

PHYSICAL AND TECHNICAL BASIS OF EXPERIMENT AND DIAGNOSTICS

PACS numbers: 07.07.Tw, 68.60.-p, 81.07.-b, 81.15.-Aa, 81.15.-z, 89.20.Bb

Модернізація технології вакуумно-дугового нанесення багатошарових наноструктурних покриттів

I. В. Сердюк, В. О. Столбовий, А. В. Доломанов, В. М. Домнич

*Національний науковий центр
«Харківський фізико-технічний інститут» НАН України,
вул. Академічна, 1,
61108 Харків, Україна*

Проведена модернізація технології вакуумно-дугового нанесення багатошарових покриттів. Розроблено дослідний зразок пристрою, призначеного для управління роботою вакуумно-дугових випарників (плазмових джерел) та напускатів для напуску газів у вакуумну камеру в процесі нанесення простих і складних комплексних багатошарових наноструктурних вакуумно-дугових покриттів. Цей пристрій являє собою 2-х каналний програмований цифровий пристрій, один з каналів якого керує роботою вакуумно-дугових випарників, а інший канал — роботою напускатів. Таким чином, є можливість одночасної роботи двох вакуумно-дугових випарників і двох напускатів газів. Товщину шарів вакуумно-дугового покриття, а також порядок їх нанесення можна регулювати режимами і тривалістю роботи каналів пристрою управління. Застосування даного пристрою дозволило одержати багатошарові вакуумно-дугові WNbN/WNbC покриття з мікротвердістю 27–31 ГПа.

Ключові слова: вакуумно-дугове нанесення, багатошарові покриття, вакуумно-дуговий випарник, напускат газу, програмований цифровий пристрій, наноструктурні покриття.

Corresponding author: Vyacheslav Oleksandranych Stolbovyy
E-mail: stolbovoy@kipt.kharkov.ua

*National Science Center
'Kharkiv Institute of Physics and Technology', N.A.S of Ukraine,
1 Akademichna Str., UA-61108 Kharkiv, Ukraine*

Citation: I. V. Serdiuk, V. O. Stolbovyy, A. V. Dolomanov, and V. M. Domnich, Modernization of Vacuum-Arc Deposition Technology of Multilayer Nanostructured Coatings, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **44**, No. 4: 547–563 (2022) (in Ukrainian). DOI: [10.15407/mfint.44.04.0547](https://doi.org/10.15407/mfint.44.04.0547)

The modernization of the vacuum-arc deposition technology of multilayer coatings is carried out. A prototype of a device designed to control the operation of cathodes and gas inlets in the process of applying simple and complex multilayer nanostructured vacuum-arc coatings is developed. This device is a 2-channel programmable digital device, one of the channels of which controls the operation of the cathodes, and the other channel controls the operation of the gas inlets. Thus, there is a possibility of simultaneous operation of two cathodes and two gas inlets. The thickness of the layers of the vacuum-arc coating, as well as the order of their application, can be regulated by the modes and duration of the operation of the control device channels. The use of this device makes it possible to obtain multilayer vacuum-arc WNbN/WNbC coatings with a microhardness of 27–31 GPa.

Key words: vacuum-arc deposition, multilayer coatings, cathode, gas inlet, programmable digital device, nanostructured coatings.

(Отримано 17 травня 2021 р.; остаточн. варіант — 11 лютого 2022 р.)

1. ВСТУП

Серед різних метод одержання покриттів на основі хемічних сполук металів з неметалами особливий інтерес представляє конденсація потоків плазми, що генерується вакуумно-дуговим розрядом в присутності хемічно активних газів. Вивчення закономірностей формування нанокристалічних покриттів, одержуваних методом вакуумно-дугового осадження, представляє великий науковий і практичний інтерес у зв'язку з високим рівнем йонізації компонентів осаджених потоків [1].

При осадженні покриттів вакуумно-дуговою методом фазовий склад, структурний стан, а, отже, і властивості покриттів змінюються в широких межах в залежності від тиску активного газу і енергії йонів потоку плазми. Метастабільність властивостей вакуумно-дугових покриттів визначається нерівноважними умовами процесу формування їх структури (високі ступені переохолодження при конденсації, радіаційний вплив високоенергетичних часток конденсованого потоку плазми, складні багатоконпонентні види міжатомних зв'язків в синтезованих сполуках, вплив домішок і т.п.) [2–5].

В даний час відома велика різноманітність багатошарових вакуумно-дугових покриттів, вивченню яких присвячено багато наукових робіт [6–10]. Тенденція до ускладнення складу одержуваних покриттів проглядається протягом останнього десятиліття. Додавання нових металевих і газових компонентів в вакуумно-дугове покриття, а також введення в покриття додаткових шарів з унікальними фізико-механічними характеристиками приводить до необхідності модернізації існуючого обладнання, створення нових

програмованих пристроїв, що забезпечують розширення номенклатури одержуваних покриттів.

Метою цієї роботи є розробка пристрою управління, що дозволяє розширити можливості отримання простих і складних багат шарових вакуумно-дугових покриттів за один технологічний цикл (процес) осадження.

2. МЕТОДОЛОГІЯ ОДЕРЖАННЯ БАГАТОШАРОВИХ ВАКУУМНО-ДУГОВИХ ПОКРИТТІВ

Багат шарові наноструктурні вакуумно-дугові покриття мають ряд переваг перед одно шаровими покриттями, зокрема, мають підвищену тріщиностійкість, нанорозмірність, поліпшену стійкість до окислення та ін.

Міжзеренні та міжфазні границі кристалічної структури багат шарового покриття є трьохвимірними дефектами цієї структури. Саме висока щільність границь перетворює мікрокристалічну структуру в наноструктуру. Наноструктурні покриття можуть бути визначені як покриття, що мають більш високу щільність границь зерен або міжфазних меж, при цьому розмірність структурних елементів (середній розмір зерен хоча б в одному напрямку, товщина шарів і т.п.) повинна знаходитись в наномасштабному діапазоні (менше 100 нм) [11].

