

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **230882**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **419567**

(51) Int.Cl.  
**A42B 3/00 (2006.01)**  
**A42B 1/08 (2006.01)**  
**F41H 1/04 (2006.01)**

(22) Data zgłoszenia: **21.11.2016**

---

(54) **Przemysłowy hełm ochronny o podwyższonej odporności na promieniowanie ciepłe  
oraz sposób wytwarzania hełmu ochronnego o podwyższonej odporności  
na promieniowanie ciepłe**

---

(43) Zgłoszenie ogłoszono:  
**04.06.2018 BUP 12/18**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:  
**31.12.2018 WUP 12/18**

(73) Uprawniony z patentu:

**CENTRALNY INSTYTUT OCHRONY PRACY  
– PAŃSTWOWY INSTYTUT BADAWCZY,  
Warszawa, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**MARCIN JACHOWICZ, Pabianice, PL  
KRZYSZTOF BASZCZYŃSKI, Zgierz, PL**

(74) Pełnomocnik:

**rzec. pat. Joanna Bocheńska**

---

**PL 230882 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest przemysłowy hełm ochronny o podwyższonej odporności na promieniowanie cieplne oraz sposób wytwarzania hełmu ochronnego o podwyższonej odporności na promieniowanie cieplne

W znanych hełmach ochronnych w celu zmniejszenia wpływu promieniowania cieplnego przede wszystkim stosuje się wkładki ochronne, zwłaszcza ze spienionych tworzyw sztucznych np. styropianu. Wkładki te zwiększają ciężar hełmu, a ponadto podnoszą położenie jego środka ciężkości.

Przemysłowy hełm ochronny według wynalazku składa się ze skorupy oraz więźby. Na zewnętrznej powierzchni skorupy znajduje się powłoka nanokrystalicznego TiN lub TiAl o grubości  $1,5 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ .

Przemysłowy hełm ochronny o podwyższonej odporności na promieniowanie cieplne otrzymuje się poprzez naniesienie na skorupę, przed montażem hełmu, powłoki nanokrystalicznego TiN lub TiAl o grubości  $1,5 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ . Skorupę czyści się, poprzez mycie detergentami i suszenie, a następnie umieszcza w komorze próżniowej stanowiska do nanoszenia cienkich powłok, montując ją w uchwytach w taki sposób, aby nie zasłaniać powierzchni przeznaczonej na nałożenie powłoki. W komorze wytwarza się próżnię, reguluje ciśnienie przepływem gazu obojętnego oraz przeprowadza się czyszczenie w plazmie wyładowania jarzeniowego. Skorupę obraca się w celu równomiernego nanoszenia powłoki. Następnie rozpyla się czysty tytan przez 250 sekund  $\pm 50$  sekund, a po tym czasie do komory próżniowej stopniowo wprowadza się azot w przypadku nanoszenia powłoki TiN. W przypadku powłoki TiAl rozpyla się czysty tytan i czysty glin. Po dodatkowym czasie rozpylania wynoszącym 1800 sekund  $\pm 100$  sekund w przypadku TiN oraz całkowitym czasie 3600 sekund  $\pm 200$  sekund w przypadku TiAl wyłącza się zasilacze magnetronów i odcina dopływ gazów do komory próżniowej. Skorupę z naniesioną powłoką pozostawia się w komorze próżniowej przez kilka godzin, po czym zapowietrza komorę i wyjmuje skorupę, do której montuje się więźbę. Ustalenie wszystkich parametrów jest dokonywane na zasadzie sprzężenia zwrotnego.

Przedmiot wynalazku został pokazany na rysunku, na którym Fig. 1 przedstawia półprzekrój hełmu, Fig. 2 przedstawia przekrój poprzeczny podłoża z monokrystalicznego krzemu z powłoką TiN, Fig. 3 przedstawia przekrój poprzeczny podłoża z monokrystalicznego krzemu z powłoką TiAl, Fig. 4 przedstawia średnie wartości współczynników odbicia podczerwieni.

### P r z y k ł a d 1

#### Przygotowanie hełmu do nakładania powłoki TiN

Powłoka 1 jest nakładana na zewnętrznej stronie skorupy 2 hełmu. W związku z tym w procesie bierze udział tylko skorupa 1 bez wyposażenia (więźby).

