

ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – ВАРНА

маг. инж. Александър Веселинов Гайдаржиев

**ПОДОБРЯВАНЕ ПАРАМЕТРИТЕ НА КОНТАКТИ НА
ЕЛЕКТРИЧЕСКИ АПАРАТИ ЧРЕЗ ПРИЛОЖЕНИЕ НА
ЕЛЕКТРОВАКУУМНИ ТЕХНОЛОГИИ**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

**на дисертация за получаване на образователна и
научна степен „Доктор”**

**Научна специалност: Електротехнологии
Шифър: 02.04.13**

Научен ръководител: доц. инж. Бохос Рупен Апрахамян

Рецензенти:

1.....
2.....

Варна, 2014 г.

ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – ВАРНА

маг. инж. Александър Веселинов Гайдаржиев

**ПОДОБРЯВАНЕ ПАРАМЕТРИТЕ НА КОНТАКТИ НА
ЕЛЕКТРИЧЕСКИ АПАРАТИ ЧРЕЗ ПРИЛОЖЕНИЕ НА
ЕЛЕКТРОВАКУУМНИ ТЕХНОЛОГИИ**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

**на дисертация за получаване на образователна и
научна степен „Доктор”**

Варна, 2014 г.

Дисертационният труд съдържа 142 страници, включително 99, фигури, 47 таблици и 7 приложения, оформени в 4 глави, общи изводи и списък на използваната литература от 111 заглавия, от които 49 на кирилица и 62 на латиница.

**Защитата на дисертационния труд ще се състои наг.
от ... ч.**

Вна открито заседание на жури сформирано със заповед на Ректора №...../.....г.

Материалите по защитата (дисертацията, рецензиите и становищата) са на разположение на интересувашите се във ФД „Докторанти”, стая 318 НУК.

ХАРАКТЕРИСТИКА НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Актуалност на проблема

В много случаи условията на работа на електрическите апарати се характеризират с екстремални електрически, циклични и температурни натоварвания, както и наличието на химически активни среди. Имайки в предвид значителния процент на повреди в електрическите апарати, дължащи се на повреда в електрическите контакти и големите натоварвания, високите стойности на температурата и химически агресивните елементи в средата на работа от една страна и изискванията за надеждност и работоспособност от друга, се налага използването на специални материали и техники при изработката на електрическите контакти. Голямо приложение в практиката са намерили електрически контакти изработени от метални сплави и композити на базата на сребро (Ag) и различни оксиди на метали (кадмиев оксид CdO, калаен оксид SnO₂ и др.). Повишаването на изискванията относно надеждността и показателите им обаче, налага търсенето на нови методи, техники и конструкции за тяхното получаване.

Актуална възможност за това е приложението на нано технологиите и тънкослойните метални покрития в частност. Развитието на вакуумните технологии за получаване на тънкослойни покрития с предварително зададени параметри и структура позволява тяхното успешно приложение и получаването на материали с напълно нови характеристики от тези на традиционно използваните. Важно условие за това е отлагането на слоеве и свръхрешетки с дебелина на слоя под 100 nm.

Актуалността на дисертацията произтича от необходимостта за разработване на технология за формиране на уякчаващи наноструктурирани покрития върху електрически контакти, което би довело не само до модификация на материала на повърхностния слой, повишаващ експлоатационните характеристики на електрическите контакти, но и до образуване в някои случаи на принципно нови композиционни материали, притежаващи повишена износ- и корозионна устойчивост, висока якост и достатъчна пластичност.

Проблемите, които следва да се решат, произтичат от противоречащите изисквания към електрическите контакти свързани с наблюдаваните процеси и явления в хода на работа. Чрез формирането на покрития върху електрическите контакти е необходимо да се създаде такава система „покритие-подложка”, която да подобри експлоатационните характеристики на контактите в цяло или част от тях, без да влоши в значителна степен останалите параметри.

Цел и задачи на дисертационния труд

Разработване и приложение на многослойни наноструктурирани покрития, получени чрез електродъгово изпаряване, показващи значително повишени функционални свойства, върху електрическите контакти на електромагнитен контактор.

Във връзка с целта са формулирани следните задачи:

1. Разработване на технологични основи на процес за отлагане на многослойни (Ti,Me)N/(Ti,Me)C... покрития върху контактни тела на електрически контакти на електромагнитен контактор, електродъгово изпаряване и при комбиниране на двата процеса при последователна смяна на реакционните газове, в еднокамерна вакуумна пещ.

2. Изследване на влиянието на основните технологични параметри върху химичния и фазовия състав, структурата и основните свойства на многослойните покрития и на получаването на желана система „покритие – подложка” чрез планиран експеримент и регресионен анализ.
3. Експериментално изследване на корозионната устойчивост на електрически контакти с нанесени многослойни наноструктурирани покрития.
4. Експериментално изследване на влиянието на многослойните наноструктурирани покрития върху:
Електрическото износване;
Съпротивлението на прехода;
Температурата на контактите в установен режим;
Продължителността на горене на дъгата.
5. Създаване на методологически основи за изследване на нови материали, разработени с нови технологии, оценени качествено и количествено и подходящи за създаване на нови контакти на електрически апарати.

Обект на дисертационния труд

Обект на дисертационния труд са електрически контакти на електромагнитни контактори тип КБЕ.

Предмет на дисертационния труд

Предмет на дисертационния труд е разработване и приложение на многослойни наноструктурирани покрития, получени чрез електродъгово изпаряване, за повишаване на функционалните свойства на електрическите контакти на електромагнитен контактор.

Методи на изследване

Изследванията на електрическите контакти с отложени наноразмерни покрития са проведени в две направления, съответно – методи за изследване на получените покрития и изследване на електрическите показатели на получените опитни образци. За изследване на формираните покрития и системи „покритие-подложка” е използван косвен, масов метод за определяне на дебелината, а така също и директни методи – нано индентирание, нано измерване, изследване на топографията и рентгеноструктурен анализ за изследване на основните им характеристики като адхезия, топография, структура, твърдост. Корозионната устойчивост на покритията е установена, чрез изпитване в аерозолна камера в среда на неутрална солена мъгла. Електрическите показатели на опитните образци са изследвани, чрез изследване на електрическото износване, съпротивлението на прехода, температурата на контактите в установен режим и времето за горене на електрическата дъга при отваряне на контактите.

Място на изследване

Изследванията по дисертационната работа свързани с получените покрития са проведени в "Лаборатория за анализ и изпитване на материали и калибриране на средства за измерване" (ЛИМК) към Институт по металознание "Акад. Ангел.Балевски" на БАН – София, „Централна лаборатория по приложна физика” на БАН – Пловдив, Русенски университет „Ангел Кънчев” – Русе. Изследванията на електрическите показатели на

опитните образци, електрически контакти са извършени в катедра „Електротехника и електротехнологии” на Технически университет – Варна.

Научна новост на изследването

Научната новост на изследването се състои в използването на наноструктурирани покрития на базата на титан Ti, титанов нитрид TiN и титанов карбид TiC, за формиране на подходяща система „покритие-подложка” за понижаване на електрическото износване на електрическите контакти на електромагнитен контактор.

Практическа ценност на дисертационния труд

Предложеният в дисертационния труд метод за повишаване на функционалните параметри на електрически контакти е тестван при реални условия съгласно стандартизационните документи. Целта на автора е да демонстрира възможностите за отлагане на наноструктурирани покрития с предварително зададени структура и характеристики, като метод за подобряване на показателите на електрическите контакти.

Апробация на изследването

Резултатите от дисертационния труд са представени в осем публикации на национални и международни конференции. Получените контактни тела на електрически контакти са регистрирани като патент за полезен модел в Патентно ведомство на Република България.

Обем на дисертационния труд

Дисертационният труд е в обем от 142 страници, включително 99 фигури, 47 таблици и 7 приложения, оформени в 4 глави, заключение и списък на използваната литература от 111 заглавия, от които 49 на кирилица и 62 на латиница.

Съдържание на дисертационния труд

Глава I. Анализ на състоянието

1.1 Общи положения на електрическите контакти

Разгледани са видовете електрически контакти, въздействията оказващи влияние върху тяхната работа и съпътстващите ги ефекти, както и изискванията предявявани към контактите.

1.2 Материали за изработка на контактни тела

Посочени са примерни метални сплави, добили широко разпространение при изработката на електрически контакти, проблеми свързани с тях и различни методи и техники за подобряване на функционалните параметри на електрическите контакти.

1.3 Актуалност и индустриални приложения на тънкослойните нанотехнологии

Основни приложения и предимства на тънкослойните покрития. Развитие на покритията от първо, второ и трето поколение, а така също и свръхрешетки.

1.4 Физични основи на тънкослойните покрития

Видове методи съобразно фазовото състояние на отлаганите материали и технологии за отлагане на тънкослойни покрития. Причини за широкото използване на вакуум, при отлагане на покрития и особеностите му, като технологична среда.

- Протичащите технологични процеси са изохорни, което се определя от характерните за съда или процеса размери. Реализираните процеси са изотермични. При тези условия налягането определя количеството газ, концентрацията на газа и неговата плътност. Изменението на налягането може да служи за изменение на количеството, концентрацията и плътността на газа.

- Средният свободен пробег на частиците е по-голям от характерния размер на вакуумната камера. При тези условия насоченият поток от частици се движи без взаимодействие с остатъчния газ и се отлага върху повърхнината. Процесът зависи от началната скорост (енергията) и диаметъра на частиците.

- Върху свойствата на слоевете получени при кондензиране на пари във вакуум, влияние оказва големината на парциалното налягане на химически активните газове, а не абсолютната стойност на налягането. Това дава възможност за прилагане на селективно вакуумиране с цел подобряване качествените показатели на отложените покрития.

- Вакуумът е среда подходяща за генериране и разпространение на електронни снопове.

- Осигуряване на среда с ниско налягане за протичане на плазмени процеси и др.

Процеси при израстване на покрития върху подложка. Начини за образуване на зародиши:

- Островно (Volmer-Weber)
- Слоино (Frank-van der Merwe)
- Островно-слоино (Stranski-Krastonov)

Особености на тънкослойните вакуумни покрития са:

- Дори при малки дебелини, покритията са плътни, което обуславя висока корозионна устойчивост;
- Постигане на добра адхезия с подложката;
- Възможност за получаване на покрития от труднотопими материали;
- Дават възможност за отлагане на многослойни покрития;
- Осигурява се висока икономия на използваните материали;
- Екологичните показатели на вакуумното изпаряване, значително превъзхождат същите на други методи за отлагане на покрития (химично и галванично нанасяне);
- Отлагането на тънкослойни покрития, чрез изпаряване във вакуум позволява много точно управление на процесите, без необходимостта от тяхното прекъсване, получаването на покрития с дебелина до няколко *nm* с управляема структура и др.