Багат шарові наноструктурні покриття складаються з декількох сотень шарів, що чергуються (товщиною до 100 нм) із з'єднань металів з газами, що мають різні фізико-механічні, електричні, хемічні та інші властивості. Загальна товщина повторюваних двох і більше шарів, що відрізняються за складом, називається пакетом шарів, тобто бішаром для двох шарів або періодом для декількох шарів відповідно. Для досягнення високої твердості такого покриття потрібні оптимальні співвідношення товщини окремих шарів, що складають загальну товщину пакета, чітка межа між прилеглими



Рис. 1. Схематичне зображення простого багат шарового вакуумно-дугового покриття, що складається з пакетів (бішарів) (MeN/MeC).

Fig. 1. Schematic representation of a simple multilayer vacuum-arc coating that consists of groups (bilayers) (MeN/MeC).

наношарами, а також високі значення твердості окремих складових покриття шарів. Дифузія між прилеглими наношарами має дуже великий вплив на властивості багатошарового покриття.

Умовно багатошарові вакуумно-дугові покриття можна розділити на прості і складні комплексні покриття. На рисунку 1 представлено схематичне зображення простого багатошарового покриття, що складається з k -ої кількості пакетів (бішарів) $(\text{MeN}/\text{MeC})_k$ ($k = 1, m$) з двох різних шарів (MeN і MeC) в пакеті. А на рисунку 2 — схематичне зображення складного комплексного багатошарового покриття, що містить k -ту кількість пакетів (періодів) $(\text{Me}_1\text{N}/\text{Me}_1\text{C}/\text{Me}_2\text{N}/\text{Me}_2\text{C})_k$ ($k = 1, m$) з чотирьох різних шарів (Me_1N , Me_1C , Me_2N та Me_2C).

Нанесення багатошарових вакуумно-дугових покриттів зазвичай здійснюється в середовищі одного або декількох реакційних газів при обертанні підкладки зі зразками, розташованої між декількома вакуумно-дуговими випарниками різних металів [12–13]. Розроблена нами раніше система управління нанесенням надтвердих наношарових вакуумно-дугових покриттів [14] використовувалася для отримання простих багатошарових покриттів [15–17], таких як, TiN/ZrN , MoN/CrN , ZrN/MoN , $(\text{TiAlSiY})\text{N}/\text{CrN}$, $(\text{TiZrNbTaHf})\text{N}/\text{WN}$, $(\text{TiZrNbTaHf})\text{N}/\text{MoN}$ та інші.

Дослідження одержаних багатошарових покриттів показали, що такі покриття мають значно більш високі фізико-механічні характеристики, термостабільність, мікротвердість та інші властивості, якщо вони одержані у вигляді багатошарової структури, при цьому шари обов'язково повинні мати товщину менше 100 нм і відрізнятися між собою хемічним складом, мікротвердістю, структурою, параметром кристалічної ґратниці, розміром зерна і т.п.

Такі покриття мають дрібнозернисту структуру по товщині, а також границі між наношарами, які заважають руху дислокацій та зменшують внутрішні мікронапруги в покриттях при збільшенні



Рис. 2. Схематичне зображення складного комплексного багатошарового вакуумно-дугового покриття, що складається з пакетів (періодів) $(\text{Me}_1\text{N}/\text{Me}_1\text{C}/\text{Me}_2\text{N}/\text{Me}_2\text{C})$.

Fig. 2. Schematic representation of a complex multilayer vacuum-arc coating that consists of groups (periods) $(\text{Me}_1\text{N}/\text{Me}_1\text{C}/\text{Me}_2\text{N}/\text{Me}_2\text{C})$.

мікротвердості та зносостійкості. Зменшення товщини шарів від 100 нм до 20 нм призводить до збільшення мікротвердості, поліпшенню адгезійних властивостей і зносостійкості при різних температурах. Максимальне значення мікротвердості багат шарових композицій спостерігається при товщині шарів близько 20 нм.

3. РОЗРОБКА ДВОКАНАЛЬНОГО ПРИСТРОЮ УПРАВЛІННЯ «ВИПАРНИК–НАПУСКАЧ»

Різноманіття розроблених та використовуваних в промисловості вакуумно-дугових покриттів призвело до необхідності створення пристрою, який не тільки дозволив би розширити номенклатуру таких покриттів, але й істотно знизити часові та енергетичні витрати на їх одержання. Це питання в даний час має незаперечну актуальність та практичне значення. Для удосконалення існуючого обладнання, а також підвищення його конкурентоспроможності в порівнянні з зарубіжними аналогами було розроблено пристрій, призначений для управління роботою вакуумно-дугових випарників та напускачів

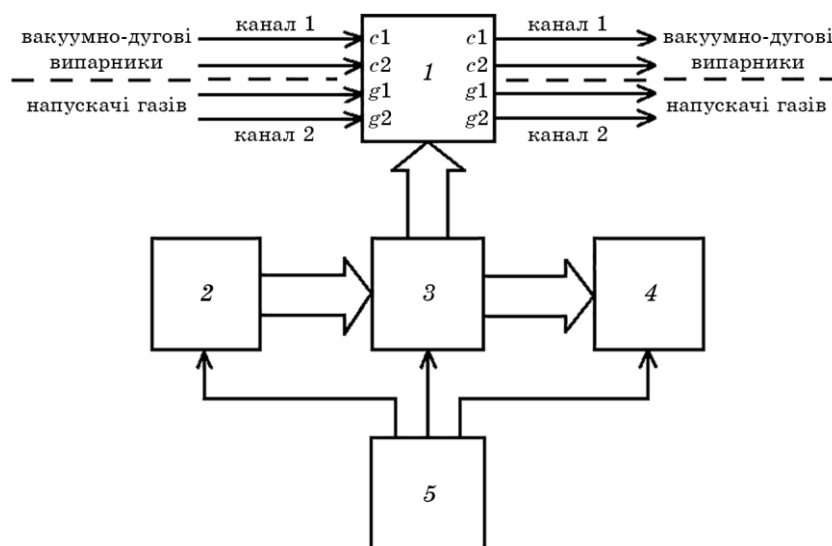


Рис. 3. Структурна схема двоканального пристрою управління: 1 — схема релейних перемикачів, 2 — панель введення вхідних параметрів роботи пристрою, 3 — блок керування на базі Atmega8A, 4 — панель індикації роботи пристрою, 5 — блок живлення.