Przed procesem skorupa 1 zostaje umyta w detergentcie i ciepłej wodzie, a następnie osuszona przy pomocy strumienia filtrowanego powietrza. Taki sposób przygotowania powierzchni nie wpływa negatywnie na stan podłoża i pozwala maksymalnie zwiększyć adhezję nałożonej powłoki. Proces przygotowania powierzchni do osadzania powłok każdorazowo prowadzono bezpośrednio przed procesem osadzania. Tak przygotowane próbki montuje się w uchwytach w komorze próżniowej stanowiska do nanoszenia cienkich powłok. Uchwyty są skonstruowane w taki sposób, aby nie zasłaniać powierzchni przeznaczonej na nałożenie powłoki i jednocześnie umożliwić bezkolizyjne poruszanie się próbki podwieszanej na obrotowym stoliku.

#### Aparatura do nakładania powłok

Proces prowadzono w aparaturze do wytwarzania powłok – stanowisko B-901 firmy Hochvakuum, którego komorę wyposażono w cztery niezależne magnetrony WK-100 z oddzielnymi źródłami zasilania.

Stanowisko składa się z dwu zasadniczych zespołów: komory próżniowej i układu pompującego. Układ pompujący składa się z pompy rotacyjnej, pompy Rootsa oraz dyfuzyjnej z odrzutnikiem par oleju, przesłoną dławiącą i zaworami. Komorę próżniową stanowi cylinder wykonany z austenitycznej stali kwasoodpornej o średnicy 900 mm i wysokości 900 mm z płaszczem wodnym oparty na stalowej płycie.

Wyposażenie komory, obok magnetronów, stanowią sondy do pomiaru próżni wstępnej i wysokiej, wzierniki kontrolne, obrotowy stolik do mocowania podłoża, przepływomierze do regulacji szybkości przepływu gazów oraz radiator podczerwieni o mocy 5 kW do wygrzewania komory i podłoża przed rozpoczęciem procesu osadzania powłoki. Komora umożliwia wygrzewanie próbek w próżni rzędu  $5 \cdot 10^{-3}$  Pa, co pozwala uzyskać próżnię resztkową ok.  $1 \cdot 10^{-4}$  Pa. Możliwe jest także czyszczenie powierzchni próbek w plazmie wyładowania jarzeniowego, wykorzystując specjalny zasilacz do wzbudzenia wyładowania jarzeniowego.

Podczas syntezy stolik z podwieszonymi próbkami może być spolaryzowany potencjałem -50 V i wykonywać ruch obrotowy wokół pionowej osi komory próżniowej z szybkością kątową ok.  $0,3 \text{ rad} \cdot \text{s}^{-1}$ , co pozwalało na równomierne osadzanie. Moc podawana jest na magnetrony za pomocą czterech niezależnych zasilaczy, których zakres pracy wynosi od 0 do 10 kW. Pomiar temperatury procesu mierzony jest za pomocą umieszczonej wewnątrz komory termopary podłączonej do miliwoltomierza na zewnątrz komory.

#### Parametry osadzania powłok

Do osadzania powłok stosowano metodę rozpylania magnetronowego. W pierwszej kolejności wyznaczono moc magnetronów z tarczami, przy której należy prowadzić proces. Ze względu na specyficzne właściwości używanych podłoży (tworzywa sztuczne), zbyt duża moc mogła spowodować ich zniszczenie na skutek wysokich obciążeń cieplnych, a zbyt mała niepotrzebnie wydłużyć czas procesu. Następnym krokiem był dobór ciśnienia roboczego w komorze. Na jego wartość ma wpływ zarówno wydatek przepływu stosowanego gazu obojętnego (argonu), ale także w przypadku powłoki TiN wydatek przepływu gazu roboczego (azotu). Proces otrzymywania powłoki TiN jest reaktywny, w związku z tym ustalenie odpowiedniego ciśnienia w komorze podczas procesu jest także ściśle związane z mocą magnetronów. W związku z tym ustalenie wszystkich parametrów jest dokonywane na zasadzie sprzężenia zwrotnego. Użyta aparatura nie pozwala na automatyzację tego procesu, więc ilość czasu niezbędna do uzyskania odpowiednich parametrów w głównej mierze zależy od doświadczenia operatora.

