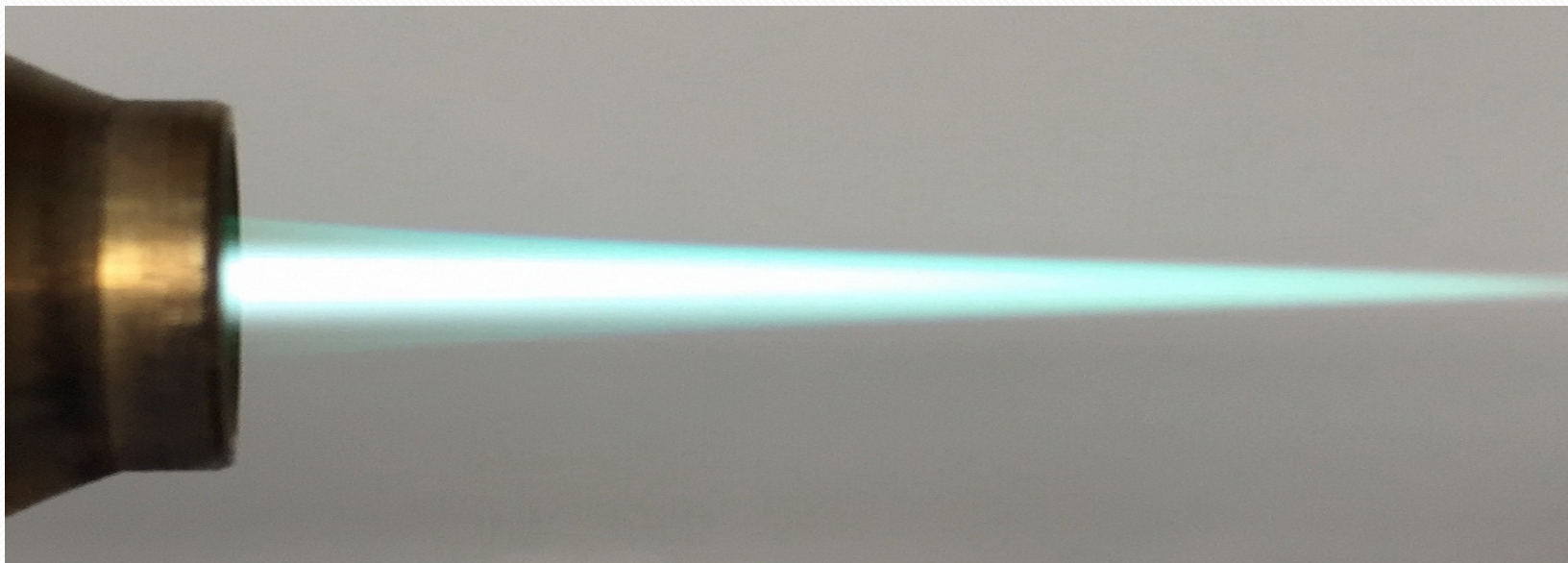


**Si-VD пассивация покрытий методом парофазного осаждения кремния.
Описание, свойства и характеристики.**



Нанесение инертного покрытия Si-VD

Газовая хроматография, масс-спектрометрия и другие методы анализа веществ

Предназначены для определения количественного и качественного состава веществ в сложных смесях при мониторинге сырья, продукции и окружающей среды.

Области применения

- | | |
|--|---|
| ☐ нефтяная промышленность; | ☐ энергетика; |
| ☐ газовая промышленность; | ☐ сельское хозяйство; |
| ☐ химическая промышленность; | ☐ металлургия; |
| ☐ цементная промышленность; | ☐ медицина, фармацевтика; |
| ☐ пищевая промышленность; | ☐ охрана окружающей среды; |
| ☐ парфюмерная промышленность; | ☐ криминалистика, судебная экспертиза. |

Примеры использования

- определение меламина и других опасных веществ в молоке, молочных продуктах и яйцах;
- определение следовых количеств активных веществ в пробах из окружающей среды;
- анализ питьевой воды на опасные для здоровья слаболетучие загрязняющие вещества;
- определение наркотических веществ в биологических жидкостях;
- контроль хлорорганических соединений, фенола и фенолпроизводных в воде.

Анализ компонентов и активных веществ проводится практически во всех отраслях жизнедеятельности.

Проблемы газовой хроматографии, масс-спектрометрии и других анализов активных веществ



Для решения вышеназванных проблем необходимо использовать инертные покрытия, которые наносятся на внутренние поверхности всех деталей по пути прохождения пробы.

Инертное покрытие Si-VD

Защищает металлические поверхности от взаимодействия с активными веществами, характеризуется инертностью, гидрофильностью, термостойкостью, обладает свойствами полупроводника, может использоваться для пассивации поверхности, борьбы с сульфидной и другой коррозией.

Основные характеристики покрытия Si-VD

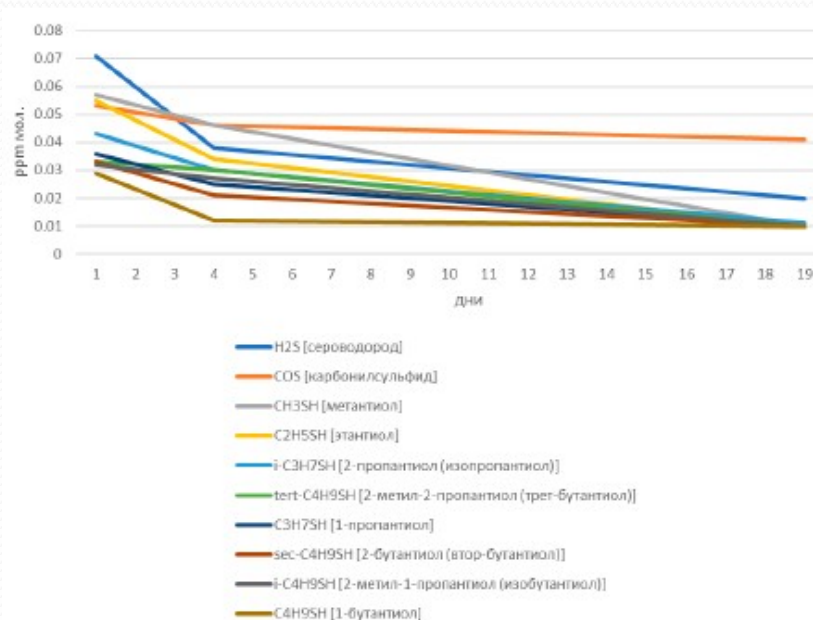
- метод нанесения - PACVD;
- толщина покрытия - 200-2000 нм;
- материал – карбидные, нитридные и оксидные соединения кремния;
- многослойность (количество слоев от 50 до 250 единиц);
- удельное электрическое сопротивление - 10^6 Ом·м;
- коэффициент трения - 0,1;
- коэффициент износа - $4,6 \times 10^{-13} \text{ м}^3 \text{ Н}^{-1} \text{ м}^{-1}$
- эксплуатационная температура - до 1400 °С.

