

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
Факультет електроніки та інформаційних технологій

Кафедра наноелектроніки та модифікації поверхні

БАКАЛАВРСЬКА РОБОТА

Зі спеціальності 153 – «мікро- та наносистемна техніка»
на тему:

«Використання просвічуючої електронної мікроскопії для дослідження структурно-фазового стану багаточарових наноламінатів»

Студент гр. ФЕ-71

А. В. Деркач

Науковий керівник,
старший викладач

Я. О. Кравченко

Суми – 2021

РЕФЕРАТ

Об'єктом дослідження бакалаврської роботи є дослідження багатоелементних та багатошарових покриттів $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ методом просвічуючої електронної мікроскопії з використанням програмного середовища GATAN.

Мета роботи полягає у вивченні структурно-фазових властивостей багатошарових покриттів методом ПЕМ, використання інструментів програмного забезпечення для аналізу мікроструктури зразків.

В роботі було досліджено багатошарові $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ зразки методом просвічуючої електронної мікроскопії. Вивчено склад і еволюція мікроструктури при створенні наноламінатної архітектури з поетапним зменшенням періоду модуляції бішару. Результати ВПЕМ показали, що бінарний шар в $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ наноламінатах зростає з (111) переважною орієнтацією ГЦК(Ti, Al)N зерен і формуванням малої кількості суміші зерен з орієнтацією (200)+(220)+(311). Проведено літературний огляд актуальних досліджень багатошарових покриттів, зроблено узагальнюючі висновки, щодо перспектив вдосконалення та розширення сфер застосування функціональних конденсатів.

Робота викладена на 39 сторінках, у тому числі містить 15 рисунків, 1 таблицю, список цитованої літератури із 16 джерел.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: БАГАТОЕЛЕМЕНТНІ ПОКРИТТЯ, ПРОСВІЧУЮЧИЙ ЕЛЕКТРОННИЙ МІКРОСКОП, ВАКУУМНО-ДУГОВЕ ОСАДЖЕННЯ, МІКРОСТРУКТУРА.

ЗМІСТ

СКОРОЧЕННЯ ТА УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ	4
ВСТУП	5
РОЗДІЛ 1 ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ ЗА ТЕМОЮ ПЕРЕДДИПЛОМНОЇ ПРАКТИКИ	
1.1. Характеристика зносостійких покриттів отриманих групою методів фізичного осадження з парогазової фази.....	7
1.2. Вакуумно дугові покриття.....	7
1.3. Нанорозмірні багатошарові покриття CrN/NbN та їх стійкість до трібокорозії.....	12
1.4. Нанокмпозитні покриття (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) та їх властивості.....	15
1.5. Теплова стійкість наночарової структури та твердість нанорозмірного багатошарового покриття TiAlN/Si ₃ N ₄	20
РОЗДІЛ 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТУ	
2.1. Принцип дії просвітлюючого електронного мікроскопу.....	25
2.2. Конструкція ПЕМ.....	27
РОЗДІЛ 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ ОТРИМАНІ ПІД ЧАС ПРОХОДЖЕННЯ ПРАКТИКИ	
3.1. Аналіз структурно-фазового стану багатошарових (Al ₅₀ Ti ₅₀)N/ZrN покриттів методом ПЕМ.....	31
ВИСНОВКИ	36
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	37

СКОРОЧЕННЯ І УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ

ПЕМ – Просвітлюючий електронний мікроскоп, або просвітлююча електронна мікроскопія;

ЕОМ – електронно-обчислювальна машина;

CVD – chemical vapor deposition (хімічне осадження парів);

PVD – physical vapor deposition (фізичне осадження парів);

HIPIIMS – High Power Impulse Magnetron Sputtering (імпульсне магнетронне розпилення високої потужності);

ALD – atomic layer desposition (атомне осадження парів);

Arc-PVD – катодне дугове осадження;

SEM – Scanning Electron Microscope (скануючий електронний мікроскоп або скануюча електронна мікроскопія);

EDS – energy-dispersive spectroscopy (енергодисперсійна спектроскопія);

SAED – selected area (electron) diffraction (електронна дифракція вибраної області);

ВСТУП

Першим інструментом для пізнання мікросвіту став оптичний мікроскоп. Але час не стоїть на місці, і оптична мікроскопія досягла своєї границі-дифракційного обмеження. Стало зрозумілим, що яким би ідеальним не був мікроскоп, неможливо створити зображення об'єктів, розміри яких менші від довжини хвилі оптичного випромінювання.

Саме з цієї причини був створений електронний мікроскоп. Який замінив оптичне опромінення пучком прискорених електронів. Таким чином вдалося спустити на декілька порядків вниз, по шкалі розмірів дифракційного обмеження. Крім того, збільшуючи прискорюючу напругу, зменшується довжина хвилі прискорюючих електронів. Таким чином про дифракційне обмеження на деякий час можна не зважати.

Наступною перепорою став сам експериментальний зразок. Так як, розмір області матеріалу з яким контактує зондуєчий електронний пучок, зростає з ростом прискорюючої напруги, після деякого значення він стає набагато більшим за розміри зонду. Для того щоб використати всі переваги високої прискорюючої напруги, довелося зменшити товщину зразка на стільки, щоб прискорені електрони змогли пройти через нього наскрізь, тим самим обмежити цим самим розмір області взаємодії. Так з'явилася просвітлююча електронна мікроскопія

Більшість приладів використовують для дослідження деталі, розміри яких більше міжатомної відстані. А для вимірювання відстаней на рівні міжатомних використовують не прямі спостереження, а дифракційні методи.

Мікроскоп є стаціонарним лабораторним приладом багатоцільового призначення. Він призначений для проведення досліджень мікроструктури й фазового складу об'єктів. За допомогою нього можливо робити візуальне спостереження й фотографування зображення об'єкта в широкому діапазоні збільшень, одержувати дифракційні картини від об'єктів, досліджувати об'єкти при їхньому нахилі й обертанні [1].

Мета роботи полягає у отриманні навичок роботи з програмним середовищем Gatan, аналізі мікроструктури (AlTi)N/ZrN покриттів методом просвітлюючої електронної мікроскопії та отримати поглибленні знання в фізиці конденсованого середовища.

РОЗДІЛ 1 ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ ЗА ТЕМОЮ ПЕРЕДДИПЛОМНОЇ ПРАКТИКИ

1.1. Характеристика зносостійких покриттів отриманих групою методів фізичного осадження з парогазової фази

На сьогоднішній день просвітлююча електронна мікроскопія є одним із потужних методів дослідження, який використовується у фізиці, хімії, матеріалознавстві, біології, медицині та інших областях науки і техніки.

Найбільше поширення здобули зносостійкі покриття, через те, що вони збільшують термін служби інструментів і деталей машин.

Ріжучі інструменти працюють в дуже жорстких умовах. Високі контактні напруги і температури в зоні різання (500...1100 °C) ідентифікують процеси зносу, в тому числі абразивного, окислювального і дифузійного. При цьому на інструменти діють інтенсивні вібрації, удари та навантаження. Саме через це поверхні інструментів повинні мати високу твердість, хімічну пасивність по відношенню до матеріалів які обробляються, теплостійкість, корозійну стійкість, а також стійкість до окислення при високих температурах. Широкий вибір інструментальних матеріалів викликаний тим, що кожен матеріал повинен мати властивості, оптимальні для конкретного спектру задач. Ці властивості визначають як режими різання, так і геометрію інструментів.

Вакуумно-дугові керамічні покриття на основі нітридів і карбідів тугоплавких металів, нанесені на робочі поверхні інструментів або деталей машин, здатні задовільнити більшість вказаних вимог.

1.2. Вакуумно дугові покриття

Для інструментів із твердих сплавів найбільш широко застосовуються зносостійкі покриття, які наносяться методами хімічного осадження з газової

фази, у світовій практиці вони отримали назву CVD (chemical vapor deposition). Ці методи дозволяють отримувати покриття на основі з'єднань металів IV–VI груп періодичної системи елементів і таким чином підвищують стійкість твёрдосплавних пластин в декілька разів. Зазвичай вони реалізуються при температурах близько 1000...1100 °C і через це в основному застосовуються для нанесення покриттів на виробках із твердих сплавів. Розроблені методи PA CVD, дозволяючі наносити зносостійкі покриття при температурах 500...600 °C на вироби із сталей, однак токсичність застосовуваних матеріалів обмежує область використання цих методів.

Більш універсальні і екологічні методи фізичного осадження покриттів в вакуумі, отримали назву PVD (physical vapor deposition), в процесі яких частинки матеріалу які випаровувались або розпилились осаджуються на підкладку з участю додаткових факторів, таких як: іонне бомбардування, присутність реакційних газів, електричні і магнітні поля та інші. В машинобудівництві найбільш широко застосовуються магнетронний і вакуумно-дуговий методи нанесення PVD-покриттів.

Магнетронний метод представляє собою різновид методу катодного розпилення, при якому у поверхні розпиляючого катоду за допомогою схрещених магнітного і електричного полів формується шар плазми, щільність якої на порядки більша, чим в звичайних (безмагнітних) системах катодного розпилення. Через це, значно виростають щільність іонного струму на катоді і швидкість його розпилення, з'являється можливість знизити тиск робочого газу і покращити характеристики осаджуючих шарів. Розпилені частинки покидають мішень в вигляді нейтральних атомів з початковою енергією в межах 20 eV, а потім у плазмі тліючого розряду частково іонізується. Зазвичай при осадженні покриттів на підкладку подають негативний потенціал, в результаті чого осаджуюче покриття піддається бомбардуванню іонами інертного газу і розпиленої речовини. При цьому іонне бомбардування осаджуючого покриття приводить до створення у ньому зжатих напруг, в результаті чого проявляється стовбурна структура зерен.