Zakładano otrzymanie powłok o określonym składzie chemicznym i grubości, którą zaplanowano na  $1,5 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ . W związku z tym po każdym przeprowadzonym procesie dokonywano pomiarów składu chemicznego, grubości i adhezji. Uzyskane wyniki pozwalały na korektę parametrów osadzania przy następnej syntezie. Ostatecznie ustalenie odpowiedniego ciśnienia w komorze podczas procesu nakładania powłok oraz mocy magnetronów skorelowano z przepływami gazów oraz odległością źródeł od podłoży i udało się osiągnąć założone parametry powłok. Powyższe parametry osadzania zamieszczono w tabeli 1.

T a b e l a 1  
Parametry osadzania powłoki TiN

Metoda osadzania	Ciągła
Ciśnienie wstępne	$5 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$
Ciśnienie robocze (z Ar)	0,53 Pa
Przepływ $\text{N}_2$	$3,3 \text{ cm}^3/\text{minutę}$
Prąd wyładowania	6,95 A
Moc na magnetronie-Ti	1,3 kW
Czas osadzania	1800 s
Polaryzacja	Nie

Osadzanie powłok TiN poprzedzone było rozpylaniem czystego tytanu bez obecności azotu przez 250 sekund. Po tym czasie do komory próżniowej stopniowo wprowadzano azot, aż do wartości przepływu  $3,3 \text{ cm}^3/\text{minutę}$ , w celu otrzymania zadanej powłoki TiN.

Po każdym procesie wyłączano zasilacz magnetronu i odcinano dopływ gazów do komory próżniowej. Próbki z naniesioną powłoką pozostawały w komorze próżniowej przez kilka godzin, po czym zapowietrzano komorę i wyjmowano próbki.

Metody badań dostosowano pod względem specyficznych parametrów podłoży, głównie ich sprężystości i niewielkiej twardości.

Grubość powłok – określono przy pomocy obrazowania przekroju poprzecznego referencyjnej próbki krzemowej, wykorzystując skaningową mikroskopię elektronową. Uzyskane obrazy SEM poszczególnych powłok wykorzystano też do oceny morfologii powłok.

Badania składu chemicznego powłok – przeprowadzono na mikroskopie skaningowym HITACHI-3000N z przystawką EDS firmy Noran i stwierdzono, że powłoka składała się z nanokrystalicznego TiN.

Do oceny jakości adhezji – wykorzystano metodę Daimlera-Benza. W teście Daimlera-Benza wykorzystano pomiar twardości metodą Rockwella w skali C. Badanie to opierało się na określeniu zniszczeń powłoki w obszarze odcisku po pomiarze twardości i porównaniu ich ze wzorcami w 6-stopniowej skali HF (gdzie HF-1 – jakość najlepsza; HF-6 – jakość najgorsza).

Badania właściwości odbiciowych promieniowania optycznego określono na podstawie analizy zmian energii promieniowania padającego na badany element. Badania wykonano z wykorzystaniem spektrofotometru Carry 5000.

Badanie ilości promieniowania i wzrostu temperatury za próbką, na którą skierowane jest źródło promieniowania podczerwonego przeprowadzono z wykorzystaniem miernika promieniowania podczerwonego HD2402 oraz pirometru.

#### Przykład 2

Przeprowadzono proces nakładania powłoki z TiAl.

Zakładano otrzymanie powłok o określonym składzie chemicznym i grubości, którą zaplanowano na  $1,5 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ . W związku z tym po każdym przeprowadzonym procesie dokonywano pomiarów składu chemicznego, grubości i adhezji. Uzyskane wyniki pozwalały na korektę parametrów osadzania przy następnej syntezie. Ostatecznie ustalenie odpowiedniego ciśnienia w komorze podczas procesu nakładania powłok oraz mocy magnetronów skorelowano z przepływami gazów oraz odległością źródeł od podłoża i udało się osiągnąć założone parametry powłok. Powyższe parametry osadzania zamieszczono w tabeli 2.

Tabela 2  
Parametry osadzania powłoki TiAl

Metoda osadzania	Ciągła
Ciśnienie wstępne	$3,1 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$
Ciśnienie robocze (z Ar)	0,45 Pa
Prąd wyładowania	5,1 A
Moc na magnetronie-Ti oraz Al	Al -1 kW; Ti – 1,9 kW
Czas osadzania	3600 s

Po każdym procesie wyłączano zasilacz magnetronu i odcinano dopływ surowców do komory próżniowej. Próbki z naniesioną powłoką pozostawały w komorze próżniowej przez kilka godzin, po czym zapowietrzano komorę i wyjmowano próbki.

