

ЎЗБЕКСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ
ЖОҒАРЫ ХЭМ ОРТА АРНАЎЛЫ БИЛИМ МИНИСТРЛИГИ
БЕРДАҚ АТЫНДАҒЫ ҚАРАКАПАҚ МӘМЛЕКЕТЛИК УНИВЕРСИТЕТИ
УЛЫҰМА ФИЗИКА КАФЕДРАСЫ

Физика-математика факультетиниң 4-курс студенти
Гүлзада Пирлешованың питкерийү қәнигелик жумысы

**Zr, Ti, Si хэм N тийкарындағы нанокөмпозит қапламалардың
механикалық қәсийетлери**

Илимий басшысы
Кафедра баслығы

Б.Р.Жоллыбеков
Ж.Акимова

Нөкис-2012

Кирисің

Нанотехнологияны раўажландырыўдың хәм жаңа материаллар пайда етиўдин әхмийетли бағдары аса қатты нанокөмпозит материалларды изертлеўлер менен, оларды синтезлеў нызамлылықлары менен, материалдың фазалық-структуралық халын үйрениў хәм физикалық-механикалық қәсийетлерин үйрениў менен байланысly. Бундай изертлеўлер қаптамалардың физикалық қәсийетлери көмплексин, атап айтқанда – қаттылығын, термикалық турақлылығын, беккемлигин хәм т.б. қәлиплестириўди болжаўдың жаңа мүмкиншиликлерин ашып береди.

Өтиўши металлардың (титан, цирконий, хром) нитридлери өзиниң жоқары механикалық характеристикалары – қаттылығы хәм беккемлиги менен белгили. Сонлықтан, олар тийкарында алынатуғын қаптамалар кесийўши инструментлердин, машина деталларының хәм сүйкелийўши бөлеклериниң эксплуатациялық характеристикаларын жақсылаў ушын қолланылады. Бир химиялық элементтен туратуғын қаптаманың қәлиплесийў процессинде оның структура эволюциясын баскарыў мүмкиншилиги шекленген. Буннан басқа оның структурасы турақлы емес – жоқары температураларда олардың рекристалланыўы пайда болып, структурасы хәм қәсийетлери өзгереди. Бирақ синтезленген қаптаманың структурасына олардың составына легирлеўши элементлерди – кремний, бор, алюминий хәм б. қосыў арқалы тәсир жасаўға болады. Усыған уқсас, ионлы-плазмалық методлар менен қаптаманы алыў процессинде микроструктраны модификациялаўдың басқада усыллары бар, мысалы, вакуум-дугалы қаптамны шөктириўде жоқары жийиликли (ВЧ) стимулластырыў арқалы. ВЧ стимулластырыў қаптаманың өсийў процессинде подложка бетине адсорбцияланған атомлардың қозғалыўшаңлығын арттырады хәм кристаллитлердин размерлерин киширейтийўши және қаттылықты жоқарылатыўшы пайда етеуғын структуралардың эффектин кемейтеди. Қаптамалардың қаттылығынан басқа әхмийетли қорғаўшы қәсийетлериниң бири олардың термикалық турақлылығы болып есапланады.

Солай етип, өтиўши металлар нитриди тийкарындағы аса қатты, термикалық турақлы қаптамаларды алыў проблемасы пайда болады. Көбинесе көрсетилген қаптамаларды алыў ушын реактив магнетрон шаңландырыў хәм бирнеше катодлардан туратуғын вакуум-дугалы шөктириў методлары қолланылады. Синтезлў процессин оптималластырыў мақсетинде программаластырылған қәсийетлерге ийе қаптамаларды қәлиплестириўдин көрсетилген методлары барқулла модификацияланып барылмақта. Аса қатты термикалық турақлы қаптамаларды қәлиплестириўдин эффективлигин

арттырыудың бир жолының бири вакуумлық қайта еритиудің методы менен калиплестирилген арнауды катодларды қолланыуды.

Жоқарыда келтирилгенлерден келип шығып, хәзирги күнде импульсли жоқары жийиликли стимуляцияны қолланып вакуум-дугалы шөктириудің методы менен алынған аса қатты, термикалық турақлы, көп компоненталы қаппаларды пайда етиуді актуаль болады.

I Бап. ӘДЕБИЯТЛАРҒА ШОЛЫҢ

Хәзирги заман илими менен техникасының приоритет бағдарының бири жаңа материалларды кәлиплестириў методларын хәм олардың қәсийетлерин үйрениў болып есапланады, мысалы, дәнешелериниң размери 100 нм ден артпайтуғын көпкомпоненталы нанокристалл қапламаларды пайда етиў []. Күтилип атырғанындай нанотехнологиялар усы әсирдиң орталарына келип илимий-техникалық раўажланыўдың қозғаўшы күшине айланады. Нанотехнологияның мағанасы элементлердиң киши размерли болыўы себепли жаңа қәсийетлерге хәм функциональ мүмкиншиликлерге ийе үскене хәм системаларды хәм материалларды ислеп шығыў хәм қолланыў мақсетинде размери 1 ден 50 нм ге шекемги интервалдағы атомлық, молекулалық қәдилерде жұмыс ислеў. Физикалық көзқарастан қарасақ нанохалға өтиў размерлик эффектлердиң пайда болыўы менен байланыслы. Размерлик эффектлер деп микроструктура размери менен қандайда критикалық узынлық (электронлар хәм фотонлардың еркин жүриў жолы узынлығы, доменлер дийўалының қалыңлығы, дислокация илмегиниң критикалық радиусы хәм т.б.) сәйкес келгенде затлардың қәсийетлериниң өзгерисин характерлеўши кубылыслар комплекси түсиниледи. Размерлик эффектлер сол ўақытта пайда болады егер кристалл дәнешелердиң размери 50 нм ден артпайтуғын болса, хәм дәнешелер размери 10 нм Ге жақынласқанда оғада бул айқын анық көринеди.

Усыған байланыслы наноматериалларды геолметриялық формасы хәм оларды қурайтуғын структуралық элементлериниң размери бойынша классификациялаўға болады. Размерлиги бойынша наноматериаллардың тийкарғы типии - кластер материаллар, талшықлы материаллар, пленка хәм қапламалар, көп қатламлы структуралар, соның менен бирге барлық үш бағыты бойынша дәнешелериниң размери нанометрлик болған көлемлик нанокристалл материаллар болады. Көрсетилген материаллар ишинде ең көп қызығыўшылық пайда ететуғыны нанокомпозит қапламлар болып есапланады, олар нанокристаллық ямаса аморф структураға ийе ең кем дегенде еки фазадан турады. Нанокомпозит қапламалар ды қурайтуғын дәнешелер размери киши (≤ 10 нм) болғанлықтан хәм айырым дәнешелерди қоршап турған шегералық областлардың күшли тәсири болғанлықтан олар әдеттеги материалларға (дәнешелер размери 100 хәм оннанда көп нм) қарағанда күшли өзгешеленетуғын әжайып қәсийетлерге ийе болады.

1.1. Наноккомпозит қаптамалардың қәлиплесіуінің физикалық тийкарлары

Наноккомпозитлерди раўажландырыўдың бас уазыйпасы нанокристалл структураға ийе болған қаптамаларды пайда етиў процессин басқарыўға мүмкиншилик беретуғын шараятларды үйрениў хәм пайда етиў. Хәзирги ўақытта өсип атырған қәпламада дәнешелердиң размери хәм бағытланыўын басқарыўға мүмкиншилик беретуғын тийкарынан еки процесс қолланылады: төменэнергетикалық ионлық бомбардировка хәм қосымша элементлерди тийкарғы материалға легирлеўге тийкарланған процесслер.