Разработанное инертное покрытие Si-VD может эффективно решать все проблемы при количественном и качественном анализе проб различных веществ.

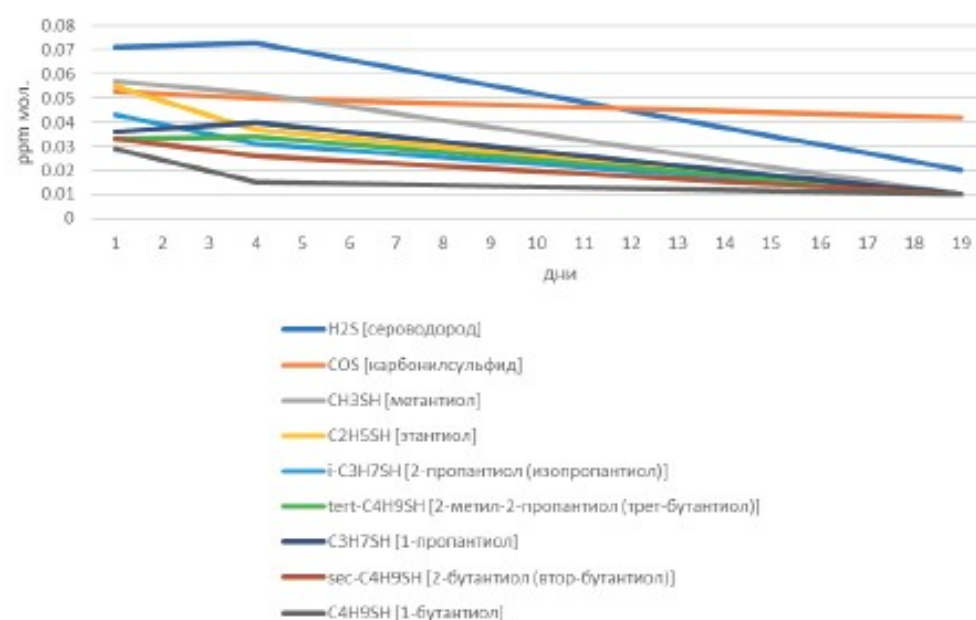
Стабильность газовой серосодержащей смеси в баллоне с покрытием Si-VD

Хроматограф - Хроматек. Кристалл 5000.2 с масс-спектрометрическим детектором.

Баллон без покрытия



Баллон с покрытием Si-VD



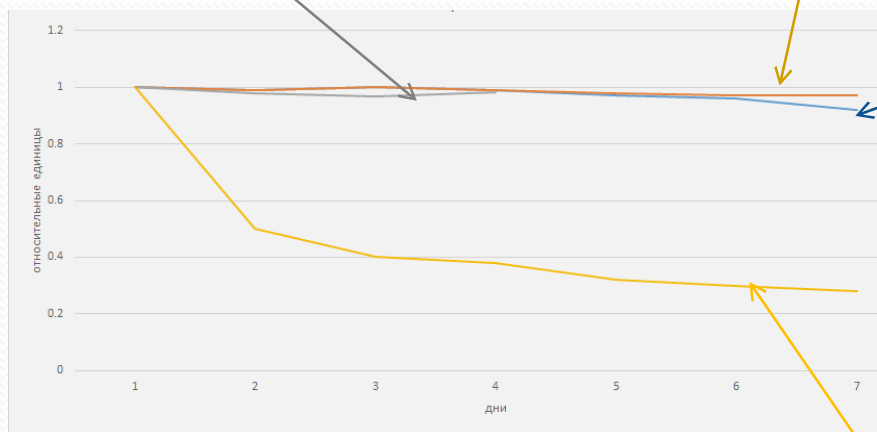
Содержание сероводорода в баллоне с покрытием Si-VD за 7 дней падает на 10 % (с 0,07 до 0,063), для аналогичного покрытия SilcoNert2000 от компании SilcoTek падение составляет 8 % [www.silcotek.com/hubfs/SilcoNert2000-Data-Sheet_4-8-2016.pdf?t=1511886253442]

Микросодержание H_2S в пробоотборнике от вида покрытия и времени

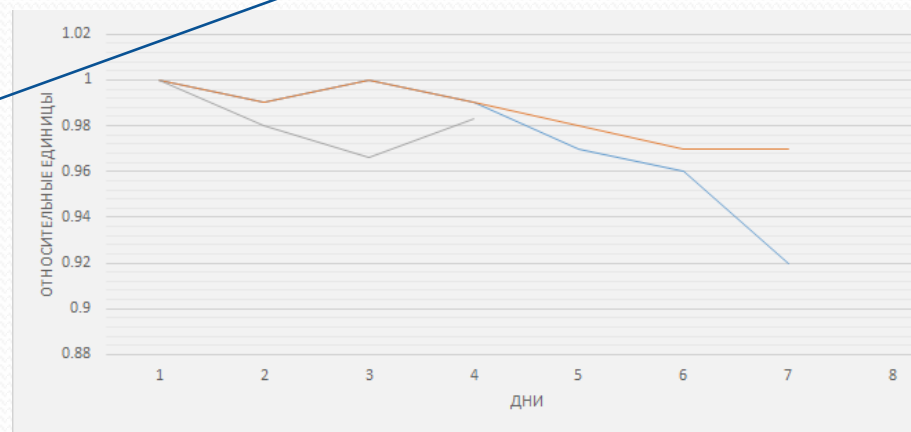
покрытие Dursan (USA)

покрытие SilcoNert 2000 (USA)

покрытие Si-VD (Россия)



Толщина покрытия Si-VD – 1 мкм



Толщина покрытия Si-VD – 0,5 мкм

нержавеющая сталь без
покрытия

Покрытие Si-VD имеет практически одинаковую зависимость изменения микросодержания H_2S от времени, как и покрытия SilcoNert 2000 и Dursan, наносимые компанией SilcoTek (USA).

