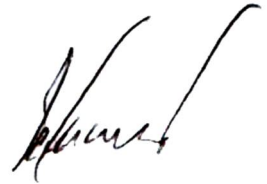


На правах рукописи



САЛОМАТНИКОВ Михаил Сергеевич

**ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОЕ ФОРМИРОВАНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОЕВ
НА МАЛОЖЕСТКИХ И ПЛОХОСВЯЗАННЫХ ОБЪЕКТАХ**

Специальность 05.02.07 Технология и оборудование
механической и физико-технической обработки

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Тула 2016

Работа выполнена в ФГБОУ ВО «Тульский государственный университет».

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Любимов Виктор Васильевич

Официальные оппоненты: Рахимянов Харис Магсуманович
доктор технических наук, профессор,
ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный тех-
нический университет», г. Новосибирск,
заведующий кафедрой «Технология машиностро-
ения»

Козырь Денис Владимирович
кандидат технических наук,
АО «Научно-исследовательский институт техниче-
ской физики и автоматизации», г. Москва,
ведущий научный сотрудник

Ведущее предприятие: ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследова-
тельный политехнический университет»,
г. Пермь

Защита диссертации состоится «6» декабря 2016 г. в 16:00 часов на заседании дис-
сертационного совета Д 212.271.01 при ФГБОУ ВО «Тульский государственный универси-
тет» по адресу: 300012, г. Тула, просп. Ленина, 92, 9-й корп., ауд. 101.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГБОУ ВО
«Тульский государственный университет».

<http://tsu.tula.ru/science/dissertation/diss-212-271-01/salomatnikov-ms/>

Автореферат разослан «11» октября 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Черняев Алексей
Владимирович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследований

В настоящее время наблюдается высокий спрос на маложесткие и плохосвязанные объекты с различными функциональными металлическими слоями. К таким объектам можно отнести текстильные материалы, волокна, полимерные пленки, сетки, изделия из резины, кожи и меха, бумагу, порошковые и гранулированные материалы и т.д. В результате формирования металлических слоев указанные объекты приобретают уникальные свойства, что позволяет повысить их функциональные свойства и найти принципиально новую область их применения. Однако из-за наличия сложной трехмерной конструкции возникает ряд задач при проведении обработки таких материалов.

При формировании металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах традиционными механическими методами имеют место высокие затраты используемого материала формируемых слоев, отсутствует возможность тонкого контроля толщин, а в ряде случаев требуется производить термическую обработку, что может привести к разрушению обрабатываемого материала. Применение электрохимических методов подразумевает использование многостадийной обработки в растворах электролитов, что является довольно трудоемкой задачей для обработки маложестких и плохосвязанных объектов.

По результатам анализа научно-технической литературы в данной области установлено, что наиболее подходящими технологиями для формирования металлических слоев на объектах со сложными трехмерными структурами являются электрофизические методы, в частности, технология магнетронной и электродуговой металлизации. Однако в большинстве работ уделялось недостаточное внимание условиям формирования металлических слоев с возможностью управления параметрами, например, металлизации в требуемых участках поверхности; управлению толщинами и функциональными свойствами слоев, а также методам создания композиционных структур на их основе. Кроме того, в литературе недостаточно данных о режимах, технологических схемах, условиях формирования металлических слоев и о методах создания композиционных структур на их основе, в связи с тем, что большинство производителей имеют коммерческий интерес и в большинстве случаев данная задача решается экспериментально.

Таким образом, **актуальной задачей** является создание новой группы маложестких и плохосвязанных объектов и расширение области их применения посредством электрофизического формирования металлических слоев с управляемыми параметрами и композиционных структур на их основе.

Цель работы

Целью работы являются совершенствование и разработка технологии электрофизического формирования металлических слоев с управляемыми параметрами металлизации на маложестких и плохосвязанных объектах и композиционных структур на их основе для создания функциональных материалов с необходимым комплексом свойств.

Достижение указанной цели в работе потребовало решения следующих задач.

1. Провести теоретические исследования процессов взаимодействия частиц осаждаемого ионизированного потока на цилиндрические подложки стеклянных микросфер с учетом неоднородности потока и структуры обрабатываемого материала.

2. Исследовать процесс формирования металлического слоя с переменной толщиной и зоной влияния потока частиц в структуру поверхностного слоя подложки с учетом геометрического облика подложки (цилиндрическое и сферическое строение).

3. Разработать технологические схемы формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах с возможностью управления геометрическими параметрами и величиной зоны обработки изделия.

4. Провести экспериментальные исследования формирования металлических слоев на мало жестких и плохо связанных объектах на примере изделий с отличающимися геометрическими параметрами и свойствами материалов с применением вакуумных методов обработки с целью определения диапазонов рациональных технологических режимов процесса для получения композиционных изделий с необходимыми функциональными свойствами.

5. Исследовать влияние процесса электрофизического формирования металлических слоев на структуру поверхности образцов.

6. Разработать возможные методы и схемы создания композиционных структур на основе мало жестких и плохо связанных объектов и металлических слоев для создания изделий с повышенными функциональными свойствами.

7. Исследовать функциональные свойства композиционных структур на основе мало жестких и плохо связанных объектов различных вариаций с осажденным металлическим слоем для выявления наиболее эффективных сочетаний составляющих композитов.

Методы исследования

Теоретические исследования проводились с использованием основных положений молекулярной динамики движения потоков совместно с основными положениями о взаимодействии энергетических частиц с поверхностью материалов, теории случайных функций и математического моделирования.

Математическое моделирование процессов осаждения металлических слоев выполнено в среде программирования Borland Delphi 8.0, Mathlab 7.11.

При проведении экспериментальных исследований использовалось современное промышленное оборудование для формирования металлических слоев (ВУ-2МБС - модифицированная), а также высокоточная измерительная и регистрирующая аппаратура (сканирующий зондовый микроскоп Solver PRO P47H, просвечивающий микроскоп JEM-200-CX и др.)

Положения, выносимые на защиту

1. Результаты теоретических исследований процессов взаимодействия потока энергетических частиц с цилиндрическими подложками.

2. Модель формирования металлического слоя с переменной толщиной и зоной влияния потока на подложку с цилиндрическим строением тела.

3. Технологические схемы формирования металлических слоев на мало жестких и плохо связанных объектах и схемы создания композиционных структур на их основе.

4. Результаты экспериментальных исследований влияния технологических параметров и условий вакуумной обработки (время, тип формируемого слоя, ток, напряжение, температура обработки, тип среды) на производительность обработки, качество полученных изделий и их функциональных свойств.

Научная новизна заключается в обосновании процессов взаимодействия потока частиц с неплоскими многокомпонентными подложками с учетом рассеяния частиц в поверхностном слое и зональной обработки, а также в разработке технологических процессов формирования слоев металлов с возможностью управления их физическими параметрами на мало жестких и плохо связанных объектах.

