УДК 621.793; 620.179.11
DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-3-65-74

Физико-механические свойства и износостойкость покрытий системы CrN/AlN, полученных магнетронным распылением

© 2017 г. **А.В. Аборкин, В.Е. Ваганов, М.И. Алымов, А.И. Елкин, И.М. Букарев**

Владимирский государственный университет
им. Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых (ВлГУ)

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН (ИСМАН),
г. Черноголовка, Московская обл.

ООО «Марчегалия РУ», г. Владимир

Статья поступила в редакцию 26.05.16 г., доработана 26.10.16 г., подписана в печать 08.11.16 г.

В работе представлены результаты исследования покрытий системы CrN/AlN, полученных методом магнетронно-ионного реактивного распыления. Изучены варианты покрытий с периодической нанокомпозитной структурой с периодом слоя L = = 1,5÷3,2 нм и относительным содержанием Cr в покрытии Cr/(Al + Cr) в интервале 68–85 %. Установлено, что покрытия имеют плотную морфологию и столбчатую зерненную структуру, которая является для них типичной. Для всех образцов отмечены дифракционные максимумы, соответствующие кубической решетке, являющиеся суперпозицией двух составов покрытий: CrN и AlN. Пиков, соответствующих AlN с гексагональным типом структуры, не зафиксировано. Также не обнаружено пиков CrAlN, т.е. образования гомогенного покрытия не происходит. Проведены экспериментальные исследования микротвердости, модуля упругости, индекса пластичности и износостойкости покрытий, полученных при различных режимах напыления. Измерения показали, что микротвердость и модуль упругости полученных покрытий изменяются в диапазонах H = 32÷42 ГПа и E = 350÷420 ГПа соответственно. Максимальное значение индекса пластичности H/E=0,115 достигается при L = 3,2 нм, что соответствует вариантам покрытий с наибольшей твердостью. Однако при минимальном периоде слоев (L = 1,5 нм) и высоком содержании Cr также отмечены достаточно большие значения H/E ~0,1. Коэффициенты абразивного износа полученных покрытий изменяются в интервале $k_c = (2{,}0÷2{,}8)\cdot10^{-13}$ м^3/(Н·м). Минимальные его значения достигнуты при максимальном периоде слоев покрытия, т.е. при наибольшей твердости, что хорошо согласуется с классической теорией износа. В то же время высокая износостойкость наблюдается и при малом L, что свидетельствует о корреляции величин H/E и k_c. На основе полученных экспериментальных данных построена группа нейросетевых моделей, устанавливающих взаимосвязь параметров технологического режима (силы тока на магнетронах) напыления с элементным составом покрытий, а также периода слоев покрытия и относительного содержания хрома с физико-механическими свойствами и износостойкостью покрытий CrN/AlN.

Ключевые слова: магнетронное напыление покрытий, система CrN/AlN, периодическая нанокомпозитная структура, твердость, нейросетевая модель.

Аборкин А.В. – канд. техн. наук, доцент кафедры «Технология машиностроения» ВлГУ (600000, г. Владимир, ул. Горького, 87). E-mail: aborkin@vlsu.ru.

Алымов М.И. – докт. техн. наук, чл.-кор. РАН, директор ИСМАН (142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 8). E-mail: alymov@ism.ac.ru.

Ваганов В.Е. – докт. техн. наук, ст. науч. сотрудник ИСМАН.

Елкин А.И. – канд. техн. наук, директор Института машиностроения и автомобильного транспорта ВлГУ. E-mail: elkin@vlsu.ru.

Букарев И.М. – инженер ООО «Марчегалия РУ» (600020, г. Владимир, ул. Б. Нижегородская, 92Б). E-mail: bukarev-ivan@rambler.ru.

Для цитирования: *Аборкин А.В., Ваганов В.Е., Алымов М.И., Елкин А.И., Букарев И.М.* Физико-механические свойства и износостойкость покрытий системы CrN/AlN, полученных магнетронным распылением // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2017. No. 3. С. 65–74. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-3-65-74.

Aborkin A.V., Vaganov V.E., Alymov M.I., Elkin A.I., Bukarev I.M.

Physical and mechanical properties and wear resistance of CrN/AlN system coatings deposited by magnetron sputtering

The paper presents the results of investigation of CrN/AlN system coatings obtained by magnetron-ion reactive sputtering. Coating versions with a periodic nanocomposite structure with a layer period L = 1,5÷3,2 nm and a relative Cr content in the Cr/(Al + Cr) coating range of 68–85 % are studied. It is found that the coatings have a dense morphology and a columnar grain structure, which

is typical for them. For all the samples, diffraction maxima corresponding to the cubic lattice are observed, being a superposition of the two compositions of CrN and AlN coatings. No peaks corresponding to AlN with a hexagonal structure type are recorded. Neither CrAlN peaks are found, that means that no homogeneous coating is formed. Experimental studies of the microhardness, modulus of elasticity, plasticity index and wear resistance of coatings obtained under different spraying conditions are conducted. Measurements showed that the microhardness and modulus of elasticity of the coatings obtained vary between H = 32÷42 GPa and E = 350÷420 GPa, respectively. The maximum plasticity index value H/E = 0,115 is reached at L = 3,2 nm, which corresponds to the coating versions with the greatest hardness. However, the H/E = 0,1 values are also fairly high with a minimum layer period (L = 1,5 nm) and a high Cr content. Abrasive wear coefficients of the coatings obtained vary in the range $k_c = (2{,}0 \div 2{,}8) \cdot 10^{-13}$ m^3/(N·m). The minimum values of wear are reached at the maximum period of coating layers, i.e. with the greatest hardness, which agrees well with the classical theory of wear. At the same time, high wear resistance is observed at a low L, which indicates a correlation of the values of H/E and k_c. Based on the experimental data, a group of neural network models is built that establish the relationship between the deposition process mode parameters (current on magnetrons) with the elemental composition of coatings, as well as the period of coating layers and relative chromium content with the physical and mechanical properties and abrasion resistance of CrN/AlN coatings.

Keywords: magnetron sputtering coating, system CrN/AlN, periodic nanocomposite structure, hardness, neural network model.

Aborkin A.V. – Cand. Sci. (Eng.), Associate professor, Department of mechanical engineering technology, Vladimir State University named after Alexander and Nikolay Stoletovs (600000, Russia, Vladimir, Gorkogo str., 87). E-mail: aborkin@vlsu.ru.