Fig. 3. Block scheme of a two-channel control device: 1—relay switch circuit, 2—panel for entering the input parameters of the device, 3—control block (Atmega8A), 4—device operation indication panel, 5—power supply.

для напуску газів у вакуумну камеру установки в процесі нанесення простих та складних комплексних багат шарових наноструктурних вакуумно-дугових покриттів.

3.1. Функціональна будова пристрою

Прилад являє собою двоканалний програмований цифровий пристрій, структурна схема якого представлена на рис. 3. Канал 1 керує роботою вакуумно-дугових випарників, а канал 2 — роботою напускарів газів. Таким чином, є можливість одночасної роботи двох випарників та двох напускарів газів.

Пристрій складається з п'яти блоків, розташованих на окремих платах: блок керування роботою пристрою, схема релейних перемикачів, панель введення даних, панель індикації та блок живлення. Головною частиною приладу є блок управління, побудований на малопотужному 8-бітному мікроконтролері Atmel з 8 Кбайтами внутрішньої програмованої флеш-пам'яті (Atmega8A), в якому програмно закладені алгоритми роботи пристрою. Для написання програми прошивки використовувалася мова програмування C++. Вибір мікропроцесора Atmega8A обумовлений його широкими технічними можливостями, а також відносно невисокою вартістю, що, в свою чергу, дає можливість його швидкої заміни при написанні нової прошивки з розширенням можливостей роботи пристрою управління.

Схема релейних перемикачів призначена для включення або відключення кожного каналу в заданий проміжок часу. Встановлення часових параметрів роботи каналів пристрою, вибір режиму та циклу роботи пристрою управління здійснюється вручну за допомогою елементів управління, розташованих на передній панелі пристрою. Панель індикації роботи пристрою являє собою блок цифрового відображення VCB1602-10-LY-SPTWU. Передача даних на рідкокристалічний індикатор здійснюється по чотирьохбітному каналу передачі даних.

Технічні характеристики пристрою: напруга живлення — 220 В, точність внутрішньої секунди — ± 1 с, дискретний крок встановлення часових параметрів — 1 с, тривалість відпрацювання перемикача — від 1 до 20 мс, тривалість роботи кожного з каналів пристрою — від 1 до 99 с, максимальний обсяг лічильника шарів — 999.

Таким чином, товщину шарів вакуумно-дугового покриття, а також порядок їх нанесення можна регулювати режимами та тривалістю роботи каналів пристрою управління «випарник–напускар».

Блок-схема включення пристрою в вакуумно-дугову установку «Булат-6» представлена на рис. 4.

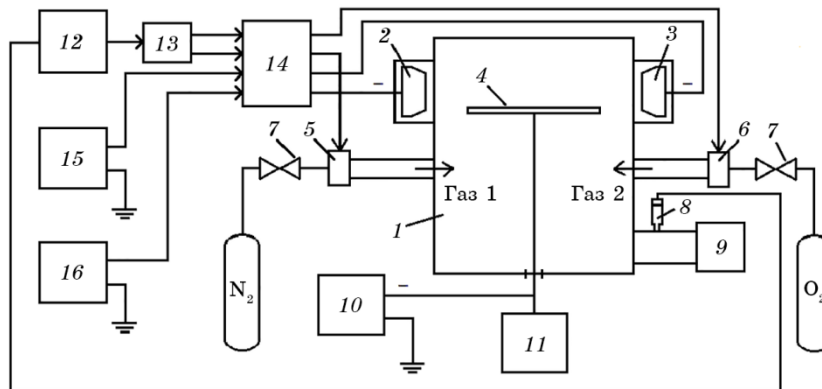


Рис. 4. Блок-схема включення пристрою в вакуумно-дугову установку «Булат-6»: 1 — вакуумна камера, 2 — вакуумно-дуговий випарник металу (Me2), 3 — вакуумно-дуговий випарник металу (Me1), 4 — підкладникотримач зі зразками, 5 — напускатч газу (газ 2), 6 — напускатч газу (газ 1), 7 — вентилі, 8 — перетворювач манометричний іонізаційний ПМИ-10-2, 9 — система вакуумної відкачки, 10 — джерело високої негативної напруги $U_{\text{пн}}$, 11 — механізм обертання, 12 — вакууметр ВИТ-3, 13 — зовнішній блок управління напускатчами газів, 14 — двоканальний пристрій управління «випарник-напускатч», 15 — джерело живлення вакуумно-дугового випарника 2, 16 — джерело живлення вакуумно-дугового випарника 3.

Fig. 4. A block-scheme of the device is switched to the vacuum-arc installation 'Bulat-6': 1—vacuum chamber, 2—vacuum-arc metal cathode (Me1), 3—vacuum-arc metal cathode (Me2), 4—substrate holder with samples, 5—gas inlet (gas 2), 6—gas inlet (gas 1), 7—faucets, 8—gauge transducer PMI-10-2, 9—vacuum pumping system, 10—high negative voltage source $U_{\text{пн}}$, 11—rotation mechanism, 12—vacuum gauge VIT-3, 13—external gas inlet control unit, 14—two-channel control device 'cathode-gas inlet', 15—power supply of cathode 2, 16—power supply of cathode 3.