Степінь іонізації розпилених атомів мішені відносно невелика, остільки вони залишають мішень в нейтральному стані, і їх іонізація відбувається в між електродному просторі. Через це щільність іонного струму на підкладці така, що температура поверхні покриття суттєво не відрізняється від температури підкладки. Не дивлячись на відносно низьку степінь іонізації, іонне бомбардування має суттєвий вплив на структуру і властивості конденсатів, допомагає зменшенню зерен, зниженню пористості, збільшенню стискаючих напруг і, відповідно, твердості покриттів. Для отримання покриттів, які мають з'єднання з розпилюючими речовинами, до інертного газу додають відповідні реакційні гази (азот, кисень, метан та інші.).

Магнетронний метод дозволяє наносити широкий спектр покриттів з різноманітних металів і їх з'єднань з високою рівномірністю властивостей, в тому числі зносостійкі покриття, та покриття з високою твердістю. Важливою перевагою методу є відсутність крапель в потоці осаджуючих частинок. Процес осадження покриттів із з'єднань відбувається у вузькому діапазоні тисків суміші технологічних газів з аргоном, що ускладнює контроль за процесом. Адгезія цих покриттів не є оптимальною в зв'язку з тим, що очистка підкладки перед нанесенням здійснюється бомбардуванням іонами аргону, а не металу. Наприклад, після очистки сталльної підкладки бомбардуванням іонами аргону в тліючому розряді при тиску 0,6 Па, характерному для магнетронного методу, і потенціалі підкладки 1200 В критичне навантаження осаджуючого потім покриття TiAlN, який характеризує адгезію, склало (27 ± 3) Н, в той час коли після бомбардування іонами хрому в дуговому розряді при такому ж потенціалі підкладки цей параметр збільшився до (63 ± 2) Н [2].

На **рис. 1** показані суміші перехідних зон між сталлюю підкладкою і покриттям TiAlN при очистці підкладки іонами аргону і хрому. Можна побачити, що при очищенні іонами хрому ширина перехідної зони більше; присутність активного хрому сприяє збільшенню адгезії між менш активним залізом і достатньо пасивним TiAlN, внаслідок чого міцність зчеплення між ними збільшується більш ніж у два рази по відношенню з адгезією при

очищенні іонами аргону, видима присутність якого в перехідній зоні не сприяє збільшенню адгезії (див. **рис. 1, а**).

Вакуумно-дуговий метод характеризується наявністю потоків високо іонізованої плазми випаровуючого матеріалу [3].

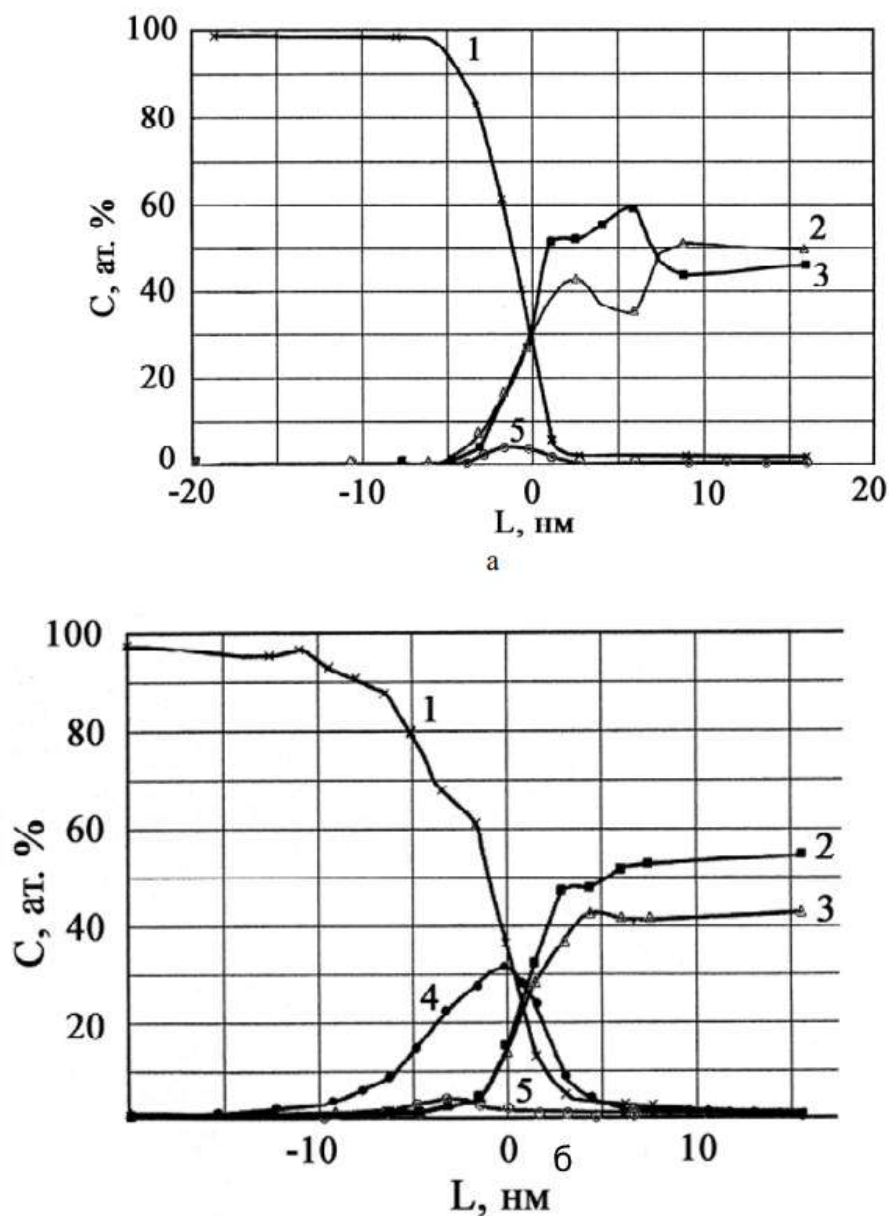


Рис. 1 Хімічний склад перехідної зони між сталлюю підкладкою і покриттям TiAlN при очищенні підкладки бомбардуванням іонами аргону магнетронним способом (а) і іонами хрому вакуумно-дуговим способом (б): 1 – Fe; 2 – Ti; 3 – Al; 4 – Cr; 5 – Ar [2]

При поданні на підкладку високого від'ємного потенціалу відбувається очистка і активація (шляхом розпилення) її поверхні іонами матеріалу який випаровується, а також дифузія атомів покриття в підкладку. При наступному нанесенні покриття спостерігається взаємна дифузія атомів матеріалу підкладки в покритті, і навпаки, а формується дифузійний шар товщиною 1,5...2,5 мкм. Це забезпечує адгезію покриттів до підкладки значно більш високу, чим при інших PVD методах нанесення.

При набиранні в вакуумну камеру реакційних газів виникає відповідне з'єднання з металами, які володіють високими фізико-механічними характеристиками. Вакуумно-дуговий метод відрізняється від інших PVD-методів високою степінню іонізації частинок які випаровуються, а також їх початковою енергією, яка в декілька разів вища, чим, наприклад, при магнетронному методі. Оскільки прискоренні іони гальмуються в поверхневому шарі покриття товщиною в декілька нанометрів, температура цього шару може суттєво відрізнятись від загальної температури підкладки.

Ріст кристалів в покритті супроводжується виділенням другої фази, яка складається із з'єднань домішаних елементів. При досягненні деякої кількості і концентрації другої фази вона подібно стрибкам виділяється на поверхні покриття, частково або повністю перериває ріст зерен (основної) фази. Періоди і товщина між шарових границь визначається кількістю і складом примішаних елементів, а також енергією іонів і щільність струму на підкладці.

Наприклад, покриття TiN, осаджене шляхом вакуумно-дугового випаровування титанового сплаву VT1-0, який містить відносно невелику кількість домішок, мають багат шарову структуру (з періодом 10...30 нм) [4, 5]. Такого роду багат шарові структури спостерігаються і при осадженні металевих покриттів, наприклад при осадженні покриттів із нержавіючої сталі. Під час випробувань на тертя, зношення твердих вакуумно дугових покриттів відбувається пошарово, ерозійне зношення також проявляє їх багат шарову структуру [4].

Важливою особливістю вакуумно-дугового методу є наявність у

плазмових потоках крапель матеріалу який випаровується , розмірами 0,1...40 мкм, при чому їх кількість збільшується зі зменшенням розмірів. Вони впливають на рівномірність структури покриттів, вводячи в неї додаткові спотворення, границі, пори. Краплі зменшують зносостійкість покриттів, в особливості опір ерозії і корозії. Для того щоб з'єднати гідності обох методів, був створений метод нанесення покриттів ABSTM, при якому очищення підкладок проводять вакуумно-дуговим методом, а осадження покриттів-магнетронним. Прикладом здійснення цього методу може служити установка НТС 1000-4 [6].

1.3. Нанорозмірні багат шарові покриття CrN/NbN та їх стійкість до трібоккорозії

Дослідження нанорозмірного багат шарового покриття CrN/NbN, нанесеного імпульсним магнетронним розпиленням високої потужності, на стійкість до трібоккорозії

Погіршення матеріалів від зносу та корозії є основною причиною занепокоєння для промисловості. Знос і корозія, діючи окремо, самі по собі мають руйнівний характер, але коли ці явища поєднуються через синергію між ними, значно посилюють пошкодження і називаються трибоккорозія [7]. Поверхні, що експлуатуються, повинні мати високий знос, а також високу корозійну стійкість, однак також повинні зберігати ці властивості в трибоккорозійних умовах. Підходящим способом вирішення цієї проблеми є використання поверхневого покриття з необхідними атрибутами. Для більшості металів і сплавів загальний знос через трибоккорозію може бути виражений як:

$$V_T = V_M + V_C + \Delta V_S \quad (1)$$

де V_T - загальний знос в умовах трибокорозії, V_M - знос внаслідок механічної дії, V_C - знос внаслідок корозії та ΔV_S - взаємодія між зносом і корозією [7].