Alymov M.I. – Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of the RAS, Director of Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science (ISMMS) RAS (142432, Russia, Moscow reg., Chernogolovka, Akademika Osip'jana str., 8). E-mail: alymov@ism.ac.ru.

Vaganov V.E. – Dr. Sci. (Eng.), Senior researcher, ISMMS RAS.

Elkin A.I. – Cand. Sci. (Eng.), Director of Institute of Mechanical Engineering and Road Transport of Vladimir State University (600000, Russian, Vladimir, Gorkogo str., 87). E-mail: elkin@vlsu.ru.

Bukarev I.M. – Engineer, LLC «Marcegaglia RU» (600020, Russia, Vladimir, B. Nizhegorodskaya str., 92B). E-mail: bukarev-ivan@rambler.ru.

Citation: *Aborkin A.V., Vaganov V.E., Alymov M.I., Elkin A.I., Bukarev I.M.* Fiziko-mekhanicheskie svoistva i iznosostoikost' pokrytii sistemy CrN/AlN, poluchennykh magnetronnym raspyleniem. *Izv. vuzov. Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya*. 2017. No. 3. C. 65–74. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-3-65-74.

Введение

В последнее время особое внимание уделяется многослойным покрытиям с периодической нанокомпозитной структурой. Величина периода слоев, элементный состав и структура таких покрытий оказывают влияние на их эксплуатационные свойства и определяют проявление эффекта, заключающегося в повышении твердости, износостойкости и снижении коэффициента трения и т.п. [1—3 и др.].

В работе [4] исследованы многослойные покрытия системы CrN/AlN с периодом слоев L = 2,0÷÷11,7 нм. Показано, что слоям нитрида алюминия AlN соответствует метастабильная кубическая структура типа NaCl, способствующая повышению твердости покрытия. Максимальная твердость покрытий, полученных авторами, составила 40 ГПа при значении L = 3,8 нм, что значительно выше, чем у монопокрытий AlN и CrN. Установлена превосходная стойкость поверхностных слоев к окислению при термической обработке (t = 700÷÷900 °C) на воздухе.

В более поздних исследованиях [5—7] представлены результаты изучения влияния термообработки образцов с покрытиями системы CrN/AlN. Показано, что многослойным покрытиям соответствует высокая твердость 26—30 ГПа, значительно превосходящая таковую монопокрытий AlN (12 ГПа) и CrN (20 ГПа). При этом для многослойного покрытия CrN/AlN не действует правило смеси. Также в вышеуказанных работах исследовано влияние термообработки (t = 800 °C) в вакууме и на воздухе на фазовый состав и твердость покрытий. Отмечена структурная стабильность многослойного покрытия CrN/AlN по сравнению с CrN [5]. Дальнейшие исследования [6] были направлены на изучение процесса окисления многослойных покрытий CrN/AlN при термообработке в интервале t = = 600÷900 °C.

В работе [7] рассмотрен вопрос влияния времени высокотемпературной (t = 800 и 950 °C) выдержки (τ = 1÷16 ч) в воздушной среде на изменение элементного и структурно-фазового составов покрытия CrN/AlN с периодами слоев 12,3 и 20 нм. Для покрытия с L = 12,3 нм была отмечена диффузия приповерхностных слоев с образованием слоя $(Al_xCr_{1-x})_2O_3$. Напротив, многослойное покрытие CrN/AlN с L = 4 нм показало превосходную стойкость к окислению в результате образования на

поверхности плотного аморфного оксидного слоя, богатого алюминием, что защитило покрытие от окисления даже при отжиге при температуре 800 °С в течение 16 ч и при 950 °С в течение 1 ч.

Авторами [8] исследованы покрытия системы CrN/AlN с периодом слоев 2,5—22,5 нм и относительным содержанием алюминия 61,5—66,5 %. Было обнаружено, что слоям AlN соответствует структура вюрцита, когда толщина слоя AlN больше чем 3,3 нм. Различие структурных типов слоев CrN и AlN ведет к небольшой твердости (23—25 ГПа), плохой адгезии и низкой износостойкости покрытий. По мнению авторов, слои нитрида хрома CrN способствуют эпитаксиальному росту слоев AlN в кубической структуре типа NaCl при толщине слоя AlN менее 3,3 нм. Многослойное покрытие с кубической структурой каждого слоя типа NaCl обладает высокими твердостью (45 ГПа) и износостойкостью, а также хорошей адгезией.

В работе [9] с помощью методов электронной микроскопии, дифракции и наноиндентирования были изучены микроструктура и локальный элементный состав многослойных покрытий системы CrN/AlN. В целом полученные результаты хорошо согласуются с ранее выполненными исследованиями, в частности [8].

Авторами [10] путем оптимизации соотношения толщин слоев получены покрытия системы CrN/AlN с твердостью порядка 31 и 24 ГПа. Изучено изменение структурно-фазового состава покрытия при отжиге в широком интервале температур (600—1300 °С). Показано, что покрытиям с меньшей твердостью соответствует лучшая термостабильность, что обусловлено типом структуры покрытия.

Таким образом, несмотря на достаточно большое количество публикаций, посвященных изучению структурно-фазового состава покрытий системы CrN/AlN, в большинстве работ приведены сведения только по периоду слоев покрытия, а данные о соотношении толщин слоев отсутствуют. Некоторые оценки влияния данного соотношения на термостабильность и твердость покрытия с L = = 2÷12 нм приведены лишь в работе [10], причем авторами рассмотрен диапазон относительного содержания хрома 25—66 % в покрытии при его твердости 24—31 ГПа.

В то же время количество хрома в составе покрытия может оказывать значительное влияние на комплекс физико-механических свойств и износостойкость, изменяя их в 1,5—2,0 раза. Это обуславливает проведение дополнительных исследований, направленных на изучение совместного влияния относительного содержания хрома и периода слоев на физико-механические свойства (твердость и модуль упругости) и износостойкость многослойного покрытия системы CrN/AlN.

Решение данной задачи возможно посредством установления взаимосвязи режимов технологического процесса напыления, величины периода слоев, элементного состава и свойств покрытий, т.е. разработки моделей типа «режим—состав—свойства». Для этого могут быть использованы разные методы, например множественного регрессионного анализа, искусственных нейронных сетей и т.д., которым свойственны свои достоинства и недостатки [11].

В работах [11—13] показано, что эффективным способом построения математических моделей типа «состав—свойства» является метод искусственных нейронных сетей.