Практическая ценность работы состоит в следующем:

– на основе теоретических и экспериментальных исследований разработаны рекомендации для осуществления процесса вакуумной металлизации мало жестких и плохо связанных объектов с управляемыми функциональными характеристиками;

– спроектированы и изготовлены различные вариации композиционных материалов на основе металлических слоев с мало жесткими и плохо связанными объектами с различным комплексом функциональных свойств;

– образцы металлизированных маложестких и плохосвязанных объектов использовались для создания защитных радиоэкранирующих «рубашек» в НИИ «Медтехника» и фильтров агрессивных сред в ООО «Метсинтез».

– результаты работы могут быть использованы на предприятиях, занимающихся проектированием и изготовлением материалов специального назначения.

Теоретическая значимость работы состоит в том, что на основе теоретического исследования получены данные об основных процессах и механизмах осаждения энергетических частиц в материал неплоских подложек, на основе чего можно рекомендовать диапазон технологических параметров обработки. Также получены данные о распределении толщины металлического слоя по сечению металлизированных образцов различной природы материалов и геометрических форм, что позволяет рекомендовать оптимальные кинематические схемы процесса металлизации.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы докладывались, обсуждались и получили положительную оценку на конференциях: Региональной конференции «Современные электро- и нанотехнологии в промышленности России» (Тула, ТулГУ, 2010, 2011, 2012, 2013); Всероссийской научно-технической конференции «Высокие, критические, электро- и нанотехнологии» (Тула, ТулГУ, 2011, 2012, 2013, 2014); Международной молодежной конференции «Гагаринские чтения» (Москва, МАТИ, 2012); Молодежной конференции «Техника XXI века глазами молодых ученых и специалистов» (Тула, Тульский Дом науки и техники, 2012); на конференциях профессорско-преподавательского состава ТуГУ (2012 – 2015); Международной конференции «Наноматериалы и нанотехнологии» (Саратов, 2013).

Публикации

Основное содержание диссертации отражено в 31 публикациях, в том числе в 7 статьях, в изданиях, входящих в Перечень рецензируемых научных журналов ВАК РФ. Общий объем публикаций 15,2 п.л.

Структура и объем работы.

Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, списка используемых источников из 119 наименований, общий объем – 159 страниц машинописного текста, включая 69 рисунков и 13 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснованы актуальность решаемой задачи, ее практическая значимость, приведены основные положения, выносимые на защиту.

В **первой** главе проведен анализ современных маложестких и плохосвязанных объектов, их основных типов, которые получили наибольшее распространение в использовании. Установлено, что объекты можно разделить на материалы рулонного, порошкового и составного типов. Наличие у указанных материалов отличающейся сложной геометрической структуры конструкции, в определенных случаях, например, если необходимо произвести формирования металлического слоя в требуемых участках поверхности изделия, требует решения ряда задач.

Проведенный анализ методов обработки, обеспечивающих возможность формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах, показал, что существующие методы, такие, как механические и химические методы формирования металлических слоев, имеют ряд недостатков: наличие высоких затрат на материалы металлического слоя; высокие термические нагрузки на материал изделия; отсутствие возможности тонкого контроля толщин формируемого слоя в нано- и микрометровом диапазоне; необ-

ходимость производить многостадийную обработку в растворах электролитов, а также трудности управления процессом формирования слоев с требуемыми геометрическими параметрами и зоной обработки изделия. Для исключения указанных недостатков предложено исследовать процессы формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах с использованием электрофизических методов обработки с возможностью управления параметрами слоев.

В результате анализа научно-технической литературы установлено, что наиболее подходящими методами формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах с возможностью управления геометрическими параметрами слоев и зоной обработки изделия являются технологии магнетронного и электродугового осаждения, основанные на воздействии на поверхность обрабатываемого изделия ионизированного потока частиц из требуемого материала осаждаемого слоя. Кроме того, при обработке с применением указанных методов представляется возможным осуществлять тонкий контроль толщины формируемого слоя, обеспечить высокую адгезию материала слоя к основе, реализуемую в процессе предварительной активации обрабатываемых поверхностей высокоэнергетическими частицами инертных газов (аргон, криптон и др.), обеспечивать формирование металлического слоя в необходимых участках поверхности изделия с возможностью формирования многослойных структур из различных металлов и соединений, и следовательно, реализовать способ электрофизического формирования металлических слоев с управляемыми параметрами на маложестких и плохосвязанных объектах.

Сделан вывод об актуальности проведения исследования электрофизического формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах. Обоснована необходимость разработки технологических схем обработки для различных типов маложестких и плохосвязанных объектов с созданием условий задания управляемой кинематики обрабатываемым изделиям для управления процессом обработки, обеспечивающим формирование слоев с управляемыми параметрами, создания композиционных структур на основе металлизированных маложестких и плохосвязанных объектов и металлических слоев для создания материалов с комплексом функциональных свойств.

Сформулированы цель и задачи исследования.

Во **второй главе** приведены результаты теоретических исследований физических процессов, происходящих в зоне обработки цилиндрических поверхностей маложестких и плохосвязанных объектов на примере обработки порошковых материалов (стеклянные микросферы).

Проводилось математическое моделирование процессов взаимодействия осаждаемых частиц с материалом неплоских подложек стеклянных микросфер.

В процессе обработки поток частиц 2 материала осаждаемого слоя формировался из источника 1 (рис. 1). В качестве источника осаждаемых частиц 1 была принята область, генерирующая определенное количество ионов титана разной зарядности. Из известных литературных источников было принято, что поток осаждаемых частиц состоит из ионов титана с зарядностью $z=+1$ (27 %), $z=+2$ (67 %), $z=+3$ (6 %). Скорость ионов достигала порядка 37000 м/мин. Энергия ионов составляла 350 эВ. Было принято, что поток осаждаемых частиц воздействует на поверхность подложки (образца) 3 и частицы движутся параллельно между собой, так как размеры подложки в сравнении с размерами вакуумной камеры и значения расхождения потока частиц предельно малы. При моделировании подложка представляла собой полуокружность. Расстояние от источника до подложки равнялось 200 мм. В качестве среды 5, в которой производилось формирование металлических слоев 4, был выбран технологический вакуум со степенью $8 \cdot 10^{-2}$ Па. Считалось, что поток осаждаемых частиц воздействует на поверхность в стационарном режиме.