Метод фізичного осадження парів (PVD), а саме нанесення багатошарових покриттів CrN/NbN у нанорозмірі, пропонує відповідь для таких складних явищ як трибокорозія [18]. Модуляція нанорозмірних шарів нітриду хрому (CrN) та нітриду ніобію (NbN) надає високу твердість і в'язкість, що призводить до суттєво підвищеної зносостійкості, а також до корозійної стійкості [7].

Нещодавно створена технологія імпульсного магнітного розпилення високої потужності (HIPIMS) - це високоіонізований процес осадження парів [7], який можна наносити на покриття без крапельних дефектів [7], є структурно щільним, композиційно більш складним і має високу адгезію [18]. Впровадження технології HIPIMS для покриттів CrN/NbN призвело до значного поліпшення зносостійкості та водної корозійної стійкості, ерозійно-корозійної стійкості, а також стійкості до окислення [7].

Це дослідження досліджувало на стійкість до трибокорозії нанорозмірні багатошарові покриття CrN/NbN, нанесені імпульсним магнетронним розпиленням високої потужності.

Рис. 2а показує поверхню покриття, що осідає, тоді як на **рис. 2б** показаний поперечний переріз покриття, нанесеного на підкладки Si. Як видно із зображення SEM (**рис. 2б**), нанесене покриття HIPIMS складалося з дуже щільних колончастих зерен (шириною близько 100–250 нм), які утворені почерговим укладанням нанорозмірних шарів CrN та NbN (**рис. 2в**).

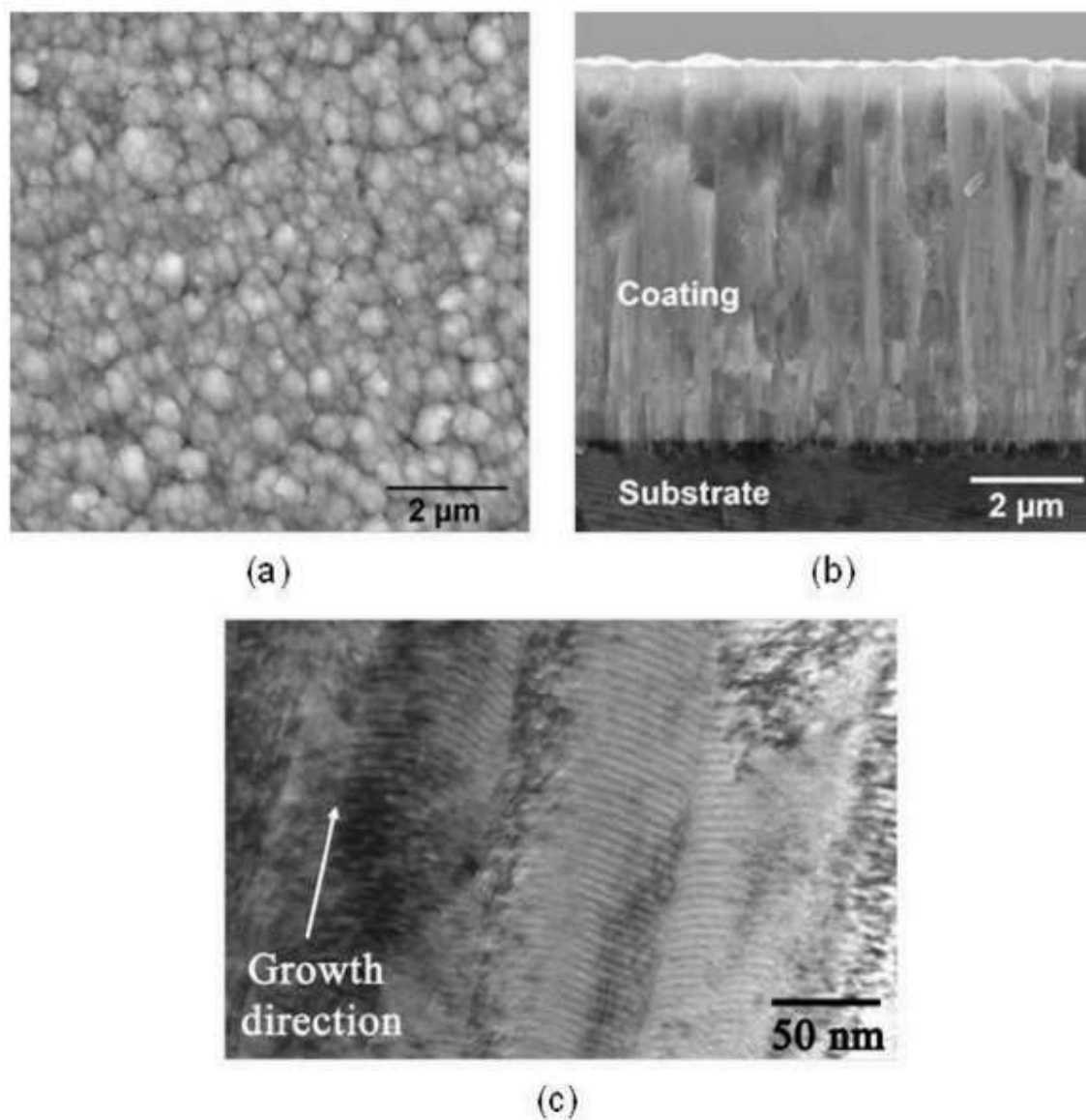


Рис. 2. Структура покриття CrN/NbN: (а) вид зверху SEM-зображення поверхні після осадження (б) SEM-зображення поперечного перерізу (в) електронно-мікроскопічне зображення світлого поля, що показує чергування нанорозмірних CrN (область світлового контрасту) і шарів NbN (темний контраст).

Ці колоноподібні зерна закінчуються куполоподібними верхівками (**рис. 2а**) і є типовими для напилених магнетроном покриттів. Мікроструктура не містить крапельних дефектів, які часто зустрічаються в методі катодного наплавлення дуги для PVD-покриттів [7].

Покриття CrN/NbN, мали ГЦК кристалічну структуру NaCl, товщину в діапазоні $7 \pm 0,3$ мкм з періодом двошарового шару (λ) 4,6 нм і значенням шорсткості (Ra) 0,16 мкм. Виявлено, що покриття є стехіометричними (Me/N=1). Покриття мали високу адгезію до подряпин (L_{C2}), що перевищувала 80 N, високу твердість $32 \pm 1,3$ ГПа, модуль Юнга 406 ± 11 ГПа та напругу стиску $4 \pm 0,2$ ГПа, зразки M2 HSS мали твердість $14 \pm 0,4$ ГПа (твердість по Роквеллу RC 56), модуль Юнга 270 ± 5 ГПа, тоді як шорсткість поверхні (Ra) знаходилася в межах 0,013 мкм.

Попередня робота щодо сухого ковзаючого зносу нанесеного покриттям CrN/NbN, нанесеного HIPIMS, показала, що нанорозмірне багат шарове покриття має чудовий шар за механізмом видалення шарів, що призвело до значення коефіцієнта тертя в діапазоні $\mu \pm 0,3-0,5$ [7]. Для розуміння впливу водної корозії на зносостійкість і навпаки, проводились експерименти при ковзанні в потенціодинамічних, а також потенціостатичних умовах.

1.4. Нанокompозитні покриття (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) та їх властивості

Загальновідомо, що модифікація поверхні є одним з найбільш ефективних та економічно стійких рішень для продовження терміну служби інструменту або виробу [8]. Цього можна легко досягти нанесенням твердих покриттів [8]. Різноманітні методи осадження, такі як хімічне осадження парів (CVD), осадження атомними шарами (ALD), фізичне осадження парів PVD, PLD, гібридні методи та підходи (знизу)-вгору, зверху-вниз) дозволяють дослідникам вибрати метод, який найкращим чином відповідає певним конкретним потребам [8]. Світовими визнаними лідерами серед захисних твердих покриттів є нітриди металів і, особливо, TiN, найбільш часто використовуване тверде покриття з 1960-х років [8]. Однак покриття TiN, як і інші одношарові бінарні нітриди металів, є недостатніми для сучасних вимог сучасних ріжучих інструментів та екологічних проблем [8].

Більшість підходів до підвищення твердості покриттів засновані на ефекті Холла-Петча, тобто зміцнення матеріалів шляхом зміни розміру зерен [8]. Однак тверді покриття, як правило, крихкі, і важливо підтримувати відповідні пружні властивості та в'язкість, щоб протистояти пошкодженням. Багатошарова конструкція покриттів може допомогти запобігти поширенню тріщин через міжшарові інтерфейси аж до основи, що експериментально підтверджено багатьма опублікованими роботами [8].

Враховуючи суттєві переваги металевих/керамічних плівок, ми пішли далі і застосували концепцію складеної конструкції Arc-PVD покриттів, поєднуючи «тверді» та «м'які» багатошарові плівки в якості змінних шарів у багатошарових покриттях (CrN/ZrN)/(Cr/Zr).

Елементний склад багатошарових покриттів (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) був обраний завдяки хорошій сумісності з нітридами та металами, а також їх видатним властивостям. Зокрема, цирконієві плівки розглядаються як перспективні матеріали з низькою теплопровідністю, високою в'язкістю руйнувань, високою іонною провідністю та біосумісністю, що робить їх придатними для термоізоляційних покриттів, оптичних фільтрів, лазерних дзеркал тощо [8]. Плівки хрому сприяють чудовому захисту матеріалів від зносу та корозії завдяки високим механічним властивостям, низькому коефіцієнту тертя та корозійній стійкості [8].

У цій роботі було досліджено взаємозв'язок між складною структурою, фазовим складом, деформовано-напруженим станом та механічними властивостями багатошарових (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) покриттів. Проведено порівняння механічних властивостей досліджуваних композитів та багатошарових покриттів ZrN/CrN.