С учетом вышесказанного целью настоящей работы являлось установление взаимосвязи периода слоев и относительного содержания хрома с физико-механическими свойствами и износостойкостью многослойных покрытий системы CrN/AlN на основе обработки результатов экспериментов с применением нейронных сетей.

Оборудование и методика проведения исследований

Синтез различных вариантов покрытия CrN/AlN выполнен методом магнетронно-ионного реактивного распыления на установке UNICOAT 600 SL.

При напылении покрытий использовались два планарных прямоугольных магнетрона на постоянных магнитах с мишенями из Cr (ЭРХ-1) и Al (Ад7) на первом и втором магнетронах соответственно. В качестве реактивного газа выбран азот (N_2). Для получения многослойной структуры магнетроны располагались в центре рабочей камеры «спина к спине» так, чтобы потоки ионов металла мишеней были направлены в противоположную друг от друга сторону. Вокруг магнетронов на специальной оснастке вращались подложки, что позволило получить многослойную структуру покрытия. На рис. 1 представлена модель напыления многослойного покрытия системы CrN/AlN.

Подложками служили диски диаметром 20 мм, изготовленные из стали 4Х5МФС. Подготовку их поверхности и напыление адгезионных слоев по-

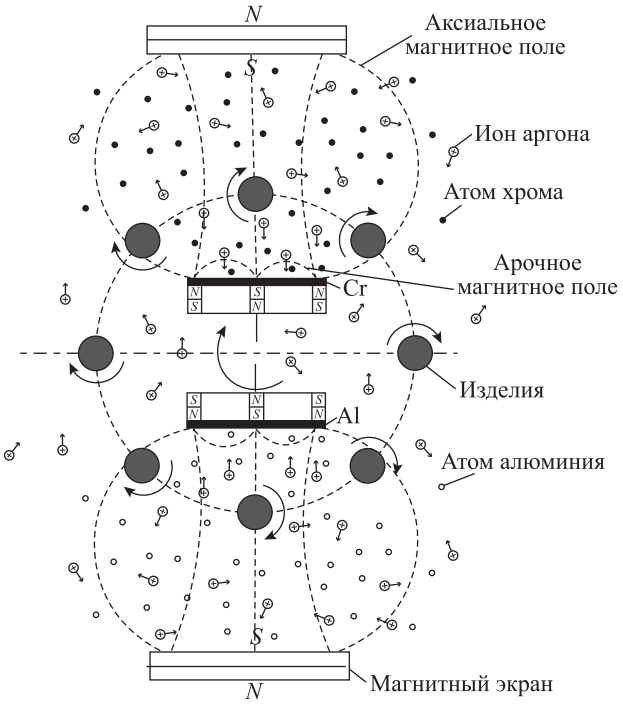

Рис. 1. Модель напыления многослойного покрытия

Варьируемые факторы и уровни варьирования

Наименование и обозначение факторов	Уровни варьирования		
	–1	0	+1
Ток разряда на первом магнетроне I_{d1}, А	10	14	18
Ток разряда на втором магнетроне I_{d2}, А	10	14	18

крытия проводили в соответствии с методиками, описанными в работах [14, 15].

В качестве варьируемых факторов принимали ток разряда на первом и втором магнетронах соответственно — I_{d1} и I_{d2}. Их уровни варьирования представлены в таблице.

Зафиксированные факторы следующие:

— давление газа в камере при проведении технологических операций $P = 0{,}18$ Па;

— напряжение смещения $U_{см} = 70$ В;

— расстояние между магнетроном и подложкой $n = 100$ мм;

— установившаяся концентрация реактивного газа в рабочей камере $C_R = 20$ %;

— время (продолжительность) проведения напыления $t = 110$ мин;

— частота вращения оснастки $\omega = 15{,}38$ об/мин.

Экспериментальные исследования включали изучение элементного и фазового составов, физико-механических свойств и износостойкости покрытий.

Элементный состав покрытий исследовали при помощи системы рентгеновского энергодисперсионного анализа EDAX, входящей в состав растрового электронного микроскопа Quanta 200 3D. Кроме того, выборочно проводили анализ элементного состава покрытий на электронном оже-спектрометре PHI 700.

Изучение фазового состава покрытий осуществляли на дифрактометре D8 ADVANCE, оснащенном рентгеновской трубкой с медным анодом ($\lambda = 0{,}154$ нм). Съемку проводили в интервале углов $2\theta = 30 \div 50^\circ$ с шагом 0,05°.

При уточнении периода слоев покрытия использовали расчетно-экспериментальный метод, апробированный в работах [16, 17]. Для этого сначала с помощью рентгеновской дифрактометрии проводили съемку покрытий и фиксировали положения сателлитного пика ($m = -1$) и главного пика брэгговской дифракции (111), а затем по их положениям определяли величину периода слоя покрытия по формуле

$$\sin\theta_{\pm} = \sin\theta_B \pm m\lambda/(2L), \qquad (1)$$

где m — порядок дифракционного максимума; λ — длина волны рентгеновского излучения; L — период покрытия; $\theta_{\pm}$ и θ_B — позиции сателлитного и главного пиков брэгговской дифракции соответственно.

Экспериментальные исследования физико-механических свойств и износостойкости покрытий проводились с помощью оборудования фирмы «CSM Instruments». Для полученных покрытий оценивались микротвердость (H), модуль упругости (E) и коэффициент абразивного износа (k_c).

Величины H и E покрытий определялись методом кинетического индентирования. В качестве индентора использовалась алмазная пирамидка Виккерса. Измерения проводились в 10 точках на каждом покрытии. Полученные результаты обрабатывались по методу Оливера—Фарра. Нагрузка при индентировании всех образцов составляла 50 мН.

Коэффициент абразивного износа (k_c) покрытий измерялся методом микроабразивного износа, основанного на модели Арчарда для скользящего износа [18, 19]. Для этого использовались шарик из закаленной стали диаметром 15 мм и водная

суспензия с абразивными частицами размером 0,5—1,0 мкм. Путь трения во всех экспериментах составлял 4,7 м, величина нормальной нагрузки — 1,256 Н. После завершения испытаний с помощью метода оптической микроскопии проводились измерения диаметра лунки износа (d_c), образовавшейся на поверхности покрытий, и рассчитывался ее объем, что позволило вычислить величину k_c [20].