#### Przykład 3

##### Wyniki badań

##### Grubość

Określono ją przy pomocy obrazowania przekroju poprzecznego próbek referencyjnych wykonanych na podłożach krzemowych. Wykorzystano w tym przypadku skaningową mikroskopię elektronową. Przykładowe obrazy SEM poszczególnych powłok osadzonych na podłożach z monokrystalicznego krzemu przedstawiono na rysunku Fig. 2 i Fig. 3. Grubość mierzono pięciokrotnie w różnych miejscach przełomów, a średnie z uzyskanych wyników przedstawiono w tabeli 3.

Tabela 3  
Grubość powłok

L.p.	Powłoka	
	TiAl	TiN
1	1,25	1,64
2	1,25	1,68
3	1,21	1,62
4	1,22	1,67
5	1,22	1,61
Średnia grubość [ $\mu\text{m}$ ]	1,23	1,64
Odchylenie standardowe [ $\mu\text{m}$ ]	0,0187	0,0305

### Skład chemiczny

Badania składu chemicznego powłok TiN oraz TiAl przeprowadzono na mikroskopie skaningowym HITACHI- 3000N z przystawką EDS firmy Noran. Zawartość tytanu i azotu w badanej powłoce TiN wynosiła odpowiednio: 46,7% Ti i 53,3% N (% at.), natomiast zawartość tytanu i aluminium w badanej powłoce TiAl wynosiła odpowiednio: 44,4% at. i 55,6 (% at.) Wyniki badań powłoki TiN i TiAl przedstawiono odpowiednio w tabeli 4 i 5.

Tabela 4  
Wyniki składu chemicznego powłoki TiN z mikroskopu

Element	Atomowo %
N	53.34
Ti	46.66
Razem:	100.00

Tabela 5  
Wyniki składu chemicznego powłoki TiAl z mikroskopu

Element	Atomowo %
Al	55.62
Ti	44.38
Razem:	100.00

Zgodnie z informacjami podawanymi w literaturze uzyskane wartości składu chemicznego pozwalają na pozytywne zweryfikowanie powłoki.

### Adhezja powłok do podłoża

Dla podłoży o niewielkiej twardości i nierównej powierzchni takich jakimi są tworzywa sztuczne do oceny jakości adhezji wykorzystano metodę Daimlera-Benza. W tym teście wykorzystuje się pomiar twardości metodą Rockwella w skali C. Badanie to opiera się na określeniu zniszczeń powłoki w obszarze odcisku po pomiarze twardości i porównaniu ich ze wzorcami w 6-stopniowej skali HF (gdzie HF-1 – jakość najlepsza; HF-6 – jakość najgorsza). Ze względu na dużą średnicę odcisku w miękkim materiale podłoża po teście Daimlera-Benza, nawet przy wykonywaniu zdjęć przy najmniejszym możliwym powiększeniu, tj. 50x, na zdjęciach widoczne były tylko wybrane fragmenty odcisków. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 6.

Tabela 6  
Jakość adhezji powłoki do podłoża w skali DB

Podłoże/ Powłoka	ABS	HDPE	PA
TiAl	HF-2	HF-3	HF-1
TiN	HF-1	HF-2	HF-1

Zastosowana metoda badania adhezji wykazała, że dla wszystkich podłoży najwyższą adhezję uzyskano dla powłoki TiN. Wyniki dla powłoki TiAl dla wszystkich podłoży zamykają się na poziomie pomiędzy HF-1, a HF-3. Na tej podstawie można stwierdzić, że parametry procesu osadzania powłok oraz sposób przygotowania podłoża były prawidłowe.

### Współczynnik odbicia

Dla wytworzonych powłok przeprowadzono badania optyczne, w których wyznaczono względny współczynnik odbicia (porównanie różnych powłok na tych samych podłożach). Z wyznaczonych charakterystyk współczynnika odbicia w zależności od długości fali uzyskane w badaniach dla powłok TiN i TiAl (dla porównania też dla powłoki Cu) wyznaczono średnie wartości współczynnika odbicia. Wyniki przedstawiono na Fig. 4.