Состав газовой смеси в пробоотборнике с покрытием Si-VD с течением времени



Используемый при исследованиях
пробоотборник на 5 л из стали
12X18H10T с покрытием Si-VD

Газовая смесь

0,01% SO₂+He [ост.], давление 9,7 МПа.

Результаты измерений на газовом хроматографе Yanacon 180-НТ

Дата	Содержание SO ₂	Температура окруж. среды
Начало	0,0106% ±0,0002	T _{окр.ср} = 21,1 °C
Через 7 дней	0,0106% ±0,0002	T _{окр.ср} = 20,7 °C
Через 14 дней	0,0106% ±0,0002	T _{окр.ср} = 20,4 °C
Через 21 день	0,0106% ±0,0002	T _{окр.ср} = 20,9 °C

Исследуемый состав газовой смеси в пробоотборнике с покрытием Si-VD в течение 21 суток не изменился.

Оценка хемосорбции серосодержащих соединений

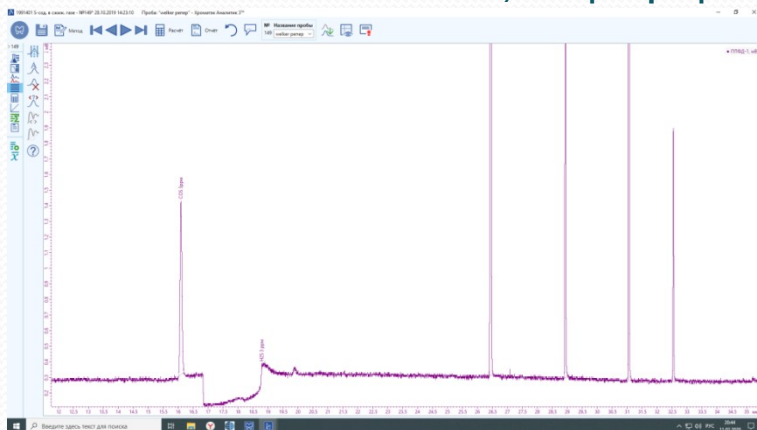
в инжекторе бесприцевого ввода с покрытием Si-VD

Корпуса инжекторов из стали AISI304 с покрытием Si-VD

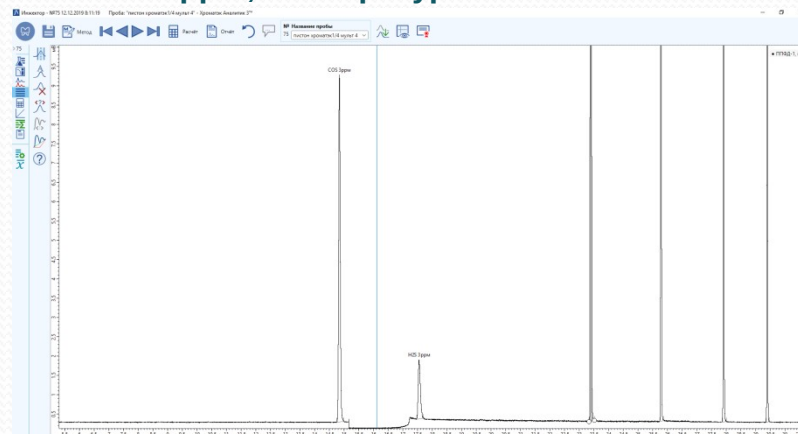


Корпус в разрезе, покрытие Si-VD имеет равномерный вид на всей внутренней поверхности

Хроматограммы (Хроматэк-Кристалл 5000), пробы - серосодержащие под давлением в конденсате газовом нестабильном, концентрация по приготовлению 3 ppm, температура 100 °C