Обработка полученных экспериментальных данных и построение нейросетевой математической модели [21], дающей представление о влиянии относительного содержания хрома и периода слоев на физико-механические свойства и износостойкость многослойных покрытий системы CrN/AlN, осуществлялась с помощью программного комплекса MemBrain. Для этого использовалась прямоточная нейронная сеть (персептрон). Выбор ее архитектуры обусловлен результатами сравнительного анализа коэффициентов детерминации. После ряда вычислительных экспериментов была выбрана многослойная нейронная сеть. В качестве активационной принята сигмоидальная функция. Для обучения сети использовался метод эластичного распространения.

Результаты и их обсуждение

Анализ элементного состава покрытий показал, что изменение технологических режимов напыления в указанном интервале силы тока на магнетронах оказывает существенное влияние на химический состав покрытий (рис. 2). Сопоставление данных об элементном составе покрытий, полученных с помощью методов рентгеновского энергодисперсионного анализа и оже-спектроскопии, показало их хорошее соответствие. Расхождение не превышало 5 %, что позволило при написании работы опираться на данные рентгеновского энергодисперсионного анализа.

Из рис. 2 видно, что увеличение тока на магнетронах ведет к росту содержания соответствующего элемента в покрытии: концентрация Cr изменяется в диапазоне 39÷46 %, Al — 8÷18 % и N — 42÷45%. Преобладание Cr в покрытии по сравнению с Al, а также повышенная чувствительность элементного состава к изменению тока на первом магнетроне объясняются большим значением коэффициента распыления, который более чем в 3,5 раза превышает коэффициент распыления Al. Величина относительного содержания Cr в покрытии в рассматриваемом диапазоне режимных параметров изменяется в интервале Cr/(Al + Cr) = = 68÷85 %, т.е. Cr является преобладающим металлом покрытия. Это означает, что толщина слоев CrN во всех рассматриваемых случаях превосходит толщину слоя AlN, что, по мнению авторов работы [22], является важным условием, обеспечивающим стабилизацию AlN в метастабильной кубической структуре типа NaCl.

Анализ фрактограмм излома покрытий (рис. 3) показал, что толщина всех полученных образцов изменяется в диапазоне 2,3—5,5 мкм. Покрытия имеют плотную морфологию и столбчатую зеренную структуру, которая является для них типичной [11]. На рис. 3 также хорошо видны технологические подслои Cr и CrN, которые предварительно наносились на подложки для улучшения адгезии покрытий. Их толщина составляет порядка 0,5 мкм.

В первом приближении величину периода слоев CrN/AlN вычисляли как отношение толщины покрытия к числу оборотов оснастки с установленными подложками за технологический цикл напыления. Таким образом было установлено, что изучаемые покрытия включали 1395 слоев.

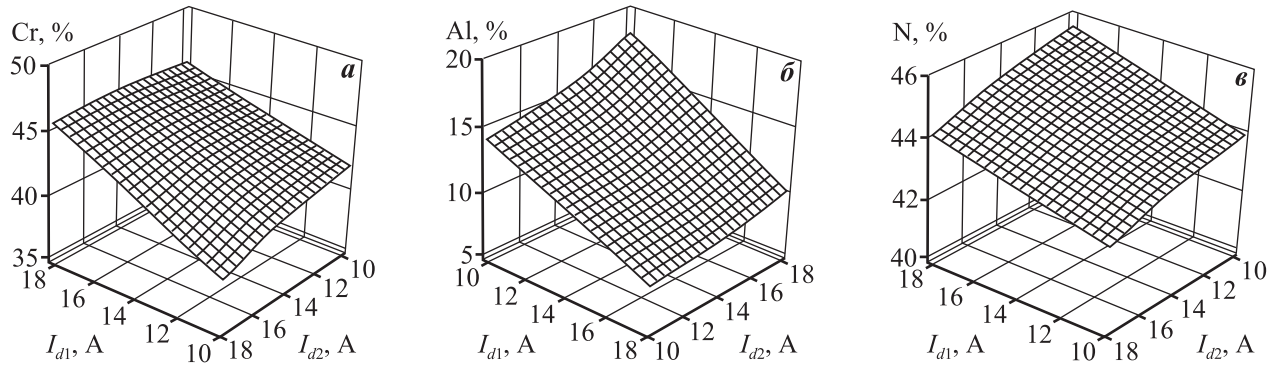

Рис. 2. Влияние тока на магнетронах на содержание Cr (***а***), Al (***б***) и N (***в***) в покрытиях

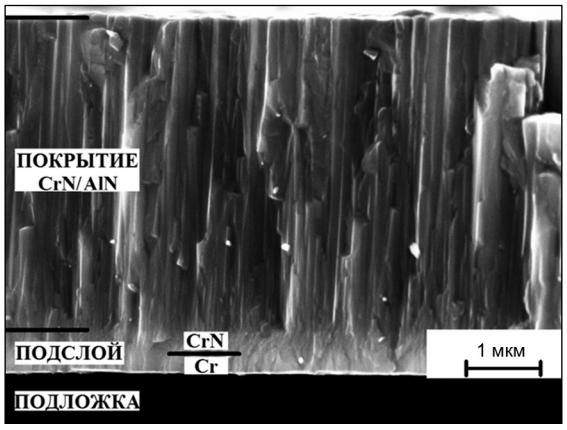

Рис. 3. РЭМ-изображение фрактограммы излома покрытий
L = 3 нм; Cr/(Al + Cr) = 80 %

Несмотря на то, что частота вращения оснастки является доминирующим фактором, определяющим период слоев (L) покрытия, корректировка его значения возможна посредством изменения интенсивности распыления той или иной мишени. Анализ результатов расчета величины L композиции CrN/AlN показал, что варьирование тока на магнетронах в указанном диапазоне может изменять значения этого показателя в ~1,7 раза.

Уточнение величины периода слоев покрытия проводилось с помощью рентгеновской дифрактометрии. Анализ полученных результатов показал малую интенсивность сателлитного пика, соизмеримую с интенсивностью фона. Это обстоятельство хорошо согласуется с данными работ [17, 22], в которых при толщине слоя AlN менее 1 нм сателлитный пик выражен неярко. По нашим данным, период слоев изучаемых покрытий изменялся от 1,5 до 3,2 нм.

