МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
Кафедра наноелектроніки

БАКАЛАВРСЬКА РОБОТА

зі спеціальності 6.050801 – «Мікро- та наноелектроніка»

на тему:

«Мікроструктура та властивості AlN-TiB_2-$TiSi_2$ покриттів після високотемпературного відпалу та іонної імплантації»

Шахова Ірина Миколаївна

Завідувач кафедри
_____ проф. О.Д.Погребняк
«___»_____2018 р.

Керівник
_____ проф. О.Д.Погребняк
«___»_____2018 р.

Суми 2018

РЕФЕРАТ

Об’єктом роботи є процеси формування покриттів методом імпульсного магнетронного розпилення високотемпературних композиційних мішеней аморфноподібного покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$.

Метою роботи є проведення комплексного дослідження структури, фазового складу, морфології поверхні та фізико-механічних характеристик покриттів, отриманих імпульсним методом магнетронного розпилення і вивчення зміни властивостей покриття в результаті високотемпературного впливу. Проаналізувати отримані результати.

Анотація змісту роботи. Робота включає в себе теоретичні відомості про існуючі методи отримання покриттів на робочих поверхнях формотворного інструменту, з урахуванням специфіки протікання процесів формування покриттів. Описані параметри процесу осадження та подальшої іонної імплантації та високотемпературного відпалу. Проведені експерименті з вимірювання фізико-механічних характеристик покриття, зроблені висновки.

Робота складається з вступу, огляду методів нанесення тонкоплівкових покриттів, їх порівняння, опису недоліків, детального огляду методу магнетронного розпилення мішені, опису процесу осадження та подальшої обробки зразка, результатів вимірювань експерименту, правил техніки безпеки та висновку.

Звіт складається з 48 сторінок, 21 рисунка та 35 джерел використаної літератури.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: БАГАТОШАРОВІ ПОКРИТТЯ, МАГНЕТРОННЕ РОЗПИЛЕННЯ, ІОННЕ БОМБАРДУВАННЯ, ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНИЙ ВІДПАЛ, МІКРОТВЕРДІСТЬ.

ЗМІСТ

Вступ 6
Розділ 1 Методи нанесення тонкоплівкових покриттів 8
Розділ 1.1 Метод магнетронного розпилення покриттів 11
Розділ 1.1.1 Схема установки та принцип роботи 12
Розділ 1.1.2 Фізичні процеси при іонному бомбардуванні 14
Розділ 1.1.3 Високопотужне розпилення 16
Розділ 2 Параметри процесу осадження та відпалу покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$ 18
Розділ 3 Результати експерименту та їх обговорення 21
Розділ 4 Техніка безпеки 40
Висновки 43
Список використаних джерел 44
Додаток А 48

ВСТУП

Актуальність теми. Тенденції постійного збільшення вимог щодо продуктивності (швидкості механічної обробки) і якості деталей механізмів разом із встановленими екологічними стандартами, зумовлюють високі вимоги до матеріалів покриттів. Зокрема, до них пред'являються вимоги по високій твердості і високій стійкості до окислення [1, 2].

Традиційні нітрідні покриття на основі перехідних металів, такі як TiN, відіграють велику роль при захисті робочих поверхонь ріжучих інструментів. Однак, таким покриттям притаманні певні недоліки, головним з яких є недостатня стійкість до окислення при високих температурах [3]. Властивості покриття TiN можна значно поліпшити шляхом легування його іншими елементами, такими як Al або Si. Введення Al в ГЦК-TiN призводить до утворення TiAlN-покриттів, для яких характерні висока твердість (~ 32 ГПа) [4] і висока стійкість до окислення (до 800 °C) [3]; легування матеріалу покриття іонами Si підвищує його здатності чинити опір абразивному зносу і розпиленню іонами металу [3-5].

Найбільш широко вивчено нанокомпозитні покриття TiSiN, структура якого представлена аморфною матрицею з нітриду кремнію із вбудованими в неї нанокристалами TiN. Це покриття характеризується твердістю > 40 ГПа, високою стійкістю до окислення (850 °C) і високою термостабільністю (до 1100 °C) [6-8]. Пізніше було отримано і досліджено чотирьохкомпонентне нанокомпозитне покриття TiAlSiN, структура якого також представлена аморфною і кристалічною складовими - аморфним Si_3N_4 і кристалічним $Ti_{1-x}Al_xN$ [9-11].

Наношарові покриття, у порівнянні з одношаровими покриттями мають більш високу твердість і в'язкість [12-16]. Об'єднання відносно пластичних шарів TiAlN з більш жорсткими шарами TiSiN в наношарове покриття TiAlSiN, дозволило підвищити властивості композиту, забезпечивши значне збільшення твердості, високий опір до окислення і термічну стабільність. Таке покриття

знайшло ефективне застосування в інструменті, який використовується для високошвидкісного фрезерування зміцнених матеріалів без охолодження [17].

Останнім часом сформувалася тенденція до розробки покриттів, що мають у своєму складі п'ять і більше елементів, правильно підібрана комбінація яких обумовлює унікальні переваги таких покриттів перед покриттями з меншою кількістю компонентів [18].

Метою даної роботи є проведення комплексного дослідження структури, фазового складу, морфології поверхні та фізико-механічних характеристик покриття, отриманого методом імпульсного магнетронного розпилення багатокомпонентної мішені з низькою провідністю AlN-TiB_2-$TiSi_2$ і вивчення зміни властивостей покриття в результаті високотемпературного впливу.

Об’єкт дослідження – іонно плазмові процеси, що беруть участь у формуванні покриття з нанокристалічними або аморфноподібними структурними станами.

Предмет досліджень – елементарний і фазовий склад, структурний стан, механічні характеристики покриттів на основі AlN - TiB_2 - $TiSi_2$.

Наукова новизна отриманих результатів. Введення добавки $TiSi_2$ в композит AlN-TiB_2 за допомогою методу імпульсного магнетронного розпилення мішені, дозволяє отримати покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$, яке, імовірно, за рахунок формування аморфоподібної структури, володітиме комплексом властивостей, що роблять таке покриття перспективним при використанні в якості дифузійного бар'єру, як у вигляді самостійного елементу, так і в якості контактуючого шару в багатошарових зносостійких покриттях [19]. Властивості таких плівок вивчені у наш час недостатньо.

Практичне значення. Нанокомпозитне керамічне покриття системи AlN-TiB_2-$TiSi_2$ може бути використано в якості ефективного захисного покриття для ріжучого інструменту, що дозволить підвищити зносостійкість інструменту до 1,32 рази при температурі в зоні різання до 1300 °С.

Розділ 1 Методи нанесення тонкоплівкових покриттів

Існуючі методи отримання покриттів на робочих поверхнях формотворного інструменту, з урахуванням специфіки протікання процесів формування покриттів, можна розділити на чотири основні групи:

• до першої групи належать методи, при яких формування покриттів здійснюється переважно за рахунок дифузійних реакцій між насиченими елементами і структурами інструментального матеріалу;

• до другої групи входять методи формування покриттів, де останні утворюються за рахунок реакцій між парогазовими сумішами, що складаються із з'єднання металоносія та другого компонента, що може бути як газом-транспортером, так і відновником. При цьому одночасно в процесі формування покриття великий внесок вносять субструктура поверхні матеріалу інструменту та інтердифузійні реакції між конденсатом і матеріалом інструменту;

• до третьої групи можна віднести методи формування покриттів за рахунок взаємодії матеріалу деталі з високоенергетичним потоком частинок або плазми;

• до четвертої групи можна віднести методи формування покриттів за рахунок хімічних і плазмохімічних реакцій потоку частинок одночасно в обсягах простору, що безпосередньо примикає до насичених поверхонь інструментального матеріалу. [1]

До першої групи належать хіміко-термічні методи освіти покриттів (ХТМ), засновані на твердофазовому, рідкофазовому та газофазовому насиченні поверхні інструменту.

До другої групи методів нанесення зносостійких покриттів на робочі поверхні формотворного інструменту можна віднести методи хімічного осадження покриття (ХОП).

До третьої групи методів нанесення зносостійких покриттів на формотворчі поверхні інструменту можна віднести плазмові і детонаційний методи.

До четвертої групи методів нанесення покриттів можуть бути віднесені методи фізичного осадження покриттів (ФОП). [2]

Фізичні методи напилення покриттів також можна поділити на декілька видів:

- термічне випаровування нагріванням прямим проходженням струму, радіаційним, індукційним нагріванням;
- пряме електронно-променеве випаровування;
- катодне розпилення;
- високочастотне розпилення;
- магнетронне розпилення;
- іонно-променеве розпилення;
- реактивне випаровування і розпилення;
- іонне осадження. [3]

Іонно-плазмове нанесення - отримання плівкових покриттів розпиленням в плазмі інертних газів матеріалу мішені при подачі на неї негативного електричного потенціалу.

Іонно-променеве нанесення - отримання плівкових покриттів розпиленням матеріалу мішені спрямованим пучком енергетичних іонів інертних газів.

Реактивне іонно-плазмове нанесення - отримання складних за складом плівкових покриттів розпиленням мішені в плазмі, що містить хімічно активний (реактивний) газ. Плівки формуються в результаті хімічної взаємодії розпорошеного матеріалу і реактивного газу в основному на поверхні підкладки і частково на поверхні мішені, що розпилюється.

Реактивне іонно-променеве нанесення - отримання складних за складом плівкових покриттів розпиленням мішені пучком, що містить іони реактивного газу. Реактивне іонно-променеве нанесення поділяється на:

• розпорошення матеріалу мішені пучком іонів інертного газу з одночасним поданням реактивного газу в область конденсації плівки;

• розпорошення пучком, що складається з суміші інертних і реактивних газів;

• розпорошення пучком, що складається тільки з іонів реактивного газу

Фізичні методи нанесення покриттів представляють найбільш прогресивні напрямки в області виробництва. Можливість широкого варіювання температурою в зонах нанесення покриттів дозволяє використовувати вакуумно-плазмові методи в якості універсальних методів для нанесення покриттів на інструменти з вуглецевих, легованих вуглецевих, швидкоріжучих сталей і твердих сплавів. [4]

Розділ 1.1 Метод магнетронного розпилення покриттів

Обмеження в застосуванні діодних і тріодних систем для промислових цілей були обумовлені низькими швидкостями осадження (0,2-2 НМС 1), високим робочим тиском (1-10 Па) і великою напругою, що подається на розрядний пристрій (2-5 кВ), що знижувало продуктивність процесу і перешкоджало отриманню плівок з мінімальним рівнем забруднень і радіаційних дефектів. Становище докорінно змінилося після появи розпилювальних систем магнетронного типу. У цих розпилювальних систем, що працюють при низькій напрузі на розрядному проміжку (<700 В), плазма за допомогою магнітного поля локалізується в області розряду, що викликає осциляцію електронів і значно збільшує ступінь іонізації, в результаті поліпшуються параметри розпилювальної системи і збільшується швидкість осадження. Розпилення є низькотемпературним процесом і може застосовуватися для отримання плівок практично будь-яких металів. [4]

Магнетронне розпилення мішені відноситься до методу розпилення матеріалу іонним бомбардуванням. Нанесення покриттів у вакуумі за допомогою магнетронних систем полягає у розпиленні твердої мішені матеріалу, що буде випаровуватись, іонами інертного газу, які утворюються у плазмі аномального тліючого розряду у ортогонально схрещених електричному та магнітному полях[1].

Розділ 1.1.1 Схема установки та принцип роботи

Схема установки для осадження покриттів наведена на рис. 1.1.

