

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(19) RU (11) **2 608 159** (13) C2

(51) МПК

[G01N 3/40 \(2006.01\)](#)

[C23C 14/06 \(2006.01\)](#)

[B82Y 30/00 \(2011.01\)](#)

(21)(22) Заявка: [2014151321](#), 17.12.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.12.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.12.2014

(43) Дата публикации заявки: 10.07.2016 Бюл.
№ [19](#)

(45) Опубликовано: [16.01.2017](#) Бюл. № [2](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2515600 C2, 29.11.2011. RU
2002134339 A, 10.06.2004. KR 2005056177 A,
14.06.2005. JP 2002-180295 A, 26.06.2002. JP
2001-062358 A, 13.03.2001.

Адрес для переписки:

394026, г. Воронеж, Московский просп., 14,
ГБОУ ВПО "ВГТУ", патентный отдел

(72) Автор(ы):

Валюхов Сергей Георгиевич (RU),
Черниченко Владимир Викторович (RU),
Кретинин Александр Валентинович (RU),
Стогней Олег Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Воронежский государственный
технический университет" (RU)

(54) Способ определения микротвердости нанокompозитного покрытия с повышенной износостойкостью по соотношению в нем металлической и керамической фаз

(57) Реферат:

Изобретение относится к материаловедению и может быть использовано в различных областях современной электроники, альтернативной энергетике и машиностроении. Способ определения микротвердости нанокompозитного покрытия с повышенной износостойкостью по соотношению в нем металлической и керамической фаз характеризуется тем, что определяют значения микротвердости для металлического и керамического покрытий различного химического состава без примесей керамической или металлической фазы соответственно, затем получают покрытие с заданным химическим составом и заданным процентным соотношением указанных фаз с определенным шагом с изменением при этом процентного соотношения фаз металл-керамика в покрытии от нуля до максимума. Затем определяют значения микротвердости полученного покрытия при заданном соотношении указанных фаз. На основании полученных данных создают искусственную нейронную сеть, проводят ее обучение, после чего проводят тестирование полученной нейросетевой модели путем последовательного исключения из статистической выборки, которая использовалась для ее обучения, факторов нейросетевой модели в виде экспериментально измеренных величин, включающих микротвердость металлического покрытия (H_M), микротвердость

керамического покрытия (H_k) и концентрацию металлической фазы в композите (C_m), с последующим определением при помощи полученной нейросетевой модели ее выходного параметра в виде значения микротвердости нанокompозитного покрытия (H), и сравнения полученного теоретического значения с исходными экспериментальными данными. Затем вводят в упомянутую искусственную нейронную сеть данные о химическом составе металлической и керамической фаз, их процентном соотношении в получаемом покрытии и, при помощи искусственной нейронной сети, определяют значения микротвердости получаемого нанокompозитного покрытия металл-керамика по соотношению металлической и керамической фаз. В частных случаях осуществления изобретения после сравнения полученного теоретического значения микротвердости нанокompозитного покрытия (H) с исходными экспериментальными данными проводят корректировку полученной нейросетевой модели. Обеспечивается повышенная износостойкость с одновременным снижением себестоимости покрытия и высокая стабильность определяемых параметров, используемых для нанесения покрытия. 1 з.п. ф-лы, 4 ил.

Изобретение относится к материаловедению и может быть использовано в различных областях современной электроники, альтернативной энергетике, машиностроении и т.д.

Исследования последних лет показали, что материалы и покрытия с ультрамелкодисперсной структурой и наноструктурными упрочняющими элементами обладают улучшенными физико-химическими и механическими свойствами, поэтому в последние годы во всем мире проводятся работы по разработке способов получения материалов с наноструктурой.