На рисунку 5 представлено фотографію дослідного зразка пристрою. Робота пристрою забезпечується наступними елементами керування, розташованими на передній панелі пристрою:

- тумблер ввімкнення/вимкнення пристрою,
- кнопки «←» (вліво) та «→» (вправо), призначені для переміщення курсору на табло пристрою,
- кнопки «+» (збільшення) та «-» (зменшення), призначені для зміни числового значення часового параметра, що задається, а також для вибору одного з режимів роботи та циклу роботи,
- кнопка «старт/стоп», призначена для запуску роботи пристрою або тимчасової зупинки в режимі «пауза» з можливістю продовження подальшої роботи без скидання заданих параметрів,
- кнопка «екран/перезагрузка», яка призначена для очищення екрана від реліктів (знаків),

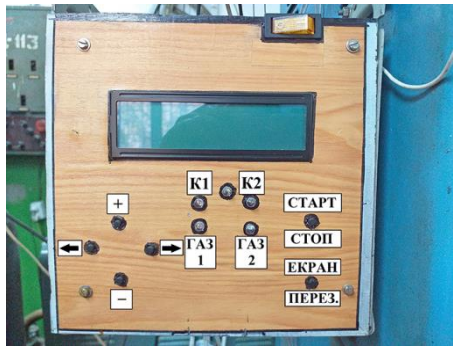


Рис. 5. Фотографія дослідного зразка пристрою.

Fig. 5. Photo of a prototype device.

- світлодіоди K1 та K2, що відображають роботу вакуумно-дугових випарників K1 (катод 1) і K2 (катод 2),
- світлодіоди ГАЗ1 та ГАЗ2, що відображають роботу напускачів газів ГАЗ1 (газ 1) і ГАЗ2 (газ 2).

На рисунку 6 представлені фотографія передньої панелі пристрою у робочому стані та схематичне зображення табло пристрою.

На табло пристрою (рисунки 6, б) відображаються шість параметрів роботи пристрою, що задаються (верхній ряд), та кількість отриманих шарів (пакетів шарів) покриття, записане в лічильнику (нижній ряд).

3.2. Режими роботи пристрою та варіанти одержуваних вакуумно-дугових багат шарових покриттів

Пристрій управління («випарник–напускач») має 10 режимів роботи (режими 0–9), які відображаються першою цифрою на табло пристрою, і 3 цикли роботи (S, R, P), які вказуються останньою буквою на табло. Часові інтервали роботи вакуумно-дугових випарників і напускачів газів задаються параметрами t_1 – t_4 .

Пристрій може працювати з використанням наступних режимів роботи.

1) Режим 0 — режим «світлофор». По черзі вмикаються два вакуумно-дугових випарника (катод 1 — метал Me1, катод 2 — метал Me2), газ (Г) у вакуумну камеру подається безперервно по одному з напускачів газів. Управління одним із напускачів газу здійснюється від зовнішнього блоку управління напускачами газів, який має три режими роботи: 1 — працює перший напускач, 2 — працює другий напускач, 3 — одночасно працюють обидва напускача газів. Час

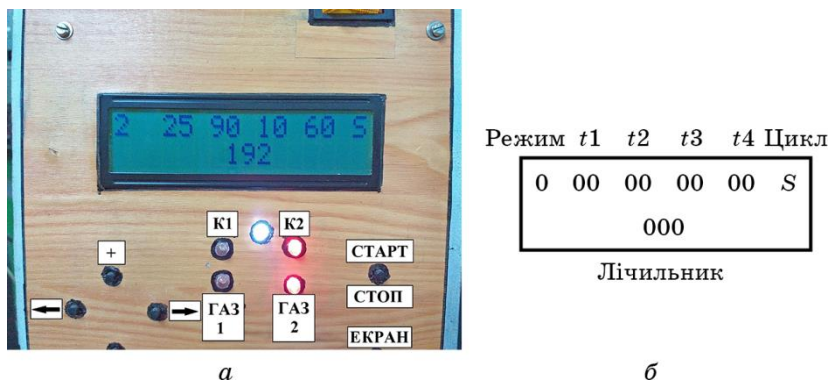


Рис. 6. Фотографія передньої панелі пристрою у робочому стані (а) та схематичне зображення табло пристрою (б).

Fig. 6. Photo of the front device panel in the switched on state (a) and a schematic representation of the device display (b).

роботи випарників задається часовими параметрами $t1$ (катод 1 — Me1) та $t2$ (катод 2 — Me2).

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати прості багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г/Me2Г, наприклад, TiN/MoN або TiC/MoS.

2) Режим 1. Перший вакуумно-дуговий випарник (катод 1 — Me1) працює безперервно. Час роботи другого випарника (катод 2 — Me2) задається часовими параметрами: $t1$ — тривалість вимкненого стану випарника, $t2$ — тривалість ввімкненого стану випарника. Газ (Г) в вакуумну камеру подається безперервно по одному із напускачів газу, управління яким здійснюється від зовнішнього блоку управління.

Таким чином, товщина шару Me1Г h_1 залежить від параметра $t1$, а товщина шару Me1Me2Г h_2 задається параметром $t2$ (рис. 7).

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати прості багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г/Me1Me2Г, наприклад, TiN/TiMoN або TiC/TiMoS.

3) Режим 2 (синхронний режим 0). У цьому режимі обидва канали (канал управління вакуумно-дуговими випарниками і канал управління напускачами газів) працюють синхронно: катод 1 (Me1)–газ 1 (Г1) і катод 2 (Me2)–газ 2 (Г2). Тривалість роботи випарників і напускачів газу задається часовими параметрами $t1$ (катод 1 — Me1, газ 1 — Г1) і $t2$ (катод 2 — Me2, газ 2 — Г2).