Без покрытия

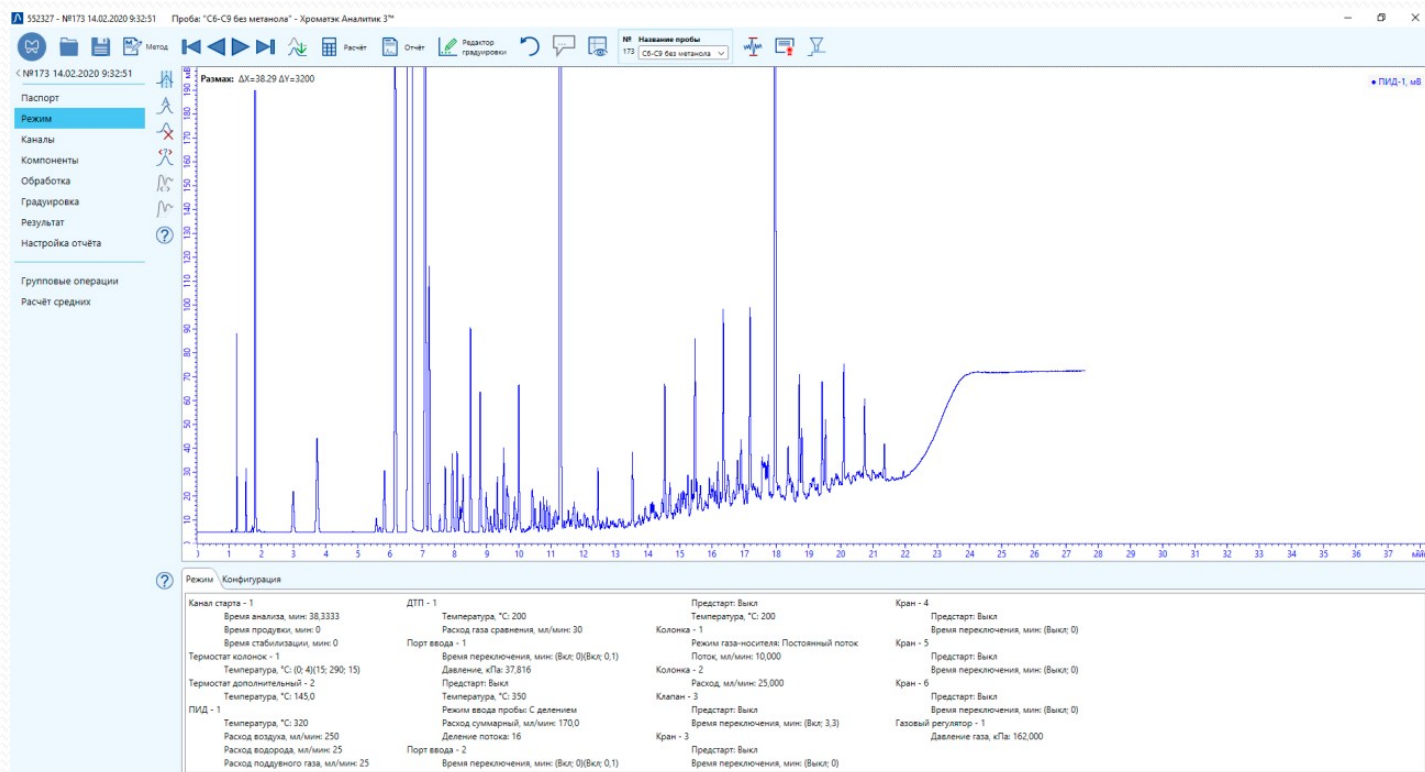


С покрытием Si-VD

После нанесения покрытия Si-VD существенно выросла высота пика COS (сероуглерод), пик H₂S стал более четкий, что характеризует повышенную чувствительность анализа.

Оценка остаточных пиков после ввода конденсата в тракт с покрытием Si-VD

Проба - серосодержащая под давлением в конденсате газовом нестабильном, концентрация по приготовлению 3 ppm, температура инжектора бесшприцевого ввода - 350 °C, покрытие тракта – Si-VD.

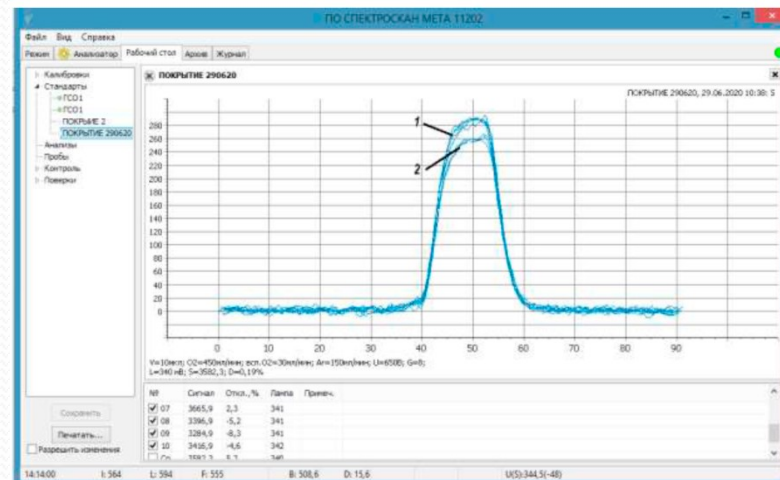


Для исследуемого активного analyта с низкой концентрацией пики узкие и симметричные, что характеризует высокое качество количественного анализа и показывает важность наличия инертного покрытия по всему тракту.

Исследование покрытия Si-VD методом УФ-флуоресценции

Анализ содержания серы (анализатор элементный СПЕКТРОСКАН МЕТА-S, проба - сера в изооктане - пр. CONOSTAN с содержанием 10 ppm).

Образец	№ опыта	Площадь пика, мВ*с	Содержание серы, ppm	Среднее, ppm
Без спирали	1	3655	9,62	9,81
	2	3767	9,91	
	3	3764	9,91	
Спираль без покрытия	1	3397	8,94	8,86
	2	3285	8,64	
	3	3417	8,99	
Спираль с покрытием	1	3693	9,72	9,67
	2	3670	9,66	
	3	3666	9,65	



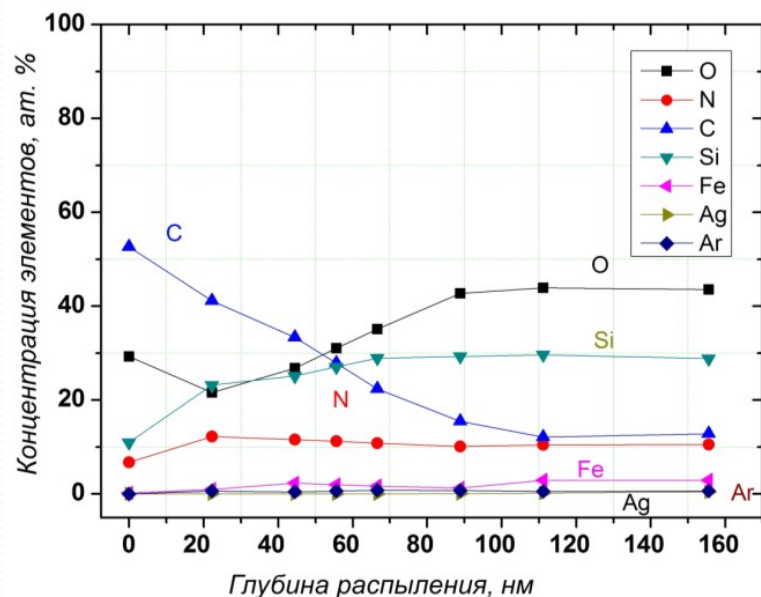
Исследуемые спирали из нержавеющей трубки без покрытия (справа) и с покрытием Si-VD (слева)