Весьма перспективным направлением является применение не просто наноструктурированных материалов, а нанокompозитных материалов, сочетающих в себе металлическую и керамическую фазы, характерные размеры которых составляют единицы - десятки нанометров. Механические свойства таких наноструктурированных материалов в значительной степени зависят от концентрационного соотношения между металлической и керамической фазами. Изменение концентрации одной из фаз в композите позволяет менять значение их механических характеристик в достаточно широких пределах. С другой стороны, для нахождения требуемого соотношения металлической и керамической фаз в покрытии, с целью получения заданных свойств, требуются значительные дорогостоящие экспериментальные работы, т.к. характеристики получаемого покрытия изменяются нелинейно, что приводит к значительным временным и материальным затратам.

Известен способ получения наноструктурного покрытия из композита металл-керамика состава $(Co_{86}Nb_{12}Ta_2)_x(SiO_n)_{100-x}$, включающий осаждение композита ионно-лучевым распылением с обеспечением образования гранул металлической фазы со средним диаметром 2-4 нм, изолированных сплошной керамической фазой, при этом концентрацию металлической фазы при распылении выбирают в пределах 20-40 ат.%. (Патент РФ №2515600, заявка №2011148577/02 от 29.11.2011, МПК: C23C 14/46, C23C 14/06, B82B 3/00 - прототип).

Основным недостатком данного способа является то, что для нахождения требуемого соотношения металлической и керамической фаз в покрытии, с целью получения заданных свойств, требуются значительные дорогостоящие экспериментальные работы.

Данные обстоятельства обуславливают целесообразность применения методов обработки экспериментальных данных для построения экспериментальных факторных моделей, которые не раскрывают физической сущности явлений, но

позволяют описывать и, самое главное, прогнозировать практически важные свойства материалов в некоторой ограниченной области факторного пространства.

Искусственные нейронные сети (ИНС) являются мощным и универсальным алгоритмом аппроксимации (см. например, Барский А.Б. Введение в нейронные сети, М.: Интернет-Университет информационных технологий, 2011; Калацкая Л.В., Новиков В.А., Садов В.С. Организация и обучение искусственных нейронных сетей: Экспериментальное учеб. пособие. - Минск: Изд-во БГУ, 2003. - 72 с. Галушкин А.И. Синтез многослойных систем распознавания образов. - М.: Энергия, 1974).

С одной стороны, искусственные нейронные сети слабочувствительны к структуре экспериментальных данных, а с другой - способны выявлять зависимости между входными и выходными данными, а также выполнять обобщение на основе сравнительно небольшого массива экспериментальных результатов. Нейросетевые алгоритмы способны аппроксимировать произвольную многофакторную зависимость с любой точностью при соответствующей регуляризации процедуры настройки параметров аппроксимационного уравнения. В случае успешного обучения такая сеть сможет вернуть верный результат на основании данных, которые отсутствовали в обучающей выборке, а также на основе неполных или частично искаженных данных. Вследствие этого нейронные сети можно рассматривать не только как инструмент аппроксимации, но и как способ прогнозирования физических свойств реальных объектов на основе экспериментальных данных.

Задачей предложенного технического решения является устранение лишних временных и материальных затрат посредством создания способа определения концентрации компонент в наноструктурном покрытии из гранулированного композита «металл-керамика» и получение собственно самого наноструктурного покрытия из гранулированного композита «металл-керамика», применение которого позволит обеспечить повышенную износостойкость и высокую стабильность параметров с одновременным снижением себестоимости.