Використання даного режиму роботи пристрою дозволяє одержати прості багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me2Г2, наприклад, TiN/MoS.

4) Режим 3 (синхронний режим 1). Перший вакуумно-дуговий випарник (катод 1 — Me1) працює безперервно, газ (Г1) постійно подається через перший напускатч газу. Час роботи другого випарника (катод 2 — Me2) і тривалість подачі газу (Г2) через другий напускатч задається часовими параметрами: $t1$ — тривалість вимкненого стану вакуумно-дугового випарника і напускатча, $t2$ — тривалість ввімкненого стану випарника і напускатча.

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати прості багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me1Me2Г1Г2, наприклад, TiN/TiMoCN.

5) Режим 4 (синхронна робота першого та другого каналів). Канал 1 (катод 1 — Me1 і катод 2 — Me2) працює в режимі 0 (світлофора), тобто вакуумно-дугові випарники вмикаються по черзі. Тривалість роботи випарників задається часовими параметрами: $t1$ — тривалість ввімкненого стану першого випарника, $t2$ — тривалість ввімкненого стану другого випарника. Канал 2 (напускатч 1 — газ 1 (Г1) і напускатч 2 — газ 2 (Г2)) працює в режимі 1, тобто газ 1 (Г1) подається постійно через перший напускатч газу, а газ 2 (Г2) подається на час $t2$ роботи другого випарника (катод 2 — Me2).

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати прості багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me2Г1Г2, наприклад, TiN/MoCN.

6) Режим 5 (зворотний режиму 4). Канал 1 (катод 1 — Me1 та катод 2 — Me2) працює в режимі 1, тобто перший вакуумно-дуговий випарник (катод 1 — Me1) працює постійно, а другий вакуумно-дуговий випарник (катод 2 — Me2) вмикається на час $t2$. Канал 2 (напускатч 1 — газ 1 (Г1) і напускатч 2 — газ 2 (Г2)) працює в режимі 0 (світлофора), тобто напускатчі вмикаються по черзі. Тривалість роботи кожного напускатча газу задається часовими параметрами: $t1$ — тривалість ввімкненого стану першого напускатча газу (газ 1 — Г1), а $t2$ — тривалість ввімкненого стану другого напускатча газу (газ 2 — Г2).



Рис. 7. Схематичне зображення багатошарового покриття, одержаного при роботі пристрою в режимі 1, що складається з двох пакетів (всього 4 шари).

Fig. 7. Schematic representation of a multilayer coating obtained when the device is operating in mode 1, consisting of two groups (4 layers in total).

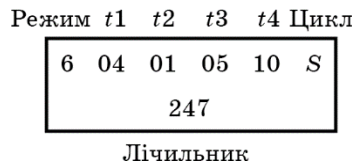


Рис. 8. Схематичне зображення цифрового табло пристрою з заданими часовими параметрами $t1-t4$.

Fig. 8. Schematic representation of the digital device display with the given time parameters $t1-t4$.

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати прості багат шарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me1Me2Г2, наприклад, TiC/TiMoN.

7) Режим 6. Починаючи з цього режиму роботи у пристрої додатково використовуються два таймера: $t3$ і $t4$. При цьому обидва канали (канал управління вакуумно-дуговими випарниками і канал управління напускателями газів) працюють в режимі 0 (світлофора). Тривалість роботи кожного вакуумно-дугового випарника і напускателя газу задається часовими параметрами: $t1$ — тривалість ввімкненого стану першого випарника (катод 1 — Me1), $t2$ — тривалість ввімкненого стану другого випарника (катод 2 — Me2), $t3$ — тривалість ввімкненого стану першого напускателя газу (газ 1 — Г1), $t4$ — тривалість ввімкненого стану другого напускателя газу (газ 2 — Г2). Для наочності на рис. 8 представлено схематичне зображення цифрового табло пристрою з заданими часовими параметрами $t1-t4$ (наприклад, $t1 = 4$ с, $t2 = 1$ с, $t3 = 5$ с, $t4 = 10$ с).

Часові параметри роботи пристрою вибираються наступним чином:

$$t3 = t1 + t2,$$

$$t4 = n(t1 + t2) = nt3,$$

де $n = 1, L$ — кратність шарів покриття з різними газами.

Лічильник кількості шарів показує кількість перемикачів вакуумно-дугових випарників. На рисунку 9 представлено пошарове зображення одержаного покриття.

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати складні багат шарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me2Г1/[Me1Г2/Me2Г2/Me1Г2/Me2Г2/...], наприклад, TiC/MoC/[TiN/MoN/TiN/MoN/...].

8) Режим 7. Обидва канали (канал управління вакуумно-дуговими випарниками і канал управління напускателями газів) працюють синхронно. Канал 1 (катод 1 — Me1 і катод 2 — Me2) працює в режимі 0

(світлофора), тобто вакуумно-дугові випарники вмикаються по черзі. Тривалість роботи випарників задається часовими параметрами: t_1 — тривалість ввімкненого стану першого випарника, t_2 — тривалість ввімкненого стану другого випарника. Канал 2 (напускатч 1 — газ 1 (Г1) і напускатч 2 — газ 2 (Г2)) працює в режимі 1, тобто газ 1 (Г1) подається постійно через перший напускатч газу, а тривалість роботи другого напускатча газу 2 (Г2) задається часовими параметрами: t_3 — тривалість вимкненого стану другого напускатча, t_4 — тривалість ввімкненого стану другого напускатча.

