

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

Физико-технический институт
Направление подготовки - физика
Кафедра общей физики

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы				
Оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана УДК 661.88:621.793.6				

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б30	Фу Сяю		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Сыртанов Максим Сергеевич			

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Меньшикова Екатерина Валентиновна	Кандидат философских наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Волков Юрий Викторович	к. т. н.		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Зав. кафедрой общей физики	Лидер Андрей Маркович	к.ф.-м.н.		

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

Физико-технический институт
Направление подготовки (специальность) - физика
Кафедра общей физики

УТВЕРЖДАЮ:
Зав. кафедрой

(Подпись) (Дата) Лидер А.М.
(Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

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

Студенту:

Группа	ФИО
150Б30	Фу Сяю

Тема работы:

Оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана

Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(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.).

Объектом исследования является водородопроницаемость покрытий на основе нитрида титана осажденных на циркониевый сплав Э110.

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов

(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).

- Провести анализ литературных данных.
- Измерение толщины покрытия разрушающими и неразрушающими методами.
- Влияние толщины покрытий на водородопроницаемость.
- Изменение адгезионные свойства с ростом толщины покрытий.
- Предложение оптимальной толщины покрытий на основе нитрида титана.
- Социальная ответственность;
- Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение;
- Заключение.

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

Раздел	Консультант
--------	-------------

Социальная ответственность	Волков Юрий Викторович, доцент ЭБЖ ИНК
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Меньшикова Екатерина Валентиновна, доцент МЕН ИСГТ
Иностранный язык	

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

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент ОФ ФТИ	Сыртанов Максим Сергеевич			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б30	Фу Сяю		

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

Студенту:

Группа	ФИО
150Б30	Фу Сяю

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	03.03.02 Физика

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Определение стоимости ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых информационных и человеческих (127284,4 руб)
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	Знакомство и отбор норм и нормативов расходования ресурсов
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	Районный коэффициент 30%, Отчисления во внебюджетные фонды - 27,1%

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	Оценка коммерческого и инновационного потенциала НТИ
2. Планирование и формирование бюджета научных исследований	Планирование процесса управления НТИ: структура и график проведения, бюджет.
3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	Определение ресурсной, финансовой, экономической составляющей

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Оценка конкурентоспособности технических решений
2. Матрица SWOT
3. График проведения и бюджет НИ
4. Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	03.03.2017
---	-------------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Меньшикова Екатерина Валентиновна	Кандидат философских наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б30	Фу Сяю		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
150Б30	Фу Сяю

Институт	Физико-технический	Кафедра	Общей физики
Уровень образования	Бакалавр	Направление/специальность	03.03.02 Физика

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения: – вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) – опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) – негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) – чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)	При работе на «Радуга-спектр» на работников возможно воздействие следующих вредных факторов: - Микроклимат; - Производственный шум. А также опасных факторов: - Электрическое напряжение; - Пожаровзрывобезопасность
2. Знакомство и отбор законодательных и нормативных документов по теме	По данной теме рассматриваются законодательный и нормативные документы: 1. Инструкция по охране труда при выполнении работ на ионно-плазменной установке «Радуга-спектр»; 2. Инструкция № 2-14 по охране труда при работе с электрооборудованием напряжением до 1000 В; 3. Инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ; 4. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организация работы; 5. ГОСТ Р 50948-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Общие эргономические требования и требования безопасности; 6. ГОСТ Р 50949-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Методы измерений и оценки эргономических параметров и параметров безопасности.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты	1. Характеристика факторов изучаемой производственной среды, описывающих процесс взаимодействия человека с окружающей производственной средой: – Воздействие электрического напряжения на организм человека; – Расчет искусственной освещенности – Микроклимат.

(сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)	
2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)	2. Анализ опасных факторов проектируемой производственной среды: – электробезопасность (пороговый не отпускающий ток составляет 50 Гц (6-16мА). Защита от воздействия электрического тока осуществляется путем проведения организационных, инженерно-технических и лечебно-профилактических мероприятий.); – пожаровзрывобезопасность (соблюдение правил безопасности и эксплуатации установки).
3. Охрана окружающей среды: – защита селитебной зоны – анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы); – анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы); – анализ воздействия объекта на литосферу (отходы); – разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.	3. Охрана окружающей среды: - Утилизация металлических отходов
4. Защита в чрезвычайных ситуациях: – перечень возможных ЧС на объекте; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий	4. Защита в чрезвычайных ситуациях: – Повышение устойчивости системы электроснабжения; – Обеспечение устойчивости теплоснабжения за счет запасных автономных источников теплоснабжения, кольцевания системы, заглубления теплотрасс; – Обеспечение устойчивости систем водоснабжения; – Обеспечение устойчивости системы водоотведения.
5. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности: – специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны	5. Правовые вопросы обеспечения безопасности
Перечень графического материала:	
При необходимости представить эскизные графические материалы к расчётному заданию (обязательно для специалистов и магистров)	1.Схема расположения оборудования; 2. План размещения светильников на потолке рабочего помещения.

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	03.03.2017
---	-------------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Волков Юрий Викторович	к.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
150Б30	Фу Сяю		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 88 с., 25 рисунков, 20 таблиц, 57 литературных источника, 0 приложений.

Ключевые слова: водородонепроницаемые покрытия, скорость сорбции, циркониевые сплавы, метод рентгеновской дифракции, адгезионная прочность.

Объектом исследования является водородопроницаемость покрытий на основе нитрида титана осажденных на циркониевый сплав Э110.

Цель работы – оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана.

В процессе исследования проводился обзор литературы, нанесение покрытий TiN методом магнетронного напыления, измерение скорости сорбции водорода, толщины и адгезионной прочности полученных покрытий.

В результате исследования показана возможность определения толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана методом рентгеновской дифракции. Разработан режим нанесения покрытия нитрида титана методом магнетронного распыления, приводящий к снижению водородопроницаемости более, чем на 2 порядка в сравнении с циркониевым сплавом Э-110 без покрытия. Экспериментально определены зависимости скорости сорбции водорода от толщины покрытия на основе нитрида титана.

В первой главе описаны взаимодействие водорода с металлами и формирование защитных покрытий методами магнетронного распыления.

Во второй главе представлены разрушающие и неразрушающие методы измерения толщины покрытий. Описаны экспериментальные установки: установка для пучковой обработки и магнетронного напыления «Радуга-спектр», прибор для измерения толщины покрытий Calotest CAT-S-0000 и Рентгеновский дифрактометр XRD-7000.

В третьей главе представлены результаты измерений толщины покрытия и адгезионной прочности. Описаны результаты скорости поглощения водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии и с покрытиями на основе нитрида титана различной толщины. Предложена оптимальная толщина покрытий на основе нитрида титана.

Оглавление

Введение.....	13
1. Литературный обзор	15
1.1. Взаимодействие водорода с цирконием	15
1.1.1. Фазовая диаграмма состояний Zr-H.....	15
1.1.2. Водородное охрупчивание циркония.....	17
1.1.3. Абсорбция водорода цирконием.....	18
1.2. Закономерность формирования защитных покрытий методами магнетронного распыления	21
1.2.1. Защитные покрытия для конструкционных материалов.....	21
1.2.2. Формирование защитных покрытий методом магнетронного распыления.....	23
1.3. Неразрушающие методы измерения толщины покрытий	27
1.3.1. Рентгеновские методы измерения толщины покрытий	27
1.3.2. Магнитные методы измерения толщины покрытий.....	29
1.3.3. Емкостный метод измерения толщины покрытий.....	31
1.3.4. Вихретоковые методы измерения толщины покрытий.....	32
1.3.5. Оптический метод измерения толщины покрытий	34
1.4. Разрушающие методы контроля толщины покрытий	36
1.4.1. Кулонометрический метод измерения толщины покрытий	37
1.4.2. Метод шарового истирания измерения толщины покрытий	37
1.4.3. Капельный метод измерения толщины покрытий	38

1.4.4. Методы струи измерения толщины покрытий.....	39
2. Материалы и методы исследования	41
2.1. Установка для пучковой обработки и магнетронного напыления «Радуга-спектр».....	41
2.2. Прибор для измерения толщины покрытий Calotest CAT-S-0000.....	42
2.3. Рентгеновский дифрактометр XRD-7000	43
2.4. Micro Scratch Tester MST-S-AX-0000.....	45
3. Экспериментальная часть.....	48
3.1. Подготовка образцов циркониевого сплава Э110 с разными толщинами покрытиями TiN.....	48
3.2. Измерения толщины покрытия.....	48
3.2.1. Измерения толщины покрытия методом шарового истирания	48
3.2.2. Измерения толщины покрытия методом рентгеновской дифрактометрии	50
3.3. Адгезионная прочность покрытий TiN.....	52
3.4. Влияние толщины покрытия TiN на водородопроницаемость	54
Заключение	58
4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение..	59
Введение.....	59
4.1. Потенциальные потребители результатов исследования	59
4.2. Технология QuaD	60
4.3. SWOT-анализ.....	60

4.4. Структура работ в рамках научного исследования	62
4.5. Определение трудоемкости выполнения работ	63
4.6. Планирование управления научно-техническим проектом.....	66
4.7. Бюджет научно-технического исследования (НТИ)	67
4.7.1. Расчет материальных затрат НТИ	67
4.7.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ.....	68
4.7.3. Основная и дополнительная заработная плата исполнителей темы	69
4.7.4. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)	70
4.7.5. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта.....	70
Заключение.....	71
5. Социальная ответственность	72
5.1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды	72
5.1.1. Производственный шум	72
5.1.2. Микроклимат	73
5.1.3. Расчет искусственной освещенности.....	74
5.2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды	76
5.2.1. Электробезопасность	76

5.2.2. Пожаровзрывобезопасность.....	77
5.3. Охрана окружающей среды.....	79
5.4. Защита в чрезвычайных ситуациях	79
5.5. Правовые вопросы обеспечения безопасности	81
Список литературы	83

Введение

Цирконий и его сплавы являются важным конструкционным материалом легководных атомных зонах [1]. Существует проблема защиты конструкционных материалов, работающих в водородосодержащих средах от деструктивного воздействия водорода. Известно, что водород оказывает существенное влияние свойства металлов и сплавов [2]. Проникновение водорода в объём материала приводит к коррозии, охрупчиванию и деградации механических свойств. Использование циркониевых сплавов в активной зоне ядерных реакторов типа ВВЭР и РБМК должно обеспечивать необходимую защиту этих сплавов от коррозии, наводороживания и фреттинг износа.

Эффективным методом защиты циркониевых сплавов от проникновения водорода является нанесение водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана [3]. Увеличение толщины таких покрытий приводит к росту эффективности барьерных свойств по отношению к водороду, однако существенно ухудшается адгезия [4]. В связи с этим, подбор оптимальной толщины покрытий на основе нитрида титана является актуальной проблемой.

Настоящая работа посвящена оптимизации толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана. Для контроля толщины таких покрытий предлагается использовать методы рентгеновской дифракции.

Целью данной работы является оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана.

Для достижения поставленной цели были поставлены следующие **задачи**:

1. Измерить толщины покрытия разрушающими и неразрушающими методами.
2. Установить влияние толщины покрытий на водородопроницаемость.

3. Проанализировать изменение адгезионных свойства с ростом толщины покрытий.

4. Предложить оптимальную толщину покрытий на основе нитрида титана.

1. Литературный обзор

1.1. Взаимодействие водорода с цирконием

1.1.1. Фазовая диаграмма состояний Zr-H

Водород, диффундирующий в кристаллической решетке металла, способен взаимодействовать с различными видами дефектов, содержащимися в реальных твердых телах [5]. Наводороживание металлов сильно зависит от деформации ее решетки, развития дислокационной сети и появления точечных дефектов.

Многочисленные исследователи изучают систему Zr-H на протяжении четырех последних десятилетий [6]. В результате выработано несколько вариантов фазовой диаграммы этой системы. Хотя по отношению друг к другу они являются по сути различными модификациями одной и той же диаграммы, остаются некоторые разногласия, относящиеся в основном к локализации некоторых границ и к метастабильности γ -фазы при температурах ниже 570 К.

Диаграмма состояния системы Zr-H показана на рисунке 1.1.

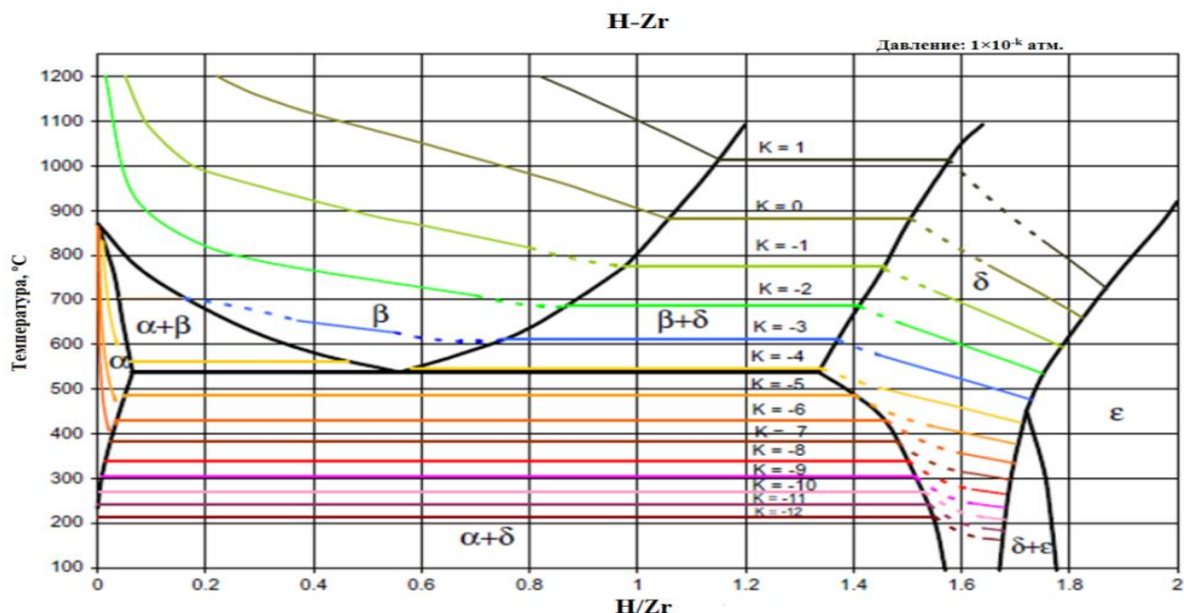


Рисунок 1.1 – Диаграмма фазовых состояний в системе Zr-H [6]

На сегодняшний день четыре фазы считаются равновесными: четыре фазы (рисунок 1.1): твёрдый раствор водорода в гексагональном

плотнупакованном α -Zr; твердый раствор водорода на основе объемно центрированной кубической высокотемпературной фазы β -Zr; нестехиометрический гидрид δ -ZrH_{2-y} с гранецентрированной кубической (ГЦК) подрешеткой Zr; а также гидрид ϵ -ZrH_{2-x} с тетрагональной (ГЦТ, $c/a < 1$) [7].

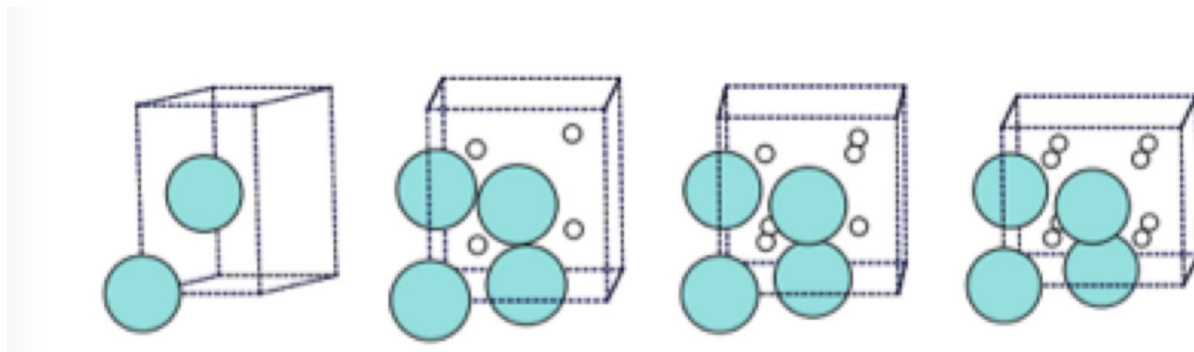


Рисунок 1.2 – Элементарные ячейки α -Zr с различными гидридными модификациями [7]

Температура перехода $\alpha \rightarrow \beta$ снижается с 1136 К до температуры эвтектоидного распада β -Zr на α -Zr и δ -гидрид при 823 К. Предельная растворимость водорода в α -Zr с повышением температуры сначала увеличивается, а затем уменьшается. Равновесный состав β -фазы при температуре эвтектоидного превращения находится в интервале концентраций 33-42%(ат.) Н.

Считается, что γ -фаза является метастабильной. Однако в показано, что γ -фазы образуется при распаде δ -гидрид на α - и γ -модификации при температуре 528К. Интервал гомогенности γ -фазы точно не установлен, однако он очень узок и соответствует составу ~50%(ат.) Н. [6]

Гексагональная плотноупакованной (ГПУ) при низкой температуре α -фаза, а объемно центрированной (ОЦК) при высокой температуре β -фаза имеют различные поглощения водорода. Растворимость водорода в α -фазы выше, чем β -фазы. Сплавы, содержащие смесь α - и β -фазы, как правило, подвергаются растрескиванию на границе раздела α / β -фаз [8].

1.1.2. Водородное охрупчивание циркония

В результате взаимодействия водорода с металлами он может находиться в виде твердого раствора, образовывать гидриды. Также молекулярный водород может находиться в несплошностях различного рода. При взаимодействии металлов с водородом могут образоваться твердые растворы водорода в металле, гидриды, молекулярный водород в различного рода несплошностях [9]. Во всех случаях водород негативно влияет на свойства металлов. Механизмы хрупкого разрушения металлов обусловлены различным характером взаимодействия металлов с водородом, при этом применяются различные методы борьбы с ней в зависимости от причин ее возникновения.