1.5 Технологии за получаване на тънкослойни покрития

Видове технологии за паро-фазово отлагане на тънкослойни покрития, съответно PVD и CVD. Отлагане на покрития чрез вакуумно изпаряване и вакуумно разпръскване на мишената.

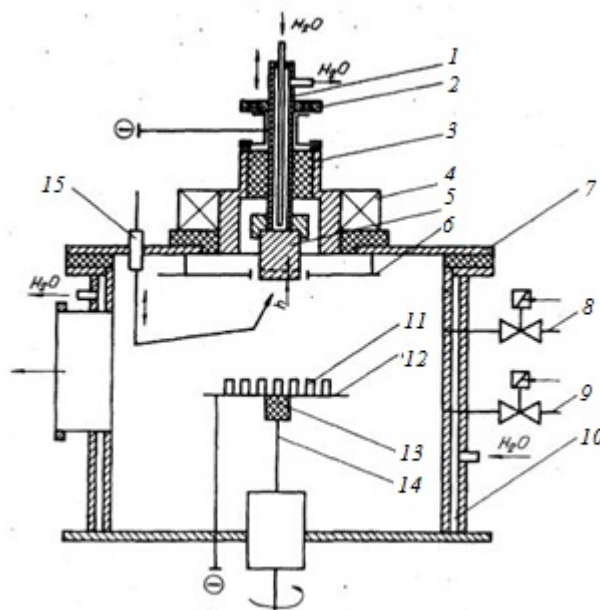
1.6 Класификация на технологиите за отлагане на наноразмерни функционални слоеве

Физика на процеса на отлагане на тънкослойни наноразмерни покрития, съответно генериране на атоми или молекули, пренос на частиците до подложката и израстване на покритие. Посочени са основните технологични параметри на процесите. Направена е класификация на всеки процес спрямо принципа на отлагане, използвания метод за генериране на атоми или молекули и типа активен елемент. Разгледани са предимствата на отделните методи за отлагане на тънкослойни вакуумни покрития.

1.7 Избор на технология за получаване на наноразмерни покрития

Използваната в настоящия дисертационен труд вакуумна инсталация, дава възможност за отлагане на тънкослойни покрития чрез електродъгово разпръскване (ARC), магнетронно разпръскване (Magnetron sputtering) и едновременната работа на двата метода.

За формиране на тънкослойните покрития в настоящата дисертационна работа е използван електродъгов метод. Технологиата се отнася към методите на вакуумно изпарение. Процесите протичат с висока йонизация на парите до 80÷90%. Металните пари се получават чрез електрическа дъга със студен катод, при което се наблюдава бягащо катодно петно (или петна) с висока плътност на тока $10^6 \div 10^7 A/cm^2$. Високата плътност на тока j води до силно изпаряване на катода и същевременно позволява отлагане на покрития от трудно топими материали. Дъгата гори между катод, съставен от материала на отлаганото покритие и стените на вакуумната камера, явяваща се анод. За задържане на катодното петно върху челото на катода и осигуряването на неговото равномерно износване служат соленоид и електростатичен екран. На нивото на челната повърхност на катода се разполага допълнителен анод, който стабилизира работата на изпарителя при малки токове на разряда. Примерна конструкция на вакуумна система за електродъгово изпаряване е показана на **фиг. 1.7.1.**



Фигура 1.7.1. Система за електродъгово изпарение.

1 - водоохлаждаща система; 2 - устройство за компенсация износването на катода; 3 - електростатъчен екран; 4 - соленоид; 5 - катод; 6 - допълнителен анод; 7 - горен капак; 8, 9 - газо дозиращи устройства; 10 - водоохлаждаема камера; 11 - детайли, върху които ще се отлага покритието; 12 - масичка; 13 - изолатор; 14 - входен вал; 15 - запалващо устройство.

Електродъговият разряд се поддържа стабилен в много широк диапазон на работното налягане в камерата $1 \div 1.10^{-4} Pa$, без това да оказва съществено влияние върху отлаганото покритие. Високата йонизация на парите, позволява реализиране на реактивно взаимодействие с микроатмосферата в камерата. Чрез подаване на известен отрицателен потенциал на детайлите (подложката) се постига много висока адхезия, много добра равномерност и плътност на покритието. За целта се използват регулируеми постояннотокови източници с падаща външна характеристика, а потенциалите, които се подават са в диапазона $0 \div 250 V$, по време на нанасяне и $0 \div 3000 V$ в предварителната подготовка. Напрежението на празен ход на постояннотоковите източници е в рамките на $70 V$, а токът от 60 до $300 A$. Недостатък, при този метод на отлагане, представлява наличието на капкови фази и по-едрата зърненост на структурата съпоставена с тази получена по методите на вакуумно разпращане.

Покритията обект на формиране в настоящата дисертационна работа са на база титан Ti, титанов нитрид TiN и титанов карбид TiC.

1.8 Характеристики на тънкослойните покрития

Групиране на характеристиките на тънкослойните покрития:

- Основни физични свойства и структура на покритието (химичен и фазов състав, дебелина, слоистост, плътност и др.);
- Експлоатационни характеристики.

Химичният и фазовият състав на покритието в голяма степен определят неговите свойства. Видът на фазите се определя от вида на компонентите участващи в системата. Състоянието на фазите (преситеност, подреденост и т.н.) се определят от вида на компонентите и конкретните условия на формиране на структурата. Чрез правилен подбор на технологичните параметри се постига влияние върху фазовото състояние на получените покрития.

Един от основните параметри на покритията, определящ експлоатационните му свойства е дебелината. Разграничаване на покритията според дебелината им е трудно, но в практиката се среща понятието критична дебелина. Понятието е свързано с процесите на израстване на покритията и може да бъде дефинирано по следните начини:

- Дебелина съответстваща на прехода от практически непроводящо състояние на метален кондензат отложен върху изолационна подложка, към електрически проводящ (плътен) слой.
- Дебелина свързана с прехода от някои неравновесни фази (например аморфни състояния) към равновесни такива.

Адхезията се явява една от най-важните характеристики на покритието. Тя определя степента на свързаност на покритието към подложката. Определя се от характера на атомно и молекулно взаимодействие в зоната на непосредствен контакт. Адхезията дефинира явлението на взаимодействие, на връзка между повърхностите на две разнородни контактуващи тела, дължащо се на адхезионни сили. При еднородни молекули силата се

нарича кохезия. Количествено, адхезията се оценява чрез определяне на външната сила необходима за отлепване на слоя.

Структурата и топографията на покритията се разглеждат от структурно зонни модели. Ниските температури на кондензиране и затруднена дифузия водят до съществена нехомогенност и деформация в кристалната структура. Изследването на строежа и топографията на кондензатите, става с помощта на електронни микроскопи.

Могат да бъдат дефинирани и много други параметри на покритията, определящи експлоатационната им пригодност и сферата на приложение. Такива са съответно - твърдост и износоустойчивост, плътност, слоистост, корозионна устойчивост, остатъчни напрежения и др.

1.9 Методи за изследване на тънкослойни покрития

За оценка на някои важни характеристики на тънкослойните покрития се използват множество различни методи.

Микроструктурният анализ е широко разпространен метод даващ информация за структурата и морфологията на покритията, косвено за начина на израстване, неговите качества и други характеристики на покритието. Развитие на метода представлява електронната микроскопия, позволяваща увеличения достигащи до няколко стотин хиляди пъти. Рентгеноструктурният анализ има основно за цел определяне на кристалната структура на веществата. Позволява определяне и анализ на текстури, остатъчни напрежения, дефекти в кристалния строеж и др. За определяне на дебелината на покритията, широко приложение намират, съответно масовият, резистивният, чрез сравняване с еталоонна дължина, резонансно-честотният и други косвени методи. Методите за определяне на адхезията биват количествени и качествени, съответно непосредствени – установяващи адхезионното напрежение и косвени даващи относителната характеристика на адхезионното взаимодействие.

Изводи

От направения литературен обзор са изведени следните изводи:

1. Процесите свързани с експлоатацията на електрическите контакти, поставят множество трудни за решаване проблеми. Това налага създаването на нови, съвременни технически решения и използването на композиционни материали.
2. Развитие на техниката дава възможност за отлагане на различни по характер покрития, включително тънкослойни с дебелина под 100 *nm*. Това позволява да се прескочат ограниченията относно характеристиките и свойствата на конвенционалните материали.
3. На базата на съчетаване на различни материали в едно покритие се разработват многослойни, наноструктурирани и градиентни покрития, показващи значително повишени функционални свойства спрямо еднослойни покрития, изградени от същите материали.
4. Получаването на желана система „покритие – подложка” е възможно да се осъществи чрез прилагане на предварително или следващо отлагане на покритието с термично или химико-термично обработване.
5. Използването на електродъгово изпаряване позволява да се отлагат многослойни покрития от различни материали с ниска концентрация на дефекти.

Глава II. Методики и резултати от нанасяне на покритията

2.1 Описание на използваната инсталация за нанасяне на покритията

Използвана е модернизирана вакуумна инсталация (Титан 1-4) тип ВИМ-МР/ЕДИ. Инсталацията позволява едновременна и самостоятелна работа на два източника на пари – магнетронен и електродъгов. За плазмообразуващи газове се ползват аргон Ar , азот N_2 и метан CH_4 . Габаритите на работното пространство са, съответно:

- Дължина $L=641\text{ mm}$;
- Широчина $B=651\text{ mm}$;
- Височина $H=750\text{ mm}$.

Инсталацията позволява регулиране на налягането на работните газове в определени граници. Снабдена е с графитов нагревател осигуряващ подгриване на подложката. Осигурява регулиране на времето на престой на подложката пред отделните изпарители. Възможно е подаването на определен потенциал към подложката с цел допълнително регулиране на характеристиките на отложените покрития, както и определяне на други технологични параметри в процеса на тяхното израстване.