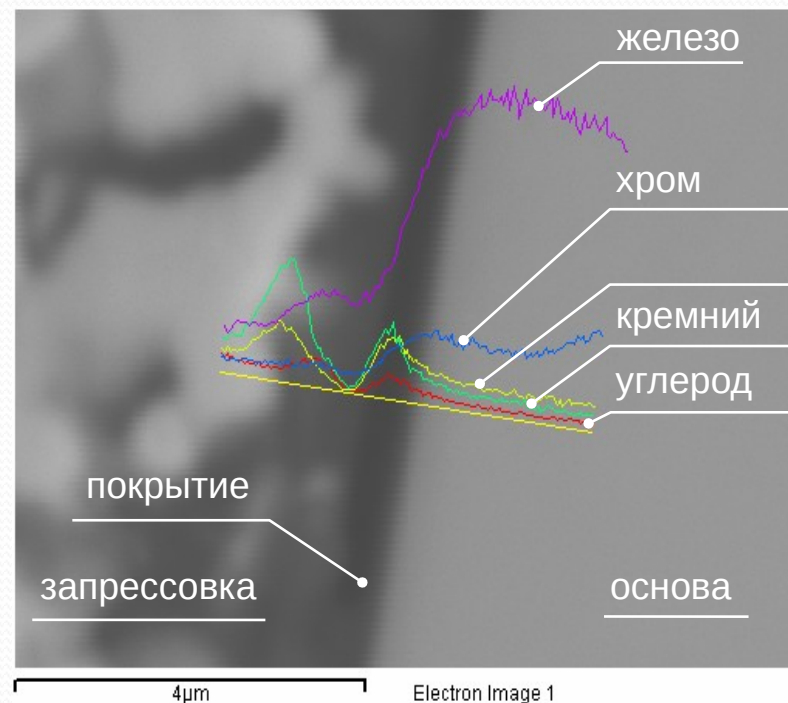
Отклики детектора на серу в газообразной пробе: 1 – при прохождении через спираль с покрытием и без спирали; 2 – при прохождении пробы через спираль без покрытия

Покрyтие Si-VD эффективно препятствует взаимодействию серы со сталью 12X18H10T, уменьшение измеренного содержания серы в пробе практически не наблюдается.

Состав кремнийсодержащего покрытия Si-VD



Распределение элементов по толщине покрытия Si-VD (электронная Оже-спектроскопия)



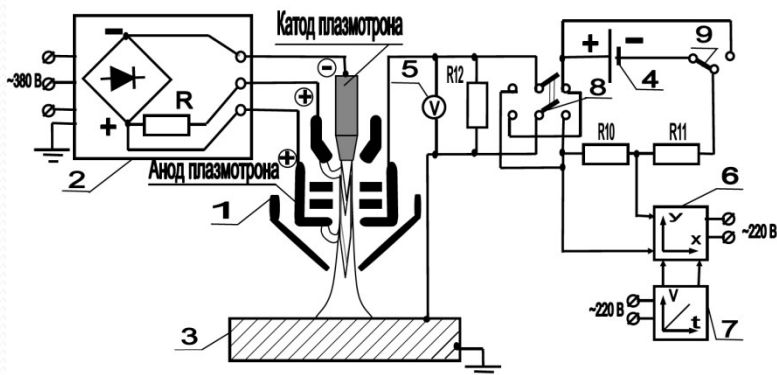
Микрофотография шлифа образца с покрытием Si-VD со спектрограммой

Покровие Si-VD - бездефектно, характеризуется взаимным диффузионным проникновением элементов в подложку и покрытие, с элементным составом - SiOCN.

Электроизоляционные свойства покрытия Si-VD



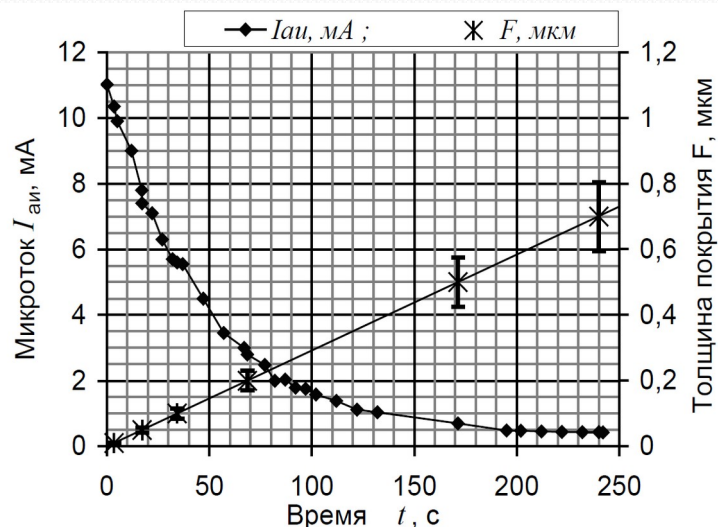
Прибор УФПУ-П20-03 (Plasmacentre, Россия)



Принципиальная схема измерений

Измерения производились с использованием прибора УФПУ-П20-03 при измерении микротока в цепи: внешний источник напряжения - анод плазмотрона - плазменная струя - деталь.

Зависимость микротока и толщины покрытия Si-VD от времени его осаждения



Электроизоляционные свойства зависят от толщины покрытия. Дополнительными исследованиями определено, что покрытие Si-VD имеет удельное электрическое сопротивление 10^6 Ом·м.

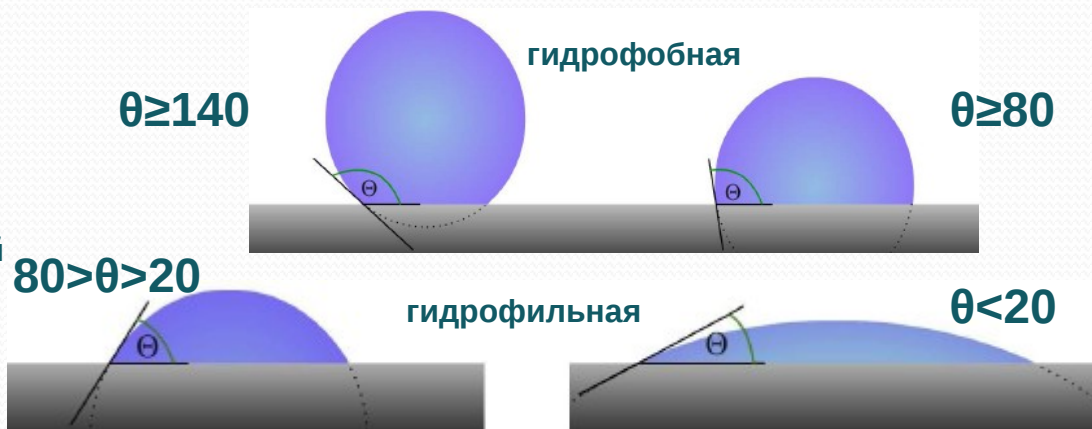
В связи с высоким значением удельного электрического сопротивления покрытие Si-VD может эффективно противостоять прохождению электрохимических процессов.