Многочисленные работы, проведенные отечественными и зарубежными исследователями, показали, что имеется два вида водородной хрупкости металлов. Хрупкость первого рода возрастает с увеличением скорости деформации, а хрупкость второго рода, наоборот, уменьшается с увеличением скорости деформации и при достаточно большой скорости деформации полностью исчезает.

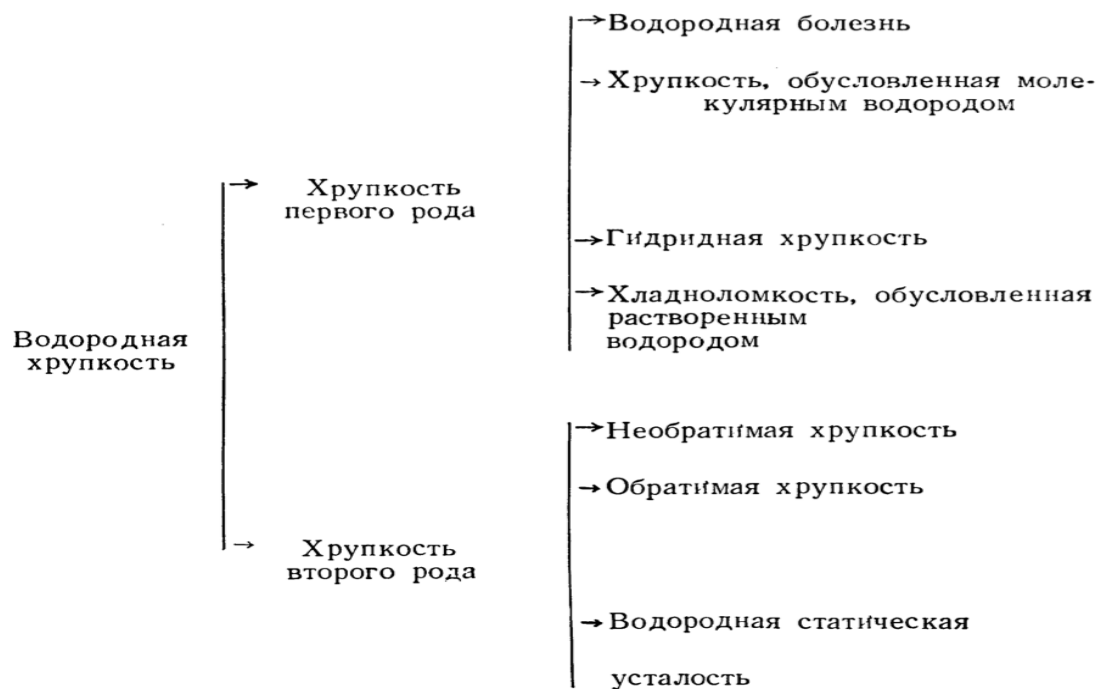


Рисунок 1.3 – Классификация видов водородной хрупкости металлов [9]

В цирконии и в промышленных сплавах на его основе растворимость водорода ничтожно мала. Поэтому доминирующим видом водородной хрупкости циркония и его сплавов должна быть гидридная хрупкость первого рода [10]. Поскольку растворимость водорода в цирконии и его сплавах резко увеличивается с повышением температуры, то в них можно ожидать процессы необратимого гидридного охрупчивания (хрупкость второго рода), развивающиеся при малых скоростях деформации в перенасыщенных водородом твердых растворах.

Действительно, водород не оказывает существенного влияния на прочность циркония, но значительно снижает его вязкость [11].

Интересно отметить, что пластичность закаленных образцов циркония, содержащих водород больше равновесной растворимости (при 76 К выше, чем при 293 К). Это свидетельствует о том, что в закаленных образцах развиваться гидридная хрупкость второго рода. Эти же данные позволяют высказать предположение, что гидридная хрупкость второго рода подобно обратимой хрупкости должна развиваться в определенном интервале температур. При слишком низких температурах процессы распада настолько замедляются, что при растяжении со стандартными скоростями совсем прекращаются.

1.1.3. Абсорбция водорода цирконием

Под абсорбцией (растворением, поглощением, окклюзией) водорода металлом обычно подразумевается переход водорода из H_2 в металл [12]. Под термином абсорбированный водород понимается весь поглощенный водород, находящийся как в твердом растворе, так и в гидридах. Растворимость— предельное содержание водорода в твердом растворе. Водородная ёмкость — предельное количество водорода, которое способен поглотить рассматриваемый металл.

Процесс абсорбции водорода включает несколько стадий:

1. Приход молекулярного водорода к поверхности;

2. Накопление молекул водорода на поверхности и их диссоциация (физическая адсорбция, диссоциация и химическая адсорбция молекул водорода);

3. Перераспределение атомов водорода по объему(диффузия);

4. Образование гидридов при достижении предела растворимости водорода в гидридообразующих металлах , к которым относится и цирконий.

Основные реакции на поверхности газ/металл представлены на рисунке 1.4.

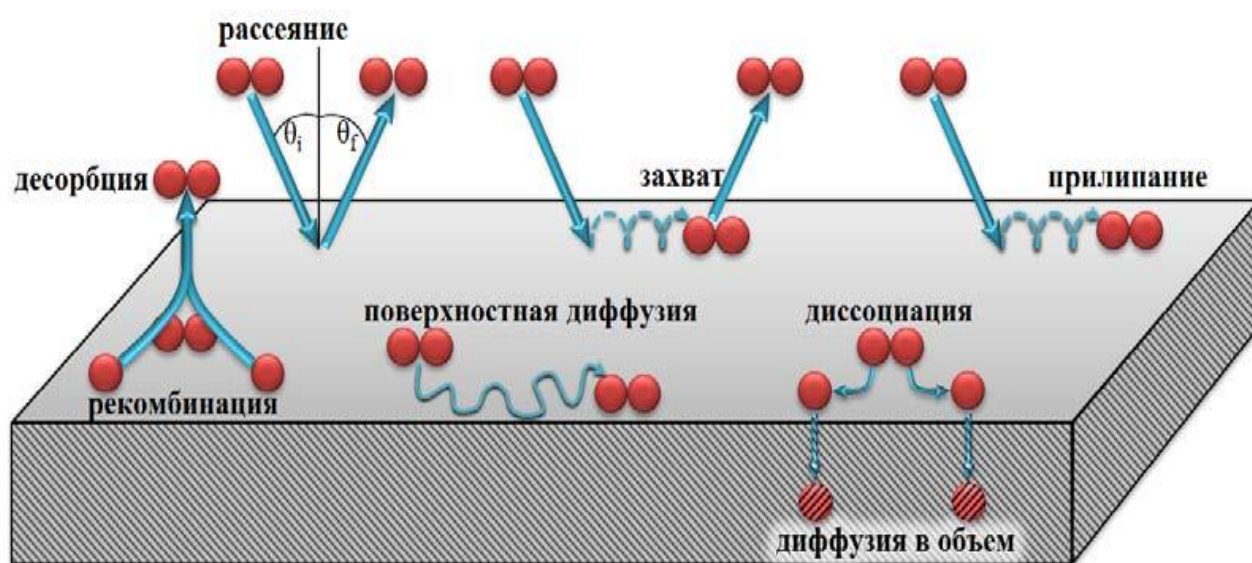


Рисунок 1.4 – Реакции на поверхности газ/поверхность [13]

Следует отметить, что не существует особых сил, вызывающих адсорбцию. Адсорбция молекул водорода на поверхности твердого тела происходит за счет сил притяжения молекул водорода поверхностными атомами адсорбента. Молекулы газа могут адсорбироваться на поверхности как за счет физической, так и химической адсорбции. Физическая адсорбция основана на взаимодействии Ван-дер-Ваальса между молекулярным водородом и атомами адсорбента. В этом процессе молекула водорода взаимодействует с несколькими атомами адсорбента. Поскольку взаимодействие слабое, значительная физическая адсорбция имеет место только при низких температурах ($< 273\text{ K}$) [13].

Цирконий относится к металлам с очень активной химической адсорбцией. Предел растворимости водорода в цирконии изменяется от 50 ат.% до 0,7 ат.% при 573 К и только 10^{-4} ат.% при комнатной температуре [14]. Растворимость водорода в циркониевых сплавах в процессе эксплуатации ($T=623$ К) достигает 130 ppm, дальнейшее поглощение водорода приводит к образованию гидридов. Образование сплошной оксидной пленки приводит к снижению сорбции водорода в циркониевых сплавах [15]. Практически не наблюдается взаимодействия радиационных дефектов и растворенного водорода или гидридов при температуре 573 К [16].

Диффузия водорода в циркониевых сплавах значительно ниже в сравнении с диффузией в других металлах с ГЦК решеткой. В циркониевых сплавах (Zr-Nb) коэффициент диффузии водорода составляет примерно $2,5 \cdot 10^{-13}$ м²/с [17].

Основными факторами, влияющими на проникновение водорода при производстве циркониевых изделий, являются: исходное содержание водорода в сплаве, среда, в которой выполняются все этапы производства, термообработка (плавление, горячая пластическая деформация, сварка), и кислотное травление. Поглощение водорода циркониевыми сплавами в процессе эксплуатации реакторов зависит от состава сплава, качества и способа обработки поверхности, химического состава воды, а также условий эксплуатации [18].

1.2. Закономерность формирования защитных покрытий методами магнетронного распыления

1.2.1. Защитные покрытия для конструкционных материалов

Большинство работ по предотвращению коррозии циркониевых сплавов были направлены на оптимизацию химического состава сплавов и процессов их производства [19]. В самом деле, многие процессы деградации, такие как коррозия, образование гидридов, растрескивание, механический износ, начинаются на поверхности материала. Используются методы модификации поверхности (от 1 до нескольких десятков микрон) циркониевых сплавов с целью изменения химического состава и микроструктуры поверхности, а также нанесение защитных покрытий на основе оксидов и нитридов металлов. Для нанесения защитных покрытий применяются различные методы обработки поверхности: тепловое распыление, ионно-плазменные методы, химическое осаждение (CVD), азотирование и др.

Оксидные покрытия

Сформированный оксидный слой на поверхности циркониевых сплавов должен обеспечивать лучшие защитные свойства, чем ZrO_2 , образующийся на оболочках твэлов при эксплуатации в ядерных реакторах. Покрытия Al_2O_3 являются стабильными и обладают низкой скоростью роста при высоких температурах [20]. Однако, сформированный слой Al_2O_3 на поверхности циркониевых сплавов является восприимчивым к растрескиванию в процессе производства ядерного топлива из-за его хрупкости. В связи с этим, разрабатываются покрытия, образующие оксид алюминия Al_2O_3 в процессе эксплуатации циркониевых сплавов в водной среде. Сплавы на основе Al_3Ti окисляются и образуют на поверхности оксид алюминия Al_2O_3 , обладающего высокой стойкостью к окислению при высоких температурах в течение длительного периода времени. Тем не менее, сплавы на основе Al_3Ti имеют несимметричную кристаллическую структуру и являются хрупкими.

Покрyтия оксида титана TiO_2 и оксида циркония ZrO_2 вызывают большой интерес исследователей, благодаря наличию таких свойств, как коррозионная стойкость, низкий коэффициент диффузии водорода, термическая стойкость и др. Наиболее перспективным методом нанесения покрытия ZrO_2 является микродуговое оксидирование (МДО) [21]. Пленки, полученные методом МДО имеют гладкую поверхность, состоят из моноклинной- ZrO_2 и тетрагональная- ZrO_2 фазы, и обладают высокой коррозионной стойкостью. Несмотря на хорошие коррозионные свойства, большинство оксидных покрытий, сформированных на поверхности циркониевых сплавов, обладают низкой адгезией и стойкостью к окислению при высоких температурах. Более того при фазовом переходе из тетрагональной в моноклинную фазу происходит локальное увеличение объема, что приводит к образованию микротрещин.

Нитридные покрытия

В ряде работ для защиты конструкционных материалов предлагаются нитридные покрытия ZrN , CrN и TiN и их комбинации. Как известно, данные покрытия, обладают высокими показателями износостойкости, твердости, термической стойкости, а также коррозионной стойкости. Как было показано в работах, покрытия TiN , Ti-TiN , сформированные вакуумными ионно-плазменными способами, существенно снижают скорость проникновения водорода сквозь мембраны из никеля и нержавеющей стали. Тонкие пленки нитрида титана, нанесенные на оболочки твэлов стали НТ-9 и МА957 существенно увеличивают механическую прочность сплавов, термостойкость, а также образуют диффузионный барьер для проникновения ядерного топлива вглубь оболочки твэла [22]. Защитное покрытие нитрида титана образует на поверхности тонкий оксидный слой. Формирование оксидной пленки, образующейся на TiN покрытии, дополнительно увеличивает коррозионную стойкость. Несмотря на высокую твердость и коррозионную стойкость, адгезия покрытий TiN не достаточно высокая из-за высоких остаточных напряжений сжатия в данных пленках.

1.2.2. Формирование защитных покрытий методом магнетронного распыления

В настоящее время магнетронное распыление является одним из основных широко распространенных вакуумных методов нанесения тонкопленочных покрытий, применяемых для нанесения твердых, износостойких, коррозионностойких, оптических и электрических покрытий. Материалом покрытия могут служить практически любые металлы, сплавы, полупроводники и диэлектрики. Принцип действия магнетрона основан на распылении поверхности мишени, являющейся катодом, ускоренными ионами рабочего газа (Ar) в скрещенном электрическом и магнитном поле[23].

Основными магнетронными источниками являются:

1. Диодные распылительные системы.
2. Традиционные MPC (сбалансированные).
3. Несбалансированные MPC.
4. Магнетронные системы с повышенной ионизацией с использованием электронных пучков, высокочастотного разряда.
5. Высокоскоростные и самораспыляющиеся магнетронные системы.

Различие сбалансированных от несбалансированных MPC (рисунок 1.5) небольшое. Тем не менее, различие в производительности этих двух типов значительное. В сбалансированных магнетронах плазма сильно сосредоточена вблизи распыляемой мишени, как правило, в области ~ 60 мм. Пленки, полученные на подложках расположенных в пределах этой области будут одновременно подвергнуты ионной бомбардировке, которая, в свою очередь, может сильно изменять структуру и свойства покрытий. Однако, подложки, помещенные вне этой области, будут лежать в области низкой плотности плазмы. Следовательно, ионный ток направленный к подложке составляет примерно 1 мА/см^2 , это как правило недостаточно для изменения

структуры покрытия. Следовательно, ионный ток направленный к подложке составляет примерно 1 мА/см^2 , это как правило недостаточно для изменения структуры покрытия.

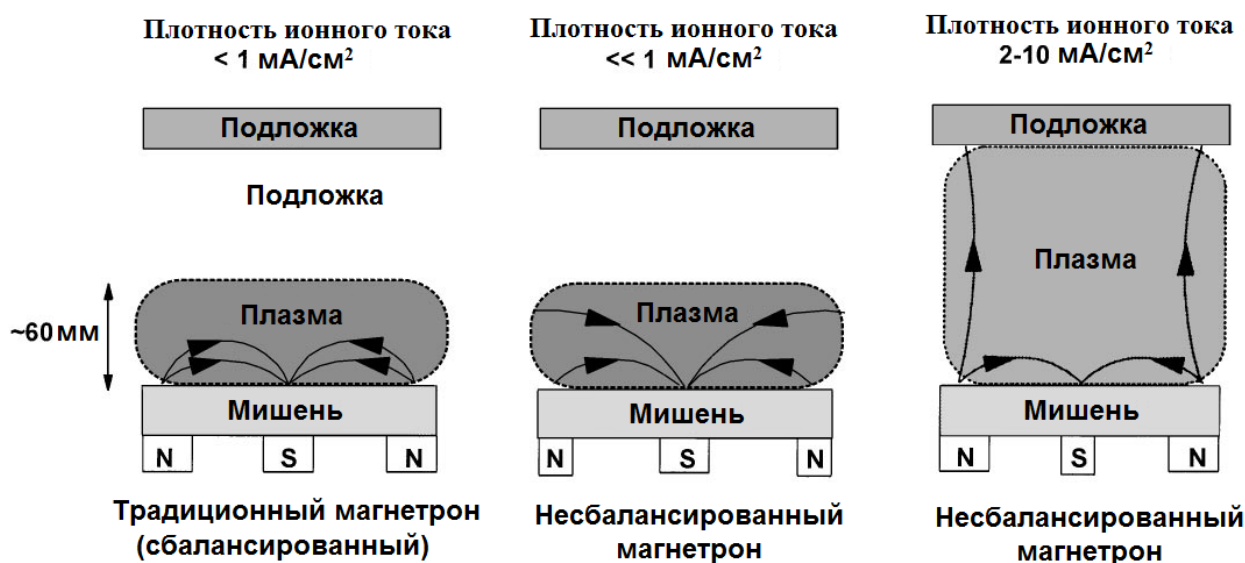


Рисунок 1.5 – Схематическое изображение сбалансированных и несбалансированных МРС

Энергия бомбардирующих ионов может быть увеличена путем подачи на подложку отрицательного напряжения смещения. Однако это может привести к дефектам в покрытии и увеличению внутренних напряжений, что может сильно повлиять на свойства покрытия. Таким образом, с помощью сбалансированных магнетронов трудно нанести плотные покрытия на большие или многокомпонентные подложки. Чтобы нанести плотные покрытия без создания чрезмерных внутренних напряжений, необходима высокая плотность тока ($>2 \text{ мА/см}^2$) и относительно низкая энергия ионов ($<100 \text{ эВ}$). Такие условия напыления легко обеспечиваются использованием несбалансированного магнетрона [24].

В несбалансированных магнетронах внешнее кольцо магнитов закрепляется относительно центрального полюса. В этом случае не все магнитные линии замкнуты между центральным и внешним полюсами магнетрона, а некоторые из них направлены к подложке, и тем самым вторичные электроны движутся по этим линиям. Следовательно, плазма

больше не находится в узкой области у мишени и высокие ионные токи могут быть получены без подачи потенциала смещения на подложку.