2.2 Технологични особености на процеса

Покритията са отложени върху контактни тела на електрически контактори К6Е. Чрез електродъгово изпаряване на титанова мишена с чистота 99.99%, в различна атмосфера и съотношения са отложени метални покрития на основата на титан Ti . Съгласно използваните резултати от предходни изследвания на вакуумната инсталация са избрани технологичните параметри на инсталацията за нанасяне на покритията.

Преди поставяне на образците във вакуумната камера, повърхността на последните е почистена механично, чрез много фина шкурка. Последващо почистване с газометална плазма не е реализирано. При отлагане на покритията, подложката е застопорена, т.е. тя е неподвижна. Налягането на газовете, което се поддържа в камерата е съответно 0.2 и 0.7 Pa , в зависимост от конкретния режим. Токът на електродъговия изпарител се поддържа съответно 120 A за всички реализирани режими. Към подложката (образца) се подава отрицателен потенциал $U_{\pi} = -100V$, като допълнително се ползва наличния графитов нагревател. Реализираните отделни слоеве са с дебелина от порядъка на 22÷24 nm , Като е постигната скорост на израстване на покритията – 1.1 nm/s . Различната дебелина на отделните слоеве и покритията, при еднакво време на работа на изпарителя се дължи на времето за влизане в необходимия работен режим на електродъговия изпарител.

2.3 Експериментални образци и режими на отлагане на покритията

За основа (подложка) за отлагане на тънкослойните покрития са използвани електрически главни контакти на контактори К6Е (подвижни и неподвижни). Върху контактните тела, изработени от метална композиция (сребро кадмиев оксид $Ag - CdO$), във вакуумна камера чрез електродъгово изпаряване са нанесени многослойни наноструктурирани покрития. Нанесени са поредица от слоеве от титан Ti , титанов нитрид TiN и титанов карбид TiC . В зависимост на отлаганото покритие, работната среда бива аргон Ar за слой от Ti , азот N_2 за слой от TiN , както и метан CH_4 за покритие от TiC . Едновременно с отлагане на покрития върху контактните тела, същите са отлагани и върху „свидетели” – керамични плочки от 96% Al_2O_3 с размери – 50 x 50 mm. Получените образци след нанасяне на покритията са обособени в три групи.

Основните параметри на реализираните режими за първа група образци са посочени съответно в **табл. 2.3.1.**

Таблица 2.3.1.

Основни параметри на реализираните режими при получаване на образци от първа група.

Режим	Състав на покритието	Газова среда в камерата	Обща дебелина на покритието, nm
Режим – 1	Ti	100% Ar	123
Режим – 2	Ti	100% Ar	252
Режим – 3	Ti/TiN	Ti-100% Ar, TiN-50% Ar +50% N ₂	110
Режим – 4	Ti/TiN	Ti-100% Ar, TiN-50% Ar +50% N ₂	202
Режим – 5	Ti/TiN	Ti-100% Ar, TiN-100% N ₂	118
Режим – 6	Ti/TiN	Ti-100% Ar, TiN-100% N ₂	212
Режим – 7	Ti/TiN/Ti	Ti-100% Ar, TiN-50% Ar +50% N ₂	124
Режим – 8	Ti/TiN/Ti	Ti-100% Ar, TiN-50% Ar +50% N ₂	222
Режим – 9	Ti/TiN/Ti	Ti-100% Ar, TiN-100% N ₂	122
Режим – 10	Ti/TiN/Ti	Ti-100% Ar, TiN-100% N ₂	210

Дебелината за всички режими е определяна косвено по масов метод, за което са били използвани свидетелите на режимите – керамични плочки.

След изследване на характеристиките на така получените образци от първа група са реализирани нови образци от втора група, на база режимите с най-добри показатели от първа група – **табл. 2.3.4.**

Таблица 2.3.4.

Основни параметри на реализираните режими за нанасяне на наноструктурирани покрития от втора група.

Режим	Състав на покритието	Газова среда в камерата	Обща дебелина на покритието, nm
Режим – 11	Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	88
Режим – 12	Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	94
Режим – 13	Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	128
Режим – 14	Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	173
Режим – 15	Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	170
Режим – 16	Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	180
Режим – 17	Ti/TiN/ Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	234

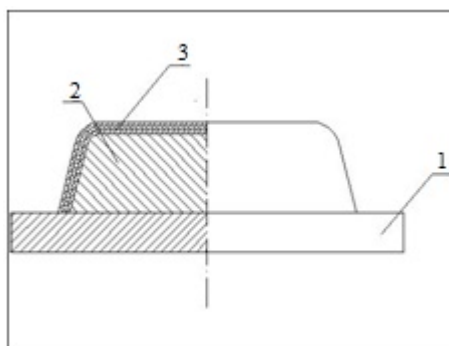
Реализирана е трета група образци – табл. 2.3.6, като реализация са получили отново режимите показали най-добри характеристики във втора група.

Таблица 2.3.6.

Основни параметри на реализираните режими за нанасяне на наноструктурирани покрития от трета група.

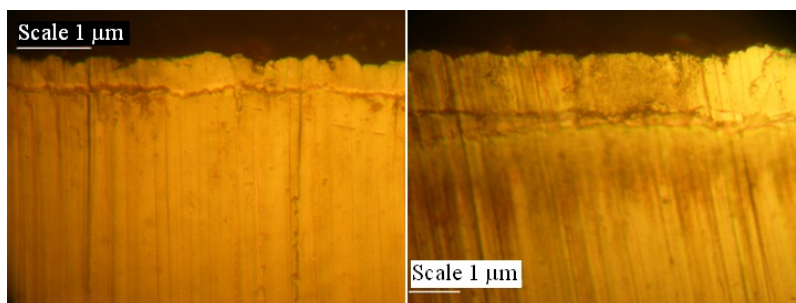
Режим	Състав на покритието	Газова среда в камерата	Обща дебелина на покритието, nm
Режим – 21	Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂	210
Режим – 22	Ti/TiC/Ti/TiC/Ti/TiC	Ti-100% Ar TiC-100% CH ₄	210
Режим – 23	Ti/TiN/Ti/TiC/Ti/TiN	Ti-100% Ar TiN-100% N ₂ TiC-100% CH ₄	210

На **фиг. 2.3.2** е даден общ вид на получените образци.



Фигура 2.3.2. Частичен разрез на контактното тяло на електрически контакт. 1 – тоководеща пластина, 2 - контактното тяло от монолитен материал - сплав на сребро, 3 - трислойно наноструктурирано покритие.

На **фиг. 2.3.3** са показани направените микрошлифове на образците за контактни тела получени в режим 15 и 17.



Фигура 2.3.3. Микрошлифове на образци от режим 15 (дясно) и режим 17 (ляво).

От направените микрошлифове ясно се виждат материала на подложката и отложените наноструктурирани покрития.

2.4 Влияние на технологичните фактори върху процеса на получаване на покритията

Експерименталното нанасяне на наноструктурирани покрития върху контактни тела на електрически контактори КБЕ е проведено в условията на планиран експеримент, доколкото позволяват възможностите на използваната за експериментите вакуумна инсталация.

Първа група експерименти

Първата група експерименти е проведена в условията на 3-факторен планиран експеримент, при пълно комбиниране на факторите (пълно факторен експеримент) за определяне на влиянието на някои технологични фактори върху дебелината на получаваното покритие. За изследването са избрани следните фактори:

- Състав на покритието – брой на нанесените слоеве Ti и TiN;
- Състав на газовата среда в работната камера при постоянно налягане от 0.2 Pa;
- Общо време на нанасяне на покритието.

За всеки фактор са избрани по 2 количествени нива, стойностите на които са представени в табл. 2.4.1. Според избрания план на експеримента са реализирани 8 режима при различни комбинации на нивата на избраните фактори.

Таблица 2.4.1.

Количествени нива на избраните фактори на експеримента.

Фактори на експеримента	Горно ниво +1	Долно ниво -1
X1 - Състав на покритието – брой на нанесените слоеве Ti и TiN	3 – Ti/TiN/Ti	2 – Ti/TiN
X2 - Състав на газовата среда в работната камера	1- Ti-100% Ar, TiN-100% N ₂	0.5 - Ti-100% Ar, TiN-50% Ar +50% N ₂
X3 - Общо време на нанасяне на покритието, sec	200	120

Втора група експерименти

Втората група експерименти е проведена в условията на 3-факторен планиран експеримент при непълно комбиниране на факторите (случаен план) за определяне на влиянието на някои технологични фактори върху дебелината на получаваното покритие. Избрани следните фактори:

- Състав на покритието – брой на нанесените слоеве Ti и TiN;
- Налягане на подавания азот в газовата среда на работната камера при постоянно налягане от 0.2 Pa на подавания аргон.
- Общо време на нанасяне на покритието.

За първи и трети фактор са избрани по 3 количествени нива, а за втория – 2 количествени нива, стойностите на които са представени в табл. 2.4.3. Според избрания план на експеримента са реализирани 6 режима при различни комбинации на нивата на избраните фактори.

Таблица 2.4.4.

Количествени нива на избраните фактори на експеримента.

Фактори на експеримента	Горно ниво +1	Средно ниво 0	Долно ниво -1
X1 - Състав на покритието – брой на нанесените слоеве Ti и TiN	8 – Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN/ Ti/TiN	6 – Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN	4 – Ti/TiN/Ti/TiN
X2 - Налягане на подавания азот в газовата среда на работната камера, Pa	0.7	–	0.2
X3 – Общо време на нанасяне на покритието, sec	160	120	80

Образците реализирани в трета група, не представляват планиран експеримент. Режимите от тази група са избрани на база най-добри показатели получени при изследването на отделните режими от първа и втора група и възможността за отлагане на слоеве от TiC.

2.5 Анализи и изводи

Съчетаването на два метода за отлагане на тънкослойни покрития в една вакуумна камера увеличава възможностите за регулиране на характеристиките на получените покрития, както и за съвместяване на качествата на покритията от двата метода. Инсталацията позволява регулирането на основни параметри, като налягане и тип на работните газове, потенциал и температура на подложката, ток на електродъговия изпарител, време на отлагане и други, даващи възможност за отлагане на покрития с разнообразни свойства и характеристики. Инсталацията позволява получаването на покрития с различна слоистост или така наречените свръх решетки.

Поради малките геометрични размери и сложната форма на контактните тела, покритията са отлагани едновременно върху свидетели, керамични плочки. Преди отлагане на покритията е разработен план на експеримента с цел вариране на избраните фактори и получаването на образци с различни параметри на покритията. Получени са две групи образци, на база планиран експеримент и трета група на база режимите показали най-добри показатели при проведените изследвания върху образците от първите две групи.