Типова морфологія поверхні зразків (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) показана на **рис. 3 (а)**. Зображення SEM показує наявність деяких дефектів на поверхні досліджуваного покриття. Є багато мілководних кратерів з чітко визначеними межами. Багато з них включають менш виражені піки менших структур. Розрахунковий середній розмір кратерів на поверхні становить близько 1,5-2

мм. Більш детально розподіл зерна за розмірами (за діаметром) представлений на **рис. 3 (б)**. Білі частинки, які можна побачити на **рис. 3 (а)**, є переважно сторонніми частинками з вакуумної камери або пилом, який може потрапити під час дослідження зразків. Незважаючи на спеціальну систему фільтрації, встановлену на блоці осадження, на поверхневих та поперечних перерізах SEM-мікрофотографій можна побачити кілька мікрокапель, що є типовим ефектом Arc-PVD [8].

За хімічним складом з обраної області (зона з **рис. 3 (а)**) співвідношення Cr/Zr становило 0,59. Хоча збір даних проводився на поверхні зразків, результати є репрезентативними для будь-якої глибини на покритті, оскільки товщина окремого шару досить тонка (до 15 нм), а об'єм взаємодії зразка дає інтегральні спектри для багат шарової структури.

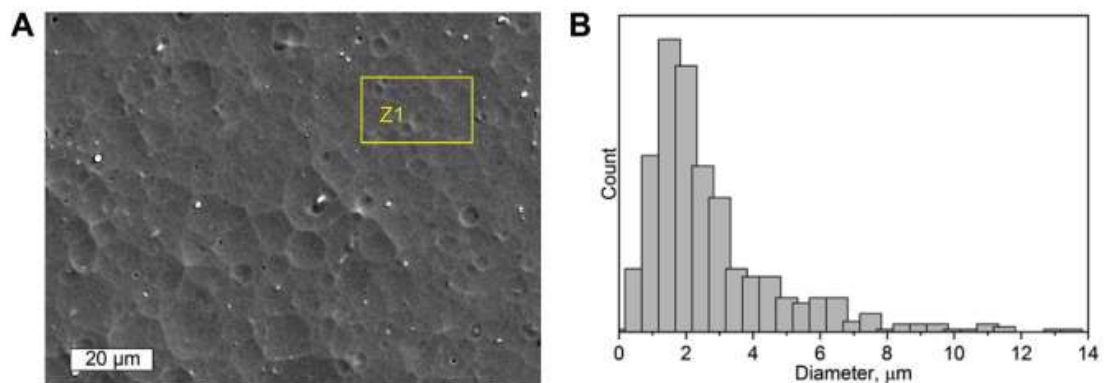


Рис. 3. Результати SEM-аналізу поверхні покриттів (CrN/ZrN) та (Cr/Zr): (а) SEM-зображення поверхні; (б) розподіл розміру зерен на поверхні.

З отриманих даних видно, що шари на основі Zr мають більшу товщину порівняно з шарами Cr і CrN. Це може бути спричинено різницею швидкості випаровування на катоді та різною швидкістю осадження шарів Zr/ZrN та Cr/CrN. Багат шарову структуру поперечного перерізу та елементний склад уздовж контуру глибини вивчали за допомогою SEM та RBS.

Рис. 4 (а) демонструє повну товщину покриттів (CrN/ZrN)/(Cr/Zr). Чітко спостерігаються сталева підкладка та шарувата структура покриттів. Яскрава

верхня поверхня з'явилася на зображенні завдяки крайовому ефекту. Загальна товщина покриттів становила близько 59 мкм. Зразки демонструють чітко визначену багат шарову структуру з чіткими інтерфейсами та хорошою планарністю окремих шарів. Тонші шари чистих металів Cr/Zr мають темніший рівень сірого кольору, тоді як товсті яскравіші шари відповідають плівкам CrN/ZrN. Більш детальний вигляд поперечного перерізу зразків при більшому збільшенні наведено на **рис. 4 (б)**. Багат шарову структуру видно краще, але через обмеження просторової роздільної здатності та низьку товщину окремих шарів можна розрізнити лише комбіновані шари нітридів CrN/ZrN та металеві шари Cr/Zr.

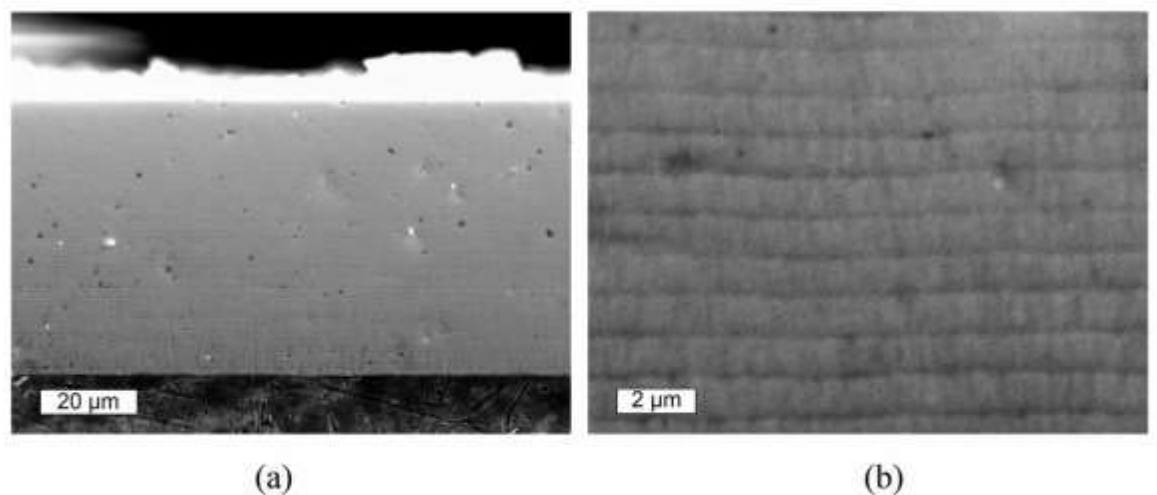


Рис. 4. Результати SEM-аналізу поперечного перерізу покриттів (CrN/ZrN) та (Cr/Zr): (а) загальний вигляд профілю повного поперечного перерізу, загальна товщина 59 мкм; (б) SEM-зображення з великим збільшенням, товщина періоду 1,07 мкм.

Незважаючи на те, що інтерфейси не мають високої контрастності, вдалося розрахувати розмір однієї базової одиниці є товщина макрошару шару $\Lambda=1,07$ мкм, де плівка нітриду CrN/ZrN, що утворюється за один період осадження, розглядається як перший шар (Λ_N) і, так само, плівка Cr/Zr розглядається як другий шар (Λ_{Me}). Розрахункове значення товщини шару

CrN/ZrN становить $\Lambda_N = 0,9$ мм, а $\Lambda_{Me} = 0,17$ мм для шарів металів Cr/Zr, відповідно.

Збільшення твердості для покриттів (CrN/ZrN) та (Cr/Zr) в основному пояснюється малим розміром зерен та різницею в параметрах решітки. Дрібні зерна стримують дислокаційну рухливість. Показано, що дислокації з одного шару не можуть проникнути через межу розділу, якщо не буде достатньо енергії, щоб змусити дислокацію рухатися через межу. В результаті поблизу інтерфейсів накопичуються дислокації. При певному нагромадженні задні дислокації змушують ведучу дислокацію проходити межу розділу [8].

У нашому випадку товщина змінних шарів нітридів велика, і рухливість дислокацій повинна відбуватися в кожному окремому шарі часто, але велика кількість шарів нітридів зменшує дислокаційне скупчення. Крім того, зменшена товщина металевих шарів також призводить до меншої кількості дислокаційних утворень і, отже, до меншого накопичення дислокацій поблизу меж розділів. Чим менше дислокацій існує по всій товщині шарів нітриду та металу, тим менше дислокацій робить дислокації провідними, щоб перетинати межу розділу.

Отже, рухливість дислокацій через інтерфейс можлива через прикладене напруження, наприклад, навантаження на відступ. В результаті для деформації покриття потрібні більші навантаження, а отже, отримані більш високі значення Віккерса для покриттів (CrN/ZrN) та (Cr/Zr).

Невідповідність параметрів решітки сприяє збільшенню твердості, оскільки впливає на загальну кількість міжфазних дислокацій, отже, збільшує необхідну силу для спричинення деформації [8].

В останній роботі [8] висока твердість багат шарових покриттів з нітрид-металу пояснюється поєднанням двох окремих механізмів деформації, що відбувались у шарах. Металеві шари деформувалися в результаті руху дислокаційної петлі, що узгоджується з механізмами дислокаційної петлі, запропонованими в літературі [8]. Нітридні шари зазнали лінійних деформацій, що нагадують близнюків. Можна припустити, що багат шарові

(CrN/ZrN) та (Cr/Zr) покриття відносно зазнають впливу запропонованих механізмів деформації та сприяють високим значенням твердості.

1.5. Теплова стійкість наночарової структури та твердість нанорозмірного багатошарового покриття TiAlN/Si₃N₄

Нітрид металу, такий як TiAlN, є основним покривним матеріалом для багатьох типів деталей машин та інструментів для збільшення їх терміну служби та експлуатаційних якостей, оскільки він демонструє чудовий опір зносу та окисненню [9]. Останнім часом нанорозмірна багатошарова структура широко застосовується для поліпшення механічних властивостей нітридного покриття металу, наприклад в структурах TiN/VN, CrN/NbN та AlN/CrN [9]. У попередньому звіті було показано, що твердість і в'язкість покриття TiAlN різко поліпшуються шляхом нанорозмірної багатошарової структуризації з Si₃N₄ [9]. Незважаючи на поліпшення механічних властивостей, слід зазначити, що в нанорозмірному багатошаровому покритті така шарувата структура може руйнуватися при високій температурі шляхом взаємодифузії між сусідніми шарами, що утворює дифузійний шар в зонах розділу та погіршує такі механічні властивості, як твердість та зносостійкість.