Устройство обычного (сбалансированного) магнетрона представлено на рисунке 1.6. Основными элементами магнетрона являются постоянные магниты (1), магнитопровод (2), распыляемая мишень (3) и корпус (4). Между магнетроном (катод) и корпусом камеры (анод) прикладывается постоянное напряжение, вызывающее эмиссию электронов с поверхности мишени.

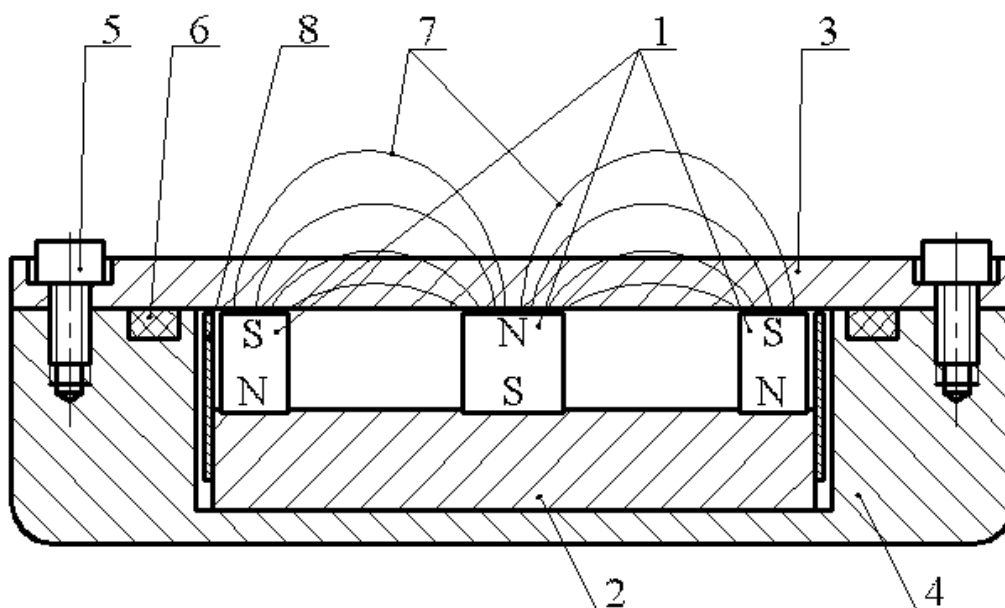


Рисунок 1.6 – Поперечный разрез магнетрона: 1-магниты; 2-магнитопровод; 3- мишень; 4-корпус; 5-винты крепления мишени; 6-резиновое уплотнение; 7-силовые линии магнитного поля; 8-магнитный шунт

Электроны ускоряются в электрическом и закручиваются в магнитном поле, в результате чего происходит их движение по циклоиде вдоль поверхности мишени [25]. Ускоренные электроны ионизируют рабочий газ (аргон). Образовавшиеся таким образом ионы аргона ускоряются в электрическом поле, бомбардируют поверхность мишени, и распыляют ее. Распыленные атомы осаждаются на поверхность образца.

Основной задачей в напылении тонких пленок является нанесение покрытий с заданными физическими и функциональными свойствами, причем с полной воспроизводимостью свойств покрытия. Таким образом,

магнетронные системы, работающие в различных физических условиях должны позволять контролировать микроструктуру, фазовый и химический состав растущей пленки. В различных условиях и параметрах эксплуатации методы магнетронного распыления можно классифицировать следующим образом [26]:

1. Нереактивное постоянного тока или высокочастотное распыление.
2. Реактивное распыление.
3. Распыление с ионным ассистированием (Ar).
4. Распыление с ионным ассистированием (материал покрытия).
5. Импульсное распыление с постоянным током.
6. Сильноточное импульсное распыление.
7. Высокоскоростное распыление.
8. Самораспыление.

Основные рабочими характеристиками магнетрона являются напряжение горения разряда, ток разряда, удельная мощность, а также рабочее давление в камере. От стабильности перечисленных параметров зависит воспроизводимость структуры и свойств формируемых тонкопленочных покрытий. Немаловажным фактором, влияющим на качество формируемых покрытий, является состояние поверхности. С целью очистки поверхности образцов используют направленные потоки ионов инертных газов, чаще всего аргона.

Подводя итог, метод магнетронного распыления позволяет получать:

Покрытия с широким интервалом скоростей напыления.

Многослойные и многокомпонентные покрытия, отличающиеся высоким качеством и однородностью.

Покрытия на основе оксидов, нитридов, карбидов и др. соединений с различной стехиометрией, путем напыления в среде химически активных газов (N_2 , O_2 , и др.).

Коррозионностойкие, твердые, износостойкие, термически стабильные защитные покрытия на конструкционные материалы.

К недостаткам магнетрона можно отнести – в некоторых случаях недостаточная адгезия из-за относительно низкой энергии ионов при осаждении покрытия.

1.3. Неразрушающие методы измерения толщины покрытий

Использование неразрушающего метода становится все более важным, особенно при производстве наукоемких объектов. Отсутствие контроля могут приводить к значительным экономическим потерям, а в некоторых случаях к экологическим катастрофам.

Качество продукции зависит не только от физических и механических свойств материалов, но и от функциональных покрытий, показателями качества которых являются толщина и равномерность распределения на поверхности деталей. Неразрушающий метод измерения толщины покрытий представляет определенные трудности, связанные как с физическими свойствами материалов, так и с их толщинами. Решение этих проблем стимулирует работы по адаптации существующих методов и средств контроля, а также разработку и внедрение новых перспективных методов [27].

1.3.1. Рентгеновские методы измерения толщины покрытий

Метод основан на отражении рентгеновских лучей от поверхности образца. Глубина проникновения излучения зависит от начального угла падения рентгеновских волн. Варьирование глубины проникновения рентгеновского излучения осуществляется путем изменения угла падения. Использование разных углов падения при съемке дает возможность анализировать изменение кристаллических фаз от подложки к покрытию.

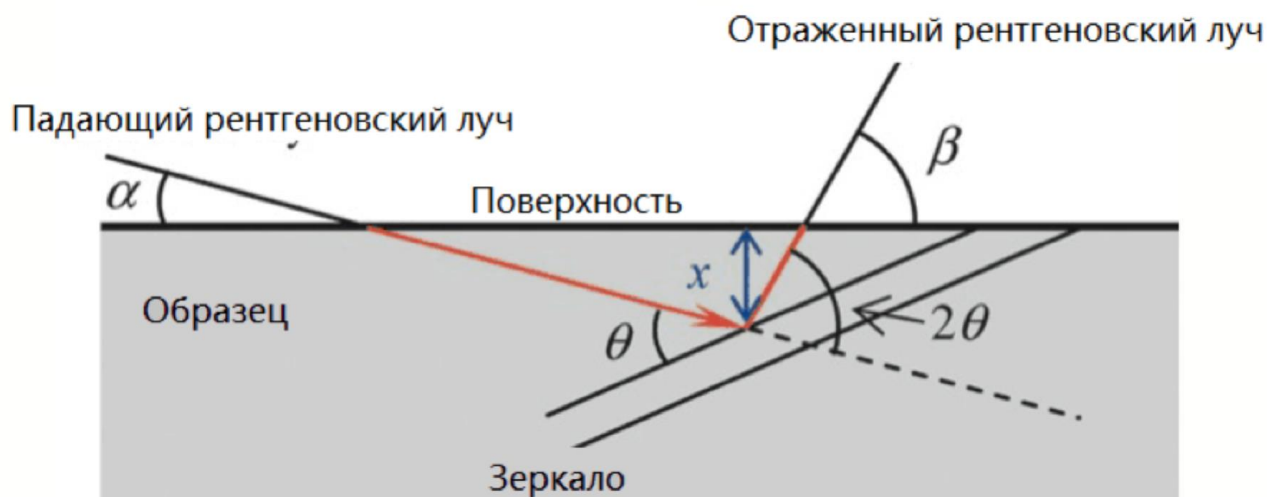


Рисунок 1.7 – Рентгеновский геометрии дифракции для асимметричного-отражения [28]

Поглощение рентгеновского излучения можно оценить из закона Ламберта-Бера, , которое выражается следующим уравнением (1.1)

$$I = I_0 e^{-\mu x}, \quad (1.1)$$

где I – интенсивность рентгеновских лучей, прошедших через образец; I_0 – начальная интенсивность рентгеновской лучей; μ – коэффициент линейного поглощения; x – толщина образца.

Методика получения дифракционных картин при ассиметричном сканировании представлена на рисунке 7. Длина пути рентгеновских лучей L (красная линия) в материале при глубине проникновения x выражается из уравнения (1.2).

$$l = x \left(\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right) = x \left(\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin(2\theta - \alpha)} \right), \quad (1.2)$$

где α – угол падения рентгеновских лучей, β – угол отражения рентгеновских лучей, θ – угол Брэгга.

Если суммарная интенсивность образца с бесконечной толщиной составляет 1, то суммарная интенсивность G_x по глубине x , представленная на рисунки 5, выражается формулой (1.3), которая может быть получена из уравнений (1.1) и (1.2).

$$G_x = 1 - e^{-\mu x \left(\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin(2\theta - \alpha)} \right)} \quad (1.3)$$

$$x = \frac{-\ln(1-G_x)}{\mu\left(\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin(2\theta-\alpha)}\right)} \quad (1.4)$$

Теперь, если мы предполагаем, что составляющая суммарной интенсивности дифракции G_x составляет 0,99, тогда глубина обозначает глубиной рентгеновской проникновения t , t показывается следующим уравнением.

$$t = \frac{4.61}{\mu\left(\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin(2\theta-\alpha)}\right)} \quad (1.5)$$

При симметричном отражении ($\alpha=\beta=\theta$) уравнение (1.5) превращается в уравнения (1.6).

$$t = \frac{4.61}{2\mu} \sin \theta \quad (1.6)$$

В сравнении с существующими способами измерения толщины тонких пленок, достоинствами рентгеновского метода являются [29]:

- необязательность специальной подготовки образцов;
- возможность предварительного пребывания образцов, как при нормальных условиях, так и в определенных атмосферных условиях, таких, например, как - высокая температура или давление;
- возможность получения информации о структуре материала на практически любой площади (от кв. мм до кв. см);
- возможность контролировать глубину анализа по величине падающего угла;
- возможность изучения структуры внутри образца.

1.3.2. Магнитные методы измерения толщины покрытий

Магнитный метод контроля основан на оценке характеристик взаимодействия магнитной системы с контролируемым изделием. С использованием магнитных методов производят контроль диэлектрических и электропроводных покрытий на ферромагнитных изделиях [30].

Среди магнитных методов наиболее часто применяются: магнитоиндукционный, магнитоиндуктивный, магнитостатический, магнитный пондеромоторный.

Магнитоиндукционный метод основан на определении изменения магнитного участка цепи, который зависит от толщины покрытия, как правило по величине амплитуды, наводимой в измерительной катушке первичного преобразователя, возбуждающая катушка которого питается током низкой частоты.

Магнитоиндуктивный метод основан на изменении индуктивного сопротивления обмотки первичного преобразователя, возбуждаемой переменным напряжением, в зависимости от толщины неферромагнитного покрытия на ферромагнитном основании. Как правило, применяют низкие частоты 50-1000 Гц [31]. Изменение толщины покрытия вызывает изменение индуктивности и активного сопротивления катушки преобразователя. К недостаткам этого метода следует отнести зависимость результатов контроля от электромагнитных и ферромагнитных характеристик материала основания. Достаточно сложно выделить малый полезный сигнал на фоне возбуждающего. У него низкая чувствительность при контроле больших толщин покрытий.

Магнитостатический метод основан на измерении толщины покрытий с помощью магниточувствительных элементов: датчики Холла, магниторезисторов. Магнитное поле создается с помощью постоянных магнитов или электромагнитов, питаемых постоянным током. Датчики помещаются в разрыв магнитной цепи и измеряют изменение индукции магнитного поля, обусловленное изменением толщины покрытия. Недостатками такого метода является зависимость показаний от температуры и ферромагнитных характеристик материала основания [32].

Магнитный пондеромоторный метод основан на измерении силы отрыва, возникающей при растяжении пружины, прикрепленной к постоянному магниту, который располагается на поверхности диэлектрического покрытия.

В момент равенства силы притяжения магнита к изделию и силы растяжения пружины. Длина растяжения пружины в этот момент обратно пропорциональна толщине покрытия. Недостатком этого метода является низкая чувствительность и зависимость показаний от формы магнита и поверхности изделия.

1.3.3. Емкостный метод измерения толщины покрытий

Емкостный метод основан на взаимодействии электрического поля между электродом и электропроводным изделием при наличии неэлектропроводного покрытия между ними. Физической информативной величиной является емкость полученного конденсатора [33]. В случае контроля плоской детали емкость C такого конденсатора определяется из выражения

$$C = \frac{\varepsilon S}{4\pi h}, \quad (1.7)$$

где ε – диэлектрическая проницаемость материала подложки; S – площадь электрода емкостного преобразователя; h – толщина покрытия на поверхности изделия.

Для конкретной конструкции емкостного преобразователя толщину покрытия можно определять из выражения

$$h = k \frac{\varepsilon}{C}, \quad (1.8)$$

где $k = \frac{S}{4\pi}$ – коэффициент, постоянный для данного преобразователя.

Если диэлектрическая постоянная материала покрытия известна, то толщину покрытия можно определить из выражения

$$h = \frac{k_1}{C}, \quad (1.9)$$

где $k_1 = \frac{\varepsilon S}{4\pi}$ – постоянный коэффициент.

К достоинствам емкостного метода следует отнести относительную простоту реализации при контроле плоских изделий.

К недостаткам емкостного метода следует отнести зависимость результатов контроля от шероховатости поверхности изделия, малый диапазон контролируемых толщин. Существенные сложности при контроле возникают в случае наличия кривизны контролируемой поверхности.

1.3.4. Вихретоковые методы измерения толщины покрытий

Вихретоковые методы неразрушающего метода измерения толщины покрытий основаны на анализе взаимодействия электромагнитного поля вихретокового преобразователя с электромагнитным полем вихревых токов, индуцированных в контролируемом объекте, зависящее от электрофизических и геометрических параметров основного металла, а также характеристик покрытия [34].

Достоинствами вихретокового метода контроля, по сравнению с рассмотренными ранее, является высокая производительность, отсутствие влияния на результаты контроля влажности, давления, загрязненность поверхности, простота конструкций вихретоковых преобразователей, отсутствие влияния на экологию окружающей среды и на оператора. Его можно использовать для контроля практически любых электропроводных или электропроводных и ферромагнитных изделий: листов, труб, сосудов, металлоконструкций, оборудования и др., в том числе с покрытиями, защищающими их от воздействия внешних факторов, без их удаления.

Принцип работы вихретокового метода контроля толщины покрытия можно пояснить с помощью рисунок 1.8. Рассмотрим простой вариант трансформаторного вихретокового преобразователя в виде двух соосно расположенных катушек.

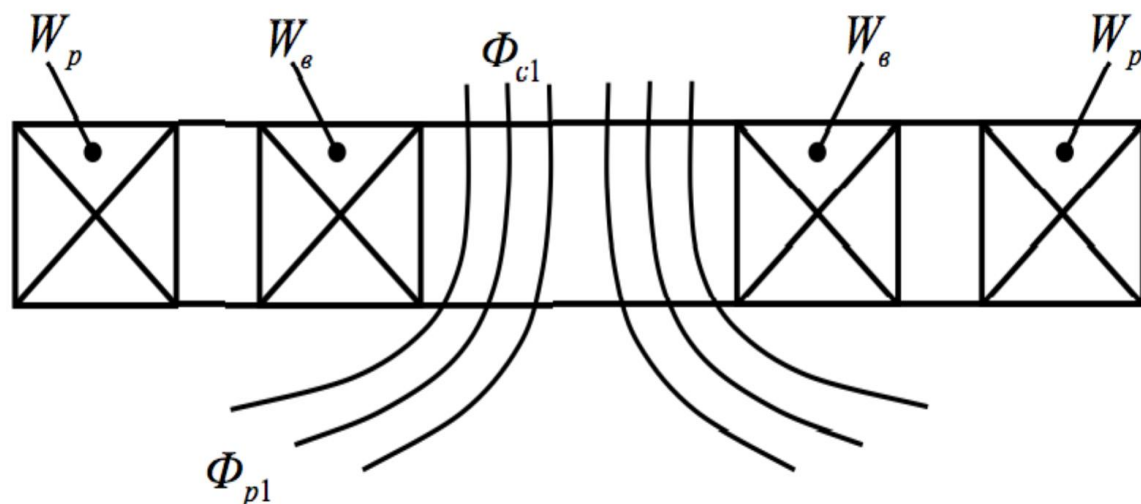


Рисунок 1.8 – Упрощенная модель трансформаторного вихретокового преобразователя с двумя соосными катушками [35].

Одна из катушек W_B будет возбуждающей, а W_P регистрирующей. Возбуждающая катушка питается переменным током. Тогда витки катушки возбуждения W_B сцеплены с магнитным потоком самоиндукции Φ_{c1} , а витки регистрирующей катушки W_P с магнитным потоком взаимной индукции Φ_{p1} , которую можно определить из выражения [36]

$$\Phi_{P1} = \Phi_{C1} - \Phi_n, \quad (1.10)$$

где Φ_n – поток рассеяния.

Амплитуда магнитного потока самоиндукции Φ_{c1} в случае круглой катушки возбуждения можно выразить как

$$\Phi_{C1} = L_B I_B, \quad (1.11)$$

где L_B – индуктивность катушки возбуждения; I_B – амплитуда тока в катушке возбуждения.

Соответственно

$$L_B = \frac{\mu_0 W_B^2 S_B}{l}, \quad (1.12)$$

где μ_0 – абсолютная магнитная постоянная; W_B – число витков в катушке возбуждения преобразователя; l – средняя длина магнитных линий контура; S_B – площадь эквивалентного витка катушки возбуждения.

$$\Phi_{C1} = \frac{MI_B}{W_P}, \quad (1.13)$$

где M – коэффициент взаимной индукции между возбуждающей и регистрирующей катушками преобразователя; W_P – число витков в регистрирующей обмотке.