На рис. 4 представлены результаты рентгеновской дифрактометрии нескольких образцов покрытий с различным периодом слоев и относительным содержанием хрома. Видно, что все дифрактограммы имеют схожий характер. Для всех образцов отмечены дифракционные максимумы, соответствующие кубической решетке, являющиеся суперпозицией двух составов покрытий: CrN и AlN. Пиков, соответствующих AlN с гексагональным типом структуры, не зафиксировано. Это говорит о том, что в полученных покрытиях AlN соответствует кубическая структура типа NaCl, рефлексы которой совпадают с CrN. Также не обнаружено пиков CrAlN, т.е. образования гомогенного покрытия не происходит. Можно отметить уширение дифракционных пиков с уменьшением периода слоев покрытия, что позволяет говорить об уменьшении размера зерна, так как рост кристаллитов ограничен толщиной слоя. Кроме того, также наблюдалось смещение пиков в сторону меньших углов.

Таким образом, изменение параметров технологического режима в рассматриваемом диапазоне оказывает влияние лишь на величину периода слоев (размер зерна) и относительное содержание хрома, не воздействуя на формирующийся фазовый состав и тип структуры.

Для установления влияния периода слоев покрытия и содержания хрома на физико-механические свойства покрытий проведено кинетическое индентирование. Измерения показали, что микротвердость полученных покрытий изменяется в зависимости от обоих параметров в широком диапазоне H = 32÷42 ГПа (рис. 5, *а*). Данное обстоятельство, по мнению авторов работы [22], также может свидетельствовать о том, что слои AlN имеют не гексагональную, а гранецентрированную кубическую структуру типа NaCl.

Максимальная твердость соответствует вариантам покрытий с большими значениями L, и в меньшей степени на твердость оказывает влияние относительное содержание хрома. Это объясняется тем, что увеличение толщины слоев (в частности AlN) ведет к образованию ярко выраженных границ интерфейсов, что способствует повышению твердости. С другой стороны, толщина слоя определяет величину размеров зерна и влияет на эффект упрочнения в соответствии с законом Холла—Петча.

Другой важной физико-механической характеристикой покрытия является модуль упругости. Для рассматриваемых вариантов покрытий его

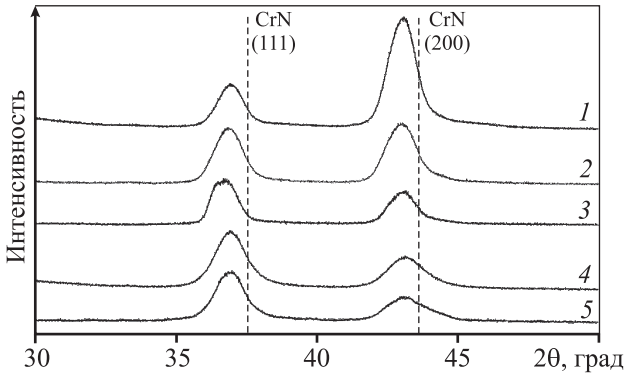

Рис. 4. Рентгеновские дифрактограммы покрытий
1 – L = 3 нм и Cr/(Al + Cr) = 80 %; ***2*** – 2,5 нм и 84 %; ***3*** – 1,8 нм и 80 %; ***4*** – 1,6 нм и 68 %; ***5*** – 1,4 нм и 74 %

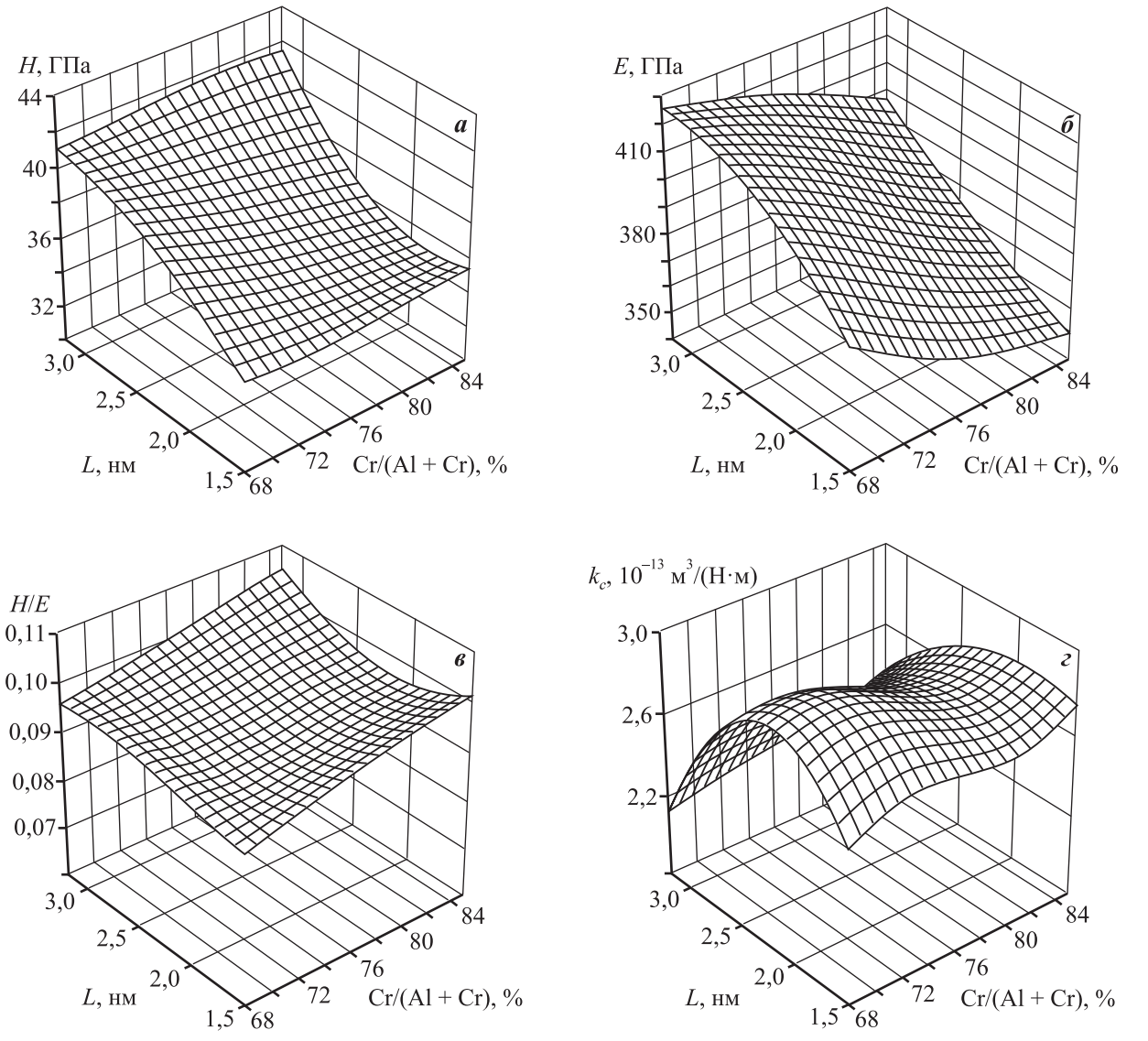

Рис. 5. Влияние периода слоев и относительного содержания хрома на твердость (***а***), модуль упругости (***б***), индекс пластичности (***в***) и коэффициент абразивного износа (***г***) покрытий CrN/AlN

значения изменялись в диапазоне $E = 350 \div 420$ ГПа (см. рис. 5, *б*).