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати складні багат шарові покриття зі з'єднань типу $\text{Me}_1\text{G}_1/\text{Me}_2\text{G}_1/[\text{Me}_1\text{G}_1\text{G}_2/\text{Me}_2\text{G}_1\text{G}_2/\text{Me}_1\text{G}_1\text{G}_2/\text{Me}_2\text{G}_1\text{G}_2/\dots]$, наприклад, $\text{TiC}/\text{MoC}/[\text{TiCN}/\text{MoCN}/\text{TiCN}/\text{MoCN}/\dots]$.

9) Режим 8 (зворотний режиму 7). Обидва канали (канал управління вакуумно-дуговими випарниками та канал управління напускатчами газів) працюють синхронно. Канал 1 (катод 1 — Me_1 і катод 2 — Me_2) працює в режимі 1, тобто перший вакуумно-дуговий випарник (катод 1 — Me_1) працює постійно, а тривалість роботи другого випарника (катод 2 — Me_2) задається часовими параметрами: t_1 — тривалість вимкненого стану другого випарника, t_2 — тривалість ввімкненого стану другого випарника. Канал 2 (напускатч 1 — газ 1 (Г1) і напускатч 2 — газ 2 (Г2)) працює в режимі 0 (світлофора), тобто напускатчі вмикаються по черзі. Тривалість роботи кожного напускатча газу задається часовими параметрами: t_3 — тривалість ввімкненого стану першого напускатча (газ 1 — Г1), а t_4 — тривалість ввімкненого стану другого напускатча (газ 2 — Г2).

Використання даного режиму роботи дозволяє одержувати складні багат шарові покриття зі з'єднань типу $\text{Me}_1\text{G}_1/\text{Me}_1\text{Me}_2\text{G}_1/[\text{Me}_1\text{G}_2/\text{Me}_1\text{Me}_2\text{G}_2/\text{Me}_1\text{G}_2/\text{Me}_1\text{Me}_2\text{G}_2/\dots]$, наприклад, $\text{TiC}/\text{TiMoC}/[\text{TiN}/\text{TiMoN}/\text{TiN}/\text{TiMoN}/\dots]$.

10) Режим 9. Обидва канали (канал управління вакуумно-дуговими випарниками та канал управління напускатчами газів) працюють синхронно в режимі 1. Канал 1 (катод 1 — Me_1 та катод 2 — Me_2)

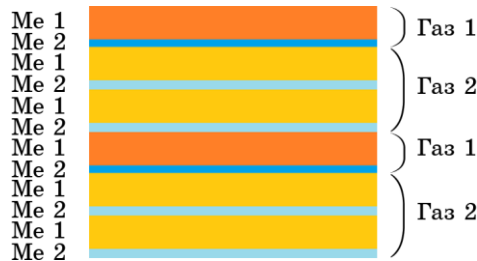


Рис. 9. Пошарове зображення одержаного покриття.

Fig. 9. Layer-by-layer image of the obtained coating.

працює в режимі 1, тобто перший вакуумно-дуговий випарник (катод 1 — Me1) працює постійно, а тривалість роботи другого випарника (катод 2 — Me2) задається часовими параметрами: t_1 — тривалість вимкненого стану другого випарника, t_2 — тривалість ввімкненого стану другого випарника. Канал 2 (напускач 1 — газ 1 (Г1) і напускач 2 — газ 2 (Г2)) також працює в режимі 1, тобто газ 1 (Г1) подається постійно через перший напускач газу, а тривалість роботи другого напускача газу задається часовими параметрами: t_3 — тривалість вимкненого стану другого напускача, t_4 — тривалість ввімкненого стану другого напускача.

В цьому режимі роботи пристрою можливо реалізувати кілька алгоритмів управління шляхом завдання часових параметрів. Наведемо для прикладу два найбільш наочних алгоритма:

а) Перший варіант: $t_1 = t_3$ та $t_2 = t_4$. Використання даного алгоритму роботи дозволяє одержувати багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me1Me2Г1Г2, наприклад, TiC/TiMoCN.

б) Другий варіант. Часові параметри роботи пристрою вибираються наступним чином:

$$t_3 = t_1 + t_2, t_4 = n(t_1 + t_2) = nt_3.$$

Використання даного алгоритму роботи дозволяє одержувати складні багатошарові покриття зі з'єднань типу Me1Г1/Me1Me2Г1/[Me1Г1Г2/Me1Me2Г1Г2/Me1Г1Г2/Me1Me2Г1Г2/...], наприклад, TiC/TiMoC/[TiCN/TiMoCN/TiCN/TiMoCN/...].

Принципово вище перерахованими видами покриттів робота пристрою не обмежена і може бути розширена шляхом введення додаткових режимів при необхідності.

4. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Застосування двоканального пристрою управління дозволило одержати багатошарові вакуумно-дугові WNbN/WNbC покриття, режимами нанесення яких наведені в табл. 1.

Одержання покриттів здійснювалося вакуумно-дуговим випаруванням двох катодів з вольфраму W та ніобію Nb, розташованих на одному горизонтальному рівні під кутом 90° відносно один одного в установці типу «Булат-6» [1]. Технологічні параметри нанесення покриттів, такі як: струм дуги катодів I_d , негативна напруга на підкладинці $U_{\text{пн}}$, тиск реакційних газів у вакуумній камері P_i , часові параметри t_j , що задаються, кількість пакетів шарів (WNbN/WNbC) L , загальна тривалість нанесення покриття T , а також режим роботи двоканального пристрою управління відображені в табл. 1. В якості зразків використовувалися поліровані пластини з нержавійної сталі 12X18H9T розміром $20 \times 20 \times 3$ мм. Після відкачування вакуумної

ТАБЛИЦЯ 1. Технологічні параметри нанесення вакуумно-дугових багатошарових WNbN/WNbC покриттів.**TABLE 1.** Technological deposition parameters of vacuum-arc multilayer WNbN/WNbC coatings.