Ионлық бомбардировка – оғада теңсалмақлы емес процесс, бунда ионлар өзиниң кинетикалық энергиясын қапламаға береді хәм оны атомлық қәддиде қыздырады. Ионлық бомбардировка әдеттеги қыздырыўдан күшли парқ етеди, себеби, бомбардировкалап атырған ионлардың кинетикалық энергиясы атомлық размердеги жүдә киши областларға бериледи хәм оғада тез суўыў (шама менен 10^{14} К/с) менен иске асады. Буннан басқа, атап өтиўимиз керек, әдеттеги қыздырыў менен өсип атырған подложкаға жеткерилип атырған энергия (T_s/T_m) менен бөлекшелердиң бомбардировкалаўы арқалы берилип атырған энергия (E_{bi}) физикалық эквивалент шамалар емес, бул жерде, T_s – подложка температурасы, T_m – қаплама материалының ериў точкасы. Көрсетилген фактке карамастан, бул усыл дәнешениң өсиўин шеклеўге хәм экстроординар қәсийетлерге ийе тығыз қаптамаларды қәлиплестириўге мүмкиншилик береді. Бирақ, ионлық бомбардировка менен шөктирилген қаптамалардың термикалық турақлығы аз. Олардың турақсызлығы ионлық бомбардировкалаўдан пайда болған синэнергетикалық комплекслер себебли болады. Бул тек ғана дәнешелердиң майдаланыўы емес, ал дефектлердиң тығызлығының артыўы, қысыўшы кернеўлердиң қәлиплесіуі.

Нитрид қаптамалардың (TiN, ZrN, CrN) структурасы хәм қәсийетлерин сезилерли өзгертиўге болады, егер оларды Si, B, Al, Ni хәм басқа элементлер менен легирлесек. Легирлеў процессии төмендегиден ибарат, бир элементтен туратуғын тийкарғы материалға бир ямаса бирнеше элементти қосады, хәм сондай етип қосылады компоненталар қатты растворды пайда етип кетпеўи керек. Бул процесс нанокристалл хәм аморф қаптамаларды алыўда эффектив метод болып есапланады. Қаптамаларды көрсетилген элементлер менен легирлеўдиң жоқары эффективлиги анешелердиң өсиўин $d \leq 10$ нм қәддиде шеклеўши фазалардың TiN нанодәнешелер шегерасында сегрегацияланыўын термодинамикалық қадағалаў менен байланыслы. Бирақ, бундай қаптамалар киши турақлылыққа ийе болыўыда мүмкин. Изертлеўлердиң көрсетиўинше Ti-B-N типиндеги қаптамалар көпшилик техникалық материаллар менен сәйкес түседі, жеткиликли жоқары қаттылыққа (40-50 ГПа), желиниўге шыдамлылыққа хәм

термотурақлылыққа ийе. Бірақ, қаптамаларды 1000 К температурға шекем қыздырсақ титан оксиди пайда болыуы тез окисленеди. Бул типтеги қаптамалардың окисленіуіге шыдамлылығы алюминийди қосыу арқалы жақсыланыуы мүмкин.

Усыған байланыслы аморф металл емес матрица хэм металлдардың хэм олардың нитрилериң (карбид, борид) нанокристалл бөлекшелеринен туратуғын көп компоненталы нанокомпозит қаптамалардың фазалық халын, структурасын, физикалық-механикалық қасиетлерин үйрениу илимий қызығыушылық пайда етеди. Екинши кураушы ретинде кремнийди ямаса кремний карбидин пайдаланыу бундай системаның әдеуір аморфланыуына алып келеди. Аморфлыкты пайда етиуши элементлерди қолланыу хэм олардың муғдарын арттырсақ онда қаптаманың аморф халы избе из қәлипеседи. Араласпау областының бар болыуы фазалық қатламланыуды пайда етеди. Аморфлык халда кураушылардың ишиндеги бир элемент пенен байыған кластерлер пайда болады.

Нанокомпозит структуралардың пайда болыу механизми бир фазаның басқа фаза шегерасында сегрегацияланыуы менен байланыслы, ол кристаллитлердиң өсиуине тосқынлық жасайды. Бул процесс өсип атырған конденсат курамына легирлеуши элементти киритиу ямаса өсип атырған конденсаты ионлар ағымы менен бомбардировкалау хэм усы методлардың хәрқыйлы комбинацияланыуы арқалы иске асырылады. Қаптаманың структурасы хэм фазалық составын басқарыу шөгиу режимин таңлап алыу, легирлеуши элементтиң концентрациясын өзгертиу, рабочий газ араласпасының парциаль басымын хэм подложка температурасын өзгертиу, подложкаға терис ауыстырыу кернеуин бериу ямаса оны жоқары энергиялы газ ионлары дәстеси менен бомбардировкалау арқалы болыу мүмкин. Атап өтиу керек, жоқары термикалык турақлылыққа ийе наноструктураны қәлипестириу системаның жеткиликли жоқары химиялык активлигин талап етеди, сонда фазалық сегрегацияның термодинамикалық қозғаушы күши хэм жеткиликли жоқары температура (770-870 К) тәмийнленеди, ол өсиу уақтында сегрегацияны жуумақлау ушын керек болған тез диффузияны пайда етеди.

Қаптамалардың функциональ қасиетелри олардың реаль структурасына (дәнеше размери, фазалық составы, ишки кернеу қәдди хэм т.б.) ғәрезли болады, сонлықтан изертлеушилердиң тийкарғы дыққаты қаптамалардың структуралық-фазалық халы менен олардың эксплуатациялык характеристикаларының оларды алыу методы менен шараятына ғәрезлилигин үйрениуіге қаратылған.

1.2. Қаплама алыудың физикалық методлары

Хәзирги ўақытта нанокөмпозит қаптамалар хәрқыйлы методлар менен қәлиплеседи. Газ фазасынан плазмалық-химиялық шөктириў (PCVD), магнетрон ямаса қатты мишенниң ион дәстелерин шаңландырыў, газ фазасынан физикалық шөктириў (PVD) процессин иске асырыў. Соның менен бирге комбинацияланған методлар PVD хәм PCVD, мысалы, катод-дугалы шаңландырыў (напыление) хәм PCVD ямаса магнетрон шаңландырыў хәм лазерлик абляция. Солай етип, магнетронлық шаңландырыў хәм импульсли-лазерли шаңландырыў (MSPLD) деп аталған гибрид процесслер иске асырылады. Соның менен бирге ABSTM комбинацияланған метод усынылған, бул жерде вакуум-дугалы метод иске асырылып, ал шөгиў магнетронлы болады. Бирақ көпшилик мақалалар қаптаманы алыудың дәстүрий методларына арналған, ол методлар, химиялық шөктириў (CVD), физикалық шөктириў хәм газ фазаасы хәм плазмадан плазмалық-химиялық шөктириў. Әдетте қәлиплесип атырған қаптамлардағы кристаллитлер жеткиликли үлкен размерге ийе, бирақ, шөктириўдиң сәйкес технологиялық параметрлерин таңлаў арқалы дәнешениң майдаланыўына ерисиўге болады хәм жоқары физикалық-механикалық хәм эксплуатациялық қәсийетлерге ийе нанокристалл структуралы үлгилерди алыўға болады.

Шөгиўдиң физикалық методларын термикалық хәм ион-плазмалық методлар деп бөледи. Термикалық методтың тийкарында дәслепки материалды пуўланыў температурасына шекем қыздырыў хәм материалдың молекуляр хәм атомар дәстелерин қатты денениң бетине жуқа пленка ямаса қаплама түринде конденсациялаў.