Следует отметить, что возможность направленного синтеза покрытия с заданным модулем упругости имеет большое практическое значение для решения задач научно обоснованного выбора покрытия для напыления на подложки из стали и твердого сплава. Снижение разности величин модуля упругости подложки и покрытия способствует повышению работоспособности системы подложка—покрытие при воздействии внешних термомеханических нагрузок за счет создания благоприятного характера распределения напряжений на границе раздела и, как следствие, повышает эффективность применения покрытий [23].

Учитывая, что изучаемые покрытия применяют при упрочнении рабочих поверхностей технологического инструмента и деталей машин, работающих в условиях жесткого контактного нагружения, в том числе и при высоких температурах, актуальным является получение оценок влияния периода слоев покрытия и относительного содержания хрома на износостойкость. Одним из показателей, характеризующих сопротивление покрытия износу, является отношение H/E, называемое «индексом пластичности материала» [24, 25].

На рис. 5, *в* представлена графическая зависимость величины H/E от периода слоев покрытия и относительного содержания хрома. Она имеет нелинейный характер и изменяется в интервале

0,09—0,115. Полученные значения индекса пластичности несколько хуже, чем для боросодержащих покрытий [24]. Они соответствуют многокомпонентным нитридным и карбидным покрытиям [26—28] и превосходят микро- и нанокомпозитные покрытия, свойства которых изучены в работе [25].

Максимальное значение величины $H/E = 0{,}115$ достигается при $L = 3{,}2$ нм, что соответствует вариантам покрытий с наибольшей твердостью. Однако при минимальном периоде слоев ($L = 1{,}5$ нм) и высоком содержании Cr также отмечены достаточно большие значения $H/E \approx 0{,}1$. В то же время при $L = 2{,}0 \div 2{,}5$ нм наблюдается падение H/E относительно пиковых значений.

Также была исследована износостойкость покрытий. Микроскопический анализ лунок износа диаметром d_c показал, что они имеют ровные края, причем при используемых режимах испытаний не происходит полного истирания покрытия до подложки. Значения d_c для изучаемых образцов покрытий изменяются в диапазоне 368—399 мкм, и на их основе были вычислены коэффициенты абразивного износа, которые варьировались в интервале $k_c = (2{,}0 \div 2{,}8) \cdot 10^{-13}$ м^3/(Н·м).

На рис. 5, *г* представлена зависимость k_c от периода слоев покрытия и относительного содержания хрома. Видно, что минимальные значения величины износа достигнуты при максимальном периоде слоев покрытия, т.е. при наибольшей твердости, что хорошо согласуется с классической теорией износа. В то же время высокая износостойкость наблюдается и при малом L, что свидетельствует о корреляции величин H/E и k_c.

Выводы

1. Проведены экспериментальные исследования многослойных покрытий системы CrN/AlN. Получены данные о влиянии технологических параметров нанесения покрытия на их физико-механические свойства (твердость, модуль упругости, индекс пластичности, коэффициент абразивного износа) и износостойкость.

2. На основе полученных экспериментальных данных построена группа нейросетевых моделей, устанавливающих взаимосвязь параметров технологического режима (силы тока на магнетронах) напыления с элементным составом покрытий, а также периода слоев покрытия и относительного содержания хрома с физико-механическими свойствами и износостойкостью покрытий CrN/AlN.

3. Практическое использование моделей в совокупности позволяет за счет управления параметрами процесса напыления проводить направленный синтез покрытий с наперед заданными физико-механическими свойствами и износостойкостью.

Исследование выполнено при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта 16-38-00819 мол_а и гранта Президента РФ для молодых ученых — кандидатов наук МК-3040.2015.8.

Литература

1. *Levashov E.A., Petrzhik M.I., Tyurina M.Ya., Kiryukhantsev-Korneev F.V., Tsygankov P.A., Rogachev A.S.* Multilayer nanostructured heat-generating coatings. Preparation and certification of mechanical and tribological properties // Metallurgist. 2011. Vol. 54. No. 9-10. P. 623—634.
2. *Andrievski R.A.* New superhard materials based on nanostructured high-melting compounds: achievements and perspectives // NATO Sci. Ser. II: Mathematics, Physics and Chemistry. 2001. Vol. 16. P. 17-32.
3. *Veprek S., Veprek-Heijman M., Karvankova P., Prochazka J.* Different approaches to superhard coatings and nanocomposites // Thin Solid Films. 2005. Vol. 476. P. 1—29.
4. *Park J.-K., Baik Y.-J.* The crystalline structure, hardness and thermal stability of AlN/CrN superlattice coating prepared by D.C. magnetron sputtering // Surf. Coat. Technol. 2005. Vol. 200. P. 1519—1523.
5. *Tien S.-K., Duh J.-G.* Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of CrN/AlN multilayer coatings // Thin Solid Films. 2006. Vol. 494. P. 173—178.
6. *Tien S.-K., Duh J.-G., Lee J.-W.* Oxidation behavior of sputtered CrN/AlN multilayer coatings during heat treatment // Surf. Coat. Technol. 2007. Vol. 201. P. 5138—5142.
7. *Tien S.-K., Lin C.-H., Tsai Y.-Z., Duh J.-G.* Oxidation behavior, microstructure evolution and thermal stability in nanostructured CrN/AlN multilayer hard coatings // J. Alloys and Compnd. 2010. Vol. 489. P. 237—241.
8. *Lin J., Moore J.J., Mishra B., Pinkas M., Sproul W.D.* Nanostructured CrN/AlN multilayer coatings synthesized by pulsed closedfield unbalanced magnetron sputtering // Surf. Coat. Technol. 2009. Vol. 204. P. 936—940.
9. *Lin J., Hendersonb H.B., Manuelb M.V., Sproul W.D.* Nanometer scale chemistry and microstructure of CrN/AlN multilayer films // Appl. Surf. Sci. 2013. Vol. 274. P. 392—396.
10. *Schlögla M., Paulitscha J., Mayrhofer P.H.* Thermal stability of CrN/AlN superlattice coatings // Surf. Coat. Technol. 2014. Vol. 240. P. 250—254.