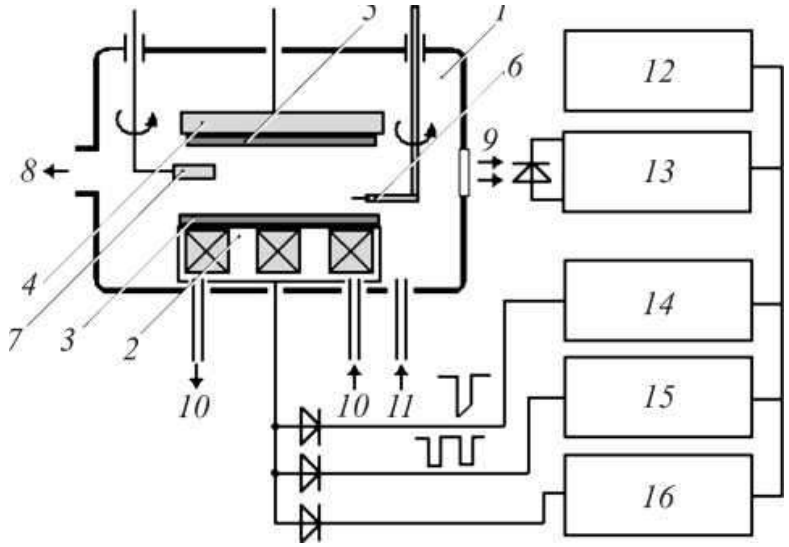


Рис. 1.1 Схема установки: 1 - вакуумна камера, 2 - планарний магнетрон, 3 – мішень, 4 - підкладкотримач, 5 - підкладка, 6 - зонд Ленгмюра, 7 - кварцовий вимірювач товщини і швидкості напилення, 8 - відкачка, 9 - оглядове вікно, 10 - водяне охолодження, 11 - напуск робочого газу, 12 - система управління та збору даних, 13 - фотометр, 14 - блок запалювання, 15 - блок живлення імпульсний, 16 - блок живлення постійний.

Під впливом магнітного поля, створюваного постійним магнітом, розташованим за катодом - мішенню, електрони здійснюють рух по циклоїдним траєкторіях у вузькій зоні над мішенню. При цьому ступінь розпилення і щільність іонного потоку збільшується на порядок, в порівнянні з простим діодним розпиленням. На відміну від іонного плакування, що має точкове джерело плазми, при магнетронному розпиленні джерело лінійне. Його параметри можуть бути збільшені, наприклад, за рахунок зміни положення лінійних джерел. Крім того при відповідному розташуванні магнетронних джерел плазми, наприклад, попарно, можна помітно зменшити "тіньовий ефект". Великим недоліком методу магнетронного розпилення є стрибкоподібне плакування поверхні підкладки шаром нітриду (карбіду, оксиду

і т. д.), що призводить до зниження роботи виходу вторинних електронів, і ступінь розпилення знижується. [5]

Принцип магнетронного розпилення полягає в утворенні над поверхнею катода плазми, кільцеподібної форми, в результаті зіштовхування електронів з молекулами реакційного газу (в даному випадку аргон). Позитивні іони, що утворюються у розряді, прискорюються до катода, бомбардують його поверхню, вибиваючи частинки матеріалу. [6]

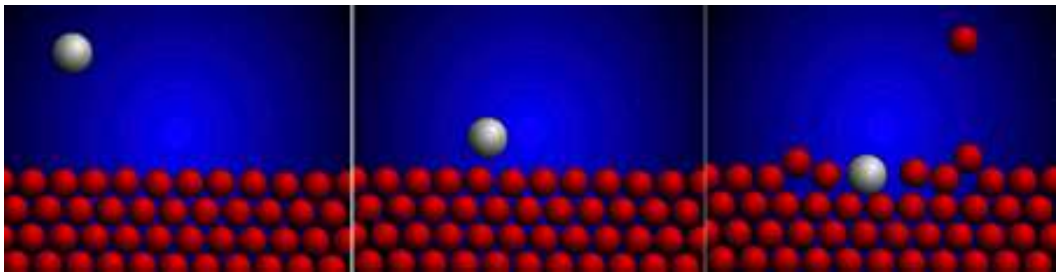


Рис 1.2 Схематичне зображення процесу іонного бомбардування.

Важкий іон аргона (біла кулька) розганяється у електричному полі та вибиває атом матеріалу (червона кулька), який висаджується на поверхні підкладки, утворюючи на її поверхні плівку(рис.1.2).

1.1.2 Фізичні процеси при іонному бомбардуванні

Розглянемо фізичні процеси, що відбуваються у матеріалі при його бомбардуванні.

При зіткненні іонів з поверхнею мішені відбувається передача моменту імпульсу матеріалу [1] [2]. Падаючий іон викликає каскад зіткнень в матеріалі. Після багаторазових зіткнень імпульс доходить до атома, розташованого на поверхні матеріалу, і який відривається від мішені та висаджується на поверхні підкладки. Середнє число вибитих атомів на один падаючий іон аргону називають ефективністю процесу, яка залежить від кута падіння, енергії і маси іона, маси матеріалу, що випаровується і енергії зв'язку атома в матеріалі.

— (1.1)

Де -коефіцієнт розпилення,

-кількість вибитих атомів мішені,

-кількість бомбардуючих іонів.

У разі випаровування кристалічного матеріала ефективність також залежить від розташування кристалічної решітки. [7]

При бомбардуванні поверхні мішені іонами генеруються кілька процесів:

- Іонне (катодне) розпилення матеріалу мішені
- Вторинна електронна емісія
- Десорбція газу
- Імплантація дефектів
- Ударна хвиля
- Аморфізація

Магнетронне розпилення, на відміну від звичайного діодного розпилення, дозволяє отримувати високу щільність іонного струму, а значить, і високі швидкості розпилення при відносно низьких тисках порядку 0,1 Па і нижче.

Переваги метода магнетронного розпилення:

- Можна отримувати покриття практично з будь-яких металів, сплавів, напівпровідників і діелектриків без порушення вихідного співвідношення компонентів мішені, що розпилюється;
- Нанесення покриття з широким інтервалом швидкостей напилення: 0,1-100 мкм/год при низьких робочих напругах та невеликих тисках робочого газу;
- Відсутність перегріву підкладки;
- Отримувати багатокомпонентні і багатошарові покриття, що відрізняються високою якістю і однорідністю;
- Наносити покриття в середовищі хімічно активних газів (N_2, O_2, CH_4, CO, SO_2 і ін.) і отримувати з'єднання на основі оксидів, нітридів, карбідів, сульфідів металів і інших з'єднань, в тому числі і тих, які неможливо отримати методами звичайного термічного випаровування;
- Наносити тонкоплівкові провідники, ізолюючі покриття на електронні компоненти, захисні покриття на деталі оптичних систем і приладів, зміцнюючі, стійкі до корозії і захисно-декоративні покриття на метали, діелектричні матеріали, скло, пластмаси у виробництві виробів різного призначення, включаючи товари народного споживання.
- Забезпечити повну екологічну безпеку (відсутність: рідких стоків, газоподібних викидів, транспортування і зберігання отруйних реагентів).[8]

Але при усіх перевагах магнетронне розпилення не дозволяє напилювати оксиди з великою швидкістю. Підвищення продуктивності призводить до сильного окислення самої мішені, що відразу ж робить неможливим її використання. У цих випадках використовується модифікована технологія з використанням високочастотного струму, який перешкоджає зміні стехіометричного складу напилюваного матеріалу.

1.1.3 Високопотужне розпилення

Високоенергетичне імпульсне магнетронне розпилення або HIPIMS - порівняно недавнє просування в технології напилення, яке використовується для фізичного осадження з парової фази тонкоплівкових покриттів на основі магнетронного розпилення з імпульсним джерелом живлення високої напруги. Метод HIPIMS використовує високовольтний короткий імпульс енергії, сфокусований на матеріалі мішені для генерування плазми високої щільності, що призводить до високого ступеня іонізації матеріалу покриття в плазмі.

Шляхом імпульсного впливу цільового матеріалу покриття сплесками енергії високої напруги з довжиною ~ 100 мкс порядку [кВт/см$^{-2}$] але з відносно малою тривалістю або «часом спрацювання» менше 10%, дозволяє проводити іонізацію великої частини матеріалу мішені розпилення в хмарі плазми без перегріву мішені та інших компонентів системи. Мішень має можливість охолонути протягом переважаючого часу «відключення», що призводить до низької середньої потужності катода 1-10 кВт, що допомагає підтримувати стабільність процесу.

Основними перевагами HIPIMS перед звичайним розпиленням є управління імпульсною потужною високою напругою, яка іонізує дуже високий відсоток матеріалу мішені без перегріву, створюючи щільну плазмову хмарину практично без крапель. Це дозволяє отримати щільні високоефективні покриття з гарною адгезією, які є надзвичайно гладкими. Також високі напруги для коротких тривалостей часу і збільшена швидкість іонізації цільового матеріалу покриття призводять до HIPIMS, що володіє ще більш поліпшеною адгезією плівки, і дозволяє наносити більш однорідні плівки на підкладки складної форми. Ці переваги роблять HIPIMS все більш зручним і вигідним для твердих плівок з дуже високою щільністю. [9]

Пульсування розряду різко змінює енергетику плазмового потоку, виробляючи іонізовані атоми з набагато більш високим рівнем енергії, ніж звичайне розпилення, що значно підвищує ймовірність іонізуючих зіткнень, коли іонізований розпилений матеріал стикається з атомами газоподібного газу.

Високоенергетичне імпульсне магнетронне розпилення генерує плазму дуже високої щільності порядку ~10^{13} іонів в $см^{-3}$.

Ключовою перевагою HIPIMS є простота, тому що з невеликим переобладнанням будь-яку існуючу систему магнетронного розпилення можна перетворити в систему HIPMIS. В принципі, у всіх випадках потрібно джерело живлення HIPIMS. [10]

HIPIMS має два основних недоліки. Одна з вимог до його високої потужності може зажадати більше енергії для еквівалентних швидкостей осадження, ніж звичайне магнетронне напилення. Енергія, необхідна для еквівалентних швидкостей осадження в порівнянні зі звичайним магнетронним розпиленням, знаходиться в діапазоні 30-80%. Порушення на поверхні катода або мішені є ще однією проблемою з HIPIMS. Світлові дуги, які виглядають як іскри на матеріалі цілі, є відносно незначними і не завдають великої шкоди. «Важкі» дуги, однак, можна розглядати як плазмові стовпи, що поширюються від матеріалу катодної мішені в плазму. Ці дуги можуть перегрівати мішень, що призводить до викиду мікрокрапель, що викликають проблеми з рівномірним ростом плівки.[11]

Розділ 2 Параметри процесу осадження і відпалу покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$

Покриття осаджували на поліровані зразки з молібдену і сталі 45, методом імпульсного магнетронного розпилення мішені. В якості матеріалу, що буде випаровуватися використовувалися розроблені в ІПМ НАНУ високотемпературні композиційні системи AlN-TiB_2 з добавкою $TiSi_2$. Схема установки для осадження покриттів наведена на рис. 2.1. Параметри осадження: імпульсна напруга, що подається на мішень 700 V, струм ~ 2.0 А, час нанесення 35 хв, потенціал зміщення на підкладці ~ 200 V. Парціальний тиск аргону в камері при нанесенні покриттів становив P_{Ar} ~ 0.1 Pa. Перед нанесенням покриттів проводилася очистка зразків у тліючому розряді протягом 15 хв при тиску P_{Ar} = 0.08 Pa. В якості реакційного газу застосовували аргон. Режими осадження та подальша обробка зразків представлені в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1

Параметри процесу осадження і відпалу покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$

Номер серії	$U_{імп.}$, В	I, А	$U_{зм}$, В	Умови обробки отриманих покриттів
1	700	2	200	Не проводилась
2	700	2	200	Нагрів до 200 ºС за 15 хв, нагрів до 900 ºС за наступні 60 хв, витримка ~ 60 хв, охолодження до Т = 0 ºС за 30 хв
3	700	2	200	Нагрів до 200 ºС за 15 хв, нагрів до 1300 ºС за наступні 90 хв, витримка ~ 60 хв, охолодження до Т = 0 ºС при неконтрольованому охолодженні.
4	700	2	200	Нагрів до 200 ºС за 15 хв, нагрів до 1300 ºС за наступні 90 хв, витримка ~ 60 хв, охолодження до Т = 0 ºС при неконтрольованому охолодженні. Далі проводилась імплантація іонами Au^- з дозою імплантації $1x10^{17}$ іон/$см^2$.

$U_{імп.}$ – імпульсна напруга, що подається на мішень;

$U_{зм}$ – потенціал зміщення на підкладці.