Однак для структури покриття Ti(Al)N/a-Si₃N₄ було показано, що поділ фаз спінодального типу пригнічує зниження твердості при високих температурах, як було виявлено в нанокompозиті Ti(Al)N/a-Si₃N₄ [9]. Для нанокompозитного покриття важко показати взаємозв'язок між твердістю та стабільністю структури розділу між Ti(Al)N та a-Si₃N₄ при високій температурі.

На відміну від нанокompозиту, вплив структури інтерфейсу на твердість можна легко оцінити для наноструктурного багатошарового покриття, спостерігаючи за зміною інтенсивності піку радіоіндукованої дислокації з низьким кутом, який представляє ступінь змішування в області розділу [9]. У

цій роботі було досліджено стабільність нанорозмірної шаруватої структури та твердість нанорозмірного багат шарового покриття $\text{Ti}(\text{Al})\text{N}/\text{Si}_3\text{N}_4$ при високій температурі. Після відпалу досліджено зміну шаруватої структури та твердості нанорозмірних багат шарових покриттів $\text{Ti}(\text{Al})\text{N}/\text{Si}_3\text{N}_4$ з різною товщиною шару Si_3N_4 та порівняно з покриттями TiAlN та інших нанорозмірних покриттів з багат шарових структур.

Було показано, що твердість і в'язкість покриття TiAlN зростають шляхом нанорозмірної багат шарової структуризації з Si_3N_4 [9]. Для TAS покриттів спостерігається збільшення твердості із зменшенням товщини шару Si_3N_4 при постійній товщині шару TiAlN (~ 3.2 нм). Твердість (22 ГПа) TAS покриття з двошаровим періодом 4,8 нм, в якому товщина шару Si_3N_4 до 1,6 нм, була набагато нижчою, ніж у покриття TiAlN (31,1 ГПа). У цьому відношенні маємо, що епітаксійна кристалізація тонкого аморфного Si_3N_4 з TiAlN є ймовірною причиною збільшення твердості TAS покриття з товщиною шару Si_3N_4 нижче критичного значення ($\sim 0,7$ нм), як у випадку з покриттям TiN/SiN_x [9]. На **рис. 5** показано ПЕМ-зображення з високою роздільною здатністю TAS покриття з двошаровим періодом 3,9 нм.

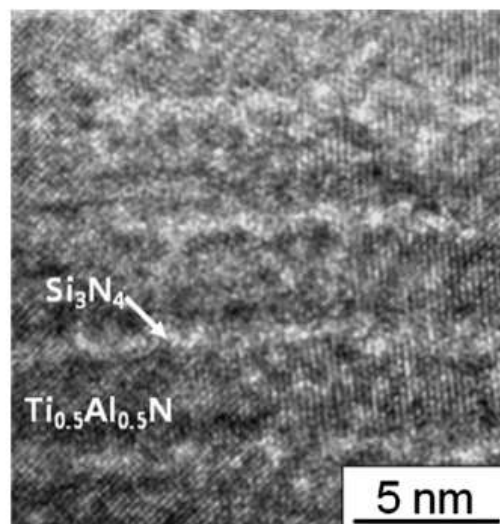


Рис. 5. ПЕМ-зображення з високою роздільною здатністю багат шарового нанорозмірного покриття $\text{TiAlN}/\text{Si}_3\text{N}_4$ з двошаровим періодом 3.9 нм.

Решітчасті бахромки можна спостерігати протягом декількох шарів TiAlN (~3,2 нм) та Si_3N_4 (~0,7 нм), це показує, що Si_3N_4 епітаксіально кристалізується з TiAlN. Для перевірки термостабільності TAS покриття, зразки покриттів з двошаровими періодами 3,5 нм, 3,9 нм та 4,8 нм відпалювали протягом 1 години в N_2 та досліджували зміну пікової інтенсивності та твердості відпалених зразків радіоіндукованої дислокації під низьким кутом.

Піки радіоіндукованої дислокації з низьким кутом з'явилися завдяки композиційній модуляції в наномасштабному багат шаровому покритті. Сильний низькокутовий пік вказує на різку межу розділу між двома різними шарами, а затухання інтенсивності піку радіоіндукованої дислокації з низьким кутом походить від розсіяної межі розділу шляхом інтердифузії, яка відбулася під час термообробки, це може бути описано **рівнянням**:

$$\frac{d}{dt} \left(\ln \frac{I}{I_0} \right) = - \frac{8\pi^2}{\Lambda^2} D \quad (2)$$

де I - пікова інтенсивність радіоіндукованої дислокації першого порядку з низьким кутом, I_0 - початкова пікова інтенсивність, t - час відпалу, Λ - період двошару, D - коефіцієнт міждифузії.

На **рис. 6** показані перші піки радіоіндукованої дислокації з низьким кутом нанесених і відпалених TAS покриттів ($\Lambda = 3,5$ нм) в N_2 протягом 1 год. Спостерігалось збільшення інтенсивності з підвищенням температури відпалу до 800 °C. Однак при температурі 900 °C спостерігалось різке зменшення інтенсивності піку радіоіндукованої дислокації низького кута першого порядку. Різке зниження інтенсивності при 900 °C, спричинене дифузією сталі та іншого металу з підкладки M2 HSS [9].

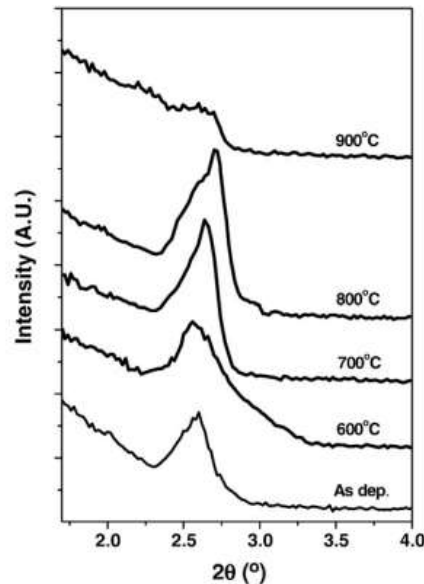


Рис. 6. Малокутові спектри радіоіндукованої дислокації, отримані для термооброблених нанорозмірних багат шарових покриттів $\text{TiAlN}/\text{Si}_3\text{N}_4$ з двошаровим періодом 3,5 нм в N_2 при різних температурах протягом 1 години.

У системах $\text{Ti}(\text{Al})\text{-Si-N}$ спінодальний фазовий поділ $\text{Ti}(\text{Al})\text{N}$ і Si_3N_4 відбувається при високій температурі понад 500–600 °С [9]. Ступінь такого поділу фаз не може бути оцінена в нанокompозитних покриттях. Однак для нанорозмірного багат шарового покриття поділ фаз TiAlN та Si_3N_4 можна перевірити, спостерігаючи пікову інтенсивність радіоіндукованої дислокації з низьким кутом, як це описано в **рівнянні (2)**. Підвищений коефіцієнт відносної інтенсивності першого піку радіоіндукованої дислокації з низьким кутом покриття TAS після відпалу, вказує на те, що деміксування або поділ фаз між фази Ti-Al-Si-N , яке утворює область розділу між шарами TiAlN та Si_3N_4 під час осадження з ухилом підкладки (-120 В), відбулася в процесі відпалу. Поділ фаз посилює чіткість хімічного складу на межі розділу між двома шарами TiAlN і Si_3N_4 , що збільшує інтенсивність піку радіоіндукованої дислокації з низьким кутом [9] TAS покриття після відпалу. Зміна твердості покриттів TAS і TiAlN після відпалу в N_2 показана на **рис. 7**.

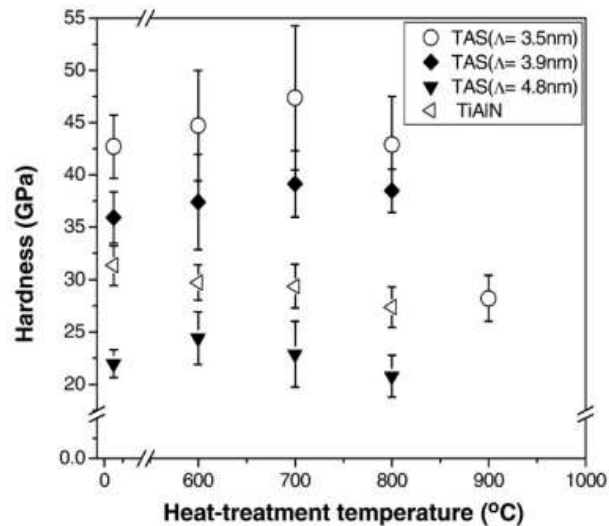


Рис. 7. Значення твердості після осадження і термообробки нанорозмірних багат шарових покриттів $\text{TiAlN}/\text{Si}_3\text{N}_4$ в N_2 при різних температурах протягом 1 години.

Твердість покриття TAS з двошаровим періодом менше 3,9 нм зросла після процесу відпалу до 800 °С. Твердість покриття має тенденцію до зменшення із збільшенням температури відпалу внаслідок зменшення стискаючого напруження, що виникає під час осадження [9]. Інтердифузія між сусідніми шарами ще більше зменшує твердість нанорозмірного багат шарового покриття при високій температурі [9]. Однак для покриття TAS термічна стабільність нанорозмірної багат шарової структури пригнічувала деградацію твердості при високих температурах, як показано на **рис. 7**.

Крім того, поки товщина шару Si_3N_4 ретельно контролювалася менше критичного значення ($\sim 0,7$ нм), покриття TAS показало вищу твердість, а також кращу термостійкість, ніж покриття TiAlN , що було обумовлено стабільною нанорозмірною багат шаровою структурою при високій температурі шляхом придушення змішування на межі розділу шарів TiAlN та Si_3N_4 .