Глава III. Методики и резултати от изследване на получените покрития.

3.1 Наноиндентирание и тест на надраскване

Съгласно изискванията (глава I) към контактните тела и отложените наноструктурирани покрития върху образците е необходимо последните да бъдат подложени на различни по характер изследвания за установяване на характеристиките на покритията. Извършени са наноиндентирание и наноизмерване. Чрез наноиндентирание е установена композитната твърдост на системата „покритие-подложка”, а чрез наноизмерване е измерена качествено адхезията на покритията, тяхната еластичност, пластичност и др. Използваната апаратура е Compact Platform CPX (MHT/NHT) на фирма CSM Instruments, Швейцария с

диамантен индентор Berkovich за наноиндентирането и с индентор тип Rockwell с радиус $200 \mu\text{m}$ за теста на надрасване.

Преди същинското измерване на твърдостта на образците е направена серия от измервания за определяне на оптималното натоварване, което да бъде приложено. При тестовете са взети предвид две основни характеристики на покритията – дебелина на изследвания слой и грапавост на покритието. Предвид резултатите от направените тестови измервания и голямата грапавост е определена оптималната, по отношение на точност, сила на натоварване за наноиндентиране – 5 mN . Изследвани са шест образци от реализираните във втора група режими. Получените резултати са дадени в табл. 3.3.

Таблица 3.3.

Резултати от наноиндентирането.

Образец	Твърдост H , GPa	Твърдост по Викерс	Модул на еластичност E , GPa	Максимално натоварване F_{max} , mN	P_{dmax} , nm	h_f , nm
Подложка Al_2O_3	2.197	203.49	104.44	5.03	320	240
Режим – 11	7.691	712.3	374.29	5.03	164	124
Режим – 12	19.431	1779.5	318.56	5.02	113	60
Режим – 13	4.967	460	194.33	5.04	210	150
Режим – 14	12.195	1129.4	185.48	5.04	145	76
Режим – 15	3.153	292.01	131.19	5.02	266	230
Режим – 16	4.791	443.71	143.75	5.04	220	170

P_{dmax} – максимална дълбочина на проникване; h_f – дълбочина на отпечатъка.

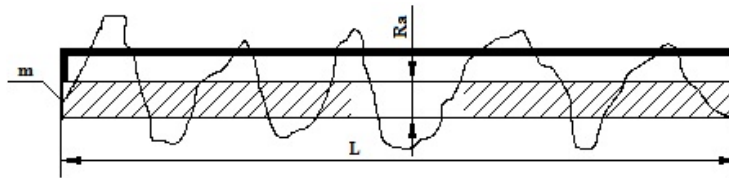
При измерванията е установено, че грапава е повърхността на подложката, а слоевете са достатъчно тънки за да „маскират“ част от тази грапавост. За такъв вид повърхности се препоръчва микроиндентиране, но то не е подходящо в конкретния случай, поради малката дебелина на слоевете. Тъй като при така избраното натоварване 5 mN инденторът прониква на дълбочина, по-голяма от дебелината на покритието, трябва да се говори за композитна твърдост. Голямото съотношение E/H предполага, че в нея протичат предимно пластични деформации. Следователно контактът при индентирането е предимно пластичен, което се потвърждава и от неголямата разлика в максималната дълбочина на проникване и дълбочината на отпечатъка.

На качествена оценка на адхезията са подложени образци от режими 12, 14 и 16. Изследването е проведено при прогресивен тест на надрасване (Scratch progressive), като диапазонът на натоварване е $1-30 \text{ N}$. Дължината на следата при всички измервания е 3 mm , а скоростта на натоварване 0.51 N/min .

3.2 Топография и морфология на покритията

Грапавостта на електрическите контакти влияе пряко върху качествата им. Грапавостта допринася в значителна степен за трибологичните параметри, съпротивлението на прехода и други параметри на контактите. За изследване топографията и морфологията на покритията са извършени няколко различни по характер изследвания.

За количествена оценка на грапавостта, в практиката са утвърдени три параметъра: R_a – средноаритметично отклонение от средната линия на профила; R_z – височина на грапавините по десет точки; R_{max} – максимална височина на грапавините **фиг. 3.2.1**.

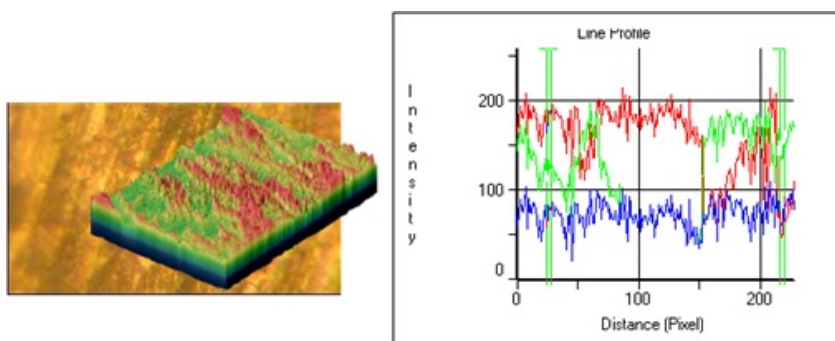


Фигура 3.2.1. Графично представяне на R_a .

С цел изследване на получените образци с отложени наноразмерни покрития и определяне на топографията и микроструктурата е направен металографски анализ на повърхността на покритията на образци от първа група.

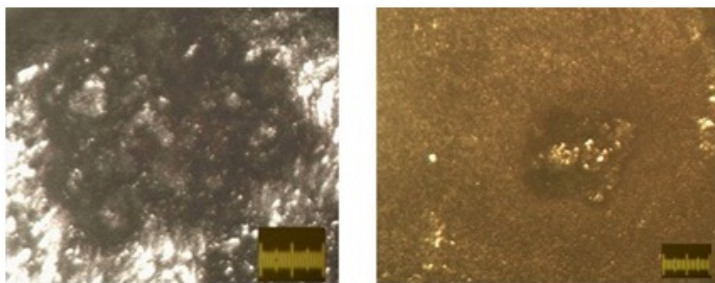
Използваната апаратура е металографски микроскоп тип *ZEISS JENA – Neophot 21*, при увеличение $\times 800$ и $\times 1000$. Дигиталните снимки на цифровизирания образ на повърхността са обработени с два вида програмни продукта – *Image Pro Plus* и *Image J*.

На база получените данни от дигиталните снимки и обработка с продукта *Image J* са изведени цифровите стойности на грапавостта за образци с отложени покрития от режим – 1. Според тях след преизчисляване на параметър R_a получените наноструктурирани покрития са с 7 - 8 клас ($1.2 \div 0.6 \mu\text{m}$) на грапавост. На **фиг. 3.2.8** е показана примерна визуализация на получена дигитална снимка за образец от режим – 1.



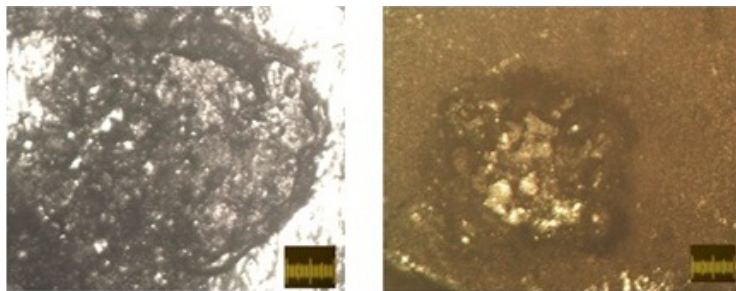
Фигура 3.2.8. Топография на образец от режим – 1 с покритие от Ti, представена в 3D-Surface-plot и Profile line на *Image Pro Plus*.

Също така е проведено изследване на микроструктурата след циклична износоустойчивост и след калотест. Контактни тела от трета група образци (**глава II, т. 2.3**) в режим – 21 с шест слойно покритие от вида Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN са подложени на тестове за изследване на циклична износоустойчивост. За целта са направени снимки на повърхността на контакти без покритие и такива с покритие отложено в режим – 21, след определен брой комутационни цикли – **фиг. 3.2.16÷18**.

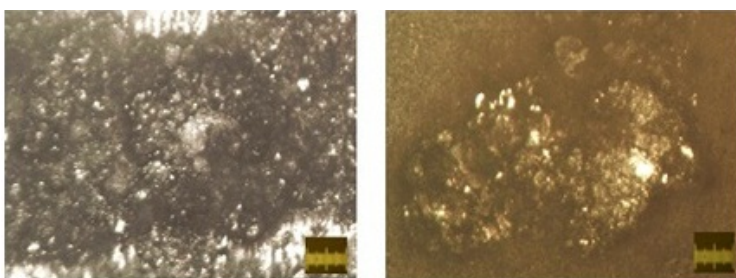


Фиг. 3.2.16. Топография на повърхността на контакт без покритие (ляво) и контакт от

режим – 21 (дясно), след проведен тест за износоустойчивост – 10 комутации.



Фиг. 3.2.17. Топография на повърхността на контакт без покритие (ляво) и контакт от режим – 21 (дясно), след проведен тест за износоустойчивост – 100 комутации.

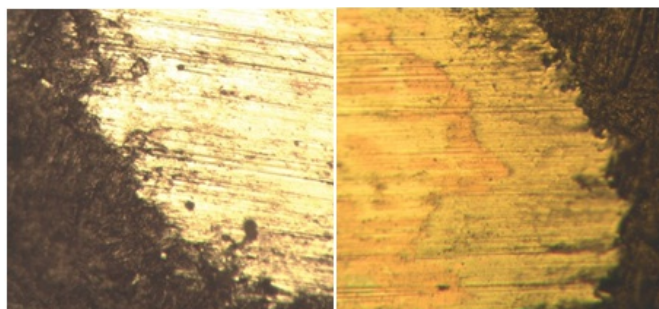


Фиг. 3.2.18. Топография на повърхността на контакт без покритие (ляво) и контакт от режим – 21 (дясно), след проведен тест за износоустойчивост – 1000 комутации.

Образци от режим – 21 показват много по-добри механични характеристики спрямо контактни тела на контактор К6Е без покритие. Кратерите от износването на покрития образец видимо са в пъти по-малки, както в дълбочина, така и като площ.