Гидрофильность покрытия Si-VD

Определяется углом, образуемым между касательной к капле жидкости и смачиваемой поверхностью.

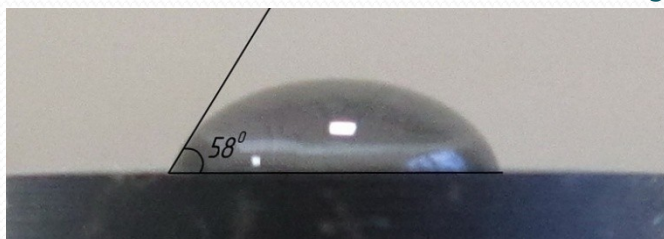


Прибор для измерения угла смачивания OCA 15EC (DataPhysics Instruments GmbH, Германия)



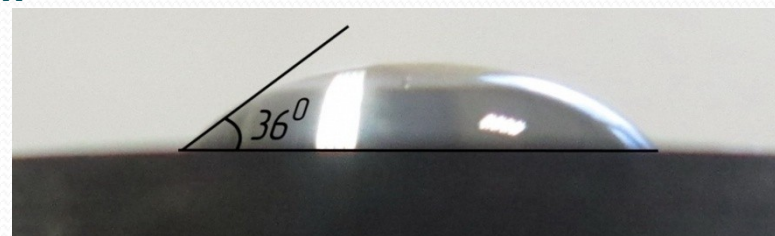
Меньший угол смачивания соответствует более высокой энергии адгезионного взаимодействия $W_{\text{адг}}$.

Условия измерения:



Сталь 12X18H10T без покрытия, угол смачивания 58°

Жидкость – глицерин
Температура – 25°
Влажность – 35%



Сталь 12X18H10T с покрытием Si-VD, угол смачивания 36°.
Поверхность становится более гидрофильной

Покровение Si-VD имеет более высокие гидрофильные свойства по сравнению с металлической поверхностью без покрытия и, соответственно, оно обладает повышенной энергией адгезионного взаимодействия.

Коррозионные свойства покрытия Si-VD

При наличии активных веществ в пробе может происходить разрушение металлических поверхностей вследствие химической и электрохимической коррозии.

Исследование коррозионной стойкости методом анодной поляризации



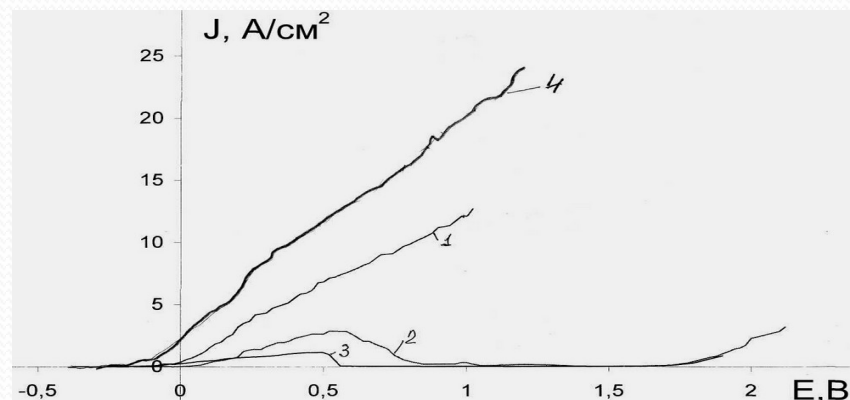
Потенциостат П-5827М



Испытательная ячейка

Материал образцов – не коррозионностойкие стали У8 и Р6М5 с покрытием и без покрытия Si-VD.

Рабочий раствор: 0,1 нормальный раствор Na_2SO_4 .



Анодные поляризационные кривые:
1 - сталь Р6М5 без покрытия, 2 и 3 - сталь Р6М5 с покрытием Si-VD толщиной 0,7 мкм, 4 – сталь У8 без покрытия

Чем выше скорость окисления металла, тем больше угол наклона поляризационной кривой к оси абсцисс, следовательно, тем сильнее исследуемый металл подвержен коррозии.

Покрытие Si-VD обеспечивает повышенную коррозионную стойкость сталей и практически отсутствие прохождения гальванических токов в заведомо жестких испытаниях.

Трибологические свойства покрытия Si-VD

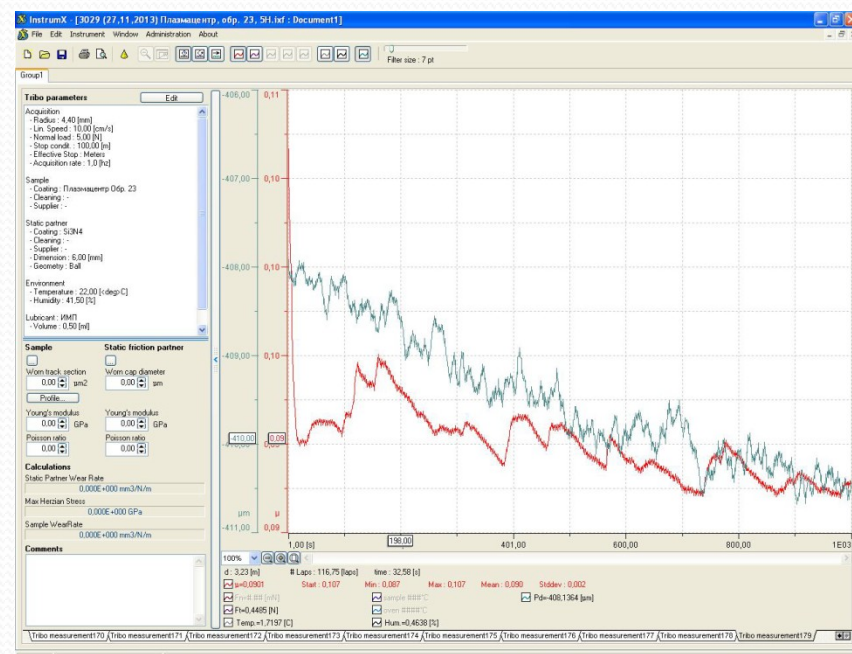
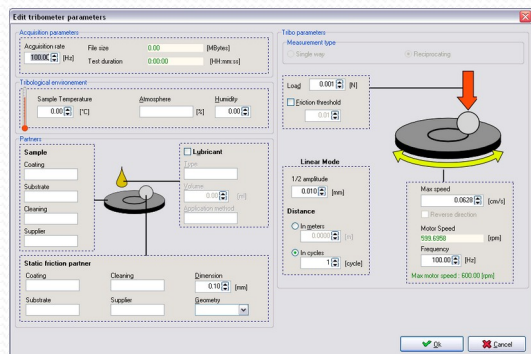
Tribometer (CSM, Швейцария)



