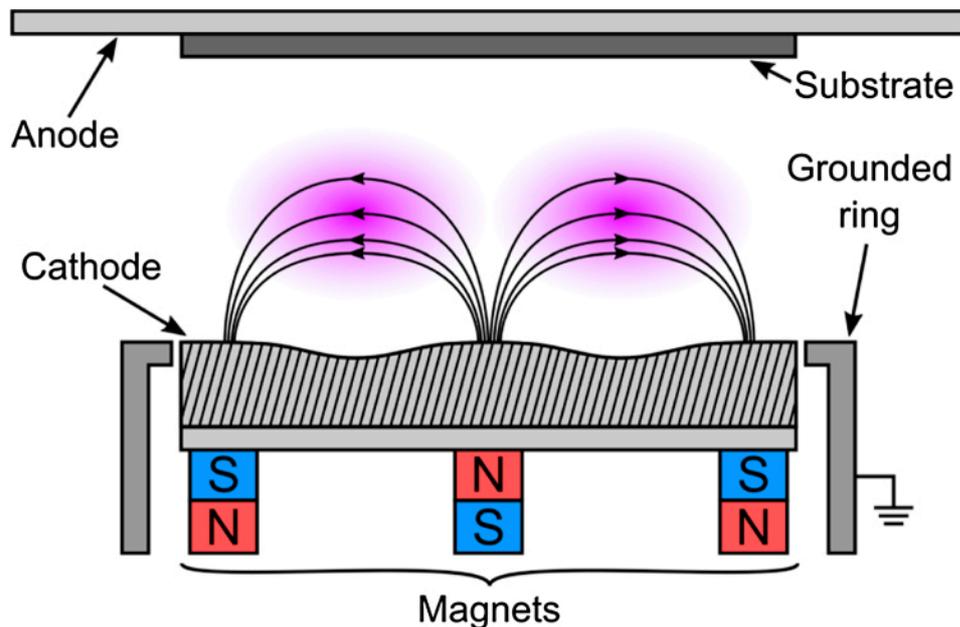


Figure 1.1 - Schematic side view of a planar balanced magnetron [41].

Compared to conventional cathode sputtering, a greater degree of ionization in magnetron sputtering results in the formation of a dense plasma (at a pressure of 0.3 Pa, 10^{17} m^{-3}) on the target surface. This increases the ion bombardment on the target and leads to a higher sputtering rate and faster deposition of the coating on the

substrate. Additionally, the improved ionization efficiency allows the discharge to be sustained at lower operating pressures (usually 1 Pa or lower compared to 10 Pa or higher) and lower operating voltages (typically 500 V versus 2-3 kV) than what is possible with cathode sputtering.

Magnetrons can be classified as balanced or unbalanced based on their magnetic field configuration. In a balanced magnetron, all magnetic field lines from the center of the cathode fall into the annular part. On the other hand, in an unbalanced magnetron, not all field lines close between the central and outer poles, which allows some plasma to leak towards the substrate. In a conventional or balanced magnetron, the plasma is strictly confined near the surface (Figure 1.2a). Coatings formed on a substrate in the plasma-exposed area will be subject to ion bombardment, which can influence their structure and properties. However, substrates outside this region will experience low plasma density and insufficient ion current to affect their structure. To eliminate this effect, a negative bias voltage can be used. However, this can lead to defects in the structure of the coating and, as a result, deterioration of the overall properties [45,46].