Коэффициент взаимной индукции между возбуждающей и регистрирующей катушками определяется следующим образом

$$M = K\sqrt{L_B L_P}, \quad (1.14)$$

где L_P – индуктивность регистрирующей обмотки; K – коэффициент связи, зависящий от геометрии и взаимного расположения катушек вихретокового преобразователя.

В рассмотренном случае не использовались ферритовые сердечники и экраны.

ЭДС взаимоиндукции будет равна

$$e(t) = -\frac{W_P d\Phi_{C1}}{dt} = -M \frac{dI_B}{dt}. \quad (1.15)$$

Как правило, для питания вихретокового преобразователя применяют гармонический ток возбуждения

$$I_B = I_0 \sin(\omega t), \quad (1.16)$$

где ω – круговая частота;

Тогда

$$e(t) = -\omega W_P \Phi_{C1} \cos(\omega t). \quad (1.17)$$

Достоинствами вихретоковых методов являются [37]:

- Высокая скорость измерения
- Возможность одностороннего и бесконтактного доступа
- Безопасность контроля

1.3.5. Оптический метод измерения толщины покрытий

Оптические методы измерения толщины покрытий основаны на взаимодействии светового излучения с контролируемым производением [38]. Оптический метод обладает высокой разрешающей способностью и

чувствительностью. Он позволяет автоматизировать обработку получаемых изображений.

Оптические методы используются для измерения толщины покрытий, имеющих хорошие оптические свойства, нанесенные на хорошо подготовленную поверхность. Покрытия могут быть прозрачными (лаковые, стеклянные, пластиковые), полупрозрачными (эпоксидные и аналогичные) и непрозрачными. Наиболее часто используют поляризационный, интерферометрический, фазовый и другие. Большинство оптических методов из-за сложности расчетов и применяемой дорогой аппаратуры используют только в лаборатории для проведения исследований.

Эллипсометрия — метод исследования свойств вещества на границе (поверхности) раздела различных сред по состоянию поляризации отраженного или преломленного света.

Схема эллипсомерта контроля показана на рисунке 1.9.

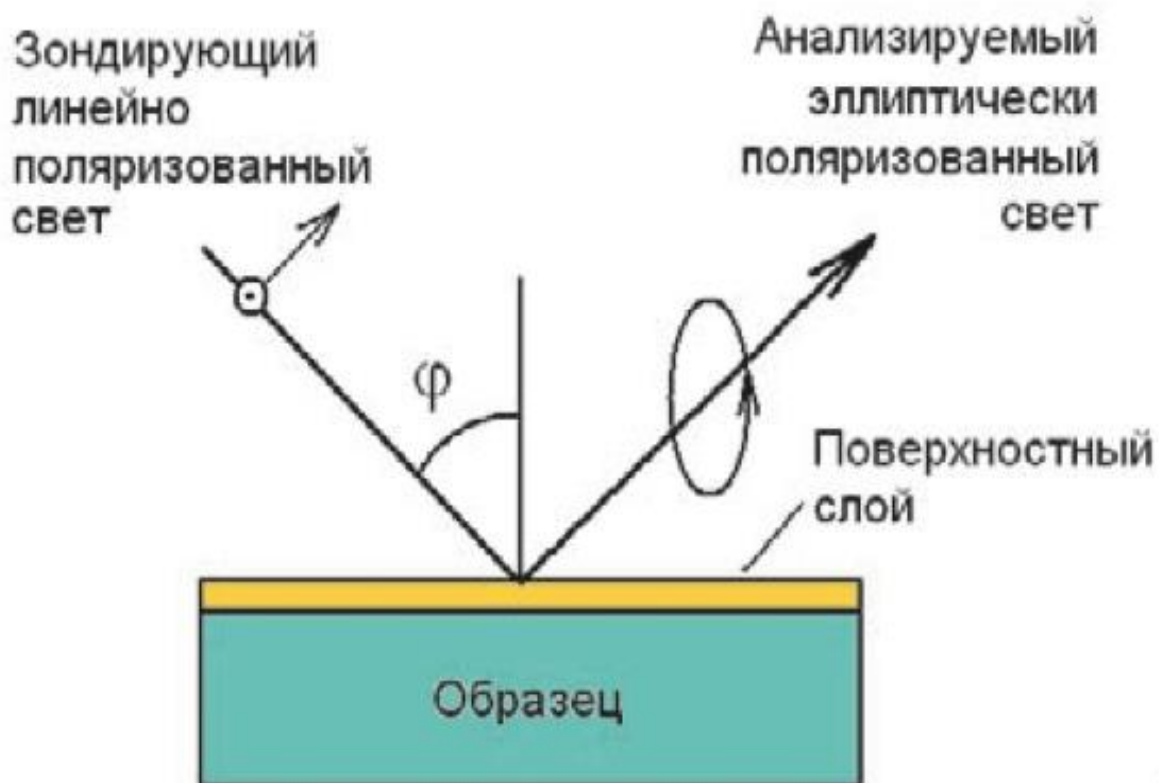


Рисунок 1.9 – Схема, поясняющая принцип эллипсометрических измерений[39]

Суть метода эллипсометрии заключается в анализе изменений

характеристик светового пучка в результате взаимодействия со поверхностью[40].Поляризация света при отражении от внешней и внутренней поверхностей тонкой пленки на подложке зависит от показателя преломления и толщины пленки в диапазоне от микронов до доли одноатомного слоя.

Преимущества оптических методов – можно контролировать толщины прозрачных, так и тонких и ультратонких покрытий.

Недостатками оптических методов являются зависимость результатов контроля от правильного выбора геометрических, спектральных, светотехнических и временных характеристик условий освещения и наблюдения объекта контроля.

1.4. Разрушающие методы контроля толщины покрытий

Разрушающий контроль отличается относительной дешевизной и простотой, в этом его основные преимущества. Параметр покрытия наиболее важный и, как правило, является определяющим, от него зависят антикоррозионные и многие технологические свойства изделия. При измерении необходимо учитывать, что толщина покрытия неодинакова на различных участках поверхности. На протяженных плоских поверхностях толщина покрытия всегда меньше в середине, чем на краях. В углублениях, пазах, отверстиях она также меньше, чем на остальной поверхности, а в глухих, глубоких отверстиях покрытие может отсутствовать. Поэтому при контроле определяют среднее значение толщины покрытия, производя замеры от минимального до максимального значения.

Разрушающие методы измерения толщины основаны на растворении металла покрытия за определенное время в заданных условиях. Растворение может быть химическим и электрохимическим.

1.4.1. Кулонометрический метод измерения толщины покрытий

Кулонометрический метод основан на применении законов Фарадея. Он заключается в растворении покрытия при контроле электрохимических условий на небольшой площади, ограниченной отверстием для травления в измерительной головке [41].

Толщина покрытия

$$h = \left(\frac{ItA}{S\rho} \right) \eta_a, \quad (1.18)$$

где I – ток; A – электрический эквивалент металла защитного покрытия; η_a – коэффициент полезного действия тока в анодной цепи; S – площадь растворенного покрытия; t – время; ρ – плотность металла покрытия.

К достоинствам такого анализа можно отнести:

- возможность определения как однослойных, так и многослойных металлических покрытий в достаточно широком диапазоне от 50 нм до 75-100 мкм;
- малая площадь зоны измерения, от 0,25 мм²;
- независимость от технологии напыления и состава покрытия.

1.4.2. Метод шарового истирания измерения толщины покрытий

Данный метод отличается простотой вычисления, точностью измерения и большой скоростью проведения измерения. К минусам, естественно, следует отнести разрушение образца после исследования. Метод позволяет определять толщины различных материалов: металлических, полимерных и диэлектрических пленок в диапазоне от 100 нм до 50 мкм [42]. Для осуществления данного анализа используется прибор, в котором реализован способ истирания покрытия с помощью стального шара с известным радиусом. Процедура истирания продолжается до образования в зоне контакта полусферы. Полученный шаровой сегмент имеет определенную глубину и диаметр основания, по которым и рассчитывается толщина пленки.

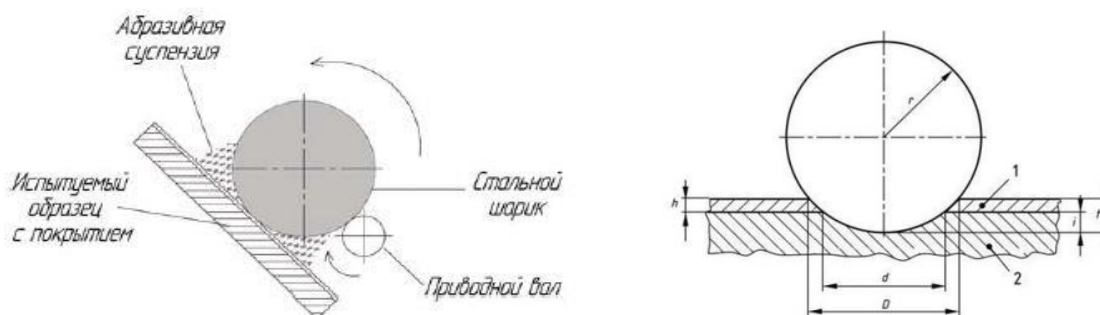


Рисунок 1.10 Схема метода расчета толщины покрытий шаровым

Принцип работы прибора состоит в следующем: шар, смоченный абразивной суспензией, вращаясь, стирает поверхность покрытия и достигает подложки. На рисунке 1.10 приведено схематическое представление метода. Скорость и время вращения шара устанавливаются вне зависимости друг от друга. В результате образуется своего рода кратер износа слоев пленки.

1.4.3. Капельный метод измерения толщины покрытий

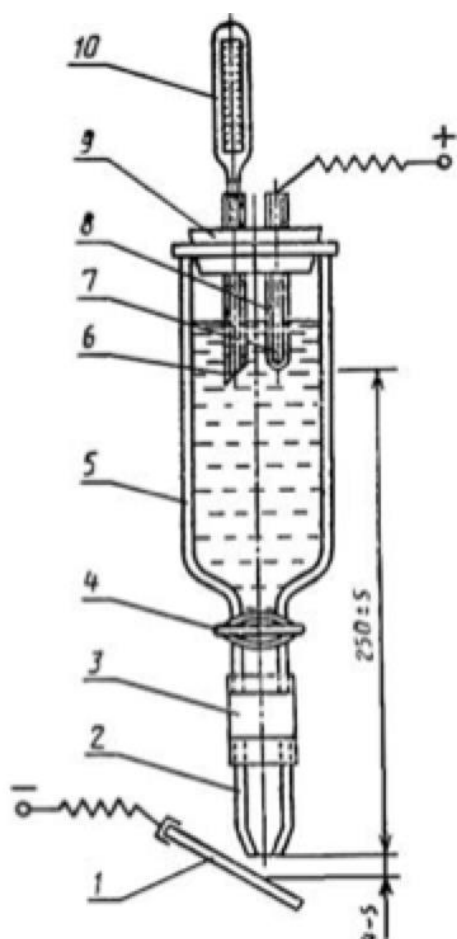
Капельный метод контроля заключается в том, что покрытие растворяют последовательно наносимыми с помощью пипетки каплями раствора, имеющего строго определенный состав и температуру (18 – 25 °С). После нанесения каждую каплю выдерживают на поверхности в течение заданного промежутка времени, а затем снимают фильтровальной бумагой. Эту операцию повторяют несколько раз до появления основного металла. Для каждого покрытия составлен целый ряд растворов, работающих при определенных температурах [43].

Метод прост в эксплуатации, но требует большой аккуратности при измерении, его погрешность достигает $\pm 30\%$; минимальная контролируемая толщина – 2 мкм. Метод может применяться для контроля толщины на очень больших и сложно профилированных деталях, но непригоден для измерения толщины на мелких деталях.

1.4.4. Методы струи измерения толщины покрытий

Существует два варианта струйного метода: струйное периодический и струйно-объемный. Оба варианта используют для измерения толщины на деталях с площадью более $0,3 \text{ см}^2$, профиль которых не препятствует стеканию раствора [44]. Толщина покрытия определяется по времени растворения его раствором, подаваемым с заданной скоростью. Момент появления основного металла устанавливается визуально, что несколько снижает точность измерения.

Схема установки для струйно-периодического метода контроля показана на рисунке 1.11.



- 1 – деталь;
- 2 – капиллярная трубка;
- 3 – резиновая трубка;
- 4 – кран;
- 5 – каплевая воронка;
- 6,8 – стеклянные трубки;
- 7 – платиновая проволока;
- 9 – пробка;
- 10 – термометр

Рисунок 1.11 – Схема установки для струйно-периодического метода контроля [45]

К работе прибор готовят следующим образом: воронку на три четверти заполняют приготовленным раствором, кран открывается и заполняется капиллярная трубка. Затем закрывают кран и горлышко воронки резиновой пробкой [46].

Время растворения покрытия устанавливают по секундомеру, визуально определяя изменение окраски в месте падения струи. Для расчета толщины время, затраченное на растворение покрытия, умножают на коэффициент, который указан в таблицах для каждого раствора и определяет толщину покрытия, снимаемую за 1 с [47]. При умножении используют также дополнительный коэффициент, учитывающий свойства покрытия, например для медных покрытий – 1,35, кадмиевых – 0,7, хромовых блестящих, осажденных из сернокислых электролитов, – 1,09, хромовых блестящих, полученных из саморегулирующихся электролитов, – 1,2, хромовых матовых, нанесенных из саморегулирующихся электролитов, – 1,04. Этим методом можно измерять толщину одно- и многослойных металлических покрытий; его погрешность составляет $\pm 10\%$. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение трех измерений.

Для более точного измерения толщины используют электро-струйный нуль-метод, при котором окончание процесса растворения определяют по гальванометру. Результаты измерения обрабатывают так же, как при струйно-периодическом методе.

При измерении открывают кран и наблюдают за поверхностью образца до изменения цвета. Затем измеряют объем бюретки, определяют толщину покрытия по следующей формуле:

$$h = h_v V, \quad (1.19)$$

где h_v – толщина покрытия, растворенная 1 мл раствора, мкм, V – объем раствора, затраченного на определение толщины.

За результат измерения принимают среднее арифметическое из трех измерений [48]. При расчете также используют поправочный коэффициент, который дается в специальной таблице. Погрешность метода составляет 15%.

2. Материалы и методы исследования

2.1. Установка для пучковой обработки и магнетронного напыления

«Радуга-спектр»

Устройство предназначено для реализации гибридных технологий ионно-плазменной модификации свойств поверхностных слоев, в том числе имплантации ионов газов, осаждения однослойных и многослойных покрытий номенклатуры методом конденсации вещества с ионным ассистированием на образец. Внешний вид вакуумной камеры представлен на рисунке 2.1.

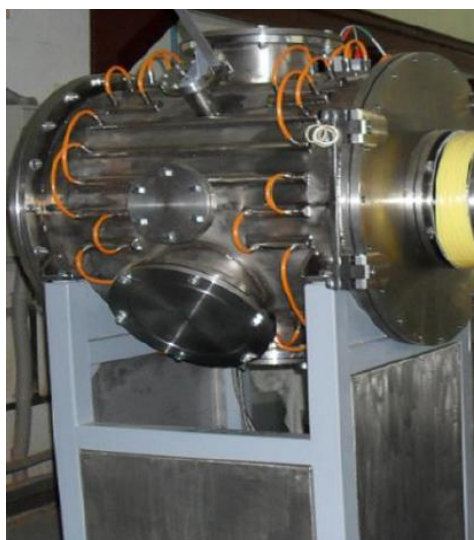


Рисунок 2.1 – Внешний вид вакуумной камеры установки «Радуга-спектр».

Таблица 2.1 – Технические характеристики установки:

Наименование основных параметров и характеристик			Норма параметров и характеристик
1.	Размеры рабочей камеры:		
	Диаметр		600 мм
	Высота		600 мм
2.	Предельное остаточное давление в камере		$6,6 \cdot 10^{-4}$ Па
3.	Рабочее давление		$6,5 \cdot 10^{-2}$ – $6,5 \cdot 10^{-1}$ Па
4.	Магнетронный генератор плазмы:		

	Напряжение разряда:	0,8 кВ;
	Мощность разряда:	1,25 кВт;
5.	Потребляемая мощность установки, не более	7 кВт

Принцип действия магнетрона основан на распылении поверхности мишени, являющейся катодом, ускоренными ионами рабочего газа (Ar) в скрещенном электрическом и магнитном поле. Электроны ускоряются в электрическом и закручиваются в магнитном поле, в результате чего происходит их движение по циклоиде вдоль поверхности мишени. Ускоренные электроны ионизируют рабочий газ (аргон). Образовавшиеся таким образом ионы аргона ускоряются в электрическом поле, бомбардируют поверхность мишени, и распыляют ее. Распыленные атомы осаждаются на поверхность образца.

2.2. Прибор для измерения толщины покрытий Calotest CAT-S-0000

Calotest CAT-S-0000 - это прибор, в котором реализован способ истирания покрытия с помощью стального шара с известным радиусом. Процедура истирания продолжается до образования в зоне контакта полусферы. Полученный шаровой сегмент имеет определенную глубину и диаметр основания, по которым и рассчитывается толщина пленки.



Рисунок 2.2 – Внешний вид прибора Calotest CAT-S-0000

Технические характеристики прибора:

Скорость вращения – (10-3000) об/мин;

Стандартный диаметр шара – 10, 15, 20, 25, 30 мм;

Время шлифования – (2-900) с.

Пример изображения отпечатка представлен на рисунке 2.3.