Вивчення морфології і елементного складу поверхні покриття проводилося на скануючому електронному мікроскопі з системою енергодисперсійного аналізу (SEM/EDS, прискорююча напруга 20 кВ). Склад по товщині покриття досліджувався методом часопролітної мас-спектрометрії вторинних іонів (TOF-SIMS). Для визначення рельєфу поверхні з високою роздільною здатністю застосовувався атомно-силовий мікроскоп (AFM). Профіль поверхні покриття та її шорсткості вимірювали за допомогою скануючого мікроскопа з 3D лазером VK-X100 / X200 серії.

Аналіз структурно-фазового стану проводився на дифрактометрі ДРОН-3М у випромінюванні Cu-K_α. Для монохроматизації реєстрованого випромінювання застосовувався графітовий монохроматор, який встановлювався перед детектором у вторинному пучку. Фазовий склад і структура (текстура, субструктура) покриття вивчалися методом рентгенівської дифрактометрії шляхом аналізу положення, інтенсивності та форми профілів дифракційних рефлексів. Для розшифровки дифрактограм використовувалися таблиці міжнародного центру дифракційних даних Powder Diffraction File.

Фазовий склад покриття досліджувався також методом малокутового розсіювання в Cr-K_α випромінюванні.

Система з кругових діафрагм малого розміру, рознесених на відстань істотно більше розміру отворів, дозволяє наблизитися до умов плоскої хвилі з точністю до відношення r/R, де r і R - діаметри отворів діафрагм і відстань між ними, відповідно. Величина r/R визначає розмір проекції первинного пучка в площині приймача, а в поєднанні з обраною відстанню від зразка до детектора L і той найменший кут $2\theta_{min}$ (відповідно, h_{min}), починаючи з якого можна вести вимірювання інтенсивності розсіяного випромінювання. Значення h_{min} і визначає малокутову роздільну здатність даної колімаційної системи і верхня

межа (D_{max}) розмірів тих неоднорідностей, які можуть бути досліджені на дифрактометрі: $D_{max} = \pi/h_{min}$.

Дослідження зразків методом рентгенівської спектроскопії проводилися за допомогою дифрактометра RINT-2500 V з використанням позиційно-чутливого пропорційного лічильника (PSPC/MDGT). Робочі значення напруги і струму рентгенівського дифрактометра рівні 40 kV і 300 mA. Виміри проводилися під кутами 3°, 10° і 30° для зразків у початковому стані і після відпалу.

Для більш детального вивчення ефекту від іонного бомбардування (імплантації іонів Au з енергією 40 кеВ до дози $10^{17}см^2$), зразки знімалися при найменшому куті ковзаючого падіння 20, коли інформативна глибина дослідження становила менше 100 нм.

Механічні характеристики покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$ - твердість і модуль пружності, визначалися методом наноіндентування індентором Берковича на приладі Hysitron TI 950 Triboindenter. Для запобігання впливу підкладки на величини твердості і модуля пружності навантаження на індентор вибирали таким чином, щоб глибина проникнення не перевищувала 10% від товщини покриття. Для дослідження нерівностей на поверхні покриття використовувався 3D Laser + Optical метод.

Розділ 3 Результати експерименту та їх обговорення

Елементний склад покриття визначався методом рентгенофлуоресцентного аналізу як у вихідному стані, так і після високотемпературного відпалу зразків.

Наявність в покритті великого вмісту легкої різноелементної складової (C, B, O, N) відбувається через різні по типу і енергії хімічні зв'язки з металевими атомами (табл. 3.1).[12][13]

Склад покриття залишається досить стабільним при температурі відпалу 900 °C і змінюється в бік насичення киснем і збіднення по атомам титану при температурі відпалу 1300 °C.

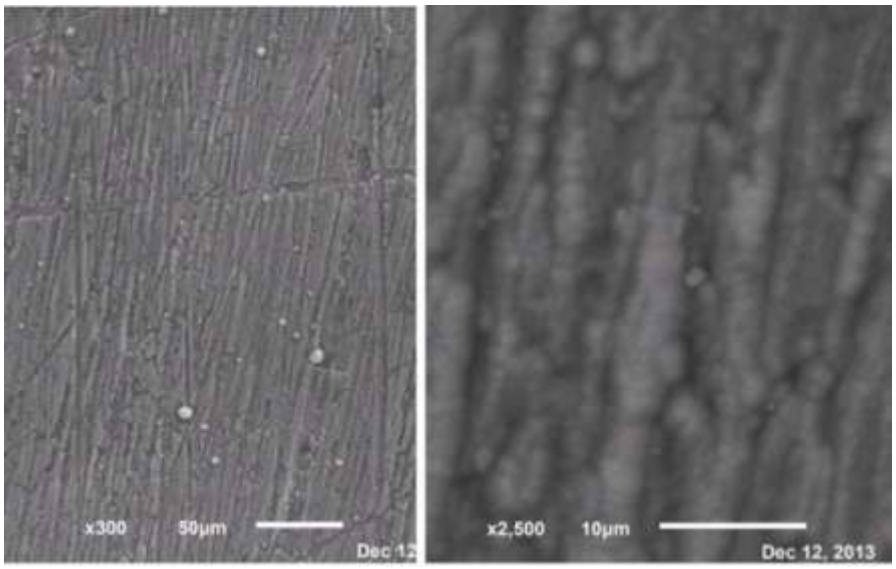
За металевою складовою основа покриття - алюміній, а по легкому наповненню - бор.

Електронно-мікроскопічні дослідження топографії покриття на основі композиційної кераміки AlN-TiB_2-$TiSi_2$ (рис. 3.1) показали, що при вибраних режимах осадження формується однорідна структура захисного шару з незначною концентрацією крапельних фракцій мікронних розмірів (до 10 мкм в діаметрі). В областях, вільних від цих дефектів росту спостерігається досить рівна поверхня.

Таблиця 3.1

Елементний склад покриттів AlN-TiB_2-$TiSi_2$

Номер серії	Температура відпалу, °C	Елементний склад покриття, ат.%						
		B	*C*	*O*	*N*	*Al*	*Si*	*Ti*
1	–	34.49	17.27	11.92	9.26	17.25	2.89	6.92
2	900	38.07	12.70	13.14	8.32	18.30	2.70	6.72
3	1300	23.57	30.36	26.84	6.97	11.45	0.32	0.49



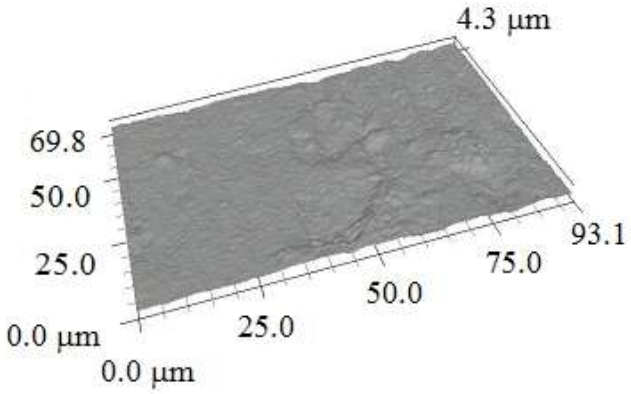
(а) (б)

Рис.3.1. Морфологія поверхні покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$ (серія №1): а - ×300; б - ×2500.

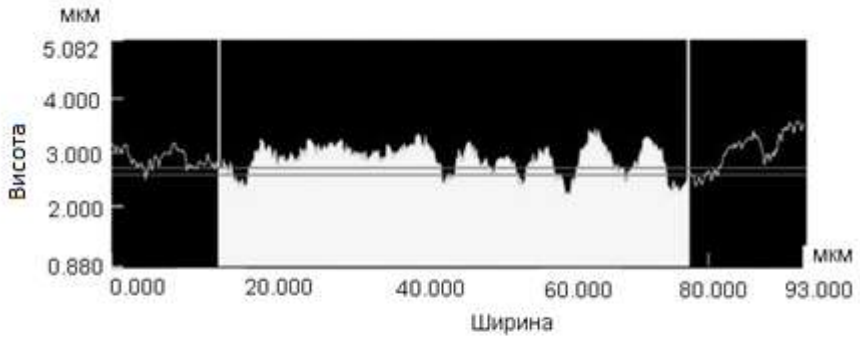
На рис. 3.2, *а* наведено знімок, який демонструє морфологію поверхні покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$, отриманий за допомогою 3D лазера. Експериментально підібрано режими осадження, які дозволяють створити покриття з величиною нерівностей на поверхні < 1 мкм (рис. 3.2, *б*), що свідчить про високу якість покриттів, нанесених за допомогою методу магнетронного розпилення мішені багатокомпонентного складу. Потрібно відзначити, що прояв окремих включень на поверхні покриття є результатом локальної неоднорідності його складу. Наявність великої кількості різних елементів є визначальним чинником у структурному стані покриттів. За даними рентгенодифракційного аналізу (рис. 3.3), в процесі осадження формується покриття з аморфноподібною структурою. На рентгенограмі в області кутів 2θ спостерігається «гало» з максимумом при відсутності чітко виражених дифракційних максимумів. Для оцінки величини області ближнього порядку упорядкування в покриттях використовуючи співвідношення (3.1):

$$Rm \approx 10/\Delta s \qquad (3.1)$$

де Δs - ширина першої ширококутової «галоподібної» кривої в координатах «інтенсивність-вектор розсіювання s» (модуль вектора розсіювання $s = |\vec{s}| = 4\pi \sin\theta / \lambda$).



(а)



Профіль	Гориз. дист.	Різн. вис.	Середн. вис.	Кут
Весь	93.000 мкм	0.379 мкм	2.911 мкм	0.233
Виділ.	62.794 мкм	0.130 мкм	2.888 мкм	0.119

(б)

Рис. 3.2. Зображення покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$ (серія №1): а - локальні неоднорідності; б - профіль нерівностей на поверхні покриття

Вираз (3.1) випливає з того, що радіус кореляції (величина області впорядкування) обернено пропорційна величині Δs:

$$R_m = 2 \cdot \pi^3 \cdot z^2 / 6{,}25 \Delta s \qquad (3.2)$$

де z - індекс максимуму. Для першого максимуму (z = 1) $R_m \approx 10/\Delta s$.

Для розглянутого випадку величина області впорядкування складає ~

R_m= 10A = 1 нм.

Рентгендифракційні спектри зразків після відпалу при температурі 900 °С наведено на рис. 3.4.

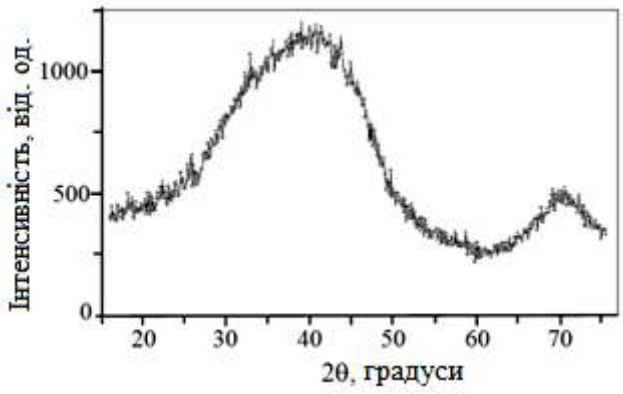


Рис. 3.3. Ділянка дифрактограми покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$, отриманого методом імпульсного магнетронного розпилення.

Формування аморфоподібної структури в покритті після осадження є важливим чинником, що обумовлює їх високі функціональні властивості, визначаючи високу дифузійну стійкість до зовнішніх впливів через відсутність в матеріалі в аморфоподібному стані шляхів легкої дифузії.[14] При цьому аморфноподібні структури є термодинамічно метастабільними і в цьому зв'язку, важливим чинником їх структурної перебудови є відпал при високих температурах.[15][16]

На рис. 3.4 представлені рентгенодифракційні спектри із зразків, витриманих при температурі 900 °С, отриманих методом рентгенівського малокутового розсіювання. Згідно дифрактограм, під час відпалу активувався процес рекристалізації матеріалу. В якості основних фаз у складі покриттів виявлені AlN, AlB_2, Al_2O_3, β-TiO_2. Фазовий склад корелює з вмістом елементів у покритті. Вуглець у зв'язаному стані у вигляді карбідів на дифракційних спектрах не виділяється.[17] Можна припустити, що визначений за елементним аналізом вуглець знаходиться у вигляді графітових нанорозмірних включень, внесок в дифракційну картину від яких дуже малий.