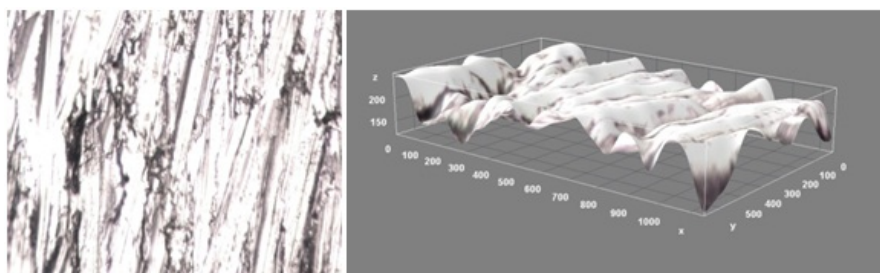
Изследването на микроструктурата след калотест е проведено, чрез така нареченият “Ball-wear” метод с уред *CSEM – Calotest*, Швейцария. Практически калотестирането се използва предимно за определяне на дебелина на покрития. В случая обаче, поради много малката дебелина на слоевете се налага използване на кос шлиф. Такава възможност предлага по същество изследването с калотест, защото получената картина в кратера на износването представлява кос шлиф с променлив ъгъл. Изследването в случая е използвано освен за контролно определяне на дебелината на покритието, но и за наблюдаване микроструктурата на слоевете.

Изследван е образец от режим – 21 от трета група образци с шест слойно покритие от *Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN*. Снимкови резултати от проведеното изследване са дадени на **фиг. 3.2.21.**



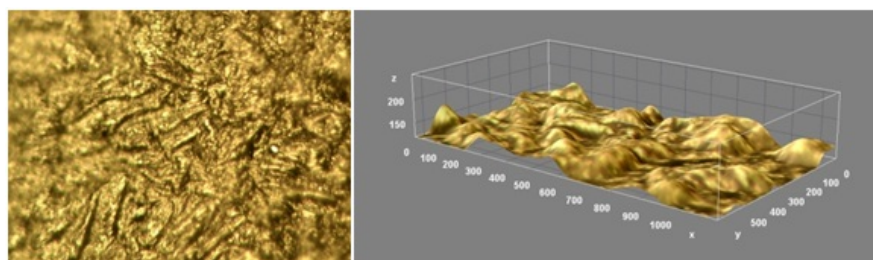
Фигура 3.2.21. Микроструктура на повърхността и в отпечатъка, след калотест: а) без проявяване; б) след проявяване с реактив 4% разтвор на HNO_3 . (x 500).

С помощта на програмния продукт *Image Pro Plus* е направена моделна топография на повърхността на образците преди и след нанасяне на покритията.



Фигура 3.2.22. Топография преди нанасяне на покритието – действителна (ляво), моделна (дясно).

На **фиг. 3.2.22** е дадена снимка на действителната и моделна топография на образец преди нанасяне на покритие. Докато на **фиг. 3.2.23** е дадена снимка на топографията след нанасяне на покритието. Снимките са направени с фотокамера Zeiss PhotoScope при увеличение от 800 пъти.



Фигура 3.2.23. Топография след нанасяне на покритие от TiN – действителна (ляво), моделна (дясно).

Според снимките, видимата грапавост на контактите R_z е под 5 ÷ 6 клас ($5 \div 6 \mu\text{m}$) грапавостта на покритията не е измервана директно, поради твърде малките геометрични размери на обектите. Топографията на покритията зависи основно от фазовия състав на повърхностния слой, температурата и времето на отлагане. За отложените върху контактни тела, на контактори тип КБЕ покрития, не могат да бъдат направени еднозначни заключения относно връзката между тези фактори и топографията на покритията.

3.3 Рентгеноструктурен анализ

Рентгеноструктурният анализ е проведен с помощта на дифрактометър „URD – 6”, Präzisionsmechanik - Freiburg”, Германия за образец от режим – 21, с шестслойно покритие Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN от трета група образци. Използвано е $Fe - K_{\alpha}$ лъчение (меки лъчи) с дължина на вълната $\lambda = 1.93728 \text{ [Å]}$. Коефициентът на текстурованост е пресметнат по зависимостта:

$$\delta_{(hkl)} = \frac{I_{e1}^{(hkl)} / I_{t1}^{(hkl)}}{\sum_{i=1}^n \left\{ I_{ei}^{(hkl)} / I_{ti}^{(hkl)} \right\}}$$

където:

$I_{e1}^{(hkl)}$ - експериментална стойност на интензитета на съответния пик на изследваната фаза;

$I_{t1}^{(hkl)}$ - таблична стойност на интензитета на съответния пик на изследваната фаза;

$I_{ei}^{(hkl)}$ - експериментални стойности на интензитетите на всички пикове на изследваната фаза, открити в дадената рентгенограма;

$I_{ti}^{(hkl)}$ - таблични стойности на интензитетите на всички пикове на изследваната фаза, открити в дадената рентгенограма;

n - брой на излезлите пикове на изследваната фаза в дадената рентгенограма.

С данните от рентгеноструктурния анализ е определен и коефициентът на текстурованост **фиг. 3.3.3.**

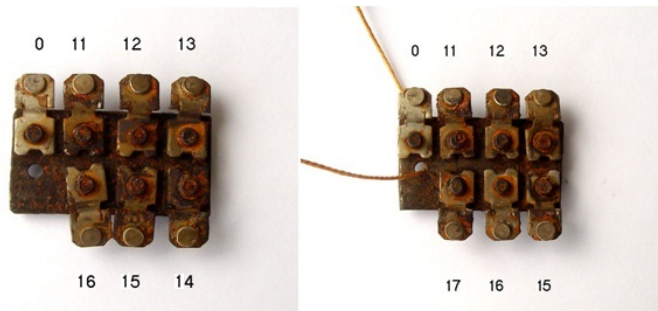


Фигура 3.3.3. Пресметнат коефициент на текстурованост.

3.4 Корозионна устойчивост

Изпитването на пробните тела е извършено в Аерозолна камера Aerosol-Korrosionsprufkammera Type 1000 - Швейцария съгласно стандарти БДС EN ISO 7384:1996 и БДС EN ISO 9227:2007 в среда на неутрална солена мъгла – 5 % NaCl, температура $T = 35.0 \text{ }^{\circ}\text{C}$, pH на събрания разтвор в границите от 6,5 до 7,2 при 25°C и продължителност на въздействието 100 часа. На изследване са подложени образци получени и описани в **глава**

II, т. 2.3 от втора група, в това число и образци на контакти без покритие. След изтичане на времето за изпитване (100 часа), образците имат вида показан на **фиг. 3.4.3**.



Фигура 3.4.3. Образци на контактни пластини след подлагането им на изпитание за време от 100 часа в среда на неутрална солена мъгла.

Оценката на покритията е направена съгласно стандарт БДС EN ISO 10289:2006. Най-общо за покритията на пробните образци може да се каже, че всички те са без изменение (дефект), имат само различна степен на потъмняване без видима корозия на покритието.

3.5 Анализи и изводи

Изследването чрез наноиндентирание показва една значително сложна картина. Това се дължи основно на многослойността на получените покрития и на това, че предходен слой се явява подложка за следващия. Високата грапавост на покритията налага увеличаване на силата на натиск, докато малката дебелина на покритията изисква нейното намаляване, с цел спазване на изискването $h > R_a$, $h/R_a > 1$ и $h < 0.1\delta$. Поради голямото разсейване при спазване на изискването проникването да е по-голямо от грапавостта на покритията, силата на натиск е увеличена до 5 mN . Това налага да се говори за композитна твърдост на покритието и подложката. При изследване на получените покрития, въпреки очакванията за увеличаване, с увеличаване на броя слоеве се наблюдава намаляване на твърдостта.

Изследването на топографията и морфологията на получените покрития, показва влиянието на използвания при отлагането метод и характерната за него по-едра зърненост. Продължителното високотемпературно въздействие върху покритията, чрез искров разряд, води в значителна степен до тяхното разрушаване. В същото време, получените резултати за циклична износоустойчивост, на образци с наноструктурирани покрития, сочат подобрени характеристики.

От проведения калотест (Calo-wear test) се съди, че покритията са с много добра абразивна износоустойчивост. Отложените покрития са с добра адхезия, като по всяка вероятност се наблюдава микродифузионна връзка към подложката.

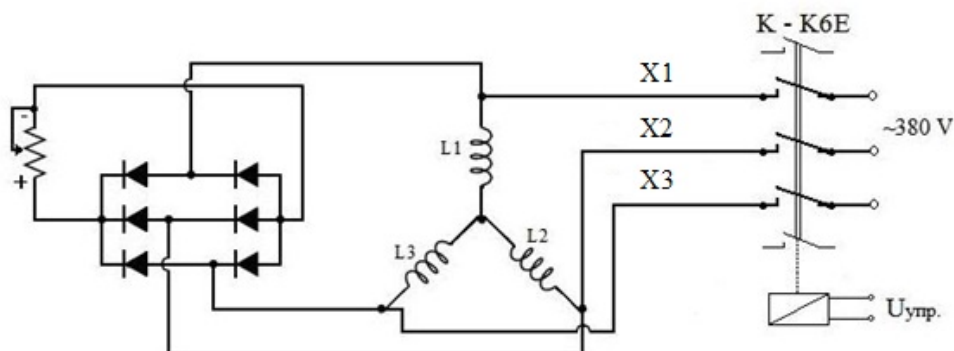
Провеждането на рентгеноструктурен анализ е затруднено поради твърде малката дебелина на покритието. Въпреки това, са открити линии освен на TiN , така и на $\alpha - Ti$ и Ti_2N , най-вероятно поради легираност на фазите. От направения анализ за текстурата на фазата TiN по направление (200) и (111) се очаква, че твърдостта на покритията няма да бъде много висока.

Изпитването на получените образци в солена мъгла за време 100 часа, показва много добра корозионна устойчивост. Въпреки това, за провеждането на по-пълно изследване, следва да се знаят конкретните условия на работа и в зависимост от това образците да се подложат на съответните моделни тестове за устойчивост.

Глава IV. Изследване на електрическите показатели на опитните образци.

4.1 Електрическо износване на контактни тела на електромагнитен контактор К6Е с нанесени наноструктурирани покрития

За извършване на необходимия брой комутационни цикли е използвана схемата показана на **фиг. 4.1.1.** при номинални за контактора стойности на тока и напрежението и съобразно стандартизационните документи.