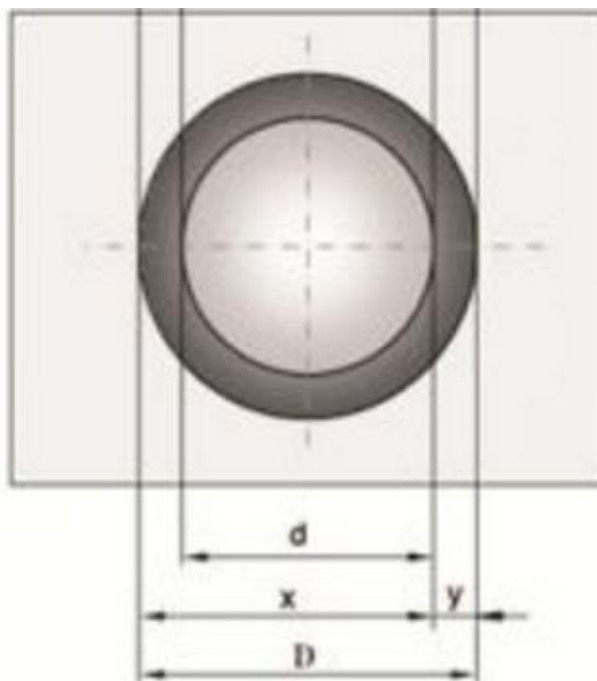


Рисунок 2.3 – Изображение сферического шлифа

Формула для вычисления толщины покрытия на плоских и цилиндрических изделиях:

$$l = \frac{1}{2} (\sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2}) \quad (2.1)$$

где l – толщина покрытия, R – диаметр шара, D – диаметр износа на поверхности пленки, d – диаметр у основания покрытия.

2.3. Рентгеновский дифрактометр XRD-7000

Рентгеновский дифрактометр состоит из источника рентгеновского излучения - трубки, гониометра, с помощью которого осуществляется вращение исследуемого образца, детектора излучения, электронного измерительно-регистрирующего устройства, управляющего ПК. В рентгеновском дифрактометре применяют сцинтилляционные, пропорциональные, полупроводниковые детекторы.

В процессе измерения счётчик перемещается в гониометре и регистрирует в каждой точке число фотонов дифрагированного излучения за определенный интервал времени. При изменении угла при исследовании поликристаллического материала на дифрактограмме исследуемого вещества последовательно появляются пики с явным максимумом. Координаты и высота пиков характеризуют исследуемое вещество.



Рисунок 2.4 – Внешний вид рентгеновского дифрактометра XRD-7000

Дифрактометры Shimadzu могут оснащаться рентгеновскими трубками с различным материалом анода, разной мощности и разного фокуса. Стандартно рентгеновский дифрактометр Шимадзу имеет сцинтиляционный детектор с кристаллом NaI, но также может быть оснащен высокоскоростным широкоугольным детектором с 1280-ю каналами OneSight.

Он представляет собой линейный кремниевый мультиполосный детектор, что позволяет увеличивать быстродействие в 100 раз по сравнению с обычным сцинтилляционным детектором и проводить измерения в широком диапазоне углов без сканирования гониометром, тем самым значительно повышая производительность. OneSight может регистрировать дифракционную картину одновременно в диапазоне углов более 10 градусов без сканирования гониометром.

Эта функция удобна при проведении количественного анализа с использованием определённого дифракционного пика.

Технические характеристики прибора:

Радиус гониометра — 275 мм стандартный (может меняться от 200 до 275 мм)

Минимальный шаг сканирования — $0,0001^\circ (\theta)$

Диапазон углов сканирования — от -12° до 164°

2.4. Micro Scratch Tester MST-S-AX-0000

Принцип измерений - Индентор опускается на поверхность образца. После достижения низкой силы контакта, определенного пользователем, предметный столик перемещается с постоянной скоростью, и проводит царапание. На индентор прикладывается заданная нагрузка при помощи электромагнитной системы. Прикладываемая сила контролируется датчиком. Этот датчик силы связан с системой управления с обратной связью с очень тонким регулированием прикладываемой силы. Глубина проникновения определяется индукционным датчиком. Звуки при растрескивании регистрируются акустическим датчиком.



Рисунок 2.5 – Внешний вид Micro Scratch Tester MST-S-AX-0000

Таблица 2.2. – Технические характеристики установки:

Параметры вертикальной нагрузки	Точный диапазон	Расширенный диапазон
Максимальная вертикальная	10	30

нагрузка (Н)		
Разрешение по нагрузка (мН)	0,1	1
Параметры глубины царапания	Точный диапазон	Расширенный диапазон
Максимальная глубина (мкм)	1000	1000
Разрешение по нагрузка (нм)	0,3	3
Параметры силы трения (столика)	Стандартного столика	Высокого разрешения
Максимальная сила трения (Н)	10	30
Разрешение (мН)	0,1	1

Система Micro Scratch Tester в сборе включает:

- Модуль Scratch Tester в сборе
- Моторизованные столики перемещения образца (x,y,z столики)
- Оптическую видеосистему
- Индентор Алмаз Роквелла С
- Персональный компьютер с 2 мониторами и блок электроники управления измерительным
- Программное обеспечение для проведения измерений и анализа результатов

Достоинствами являются:

- Очень точное измерение прилагаемой вертикальной силы и глубины проникновения.

- Регистрация тангенциальной силы, позволяет определить коэффициент трения.
- Система управления силой с активной обратной связью позволяет легко проводить исследования на искривленных поверхностях.
- Профиль поверхности оценивается при помощи предсканирования и постсканирования поверхности образца

3. Экспериментальная часть

3.1. Подготовка образцов циркониевого сплава Э110 с разными толщинами покрытиями TiN

При проведении экспериментов было подготовлено 8 образцов циркониевого сплава Э-110 с линейными размерами 20×20×1 мм. Шлифование осуществлялось с использованием кремневой шлифовальной бумаги. Отжиг осуществляют при 580°C в течение 180 мин.

Нанесение покрытий осуществлялось на вакуумной ионно-плазменной установке «Радуга спектр». Остаточное давление в камере составляло 3×10^{-3} Па. Очистка поверхности проводилась ионным источником в течение 5 мин при напряжении 1360 В и силе тока 0,44 А. После ионной очистки производилось нанесение покрытия TiN методом магнетронного распыления, при режимах магнетрона представленных в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Режимы работы магнетрона при нанесении покрытий

№ образца	Давление Р, 10^{-1} Па	Ток разряда I, А	Мощность W, кВт	Время t, мин	Концентрация N ₂ , %
1	1,23	2,85	2	10	24
2	1,23	2,85	2	10	24
3	1,23	2,85	2	25	24
4	1,23	2,85	2	25	24
5	1,23	2,85	2	100	24
6	1,23	2,85	2	100	24

3.2. Измерения толщины покрытия

3.2.1. Измерения толщины покрытия методом шарового истирания

Измерение толщины покрытий TiN в четырёх различных точках проводилась на приборе Calotest CAT-S-0000. Для осуществления данного анализа используется прибор, в котором реализован способ истирания покрытия с помощью стального шара с известным радиусом. Процедура

истирания продолжается до образования в зоне контакта полусферы. Полученный шаровой сегмент имеет определенную глубину и диаметр основания, по которым и рассчитывается толщина пленки.

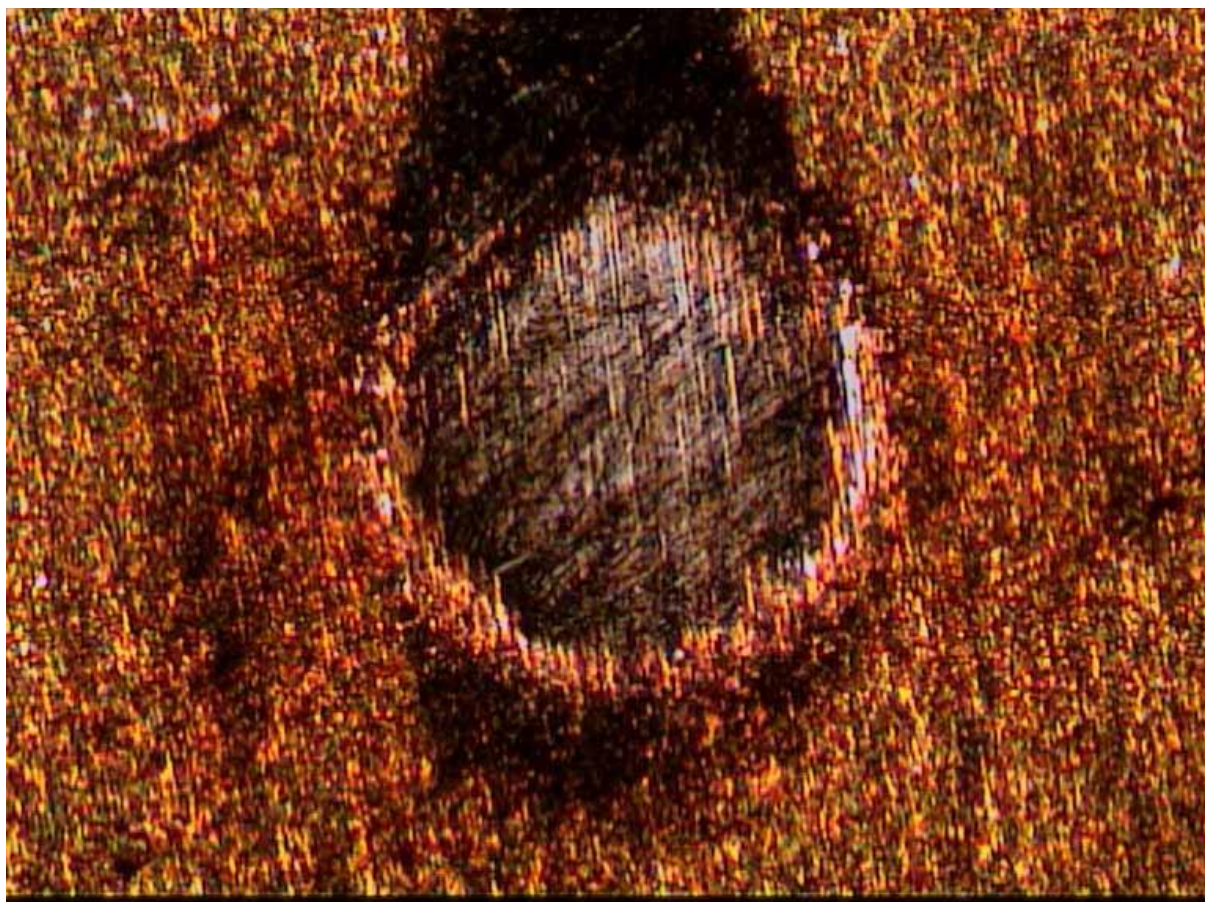


Рисунок 3.1- Изображение сферического шлифа в первой точке

Оценка толщины покрытий проводилась по формуле:

$$l = \frac{1}{2}(\sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2}) \quad (3.1)$$

где l – толщина покрытия, R – диаметр шара, D – диаметр большого круга, d – диаметр маленького круга.

Результаты измерений представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Измерения толщины покрытия методом шарового истирания

	Точка 1	Точка 2	Точка 3	Точка 4
D , мкм	0,421	0,505	0,443	0,518
d , мкм	0,328	0,441	0,364	0,467
l , мкм	0,68	0,59	0,63	0,49

Из Таблицы 3.2 можно получить среднее значение толщины покрытия – 0,598 мкм. В разных точках, результаты измерений не одинаковые.

Измеренные толщины покрытий TiN на исследуемых образцах представлены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 – Толщины покрытий TiN на образцах циркониевого сплава Э-110

Время распыления, мин.	10	25	50	100
Толщина, мкм	0,60	0,70	0,92	1,88

3.2.2. Измерения толщины покрытия методом рентгеновской дифрактометрии

Анализ толщины полученных покрытий методом рентгеновской дифракции был осуществлен на дифрактометре Shimadzu XRD-7000S.

Оценка толщины покрытий проводилась по формуле:

$$h = \frac{\ln(1-R) \sin \alpha \sin(2\theta - \alpha)}{\mu(\sin \alpha + \sin(2\theta - \alpha))} \quad (3.2)$$

где α – угол падения рентгеновских лучей, θ – брэгговский угол, μ – коэффициент линейного поглощения, R – доля излучения, отраженного слоем толщиной h. Для никелевого покрытия величину R приняли за 0,95.

При осуществлении метода рентгеновской дифракции измерения проводились согласно технике асимметричного сканирования, когда угол падения луча очень мал по отношению к поверхности образца. Таким образом, удалось регулировать глубину проникновения лучей до нескольких мкм. На рисунке 3.2 показан принцип сканирования для определения толщины покрытия.

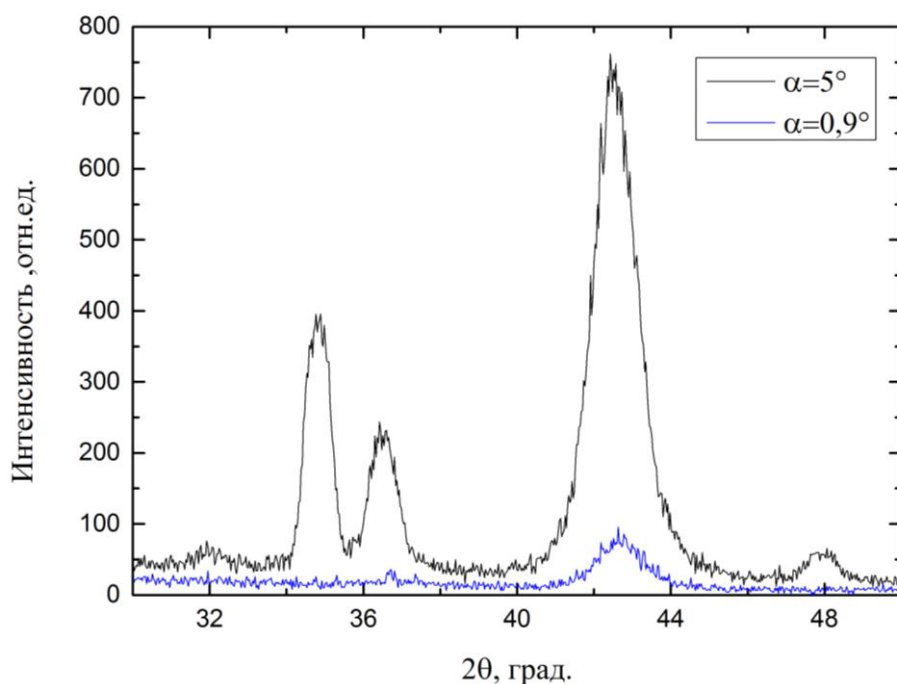


Рисунок 3.2. Результаты сканирования образца с покрытием, нанесенным в течение 50 минут

Результаты анализа толщин покрытий методом рентгеновской дифрактометрии представлены в таблице 3.4.

Таблица 3.4. Результаты определения толщин покрытий

Время распыления, мин	Угол падения α , град	Положение определяющего рефлекса 2θ , град.	Толщина покрытия, мкм
25	0,7	42,40	0,78
50	0,9	42,63	1,00
100	1,8	42,48	1,95

Величина падающего угла для различных толщин подбиралась путем его постепенного уменьшения до полного «исчезновения» сигналов циркония на дифрактограмме. Определение толщин покрытий при времени распыления 10

минут методом рентгеновской дифрактометрии не удалось. Это связано с малой толщиной исследуемого покрытия. В данном случае не удастся подавить сигналы от циркониевой подложки.

3.3. Адгезионная прочность покрытий TiN

Измерение адгезионной прочности проводилось на приборе Micro Scratch Tester фирмы CSEM методом контролируемого нанесения царапины алмазным индентором.

Параметры нанесения царапины:

Начальная нагрузка – 0,01 Н;

Конечная нагрузка – 10 Н;

Скорость царапания – 6,79 мм/мин;

Длина царапины – 7 мм.

Оптические снимки полученных царапин на образцах циркониевого сплава с покрытиями представлены на рисунке 3.3.

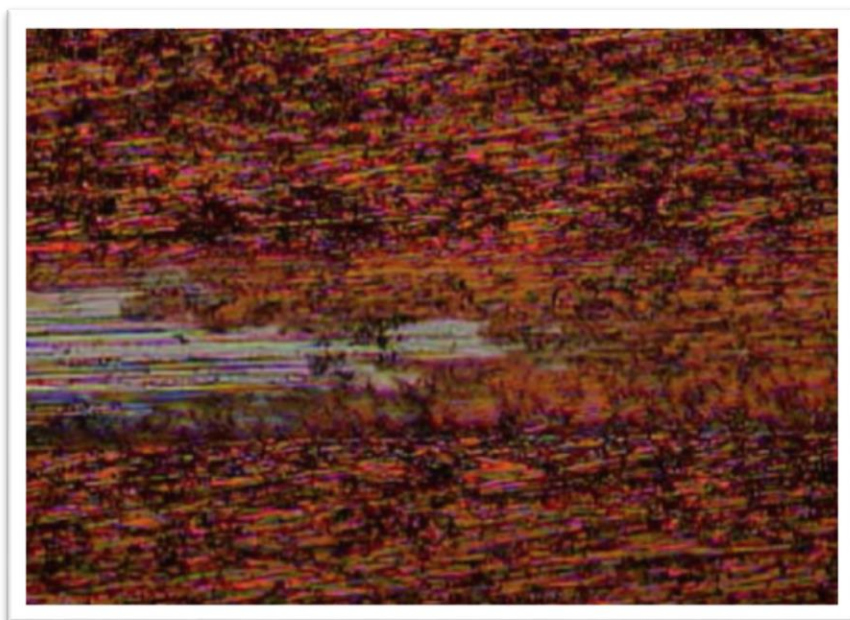


Рисунок 3.3 - Оптические изображения царапин

Критическая нагрузка, характеризующая начало отрывания покрытия от подложки определяется при помощи силы трения, глубины проникновения и оптической микроскопии. Пример графиков изменения регистрируемых

данных при нанесении царапины на образец циркониевого сплава Э-110 с покрытием TiN, представлен на рисунке 3.4.



Рисунок 3.4 – Изменение коэффициента трения, силы сопротивления и глубины проникновения для образца сплава Э-110 с покрытием TiN

Из рисунка 3.4 видно, что при нагрузке 3,7 Н происходит резкий скачок силы сопротивления и коэффициента трения, после чего наблюдается увеличение этих параметров.