№ зразка	Склад покриття	$I_d(W), A$ $I_d(Nb), A$	U_{np}, B	Газ	P_i, Pa	t_j, c	L	$T, хв.$	№ режиму
1422	WNbN/ WNbC	150	200	N ₂	0,4	~ 50	50	50	8
		115		C ₂ H ₂	0,4	~ 10			
1428	WNbN/ WNbC	150	200	N ₂	0,4	~ 55	50	50	8
		115		C ₂ H ₂	0,4	~ 5			
1431	WNbN/ WNbC	150	120	N ₂	0,4	~ 90	38	60	8
		115		C ₂ H ₂	0,4	~ 5			

камери до тиску $P = 0,001$ Па на підкладинкотримач зі зразками подавали негативний потенціал 1000 В та проводили очищення й активацію їх поверхні бомбардуванням йонами металів, що емітуються з катодних плям катоду випарника, протягом 5 хв.

Використовувана вакуумна камера дугової установки «Булат-6» має циліндричну форму з внутрішнім діаметром 600 мм і висотою 800 мм, таким чином об'єм вакуумної камери складає приблизно $0,22 \text{ м}^3$ (220 л). Як показав експеримент, відкачні засоби установки забезпечували відкачування робочих газів від 0,4 Па до значення залишкового вакууму $1 \cdot 10^{-3}$ Па за 1 с. Точність задання внутрішнього терміну перемикання каналів розробленого двоканального пристрою управління «випарник–напускач» складає ± 1 с, тобто проміжок часу між відключенням одного з газів і вмиканням другого з газів складає приблизно одну секунду. Цього достатньо для відкачування вакуумної камери установки до граничного залишкового тиску 0,001 Па. Таким чином, завдяки перерахованим вище параметрам сусідства обох газів у камері в процесі нанесення покриття малоймовірно. При одержанні багатошарового вакуумно-дугового покриття WNbN/WNbC швидкість відкачування вакуумної камери установки відстежувалася по поточному значенню тиску у камері за допомогою вакуумметра ВІТ-3.

Для одержання карбідного шару багатошарового вакуумно-дугового покриття WNbN/WNbC застосовувався ацетилен (C₂H₂), який напускався до вакуумної камери та дисоціювався у процесі одержання покриття. Хемія цього процесу наразі вивчається.

Вплив Гідрогену, що з'являється у процесі дисоціації, на властивості вакуумно-дугових покриттів нині мало вивчено через специфіку технології одержання покриттів, оскільки раніше для

створення вакуумно-дугових покриттів використовувався реакційний газ азот. Використання як альтернативних газів — Оксигену та ацетилену лише починається. Аналіз характеристик одержаних покриттів приводить до висновку, що можливий вплив Гідрогену на їх властивості в наших експериментах є досить незначним.

Відомо, що присутність Гідрогену навіть у малих концентраціях може суттєво змінити фізико-хімічні властивості матеріалів, привести до появи дефектів, тріщин, погіршення пластичних властивостей металів. Кількісна оцінка вмісту Гідрогену в покритті ускладнюється через низьку чутливість традиційних метод визначення концентрації Гідрогену в твердій пробі. Найчастіше для дослідження застосовуються метода спектрометрії ядерного зворотного розсіювання, метода Резерфордського зворотного розсіювання, волюмометрична метода. Для створення моделю, що описує вплив малих концентрацій Гідрогену, необхідний великий масив нових експериментальних даних про вплив малих концентрацій Гідрогену на властивості та структуру різних вакуумно-дугових покриттів, що є окремим експериментальним завданням. Адже необхідно не тільки точно виміряти концентрації Гідрогену, але й дослідити, як такі малі концентрації Гідрогену впливають на властивості покриттів. Це завдання є дуже актуальним і перспективним на даний час та вимагає системного підходу до його вивчення.

Результати перших досліджень вакуумно-дугових багат шарових $WNbN/WNbC$ покриттів показали, що мікротвердість таких покриттів лежить в діапазоні 27–31 ГПа. На рисунку 10 представлені знімки поверхні одержаного покриття (рис. 10, *a*) та морфології зламу покриття (рис. 10, *б*).

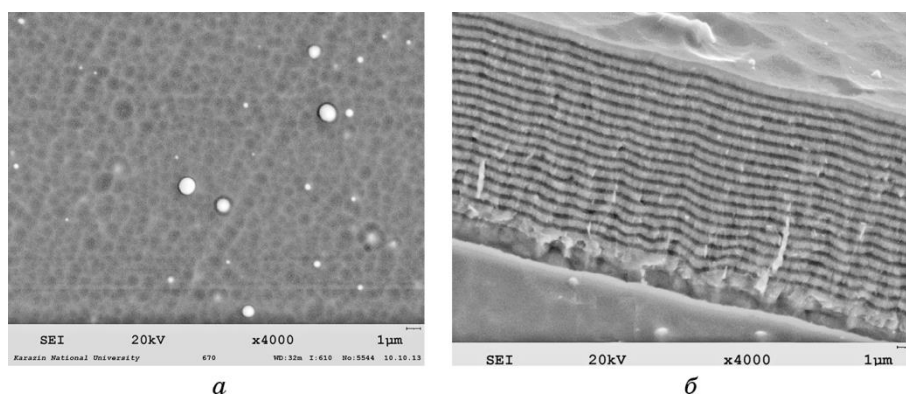


Рис. 10. Знімки поверхні покриття (*a*) та морфології зламу покриття (*б*).

Fig. 10. Photos of the coating surface (*a*) and fracture morphology of the coating (*б*).