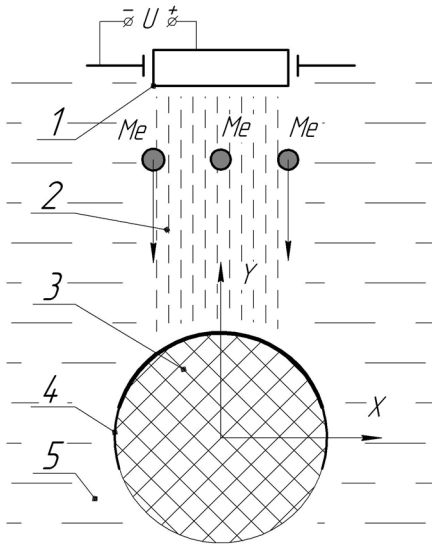


Рис. 1. Схема электрофизического формирования металлического слоя на цилиндрическую поверхность:

- 1 – источник осаждаемых частиц;
- 2 – поток осаждаемых частиц;
- 3 – подложка (образец);
- 4 – металлический слой;
- 5 – рабочая среда (вакуум)

подложки (образца); N_p – количество частиц потока.

Считалось, что потенциал взаимодействия между точками системы описывается функцией Ленарда - Джонсона (n-m) $U = \frac{A}{R^n} - \frac{B}{R^m}$,

где A, B, n, m – некоторые константы, описывающие взаимодействие частиц системы. Следовательно, взаимодействие между точками системы будет описано системой уравнений

$$m \frac{d^2 \vec{r}_{i,j}}{dt^2} = - \sum_{j=1}^N \left(- \frac{nA}{R_{i,j}^{n+1}} + \frac{mB}{R_{i,j}^{m+1}} \right) \cdot \frac{(\vec{r}_j - \vec{r}_i)}{R_{i,j}}. \quad (3)$$

Для проведения численных исследований на ЭВМ, выделяя скорости и ускорения точек, приводим систему уравнений к нормальной форме:

$$\begin{cases} \frac{d\vec{r}_{(i,j)}}{dt} = \vec{V}_{(i,j)}, \\ \frac{d\vec{V}_{(i,j)}}{dt} = \frac{1}{m} \left[\vec{F}_{(i,j)(i-1,j-1)} + \vec{F}_{(i,j)(i+1,j-1)} + \vec{F}_{(i,j)(i-1,j+1)} + \vec{F}_{(i,j)(i+1,j+1)} \right] \end{cases} \quad (4)$$

Реализации численных решений системы уравнений (4) дают наглядное представление о процессах взаимодействия потока осаждаемых частиц с атомами подложки. Разработанная модель предоставляет нам данные об основных типах взаимодействия частиц. Поведение осаждаемых частиц имеет три основных состояния: осаждения, отражения, имплантации в материал подложки. По результатам проведенных исследований установлено, что на первых этапах процесса обработки (при указанных параметрах) происходит частичный сьем материала подложки. Величина удаленного слоя находится в нанометровом диапазоне. Однако стоит отметить, что модель приводит нас к убеждению, что переход на макроуровень для описанного подхода затруднителен и связан с трудностями вычислительного процесса. Однако процесс моделирования может быть упрощен применением статистической модификации метода частиц. В таком случае основная идея метода

Были сформулированы основные допущения и условия для разработки математической модели процесса осаждения металлического слоя на подложки круглой формы.

В рамках компьютерного моделирования считалось, что атомы подложки (образца) и ионы осаждаемого потока частиц рассматриваются как единая система материальных точек. Взаимодействие между точками системы описывалось потенциальной функцией (потенциалом) $U=U(R)$, зависящей от расстояния R между точками системы (атомов мишени и потока осаждаемых частиц). Таким образом, воздействие силы точки M_j со стороны осаждаемого потока частиц на точку M_i определялось соотношением

$$\vec{F}_{i,j} = - \frac{\partial U}{\partial R} \cdot \frac{\vec{R}_{i,j}}{R_{i,j}}, \quad (1)$$

где $\vec{R}_{i,j}$ - радиус-вектор, соединяющий точку M_i с точкой M_j ; $R_{i,j}$ - модуль радиус-вектора, $i, j = \overline{1, N}$; $N = N_o + N_p$; N_o - количество частиц

частиц может быть сведена к следующим шагам моделирования макроскопических образцов.

1. Исследования с помощью компьютерного динамического моделирования микрообразцов, содержащих порядка 10^2 - 10^4 атомов, подвергающихся статистическому анализу. По результатам анализа будут получены потоки входящих и выходящих ионов (атомов титана), а также вероятности выбивания и замещения частиц материала подложки.

2. Для выявления количества входящих и исходящих потоков ионов строятся гистограммы распределения частиц титана по глубине и ширине образца.

3. По результатам пп. 1, 2 формируется база данных, содержащая информацию о количестве частиц в микрообразцах.

4. После того как в верхних микрообразцах накапливается определенное количество частиц атомов титана, процесс имплантации прекращается и идет построение металлического слоя и формирование новых микрообразцов поверхности.

5. По аналогии с п. 3 строится база данных, содержащая информацию о количестве частиц на поверхности микрообразца подложки.

6. Используя стандартные зависимости для функций распределении, с помощью метода наименьших квадратов строим аппроксимирующие кривые распределения величины имплантированных ионов титана в поверхность материала подложки.

7. По общему результату распределения частиц в подложке, а также по результату осажденных частиц на поверхность материала строились кривые распределения металлического слоя вдоль обрабатываемой поверхности.

В результате компьютерного моделирования выявлены процессы удаления части поверхностного слоя материала подложки, распределение атомов титана по глубине, величины имплантированного слоя и сформированного на поверхности металлического слоя (рис. 2).

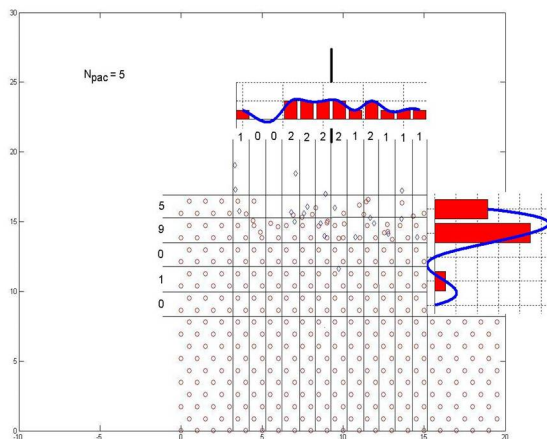


Рис. 2. Концентрации распределения частиц в поверхностном слое подложки (ромбами обозначены имплантируемые частицы, точками – атомы титана)

были случайно ориентированы по микрообразцам.

Была разработана программа, осуществляющая расчеты по указанным алгоритмам (рис. 3). Распределение частиц титана по структуре материала и поверхности образца рассчитывалось для каждой точки полуокружности.