Решение указанной задачи достигается тем, что в предложенном способе определения микротвердости нанокompозитного покрытия с повышенной износостойкостью по соотношению в нем металлической и керамической фаз, согласно изобретению, сначала определяют значения микротвердости для металлического и керамического покрытий различного химического состава без примесей керамической или металлической фазы соответственно, затем получают покрытия с заданным химическим составом и заданным процентным соотношением указанных фаз с определенным шагом с изменением при этом процентного соотношения фаз металл-керамика в покрытии от нуля до максимума, после чего определяют значения микротвердости полученного покрытия при заданном соотношении указанных фаз, затем на основании полученных данных создают искусственную нейронную сеть, проводят ее обучение, после чего проводят тестирование полученной нейросетевой модели путем последовательного исключения из статистической выборки, которая использовалась для ее обучения, факторов нейросетевой модели в виде экспериментально измеренных величин, включающих микротвердость металлического покрытия (H_m), микротвердость керамического покрытия (H_k) и концентрацию металлической фазы в композите (C_m), с последующим определением при помощи полученной нейросетевой модели ее выходного параметра в виде значения микротвердости нанокompозитного покрытия (H), и сравнения полученного теоретического значения с исходными экспериментальными данными, затем вводят в упомянутую искусственную нейронную сеть химический состав металлической и керамической фаз, их процентное соотношение в получаемом покрытии, и, при помощи искусственной нейронной сети, определяют значения микротвердости получаемого

нанокompозитного покрытия металл-керамика по соотношению металлической и керамической фаз.

В варианте применения после сравнения полученного теоретического значения микротвердости нанокompозитного покрытия (H) с исходными экспериментальными данными проводят корректировку полученной нейросетевой модели.

Сущность изобретения иллюстрируется чертежами, где на фиг. 1 показаны концентрационные зависимости параметра, характеризующего механические свойства композитов $\text{CoFeZr-Al}_2\text{O}_3$, с указанием точек, полученных экспериментальными и аналитическими исследованиями, на фиг. 2 - зависимости для композитов $\text{Fe-Al}_2\text{O}_3$, на фиг. 3 - зависимости для композитов Fe-SiO_2 , на фиг. 4 - зависимости для композитов Co-CaF .

На всех фигурах показана концентрационная зависимость микротвердости композитов, измеренная методом Кнупа (символы) и полученная с помощью нейросетевой модели (линия).

Экспериментальные данные представляли собой результат исследования микротвердости нанокompозитных покрытий металл-керамика, отличающихся друг от друга как элементным составом, так и соотношением фаз. В качестве факторов модели приняты экспериментально измеренные величины: микротвердость чистого металлического покрытия (H_m), микротвердость чистого керамического покрытия (H_k) и концентрация металлической фазы в композите (C_m), при этом в качестве выходного параметра модели используется значение микротвердости композитного покрытия (H).

Все данные получены при исследовании нанокompозитов, которые, в свою очередь, были получены по единой технологии, в одинаковых условиях на одном и том же оборудовании. Покрытия представляли собой тонкие пленки толщиной 5-7 мкм, нанесенные на поверхность полированных пластин СТ-50. Осаждение покрытий производилось с помощью метода ионно-лучевого распыления составных мишеней в атмосфере аргона и последующего осаждения выбитых атомов на поверхность подложки. Образование композитной структуры в напыляемых покрытиях происходило вследствие процессов самоорганизации. Наличие композитной структуры у исследованных покрытий непосредственно подтверждалось данными просвечивающей электронной микроскопии.

Для структурных исследований композиты наносились на монокристаллические подложки из NaCl с последующим отделением, а длительность процесса осаждения составляла несколько минут. Микротвердость композитных покрытий исследовалась методом индентирования алмазной пирамидкой. Поскольку толщина покрытий находилась в интервале 5-7 мкм, для измерений использовалась алмазная пирамидка Кнупа. Все измерения микротвердости проводились при одинаковой нагрузке на индентор, составлявшей 0.49 Н.

Проведенные экспериментальные и аналитические исследования на натурных образцах подтвердили достаточно хорошую сходимость экспериментальных данных с теоретическими данными, полученными при использовании заложенной математической модели, что показывает работоспособность предложенного способа в заданном интервале.

Использование предложенного технического решения позволит построить регрессионные зависимости, открытые для новых данных, то есть созданные модели могут пополняться и уточняться за счет введения новых факторов, что усложняет их структуру, но при этом повышает их адекватность.