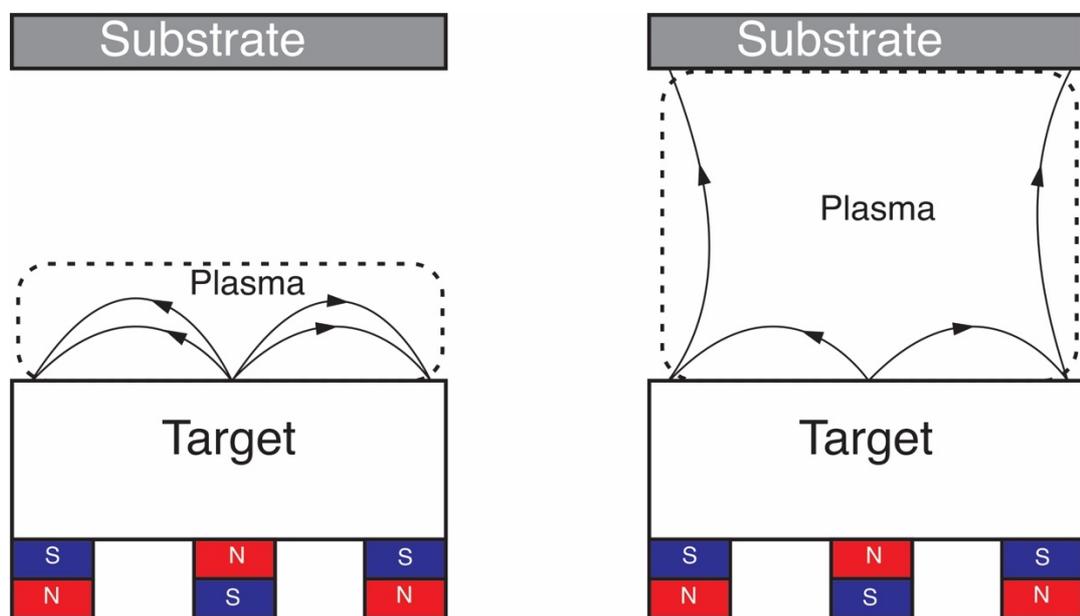


Figure 1.2 - a) balanced and b) unbalanced magnetron []

The unbalanced magnetron features a more robust outer ring of magnets in comparison to the central pole, causing certain field lines to not connect between the

central and outer poles, but rather to move towards the substrate. Consequently, some secondary electrons can travel along these magnetic field lines, allowing the plasma to reach the substrate and producing a high ion current without the need for an external bias. This makes the unbalanced magnetron an efficient ion source in addition to providing a high flux of sputtered atoms, surpassing conventional sputtering methods.

For deposition of oxides, nitrides, carbides and their combinations, reactive magnetron sputtering is used. This is due to the fact that the production of multicomponent composite targets with high stoichiometry is difficult. As a result, it is much easier to sputter pure metal targets by letting the reactive gas into the chamber, which is necessary for the formation of compounds on the target surface, in the plasma and in the growing film, which leads to a coating with the required composition stoichiometry [47]. However, maintaining the stability of the MR process becomes more difficult when a reactive gas is used [48]. The main difficulty in maintaining process stability lies in controlling the hysteresis behavior of deposition parameters, stoichiometry and coating deposition rate, which are significantly affected by the reactive gas flow [48].

The hysteresis behavior of the deposition parameters when using reactive spraying can be explained as follows. At the beginning of the sputtering process, there are no dielectric layers on the target surface, and the cathode voltage is fixed. After reactive gas is admitted, chemical compounds begin to form on the target surface. Since these compounds have lower secondary electron emission coefficients, the cathode current drops, which can be seen as an increase in the plasma impedance due to the lower secondary electron yield. Reducing the current means that fewer ions will sputter the target relative to the number of reactive gas molecules that reach the surface and form bonds. As the reactive gas flow increases, the target surface will increasingly become covered with a dielectric layer, until, at some gas flow rate, positive feedback (lower secondary electron yield \rightarrow lower current \rightarrow fewer ions per gas molecule) results in more current drop and the target is not completely covered with a dielectric layer. The drop in current is accompanied by an increase in the pressure of the reactive gas in the chamber, since it is no longer consumed by the

target in large quantities. To return to high current mode, less reactive gas flow is needed because there is overpressure to keep the target in poison mode. The same hysteresis behavior is observed when the current value remains constant while the gas flow value changes.

DC magnetron sputtering is most often used to apply NPM-based protective coatings [49,50]. DC sources usually operate using argon as the working gas in the pressure range of 0.1-1.5 Pa and a voltage applied to the cathode in the range of 300-700 V. The voltage applied to the cathode is always negative, so the target is constantly sputtered. Deposition rate \approx 20-200 nm /s. D CMS processes use a fairly low power density at the target (typically 5-15 W/cm²) to prevent magnetron systems from overheating [51,52]. Therefore, they produce a low plasma density and a low degree of ionization of the sputtered particles (1-3%) [53]. For this reason, the ionic component of the deposited particle flow does not have a sealing effect on the structure of the coatings. Furthermore, in the reactive mode of direct current magnetron sputtering, the target is "poisoned." This poisoning occurs due to the reaction between metal atoms and the reactive gas, which leads to the formation of dielectric layers on the surface. The accumulation of a positive charge on the surface of these layers shields the cathode from the ions bombarding it. Additionally, the dielectric layers possess secondary electron emission and sputtering coefficients that differ from those of the target elements. Consequently, this causes a hysteresis-like behavior of the sputtering parameters mentioned earlier, resulting in a decrease in the deposition rate.

The direct current magnetron sputtering technique enables the deposition of metallic materials at a faster rate and the creation of coatings with complex compositions that possess the necessary stoichiometry. Nevertheless, this process has several drawbacks, including target "poisoning" and hysteresis when using reactive gases, as well as a low level of plasma ionization, which results in coatings with a less dense microstructure.