В процессе осуществления компьютерного моделирования в качестве материала подложки было выбрано стекло. Так как указанный материал по своему химическому строению имеет сложную структуру, для моделирования процесса осаждения ионов титана, ряд составляющих стекла был упрощен и представлял двухкомпонентную структуру: SiO_2 , Na_2O . Для каждого типа молекул и осаждаемых частиц были записаны различные вариации потенциала Ленарда - Джонсона. В процессе численных расчетов структурные составляющие материалы

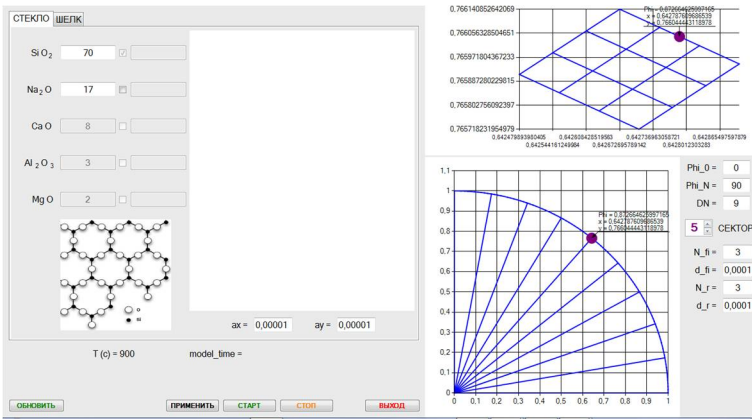


Рис. 3. Программа для расчетов формируемых слоев титана на полуокружностях стекла

$$N_{impl\{i\}} = [N_1(+)_i + N_2(+)_i + N_3(+)_i + N_4(+)_i] - [N_1(-)_i + N_2(-)_i + N_3(-)_i + N_4(-)_i] \quad (5)$$

В результате статистического подсчета входящих и сходящих потоков частиц в макрообразцах каждой точки полуокружностей были построены зависимости распределения величин имплантированного и осажденного слоев (рис. 4).

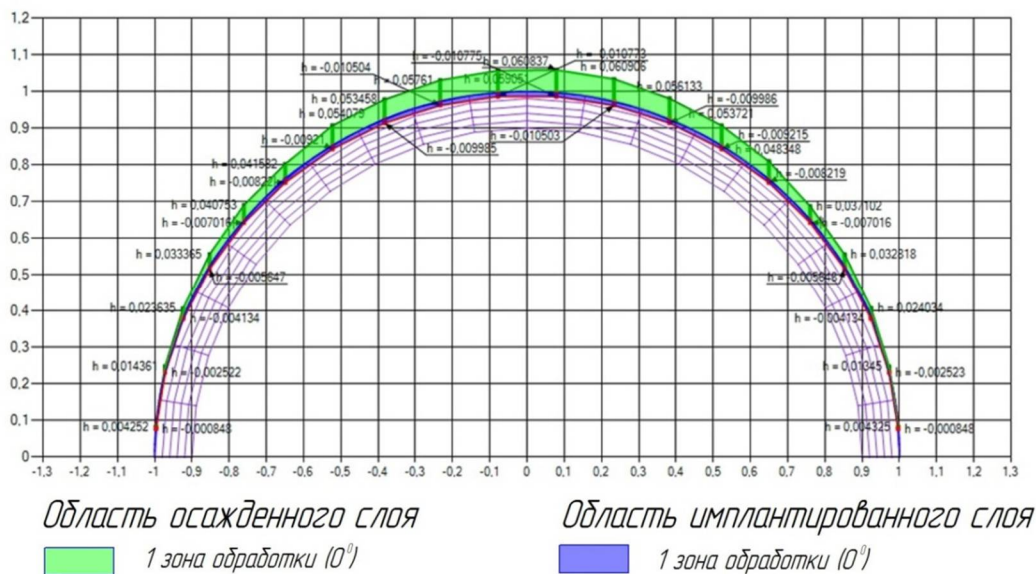


Рис. 4. Распределение величин осажденных металлических слоев на стеклянной микросфере

Отмечается, что в зависимости от угла полуокружности наблюдается неравномерный процесс формирования металлического слоя. Для повышения степени равномерности рекомендуется использовать кинематические схемы с вращением образцов. Наибольшая величина осажденного слоя составляла 1,07 мкм при времени обработки стекла 3 минуты. По результатам распределения толщин металлического слоя выявлено, что слой титана формируется несимметрично, вероятно, здесь имеет место условие хаотично расположенных элементов микрообразцов. В диссертационной работе были построены кривые распределения металлических слоев при использовании схем зональной обработки подложек материалов (стеклянные микросферы) и даны рекомендации по выбору наиболее оптимальных схем формирования металлических слоев.

Проведенные исследования позволили установить, что по мере увеличения времени обработки доля имплантированных частиц потока уменьшается, Количество отраженных частиц ионов титана в среднем составляло 10 %.

По указанному алгоритму проводились исследования для выявления оптимальных и критических значений технологических параметров обработки. Было выявлено, что по мере увеличения энергии ионов доля удаляемых атомов подложки увеличивается. При значении энергии ионов титана от 500 эВ наблюдаются значительное увеличение доли удаленного материала и низкая производительность процесса обработки. Наиболее оптимальное значение энергии ионов находится в диапазоне от 350 до 450 эВ, при более низких энергиях процесс формирования металлического слоя будет довольно продолжительный по времени, а низкое значение величины имплантированного слоя снизит величину адгезии слоя к материалу подложки.

Третья глава посвящена экспериментальному исследованию процессов формирования металлических слоев на мало жестких и плохосвязанных объектах.

Перед проведением экспериментальных исследований была проведена систематизация существующих схем по признаку степени металлизации обрабатываемых изделий (рис. 5).

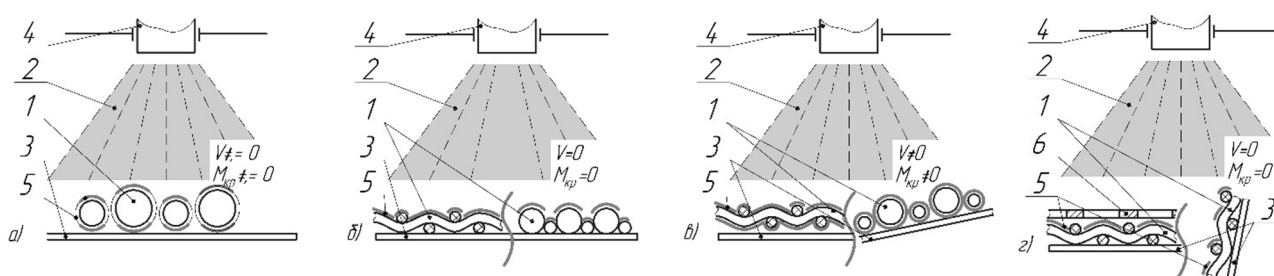


Рис. 5. Технологические схемы формирования металлических слоев на мало жестких и плохосвязанных объектах: а, г – схемы программируемой металлизации; б – схема поверхностной металлизации; в – схема объемной металлизации; 1 – образцы; 2 – поток осаждаемых частиц; 3 – подложкодержатель; 4 – источник осаждаемых частиц; 5 – металлический слой; 6 – маска

Анализ схем обработки позволил выявить три типа схем формирования металлических слоев, при которых осуществляются: поверхностная металлизация – частичная обработка подложки в неподвижном состоянии; объемная металлизация – обработка для обеспечения максимальной пропыляемости трехмерной структуры образцов; программируемая металлизация – обработка образцов с возможностью формирования слоев в необходимых зонах поверхности изделия.