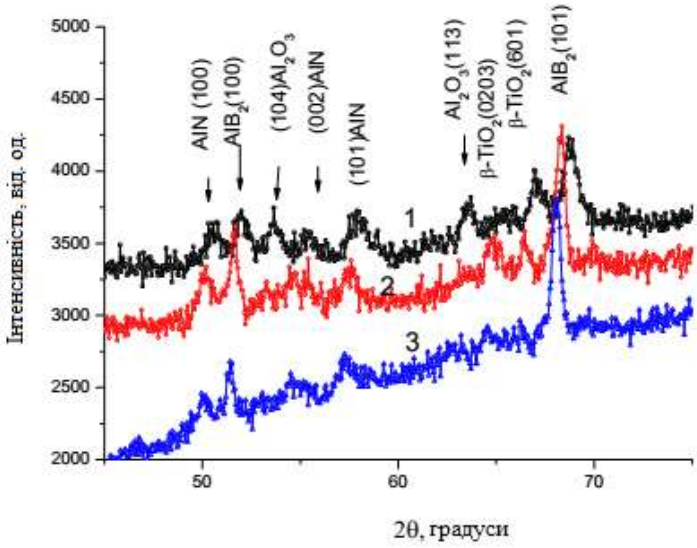
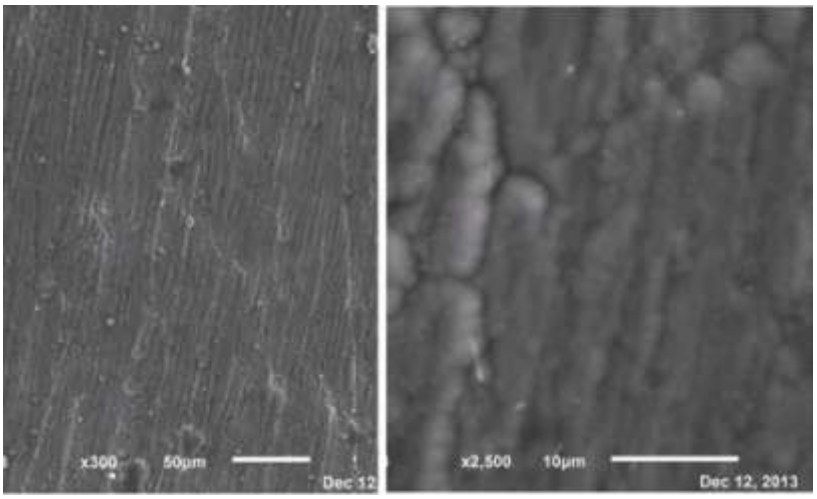


Рис. 3.4. Фрагменти рентгенограм з покриття, відпаленого при температурі 900 ºС (серія №2), при кутах сканування: 1 - 3º; 2 - 10º; 3 - 30º.

Рентгенодифракційні знімки під малими кутами (у ковзаючій геометрії) показали, що поверхневі шари покриття збагачені оксидними фазами (Al_2O_3, β-TiO_2) і збіднені боридними.

Для осадження покриття була обрана композиційна кераміка AlN-TiB2-TiSi2, що містить у своєму складі фази, що мають температури плавлення > 1500 ºС. Тому термічний відпал зразків при температурі 900 °С не вносить суттєвих змін в морфологію поверхні покриття (рис. 3.5).[18]

На знімках, отриманих при збільшенні 2500 разів, видно, що внаслідок відпалу на поверхні покриття значно знижується кількість включень величиною до 0,5 мкм в діаметрі. На тлі мікронного макрорельефа формується субмікронний мікрорельєф, представлений утвореннями глобулоподібної форми. Вони можуть бути результатом формування оксидних фаз на основі титану і алюмінію.[19] У 2D зображенні поверхня має сильно розвинену топологію з шорсткістю, що перевищує 1 мкм (рис. 3.6).



(а) (б)

Рис. 3.5. Морфологія поверхні покриття, відпаленого при температурі 900ºС (серія №2): а - ×300 разів; б - ×2500 раз.

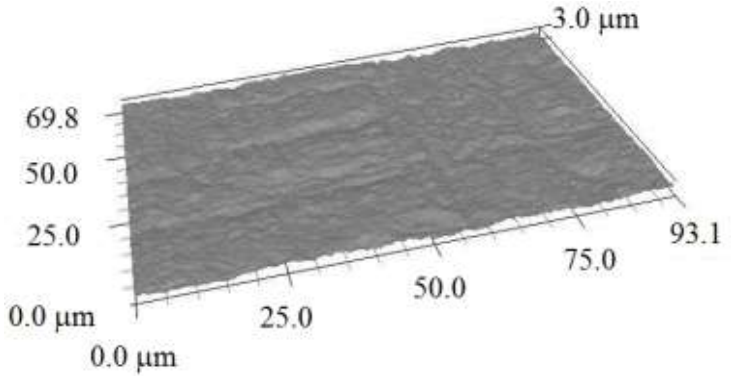
Утворений при відпалі макрорельеф має субмікронний підрельеф з утворень глобулоподібної форми.

Враховуючи дані аналізу елементно-фазового складу поверхні покриття, можна припустити, що такі утворення можуть бути результатом формування оксидних фаз на основі титану і алюмінію.[20]

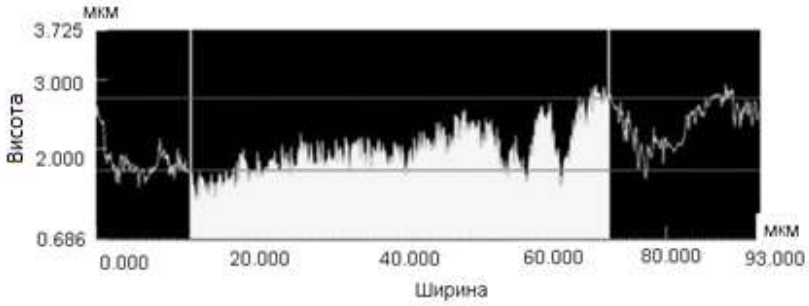
Відпал при більш високій температурі (1300 °С) призводить до принципової зміни картини дифракційного спектра. Основною складовою покриття стає оксид алюмінію Al_2O_3 і до 30 об. % залишається AlB_2 (рис. 3.7).

Формування кристалітів Al_2O_3 і AlB_2, в цьому випадку, обумовлено найбільшою теплотою утворення, характерною для цих фаз.

Слід зазначити, що як і у випадку відпалу при 900 ºС поверхня покриття збіднена боридного фазою при іонному опроміненні, яке стимулює подальше збіднення поверхні бором, що проявляється у відносному зменшенні піків від диборида алюмінію (спектр 4 на рис. 3.7). Також до ефектів іонної імплантації можна віднести зменшення шорсткості поверхні покриття, що проявляється в порівняно низькому розкиді фону дифракційного спектра, знятого в ковзаючій геометрії.



(а)



Профіль	Гориз. дист.	Різн. вис.	Середн. вис.	Кут
Весь	93.000 мкм	0.044 мкм	2.061 мкм	0.027
Виділ.	58.532 мкм	1.044 мкм	2.061 мкм	1.022

(б)

Рис. 3.6. Зображення покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$, відпаленого при температурі 900 ºС (серія №2): а - локальні неоднорідності; б - профіль нерівностей на поверхні покриття

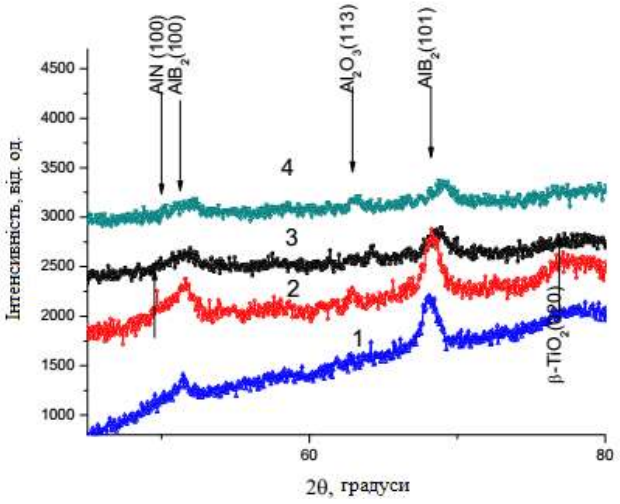
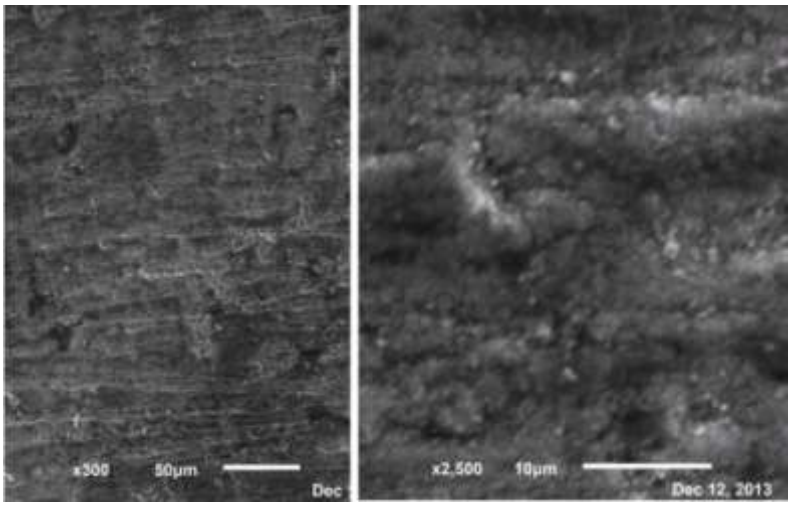


Рис. 3.7. Фрагменти рентгенограм з покриття, знятих при куті нахилу пучка до зразка: 1- 30º (серія №3), 2- 10º (серія №3), 3- 3º (серія №3), 4- 2º (серія № 4)

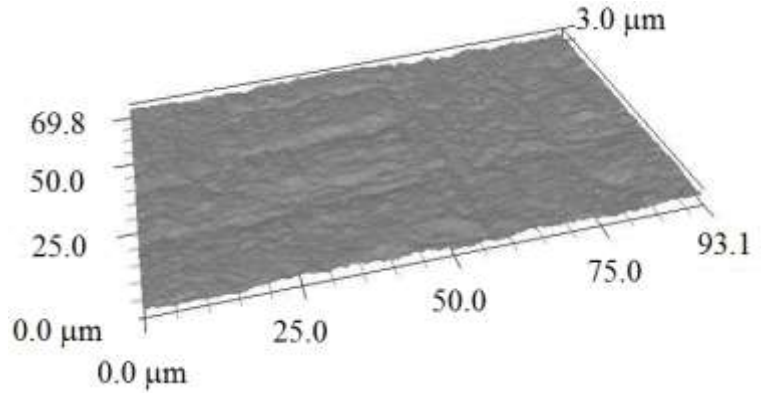
Витримка зразків при температурі в 1300 °С активує процеси рекристалізації матеріалу. На поверхні відсутня явно виражена глобулярна субструктура, але на мікрорівні з'явилося безліч різних дрібних утворень (рис.3.8). Слід зазначити, що вони не сприяють формуванню поверхні з розвиненим рельєфом. Навпаки високотемпературний відпал призводить до помітного зниження шорсткості покриття (див. рис. 3.2, *б*; 3.6, *б*; 3.9, *б*).