II Бап. ЭКСПЕРИМЕНТ МЕТОДИКАСЫ. АЛЫНҒАН НӘТИЙЖЕЛЕР

ZrN; Zr,Si хәм N; Ti, Si хәм N тийкарындағы нанокөмпозит қапламалардың механикалық характеристикалары

ZrN; Zr,Si хәм N; Ti, Si хәм N қапламалардың қаттылығы Nano Indentor II (MTS Systems, USA) приборында өлшенди. 1 хәм 2 кестелерде ZrN қаптаманың серпимлилик модули хәм қаттылығы мәнислерин өлшеу нәтийжелери келтирилген, өлшеулер жоқарыда тәриппленген методика бойынша орынланды. Наноиндентирлеу методы бойынша механикалық қәсийетлерди үйрениу 10 мН жүк астында информациялық қатлам тереңлиги 110-130 нм де алынды, бул қоспа атомлар менен бай бетлик қатламнан дерлик онлаған есе үлкен қатлам, екіншиден қаплама қалыңлығының 0,1 үлесин қурайды хәм подложканың тәсирин есапқа алмауға болады.

Қаттылықты өлшеудеде, серпимлилик модулин өлшеудеде өлшеу нәтийжелери шамалардың аұытқыуы биртекли қаплама ушын стандарт шаманың 5% нен артпады.

Кесте 1

ZrN қаптаманы наноиндентирлеу нәтийжелери ($P=0,3$ Па; $U_{CM}^{BC} = -200B$)

№	Қаплама	E, ГПа	H, ГПа	Ескертиу
1	ZrN	389	28,6	Стандарт усыл
2	ZrN	390	29,0	Стандарт усыл
3	ZrN	400	29,5	Стандарт усыл
4	ZrN	378	27,3	Стандарт усыл
5	ZrN	413	28,9	Орташа мәнис

Қаптаманың составын изертлеудин көрсетиуинше, олар шөктириудин стандарт усылы менен жағдай ушында, импульсли ВЧ стимуляцияны қолланған жағдай ушында олар бирдей фазалық қурамға ийе. Бирақ импульсли ВЧ стимуляцияны қолланып алынған қапламалар ушын қаттылық бирқанша жоқарырақ – 32 ГПа (кесте 2)

Кесте 2

ZrN қаптаманы наноиндентирлеу нәтийжелери ($P=0,3$ Па; $U_{CM}^{BC} = -200B$)

№	Қаплама	E, ГПа	H, ГПа	Ескертиу
1	ZrN	435	34,4	Импульсли стимуляция
2	ZrN	371	29,9	Импульсли стимуляция
3	ZrN	401	31,8	Импульсли стимуляция

4	ZrN	389	32,3	Импульсли стимуляция
5	ZrN	402	32,1	Орташа мәніс

Бул қаптамалардың өзгешелиги цирконий нитридинің структуралық халын үйренгенде көрінеді. Импульсли ВЧ стимуляцияны қолланып алынған ZrN кристаллитлери үшін кристаллитлердің размери 25 нм, ал стандарт усыл менен алынған жағдайында – 70 нм. Наноструктура диапазонында серпимлилик модулине кристаллит размери анық тәсир жасайды.

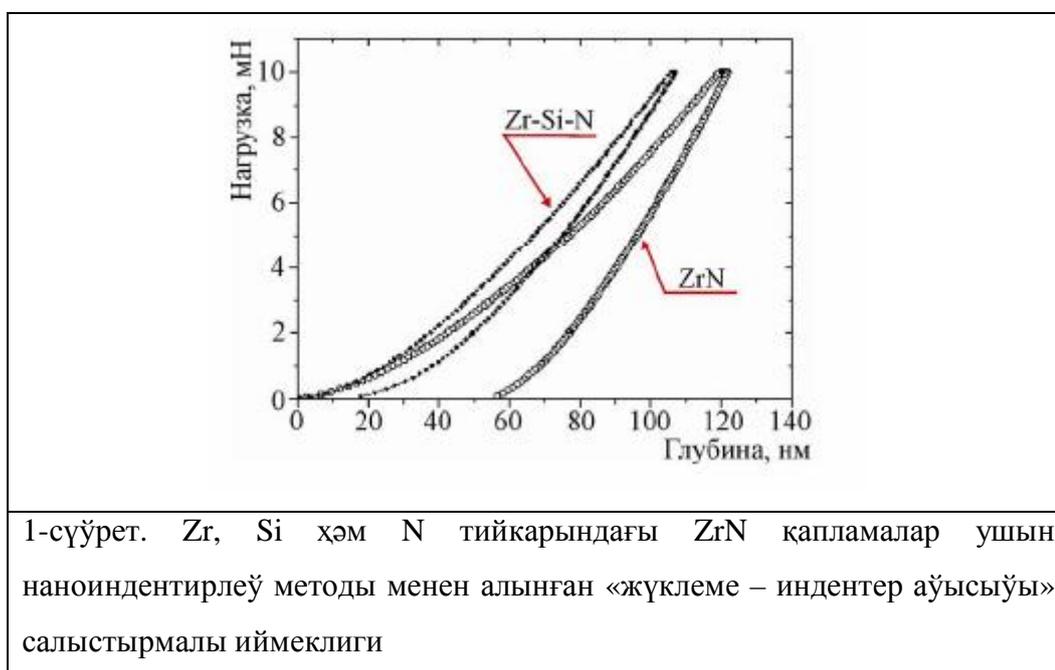
Кестелерде келтирилген мағлыұматлар бойынша, импульсли ВЧ стимуляцияны қолланыў қаттылықты $\approx 3,1$ ГПа шамаға артыўына алып келеді. Бул қаптаманы жоқары энегетикалы ионлар менен бомбардировкалағанда ионлар ушып келип түсип атырған область оның энергиясы менен анықланады. Яғный, жыллылық пиклери. Ионлардың материал бети менен соқлығысыўы [] жұмыста анизотроп орталық үшін аналитикалық изертленген. Анықланғанындай, энергияның барлық пленка бойлап диссипациясы үшін керек болған ўақыт ямаса пиктиң жасаў ўақты оның радиусы квадратына пропорциональ. Соқлығысыў энергиясы артыўы менен, соның мененге температуралық пиктиң радиусы артыўы менен соқлығысыў областының дәслепки температураға шекем кемейиў ўақтыда артады. Егер температуралық пик жеткиликли узақ турып қалса ямаса хәрқыйлы пиклер бетлесип кетсе, онда атомлық орын аўысыўлар хәм локаль отжигке сәйкес келетуғын релаксация үшін керек болған ўақыт пайда болады. Солай етип, жасаў ўақты материал кернеўи релаксация ўақтынан көп болған жасаў ўақтына ийе температуралық пиклерди пайда етететуғын жоқары энегетикалық соқлығысыўлар шөгиў ўақтында ишки кернеўди алыўдың жүдә эффектив усылы болып табылады. Бул жағдайда минималь ишки кернеўге ийе тығыз майда дәнешели қәплама шөгеди. Импульслер аралығында қаптамалар энергиясы тийкарынан аўысыў потенциалы менен анықланатуғын ионлар менен бомбардировкаланады, азот басымы 0,6 Па болғанда ионлардың энергиясы шама менен 10-15 В болғанлықтан олардың барлығыда бир зарядлы болады. Бомбардирлеўши ионлардың энергиясы 20-30 В болғанда қаптамаларда онша үлкен болмаған ишки кернеў пайда болады (2 ГПа шекем), бирақ 40 В аўысыўда олар 5 ГПа ға жетеди, 100 В потенциалға шекем усы қәддиде қалады, кейин потенциалдың елеме артыўы менен әсте кемейеди. Киши аўсыў кернеўлеринде кристаллитлердің {200} ориентировкасы бақланады, ал үлкен кернеўлерде {111}.