Для проведения экспериментальных исследований были выбраны методы электродуговой (КИБ – конденсации вещества в вакууме с ионной бомбардировкой) и магнетронной металлизации. Метод магнетронной металлизации использовался для обработки материалов с низкими значениями термического разрушения (мало жестких объектов). Для металлизации плохосвязанных объектов использовалась технология КИБ. Были использованы и модифицированы промышленные установки ВУ-2МБС и ВУ-1Б.

В качестве образцов мало жестких и плохосвязанных объектов использовались материалы: шифон, хлопок, лен, шерсть, полиэстер, поролон, вспененный полиэтилен, полимерные сети (плетеная, термосклеенная), стеклянные микросферы, алюминиевые гранулы. Материалы имеют отличное геометрическое строение, что позволило выявить особенности формирования слоев для разных материалов с неплоскими поверхностями, предварительно был проведен анализ геометрических параметров образцов.

По разработанной комплексной методике были проведены исследования металлизации материалов рулонного, порошковых и составного типов.

Для повышения величины адгезии формируемых слоев к основе материала проводили предварительную активацию поверхностей ионами аргона (Ar^+).

В качестве материалов осаждаемых слоев использовались титан (*Ti*), медь (*MI*), алюминий (*Al*), латунь (*Л63*), олово (*Sn*), нержавеющая сталь (12Х18Н9Т). Различные материалы формируемых слоев были выбраны для выявления наиболее эффективных функциональных свойств металлизированных маложестких и плохосвязанных объектов.

Обработку маложестких объектов проводили при следующих условиях: ток нагрузки дуги *I* варьировался в диапазоне 4,5...8 А. Напряжение на магнетроне изменялось в диапазоне 300...500 В. Расстояние от мишени до металлизуемых образцов составляло от 200 до 300 мм, время обработки – 5 мин, включая предварительную активацию поверхности. Обработку плохосвязанных объектов осуществляли при следующих условиях: ток дуги *I* варьировался от 75 до 90 А, время металлизации для различных партий – от 2 до 17 мин. Предварительно проводили активацию поверхностей плохосвязанных объектов прогревом в резистивной печи.

Для формирования металлических слоев были разработаны технологические схемы и приспособления, обеспечивающие обработку с различными кинематическими условиями перемещения образцов (рис. 6).

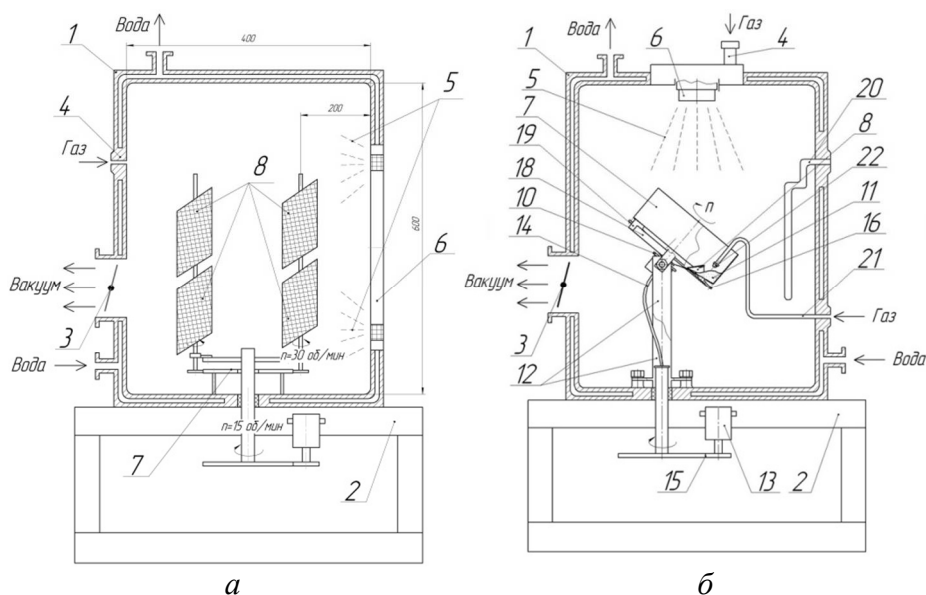


Рис. 6. Схемы формирования металлических слоев: а – схема магнетронной металлизации маложестких объектов (1 – вакуумная камера; 2 – рама; 3 – система откачки воздуха; 4 – система подачи рабочего газа; 5 – поток напыляемых частиц; б – магнетрон; 7 – приспособление; 8 – образцы тканей); б – схема электродуговой металлизации плохосвязанных объектов (1 – вакуумная камера, 2 – рама, 3 – система откачки воздуха, 4 – система подачи газа, 5 – поток осаждаемых частиц, 6 – дуговой испаритель, 7 – ванна, 8 – лопатки, 9 – выступы, 10 – платформа, 11 – образцы, 12 – стойка, 13 – двигатель, 14 – гибкий вал, 15 – зубчатая передача, 16 – зубчатое колесо, 17 – зубья, 18 – пружины, 19 – кулачек, 20 – нагреватель, 21 – трубопровод, 22 – вихревая форсунка)

С использованием указанных приспособлений реализовывались схемы поверхностной, объемной и программируемой металлизации. Схема обработки порошковых материалов является новой и защищена свидетельством об авторском праве.

При проведении экспериментальных исследований было выявлено, что в процессе обработки при расположении маложестких объектов возле источника, осаждаемых на расстоянии менее 300 мм, происходит частичное разрушение элементов образца, поэтому рекомендуется увеличивать расстояние от 300 до 400 мм. При термической активации образцов стеклянных микросфер при превышении температуры выдержки в печи выше 200 °С, а следовательно, и температуры в вакуумной камере наблюдается разрушение целостности

микросфер, вероятно, в результате роста внутренних напряжений. Вследствие этого даны рекомендации не повышать температуру активации выше 130...150 °С.

На рис. 7 представлены результаты экспериментальных исследований по формированию металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах.