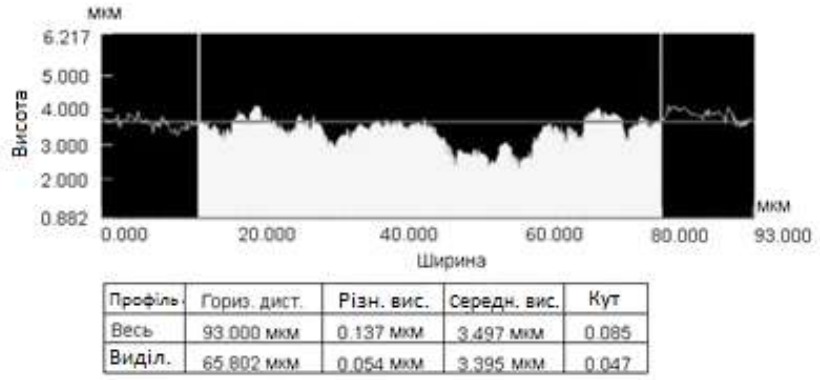
(а) (б)

Рис. 3.8. Морфологія поверхні покриттів AlN-TiB_2-$TiSi_2$, відпаленого при температурі 1300 ºС (серія №3): а - ×300; б - ×2500.

Як видно з результатів просвічуючої мікроскопії високої роздільної здатності (рис. 3.10) після високотемпературного відпалу роздільна здатність виділених ділянок двох зон з мікродифракцією і подальшою іонною імплантацією в покритті досить чітко проглядається утворення характерних зон: близько до поверхні - зона імплантації товщиною близько 40 nm, з легуванням імплантованим золотом. Атомна роздільна здатність цієї області з мікродифракцією (рис. 3.10, *а*) показує, що імплантовані атоми золота утворюють в поверхневому шарі кластери з упорядкованою структурою з розміром впорядкування 2 - 3 nm. Певні з даних мікродифракції міжплощинні відстані 0,244 nm і 0,210 nm відповідають кілька збільшеним міжплощинним відстаням решітки золота для площин (111) і (200), відповідно.



(а)



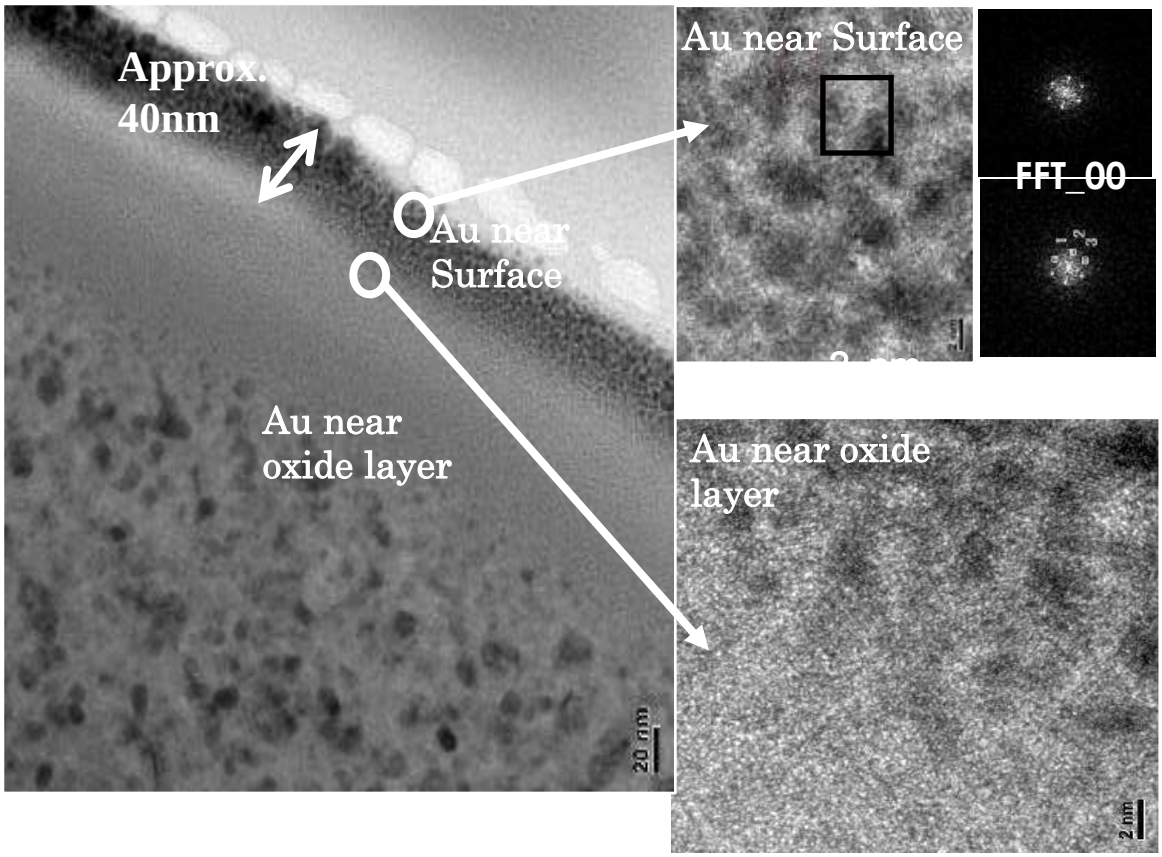
Профіль	Гориз. дист.	Різн. вис.	Середн. вис.	Кут
Весь	93.000 мкм	0.137 мкм	3.497 мкм	0.085
Виділ.	65.802 мкм	0.054 мкм	3.395 мкм	0.047

(б)

Рис. 3.9. Зображення покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$, відпаленого при температурі 1300 ºС (серія №3): а - локальні неоднорідності; б - профіль нерівностей на поверхні покриття

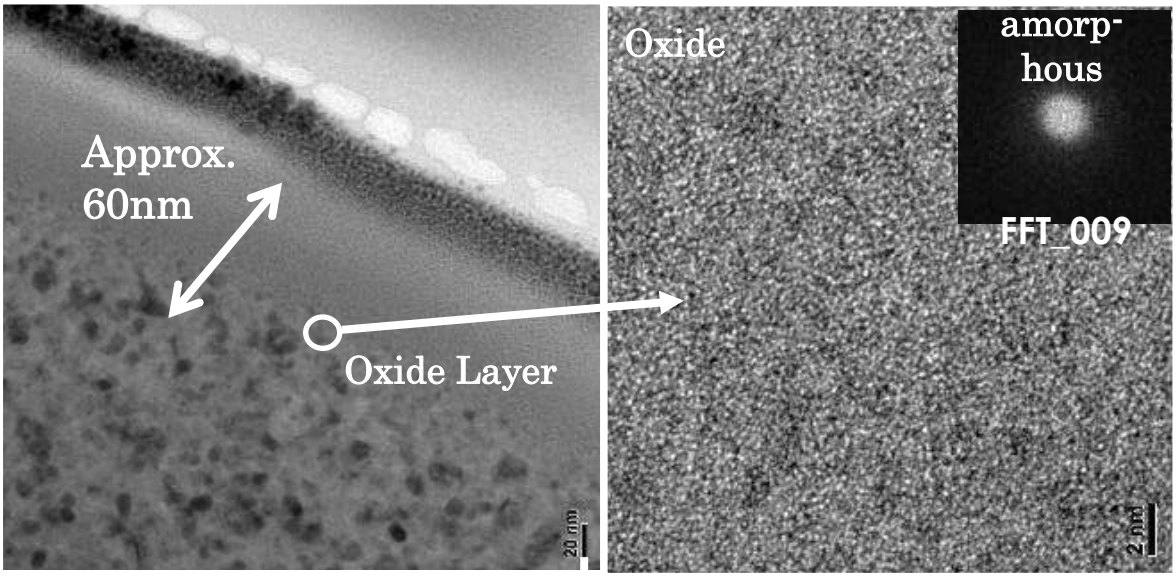
Для другої зони, товщиною близько 60 nm, як показують результати електронної мікроскопії високої роздільної здатності, характерно аморфний структурний стан (рис. 3.10, *б*). Про це ж свідчить і галоподібний вид картини FFT (рис. 3.10, *б*, FFT -0098).

При вимірюванні твердості і модуля пружності покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$ на стальній підкладці, навантаження на індентор вибирали таким чином, щоб глибина проникнення не перевищувала 10% від товщини покриття для запобігання впливу підкладки на вимірювання твердості і модуля пружності.



а)

а)



б)

Рис. 3.10. Результати TEM и HRTEM аналізу з атомарною роздільною здатністю виділених ділянок з FFT: а) зображення Au біля поверхнісного шару; б) зображення оксидного шару.

Твердість покриття розраховувалася із співвідношення (3.3):

$$H = P_{max}/A, \quad (3.3)$$

де P_{max} - максимальне навантаження, прикладене до індентора, А - площа проекції відновленого відбитка.

Відомо, що висока шорсткість поверхні покриття може викликати помилки при визначенні площі контакту зразка з індентором, так як остання непрямим чином визначається в залежності від глибини контакту. [21] Проте, як виявлено в цьому дослідженні шорсткість покриття суттєво не впливає на вимірювану твердість, так як вона становить менше 1 нм, а радіус закруглення індентора Берковича ~ 20 мкм.

Вимірювання нанотвердості покриття (рис. 3.11), проведені за допомогою тригранної пірамідки Берковича, дозволили встановити, що середнє значення твердості (див. рис. 3.12, крива 3) покриттів на основі AlN-TiB_2-$TiSi_2$, рівне 15,3 ГПа, було отримано шляхом усереднення результатів наноіндентування зразків з покриттям (див. табл. 3.2); середнє значення модуля пружності склало 206,7 ГПа (рис. 3.13, крива 3).

Невеликий розкид за даними наноіндентування свідчить про більшу однорідность покриття за механічними властивостями.[22] Значення індексу в'язкопластичні для отриманої системи склало ~ 0,07, наближаючись тим самим до аморфного стану матеріалу.[23]

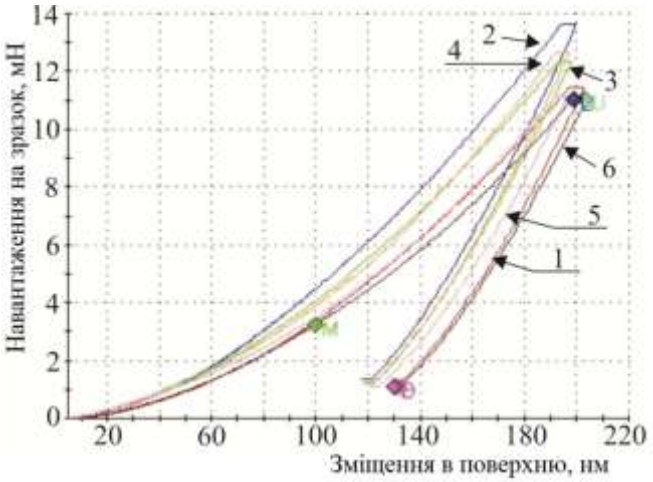


Рис. 3.11. Криві «навантаження - зміщення» по глибині при наноіндентуванні покриття: вимірювання твердості

Таблиця 3.2

Результати наноіндентування зразка з покриттям $AlN\text{-}TiB_2\text{-}TiSi_2$

№ досліду	E, ГПа	H, ГПа
1	195,04	13,62
2	238,064	18,579
3	214,48	16,641
4	218,722	15,948
5	192,673	14,139
6	181,256	12,888

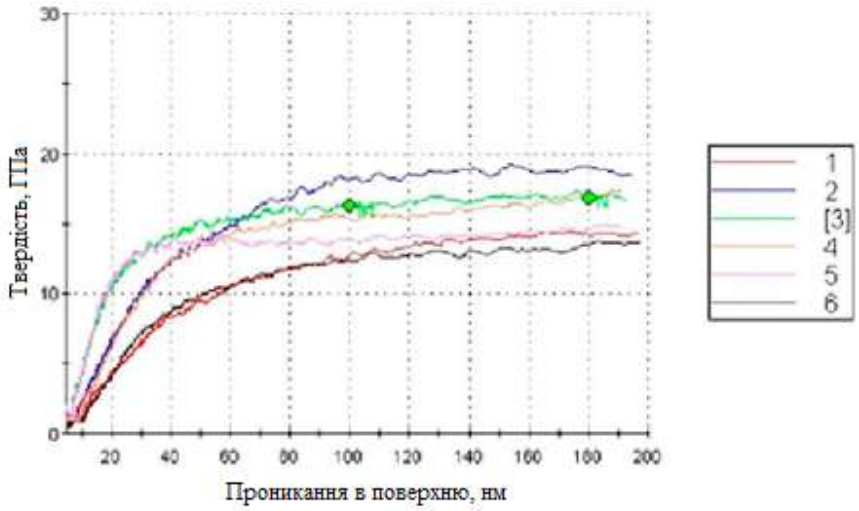


Рис. 3.12. Криві зміни твердості при наноіндентуванні зразка з покриттям AlN-TiB_2-$TiSi_2$