Экспериментлер нәтийжелери қаттылықтың артыўының еки факторға ийе екенлигин көрсетеди. Бириншиден, фазалық курамы бойынша ZrN қаптаманың көлемлик структурасының гомогенлиги артады. Екиншиден, қаттылықтың өсиўи шөгиў ўақтында

подложкаға берілген жоқары вольтлы импульслердің (импульсли ВЧ стимуляция) қосымша түсирилиуінен дәнешелик структураның майдаланыуы менен байланыссы (Холл-Петч қәдеси).

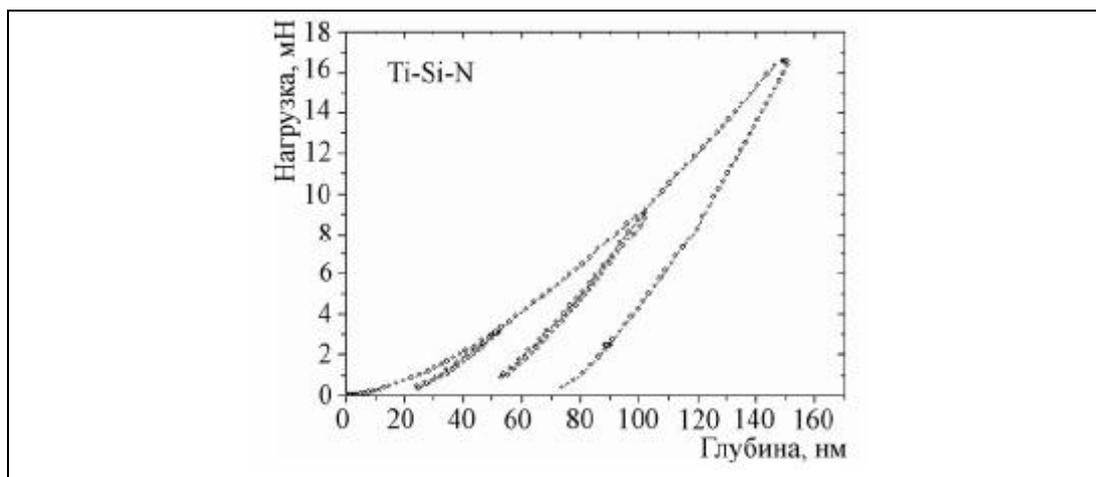
Салыстырыуы үшін қалыңлығы 3,2 мкм, ВЧ технология менен $P = 0,3$ Па хәм $U_{CM}^{ВЧ} = -200В$) параметрлерде шөктирилген Zr, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың механикалық характеристикалары изертленди (Zr муғдары 60 ат.%, Si - 8 ат.%, N - 32 ат.%).

Төмендеги сүүретте Zr, Si хәм N тийкарындағы ZrN қаптамалар үшін наноиндентирлеу методы менен алынған «жүклемә – индентер аўысыуы» иймеклиги келтирилген.



Көринип турғанындай Zr, Si хәм N тийкарындағы қаптамалар ZrN ге қарағанда әдеуір жоқары қаттылыққа хәм серпимли қайта тиклениуіге ийе, ол максималы нагрузкада хәм «нагрузка (разгрузка – индентер аўысыуы)» иймеклиги астындағы әдеуір жиңишке областьта индентирлеу тереңлигиниң салыстырмалы кемейиуінен келип шығады. Муғдарында 8 ат.% Si болған Zr, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың қаттылығы $H=43$ ГПа, $E=474$ ГПа, ал ZrN қаптамада сәйкес $H=32,1$ ГПа, $E=402$ ГПа болды.

Алынған нәтижелер кремний легирлеуіши элементин қосқанда цирконий нитриди тийкарындағы қаптаманың қаттылығы артатуғынлығын көрсетеди. Бул эксперимент кремний аз болған Zr, Si хәм N тийкарындағы қаптамаларда ZrN фазасы Si_3N_4 фазасына қарағанда көп болатуғынлығын, ZrN {200} дәнешелери тек ғана $\alpha-Si_3N_4$ фазасы менен қаптанғанын көрсетеди. Қурамында 6 ат.% Si бар қаптаманың бетлик қатламының қаттылығын изертлеу нәтижелери 2-сүүретт келтирилген



2-сүүрет. $P = 0,3$ Па хәм $U_{CM}^{BC} = -200B$) параметрлерде шөктирилген Zr, Si хәм N тийкарындағы қаптамаларды наноиндентирлеу бойынша алынған нагрузка (разгрузка – индентордың ауысыуы иймекликлери

X18H10T полат үлгиниң полировкаланған бетине отырғызылған қалыңдығы 3,2 мкм болған қаптаманың қаттылығы максимум 38 ГПа мәниске ийе, ал қаттылықтың орташа мәниси $H_{op}=35$ ГПа, серпимлилик модули $E=286\pm 18$ ГПа.

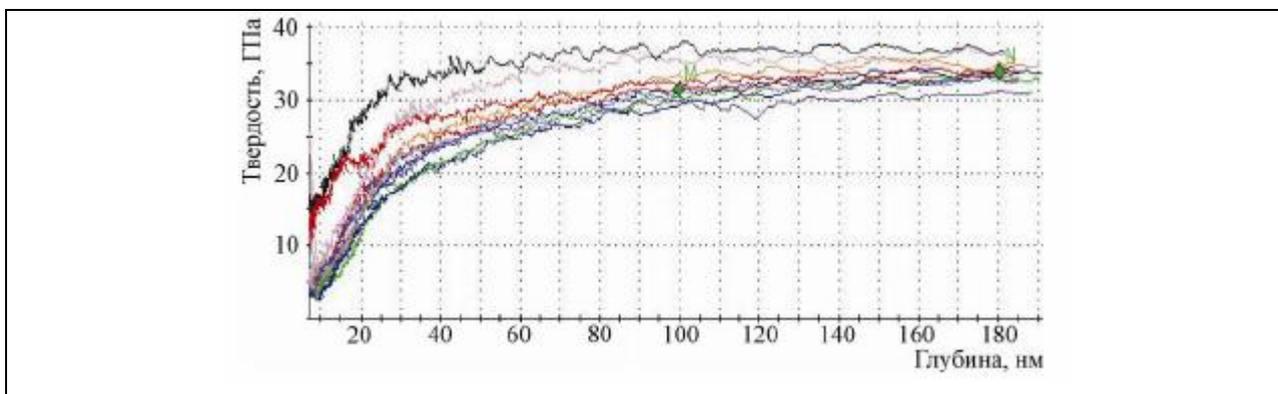
Атап өтиу керек ZrN ушын жабысқаклық индекси H/E шамасы 0,07 ге шекем артады, 8 ат.% Si бар болған наноккомпозит бинар система (Zr-Si)N ушын 0,09 ге шекем артады хәм (Ti-Si)N системасы ушын 0,12 ге шекем артады. Көринип турғанындай Zr хәм Ti ларға кремнийди қоссақ кристаллитлердиң размери кмейиуи есабынан қаттылық артады.

Солай етип цирконий нитриди хәм титан нитриди тийкарындағы қаптамаларға легирлеуши элемент сыпатында электронлық халы менен өзгеше болған кремнийди киритиу арқалы қаттылықты арттырыуға болады. Ионлы-плазмалы қаптамаларға тән болған нанокристалл қәдилерге өтиу нәтижесинде система гетероструктуралы хәм гетрофазалы жағдайға өтеди хәм қаптаманың серпимлилик модулин әдеуир дәрежеде басқарыуға болады.

Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың механикалық характеристикалары

Ионлық-плазмалық қаптамалар әпиуайы нитридлерден әдеуир қурамалы көп компоненталы системаларға өткенде структуралық дүзилисиниң қаптаманың механикалық характеристикаларының эволюциясына тәсирин үйрениу үлкен қызығушылық пайда етеди. Бунын ушын Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың механикалық

қасиеттери жетилистирилген Nano Indentor MTS Systems USA приборында өткерилди (Сумы университети), ушындағы топырлық радиусы шама менен 20 нм болған үшқырлы Беркович пирамидкасы қолланылды. Тереңликти өлшеу дәллиги $\pm 0,04$ нм болды. Үлгилерди өлшеу подложканың тәсирин болдырмау ушын 100 нм тереңликке шекем алынды, бул қаптаманың 1/10 қалыңлығынан артпайды. Отпечаткалар бир биринен 15 мкм қашықлықта алынды, хәрбир үлгиде 4 өлшеу исленди. Үлгилер арнаулы тутқышқа бекитилип наноинденторға сынау басламастан 6 саат бурын салынып қойылды, нәтийжеде үлги менен индентордың температуралары жеткиликли теңлести, себеби әсбаптың жоқары сезгир болыуынан температураның хәтте ярым градусқа өзгериси алынған нәтийжелерде үлкен қателиклерди пайда етиуи мүмкин еди. Отпечатка орнын таңлау оптикалық микроскоп жәрдеминде исленди. Микросокоп астындағы кейин ала индентор астындағы үлгини орын ауыстырыу моторласқан столикте әмелге асырылды, ол компьютер менен басқарылады. Қаптаманың элементлик-структуралық халының оның механикалық характеристикаларына тәсириндеги улыуа нызамлылықларды түсиниу ушын өлшеулер хәр бир серия үлгилер ушын өткерилди. Катодлық шаңландырыу методы менен алынған биринши серия үлгилердеги (Zr – 78 ат.%? Ti - 10 ат.%? Si - 12 ат.%) наноиндентирлеу нәтийжелери қаттылықтын орташа мәниси 32,4 ГПа, серпимлилик модулиниң орташа мәниси 333 ГПа болды.



3-сүүрет. $P = 0,3$ Па хәм $U_{CM}^{BЧ} = -200B$) параметрлерде алынған биринши серия үлгилерди наноиндентирлеуде алынған қаттылықтың өзгеруи иймекликтери.

Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың екнши үлгилер сериясы биринши үлгиден шаңландырылған катодтың құрамы менен өзгешеленди (Zr – 65 ат.%? Ti - 25 ат.%? Si - 10 ат.%). Шөктириудиң $P = 0,3$ Па хәм $U_{CM}^{BЧ} = -200B$) режимлеринде қаттылық $H=33,5$ ГПа болды (кесте) хәм биринши серияға қарағанда артты. Серпимлилик модулиниң де шамасы 396 ГПа шекем артты.

Кесте

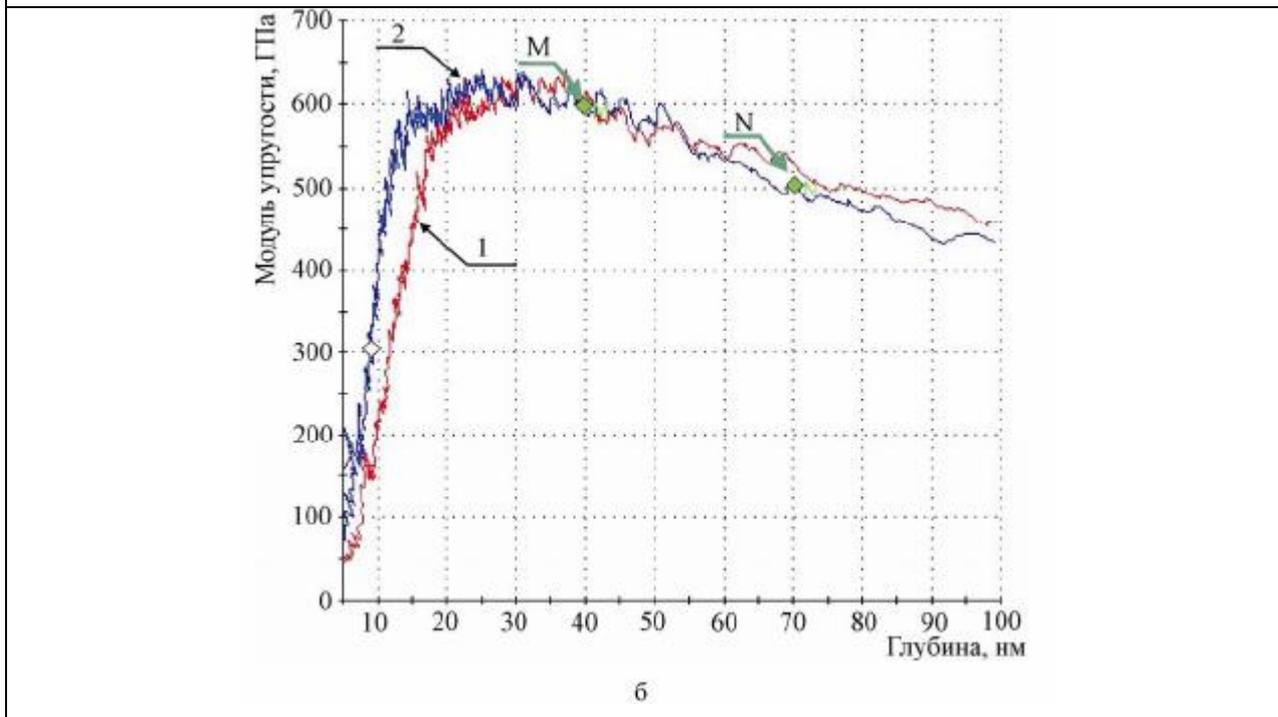
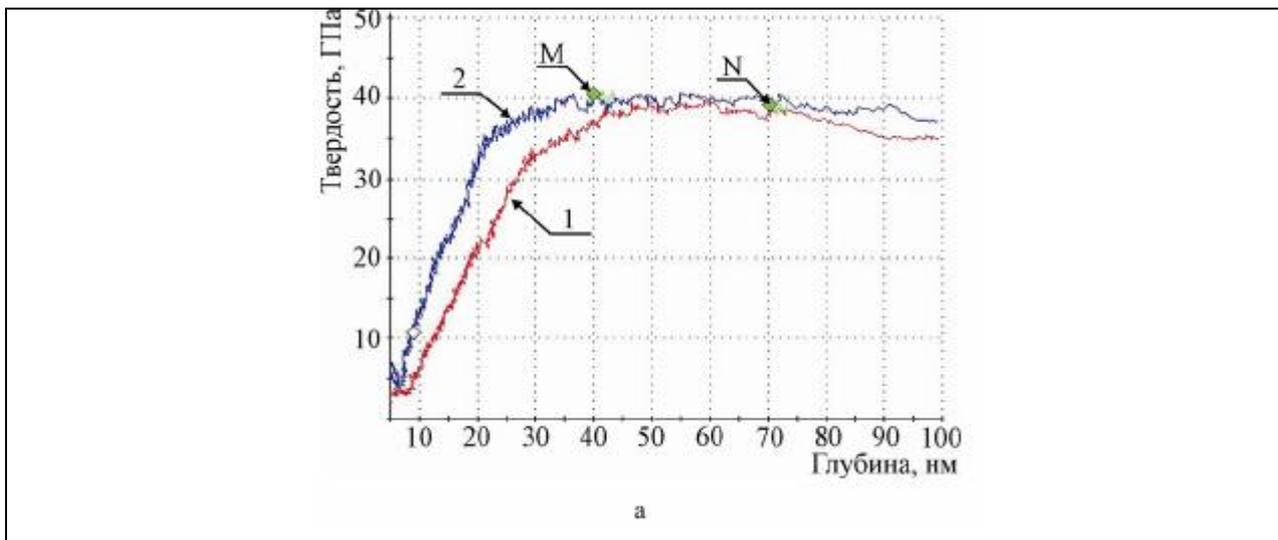
Өлшеу №	Е, ГПа	Н, ГПа
1	471,947	42,154
2	326,102	24,860
3	387,179	33,596
Орташа мәнісі	396,076	33,470