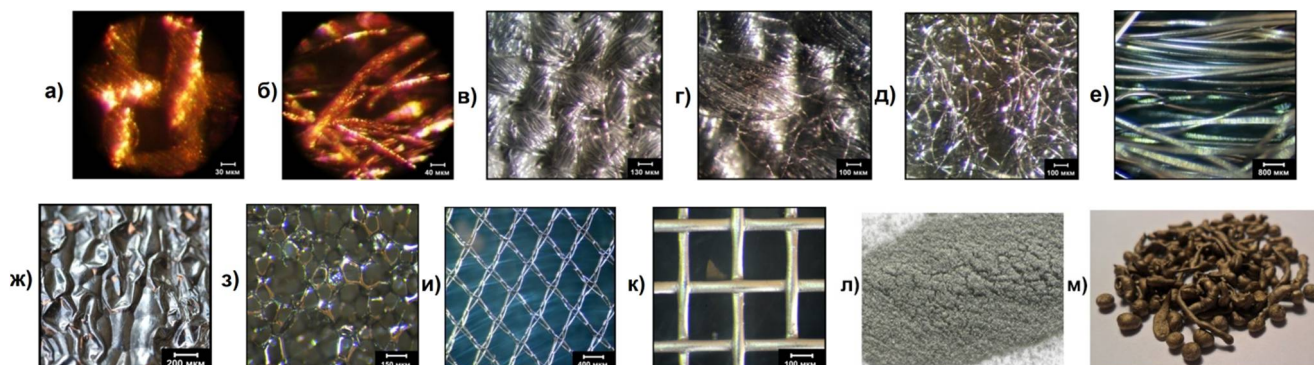


Рис. 7. Фрагменты металлизированных маложестких объектов:
а – шифон; б – шерсть; в – хлопок; г – лен; д – полиэстер; е – волокна; ж – вспененный полиэтилен; з – поролон; и, к – полимерные сетки; л – стеклянные микросферы;
м – алюминиевые гранулы

По результатам исследований установлено, что проведение предварительной активации поверхностей ионами аргона способствовало повышению адгезии металлических слоев к основе.

Даны рекомендации по выбору оптимальных технологических параметров и условиям обработки, объемам обрабатываемых партий и модифицированным схемам металлизации порошковых материалов.

Для создания функциональных структур на основе маложестких и плохосвязанных объектов было предложено несколько схем (рис. 8).

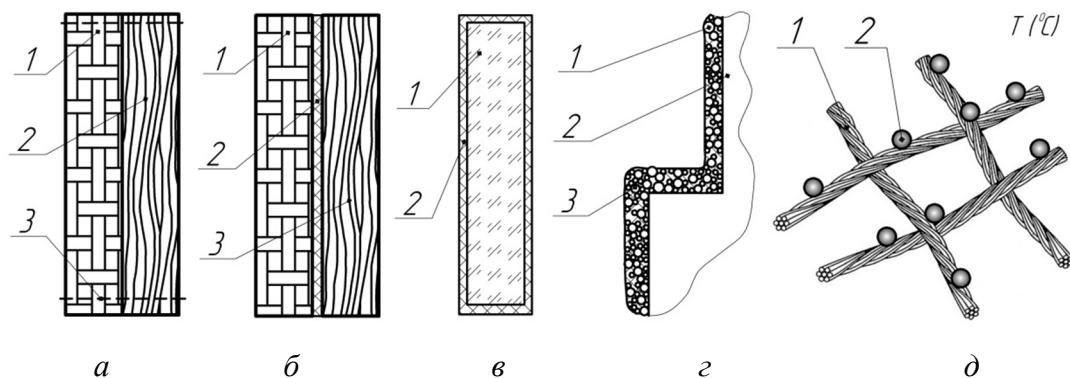


Рис. 8. Схемы композиционных структур на основе металлизированных тканей и микросфер:
а – композит на основе тканей (соединение связкой) (1 – ткань типа А; 2 – ткань типа Б; 3 – связка); б – композит на основе тканей (соединение склеиванием) (1 – ткань типа А; 2 – клеевая основа; 3 – ткань типа Б); в – композит из стеклянных микросфер (насыпной) (1 – стеклянные микросферы; 2 – резервуар); г – композит из стеклянных микросфер (склеенный) (1 – стеклянные микросферы; 2 – основа (матрица); 3 – связка (клеевая основа)); д – композит на основе тканей и микросфер (1 – ткань; 2 – микросфера)

Были предложены различные вариации композиционных структур на основе металлизированных тканей и микросфер для создания материалов с комплексом функциональных свойств. В работе были реализованы все схемы создания композитов. Изготовлены композиты на основе текстильных материалов различных основ и материалов осажденного слоя; стеклянных микросфер; текстильных материалов и стеклянных микросфер.

В четвертой главе приведены результаты экспериментальных исследований влияния потока осаждаемых частиц на структуру поверхности мало жестких и плохосвязанных объектов, а также функциональных свойств и параметров металлических слоев и их взаимосвязи с функциональными свойствами.

На рис. 9 представлены результаты исследования влияния процесса формирования металлических слоев на структуру шерсти и стеклянной микросферы. По снимкам, полученным с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), отчетливо видно, что структура поверхности практически не изменяется, что говорит о высокой степени повторяемости металлического слоя.

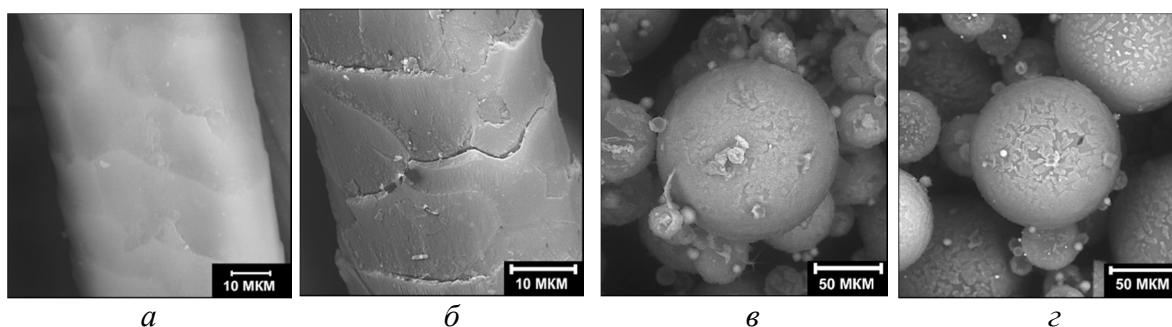


Рис. 9. ПЭМ-фотографии мало жестких и плохосвязанных объектов:
 а – неметаллизированная шерсть; б – шерсть с титановым слоем;
 в – стеклянная микросфера неметаллизированная; г – микросфера с титановым слоем

Проведенный анализ геометрических характеристик формируемых слоев с использованием зондовой микроскопии показал, что шероховатость поверхности металлизированного шифона составляет 140 нм, стеклянной микросферы – 230 нм (рис. 10), что подтверждает теоретические исследования и ПЭМ-исследования повторяемости металлическим слоем структуры поверхности.