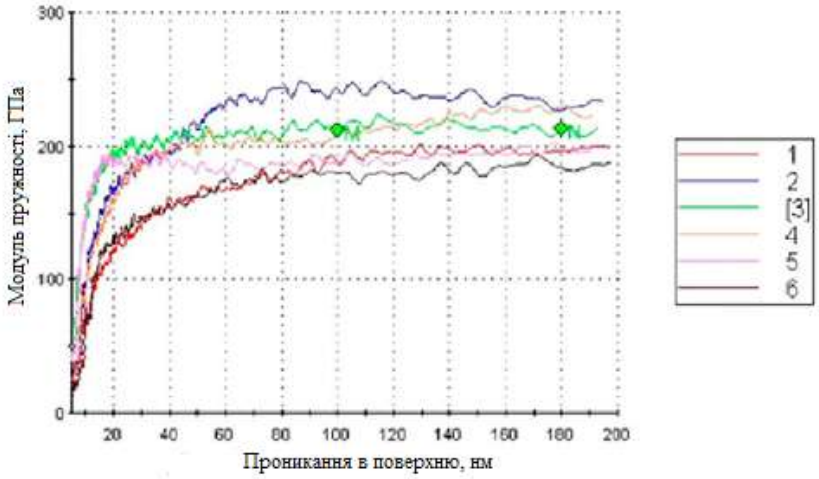
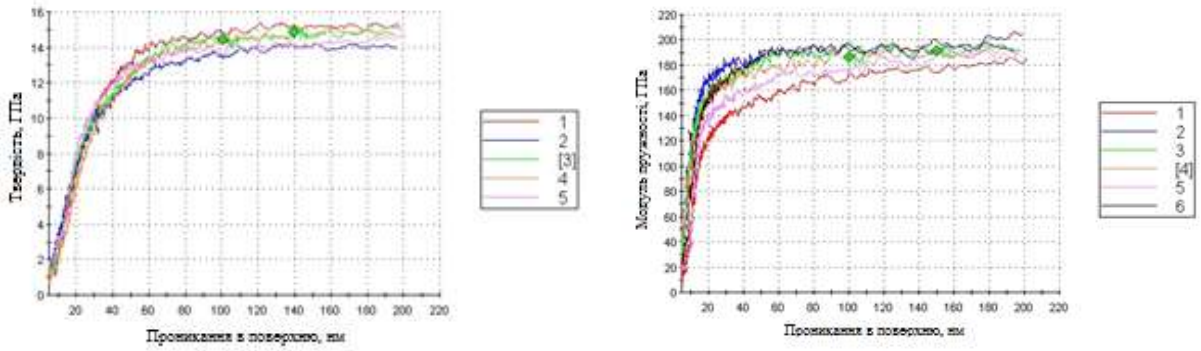


Рис. 3.13. Криві зміни модуля Юнга (пружності) при наноіндентуванні зразка з покриттям AlN-TiB_2-$TiSi_2$

Відомо, що висока термічна стабільність і високотемпературна стійкість до окислення є одними з найкращих властивостей покриттів на основі керамічних матеріалів.[24] Ці властивості сильно залежать від фазового складу і термічної стабільності окремих фаз, з яких складається покриття.[25] Тому, в дпній роботі потрібно висвітлити вплив температури відпалу на твердість покриттів системи AlN-TiB_2-$TiSi_2$ при тиску P = 0,7 Па.

Результати наноіндентування покриттів після відпалу при температурах T = 900 ºC та 1300 ºC наведені на рис. 3.14 – 3.15 і в таблицях 3.3 – 3.4.



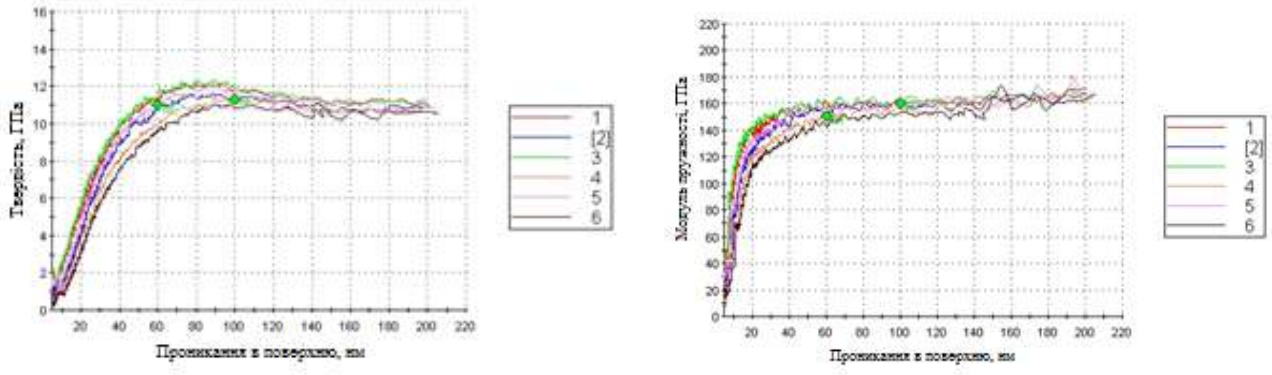
а) б)

Рис. 3.14. Криві «навантаження - переміщення» при наноіндентуванні зразка з покриттям AlN-TiB_2-$TiSi_2$, отриманого при Т = 900 ºС : а - твердість; б - модуль пружності

Таблиця 3.3

Результати наноіндентування зразка з покриттям AlN-TiB_2-$TISi_2$ після відпалу при Т = 900 ºС

№ досліду	Е, ГПа	Н, ГПа
1	198,83	15,05
2	188,02	13,84
3	197,80	14,51
4	198,55	14,49
5	188,56	14,00
6	194,53	14,38



а) б)

Рис. 3.15. Криві «навантаження - переміщення» при наноіндентуванні зразка с покриттям AlN-TiB_2-$TiSi_2$, отриманого при T = 1300 ºC: а - твердість; б - модуль пружності

Таблиця 3.4

Результати наноіндентування зразка з покриттям AlN-TIB_2-$TISI_2$ після відпалу при T = 1300 ºC

№ досліду	*E*, ГПа	*H*, ГПа
1	159,11	11,89
2	157,38	11,293
3	160,9	11,996
4	153,62	10,79
5	157,936	11,585
6	149,26	10,45

Результати експериментів свідчать про те, що мають місце два чинники, що призводять до зменшення твердості покриттів при відпалі у вакуумі P = 0,6..0,7 Па і $U_{зм}$ = -150 В. По-перше, значно покращується гомогенність об'ємної структури AlN покриттів по фазовому складу, по-друге утворення нових фаз AlB_2 і BN_2, проте згідно з даними вміст TiB_2 адитивно впливає на зменшення розміру області когерентного розсіяння, що є критерієм деформаційного зміцнення. У нашому випадку на дифрактограмах при T = 1300 ºC не було виявлено фази TiB_2.

Також можна представити нові більш точні результати дослідження покриття AlN-TiB_2-$TiSi_2$, а саме вимірювання твердості та зведеного модуля пружності.

Нанотвердість H і зведений модуль пружності E_r для осадженого покриття і відпаленого при 900 ºС були виміряні при максимальній глибині вдавлювання індентора 80 нм (менше ніж 10% від товщини покриття) при навантаженні 3 мН. Твердість являється найвищою для покриття після відпалювання H = 24,41 ГПа, а для покриття після осадження становить H = 15,20 ГПа. Зведений модуль пружності також змінюється по зазначеній вище тенденції, тобто для покриття після відпалу він становить E_r = 212,46 ГПа, а для осадженого покриття він трошки нижчий E_r = 177,6 ГПа.

Залишкова деформація покриттів після наноіндентування була досліджена за допомогою АСМ. Для того, щоб порівняти механічні властивості покриттів, ми повинні встановити характер деформації аморфного і нанокристалічного покриття.[26] Встановлено, що немає видавлювання матеріалу навколо відбитків індентора, це означає, що деформація є однаковою в обох зразках, тому значення твердості і модуля пружності можна порівняти між зразками.

Низька твердість аморфного покриття може бути пов’язана з низько енергетичним процесом осадження (не прикладена напруга до підкладки, не відбувається нагрівання підкладки), що обмежує високу дифузійну рухливість конденсованих атомів.[27] Таким чином були сформовані локальні ділянки з високою долею вільного об’єму, що в свою чергу сприяє низькій густині аморфної фази.

Релаксація аморфної фази з утворенням нанокомпозитної структури кардинально змінює механічну поведінку системи.[28] Взаємодія між зернами ускладнює генерацію дислокацій (розмір зерен менше довжини дислокації), і запобігає подальшому поширенню тріщин через зміцнення на границях зерен, і здержування зернограничного ковзання, і сильно зменшує генерацію макронапружень в нанокомпозитних покриттях з малим розміром зерен.

Вважається, що у нашому випадку твердість збільшується завдяки взаємному впливу нанокомпозитної структури і анігіляції вільного об’єму внаслідок релаксації аморфної структури.

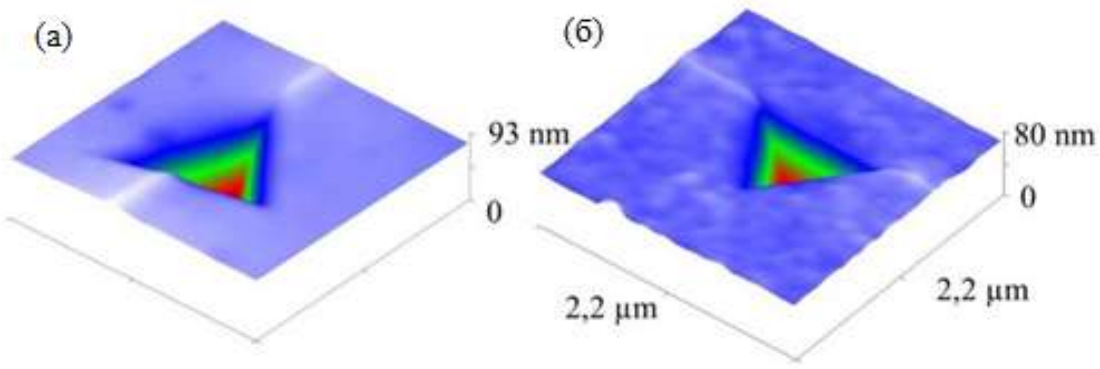


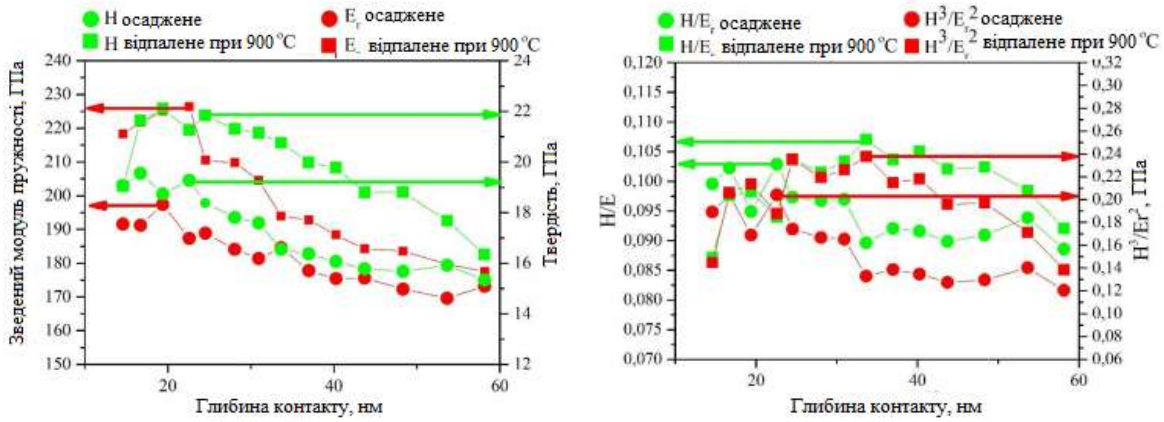
Рис. 3.16 – АСМ 3D зображення, що показують залишкові відбитки індентора для (а) аморфного зразка і (б) нанокристалічного зразка після навантаження 3мН.