РОЗДІЛ 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТУ

2.1. Принцип дії просвітлюючого електронного мікроскопу

Першим в історії просвічуючий електронний мікроскоп (ПЕМ) був виготовлений таким чином, що електрони, після проходження через об'єкт, потрапляють на електронну лінзу, що формує збільшене зображення об'єкта. Перевагою ПЕМ є велика роздільна здатність. Основним недоліком є те, що об'єкт дослідження повинний бути дуже тонким (звичайно тонше, ніж 0.1 мкм). Крім того, у ПЕМ використовують електрони великої енергії. У залежності від досліджуваного матеріалу електрони прискорюють до кінетичної енергії в діапазоні від декількох КэВ до декількох МэВ. Це приводить до нагрівання зразка аж до його руйнування [10].

У мікроскопі є електронна гармата, ряд конденсорних лінз, об'єктивна лінза і проєкційна система, що відповідає окуляру, але проєктує дійсне зображення на люмінесцентний екран чи фотографічну пластинку (рис. 8). Джерелом електронів звичайно служить катод. Катод електрично ізольований від іншої частини приладу, і електрони прискорюються сильним електричним полем. Для створення такого поля катод підтримують під потенціалом порядку -100 000 В щодо інших електродів, що фокусують електрони у вузький пучок. Оскільки електрони сильно розсіюються речовиною, у колоні мікроскопа, де рухаються електрони, повинний бути вакуум [11].

Електронне зображення формується електричними і магнітними полями. Магнітне поле, створюване витками котушки, по якій проходить струм, діє як збиральна лінза, фокусну відстань якої можна змінювати, змінюючи струм. Оскільки оптична сила такої лінзи, тобто здатність фокусувати електрони, залежить від напруженості магнітного поля поблизу осі, для її збільшення бажано сконцентрувати магнітне поле в мінімально можливому обсязі. Практично це досягається тим, що котушку майже цілком

закривають магнітною «бронєю» зі спеціального нікель-кобальтового сплаву, залишаючи лише вузький зазор у її внутрішній частині. Створюване в такий спосіб магнітне поле може бути в 10–100 тис. раз більш сильним, чим магнітне поле Землі на земній поверхні [13].

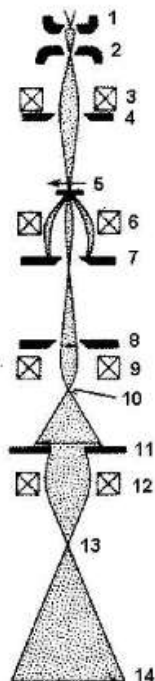


Рис. 8. Хід променів в трьохлінзовому електронному мікроскопі [12]:

1 – електронна гармата; 2 – анод; 3 – конденсорний блок; 4 – освітлювальна діафрагма; 5 – зразок; 6 – об’єктивна лінза; 7 – апертурна діафрагма, задня фокальна площина об’єктивної лінзи; 8 – площина першого проміжного зображення, площина об’єкта для проміжної лінзи (проміжна діафрагма); 9 – проміжна лінза; 10 – фокальна площина проміжної лінзи; 11 – площина другого проміжного зображення, проєкційна діафрагма; 12 – проєкційна лінза; 13 – фокальна площина проєктиву; 14 – кінцеве зображення

Таким чином, збільшення, яке можна одержати в сучасних ПЕМ, складає від 1000 до ~1 000 000. Досліджуваний об’єкт звичайно поміщають на дуже

дрібну сітку, вкладену в спеціального тримача. Тримач можна механічним чи електричним способом плавно переміщати вниз, праворуч і ліворуч.

2.2. Конструкція ПЕМ

Розглянемо вузли ПЕМ, які наведено на **рисунку 9**. На масивній станині, яка потрібна для зменшення впливу зовнішніх вібрацій, монтується колона. Для створення пучка електронів використовується електронна гармата. Управління зразками здійснюється за допомогою тримача зразків. За допомогою об'єктивного блоку формується зображення, яке фіксується системою реєстрації. Налаштування зображення проводять у камері спостереження. Для керування роботою приладу використовують пульти, які розміщені праворуч та ліворуч від колони, або комп'ютер.



Рис. 9. Основні вузли електронного мікроскопу [14]

Колона ПЕМ складається з освітлювальної системи, системи формування зображення та камери спостереження. Коротко розглянемо будову та принцип дії кожного з наведених блоків.

Освітлювальна система електронного мікроскопу складається з джерела вільних прискорених електронів і конденсора з двох або однієї лінз [13].

Основною деталлю мікроскопа є електронна гармата, яка дає прискорений пучок електронів великої енергії. Зовнішній вигляд (а) та конструкція (б) термоелектричної електронної гармати зображені на **рисунку 10**. У більшості приладів як катод використовують V-подібний катод з вольфрамового дроту діаметром 0,2 мм [12].

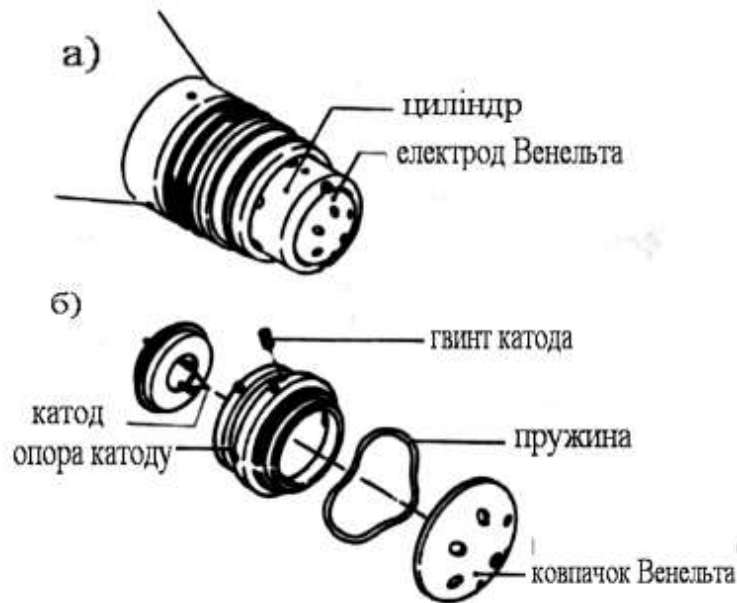


Рис. 10. Зовнішній вигляд (а) та конструкція (б) електронної гармати [14]

На керуючий електрод подається негативна стосовно катода напруга, що становить звичайно кілька відсотків від напруги, що діє між катодом і анодом. Прискорювальна напруга забезпечує необхідну швидкість електронів, а напруга на керуючому електроді (при заданій відстані між катодом і керуючим електродом) визначає параметри пучка, генерованого електронною гарматою: діаметр найменшого перетину пучка; щільність струму у цьому перетині; апертурний кут, що характеризує розходженість пучка електронів, що виходять із цього перетину; електронну яскравість [12].

На електрони, які виходять у результаті термоемісії із катода, діє електричне поле, прискорююче між анодом і катодом і гальмівне – між катодом і управляючим електродом (циліндром Венельта). Якщо гальмівне

поле буде занадто великим, то електрони не зможуть його подолати і гармата буде зачиненою, тобто не випромінювати електрони. Якщо поле мале, то всі електрони прискорюються і проходять в отвір в аноді. Але в цьому випадку отримаємо сильно розходжений пучок. Оптимальним являється такий режим роботи гармати, коли прискорююча напруга відбирає не всі емітовані електрони і навколо катода утворюється посторовий заряд, електронна хмара, із якої і надходять електрони в пучок. Цей заряд дозволяє суттєво зменшити вплив коливань струму розжарювання на струм пучка і його яскравість [12, 14].

Електронна гармата генерує електронний пучок з діаметром 50-100 мкм. Далі електрони фокусуються за допомогою двох конденсорних лінз і дають необхідну освітленість у точці дослідження, та діаметр пучка 1-5 мкм [11].

Перша конденсорна лінза утворює зменшене приблизно в 100 разів зображення найменшого перерізу пучка, а друга конденсорна лінза переносить зменшене зображення мінімального перерізу пучка в предметну площину об'єктивної лінзи.

Система формування зображення має за мету створити зображення об'єкта із великим збільшенням. Вона складається, з трьох блоків: об'єктивного, проміжного та проективного.

Об'єктивний блок являє собою сильну лінзу з малим фокусом: 2-3 мм для магнітних лінз і 6-7 мм для електростатичних. Об'єкт, освітлюваний електронним пучком, генерований освітлювальною системою, міститься поблизу передньої фокальної площини об'єктивної лінзи, а збільшене в кілька сотень раз зображення виникає у предметній площині проміжної лінзи.

Об'єктивна лінза являє собою обмотку, укладену у феромагнітний панцир з немагнітним зазором. Над обмоткою є простір, що представляє собою камеру об'єктів. У ній розташовані столик об'єктів, системи установки й зміни тримача об'єкта тощо. Нижче обмотки перебуває тубус об'єктивної лінзи з поміщеними в ньому механізмами юстування й селекторних діафрагм. Лінза має полюсний наконечник з матеріалу з високою магнітною провідністю для

обмеження ефективного зазору, де концентрується магнітне поле, до дуже малої приосьової області [12].



Рис. 11. Електромагнітна лінза без полюсного наконечника (а) та полюсний наконечник (б) [15, 16]

Для покращення контрасту зображення в об'єктивну лінзу вводять апертурну діафрагму, яка обмежує кут розходження пучка електронів, які приймають участь у формуванні зображення. Величина апертурного кута, який обмежується діафрагмою буде залежати від діаметру діафрагми та її розміщення в лінзі. Діафрагму розташовують там, де траєкторія пучка електронів має найбільше віддалення від оптичної осі [16].

РОЗДІЛ 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ ОТРИМАНІ ПІД ЧАС ПРОХОДЖЕННЯ ПРАКТИКИ

3.1. Особливості отримання та параметри конденсації нітридних багатошарових $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ покриттів

Багатошарові $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ покриття, були отримані методом вакуумно-дугового осадження на модернізованій установці «Булат – б» (Рис. 12) [13]. У якості матеріалу підкладки використовувалась сталь 12×18Н9Т (аналог сталей SUS321 и 321S51) з розміром зразків $18 \times 20 \times 2 \text{ mm}^3$. Покриття наносились з двох металевих джерел: составного катода з співвідношенням речовини: Ti – 50 ат. %; Al – 50 ат. %; и катода Zr (з чистотою матеріалу 99,8%). Складний составний катод розжарювався на установці іскрового плазмового розжарювання SPS 25-10.