Измеренные адгезионной прочности на исследуемых образцах представлены в таблице 3.5.

Таблица 3.5 – Адгезионная прочность на образцах циркониевого сплава Э-110

Толщина покрытия, мкм	0,60	0,70	0,92	1,88
Адгезионная прочность, Н	9,45	5,12	4,29	3,70

Адгезия покрытий TiN, нанесенных методом магнетронного распыления, уменьшается с ростом толщины покрытия (таблица 3.5). Для покрытий с

толщиной от 0,60 мкм до 1,88 мкм наблюдается уменьшение адгезионной прочности от 9,45 до 3,7 Н соответственно.

3.4. Влияние толщины покрытия TiN на водородопроницаемость

Для исследования влияния толщины покрытий нитрида титана на водородопроницаемость также были проведены измерения скорости сорбции водорода образцами. Использовались образцы циркониевого сплава Э-110 с покрытиями нитрида титана различной толщины. Напыление покрытий осуществлялось методом магнетронного распыления на вакуумной ионно-плазменной установке «Радуга-спектр». Соотношение газов $Ar/N_2=1/3$ было выбрано на основе результатов, полученных в предыдущем разделе. Изменение толщины покрытий осуществлялось варьированием времени напыления от 10 до 100 минут. График зависимости толщины покрытия TiN от времени распыления представлен на рисунке 3.5.

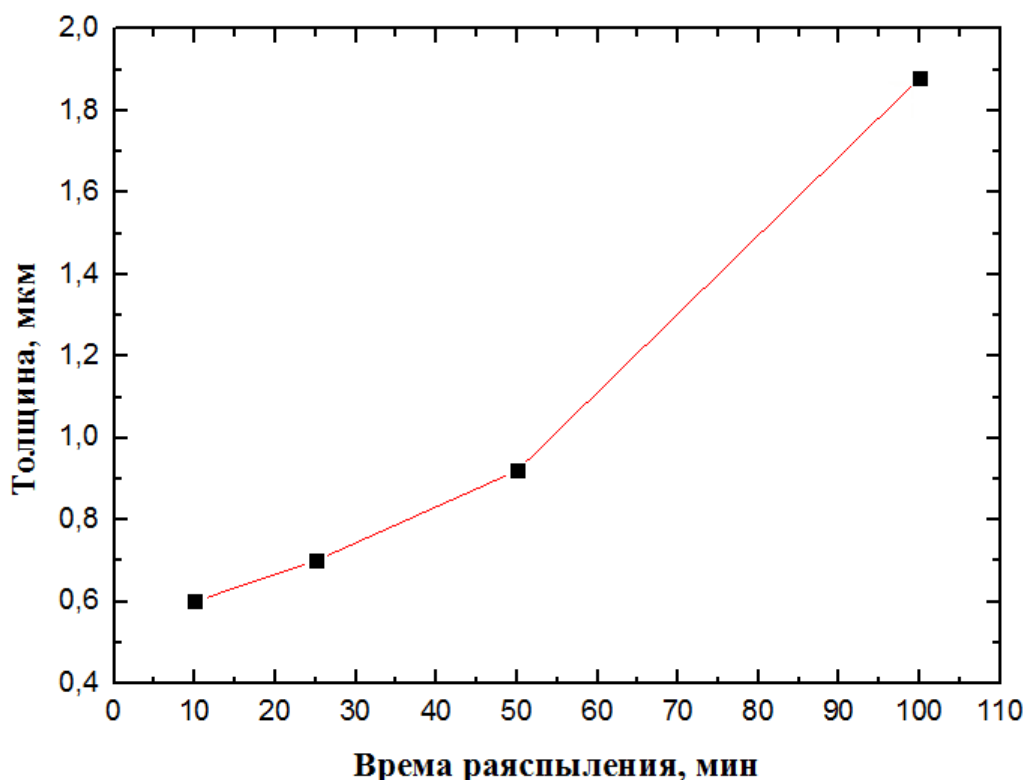


Рисунок 3.5 – Зависимость толщины покрытия TiN в зависимости от времени распыления

В соответствии с рисунком 3.5, скорость напыления покрытия в данном режиме магнетрона составляет $\sim 0,85$ мкм/час.

Исследование сорбции водорода проводилось на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller, в котором процесс наводороживания осуществляется из газовой фазы. Насыщение образцов осуществлялось при температуре $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, давлении водорода в камере $0,66$ атм. Выбор температуры наводороживания обусловлен условиями эксплуатации оболочек циркониевых твэлов в ядерных реакторах.

Кривые сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии и с покрытием нитрида титана представлены на рисунке 3.6.

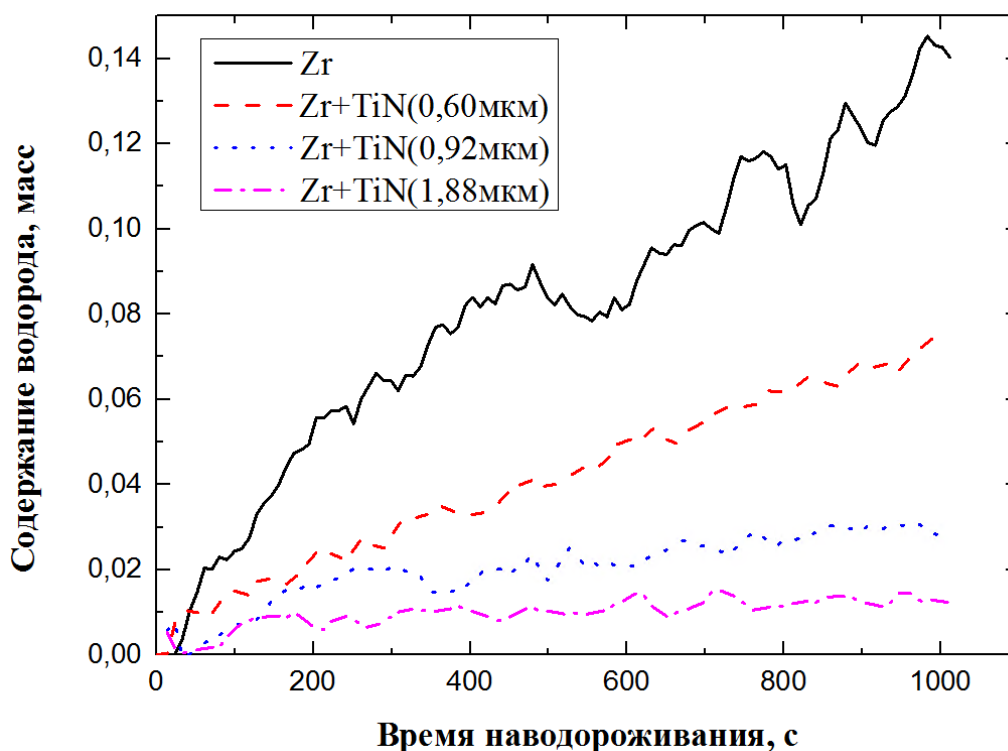


Рисунок 3.6 –Кривые сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии и с покрытиями нитрида титана различной толщины

Таким образом, можно рассчитать скорость сорбции водорода по следующей формуле:

$$v = \frac{\Delta c}{\Delta t} \quad (3.3)$$

где v - скорость сорбции водорода, Δc - изменение содержания водорода, Δt - изменение времени.

Таблица 3.6 – Скорость сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии и с покрытиями нитрида титана различной толщины

Толщина покрытия, мкм	0	0,60	0,92	1,88
Скорость сорбции водорода, $\times 10^{-5}$ масс%/с	11,30	6,67	2,41	0,65

Скорость сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии больше, чем образцами циркониевого сплава Э-110 с покрытием на основе нитрида титана. С увеличением толщины покрытия нитрида титана наблюдается снижение водородопроницаемости. Нанесение покрытий нитрида титана толщиной порядка 2 мкм методом магнетронного распыления приводит к снижению скорости сорбции циркониевым сплавом Э110 на два порядка.

График зависимости скорости сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 от толщины покрытия TiN представлен на рисунке 3.7.

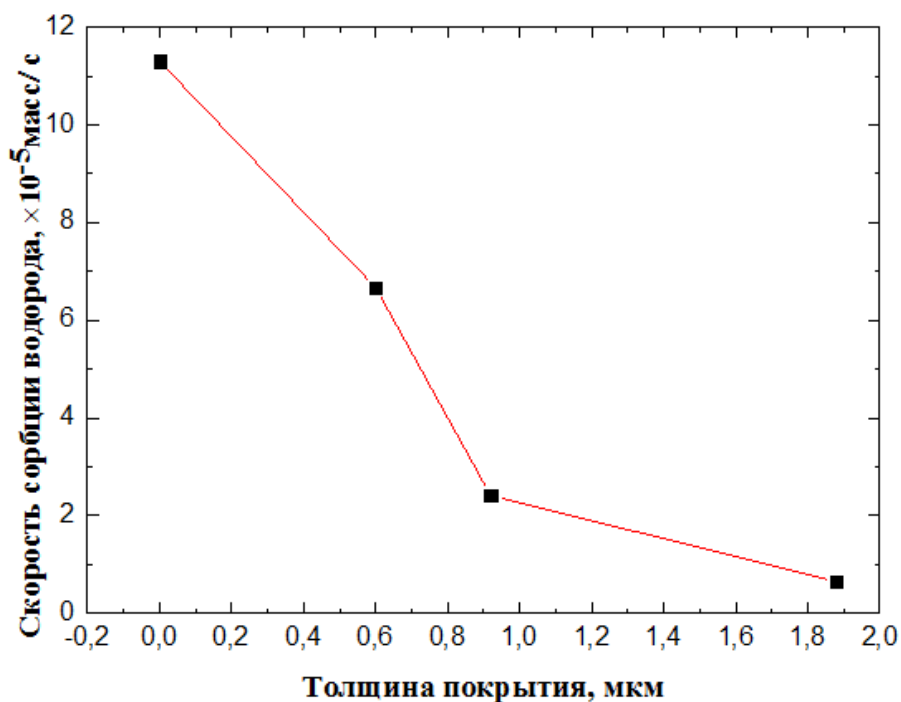


Рисунок 3.7 – Зависимость скорости сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 от толщины покрытия TiN

Покрyтия из нитрида титана различной толщины по-разному взаимодействуют с водородом. Покрyтия нитрида титана на циркониевом сплаве Э-110 при толщинах 0,6–1 мкм значительно снижают водородопроницаемость в сравнении с исходными образцами без покрyтия.

Заключение

Показана возможность определения толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана методом рентгеновской дифракции. Достоинствами рентгеновского метода являются возможность контролировать глубину анализа по величине падающего угла и возможность изучения структуры внутри образца.

Установлено, что адгезионная прочность покрытий TiN, нанесенных методом магнетронного распыления, уменьшается с ростом толщины покрытия. Для покрытий с толщиной от 0,60 мкм до 1,88 мкм наблюдается уменьшение адгезионной прочности от 9,45 до 3,70 Н соответственно.

Скорость сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии больше, чем образцами циркониевого сплава Э-110 с покрытием на основе нитрида титана. Экспериментально определены зависимости скорости сорбции водорода от толщины покрытия. С увеличением толщины покрытия нитрида титана наблюдается снижение водородопроницаемости. Нанесение покрытий нитрида титана толщиной порядка 2 мкм методом магнетронного распыления приводит к снижению скорости сорбции циркониевым сплавом Э110 на два порядка при наводороживании из газовой фазы ($T=350\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=0,66\text{ атм}$)..

Увеличение толщины покрытий приводит к росту эффективности барьерных свойств по отношению к водороду, однако существенно ухудшается адгезионная прочность.

По результатам исследований определена оптимальная толщина водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана, которая составила 0,92 мкм.

4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

Введение

Оценка коммерческой ценности (потенциала) развития является предпосылкой для поиска источников финансирования для научных исследований и коммерциализации его результатов. Это важно для разработчиков, которые должны представлять состояние и перспективы текущих исследований. Благодаря такой оценке ученый может найти партнера для дальнейших исследований, коммерциализации результатов таких исследований и открытия бизнеса. Целью данной главы является расчет затрат, необходимых для проведения НИОКР.

4.1. Потенциальные потребители результатов исследования

Увеличение толщины покрытий приводит к росту эффективности барьерных свойств по отношению к водороду, однако существенно ухудшается адгезионная прочность. По результатам исследований определена оптимальная толщина водородонепроницаемых покрытий методом магнетронного распыления на основе нитрида титана, которая составила 0,92 мкм.

Цирконий и его сплавы являются важным конструкционным материалом легководных атомных зонах. Существует проблема защиты конструкционных материалов, работающих в водородосодержащих средах от деструктивного воздействия водорода. Известно, что водород оказывает существенное влияние свойства металлов и сплавов. Проникновение водорода в объём материала приводит к коррозии, охрупчиванию и деградации механических свойств. Использование циркониевых сплавов в активной зоне ядерных реакторов типа ВВЭР и РБМК должно обеспечивать необходимую защиту этих сплавов от коррозии, наводороживания и фреттинг износа. Эффективным методом защиты циркониевых сплавов от

проникновения водорода является нанесение водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана.

4.2.Технология QuaD

Технология QuaD (QUALITYADVISOR) - это гибкий инструмент для измерения характеристик, характеризующих качество новой разработки и ее перспективы на рынке, и позволяющий вам принять решение о целесообразности инвестирования денег в исследовательский проект.

Таблица 4.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы	Максимальный балл	Относительное значение	Средневзвешенное значение
Показатели оценки качества разработки					
1. Надежность	0,1	85	100	0,85	8,5
2. Время производства	0,1	86	100	0,86	8,6
3. Энергоэффективность	0,2	93	100	0,93	18,6
4. Уровень шума	0,1	100	100	1	10
5. Ремонтопригодность	0,1	90	100	0,9	9
6.Безопасность оборудования	0,3	88	100	0,88	26,4
7. Простота эксплуатации	0,1	94	100	0,94	9,4
Итого	1	88,23	100	0,882	90,5

Из проведенных расчетов можно сделать вывод, что разработка считается перспективной.

4.3. SWOT-анализ

SWOT-анализ представляет собой комплексный анализ внутренней и внешней среды научно-исследовательского проекта. Он проводится в несколько этапов.

Первый этап - это описание сильных и слабых сторон проекта, выявление возможностей и угроз для реализации проекта, который возник или может появиться в его внешней среде.

Таблица 4.2. Матрица SWOT

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1.Наличие бюджетного финансирования. С2.Квалифицированный персонал. С3.Наличие необходимых установок для проведения испытаний. С4.Экономичность технологии. С5.Наличие материала для исследований.	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1.Большой срок поставок материалов используемых при проведении научного исследования. Сл2.Длительность проведения некоторых исследований. Сл3.Отсутствие инжиниринговой компании, способной построить производство под ключ. Сл4.Отсутствие у потенциальных потребителей квалифицированных кадров по работе с научной разработкой.
Возможности: В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ В2.Повышение производительности В3.Спрос на результаты исследований.		
Угрозы: У 1.Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства. У2.Отсутствие спроса на новые технологии производства.		

Второй этап - выявить сильные и слабые стороны исследовательского проекта в соответствии с внешней средой. Для этого строится интерактивная матрица проекта (таблица 4.3).

Таблица 4.3. Интерактивная матрица

Сильные стороны проекта						
Возможности проекта		C1	C2	C3	C4	C5
	B1	0	+	+	+	0
	B2	-	+	+	-	+
	B3	-	+	+	-	0

Угрозы проекта	У1	+	-	0	0	+
	У2	-	-	-	0	-
Слабые стороны проекта						
Возможности проекта		Сл1	Сл2	Сл3	Сл4	
	В1	-	0	+	0	
	В2	-	-	-	+	
	В3	-	0	+	-	
Угрозы проекта	У1	+	+	0	-	
	У2	-	-	-	+	

4.4. Структура работ в рамках научного исследования

Для выполнения и планирования данной работы по теме оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана, сначала нужно ее разделить на несколько частей, то есть различные этапы:

1. Подготовительный этап. Выбор темы; изучение, анализ информации по этой теме. Определение рабочей группы;
2. Формирование теоретической части. Определение возможных направлений исследований;
3. Проведение экспериментов по теоретической части;
4. Количественная оценка экспериментальных исследований, выбор параметров;
5. Корректировка разработанных параметров после получения результатов эксперимента;
6. Выводы и предложения по теме, обобщение результатов развития. Подготовка технологического отчета;
7. Заключительный этап. Анализ результатов исследования всей рабочей группы. Принятие результатов работы. Подготовка отчетности.

Таблица 4.5 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
----------------	-------	------------------	-----------------------

Разработка задания на НИР	1	Составление и утверждение темы проекта	Научный руководитель
Выбор направления исследования	2	Поиск и изучение материала по теме	Научный руководитель, Студент
	3	Выбор моделей и способов анализа	Научный руководитель
	4	Календарное планирование работ	
Теоретические исследования	5	Изучение литературы по теме	Научный руководитель Студент
	6	Поиск методов решения	Студент
	7	Систематизация и оформление информации	
Оценка полученных результатов	8	Измерение и получение данных	Студент, консультант
	9	Анализ полученных результатов	Руководитель, Консультант, Студент
Оформление отчета по НИР	10	Составление пояснительной записки	Студент

4.5. Определение трудоемкости выполнения работ

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения

ожидаемого значения трудоемкости $t_{ожі}$ используется следующая формула:

$$t_{ожі} = \frac{3t_{\min i} + 2t_{\max i}}{5}, \quad (4.1)$$

где $t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.;

$t_{\min i}$ – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.;

$t_{\max i}$ – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.

$$T_{pi} = \frac{t_{ожі}}{Ч_i}, \quad (4.2)$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дн.;

$t_{ожі}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

Для удобства составления расписания календаря продолжительность этапов в рабочие дни переводится в календарные дни и рассчитывается по следующей формуле:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k, \quad (4.3)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения одной работы, календ. дн.;

T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дн.;

k – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности рассчитывается по формуле:

$$k = \frac{T_{кг}}{T_{кг} - T_{вд} - T_{пд}}, \quad (4.4)$$

где $T_{кг}$ – количество календарных дней в году;

$T_{вд}$ – количество выходных дней в году;

$T_{пд}$ – количество праздничных дней в году.