Испытания по ISO 20808:2016. Получение кривой изменения коэффициента трения со временем с учетом постоянных параметров - нагрузки, скорости, длины пути и сертифицированного контртела.

Исходные данные:

- покрытие - Si-VD;
- основа - 12X18H10T;
- контртело - Si_3N_4 ;
- нагрузка - 5 Н;
- путь - 80 м;
- скорость - 10 см/с;
- смазка - SAE 5W 40.



Измеренный коэффициент трения – 0,1.

Износостойкость покрытия Si-VD при микроабразивном изнашивании

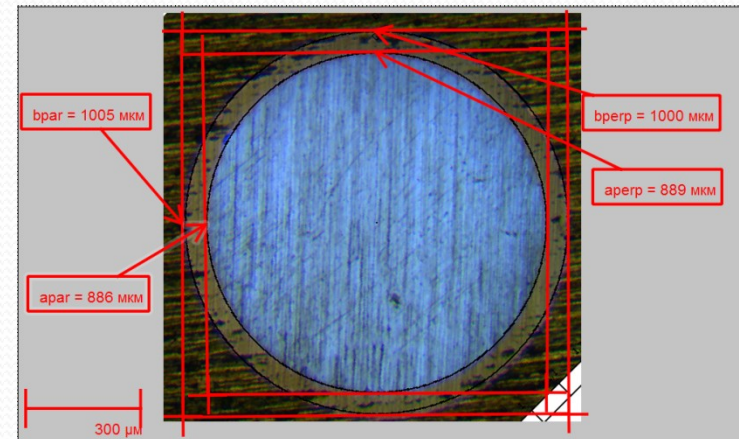
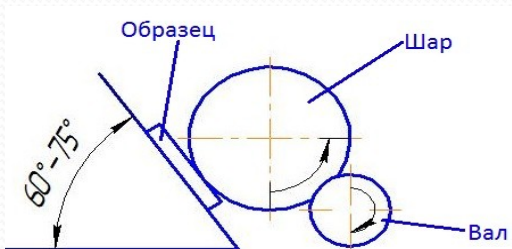
Испытания по EN 1071-6:2007. Микроабразивное изнашивание осуществляется при точечном контакте свободно вращающегося стального шара и неподвижного плоского образца с покрытием при наличии в зоне трения абразивосодержащей суспензии.

Tribotester 103 (Plasmacentre, Россия)



Исходные данные:

- покрытие - Si-VD;
- основа - 12X18H10T;
- контртело – шар ШХ15;
- нагрузка – 0,25 Н;
- путь - 5 м;
- скорость - 100 об/мин;
- смазка – алмазная суспензия.



Измеренный коэффициент износа – $4,6 \times 10^{-13} \text{ м}^3 \text{ Н}^{-1} \text{ м}^{-1}$

Покрытие Si-VD против сульфидной коррозии и износа от пульпы экстракционной фосфорной кислоты

Исходные условия

- испытательный раствор – 5%-й раствор NaCl + 0,5%-й раствор CH₃COOH, насыщенный сероводородом, pH ≤ 3,5;
- температура – 297 К;
- время коррозионного воздействия – 96 ч;
- материал образца – сталь 10.

Скорость коррозии (г/м²·ч) образцов

Материал образца	Скорость коррозии, г/м ² ·ч
Сталь 10 без покрытия	5,104
Сталь 10 с покрытием	2,270

[Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Клевцова Н.А. и др. Коррозионная стойкость наноструктурированной стали 10 с алмазоподобным покрытием. Фундаментальные исследования. 2012. № 6. – С. 441-443]

Исходные условия

- испытательный раствор – **39% раствор 5% фосфорной кислоты + 0,5 л раствор серной кислоты концентрацией 80% + 18% апатита + 42% вода;**
- время коррозионного воздействия – 280 ч для стали 06ХН28МДТ и 3 ч для стали 3пс;
- материал образца – сталь 3пс, 06ХН28МДТ.

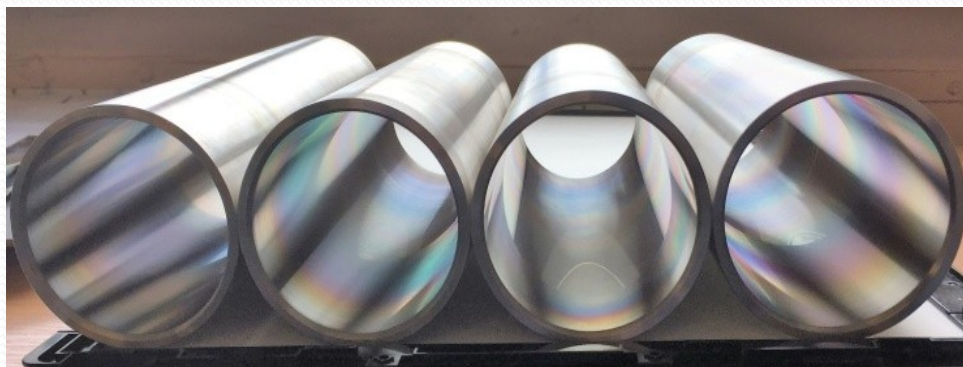
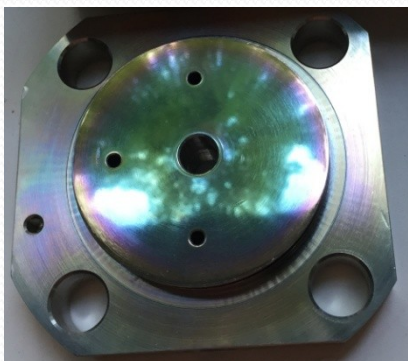
Износ (г) образцов

Материал образца	Износ, г
Сталь 3пс без покрытия	5,104
Сталь 3пс с покрытием	2,270
Сталь 06ХН28МДТ без покрытия	0,015
Сталь 06ХН28МДТ с покрытием	0,007

[Федосеев Е.В., Лагуткин М.Л., Рюмин Ю.А. и др. Испытания на коррозионно-эрозионный износ лопастей турбинных мешалок в условиях воздействия пульпы экстракционной фосфорной кислоты. Ремонт, восстановление, модернизация. 2013. № 9. – С. 23-27]

Покрытие Si-VD уменьшает скорость коррозии стали 10 в условиях сульфидной коррозии в 2,2 раза, а износ сталей при воздействии пульпы фосфорной кислоты в 2 раза.