Аўысыў кернеўиниң модули 200 В шекем артқанда қаптаманы бомбардировкалап атырған бөлешелердиң орташа энергиясы артады. Қаттылықты хәм серпимлилик модулин өлшеу нәтийжелери төмендеги кестеде хәм 4-сүүретте келтирилген, 1,2 цифрлары менен өлшеулер, ал ромб пенен өлшеулердиң орташа мәнісі келтирилген

Кесте

Шөктириўдиң $P = 0,3$ Па хәм $U_{CM}^{Bq} = -200B$) режимлеринде алынған екинши серия үлгилер ушын наноиндентирлеу нәтийжелери

Өлшеу №	Е, ГПа	Н, ГПа
1	563,396	38,437
2	560,733	39,837
Орташа мәнісі	562,064	39,137



4-сүрөт. Шөктириўдиң $P = 0,3 \text{ Па}$ хәм $U_{CM}^{BЧ} = -200\text{В}$) режимлеринде алынған екинши серия үлгилер ушын наноиндентирлеўдиң «нагрузка-аўысыў» иймекликлери
 а - қаттылық
 б – серпимлилик модули

Алынған нәтижелердиң көрсетиўинше қаттылық 40,8 ГПа ға шекем өседи, әсиресе серпимлилик модули 562 ГПа шекем артады. Және атап өтиў керек, бул серия үлгилер ушын күшли өсиў текстурасы (111) характерли. Киши потенциалға салыстырғанда наноиндентирлеў нәтижелеринде шашыраў байқалады, бул қаптамалардың механикалық характеристикаларында үлкен бир текли емеслик бар екенлигинен гүўалық береди.

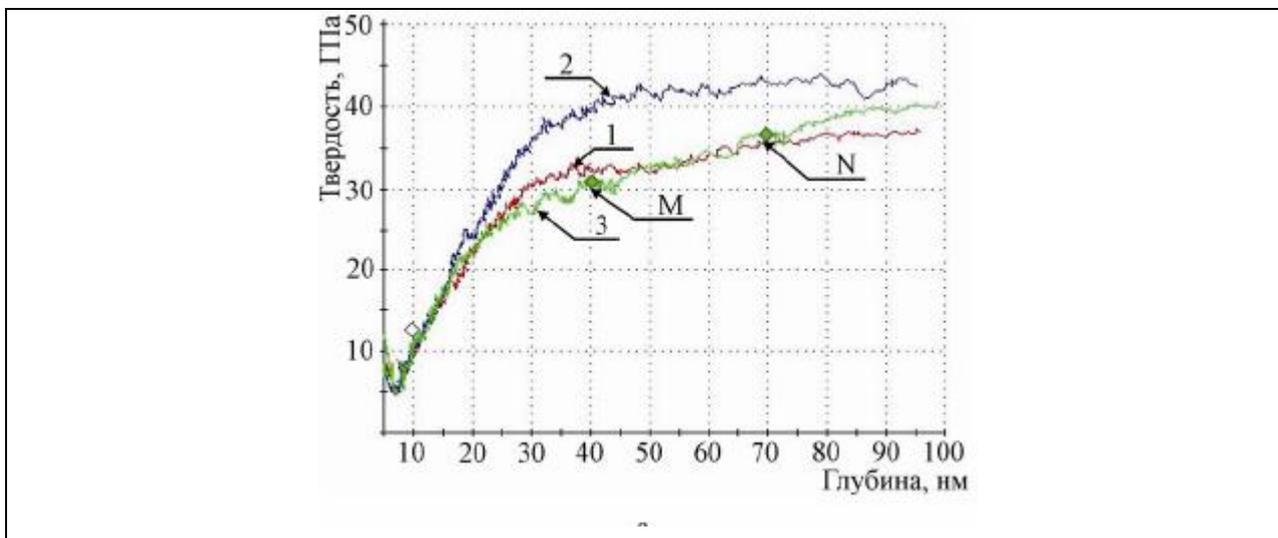
Реактив (азот) атмосфераның артыуы менен қәпламаның текстураланыу дәрежес и артады, ол өз гезегинде қаттылыққа 36 ГПа шекем кемейуи менен тәсир жасайды (5-сүүрет), әсиресе серпимлилик модули 433 ГПа шекем кемейеди (5б-сүүрет)

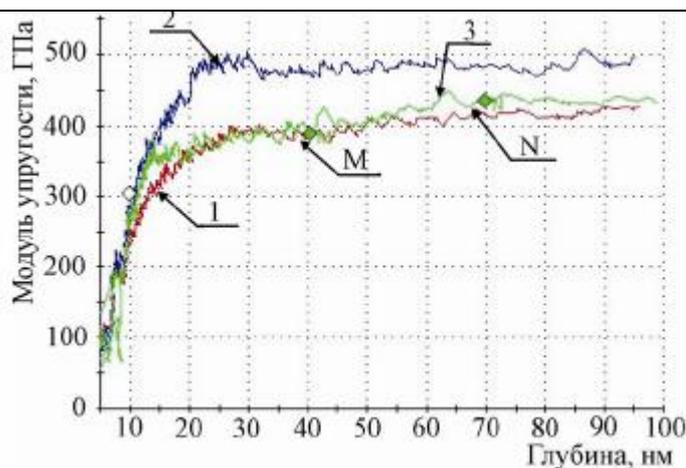
Кесте

Өлшеу №	E, ГПа	H, ГПа
1	401,526	33,432
2	482,398	41,654
3	416,929	33,069
Орташа мәнісі	433,617	35,022

Ионлы плазмалық дәстени сепациялауды қолланып катодты шаңландыруу жолы менен алынған хәм екінши серия үлгилер менен идентик болған үшінши серия үлгилер (Zr – 65 ат.%? Ti - 25 ат.%? Si - 10 ат.%) ушын наноиндентирлеу нәтийжелерин анализлесек, бул жағдайда өлшеу нәтийжелериниң биртеклилиги 10 өлшеулердеде байқалады.