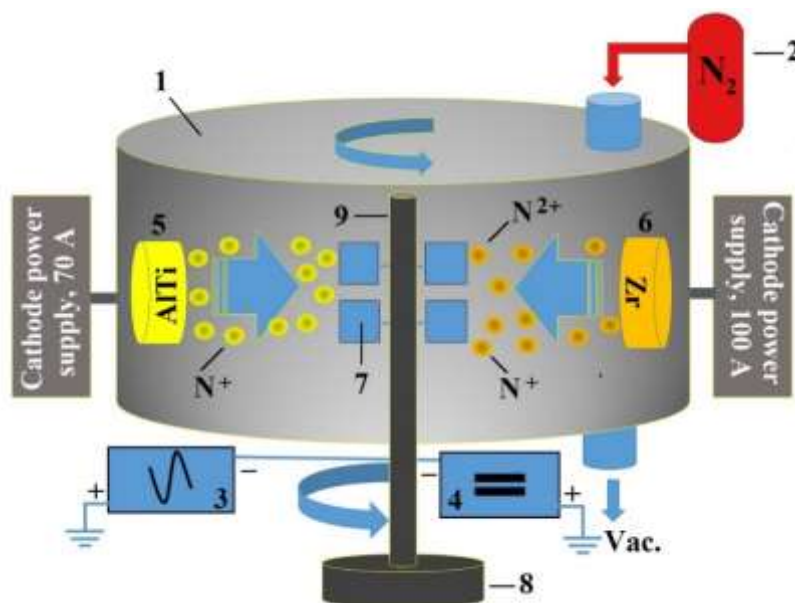


Рис. 12. Схематичне зображення системи «Булат – б» для вакуумно-дугового осадження багатошарових наноламінатів : 1 – вакуумна камера, 2 – автоматична система керування подачі азоту, 3 – високовольтний імпульсний генератор, 4 – джерело напруги постійного струму, 5 – AlTi катод, 6 – цирконієвий катод, 7 – субстрати, 8 – автоматична система обертання для тримача підкладки, 9 – тримач підкладки.

Основні параметри осадження багатошарових покриттів $Al_{50}Ti_{50}$ -серії наведені в **табл. 1**. Багатошарові конденсати були отримані при неперервному обертанні тримача підкладки і фіксованій відстані від випаровувача. Перед нанесенням підкладки були відпаліровані 1 мкм алмазною пастою, а потім очищені за допомогою спиртовмісних очищувачів від органічних та механічних забруднень. Перед початком розпилення матеріалу катода підкладку підігріли до $450^{\circ}C$, за рахунок іонного бомбардування на протязі 3 – 6 хв. Після температура поступово знижувалась до $250^{\circ}C$.

Таблиця 1 – Параметри осадження нітридних $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ покриттів

Зразок	$(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ (1)	$(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ (3)	$Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ N (4)
Струм дуги, А	70/100	70/100	70/100
Фокус котушки, А	1,0/1,0	1,0/0,8	0,5/0,5
Потенціал підкладки, В	-110	-110	- 200
Час осадження, год	1	2	2
Тиск робочої атмосфери, Па	0,6	0,53	

На **рис. 13** наведено зображення поперечного перерізу багатошарового зразка $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ отримані методом ВПЕМ. На **рис. 13а** показано загальний вигляд ламельки зразка. Ламелька була підготовлена з використанням високоенергетичних пучків Ga різної потужності, з ступеневим зниженням для досягнення однорідного поперечного перерізу. Ламелька має тріщину, що викликана внутрішнім напруженнями в покритті. На зображеннях можна побачити чітку періодичну структуру шарів з високою

планарністю та відсутність мікрокрапельних дефектів в об'ємі покриттів. На **рис 13б** видно порушення періодичності шарів, що спричинено уповільненням обертання підкладкотримачів.

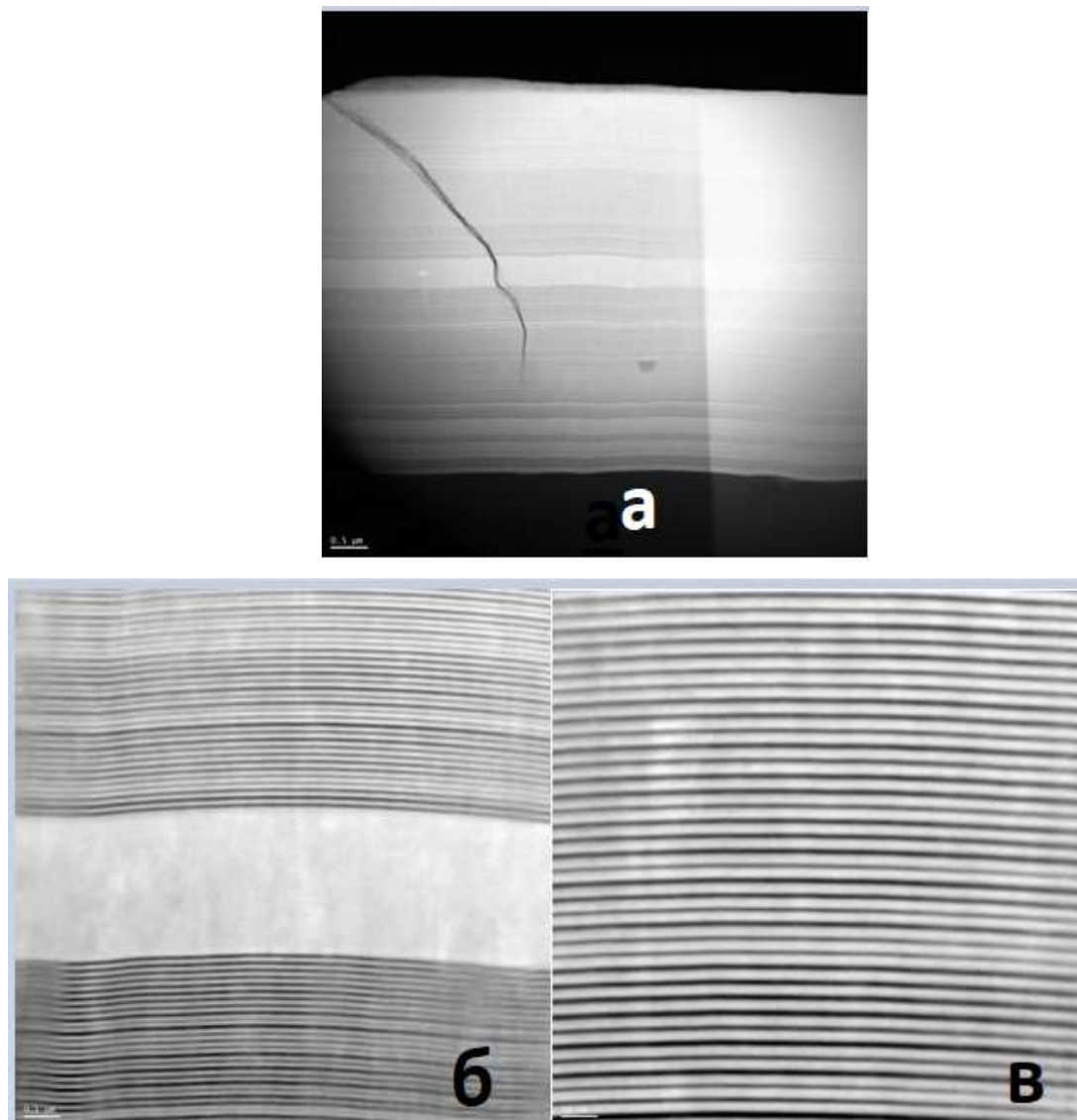


Рис. 13. Зображення поперечного перерізу багатошарового зразка $(Al_{50}Ti_{50})N/ZrN$ отримані методом ВПЕМ

Темний контраст шарів ZrN і відповідно світлий контраст для шарів трикомпонентного нітриду $(AlTi)N$ підтверджується результатами ПЕМ з EDS. Період модуляції бішару $\lambda \approx 20$ нм при загальній товщині покриття 5,86 мкм. Межі шарів чітко видно, перемішування шарів не відбувається.

На **рис. 14** представлена електроннограмма отримана для ділянки поперечного перерізу зразка 1. Набір дифракційних плям відповідає фазі твердого розчину ГЦК – $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$ отриманого шляхом ізоморфного заміщення атомами Al в кристалічній решітці TiN (ICCD: 04-001-9125) і фази кубічного ZrN (ICCD: 04-002-5607).

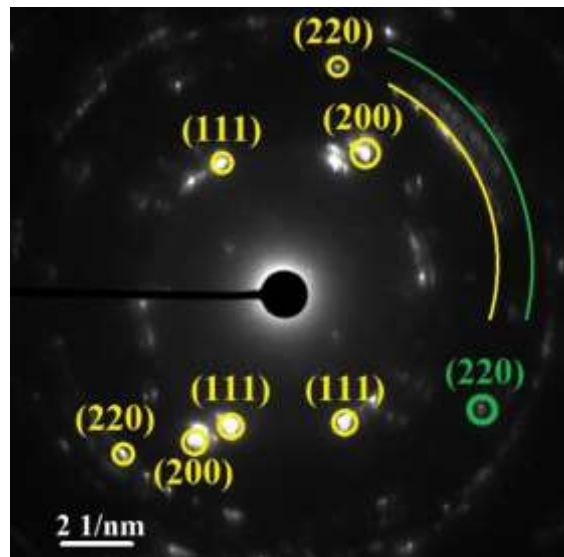


Рис. 14. Електронна дифракція $(\text{Al}_{50}\text{Ti}_{50})\text{N}/\text{ZrN}$ зразка, отримана методом ПЕМ (жовті кільця – фаза ZrN, зелені кільця – фаза $(\text{TiAl})\text{N}$).