Покрытие Si-VD для пробоотборников, устройств для отбора и хранения проб, анализа воздуха



Покрyтия Si-VD для кранов, вентилей, фитингов, манометров

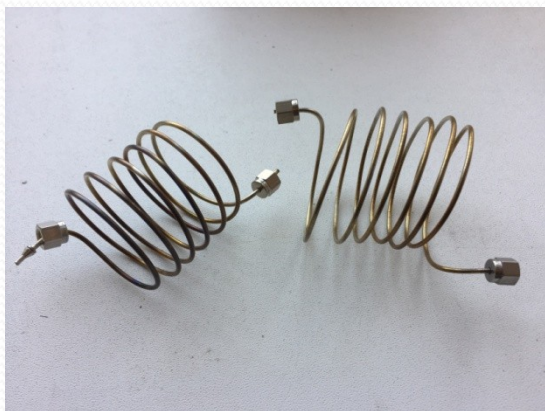


Покрытие Si-VD для деталей ультрафиолетовых флуоресцентных анализаторов

Анализ применяется для определения серы и хлора в нефти и нефтепродуктах.

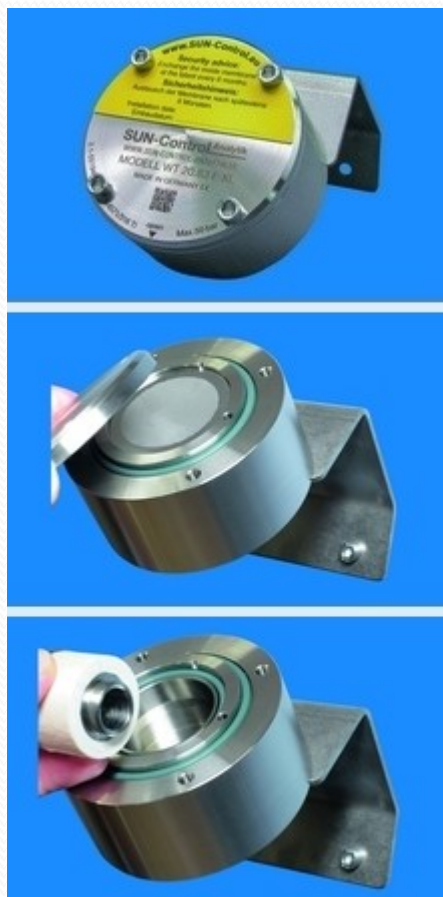


Покрытие Si-VD для трубок из нержавеющей стали, используемых при анализе проб



Покрытие Si-VD для водомасленных ловушек - фильтров

используемых для защиты газоанализаторов от частиц жидкости и пыли



Покрyтия Si-VD для пробоотборных стендов, систем кондиционирования, калибровочных панелей, кулеров для охлаждения проб



Отличительные свойства покрытия Si-VD от аналогов

Характеристика	Покрытие Si-VD от компании ISKRA-Инжиниринг (Россия)	Покрытия от компании SilcoTek (USA)
Метод нанесения	химическое осаждение из паровой фазы с плазменным ассистированием (PACVD)	химическое осаждение из паровой фазы (CVD)
Температура изделий в процессе нанесения покрытия	менее 200 °C	более 400 °C
Используемые в процессе нанесения материалы	аргон, азот, кремнийуглеродосодержащие органические и неорганические жидкости	силан, этилен, кислород
Материал покрытия	многослойное покрытие из оксикарбонитрида кремния	гидрогенизированный аморфный кремний с верхним покрытием из оксикарида кремния (покрытие SilcoNert®)
Толщина покрытия, мкм	до 2	0,1-0,5 (покрытие SilcoNert®)
Количество монослоев	от 50 до 250	до 10 (покрытие DurSan®)
Коэффициент трения	0,1	0,36 (покрытие DurSan®)
Коэффициент износа, $\times 10^{-13} \text{ м}^3 \text{ Н}^{-1} \text{ м}^{-1}$	4,6	6,13 (покрытия DurSan® и DurSox™)

Выводы

Проведенные исследования и опыт применения инертного покрытия Si-VD показали:

- максимальную достоверность анализа при минимальном (следовом) содержании активных компонентов в пробе;
- стабильность определения активных компонентов с течением времени;
- обработку большого количества проб без повторной калибровки.

Предложения

- продажа услуг по нанесению инертных покрытий Si-VD;
- создание совместных производств деталей с инертным покрытием Si-VD;
- проведение совместных исследований по использованию нанесения инертных покрытий Si-VD в различных областях промышленности.

Потенциальные потребители

- компании изготовители оборудования и приборов для хроматографии, масс-спектрометрии, ультрафиолетовых флуоресцентных и других анализаторов веществ;
- компании изготовители пробоотборников для хранения, испытаний и исследования проб веществ;
- компании изготовители нержавеющей арматуры (клапанов, вентилей), фитингов и манометров;
- компании, специализирующиеся на продаже импортных анализаторов и их комплектующих, деталей для пробоотборных стандов, систем кондиционирования, калибровочных панелей, кулеров для охлаждения проб, водомасленных ловушек (фильтров) и др.;
- компании, научно-исследовательские институты, университеты, лаборатории, использующие методы анализа веществ.



Контактная информация

Алексей Стадниченко

+7-911-167-0772

E-mail: info@iskra.spb.ru

www.iskra-engineering.ru