До того ж, треба розуміти, що висока твердість H не одна важлива властивість твердих нанокомпозитних покриттів [29]. Для багатьох застосувань ударна в'язкість (опір пластичній деформації, відношення H^3/E_r^2) і еластичне розтягування до пластичної деформації (H/E_r) захисного покриття є більш важливим, ніж його надзвичайно висока твердість H, вони були обчислені H^3/E_r^2 = 0,322 ГПа і H/E_r = 0,115 для відпаленого покриття і H^3/E_r^2 = 0,111 ГПа і H/E_r = 0,0856 для покриття після осадження. Еластичність в поєднанні з твердістю є гарним показником зносостійкості [30][31]. Таким чином, підвищення відношення H/E_r для покриття після відпалу є показником здатності цих покриттів до опору механічній деградації і ушкодженням при трибоконтакті, так як контакт може залишатися еластичними при більш високих навантаження при зовнішньому впливі.[32] У той час як відносно високе значення відношення H^3/E_r^2 нанокомпозитного покриття передбачає, здатність матеріалу поглинати енергію при деформації до руйнування збільшується, що в свою чергу призводить до збільшення опору покриття до утворення тріщин і, отже, знизить крихкість. Крім того, повідомлялося, що

покриття з високим H^3/E_r^2 може демонструвати більш низькушвидкість ерозії [33].

Широко визнано, що властивості поверхневого шару матеріалу покриття дуже впливають на триботехничні властивості покриттів на початковій стадії тертя і зносу, і в результаті на поведінку всієї системи.[34] Для того, щоб провести поглиблену характеристику механічних властивостей поверхневого шару покриття, наноіндентування по глибині покриття було проведено з прикладення поступово збільшуваного навантаження до алмазної пірамідки Берковича з максимальним навантаженням від 0,05 до 2 мкН. Твердість і зведений модуль пружності кожної кривої навантаження для декількох циклів представлено на графіку (рис. 3.17) як функцію глибини проникнення для покриття TiAlBSiN після осадження і після відпалювання при 900 °C. Добре видно, що H і E_r аморфного шару покриття після відпалу вище, ніж покриття після осадження. Як було показано, що обидва шари знаходяться в аморфному стані. Таким чином, збільшення твердості після відпалу може бути пов'язано зі зміною хімічного ближнього порядку через взаємну дифузію в цій частині покриття. Підвищення твердості поверхні відпаленого покриття обумовлено збільшенням густини зв'язків з високою силою зв'язку, що узгоджується з результатами РФС (сила зв'язку в кДж / моль є: Al - O ≈ 514, Si - O ≈ 800, Ti - O ≈ 672, Ti - N≈ 476, B - O ≈ 715). Важливо відзначити, що подібність відношень H^3/E_r^2 і H/E_r покриттів спостерігаються на глибині 20 нм, в той час як після цієї глибини відпалене покриття демонструє більш високі значення цих параметрів.

Для визначення зміни концентрації елементів по товщині покриття, використовувався метод часопролітної вторинної мас-спектрометрії (поріг виявлення ~ 10^{-6} at.% [28]). Його застосування дозволило дослідити склад покриття по глибині - від поверхні до міжфазної межі покриття-підкладка.



(а) (б)

Рис. 3.17. Твердість і зведений модуль пружності, як функції глибини контакту (а) і зміна відношення H/E_r і H^3/E_r^2 як функції глибини контакту осадженого і відпаленого при 900 °C TiAlBSiN покриття (б).

Згідно з даними, представленими на рис. 3.18, можна з упевненістю говорити про однорідність розподілу елементів покриття по глибині. Тривале бомбардування іонами не представляє можливості розпилення покриття до підкладки, що свідчить про його велику товщину (> 7 мкм).

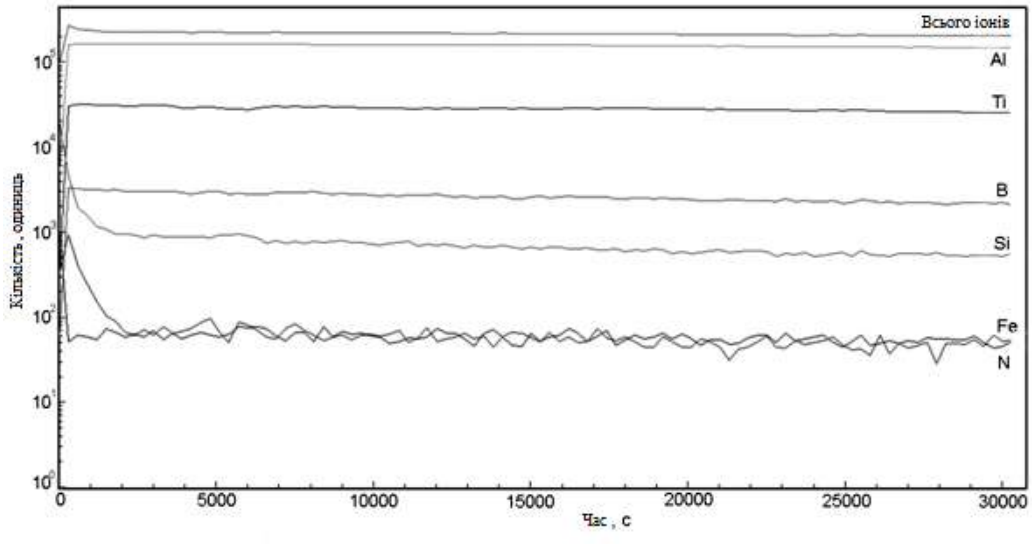


Рис. 3.18. Профілі концентрації елементів в покритті AlN-TiB_2-$TiSi_2$ №1 в невідпаленому стані.

Враховуючи представлені вище результати досліджень, можна зробити висновок, що багатокомпонентні покриття системи AlN-TiB_2-$TiSi_2$ можуть бути ефективно використані для підвищення працездатності ріжучих інструментів

при обробці сталей і сплавів високої твердості при різанні без охолодження, коли в зоні обробки мають місце високі температури. Як приклад на рис. 3.19 представлені результати випробувань за впливом швидкості різання (температура в зоні різання 1000 - 1300 °С) на швидкість зношування інструментів при точінні загартованої сталі ШХ15 [35].

Як видно, ефективність інструменту з покриттям AlN-TiB_2-$TiSi_2$ зростає при збільшенні швидкості різання. У дослідженому діапазоні умов різання застосування захисного покриття підвищує зносостійкість інструменту в 1,16-1,32 рази. Можна зробити висновок, що наявність на контактних поверхнях інструменту захисного покриття призводить до зміни фізико-хімії і механіки контактної взаємодії оброблюваного виробу та інструменту, обумовлюючи зміну механізму його зношування і підвищуючи експлуатаційні характеристики.

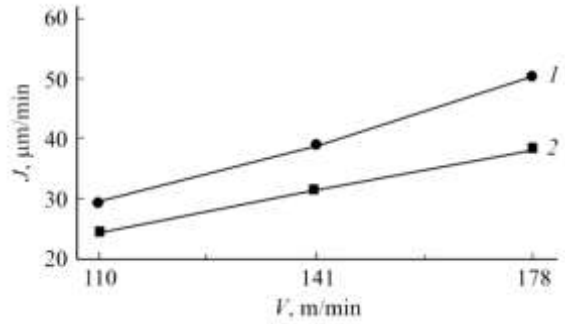


Рис. 3.19. Вплив швидкості різання на швидкість зношування інструменту при точінні (S = 0,1 мм/об, t = 0,2 мм) загартованої сталі ШХ15 (60 HRC): 1 - інструмент без покриття; 2 - інструмент з покриттям

Розділ 4 Техніка безпеки

Основними і найбільш очевидними джерелами ризиків при використанні установок даного типу є:

- електрична небезпека;
- механічна небезпеки;
- термічна небезпека;
- небезпека, обумовлена наявністю шуму;
- небезпека, обумовлена наявністю вібрацією;
- небезпеки, що виникають із-за застосованих експлуатаційних матеріалів або речовин, що перекачуються вакуумним насосом;
- небезпеки, що виникають в результаті зневаги базовими принципами ергономіки при проектуванні і виготовленні вакуумних насосів;

Загальні вимоги безпеки

Легкодоступні частини вакуумної системи не повинні мати ріжучих крайок, гострих кутів і шорсткуватих поверхонь, здатних завдати травм оператору стенду. Для мінімізації ризику отримання різного роду травм необхідно на краях листів металу видалити задирки. Конструкцією вакуумної системи повинно бути передбачено запобігання забивання і звуження трубопроводів внаслідок накопичення відкладень відкачуваних речовин. Конструкція насоса, вакуумної системи повинна містити елементи, що дозволяють легко проводити його розбирання і чищення. Вихідні очисні пристрої (фільтри) насоса, вакуумної системи повинні мати достатню ємкість для того, щоб насос міг надійно функціонувати в режимі максимальної продуктивності. Насос, а також вся вакуумна система в цілому, повинні забезпечувати запобігання підвищення робочого тиску вище максимально допустимого в разі заповнення або забивання фільтра. Якщо в процесі роботи немає можливості запобігти появі відкладень в вихідній трубі насоса, вакуумної системи, то необхідно встановити пристрій контролю тиску або запобіжний клапан.

Електробезпека при роботі.

Заходи щодо усунення небезпеки ураження електричним струмом зводяться до правильного розміщення устаткування та електричних кабелів. Інші заходи щодо забезпечення електробезпеки, збігаються з загальними заходами пожежо- та електробезпеки.

В якості профілактичних заходів для забезпечення пожежної безпеки слід використовувати скриту електромережу, надійні розетки з пожежобезпечних матеріалів, силові мережі живлення устаткування виконувати кабелями, розрахованими на підключення в 3-5 разів більшого навантаження, включати й виключати живлення обладнання за допомогою штатних вимикачів. Треба регулярно робити очистку внутрішніх частин комп'ютерів, іншого устаткування від пилу, розташовувати комп'ютери на окремих неспалюваних столах. Для запобігання іскріння необхідно рідше встромляти і виймати штепсельні вилки з розеток.

Освітлення.

Система освітлення повинна відповідати таким вимогам:

• освітленість на робочому місці повинна відповідати характеру зорової роботи, який визначається трьома параметрами: об'єктом розрізнення - найменшим розміром об'єкта, що розглядається на моніторі ПК; фоном, який характеризується коефіцієнтом відбиття; контрастом об'єкта і фону;

• необхідно забезпечити достатньо рівномірне розподілення яскравості в межах навколишнього простору;

• на робочій поверхні повинні бути відсутні різкі тіні;

• в полі зору не повинно бути відблисків (підвищеної яскравості поверхонь, які світяться та викликають осліплення);

• величина освітленості повинна бути постійною під час роботи;

• слід обирати оптимальну спрямованість світлового потоку і необхідний склад світла.

ВИСНОВКИ

При імпульсному магнетронному розпиленні мішені складу AlN-TiB_2-$TiSi_2$, відбувається формування покриття з аморфоподібною структурою, що є важливим чинником забезпечення їх функціональних властивостей, визначаючи високу дифузійну стійкість до зовнішніх впливів через відсутність шляхів легкої дифузії. При цьому аморфноподібні структури є термодинамічно метастабільними і в цьому зв'язку перспективним напрямком їх структурної перебудови є відпал при високих температурах.

Поверхня захисного шару, отриманого методом імпульсного магнетронного розпилення мішені AlN-TiB_2-$TiSi_2$, має однорідну структуру з величиною макрошорсткості < 1 мкм.