11. *Нургаянова О.С., Ганеев А.А.* Математическое моделирование влияния легирующих элементов на жаропрочность никелевых сплавов с монокристаллической структурой // Вестник УГАТУ. 2006. Т. 8. No. 1 (17). С. 91—96.
12. *Парфенов Е.В., Невьянцева Р.Р., Быбин А.А.* Обобщенная математическая модель технологического процесса электролитно-плазменного удаления покрытий // Вестник УГАТУ. 2007. Т. 9. No. 7 (25). С. 33—40.
13. *Коростелев В.Ф., Большаков А.Е.* Разработка нейросетевой модели процесса кристаллизации расплава под давлением // Мехатроника, автоматизация, управление. 2011. No. 10. С. 50—55.
14. *Букарев И.М., Аборкин А.В.* Исследование свойств многослойных покрытий // Упрочняющие технологии и покрытия. 2012. No. 5. С. 16—19.
15. *Букарев И.М., Аборкин А.В.* Влияние режима напыления на структуру и свойства многослойных нитридных покрытий // Упрочняющие технологии и покрытия. 2013. No. 11. С. 33—38.
16. *Yashar P.C., Sproul W.D.* Nanometer scale multilayered hard coatings // Vacuum. 1999. Vol. 55. P. 179—190.
17. *Lin J., Moore J.J., Mishra B., Pinkas M., Zhang X., Sproul W.D.* CrN/AlN superlattice coatings synthesized by pulsed closedfield unbalanced magnetron sputtering with different CrN layer thicknesses // Thin Solid Films. 2009. Vol. 517. P. 5798—5804.
18. *Rutherford K.L., Hutchings I.M.* A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems // Surf. Coat. Technol. 1996. Vol. 79. P. 231—239.
19. *Archard J.F.* Contact and rubbing of flat surfaces // J. Appl. Phys. 1953. Vol. 24. No.8. P. 981—988.
20. *Imbeni V., Martini C. , Lanzoni E. , Poli G., Hutchings I.M.* Tribological behaviour of multi-layered PVD nitride coatings // Wear. 2001. Vol. 251. P. 997—1002.
21. *Кисель И.В., Нескоромный В.Н., Ососков Г.А.* Применение нейронных сетей в экспериментальной физике // Физика элементарных частиц и атомного ядра. 1993. Т. 24. No. 6. С. 1551—1595.
22. *Schlögl M., Mayer B., Paulitsch J., Mayrhofer P.H.* Influence of CrN and AlN layer thicknesses on structure and mechanical properties of CrN/AlN superlattices // Thin Solid Films. 2013. Vol. 545. P. 375—379.
23. *Aborkin A.V., Ryabkova V.V., Elkin A.I.* Deformation curves for multicomponent nitride and carbide coatings // J. Frict. Wear. 2015. Vol. 36. No. 4. P. 273—279.
24. *Штанский Д.В., Кулинич С.А., Левашов Е.А., Moore J.J.* Особенности структуры и физико-механических свойств наноструктурных тонких пленок // Физика твердого тела. 2003. Т. 45. No. 6. С. 1122—1129.
25. *Погребняк А.Д., Дробышевская А.А., Береснев В.М., Кылышканов М.К., Кирик Г.В., Дуб С.Н., Комаров Ф.Ф., Шипиленко А.П., Тулеушев Ю.Ж.* Микро- и нанокомпозитные защитные покрытия на основе Ti—Al—N/Ni—Cr—B—Si—Fe, их структура и свойства // Журн. техн. физики. 2011. Т. 81. No. 7. С. 124—131.
26. *Aborkin A.V., Ryabkova V.V., Abramov D.V.* Friction and wear of nitride and carbide coatings in contact with aluminum // J. Frict. Wear. 2013. Vol. 34. No. 4. P. 294—301.
27. *Аборкин А.В., Рябкова В.В., Сергеев А.В.* Исследование трибологических свойств многослойных и многокомпонентных вакуумных ионно-плазменных покрытий // Трение и смазка в машинах и механизмах. 2012. No. 5. С. 12—15.
28. *Букарев И.М., Собольков А.В., Аборкин А.В.* Повышение скорости роста толщины покрытия CrN/AlN управлением загрязнением мишени при магнетронном напылении // Вестник машиностроения. 2017. No. 3. С. 67—70.

References

1. *Levashov E.A., Petrzhik M.I., Tyurina M.Ya., Kiryukhantsev-Korneev F.V., Tsygankov P.A., Rogachev A.S.* Multilayer nanostructured heat-generating coatings. Preparation and certification of mechanical and tribological properties. *Metallurgist.* 2011. Vol. 54. No. 9-10. P. 623—634.
2. *Andrievski R.A.* New superhard materials based on nanostructured high-melting compounds: achievements and perspectives. *NATO Sci. Ser. II: Mathematics, Physics and Chemistry.* 2001. Vol. 16. P. 17-32.
3. *Veprek S., Veprek-Heijman M., Karvankova P., Prochazka J.* Different approaches to superhard coatings and nanocomposites. *Thin Solid Films.* 2005. Vol. 476. P. 1—29.
4. *Park J.-K., Baik Y.-J.* The crystalline structure, hardness and thermal stability of AlN/CrN superlattice coating prepared by D.C. magnetron sputtering. *Surf. Coat. Technol.* 2005. Vol. 200. P. 1519—1523.
5. *Tien S.-K., Duh J.-G.* Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of CrN/AlN multilayer coatings. *Thin Solid Films.* 2006. Vol. 494. P. 173—178.
6. *Tien S.-K., Duh J.-G., Lee J.-W.* Oxidation behavior of sputtered CrN/AlN multilayer coatings during heat treatment. *Surf. Coat. Technol.* 2007. Vol. 201. P. 5138—5142.
7. *Tien S.-K., Lin C.-H., Tsai Y.-Z., Duh J.-G.* Oxidation behavior, microstructure evolution and thermal stability in nanostructured CrN/AlN multilayer hard coatings. *J. Alloys and Compnd.* 2010. Vol. 489. P. 237—241.
8. *Lin J., Moore J.J., Mishra B., Pinkas M., Sproul W.D.* Nano-structured CrN/AlN multilayer coatings synthesized

by pulsed closedfield unbalanced magnetron sputtering. *Surf. Coat. Technol*. 2009. Vol. 204. P. 936—940.