Определим длительность этапов в рабочих днях и коэффициент календарности:

$$k = \frac{T_{кг}}{T_{кг} - T_{вд} - T_{пд}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} = 1,22,$$

Затем продолжительность этапов в рабочие дни следует учитывать, что оценочное значение продолжительности работы T_k должно округляться до целых чисел. Результаты расчетов приведены в таблице 4.6.

Таблица 4.6– Временные показатели проведения ВКР

№ раб .	Исполнители	Продолжительность работ						
		t_{min} , чел-дн	t_{max} , чел-дн	$t_{ож}$, чел-дн	T_p , раб.дн	T_k , кал.дн	$У_i$, %	$Г_i$, %
1	Руководитель	4	8	5,6	5,6	7	9,33	9,33
2	Студент- дипломник Руководитель	15	18	16,2	8,1	10	13,33	22,6
3	Руководитель	4	9	6	6	7	9,33	32
4	Руководитель	4	8	5,6	5,6	7	9,33	41,3
5	Руководитель, Консультант, Студент- дипломник	8	15	10,8	5,4	7	9,33	50,6
6	Студент- дипломник	7	9	7,8	7,8	9	12	62,6
7	Студент- дипломник,	7	12	9	4	11	14,6	77,33
8	Консультант, Студент- дипломник	6	9	3,6	1,3	4	5,3	82,6
9	Студент-	4	10	6,4	2,1	3	4	86,6

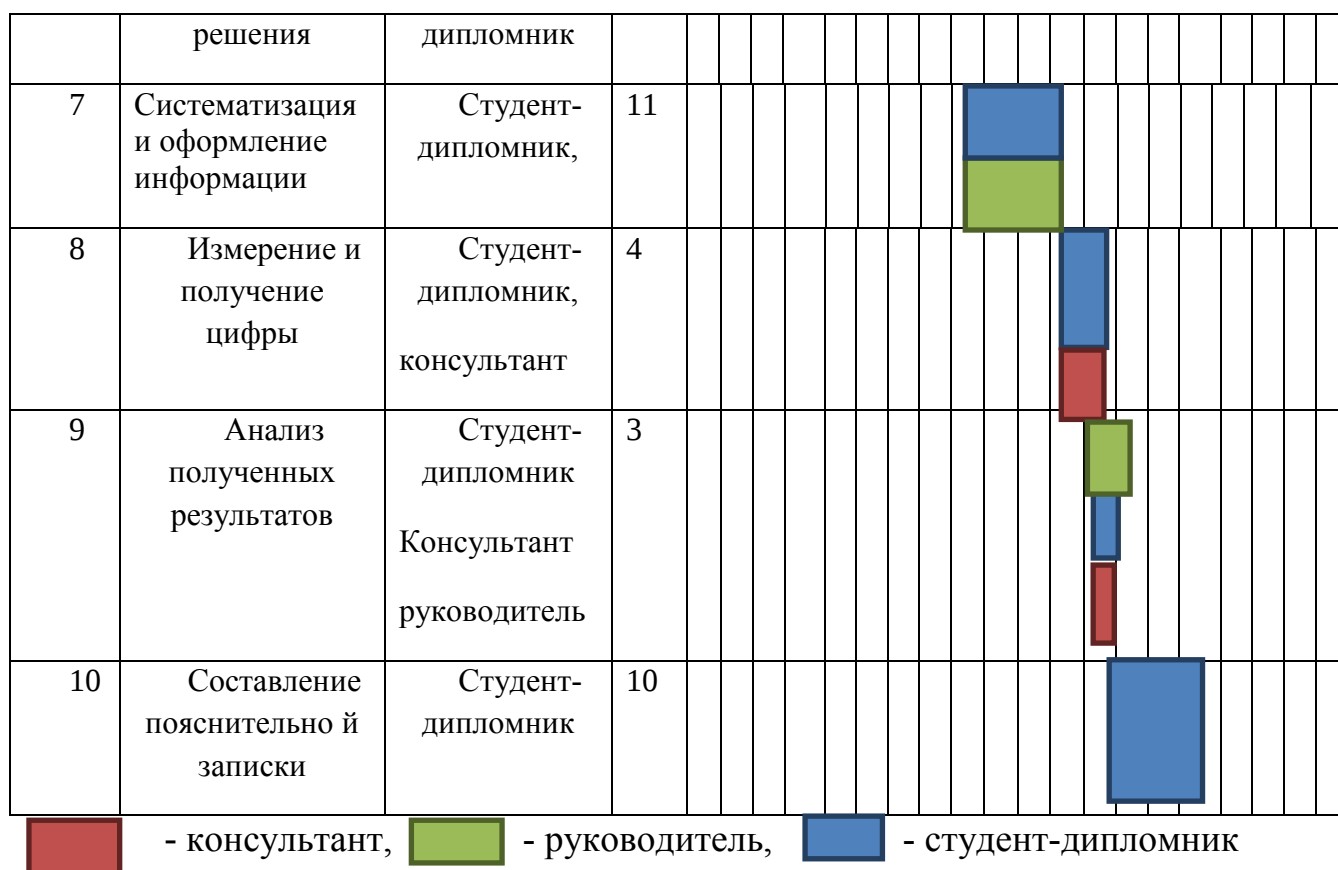
	дипломник Руководитель							
10	Студент-дипломник	7	11	8,6	8,6	10	13,3	100.0 0
Итого						Руководитель	41	
						Студент	54	

4.6. Планирование управления научно-техническим проектом

В рамках планирования научного проекта необходимо построить календарный график проекта. Для планирование НИОКР была выбрана диаграмма Ганта, которая представляет собой тип столбчатых диаграмм.

Таблица 4.7 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Этапы	Вид работы	Исполнители	т к	Февраль	Март	Апрель	Мая	Июнь
1	Составление и утверждение задания НИР	руководитель	7					
2	Поиск и изучение материала по теме	Руководитель Студент-дипломник	10	 				
3	Выбор моделей и способов анализа	руководитель	7					
4	Календарное планирование работ	руководитель	7					
5	Изучение литературы по теме	Студент-дипломник, руководитель	7		 			
6	Поиск методов	Студент-	9					



4.7. Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

При планировании бюджета НТИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением.

4.7.1. Расчет материальных затрат НТИ

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле:

$$Z_m = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{расхi}, \quad (4.5)$$

где: m – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении научного исследования;

$N_{расхi}$ – количество материальных ресурсов i -го вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования (шт., кг, м, м² и т.д.);

C_i – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг, руб./м, руб./м² и т.д.);

k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы.

Таблица 4.8 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	количество	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы, (З _м), руб
Бумага	лист	150	2	345
Картридж для принтера	шт.	1	1000	1150
Интернет	М/бит (пакет)	1	350	402,5
Ручка	шт.	1	20	23
Дополнительная литература	шт.	2	400	920
Тетрадь	шт.	1	10	11,
Итого	2852			

4.7.2. Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам или договорным ценам.

Таблица 4.9 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

Наименование	Марка, размер	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Катод из титана	ТПЧ, 79х45 мм	1	14600	14600
Мишень из титана	ТПЧ, 120х8 мм	1	12500	12500
Всего за материалы				27100
Транспортно-заготовительные расходы (3-5%)				1355
Итого по статье С _м				28455

Затраты на электроэнергию для установки «Радуга спектра»:

$$Z_{\text{элек.}} = 7 \text{ кВт} \times 40 \text{ час} \times 6 \text{ руб.кВт/час} = 1680 \text{ руб.}$$

Таким образом, затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ равен 30135 руб.

4.7.3. Основная и дополнительная заработная плата исполнителей темы

Проведем расчет заработной платы относительно того времени, в течение которого работал руководитель и студент.

$$Z_{\text{зн}} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}, \quad (4.6)$$

где: $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата;

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата (12-20 % от $Z_{\text{осн}}$).

Расчет дополнительной заработной платы ведется по следующей формуле:

$$Z_{\text{доп}} = K_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}}, \quad (4.7)$$

где : $K_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,12 – 0,15).

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) руководителя от предприятия рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_p, \quad (4.8)$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

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

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (4.9)$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб. дня $M=11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

при отпуске в 48 раб. дней $M=10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

Таким образом, заработная плата руководителя:

$$\frac{17000 \times 1,3 \times 10,4}{251} \times 41 = 37515 \text{ руб}$$

заработная плата студента:

$$\frac{9893 \times 1,3 \times 10,4}{251} \times 54 = 28728 \text{ руб}$$

4.7.4. Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$З_{внеб} = \kappa_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}), \quad (4.10)$$

где: $\kappa_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды.

На основании пункта 1 ст.58 закона №212-ФЗ для учреждений осуществляющих образовательную и научную деятельность в 2015 году водится пониженная ставка – 27,1%.

Таблица 4.10 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб	Дополнительная заработная плата (12% от основной), руб
Руководитель проекта	37515	4501,8
Студент-дипломник	28728	3447,36
Коэффициент	0,271	
Итого	20106	

4.7.5. Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Определение бюджета затрат на научно-исследовательский проект приведен в табл. 4.11.

Таблица 4.11 – Расчет бюджета затрат НТИ

Наименование статьи	Сумма, руб.
Материальные затраты НТИ	2852
Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	30135

Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	66243
Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	7948,4
Отчисления во внебюджетные фонды	20106
Бюджет затрат НТИ	127284,4

Заключение

При планировании исследовательской работы рассчитывался бюджет исследования. В процессе формирования бюджета группы были использованы на материальные затраты (2852 рубля), расходы на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ (30135 рублей), расходы на основную оплату исполнителей этой темы (66243 рубля), дополнительные (7948,4 рубля), отчисления в внебюджетные фонды (20106 руб.). Общий бюджет составил 127284,4 рубля. Эта оценка коммерческой ценности необходима для представления финансового состояния и перспектив текущих исследований.

5. Социальная ответственность

Введение

В настоящее время в мире происходит большое количество различных ЧС на предприятиях. В связи с этим, актуальной проблемой является обеспечение безопасности рабочих мест на предприятии, и предотвращение возможных ЧС.

Бакалаврская работа по теме оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана предполагает работу с вакуумным и ионно-плазменным оборудованием, а так же работу с баллонами. В данной главе рассмотрены правила безопасной работы труда при выполнении основных этапов нанесения покрытий, а также их последующих испытаний. Рассмотрены условия работы с установкой, определены опасные и вредные производственные факторы, а также существующие средства и методы защиты, организационные и технические меры, проведенные до начала работы.

5.1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды

При проведении работ на установке возможно воздействие вредных факторов таких, как:

- 1) Производственный шум.
- 2) Микроклимат.
- 3) Освещенность.

5.1.1. Производственный шум

При работе с вакуумными и турбомолекулярными насосами. Влияние шума на организм человека является причиной негативных изменений, прежде всего в органах слуховых, нервных и сердечно-сосудистых систем. В соответствии с ГОСТ 12.1.003-83 допустимый уровень шума для работ, требующих концентрации, работы с повышенными требованиями к мониторингу процессов

и дистанционным контролем производственных циклов на рабочих местах в лабораториях с шумовым оборудованием составляет 75 дБА. Области со звуковым уровнем или эквивалентным уровнем шума выше 80 дБА обозначены знаками безопасности в соответствии с ГОСТ 12.4.026. Рекомендуется использовать следующие средства коллективной защиты: ограждения, объемные поглотители звука, виброизолирующие опоры; средства индивидуальной защиты: специальные вкладыши, вкладыши в ушную раковину, противозумные жесткие шапки.

5.1.2. Микроклимат

При использовании компонентов компонентов, а также охлаждающего оборудования микроклимат в помещении изменяется. В соответствии с [49], параметрами, характеризующими микроклимат являются:

1. температура воздуха;
2. скорость движения воздуха.
3. температура поверхностей, а также технологического оборудования;
4. относительная влажность воздуха;

Произведенные работы относятся к Ib категории работ. К данной категории включает работу с интенсивностью энергозатрат 121-150 ккал/ч (140-174 Вт), выполненную сидячим, стоячим или связанным с ходьбой и сопровождающимся некоторым физическим напряжением.

Температура наружных поверхностей технологического оборудования, ограждающих устройств, с которыми человек прикасается во время работы, не превышает 45 °С.

Таблица 5.1 – Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

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

		°C	воздуха, %	
холодный	21-23	20-24	60-40	0,1
теплый	22-24	21-25	60-40	0,1

Для обеспечения оптимальных метеорологических условий эксплуатации кондиционирование воздуха - это автоматическое обслуживание в заданных условиях оптимальных параметров микроклимата и чистоты воздуха независимо от внешних условий внутри помещения. Системы кондиционирования обеспечивают создание и автоматическое поддержание заданных параметров окружающей среды в помещении вне зависимости от изменения погодных условий.

В холодное время года, чтобы поддерживать оптимальную температуру в помещении, применяется отопление.

5.1.3. Расчет искусственной освещенности

Главная задача светотехнических расчетов для искусственного освещения - определить требуемую мощность электроосветительной системы для создания данного освещения.

Для производственных помещений всех назначений применяются системы общего освещения и комбинированного освещения.

Для освещения помещения используются светильники для ламп ЛХБ типа ОД (мощность 15 Вт).

Высота помещения: $H = 3700$.

Расстояние светильников от перекрытия: $h_c = 300$.

Высота светильника над полом, высота подвеса:

$$h_n = H - h_c = 3700 - 300 = 3400 \quad (5.1)$$

Высота рабочей поверхности над полом: $h_{пр} = 800$.

Расчетная высота, высота светильника над рабочей поверхностью:

$$h = h_n - h_{пр} = 3400 - 800 = 2600 \quad (5.2)$$

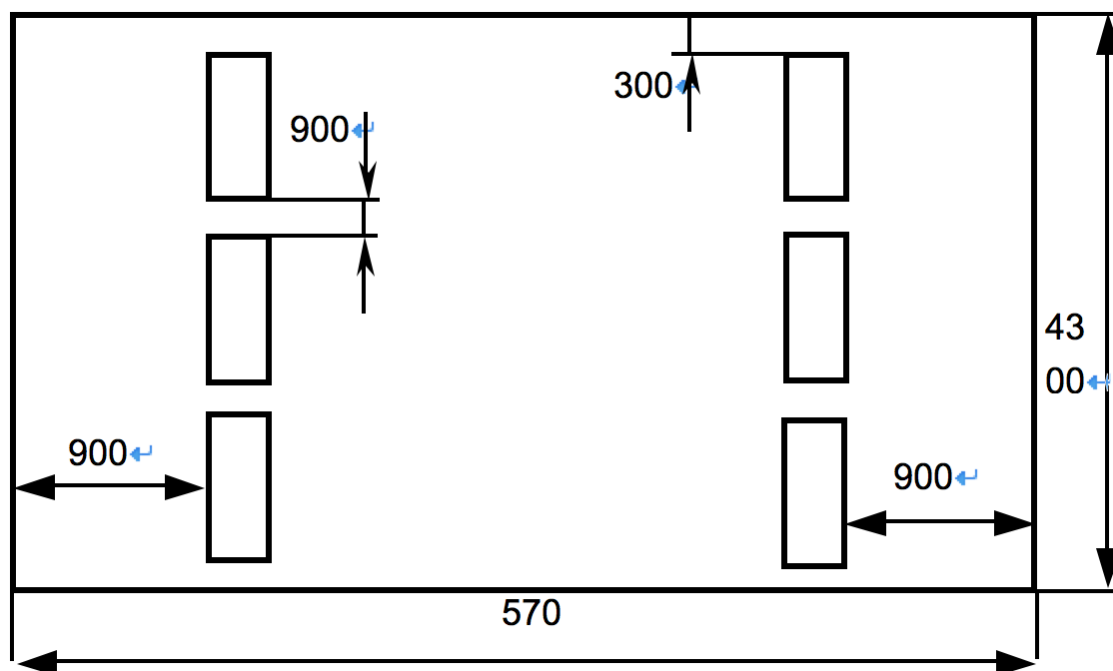


Рисунок 5.1 – Схема размещения светильников в помещении

Для ламп с двойной лампой OL с одиночной установкой или с непрерывными рядами одиночных светильников в соответствии с требованиями минимально допустимая высота подвеса над полом составляет 3,5 м. Расчетное значение $h = 2600$ мм не соответствует требованиям. Рассчитанная величина $h = 2600$ мм не соответствует требованиям.

Расстояние между соседними светильниками: $L = 36$ мм;

Расстояние от крайних светильников до стены: $l = 12$ мм.

Расстояние от светильников до стены является оптимальным, так как рекомендуемое значение $\frac{L}{3} = \frac{36}{3} = 12$.

Интегральный критерий оптимальности расположения светильников является величина $\lambda = L/h$. При наивыгоднейшем расположении светильников ОД величина должна составлять 1,4 м.

Оптимальное расстояние между светильниками L должно составлять:

$$L = \lambda \cdot h = 1,4 \cdot 2,6 = 3,64 \text{ м}, \quad (5.3)$$

что соответствует настоящему расположению светильников.

Расчет полного равномерного искусственного освещения горизонтальной рабочей поверхности осуществляется по методу коэффициента светового потока:

$$\Phi = \frac{E_H \cdot S \cdot K_3 \cdot Z}{N \cdot \eta} = \frac{200 \cdot 25 \cdot 1.5 \cdot 1.1}{4 \cdot 0.49} = 4209 \text{ Лм}, \quad (5.4)$$

где:

Нормируемая минимальная освещенность (по СНиП 23-05-95): $E_H = 200$ лк (разряд зрительной работы VI: очень малой точности);

Площадь освещаемого освещения: $S = 25 \text{ м}^2$;

Фактор безопасности, учитывающий загрязнение светильника, наличие дыма, пыли: $K_3 = 1,5$;

Коэффициент неравномерности освещения: $Z = 1,1$;

Число ламп в помещении: $N = 4$;

Коэффициент использования светового потока: $\eta = 49$.