При високотемпературному впливі на покриття (900 °С і 1300 °С) спостерігається його кристалізація з утворенням кристалітів розміром 11-25 нм. Відпал при температурі 1300 °С призводить до принципової зміни картини дифракційного спектра - основними складовими покриття стають оксид алюмінію Al_2O_3 і до 30 об. % залишкового AlB_2.

Нанотвердість H і зведений модуль пружності E_r для осадженого покриття і відпаленого при 900 ºС були виміряні при максимальній глибині вдавлювання індентора 80 нм (менше ніж 10% від товщини покриття) при навантаженні 3 мН. Твердість являється найвищою для покриття після відпалювання H = 24,41 ГПа, а для покриття після осадження становить H = 15,20 ГПа. Зведений модуль пружності змінюється аналогічно, тобто для покриття після відпалу він становить E_r = 212,46 ГПа, а для осадженого покриття він трошки нижчий E_r = 177,6 ГПа.

Нанокомпозитне керамічне покриття системи AlN-TiB_2-$TiSi_2$ може бути використано в якості ефективного захисного покриття для ріжучого інструменту, що дозволить підвищити зносостійкість інструменту до 1,32 рази при температурі в зоні різання до 1300 ° С.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Pogrebnjak A.D. Nanocoatings Nanosystems Nanotechnologies / A.D. Pogrebnjak , V.M. Beresnev. // Bentham Sci. Publ.. – 2012. – №58. – С. 155-158.

2. Musil J. Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness / J. Musil. // Surf. and Coat. Tech.. – 2012. – №207. – С. 50 – 65.

3. Venneman A. Oxidation resistance of titanium–aluminium–silicon nitride coatings / A. Venneman, H. R. Stock, J. Kohlscheen та ін.]. // Surf. Coat. Technol.. – 2003. – №174. – С. 408 – 415.

4. Pogrebnjak A.D. Structures and properties of hard and superhard nanocomposite coatings / A. D.Pogrebnjak, A. P. Shpak, N. A. Azarenkov, V. M. Beresnev. // Phys.-Usp.. – 2009. – №52. – С. 29–54.

5. Veprek S. Possible role of oxygen impurities in degradation of nc-TiN/a-Si3N4 nanocomposites / S.Veprek, M. G. Veprek-Heijman, P. Karvankova, J. Prochazka. // Thin Solid Films.. – 2005. – №23. – С. L17 – L21.

6. Pogrebnjak A.D. Structure and Properties of Nano- and Microcomposite Coating Based on Ti-Si-N/WC-Co– Cr / A. D. Pogrebnjak, A. P. Shpak, V. M. Beresnev. // Acta Phys. Polon. A.. – 2011. – №120. – С. 100 – 104.

7. Ivashchenko V.I. First-principles quantum molecular dynamics study of TixZr1−xN(111)/SiNy heterostructures and comparison with experimental results / V. I.Ivashchenko, S. Veprek, A. D. Pogrebnjak, B. O. Postolnyi. // Sci. Technol. Adv. Mater.. – 2014. – №15. – С. 257.

8. Pogrebnjak A.D. Application of micro- and nanoprobes to the analysis of small-sized 3D materials, nanosystems, and nanoobjects / A. D.Pogrebnjak, A. G. Ponomarev, A. P. Shpak, Y. A. Kunitskii. // Phys.-Usp.. – 2014. – №55. – С. 270 – 300.

9. Park I.W. Deposition and mechanical evaluation of superhard Ti-Al-Si-N nanocomposite film by a hybrid coating system / I. W. Park, S. R. Choi, J. H. Suh та ін. // Thin Solid Films.. – 2010. – №3. – С. 443 – 448.

10. Jiang N. Superhard nanocomposite Ti–Al–Si–N films deposited by reactive unbalanced magnetron sputtering / [N. Jiang, Y. G. Shen, H. J. Zhang та ін.]. // Mater. Sci. Eng.. – 2006. – №135. – С. 1 –9.

11. Barshilia H. C. Deposition and characterization of TiAlN/Si superhard nanocomposite coatings prepared by reactive direct current unbalanced magnetron sputtering / H. C. Barshilia, B. Deepthi, K. S. Rajam. // Vacuum.. – 2006. – №81. – С. 479 – 488.

12. Söderberg H. Epitaxial stabilization of cubic-SiNx in TiN/SiNx multilayers / H.Söderberg, M. Odén, J. M. Molina-Aldareguia, L. Hultman. // Applied Physics Letters.. – 2005. – №97. – С. 114327.

13. Zhang K. Structure and mechanical properties of TiAlSiN/Si3N4 multilayer coatings / K. Zhang, L. S. Wang, G. H. Yue та ін. // Surf. Coat. Technol.. – 2011. – №205. – С. 3588 – 3595.

14. Nguyen T. D. High-temperature oxidation of nano-multilayered TiAlCrSiN thin films in air / T. D. Nguyen, S. K. Kim, D. B. Lee. // Surf. Coat. Technol.. – 2009. – №204. – С. 697 – 704.

15. Fukumoto N. Effects of bilayer thickness and post-deposition annealing on the mechanical and structural properties of (Ti,Cr,Al)N/(Al,Si)N multilayer coatings / [N. Fukumoto, H. Ezura, K. Yamamoto та ін.]. // Surf. Coat. Technol.. – 2009. – №203. – С. 1343 – 1348.

16. Pogrebnjak A. D. TiN/Cr/Al2O3 hybrid coatings structure features and properties from combined treatment / [A. D. Pogrebnjak, Y. A. Kravchenko, S. B. Kislitsyn та ін.]. // Surf. and Coat. Tech.. – 2006. – №201. – С. 2621–2632.

17. Ning L. Investigation of wear behavior and chip formation for cutting tools with nano-multilayered TiAlCrN/NbN PVD coating / L. Ning, S. C. Veldhuis, K. Yamamoto. // Int. J. Mach. Tool Manuf.. – 2008. – №48. – С. 656 – 665.

18. Погребняк А. Д. Влияние параметров осаждения нитридов высокоэнтропийных сплавов (TiZrHfVNb)N на их структуру, состав, механические и трибологические свойства / [А. Д. Погребняк, И. В. Якущенко, G. Abadias та ін.]. // Сверхтвердые материалы. – 2013. – №6. – С. 4 – 19.

19. Береснев В. М. Применение импульсного магнетронного распыления для получения покрытий системы AIN-TiB2-TiSi2 / В. М. Береснев, И. Н. Торяник, О. В. Соболь та ін. // ЖТФ. – 2014. – №84. – С. 118 – 122.

20. Munz W. Properties of various large-scale fabricated TiAlN- and CrN-based superlattice coatings grown by combined cathodic arc–unbalanced magnetron sputter deposition / W. Munz, L. A. Donohue, P. E. Hovsepian. // Surface and Coatings Technology. – 2000. – №125. – С. 269–277.

21. Leyland A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour / A. Leyland, A. Matthews. // Tribiology Int.. – 2000. – №246. – С. 1–11.

22. Beake B. D. Tribology International Relationship between mechanical properties of thin nitride-based films and their behaviour in nano-scratch tests / B. D. Beake, V. M. Vishnyakov, A. J. Harris. // Tribiology Int.. – 2011. – №44. – С. 468–475.

23. Matthews A. Tribological coatings: contact mechanisms and selection / A. Matthews, S. Franklin, K. Holmberg. // J. Phys. D. Appl. Phys.. – 2007. – №40. – С. 5463–5475.

24. Deng J. Erosion wear of CrN, TiN, CrAlN, and TiAlN PVD nitride coatings / J. Deng, F. Wu, Y. Lian та ін. // Int. J. Refract. Met. Hard Mater.. – 2012. – №35. – С. 10 –16.

25. Технология и оборудование вакуумного напыления/ Никитин М.М.// М.: Металлургия. – 1992. – С. 49-51.

26. Белый А.В. Структура и методы формирования износостойких поверхностных слоев./Белый А.В., Карпенко Г.Д., Мышкин Н.К.// – Москва: Машиностроение, 1991.

27. Погребняк А. Д. Влияние параметров осаждения нитридов высокоэнтропийных сплавов (TiZrHfVNb)N на их структуру, состав, механические и трибологические свойства / А. Д. Погребняк, И. В. Якущенко, G. Abadias та ін. // Сверхтвердые материалы. – 2013. – №6. – С. 4 – 19.

28. Pshyk A.V. Combined reactive/non-reactive DC magnetron sputtering of high

temperature composite AlN–TiB2–TiSi2 / A.V. Pshyk, L.E. Coy, L. Yate, K. Załęski, G. Nowaczyk, A.D. Pogrebnjak.// et al.Mater. Des. 94 (2016) 230–239. doi:10.1016/j.matdes.2015.12.174.

29. Pshyk A.V. High temperature behavior of functional TiAlBSiN nanocomposite coatings / A. Pshyk, E. Coy, A. Pogrebnjak // Surf. Coat. Technol. 305 (2016) 49–61. doi:10.1016/j.surfcoat.2016.07.075.

30. Riedl H. Phase stability, mechanical properties and thermal stability of Y alloyed Ti-Al-N coatings / H. Riedl, D. Holec, R. Rachbauer, P. Polcik, R. Hollerweger, J. Paulitsch, et al.// Surf. Coatings Technol. 235 (2013) 174–180.

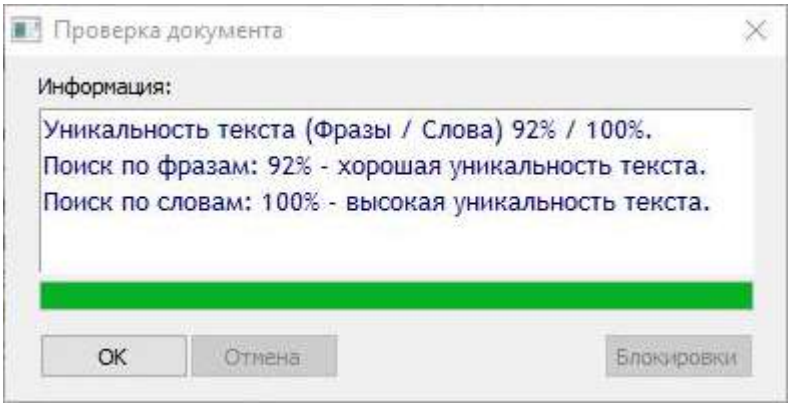
31. Pogrebnjak A. D. Adaptive multicomponent nanocomposite coatings in surface engineering / A.D. Pogrebnjak, A.A. Bagdasaryan, A. Pshyk, K. Dyadyura// Physics-Uspekhi. 60 (2017) 586–607. doi:10.3367/UFNe.2016.12.038018.

32. Oliver W.C. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / W.C. Oliver, G.M. Pharr// J. Mater. Res. 7 (1992) 1564–1583.

33. Beresnev V. M. AlN-TiB2-TiSi2 coatings obtained by pulsed magnetron sputtering / V. M. Beresnev, I. M. Torianyk,O. V. Sobol’, A. D. Pogrebnyak, A. Yu. Kropotov, N. G. Stervoedov, U. S. Nyemchenko, D. A. Kolesnikov, S. A. Klimenko, P. V. Turbin// , J. Technical Physics.

34. Погребняк А.Д. Процессы образования сфероидных частиц золота и формирование нанофаз в покрытии AlN-TiB2-TiSi2 после отжига с последующей имплантацией /А.Д. Погребняк, А.А. Демьяненко, Е.В. Смирнова // БГУ. - 2015.

35. Pogrebnjak A.D. Structural features and physico-mechanical properties of AlN-TiB2-TiSi2 amorphous-like coatings / A.D. Pogrebnjak, A.A. Demianenko, A.V. Pshik, Yu. A. Kravchenko, V.M. Beresnev, H. Amekura, K. Kono, K. Oyoshi, Y. Takeda, I.A. Podchernyaeva // Journal of Superhard Materials, -2015, - 37. – P. 310-321.

ДОДАТОК А

Перевірка на антиплагіат була виконана за допомогою ресурсу advego plagiatus та становить 92%-добрий рівень унікальності тексту. Скріншот перевірки доданий.