9. *Lin J., Hendersonb H.B., Manuelb M.V., Sproul W.D.* Nanometer scale chemistry and microstructure of CrN/AlN multilayer films. *Appl. Surf. Sci*. 2013. Vol. 274. P. 392—396.
10. *Schlögla M., Paulitscha J., Mayrhofer P.H.* Thermal stability of CrN/AlN superlattice coatings. *Surf. Coat. Technol*. 2014. Vol. 240. P. 250—254.
11. *Nurgajanova O.S., Ganeev A.A.* Matematicheskoe modelirovanie vlijaniya legiruyushikh elementov na zharoprochnost' nikelevykh splavov s monokristallicheskoy strukturoy [Mathematical modeling of the influence of alloying elements on the heat-resistant nickel alloys with a single-crystal structure]. *Vestnik UGATU*. 2006. Vol. 8. No. 1 (17). P. 91—96.
12. *Parfenov E.V., Nev'janceva R.R., Bybin A.A.* Obobshennaya matematicheskaya model' tehnologicheskogo processa yelektrolitno-plazmennogo udaleniya pokrytii [Generalized mathematical model of the process of electrolytic-plasma coating removal]. *Vestnik UGATU*. 2007. Vol. 9. No. 7 (25). P. 33—40.
13. *Kopostelev V.F., Bol'shakov A.E.* Razpabotka nejrosetevoy modeli processa kpistallizatsii rasplava pod davleniem [Development of neural network model ofthe melt crystallization process under the pressure]. *Mehatronika, avtomatizacija, upravlenie*. 2011. No. 10. P. 50—55.
14. *Bukarev I.M., Aborkin A.V.* Issledovanie svojstv mnogoslojnyh pokrytij [The study of properties of multilayer coatings]. *Uprochnjajushhie tehnologii i pokrytiya*. 2012. No. 5. P. 16—19.
15. *Bukarev I.M., Aborkin A.V.* Vlijanie rezhima napylenija na strukturu i svojstva mnogoslojnykh nitridnykh pokrytii [Influence of sputtering modes on the structure and properties of the multilayer nitride coatings]. *Uprochnjajushhie tehnologii i pokrytiya*. 2013. No. 11. P. 33—38.
16. *Yashar P.C., Sproul W.D.* Nanometer scale multilayered hard coatings. *Vacuum*. 1999. Vol. 55. P. 179—190.
17. *Lin J., Moore J.J., Mishra B., Pinkas M., Zhang X., Sproul W.D.* CrN/AlN superlattice coatings synthesized by pulsed closedfield unbalanced magnetron sputtering with different CrN layer thicknesses. *Thin Solid Films*. 2009. Vol. 517. P. 5798—5804.
18. *Rutherford K.L., Hutchings I.M.* A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. *Surf. Coat. Technol*. 1996. Vol. 79. P. 231—239.
19. *Archard J.F.* Contact and rubbing of flat surfaces. *J. Appl. Phys*. 1953. Vol. 24. No.8. P. 981—988.
20. *Imbeni V., Martini C. , Lanzoni E. , Poli G., Hutchings I.M.* Tribological behaviour of multi-layered PVD nitride coatings. *Wear*. 2001. Vol. 251. P. 997—1002.
21. *Kisel' I.V., Neskoromnyj V.N., Ososkov G.A.* Primenenie nejronnyh setej v jeksperimental'noj fizike [Application of neural networks in experimental physics]. *Fizika elementarnyh chastic i atomnogo jadra*. 1993. Vol. 24. No. 6. P. 1551—1595.
22. *Schlögl M., Mayer B., Paulitsch J., Mayrhofer P.H.* Influence of CrN and AlN layer thicknesses on structure and mechanical properties of CrN/AlN superlattices. *Thin Solid Films*. 2013. Vol. 545. P. 375—379.
23. *Aborkin A.V., Ryabkova V.V., Elkin A.I.* Deformation curves for multicomponent nitride and carbide coatings. *J. Frict. Wear*. 2015. Vol. 36. No. 4. P. 273—279.
24. *Shtanskij D.V., Kulinich S.A., Levashov E.A., Moore J.J.* Osobennosti struktury i fiziko-mekhanicheskikh svojstv nanostrukturnykh tonkikh plenok [Features of structure and physico-mechanical properties of nanostructured thin films]. *Fizika tverdogo tela*. 2003. Vol. 45. No. 6. P. 1122—1129.
25. *Pogrebnjak A.D., Drobyshevskaja A.A., Beresnev V.M., Kylyshkanov M.K., Kirik G.V., Dub S.N., Komarov F.F., Shipilenko A.P., Tuleushev Ju.Zh.* Mikro- i nanokompozitnye zashhitnye pokrytiya na osnove Ti—Al—N/Ni—Cr—B—Si—Fe, ikh struktura i svoystva [Micro- and nano-composite based protective coating on Ti—Al—N/Ni—Cr—B—Si—Fe, their structure and properties]. *Zhurnal tehnicheskoj fiziki*. 2011. Vol. 81. No. 7. P. 124—131.
26. *Aborkin A.V., Ryabkova V.V., Abramov D.V.* Friction and wear of nitride and carbide coatings in contact with aluminum. *J. Frict. Wear*. 2013. Vol. 34. No. 4. P. 294—301.
27. *Aborkin A.V., Rjabkova V.V., Sergeev A.V.* Issledovanie tribologicheskikh svoystv mnogosloynykh i mnogokomponentnykh vakuumnykh ionno-plazmennykh pokrytiy [The study of tribological properties of multi-layer and multi-component vacuum ion-plasma coatings]. *Trenie i smazka v mashinakh i mehanizmakh*. 2012. No. 5. P. 12—15.
28. *Bukarev I.M., Sobol'kov A.V., Aborkin A.V.* Target cleaning for faster CrN/AlN coating growth in magnetron sputtering. *Russ. Eng. Res*. 2017. Vol. 37. No. 6. P. 502—504.