Бул жағдайда алдыңғы сериядан өзгешелиги қаттылық хәм серпимлилик модуллери абсолют шамалары бойынша өзгешелиги онша үлкен емес (кестелерди хәм сүүретлерди салыстырайық)





б

5-сүрөт. Шөктириўдиң $P = 0,3$ Па хәм $U_{CM}^{BЧ} = -100B$) режимлеринде алынған екинши серия үлгилер ушын наноиндентирлеўдиң «нагрузка-аўысыў» иймекликлери

а – қаттылықтың тереңлик бойынша өзгериси

б – серпимлилик модулиниң тереңлик бойынша өзгериси

Кесте

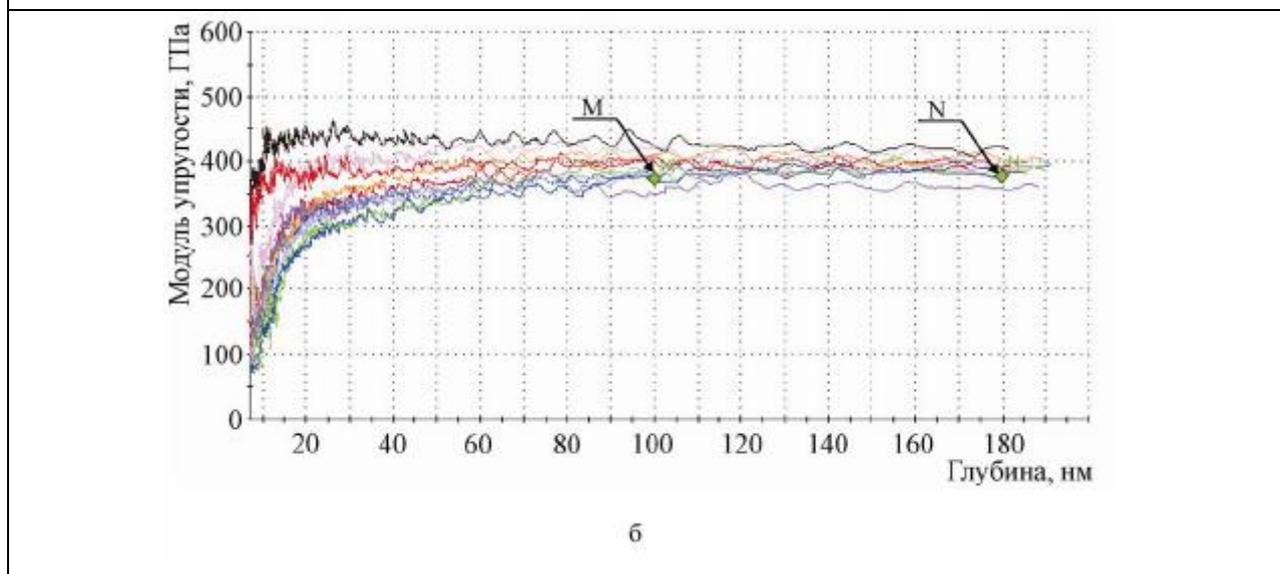
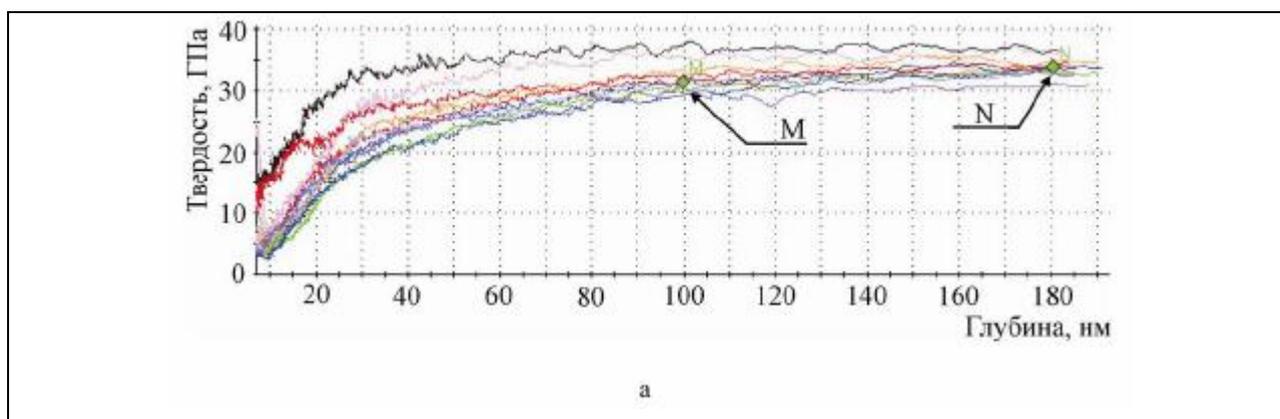
Шөктириўдиң $P = 0,8$ Па хәм $U_{CM}^{BЧ} = -150B$) режимлеринде алынған үшінши серия үлгилер ушын наноиндентирлеў нәтийжелери

Өлшеў №	E, ГПа	H, ГПа
1	392,561	32,465
2	388,202	32,709
3	384,894	31,919
4	407,069	34,323
5	408,438	35,631
6	421,771	36,962
7	384,554	32,009
8	363,063	29,859
9	395,526	33,305
10	379,434	31,058
Орташа мәниси	392,551	33,058

Кесте

Шөктириўдиң $P = 0,1$ Па хәм $U_{CM}^{BЧ} = -150B$) режимлеринде алынған үшінши серия үлгилер ушын наноиндентирлеў нәтийжелери

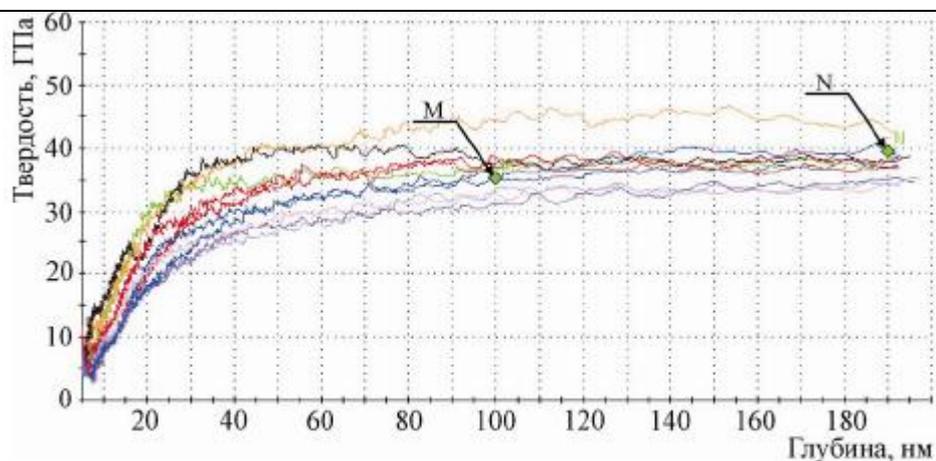
Өлшеў №	E, ГПа	H, ГПа
1	426,269	36,886
2	429,236	36,275
3	435,090	37,527
4	496,303	44,927
5	391,211	33,303
6	441,905	38,048
7	398,027	33,689
8	395,481	33,211
9	436,405	38,186
10	449,132	38,414
Орташа мәниси	429,806	37,047



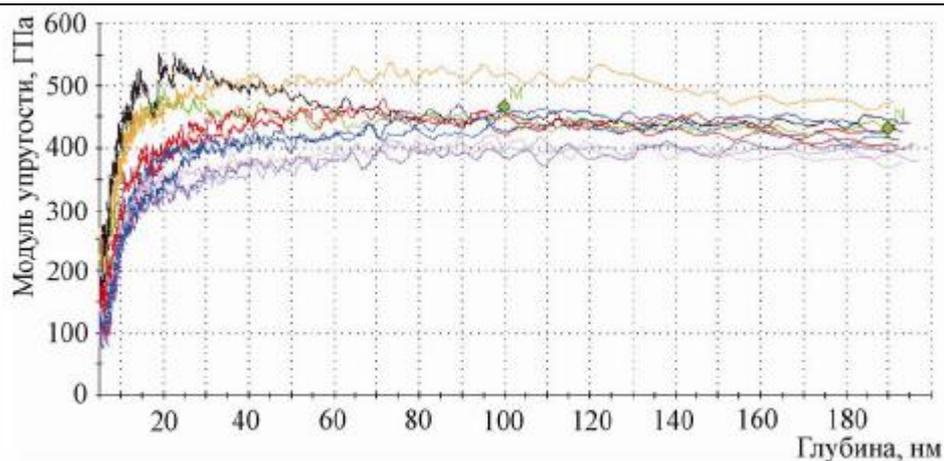
6-сүүрет. Шөктириўдиң $P = 0,8 \text{ Па}$ хәм $U_{CM}^{BC} = -150B$) режимлеринде алынған үшінши серия үлгилер ушын наноиндентирлеўдиң «нагрузка-аўысыў» иймекликлери