Фигура 4.1.1. Схема на изпитване.

Времето за протичане на тока след всяко включване трябва да е не по-малко от времето на вибрации на контактните системи при включване в зададените условия. В същото време броят на комутациите съгласно стандартите е избран съответно 1000 комутации за един час. За получаване на зададените стойности на тока, времеконстантата или фактора на мощността в изпитвателната верига последователно на изпитвания апарат се включват регулируеми реактори и реостати. За режим АС1, препоръчителният фактор на мощността в изпитвателната верига е $\cos \varphi = 0,95$, като в случая изпитванията са проведени при потезки условия, при $\cos \varphi = 0,65$.

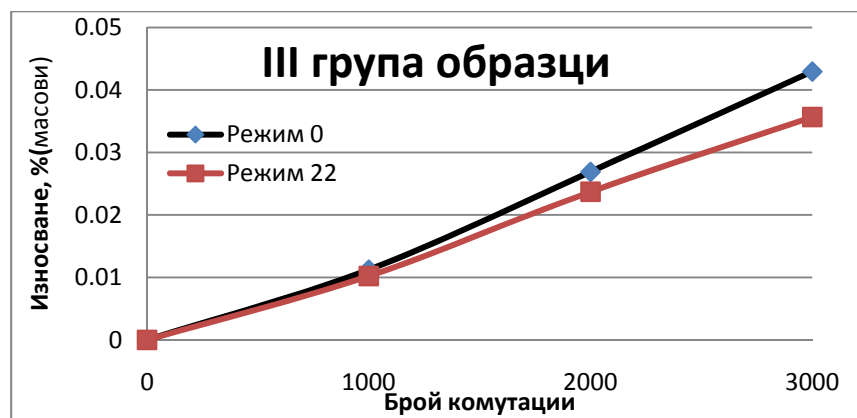
За измерване масата на контактите преди и след определения брой комутации е използвана високо точна аналитична везна **KERN ABJ 80-4M** - **фиг. 4.1.4.** За намаляване влиянието на факторите на околната среда върху измервателната везна и получените резултати е разработена процедура, методика за отчитане на масата.

Преди всяко отчитане се измерва масата на еталонна тежест с маса от порядъка на тази на контактите. За по-голяма достоверност, при експериментите се провеждат три измервания, при което се определя средната аритметична стойност.



Фигура 4.1.4. Аналитична везна KERN ABJ 80-4M.

Получените резултати са изобразени графично, както е показано на **фиг. 4.1.13**, за всички режими.

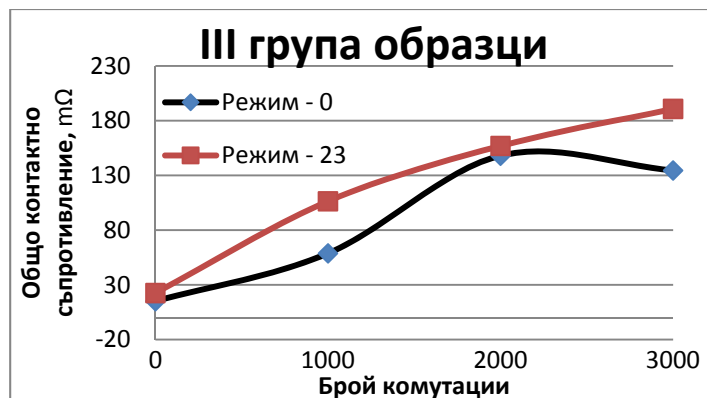


Фигура 4.1.13. Начално електрическо износване на контактни тела с отложени тънкослойни покрития, в проценти спрямо собствената маса. (Режим 0 – без покритие; Режим 21 с покритие Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN с обща дебелина 210 nm и отложено в среда от 100 % Ag за Ti и 100 % N₂ за TiN.)

На **фиг. 4.1.13** са дадени графично резултатите от износването за образци на контакти от режим – 22 с шест слойно покритие, сравнени с резултатите за образци без покритие режим – 0.

4.2 Съпротивление на прехода

Изследваните образци на контактни тела са изработени от композит сребро-кадмиев оксиди Ag-CdO, като върху тях са отложени покритията посочени в **глава II, т. 2.3**. Наноструктурираните покрития от типа титан Ti, титанов нитрид TiN, титанов карбид TiC са с висока износоустойчивост и корозионна устойчивост и практически отстраняват проблема с окисляване на контактните тела. В същото време последните притежават по-слаба електропроводимост в сравнение с основния материал на контактите – сребро-кадмиев оксид, както и значително по-голяма микротвърдост. В хода на експериментите е използван високоточен мили-омметър (*GW Instek GOM-802*) осъществяващ измерванията, чрез четирипроводниково свързване предложено от американската фирма Keithley Instruments, представляващо разновидност на метода на Келвин. Съгласно техническите изисквания на мили-омметъра, последният се включва 30 минути преди започване на експериментите до достигане на нормален работен режим. При свързване на крайниците на уреда при измерване е необходимо време на изчакване в рамките на 1 минута, за установяване на крайната стойност на съпротивлението. Тъй като всеки контактор К6-Е разполага с три двойки главни контакти и за получаване на по-достоверни данни, за средната стойност на контактното съпротивление на прехода са провеждани по три опита за всяка двойка контакти.

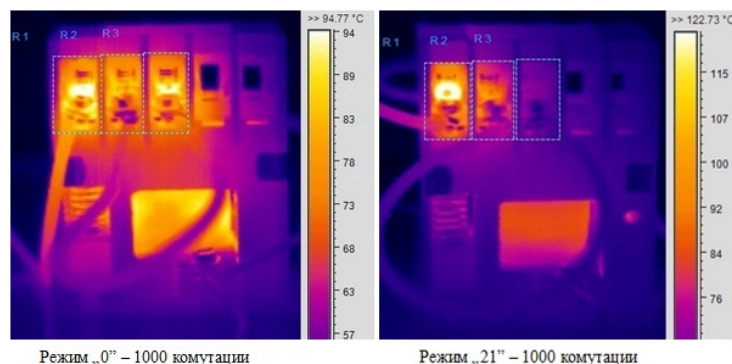


Фигура 4.2.10. Средни стойности на общото контактно съпротивление на образци на електрически контакти. (Режим 0 – без покритие; Режим 23 с покритие от Ti/TiN/Ti/TiC/Ti/TiN с обща дебелина 210 nm, отложено в среда от 100% Ar за Ti, 100 % N₂ за TiN и 100 % CH₄ за TiC.)

Получените експериментални резултати за всеки от изследваните режими са дадени, както е показано на **фиг. 4.2.10**. На фигурата е дадена зависимостта на общото контактно съпротивление във функция от проведения брой контактни цикли за образци от режими – 23 (с шест слойно покритие) и режим – 0 (без покритие).

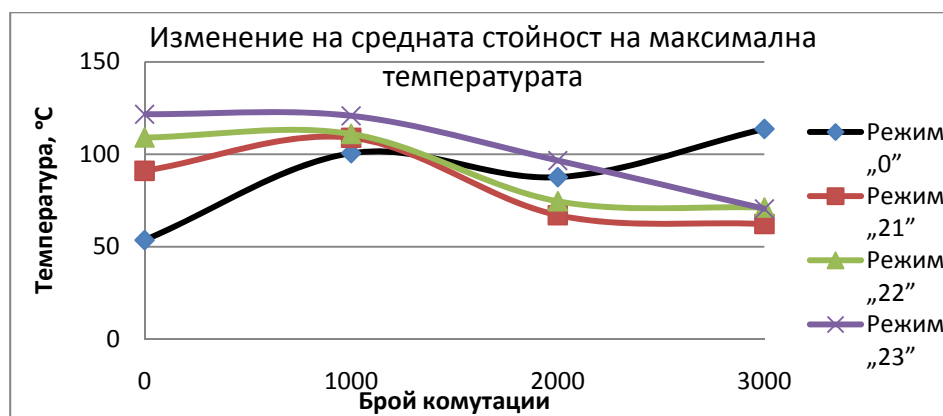
4.3 Температура на контактите в установен режим

Целта на изследването е да се определи изменението на установената температура, а не абсолютната стойност. За това е важно нагряването на изпитваните контакти да се извършва при еднакви условия (околна среда и параметри на електрическата верига). Това е решено, като главните контакти на контакторите са свързани последователно. Стойността на тока е избрана $I \approx 4A$, а времето за установяване на температурата $t_{уст} = 1час$. За сравняване на получените резултати и промяната на температурата настъпваща в хода на работа се правят термовизионни снимки преди комутации, след 1000, 2000 и след 3000 комутационни цикъла. Измерванията са направени с термо камера тип – **Trotec IC 120 LV**, при околна температура $t_{ок.} = 22 \div 24^{\circ}C$. За коефициент на емисия на тоководещите части е приет $\varepsilon = 0.77$, съгласно инструкциите за ползване на камерата. На експеримента са подложени образци от последната, трета група контактни тела с отложени наноструктурирани покрития.



Фигура 4.3.5. Термо-визионни снимки на контактите, след 1000 отработени комутации. (Режим 0 – без покритие; Режими 21 с покритие Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN, с обща дебелина от 210 nm и отложено в среда 100% Ag за Ti и 100 % N₂ за TiN.)

Получените термовизионни снимки имат вида показан на **фиг. 4.3.5**. На фигурата са показани контактори в установен режим с образци от режим – 0 (без покритие) и образци от режим – 21 (с шест слойно покритие), след отработени 1000 комутации.



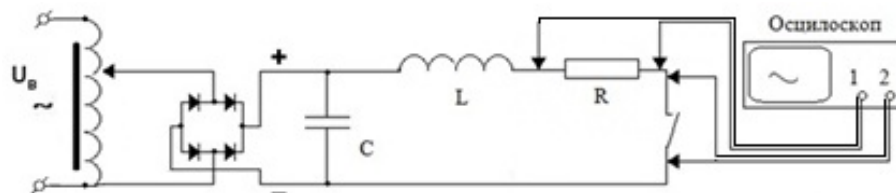
Фигура 4.3.8. Обобщени графични резултати от изследването. (Режим 0 – без покритие; Режими 21, 22 и 23 с покрития съответно Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN, Ti/TiC/Ti/TiC/Ti/TiC и Ti/TiN/Ti/TiC/Ti/TiN, с общи дебелини от 210 nm и отложени в среда 100% Ag за Ti, 100 % N₂ за TiN и 100 % CH₄ за TiC.)