Porównując wyznaczone średnie wartości odbicia dla badanych próbek, można wskazać, która z powłok odbija najczęściej promieniowania podczerwonego średnio w całym zakresie od 780 do 2000 nm. Z rys. Fig. 4 widać jednoznacznie, że próbka z powłoką TiN charakteryzuje się najwyższą średnią wartością odbicia podczerwieni. Jest ona prawie trzykrotnie wyższa niż dla powłoki wykonanej z miedzi. Ponadto warstwa wykonana z TiAl w porównaniu do powłok Cu wykazuje prawie dwukrotnie wyższą średnią wartość odbicia podczerwieni.

### Zastrzeżenia patentowe

1. Przemysłowy hełm ochronny składający się ze skorupy z zamocowaną więźbą, **znamienny tym**, że na zewnętrznej powierzchni skorupy (2) znajduje się powłoka (1) nanokrystalicznego TiN lub TiAl o grubości  $1,5 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$ .
2. Sposób wytwarzania przemysłowego hełmu ochronnego, **znamienny tym**, że skorupę czyści się, a następnie umieszcza w komorze próżniowej stanowiska do nanoszenia cienkich powłok, montując ją w uchwytach w taki sposób, aby nie zasłaniać powierzchni przeznaczonej na nałożenie powłoki, po czym w komorze wytwarza się próżnię i reguluje ciśnienie przepływem gazu obojętnego oraz przeprowadza się czyszczenie w plazmie wyładowania jarzeniowego i skorupę obraca się w celu równomiernego nanoszenia powłoki, a następnie rozpyla się czysty tytan przez 250 sekund  $\pm$  50 sekund, a po tym czasie do komory próżniowej stopniowo wprowadza się azot w przypadku nanoszenia powłoki TiN, natomiast w przypadku powłoki TiAl rozpyla się czysty tytan i czysty glin i po dodatkowym czasie rozpylania wynoszącym 1800 sekund  $\pm$  100 sekund w przypadku TiN oraz całkowitym czasie 3600 sekund  $\pm$  200 sekund w przypadku TiAl wyłącza się zasilacze magnetronów i odcina dopływ gazów do komory próżniowej, a skorupę z naniesioną powłoką pozostawia się w komorze próżniowej przez kilka godzin, następnie zapowietrza komorę i wyjmuje skorupę, którą następnie uzbiera się we więźbę, a ustalenie wszystkich parametrów dokonywane jest na zasadzie sprzężenia zwrotnego.
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że skorupę czyści się poprzez mycie i suszenie.
4. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że skorupę czyści się w plazmie wyładowania jarzeniowego.