Световой поток лампы ЛХБ типа ОД (15 Вт) составляет 820 Лм. Расчет искусственного освещения показал, что световой поток от 6 ламп 2806 Лм.

5.2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды

При выполнении работы возможно воздействие следующих опасных производственных факторов:

- 1) Электрическое напряжение.
- 2) Пожаровзрывоопасность.

5.2.1. Электробезопасность

Неисправность проводки может привести к поражению электрическим током. Прохождение тока может вызвать раздражение и повреждение различных органов у человека. Порог не отпускающего тока составляет 50 Гц (6-16 мА). Защита от воздействия электрического тока осуществляется посредством организационных, инженерных и медицинских и профилактических мероприятий.

Согласно [50] электробезопасность должна обеспечиваться конструкцией электроустановок, техническими способами и средствами защиты.

Согласно [51] помещения делятся на три класса опасности. Используемый номер относится к классу с повышенной опасностью. Граничные значения напряжений, которые требуют увеличения защиты от непрямого контакта для помещений с повышенной опасностью > 25 В переменного тока и > 60 В постоянного тока. Во избежание поражения электрическим током необходимо принять следующие меры: [52]:

1. хранить оборудование в рабочем состоянии и эксплуатировать его в соответствии с нормативными и техническими документами;
2. обеспечить своевременное обслуживание;
3. соблюдать правила безопасности при работе с оборудованием;
4. обеспечить обучение сотрудников[53].

В качестве мероприятий по обеспечению безопасности работы с электрооборудованием могут быть использованы:

1. изоляция токоведущих частей;
2. низкое напряжение в электрических цепях;
3. использование колпачков и замков для предотвращения возможности случайного контакта с токоведущими частями и ошибочными действиями или операциями;
4. защитное снаряжение и защитное снаряжение.

5.2.2. Пожаровзрывобезопасность

Согласно [54] используемое помещение относится к категории Г для опасности возгорания и взрыва..

Согласно [55] в здании, где ведутся работы, предусмотрены инженерные решения, обеспечивающие эвакуацию людей (аварийные выходы), подачу средств пожаротушения к очагу, есть система охранной сигнализации и оповещение работают на огонь.

Согласно [56] работники имеют право работать только после того, как им были даны инструкции по мерам пожарной безопасности, во всех помещениях указаны знаки, указывающие номер телефона для вызова пожарной охраны и знак с указанием направления эвакуации Маршрут и план эвакуации.

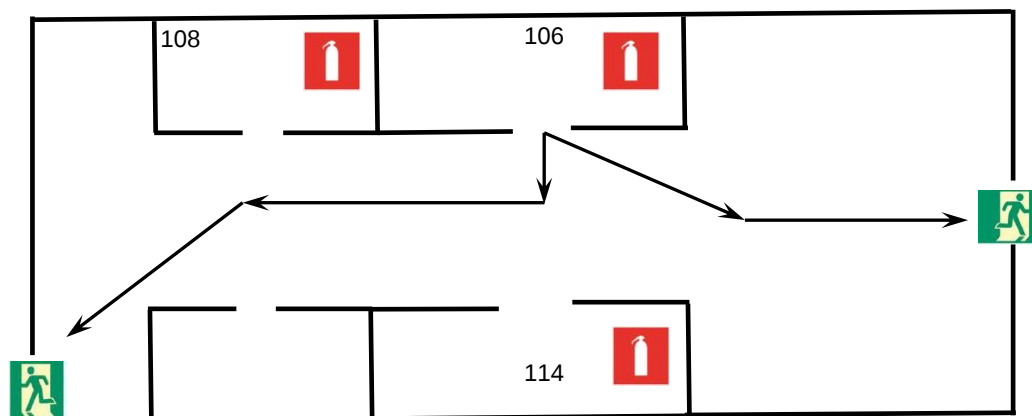


Рисунок 5.2 – План эвакуации рабочих помещений

На рисунке 5.2 представлен план эвакуации 106 аудитории, где находится установка «Радуга-спектр». По плану видно 2 эвакуационных выхода и 3 огнетушителя.

Причины пожара могут быть:

1. Нарушение правил эксплуатации электрооборудования;
2. Курение в неопознанных местах;
3. Неправильное хранение легковоспламеняющихся веществ.

При работе на установке используются баллоны с аргоном и азотом. Работа баллонов связана с рядом опасных факторов. Цилиндр, заполненный сжатым газом, имеет высокую температуру, и если в нем образуются дырки, газ выходит из него с критической скоростью.

Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, находящихся под высоким давлением описаны в [57]. В целях безопасности, выполнены общие правила эксплуатации баллонов:

1. Газы выпускаются из цилиндра через редуктор, предназначенный исключительно для этого газа и окрашенный в подходящий цвет. Камера

низкого давления редуктора оснащена манометром и пружинным предохранительным клапаном, настроенным на соответствующее давление в емкости; во всех случаях медленно открывайте и закрывайте клапан баллона.

2. Баллоны с газом, установленным в помещении, расположены от радиаторов и других отопительных приборов на расстоянии не менее 1 метра и от печей и других источников тепла с открытым огнем не менее 5 метров. Если невозможно поддерживать требуемое расстояние, необходимо использовать защитные экраны, защищающие цилиндры от местного нагрева, размещая баллон не ближе 0,1 м от экрана. Установленные баллоны также должны быть защищены от солнечных лучей.

5.3. Охрана окружающей среды

В данной работе отходами являются металлические порошки, полученные вследствие чистки камеры и других компонентов установки.

Утилизация металлических отходов состоит из нескольких технологических операций, в том числе:

1. проверка металлических отходов (в том числе дозиметрическая);
2. разделение отходов чёрных металлов от отходов цветных металлов;
3. разделение различных примесей неметаллического характера;
4. окончательный контроль отходов;
5. переработка.

5.4. Защита в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация - это ситуация на определенной территории, которая возникла в результате аварии, опасное природное явление, катастрофа, стихийное или иное бедствие, которое может привести или привело к человеческим жертвам, ущербу для здоровья человека или Окружающей среды,

значительные материальные потери и разрушение средств к существованию людей.

Рассмотрим две наиболее типичных чрезвычайных ситуации, которые могут произойти на предприятии.

Первый случай: остановка производства в результате сильных морозов.

Меры по предупреждению ЧС:

1. Повышение устойчивости системы электроснабжения. Прежде всего, целесообразно заменить воздушные линии электропередачи кабельными (подземными) сетями, использовать резервные сети для потребителей электроэнергии, обеспечить резервные источники питания объекта (мобильные электрогенераторы).

2. Обеспечение стабильности теплоснабжения за счет запасных автономных источников теплоснабжения, системного звонка, углубления теплотрасс.

3. Обеспечение устойчивости систем водоснабжения (устройства дублирования водоснабжения, системного звонка, углубления водопроводов, обустройства водохранилищ и водохранилищ, очистки воды от вредных веществ и т. д.).

4. Обеспечение устойчивости системы водоотведения. Повышение устойчивости канализационной системы достигается путем создания резервной сети трубопроводов, через которую загрязненная вода может быть отведена в случае отказа основной сети. Необходимо разработать схему аварийного сброса сточных вод непосредственно в водоемы. Насосы, используемые для откачки загрязненной воды, оснащены надежными источниками питания.

Второй случай: диверсия.

Для обеспечения безопасности сотрудников, предотвращения кражи и проникновения на предприятие посторонних лиц необходимо использовать ряд мер безопасности:

1. Организовать контрольно-пропускной пункт.

2. Установить предупредительные системы безопасности для несанкционированного доступа к предприятию в нерабочее время.

5.5. Правовые вопросы обеспечения безопасности

К работе на установке «Радуга-спектр» допускаются лица не моложе 18 лет, не имеющие медицинских противопоказаний, прошедшие обучение безопасности труда и инструктаж на рабочем месте. Для самостоятельной работы разрешается рабочим после специальной подготовки и проверки знаний, норм и правил работы с электроустановками, обладающих навыками и безопасными методами выполнения монтажных работ, имеющих по крайней мере группу III по электробезопасности.

Повторная проверка знаний о нормах и правилах электробезопасности проводится с сотрудниками не реже одного раза в 12 месяцев, повторная инструктаж на рабочем месте - не реже одного раза в 3 месяца. Проведение всех видов инструктажа должно быть сделано в журнале регистрации инструктажа установленной формы с обязательными подписями лица, которое получило и выполнило инструкцию, с указанием даты инструкции, названия и номеров инструкции для типы работ, которые обучаются.

По данной теме рассматриваются следующие законодательные и нормативные документы:

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

2. Инструкция по охране труда при выполнении работ на ионно-плазменной установке «Радуга-спектр»

3. Инструкция № 2-08 по охране труда при работе с ПЭВМ и ВДТ;

4. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организация работы;

5. ГОСТ Р 50948-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Общие эргономические требования и требования безопасности;

6. ГОСТ Р 50949-01. Средства отображения информации индивидуального пользования. Методы измерений и оценки эргономических параметров и параметров безопасности.

Список литературы

1. Г. А. Меркулова. Металловедение и термическая обработка цветных сплавов. 2008. 312 с.
- 2 . Y. Fukai. The metal-hydrogen system. Basic bulk properties. Series: Springer Series in Materials Science. vols. 21. 2nd rev. and updated ed. 2005, XII, 497 p.
- 3 . А. С. Куприн, В. А. Белоус, В. Н. Воеводин. Высокотемпературное окисление на воздухе оболочек из циркониевых сплавов Э110 и Zr-1Nb с покрытиями. – ISSN 1562-6016. ВАНТ. 2014. №1(89). – 126 с.
- 4 . Ю. А. Стекольников, И.М. Стекольников. Физико-химические процессы в технологии машиностроения. 2008. -20с.
5. Б. А. Колачев, В. А. Ливанов, А. А. Буханова. Механические свойства титана и его сплавов. 1974. – 544 с.
6. З. А. Матысина, Д.В. Щур. Водород и твердофазные превращения в металлах, сплавах и фуллеритах// Наука и образование Днепропетровск.2002. – 271 с.
- 7 .Т.П. Черняева, А.В. Остапов. Научно-технический комплекс Ядерный топливный цикл ННЦ ХФТИ, Харьков, Украина. – ISSN 1562-6016. ВАНТ. 2013. №5(87). – 20 с.
8. T. Jeremy Busby, Ievbare and L. Peter. Andresen Structure and thermodynamical properties of zirconium hydrides from first-principle// Proceedings of the 15th international conference on environmental degradation of materials in nuclear power systems-water reactors.2012,p. 671-679.
9. Б.А. Колачев. Водородная хрупкость цветных металлов.1966. – 44с.
10. Б.А. Колачев. Водородная хрупкость цветных металлов.1966. –196,197 с.
11. M.I. Luppo, A. Politi, G. Vigna. Hydrides in α -Ti : Characterization and effect of applied external stresses// Comisión Nacional de Energía Atómica, Departamento

Materiales, Av. del Libertador 8250, Buenos Aires C1429ABN, Argentina.2005. – 53 с.

12 . Т.М. Рошина. Адсорбционные явления поверхность// Соросовский образовательный журнал. 1998. No2, с 89-98.

13 . A. Zuttel. Materials for hydrogen storage // Materials Today. – 2003. – Vol. 6. – P. 24-33.

14. G.C. Weatherly. The precipitation of γ -hydride plates in zirconium // Acta Metallurgica. – 1981. – Vol. 29. – P. 501-512

15 . M. Steinbruck. Hydrogen absorption by zirconium alloys at high temperatures // Journal of Nuclear Materials. – 2004. – Vol. 334. – P. 58-64.

16. K. Une, S. Ishimoto, Y. Etoh. The terminal solid solubility of hydrogen in irradiated Zircaloy-2 and microscopic modeling of hydride behavior // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – Vol. 389. – P. 127-136.

17 . Silva K.-., dos Santos D.S., Robeiro A.F., Almeida L.H. Hydrogen diffusivity and hydride formation in rich-zirconium alloys used in nuclear reactors // Defect and Diffusion Forum. – 2010. – Vol. 297- 301. – P. 722-727.

18 . Ivanova S.V., Shikov A.K., Bocharov O.V. Hydrogen charging of zirconium parts in the process of manufacturing and operation: a factor limiting their life in VVER and RBMK reactors // Metal Science and Heat Treatment. – 2003. – Vol. 45. – P. 321-327.

20. Кутьин А.П., Борисова Н.В. Коррозия металлов и защита металлов от неё – 2009. – С. 21-23.

20. Ogata K., Yoshitsugu M. et al. A systematic survey on the factors affecting zircaloy nodular corrosion // Eighth International Symposium ASTM STP 1023: American Society for Testing and Materials, Philadelphia. – 1989. – P. 291-314.

21 . Леневский Л.Н., Ляховецкий М.А., Тюрин В.Н. Микродуговое окислирование циркониевых сплавов в технологии покрытий для

перспективных двигателей и энергоустановок // Электронный журнал «Труды МАИ». – №43. – 2011. – С. 1-20.

22 . Ickchan Kim, Fauzia Khatkhatay et al. TiN-based coatings on fuel cladding tubes for advanced nuclear reactors // Journal of Nuclear Materials. – 2012. – Vol. 429. – P. 143-148.

23 . Агабеков Ю.В., Сутырин А.М. Несбалансированные магнетронные распылительные системы с усиленной ионизацией плазмы // Труды постоянно действующего научно-технического семинара "Электровакuumная техника и технология". – Москва, 1999. – С. 102-108.

24. Kelly P.J., Arnell R.D. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications // Vacuum. – Vol. 56. – 2000. – P. 159-172.

25. Амосова Л.П., Исаев М.В Магнетронное напыление прозрачных электродов ИТО из металлической мишени на холодную подложку. // Журнал технической физики, 2014, том 84, вып. 10

26. Берлин Е., Двинин С., Сейдман Л. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок. – М.: Техносфера, 2007.

27 . В.Г. Дворецкий, Т.М. Шалагинова Контроль толщины покрытий. – Димитровград: НИИАР, 1993. – 67 с.

28 . Toru. Mitsunaga X-ray thin-film measurement techniques. Out- of- plane diffraction measurements// rigaku journal. – 2009. – Vol. 25. –№1. – P.10-15.

29. K. Omote and J. Harada: Advances in X-ray Analysis// rigaku journal. – 2000. – Vol. 12. – P.192-200.

30. А.И. Потапов, В.А. Сясько Неразрушающие методы и средства контроля толщины покрытия и изделий/ Научное, методическое и справочное пособие. – 2009. – 904с.

31 . А.М. Ямпольский Контроль качества покрытий. –М. –Л.: Машиностроение. –1966. –237с.

-
- 32 . В.В. Ключев, В.Ф. Мужичкий, Э.С. Горкунов, В.Е. Щербинин. Магнитные методы контроля. – М.: Машиностроение – 2006. – 832с.
33. И.Л. Розенфельд, Ю.П. Ольховников. Емкостной метод определения толщины и сплошности лакокрасочных покрытий на металлах– 1958. – 26-31с.
34. А. М. Валитов, Г. И. Шилов. Приборы и методы контроля толщины покрытий. 1970. – М.: Машиностроение. – 120 с.
35. Ю. К. Федосенко Становление, современное состояние и перспективы развития вихретокового контроля// Контроль. Диагностика. – 2005. – №5. –71–75 с.
36. Ю.М. Шкарлет Общие и частные закономерности теории вихретокового контроля// Дефектоскопия. – 1991. – №4. – 71-76 с.
37. И.В. Наумчик, А.В. Шевченко, К.В. Алексеев Неразрушающий контроль толщины покрытий // Фундаментальные исследования. – 2015. – № 12-5. – 935-939 с.
38. Б. М. Комраков, Б. А. Шапочкин. Измерение параметров оптических покрытий. – М.: Машиностроение. – 1986. – 132 с.
- 39 . В.А. Швец, Е.В. Спесивцев, С.В. Рыхлицкий, Н.Н. Михайлов Эллипсометрия – прецизионный метод контроля тонкопленочных структур с субнанометровым разрешением Российские нано технологии № 3 – 2009. – 72-84 с.
40. М.Р. Людмила Обзор методов измерения толщин термоэлектрических нанопленок./ Молодежный научно-технический вестник. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. № 5. – 2014. – 22-30с.
41. П.К. Агасян, Т.К. Халлракулов. Кулонометрический метод анализа. – 1984. – 109-111 с.
42. Randall N. Finer particle size allows better coating characterisation with the Calotest //Application Bulletin № 5.

-
43. Н.А. Качественный анализ неорганических соединений капельным методом. – 1954. – 229-233с.
44. Ю.Е. Спектор, Е.Д. Кравцова. Технология нанесения и свойства покрытий. – 2008. – 18с.
45. А.В. Плохов Изучение свойств декоративных покрытий/ Учебное пособие. – 2004. – 14с.
46. Г.П. Шлыков. Метрологическое обеспечение и контроль качества/ Решение задач: учебное пособие. – 2003. – 21с.
- 47 . Н.П. Федотьев, А.Ф. Алабышев, А.Л. Ротинян, П.М. Вячеславов. Прикладная электрохимия. – 1962. – 249-257с.
48. В. С. Секацкий Методы и средства измерений, испытаний и контроля. Однократные и многократные измерения физических величин. – 2000. – 19с.
- 49 . СанПиН 2.2.4.548-96 «Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений».
50. ГОСТ 12.1.019 (с изм. №1) ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
51. ПУЭ-7 Правила устройства электроустановок 2009 г.
- 52 . ГОСТ 12.1.019-79. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
- 53 . ГОСТ 12.0.004-90. ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.
- 54 . НПБ 105-95 Определение категорий помещений и зданий по взрывопожарной и пожарной опасности.
55. СНиП 21-01-97. Пожарная безопасность зданий и сооружений. М.: Гострой России, 1997. – с.12.
56. ППБ 01 – 03. Правила пожарной безопасности в Российской Федерации. – М.: Министерство Российской Федерации по делам гражданской обороны,

чрезвычайным ситуациям и ликвидации последствий стихийных бедствий, 2003.

57. ПБ 03-576-03 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».