Построена е обобщена графика на средната максимална стойност на температурата в установено състояние за всеки от режимите във функция от броя отработени комутации – **фиг. 4.3.8**.

4.4 Продължителност на горене на електрическата дъга при отваряне на контактите

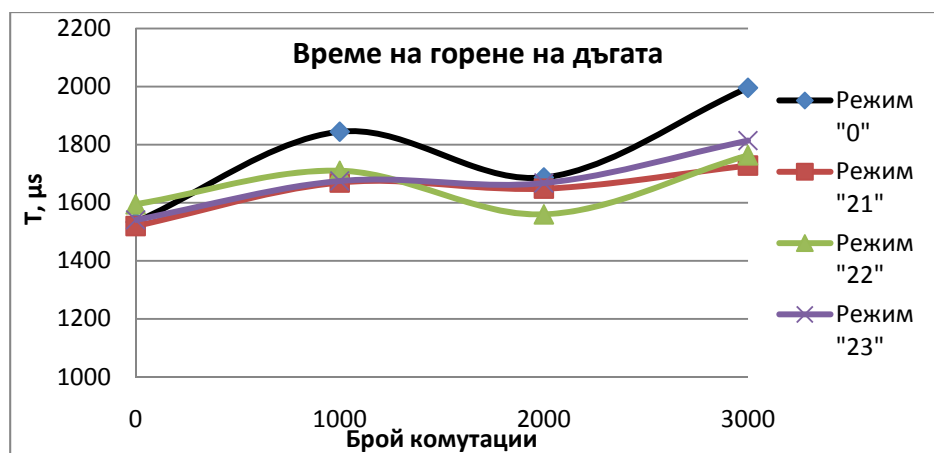
При изследване на времето на горене на дъгата при отваряне на контактите при променлив ток влияние върху резултатите оказват редица фактори. Особено важен е момента на отваряне на контактите спрямо синусоидата на протичащия ток. Тъй като за целите на дисертацията интерес представлява сравняването на времето за горене на дъгата е необходимо да се създадат еднакви условия на изпитване. Поради тази причина изпитването се провежда при постоянен ток $I = 5A$ и понижено напрежение $U = 18.5V$, достатъчно за

възникване на дъгов процес. При следене на неизменни параметрите в електрическата верига се дава възможност за сравняване на времето за горене на дъгата спрямо отделните контакти - с и без покритие, както и изменението на последното в процеса на експлоатация на контактите. С помощта на двуканален осцилоскоп по схемата показана на **фиг. 4.4.1** са заснети по 18 процеса на горене на дъга за всеки контактор с образци от трета група режими, преди комутация както и след 1000, 2000 и 3000 комутации.



Фигура 4.4.1. Схемата за записване на преходния процес при отваряне на контактите на контактор КБЕ.

Тъй като всеки процес записан от единия канал на осцилоскопа в табличен вид съдържа 4000 стойности, при обработката им възниква нуждата от програмен продукт, като за целта е използван Matlab.



Фигура 4.4.7. Графика на усреднените стойности на времето за горене на дъгата на контакти с различен материал на покритието в зависимост от броя на отработените комутационни цикли. (Режим 0 – без покритие; Режими 21, 22 и 23 с покрития съответно Ti/TiN/Ti/TiN/Ti/TiN, Ti/TiC/Ti/TiC/Ti/TiC и Ti/TiN/Ti/TiC/Ti/TiN, с общи дебелини от 210 nm и отложени в среда 100% Ag за Ti, 100 % N₂ за TiN и 100 % CH₄ за TiC.)

Получените експериментални резултати са обобщени и представени графично на **фиг. 4.4.7**. Графиката показва зависимостта на времето за горене на дъгата при отваряне на контактите във функция от броя отработени комутации.

4.5 Анализи и изводи

С цел изследване електрическите характеристики на получените образци, контактни тела, с отложени наноструктурирани покрития, са разработени методики и лабораторни стендове за тяхното изследване. Поради невъзможността за изследване на последните три,

едновременно с изпитване на електрическото износване, изследванията са провеждани преди и след определен брой комутационни цикли.

В разработването на методиката и лабораторния стенд за изследване на електрическото износване са взети под внимание стандартизационните документи. Повторяемостта на получените резултати дава основание да се съди за качествата на методиката и стенда. От проведените експерименти може да се заключи, че за почти всички контакти с отложено покритие, се наблюдава намаляване на началното електрическо износване, за разглеждания брой комутации.

При изследване на контактното съпротивление на прехода се наблюдават значителни разлики, дължащи се както на производствени отклонения, така и на многобройните фактори влияещи върху контактното съпротивление на прехода. С цел понижаване на получаваните разликите, при бъдещи изследвания следва да се използва микро ом-метър с по-голям ток на измерване. Въпреки това от получените резултати може да се заключи, че отложените наноструктурирани покрития не оказват съществено влияние върху контактното съпротивление на прехода.

Разработен е стенд за едновременно изследване на температурата на контактите в установен режим. Получените резултатите показват, че след първоначалните работни цикли, температурата в установен режим за контакти с отложени покрития намалява, докато тази на образци без покритие нараства. С допълнителното нарастване на работните цикли, се очаква процес на изравняване на температурите за контакти с и без покритие.

Резултатите от изследването на времето за горене на дъгата при отваряне на контактите, сочат по-слаба зависимост във функция на броя отработени комутации за образци с отложено наноструктурирано покритие. Най-добри резултати са получени при свръхрешетки от типа Ti/TiN – режим 21, показващи най-слаба зависимост.

Глава V. Общи изводи и заключения от дисертацията

В настоящия дисертационен труд са анализирани и систематизирани някои дискуссионни научни и технологични въпроси относно приложението на наноструктурирани покрития от типа Ti/TiN, Ti/TiC и Ti/TiN/TiC върху контакти на електрически апарати за подобряване на тяхната електрическа износоустойчивост и корозионна устойчивост. Разгледани са възможностите за тяхното използване в различни работни условия на електрическите контакти.

Създадена и успешно експериментирана е нова технология за отлагане на наноструктурирани покрития (от 1 до 3 слоя) и наноструктурирани свръхрешетки (от 4 до 10 слоя) с различна дебелина, брой слоеве, състав на покритието (Ti/TiN, Ti/TiC или Ti/TiN/TiC) върху контактни тела от композит Ag/CdO на контакти на електрически апарати (контактори тип КБЕ). Използвана е съществуваща модернизирана вакуумна инсталация тип ВИМ-МР/ЕДИ, позволяваща работата едновременно и по отделно на два вида изпарители – магнетронен и електродъгов.

Доказани и обосновани са използваните технологични параметри и тяхното влияние върху процеса на получаване на твърди, износо- и корозионноустойчиви наноструктурирани покрития и свръхрешетки от типа Ti/TiN, Ti/TiC и Ti/TiN/TiC върху контакти на електрически апарати. Избрани са параметри на технологичния процес, позволяващи регулиране и определящи в основна степен вида на отложените покритията. На база проведените планирани експерименти и получените покрития е изследвано влиянието на технологичните фактори върху характеристиките на получените образци.

Определени са микротвърдостта и адхезията на покритията чрез наноиндентирание и тест на надраскване. Анализът на получените резултати за отделните образци показва, че измерването дава една значително сложна картина, поради многослойността на покритията и факта, че всеки следващ подслой се явява на практика подложка на предходния. При определяне на твърдостта, чрез непрекъснато проникване на наноиндентор независимо от неговата форма (Викерс или Беркович) е определен и приведения модул на Юнг – E^* .

Определена е твърдостта на получените покрития. Експериментално е доказано, че с увеличаване броя на слоевете се очертава макар и не толкова значима тенденция за нейното намаляване, въпреки че би трябвало увеличаването броя на слоевете, респективно увеличаване броя на границите между тях, да е предпоставка за натрупване на по-големи напрежения и деформации, увеличаващи твърдостта. Причините за това са както в химичния състав и коефициента на текстурираност на отложените слоеве, така и в тяхното дялово участие в общата дебелина на покритието. Еднослойните TiN покрития с намалено количество азот (т.е. подстехиометричен състав) имат по-висока твърдост, намаляваща при покрития с увеличено количество азот (т.е. надстехиометричен състав).

Имайки предвид метода на отлагане на наноструктурираните покрития – електродъгово изпаряване и малката дебелина на покритията, практически копиращи релефа на подложката, получените покрития са с относително висока грапавост. Това се наблюдава както при контактите, така и при свидетелите на режимите (керамичните плочки) с ниска изходна грапавина. Експериментално е доказано, че получената по-висока грапавост не оказва негативно влияние върху поведението на контактите поради характера на контактуване на контактите (многоточков) и факта, че за по-ниско контактно съпротивление на прехода е необходимо контактите да са с грапавост в определени граници.

Доказано е, че отложените върху образците покрития са с микродифузионна връзка към подложката.

Получени са потвърдителни факти за известната от литературата висока корозионна устойчивост на покрития от типа Ti/TiN. Експериментално е доказано, че всички изследвани образци са устойчиви на солена мъгла за време 100 часа и напълно отговарят на изискванията на стандарт БДС EN ISO 10289:2006 – Методи за изпитване на корозия на метални и други неорганични покрития върху метални подложки. Оценка на образци и продукти, подложени на корозионни изпитвания (ISO 10289:1999).

Разработена е методика и е създаден лабораторен стенд за изследване на електрическата износоустойчивост на получените опитни образци контакти на електрически апарати (контактори К6Е). От проведените експериментални изследвания може да се заключи, че разработената методика за изпитване на електрическата износоустойчивост е добра, което се потвърждава от повторемостта на получените резултати. Получени са нови факти, доказващи, че с изключение на два от режимите, всички изследвани образци с отложени наноструктурирани покрития имат понижено електрическо износване за разглеждания диапазон работни комутации.

Установени са съществени разлики, както между общото контактно съпротивление на контактите на един и същ контактор, така и между отделните изследвани контактори. Това се обяснява с многобройните фактори, които влияят на контактното съпротивление на прехода и технологичните отклонения при производството на отделните изследвани контактори, които са от различни производствени партии. Получени са потвърдителни факти, потвърждаващи очакванията нанесените наноструктурирани свръхрешетки да не променят чувствително относителното контактно съпротивление поради малката дебелина на покритието. Нарастването на относителното преходно контактно съпротивление в зависимост от броя отработени

комутационни цикли е с по-ниска скорост при по-дебелите покрития като това се обяснява с по-високата електрическа износоустойчивост на контактите с тези покрития.