На електроннограмі присутній набір дифракційних плям, який відповідає площинам обох компонентів бішару в зразку: (111), (200), (220), (222), (311). Були розраховані міжплощинні відстані для наступних площин: ZrN (111) 2.61 Å, ZrN (200) 2.25 Å, ZrN (220) 1.59 Å, TiN (220) 1.45 Å, ZrN (222) 1.33 Å. Замість звичних дифракційних кіл SAED являє собою набір дискретних плям, які свідчать про наявність великої кількості дрібних нанокристалітів з суперпозицією їх кристалографічних напрямків. Подібна картина спостерігалася раніше в ряді робіт для багатошарових нітридних покриттів з малим значенням λ і конгруентним зростанням шарів.

Під час зростання багатошарового наноламіната зростання зерен $(\text{AlTi})\text{N}$ шару додатково переривається наступним зростаючим шаром ZrN і, таким чином, кожен раз на шарі ZrN прискорюється відновлення нуклеації $(\text{AlTi})\text{N}$.

Відфільтровані зображення зворотного швидкого перетворення Фур'є (рис. 15d) чітко показують епітаксціальний інтерфейс між підшарами $(\text{AlTi})\text{N}$ і ZrN . Рушійною силою формування когерентних кордонів розділу є мінімізація повної енергії шаруватої системи, що включає когерентну деформацію і міжфазну енергію. На рис. 15a приведена оглядова мікрофотографія поперечного перерізу зразка 2, проглядається виражена шарувата структура наноламіната, приведена товщина зразків заміряна на утовщенні шарів. Структура шарів плоска і без видимих дефектів.

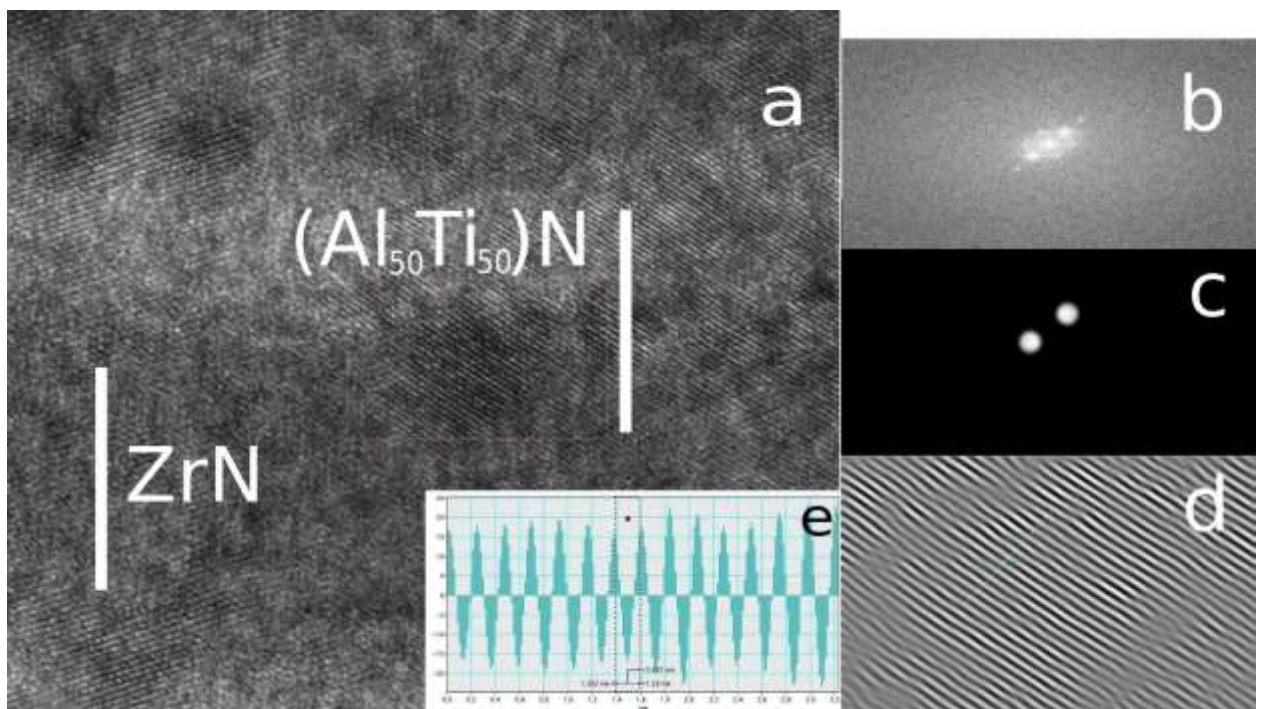


Рис. 15. а – Поперечний переріз ВПЕМ зображення наноламінатного алюмінієвнього покриття з відповідною обробкою ШПФ, б – зворотнім ШПФ, с – накладання маски, д – оброблена ділянка поперечного перерізу е – після зворотнього перетворення Фур'є.

ВИСНОВОК

Електронна мікроскопія принципово відрізняється від світлової як пристроєм електронного мікроскопа, так і його можливостями. В електронному мікроскопі замість світлових променів для побудови зображення використовується потік електронів у глибокому вакуумі. Як лінзи, фокусує електрони, служить магнітне поле, створюване електромагнітними котушками. Зображення в електронному мікроскопі спостерігають на флюоресцентному екрані і фотографують. Як об'єкти використовують ультратонкі зрізи чи мікроорганізмів тканин товщиною 20-50 нм, що значно менше товщини вірусних часток. Висока здатність сучасних електронних, що дозволяє, мікроскопів дозволяє одержати корисне збільшення в мільйони разів. За допомогою електронного мікроскопа вивчають ультратонка будівля мікроорганізмів і тканин, а також проводять імунну електронну мікроскопію.

Завдяки ЕМ розкрито субмікроскопічна структура клітин, відкритий ряд невідомих раніше клітинних органел, як-от лизосоми, рибосоми, ендоплазматический ретикулум, микротрубочки, цитоскелет, структури, специфічні окремих видів клітин. ЕМ дозволила зрозуміти багато тонкі механізми розвитку хвороб, зокрема на ранніх етапах їх виникненню, ще до його появи чіткої клінічної симптоматики. ЕМ дедалі ширше застосовується для ранньої діагностики захворювань, і навіть для виявлення етіології інформаційних процесів. Її використав онкології для визначення гистогенеза пухлин, що є важливого значення при лікуванні і прогнозі онкологічного захворювання. У нефрології дослідження з допомогою ЕМ матеріалу, отриманого при пункційної біопсії, дає змоги виявити раніше морфологічні зміни структур пачок, діагностувати форму гломерулонефриту тощо.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. 1.720.091. РЭ. Руководство по эксплуатации. Микроскоп электронный просвечивающий ПЕМ-125К.
2. S. Schonjahn, L.A. Donohue, D.W. Levis, W.-D. Munz, R.D. Twesten, I. Petrov. Enhanced adhesion through local epitaxy of transition-metal nitride coatings on ferritic steel promoted by metal ion etching in a combined cathodic arc/unbalanced magnetron deposition system // *Journal of Vacuum Science Technology*. 2000, v. A 18(4), p. 1718 – 1723.
3. А.А. Андреев, Л.П. Саблев, В.М. Шулаев, С.Н. Григорьев. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005, 236 с.
4. В.В. Кунченко, А.А. Андреев, Г.Н. Картмазов. Структура и свойства эрозионно-стойких вакуумно-дуговых покрытий на основе нитридов титана // *Научные ведомости (Россия). Серия «Физика»*. 2001, № 2(15), с. 21 – 25.
5. Ю.В. Кунченко, В.В. Кунченко, Г.Н. Картмазов, И.М. Неклюдов. О формировании микро-, нанослойных покрытий методом вакуумно-дугового осаждения // *Физическая инженерия поверхности*. 2005, т. 2, № 1, с. 102 – 108.
6. W.-D. Munz, D. Schulze, F.J. Hauzer. A new method for hard coatings: ABSTM (arc bond sputtering) // *Surface and Coatings Technology*. 1992, v. 50, p. 169 – 178.
7. Investigation of High Power Impulse Magnetron Sputtering deposited nanoscale CrN/NbN multilayer coating for tribocorrosion resistance, *Wear* (2020), <https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203312>.
8. Nanoscale architecture of (CrN/ZrN)/(Cr/Zr) nanocomposite coatings: Microstructure, composition, mechanical properties and first-principles calculations, *Journal of Alloys and Compounds* (2019), <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154808>.

9. Thermal stability of nano-layered structure and hardness of TiAlN/Si₃N₄ nanoscale multilayered coating, *Materials Letters* (2009), doi:10.1016/j.matlet.2009.05.006.

10. Хейденрайх Р. Основы просвечивающей электронной микроскопии: Пер. с англ./Под ред. Кардонского В. М. – М.: Изд-во Мир, 1966. – 472 с.

11. http://www.femto.com.ua/articles/part_2/4707.html - Физическая энциклопедия [Электронный ресурс]. – 25.04.2011.

12. Томас Г., Гориндж М.Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов: Пер. с англ./Под ред. Вайнштейна Б.К. – М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1983. – 320 с.

13. Пилянкевич А.Н., Климовицкий А.М. Электронные микроскопы. – Киев: Техніка, 1976. –168 с.

14. <http://tokyo-boeki.ru/wps/wp-content/uploads/2009/09/jem2100.jpg> - [Электронный ресурс]. – 25.04.2011.

15. Синдо Д., Октава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – Москва: Техносфера, 2006. –256 с.

16. Проценко І.Ю., Черноус А.М., Проценко С.І. Прилади та методи дослідження плівкових матеріалів. Навчальний посібник. – Суми: Вид-во СумДУ, 2007. – 264 с.