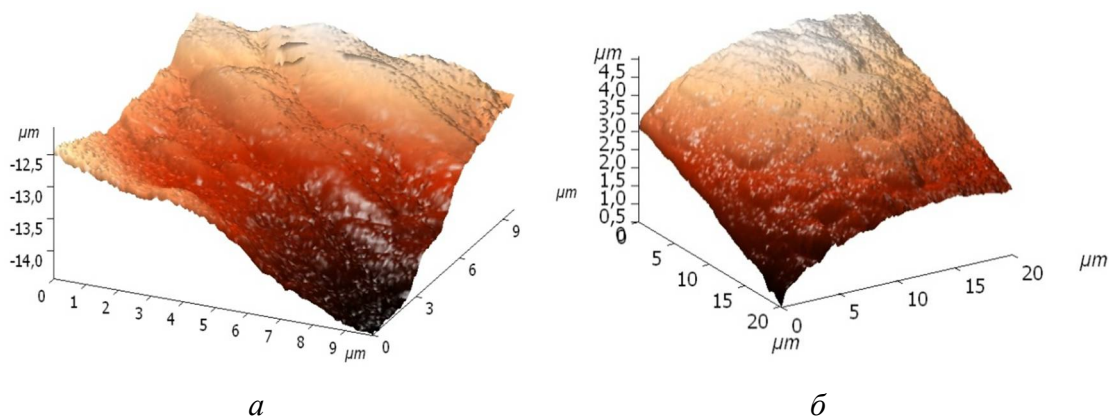


Рис. 10. 3D-изображение участков поверхности металлизированных образцов:
 а – ткань «шифон»; б – стеклянная микросфера

Проведена оценка толщины формируемого слоя титана на поверхности шифона, полученного при схеме обработки «объемная металлизация» (время обработки – 3 мин при непрерывном вращении образца) и партии стеклянных микросфер с титановым слоем, полученным по схеме «объемная металлизация» при общем времени обработки партии порошка 2; 5; 10; 12 мин. Анализ поперечного сечения металлизированного волокна шифона показал, что металлический слой имеет неравномерную толщину по поверхности волокна (рис. 11, а), что подтверждает теоретические исследования о формировании металлических слоев с неравномерной толщиной осаждаемого слоя.

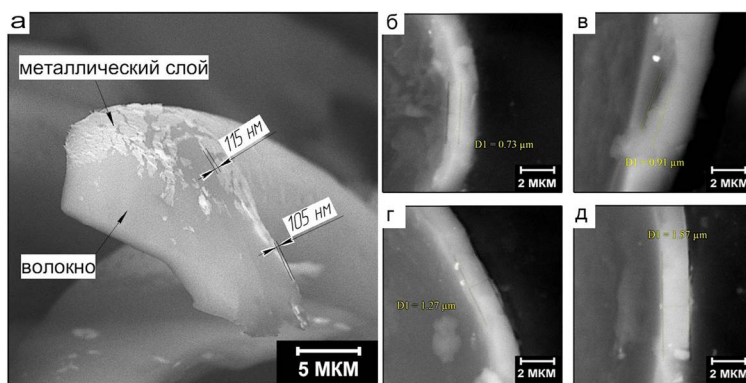


Рис. 11. ПЭМ-изображения образцов: а – металлизированный шифон; б, в, г, д – металлизированные микросферы сфер при времени обработки: (2; 5; 10; 12 мин)

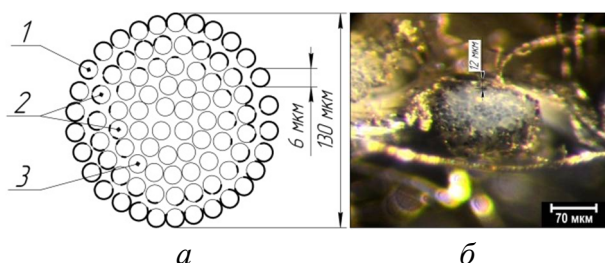


Рис. 12. Поперечное сечение металлизированных тканей: а – структурная схема металлизированной нити шифона (1 – волокно с повышенной степенью пропыленности; 2 – частично металлизированное волокно шифона; 3 – неметаллизированное волокно); б – металлизированная нить

ры с низкой степенью металлизации поверхности. Делать вывод, что металлизация указанных микросфер не осуществлялась, будет неверным, так как наиболее вероятно толщина металлического слоя находится в нанометровом диапазоне. Можно сделать вывод, что при указанных условиях обработки и увеличении времени металлизации доля частиц с низкой степенью металлизации уменьшается.

Исследовались адгезионные свойства формируемых слоев. На основании проведенного исследования можно сделать вывод, что металлических слой, нанесенный на поверхность мало жестких объектов при использовании дополнительной активации поверхностей низкотемпературной аргоновой плазмой, имеет достаточную адгезию к основе обрабатываемого материала.

Проводилась оценка радиоэкранирующих свойств образцов шифона и шерсти со слоем титана. Диапазон частот исследования варьировался от 27,5 до 37 ГГц. Мощность сигнала ЭМИ (Р) составляла от 1 до 2 мВт. Были предложены различные комбинации радиоэкранирующих структур, направленных не только на отражение, но и на погашение падающего излучения внутри структуры материала. По результатам исследований было установлено, что использование композиционных структур на основе комбинации слоев шифона и шерсти с титановым слоем наиболее эффективно для снижения уровня электромагнитного излучения (рис. 13).

Толщина титанового слоя варьируется в исследуемой зоне от 105 до 115 нм. Анализ изображений микрошлифов стеклянных микросфер показал, что с увеличением времени обработки от 2 до 12 мин происходит увеличение толщины формируемого слоя от 0,73 до 1,57 мкм. Можно сделать вывод, что с увеличением времени обработки и условий перемешивания частиц создаются условия формирования металлических слоев равномерной толщины.

Исследовалась зона влияния потока осаждаемых частиц в глубину структуры обрабатываемых мало жестких и плохосвязанных объектов. Были проведены исследование поперечных сечений материалов рулонного типа и оценка степени металлизации поверхности порошков микросфер.

Анализ изображений поперечных сечений для большинства обрабатываемых образцов показал, что имеются зоны внутри структуры с металлизированной и неметаллизированной областями (рис. 12).