Разработена е методика и е създадена лабораторна установка за сравняване на температурата на контактите на електрически апарати в установено работно състояние. Апаратите са изпитани едновременно за получаване на достоверност при сравняване. Получени са нови факти, показващи, че в началния момент на изследването получените опитни образци с отложени наноструктурирани покрития показват повишена работна температура в установено състояние, спрямо тези без покрития. В хода на експеримента, за разглеждания диапазон (0-3000 комутации) с нарастване на отработените комутации, температурата на контактите с покритие намалява, докато тази на контакти без покритие нараства. От получените експериментални резултати може да се заключи, че при последващо нарастване на броя отработени комутации, температурата на контактите с и без покритие ще се установи условно в два полюса, като преимуществено по-ниска температура ще заемат тези с отложено наноструктурирано покритие.

Изследвано е времето за горене на електрическата дъга, при отваряне на контактите на контактори КБЕ. Получени са нови факти, доказващи, че електрическите контакти с нанесени наноструктурирани покрития показват по-слаба зависимост на времето за горене на дъгата от броя отработени комутационни цикли, спрямо тези без покритие. Най-добри резултати са получени при свръхрешетки от типа Ti/TiN, показващи най-малка зависимост на времето за горене на дъгата, при нарастване на броя комутации. Най-слабо относителното намаляване в продължителността на горене на дъгата, спрямо контактите с отложени покрития, се наблюдава при карбонитридните свръхрешетки от типа Ti/TiN/TiC.

Създадени са методологически основи за изследване на нови материали (наноструктурирани свръхрешетки), разработени с нови технологии (приложение на наноструктурирани покрития и свръхрешетки от типа Ti/TiN, Ti/TiC и Ti/TiN/TiC върху контакти от композит Ag/CdO), оценени качествено и количествено и подходящи за създаване на нови контакти на електрически апарати. Оригиналността на разработените контакти е потвърдена с патент за полезен модел.

Основни изводи и предложения за практиката

Предложеният в дисертационния труд подход за понижаване на електрическото износване на електрически контакти чрез отлагане на наноструктурирани покрития, дава реална възможност за преодоляване на достигнатите ограничения на използваните конвенционални материали, при тяхната изработка. Изследванията следва да бъдат продължени към употребата на електрически контакти с отложени наноструктурирани покрития в апарати с различна комутационна мощност, номинално напрежение и контакти с различна връзка на системата „покритие-подложка”. Резултатите ще отговорят на въпроса, при каква комутационна мощност и номинално напрежение е най-целесъобразно да се използват електрически контакти с отложени наноструктурирани метални покрития.

VI. Научно-приложни и приложни приноси на дисертацията

В настоящия дисертационен труд са анализирани и систематизирани някои дискуссионни научни и технологични въпроси относно приложението на наноструктурирани покрития, получени чрез електровакуумна технология, върху контакти на електрически апарати за подобряване на тяхната начална електрическа износоустойчивост и корозионна устойчивост. Разгледани са възможностите за тяхното използване в различни работни условия на електрическите контакти.

В процеса на решаване на теоретичните и експериментални задачи на дисертацията са постигнати резултати, определящи следните научно-приложни и приложни приноси:

Научно-приложни:

1. Получени са резултати за влиянието на технологичните фактори върху характеристиките на изследваните образци, което дава възможност да се управлява процеса на отлагане на покрития и да се определят количествените и качествените показатели на отложените покрития.
2. На база изследванията са получени нови факти относно вида и особеностите в състава, структурата и свойствата на нанесените покрития и свръхрешетки от типа Ti/TiN, Ti/TiC и Ti/TiN/TiC върху електрически контакти от метална композиция Ag/CdO.
3. Разработена е методика за изследване на технологичните параметри на получените покрития използвани за електрически контакти.
4. Разработени са методология и критерии за изследване на нови материали и за оценка на качествено и количествено отношение на подходящите елементи за създаване на нови електрически контакти.

Приложни:

5. Потвърдени са факти за корозионната устойчивост и твърдост на покритията от типа Ti/TiN, нанесени чрез електровакуумно отлагане.
6. Установено е незначителното електросъпротивление на електрическите контакти свързано с минималната дебелина на покритията (до 230 nm).

Оригиналноста на разработените електрически контакти е потвърдена с патент за полезен модел:

Апрахамян Б., А. Гайдарджиев, Контактно тяло на електрически контакт, патент за полезен модел, рег. No 1438, заявка No 001879 / 04.11.2010, публикуван в Официален бюлетин на Патентното ведомство, бр. 4, 2011, с. 57

Публикации по дисертационния труд

1. Апрахамян Б., А. Гайдарджиев, Д. Желязков, Система за управление на крайни устройства през компютърен порт за паралелна комуникация, Научно-техническа конференция „Електроенергетика” ’2010, ТУ – Варна, 2010, с. 282 – 288
2. Aprahamian B., A. Gaydardzhiev, Application of nanostructured multilayer coatings based on titanium nitride for improvement the durability of contact rivets of electrical apparatus, Nanoscience and Nanotechnology – Nanostructured Materials, Application and Innovation Transfer, issue 11, 2010, p. 238 - 241
3. Zaharieva V., B. Aprahamian, A. Gaydardzhiev, Technologies for application of nitride-carbide multilayer coatings, Nanoscience and Nanotechnology – Nanostructured Materials, Application and Innovation Transfer, issue 11, 2010, p. 242 - 247
4. Aprahamian B., A. Gaydardzhiev, Improvement the durability of contact rivets of ship electrical apparatus by use of multilayer titanium nitride coatings, Journal of Marine Technology and Environment, Constanta Maritime University, Romania, vol. 2, 2011, p. 17 - 24

5. Апрахамян Б., А. Гайдарджиев, Изследване на електрическата износоустойчивост на контактни тела на електромагнитни контактори с нанесени многослойни износоустойчиви наноструктурирани покрития, Сборник доклади на 13-та международна конференция по електрически машини, задвижвания и енергийни системи ЕЛМА 2011, ТУ-Варна, 2011, с. 289 – 294
6. Апрахамян Б. Р., А. В. Гайдарджиев, М. Щреблау, Изследване на преходното контактно съпротивление на контактни системи с нанесени наноструктурирани износоустойчиви свърхрешетки, Трети международен научен конгрес „50 години ТУ-Варна”, том III, с. 231 - 236
7. Aprahamian B., V. Zaharieva, M. Nikolova, A. Gaydardzhiev, Multilayered Nanostructured PVD Coatings Deposited on Electrical Contacts – Structure and Properties, Nanoscience and Nanotechnology – Nanostructured Materials, Application and Innovation Transfer, issue 13, 2012, p 177 – 180.
8. Гайдарджиев А., Изследване на температурата на контакти на контактори К6Е в установен режим, Юбилейна научна международна конференция 50 години катедра ЕТЕТ, 2013, с. 131-135

Патент:

1. Апрахамян Б., А. Гайдарджиев, Контактно тяло на електрически контакт, патент за полезен модел, рег. No 1438, заявка No 001879 / 04.11.2010, публикуван в Официален бюлетин на Патентното ведомство, бр. 4, 2011, с. 57

Благодарност

Изказвам благодарности на колегите от катедра „Електротехника и Електротехнологии” към Технически Университет – Варна, доц. д-р Гочо Карагъзов, доц. д-р Алексей Кулев, доц. д-р. Христофор Тахрилов, д-р инж. Ваня Захаријева и колегите от Русенски Университет – А. Кънчев, Централна лаборатория по приложна физика към БАН – Пловдив, Лаборатория за анализ и изпитване на материали и калибриране на средства за измерване (ЛИМК) към Институт по металознание "Акад. Ангел.Балевски" на БАН – София, и всички оказали ми помощ и подкрепа в работата по този дисертационен труд.

Abstract

IMPROVING THE PARAMETERS OF THE CONTACTS OF THE ELECTRICAL APPARATUS THROUGH APPLICATION OF VACUUM TECHNOLOGIES

Subject of this dissertation work is the study and analysis of the possibilities for application of nano-structured metal coatings (titanium Ti, titanium nitride TiN, titanium carbide TiC) on contact rivets of electromagnetic contactors type K6E.

The effect of the various technological factors of the deposition of coatings, on the functional properties of the electrical contacts, as well as the coatings themselves.

The influence of technological factors of coating deposition on the functional properties of the latter is studied by a number of experiments: nanoindentation scratch test, study of the topography and morphology of the coatings, X-ray structural analysis. Also the corrosion resistance of samples with deposited nanostructured coatings was investigated.

New evidence demonstrating the high hardness and corrosion resistance of the coatings of the type Ti, TiN and TiC was obtained.

Experimentally was examined the influence of technological factors of coating deposition on the electrical properties of the electrical contacts. For this purpose, tests were performed to define the initial electrical endurance of the samples; studied were: the contact resistance, temperature of the contacts on established regime as well as the duration of arc burning upon opening of the contacts depending on the number of working commutations.

Резюме

УЛУЧШЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ КОНТАКТОВ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ АППАРАТОВ ПУТЕМ ПРИМЕНЕНИЯ ВАКУУМНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Предметом этой диссертационной работы является исследование и анализ возможностей применения наноструктурированных металлических покрытий (титан Ti, нитрида титана TiN, карбид титана TiC) на контактных телах электромагнитных контакторов типа К6Е.

Исследованно влияние различных технологических факторов отложения покрытий на функциональные свойства электрических контактов, а также самих покрытий.

Влияние технологических факторов нанесения покрытий на функциональные свойства последних изучалось в ряде экспериментов: наноиндентирование, скретч-тест, изучение топографии и морфологии покрытий, рентгеноструктурный анализ. Также была исследована коррозионная стойкость образцов с наноструктурными покрытиями.

Получены новые факты доказывающие высокую твердость и коррозионную устойчивость покрытий типа Ti, TiN и TiC.

Экспериментально было исследовано влияние технологических факторов нанесения покрытий на электрические свойства электрических контактов. Для этого было проведено исследование для определения начальной электростойкости исследованных образцов, были также изучены: сопротивление перехода, температура контактов в установленном режиме, продолжительность горения дуги при открывании контактов в зависимости от количества рабочих коммутаций.