а – қаттылықтың өзгериси

б – серпимлилик модули



а



б

7-сүүрет. Шөктириўдиң $P = 0,1 \text{ Па}$ хәм $U_{CM}^{BC} = -150B$) режимлеринде алынған үшінши серия үлгилер ушын наноиндентирлеўдиң «нагрузка-аўысыў» иймекликлери

а – қаттылықтың өзгериси

б – серпимлилик модулинің өзгериси

Алдыңғы сериядағы сыяқлы ең үлкен қаттылық хәм серпимлилик модули киши $0,1 \text{ Па}$ басымда байкалады, бул жағдайда қапламада ең күшли структуралық қсылысў кернеўи раўажланады. Бул жағдайда қысыўшы кернеўдиң мәнгислериниң артыўы катодтан подложкаға ушып келип атырған пленка пайда етиўши бөлекшелердиң рабочий

атмосфераның атомлары хәм ионлары менен соқлығысыў нәтийжесинде энергиясын жойтыўы менен байланыслы.

Соңғы факт бул жағдайда механикалық характеристикаларға азот атомларының жетиспеўшилиги хәм стехиометриялық емес қатты раствор нитриди пайда болыўы аз тәсир етеуғынлығын көрсетеди. Төмендеги кестеде изертленген серия үлгилер ушын Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың механикалық характеристикалары келтирилген

Кесте

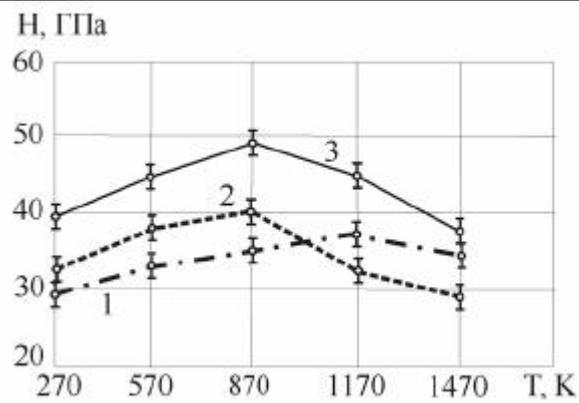
Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қаптамалардың механикалық характеристикалары

Механикалық характеристикалар	Биринши серия		Екинши серия		Үшинши серия $U_{CM}^{BЧ} = -150B$	
	$U_{CM}^{BЧ} = -100B$ P=0,3Па	$U_{CM}^{BЧ} = -200B$ P=0,3Па	$U_{CM}^{BЧ} = -100B$ P=0,3Па	$U_{CM}^{BЧ} = -200B$ P=0,3Па	P= 0,1 Па	P= 0,8 Па
H, ГПа	32,4	33,4	39,1	40,8	37,1	33,1
E, ГПа	333	396	482	562	429	392

Көп компоненталы нанокомпозит системалардың әхмийетли артықмашлығы бирдей қаттылыққа ийе бирақ Юнг серпимлилик модули хәрқыйлы болған аса қатты материалларды алыў мүмкиншилиги. Бул демек бирдей қаттылыққа ийе қаптамалар бузылыў серпимли деформациясына менен (E/H) хәм пластик деформацияға қарсылық (E^3/H^2) қа ийе екенлигине дәлил береді.

Киши серпимлилик модулине ийе қаптамалардың сөзсиз артықмашлығы сонда олардың полат подложкаларға (E=205 ГПа) жақсы сәйкеслениўи, ол «қаплама-подложка» шегерасындағы кернеўдің хәм системадағы ишки қалдық кернеўдің минималланыўына алып келеді. Бул өз гезегинде бундай қаптамаларға ийе үскенелердің желиниўин кемейтиўге алып келеді.

Вакуумда отжиг еткеннен кейин қатты раствор азырақ ыдырайды, силиконитридлердің аморф фазасы қәлиплеседи, бул жаңа структуралық-фазалық составтың пайда болыўын келтирип шығарады, нәтийжеде қаттылықтың шамасы 48,6 ГПа шекем, серпимлилик модули 456 ГПа ға шекем артатуғынлығы байқалады (8-сүўрет).



8-сүүрет. Нанокөмпозит қаптамалардың қаттылығының Н отжиг температурасына ғәрезлилиги:

1) Zr, Si хәм N тийкарындағы қаплама; 2) Zr, Ti хәм N тийкарындағы қаплама 3) Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қаплама.

Солай етип, алынған аса қатты қаптамаларды хәрқыйлы пластиклик, серпимли хәм термикалық характеристикалары менен конкрет максетлерде хәм уазыйпалар ушын қолланыўға мүмкиншилик береди.

ЖУЎМАҚЛАР

1. Хәрқыйлы элементлик составта Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы биринши хәм екинши серия үлгидеги наноккомпозит қапламалардың адгезиялық беккемлиги титан нитридине салыстырылып изертленди.
2. X18H10T полат подложкаға отырғызылған Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы биринши серия қапламаларда трещиналардың пайда моменти $H=21,08$ ГПа болғанда байқалады, нагрузка $H=44,51$ ГПа болғанда адгезиялық бузылыў байқалады. ҮШИНШИ СЕРИЯ Үлгилерде трещиналардың пайда болыўы $H=22,9$ ГПа болғанда, ал қапلامаның бузылыўы $H=65,2$ ГПа болғанда басланады, бул биринши серия көрсеткишинен 1, 4 есе артық.
3. Шөктириўдин физикалық параметрлериниң синтезленген қапламалардың қаттылығына хәм серпимлилик модулине тәсири изертленди. Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қапламалардың қаттылығы қәлиплескен фазалық составқа ғарезли түрде 32,4 – 40,8 ГПа этирапында болды.
4. Zr, Ti, Si хәм N тийкарындағы қапламаларды 570 К хәм 770 К температураларда отжиг еткенде кремний нитридиниң аморф фазасы пайда болыўы есабынан хәм жаңә структуралық-фазалық составтың пайда болыўынан қапلامаның қәттылығы әдеўир артатуғынлығы көрсетилди.

ӘДЕБИЯТЛАР

1. Gleiter Y/ Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure /H.Gleiter//Acta Materialia.-2000.vol.48. No 1.
2. Головин Ю.И. Введение в нанотехнологию. /Ю.И.Головин.-М.Ж Изд-во «Машиностроение».-2003.
3. АААндреевский Р.А. Наноструктурные материалы. Учебное пособие /Р.А.Андреевский, А.В.Рагуля, -М. Издательский центр «Академия».-2005
4. Штанский Д.В. Многокомпонентные наноструктурные тонкие пленки: проблемы и решения /Д.В.Штанский, Е.А.Левашев //Известия вузов. Цветная металлургия/ - 2001. № 3
5. Дуб С.Н. Испытание твердых тел на нанотвердость / С.Н.Дуб, Н.В.Новиков //Сверхтвердые материалы. -2004.- №6
6. Нанокристаллические и нанокомпозитные покрытия: структура и свойства /[Береснев В.М., Погребняк А.Д., Азаренков Н.А и др]//ФИП.-2007. Т.5, № 1-2
7. В.В.Грудницкий, М.Ю.Смолякова, У.С.Немченко, В.М.Береснев и др. Физико-механические и триботехнические свойства нанокомпозитных покрытий. ВАНТ, - 2011. №6