Особливістю вакуумно-дугового способу нанесення покриттів є наявність крапельної фази у покритті (рис. 10, а). Але ці краплі спостерігаються лише на поверхні вакуумно-дугового багат шарового покриття. Відсутність (рис. 10, б) або суттєве зниження крапельної фази у шарах покриття стало можливим завдяки використанню в якості катодів випарників тугоплавких металів (W та Nb) з високими температурами плавлення (3420°C та 2500°C , відповідно) та підбору мінімально можливих робочих значень струму дуги катодів вольфраму та ніобію.

Застосування розробленого пристрою керування з використанням малої тривалості роботи каналів (5–10 с) дозволило одержати нанорозмірні шари з чіткою межею між ними (рис. 10, б).

5. ВИСНОВКИ

Для розширення можливостей одержання простих і складних багат шарових вакуумно-дугових покриттів за один технологічний цикл (процес) осадження був розроблений двоканальний програмований цифровий пристрій для керування роботою вакуумно-дугових випарників та напускачів для напуску газів в вакуумну камеру установки.

Для одержання багат шарових вакуумно-дугових покриттів з різною конфігурацією шарів ($\text{Me}_i\text{-}\Gamma_j$) застосовуються дев'ять режимів роботи пристрою, які можуть бути розширені у подальшому використанні.

Керування процесом нанесення шарів різної товщини виконується за допомогою регулювання тривалості роботи кожного каналу пристрою управління (часові параметри $t_1\text{-}t_4$) від 0 до 99 с.

Головною частиною приладу є блок управління, побудований на малопотужному мікроконтролері Atmega8A, в якому програмно закладені алгоритми роботи пристрою. Використання мікропроцесора Atmega8A обумовлено його широкими технічними можливостями, а також відносно невисокою вартістю, що, в свою чергу, дає можливість його швидкої заміни при написанні нової прошивки з розширенням можливостей роботи пристрою управління.

Перші результати експлуатації розробленого пристрою в лабораторії розробки та дослідження інтенсивних йонно-плазмових технологій ННЦ «ХФТІ» НАН України підтвердили його технічні характеристики. Використання цього приладу дало змогу одержати багат шарові вакуумно-дугові WNbN/WNbC покриття з мікротвердістю 27–31 ГПа.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. A. A. Andreev, L. P. Sablev, and S. N. Grigoriev, *Vakuumno-Dugovye Pokrytiya* [Vacuum-Arc Coatings] (Kharkiv: NSC KIPT: 2010) (in Russian).
2. O. V. Sobol', A. A. Andreev, S. N. Grigoriev, V. F. Gorban', V. A. Stolbovoy, I. V. Serdiuk, and V. E. Filchikov, *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, **6**, No. 5: 4 (2011) (in Russian).
3. I. V. Serdiuk, A. A. Andreev, V. F. Gorban', O. V. Sobol', and V. A. Stolbovoy, *J. Surf. Phys. Eng.*, **13**: 1 (2015) (in Russian).
4. A. A. Andreev, O. V. Sobol', I. V. Serdiuk, S. V. Federov, N. Ju. Cherkasova, and N. V. Solis, *Perspektivnye Materialy*, No. 3: 46 (2014) (in Russian).
5. O. V. Sobol', A. A. Andreev, R. P. Mygushchenko, V. M. Beresnev, A. A. Meylekhov, A. A. Postelnyk, S. A. Kravchenko, Taha A. Tabaza, Safwan M. Al-Qawabah, Ubeidulla F. Al-Qawabeha, V. A. Stolbovoy, D. A. Kolesnikov, and M. G. Kovaleva, *PAST. Series: Vacuum, Pure Materials, Superconductors*, **1**: 113 (2018).
6. O. V. Sobol', A. A. Andreev, V. F. Gorban', V. A. Stolbovoy, N. V. Pinchuk, and A. A. Meylekhov, *PAST. Series: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science*, **2**: 96 (2015).
7. A. A. Andreev, V. I. Kovalenko, V. G. Marinin, L. I. Martinenko, and V. A. Stolbovoy, *ScienceRise*, **5**, No. 2: 22 (2016) (in Russian).
8. V. A. Stolbovoy, *J. Surf. Phys. Eng.*, **1**: 3 (2016) (in Russian).
9. V. Y. Novikov, V. M. Beresnev, D. A. Kolesnikov, O. N. Ivanov, S. V. Lytovchenko, V. A. Stolbovoy, I. V. Kolodiy, A. O. Kozachenko, M. G. Kovaleva, E. V. Kritsyna, and O. V. Glukhov, *PAST. Series: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science*, **2**: 120 (2019).
10. V. F. Gorban', A. O. Andreev, V. A. Stolbovoi, A. M. Myslyvchenko, and A. D. Kostenko, *J. Superhard Materials*, **42**: 25 (2020).
11. E. Sheinman, *Met. Sci. Heat Treat.*, **50**: 600 (2008).
12. C. Ducros, C. Cayron, and F. Sanchette, *Surf. Coat. Tech.*, **201**: 1 (2006).
13. Iu. Sisoiev, I. Serdiuk, A. Dolomanov, and D. Kovteba, *PAST. Series: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science*, **2**: 109 (2017).
14. V. P. Rudenko, V. A. Stolbovoy, I. V. Serdiuk, and K. G. Kartmazov, *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, **6**, No. 1: 48 (2010) (in Russian).
15. O. V. Sobol', A. A. Andreev, V. F. Gorban', V. A. Stolbovoy, N. V. Pinchuk, and A. A. Meylekhov, *PAST. Series: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science*, **2**: 96 (2015).
16. U. S. Nyemchenko, V. M. Beresnev, O. V. Sobol', S. V. Lytovchenko, V. A. Stolbovoy, V. Ju. Novikov, A. A. Meylekhov, A. A. Postelnyk, and M. G. Kovaleva, *PAST. Series: Vacuum, Pure Materials, Superconductors*, **1**: 101 (2016).
17. V. O. Stolboviy, *J. Nano-Electron. Phys.*, **9**: 5 (2017).