Детальный анализ металлизированных частиц показал, что в объеме металлизированных частиц порошка имеются микросферы

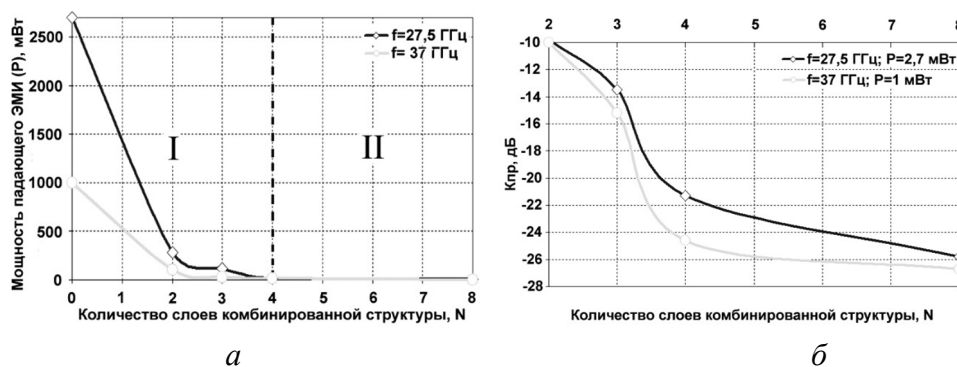


Рис. 13. Зависимости снижения уровня ЭМИ от количества слоев металлизированной ткани в комбинированной структуре; а – зависимости снижения мощности ЭМИ; б – зависимости снижения коэффициента пропускания

Наличие радиоэкранирующих свойств подтвердилось при исследовании защиты биологических объектов на примере защиты лабораторных крыс *Wistar*. Отсутствие гипертрофии и фокальных некрозов клубочков в клетках почек изолированной группы крыс подтверждает высокие экранирующие свойства разработанных композитов. Кроме того, была разработана защитная хлопковая рубашка с титановым слоем, которая показала положительные результаты при защите пациентов от воздействия излучения кардиостимуляторов в НИИ «Медтехника».

Установлено появление электропроводных свойств у металлизированных маложестких объектов и повышение гидрофобных свойств.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. По результатам анализа научно-технической литературы установлено, что отсутствуют технологии формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах с возможностью управления параметрами слоев и программированием зон обработки. Выявлено, что наиболее подходящими методами формирования металлических слоев являются технологии электрофизического осаждения, а именно магнетронная и электродуговая металлизация. Установлено, что ввиду наличия в научно-технической литературе относительно небольшого объема сведений об условиях осуществления процессов металлизации маложестких и плохосвязанных объектов, исследование процесса электрофизического формирования металлических слоев с управляемыми параметрами, а также композиционных структур на их основе является достаточно актуальной задачей.

2. На основе проведенного моделирования физических процессов взаимодействия частиц осаждаемого ионизированного потока на сферические подложки из стекла с учетом неоднородности обрабатываемых материалов установлено, что в процессе обработки частицы находятся в трех состояниях взаимодействия с подложкой: осаждения, отражения, имплантации, при этом на начальных этапах обработки осуществляются сьем материала поверхности и заполнение поверхностного слоя частицами титана.

3. По результатам моделирования формирования металлического слоя с переменной толщиной и зоной влияния потока частиц в структуру поверхностного слоя установлено, что толщина металлического слоя имеет значение в диапазоне до 6 мкм. Распределение толщин по поверхности обрабатываемой полуокружности несимметрично, что может являться следствием неравномерности внутренней структуры материала изделия.

4. Разработаны основные технологические схемы формирования металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах с возможностью управления геометрическими параметрами и величиной зоны обработки изделия, включающие схемы с: поверхностной, объемной и программируемой металлизацией.

5. Проведены экспериментальные исследования по формированию металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах на примере обработки шифона, хлопка, льна, шерсти, полиэстера, полимерных сеток, поролона, вспененного полиэтилена. Установлено, что для максимальной пропыляемости образцов необходимо использовать схемы, при которых задается определенная кинематика образцам.

6. Проведено исследование влияние процесса металлизации на структуру поверхности. Установлено, что формирование металлических слоев на маложестких и плохосвязанных объектах происходит с практически полной степенью копирования поверхности. Показано, что при увеличении времени обработки, а также при улучшении условий перемешивания порошковых материалов формирование металлических слоев происходит более равномерно. Установлено также, что формирование металлических слоев на поверхности маложестких объектов осуществляется на внешних элементах конструкции изделий (волокнах порах).

7. Разработаны технологические схемы создания композиционных структур на основе маложестких и плохосвязанных объектов. Проведено исследование по созданию композиционных структур на основе металлизированных тканей и порошков стеклянных микросфер.

8. Проведено исследование функциональных свойств композиционных структур на основе маложестких и плохосвязанных объектов. Доказано, что формирование металлических слоев на поверхности маложестких и плохосвязанных объектов способствует увеличению радиоэкранирующих и гидрофобных и электропроводных свойств.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ ОТРАЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ ПУБЛИКАЦИЯХ

1. Lyuibimov V.V., Salomatnikov M.S. Processes of the vacuum metallization of the glass microspheres // *Procedia CIRP*. 2015. V.37. P. 107-111.

2. Создание экранирующих СВЧ-излучение металлических покрытий на текстильных материалах / В.В. Любимов, М.С. Саломатников, А.В. Иванов, А.М. Кураев // *Упрочняющие технологии и покрытия*. М.: Изд-во «Машиностроение», 2013. Вып. 4(100). С. 44-48.

3. Саломатников М.С. Исследование рельефа и структуры титанового нанопокрyтия, сформированного на волокнистых материалах // *Известия Тульского государственного университета. Технические науки*. Тула: Изд-во ТулГУ, 2013. Вып. 11. С. 136-140.

4. Саломатников М.С. Разработка устройства плакирования порошков стеклянных микросфер в условиях комбинированного перемешивания частиц // *Известия Тульского государственного университета. Технические науки*. Тула: Изд-во ТулГУ, 2013. Вып. 11. С. 146-152.

5. Пат. 139152 РФ: МПК⁸ B22F1/02, C23C14/34. Устройство для нанесения покрытий на порошковые материалы / М.С. Саломатников, В.В. Любимов; № 2013151628/02; заявл. 20.11.13; опубл. 20.04.13.

Изд. лиц. ЛР № 020300 от 12.02.97. Подписано в печать 11.07.2016 г.

Формат бумаги 60x84 ¹/₁₆. Бумага офсетная.

Усл.-печ. л. 1,1. Уч.-изд. л. 1,0. Тираж 100 экз. Заказ 064.

Тульский государственный университет

300012, г. Тула, просп. Ленина, 92

Отпечатано в Издательстве ТулГУ

300012, г. Тула, пр. Ленина, 95.