Rysunki

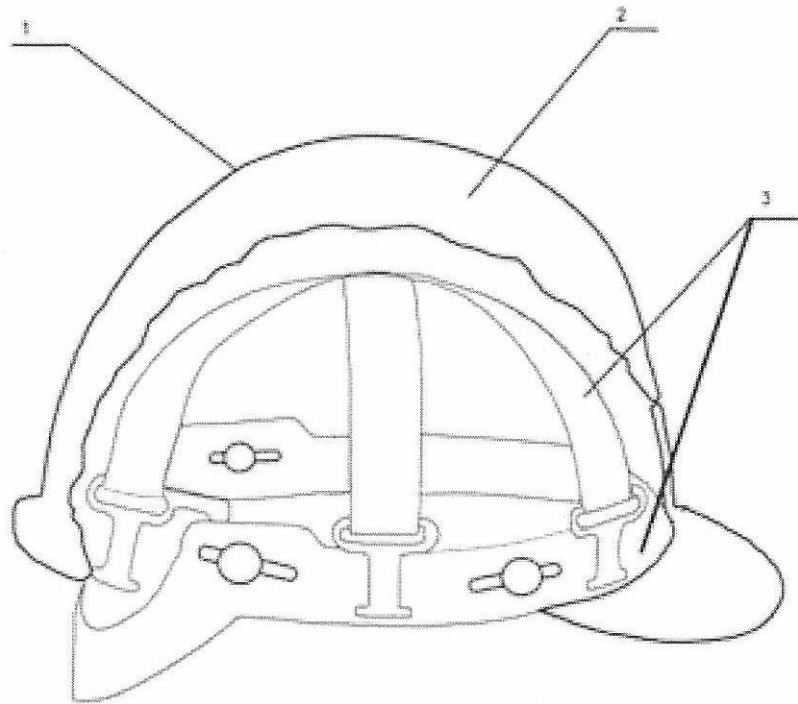


Fig. 1

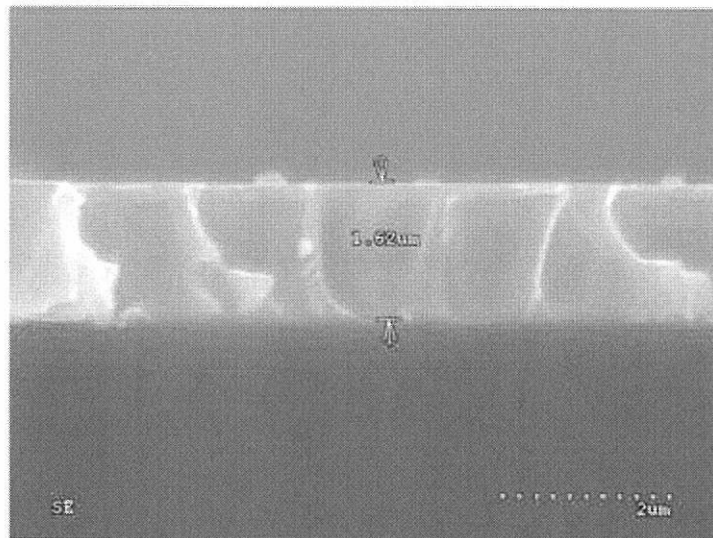


Fig. 2

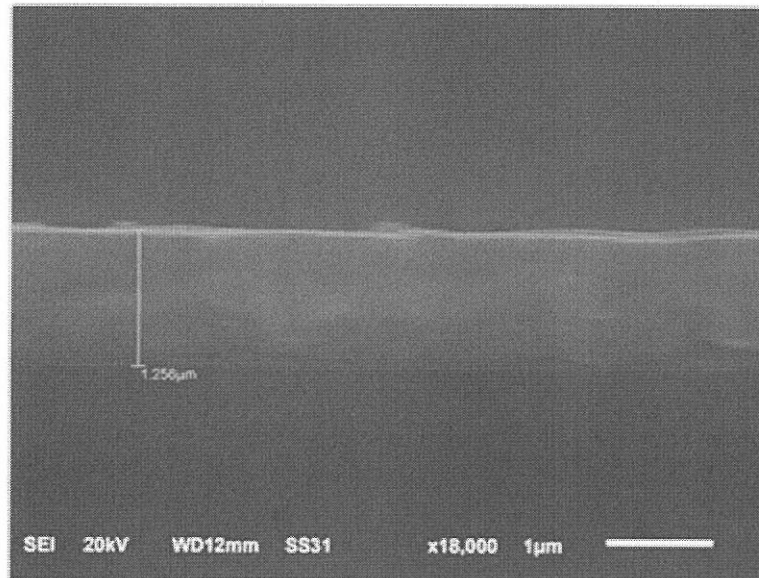


Fig. 3

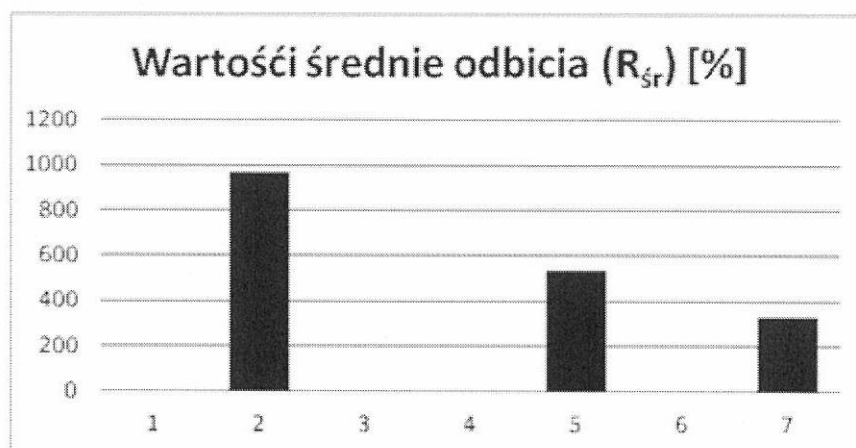


Fig. 4