

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ  
(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(19) **RU** **2 608 157** <sup>(11)</sup> **C2** <sup>(13)</sup>

(51) МПК

C23C 14/06 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

G01N 3/40 (2006.01)

(21)(22) Заявка: [2014151313](#), 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,  
ГОУВПО "ВГТУ", патентный отдел

(72) Автор(ы):

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

(73) Патентообладатель(и):

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

(54) Способ получения износостойкого нанокompозитного покрытия с заданным значением микротвердости на поверхности полированной ситалловой пластины

(57) Реферат:

Изобретение относится к материаловедению и может быть использовано в различных областях современной электроники, альтернативной энергетике и машиностроении. Способ получения износостойкого нанокompозитного покрытия с заданным значением микротвердости на поверхности полированной ситалловой пластины ионно-лучевым распылением включает обеспечение в получаемом покрытии необходимого процентного соотношения металлической и керамической фаз при определенном химическом составе упомянутых фаз, при этом 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 и с изменением процентного соотношения фаз металл-керамика в покрытии от нуля до максимума, после чего определяют значения микротвердости полученного покрытия

при заданном соотношении указанных фаз. На основании полученных данных создают искусственную нейронную сеть, проводят ее обучение. Затем 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 ( $C_k$ ) с последующим определением при помощи полученной нейросетевой модели ее выходного параметра в виде значения микротвердости нанокompозитного покрытия ( $H$ ) и сравнением полученного теоретического значения с исходными экспериментальными данными. Затем вводят в упомянутую искусственную нейронную сеть значения микротвердости для металлической и керамической фаз без примесей и процентное соотношение упомянутых фаз в получаемом покрытии и при помощи искусственной нейронной сети определяют значение микротвердости получаемого нанокompозитного покрытия металл-керамика при введенном соотношении 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 получении 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 получения износостойкого нанокompозитного покрытия с заданным значением микротвердости на поверхности полированной ситалловой пластины ионно-лучевым распылением, включающим обеспечение в получаемом покрытии необходимого процентного соотношения металлической и керамической фаз при их определенном химическом составе, 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 и с изменением 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 ( $C_k$ ) с последующим определением при помощи полученной нейросетевой модели ее выходного параметра в виде значения микротвердости нанокompозитного покрытия ( $H$ ) и сравнением полученного теоретического значения с исходными экспериментальными данными, затем вводят в упомянутую искусственную нейронную сеть значения микротвердости для металлической и керамической фаз без примесей и процентное соотношение упомянутых фаз в получаемом покрытии и при помощи искусственной нейронной сети определяют значение микротвердости получаемого нанокompозитного покрытия металл-керамика при введенном соотношении металлической и керамической фаз.

В варианте применения способа, 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  $CoFeZr-Al_2O_3$ , с указанием точек, полученных экспериментальными и аналитическими исследованиями, на фиг. 2 - зависимости для композитов  $Fe-Al_2O_3$ , 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.

При помощи искусственной нейронной сети рассчитывали значения микротвердости получаемого нанокompозитного покрытия металл-керамика при заданном соотношении металлической и керамической фаз, при этом, для формирования отображения  $H=f_N(H_m, H_k, C_m)$ , использовали

стандартную структуру многослойного персептрона и формировали персептрон,

$$y = \sum_{j=1}^7 v_j f_{\sigma}(x_j^2) - b_0$$

после чего выход сети рассчитывали по формуле: , при этом в качестве функции активации используют логистическую

сигмоиду  $f_{\sigma}(x_j^2) = \frac{1}{1 + e^{-t_j(x_j^2, b_j^2)}}$ , где:  $t_j(x_j^2, b_j^2) = \sum_{i=1}^5 w_{ji} x_i^2 - b_j^2$  после чего определяют

выходы нейронов первого скрытого слоя следующим образом:  $x_i^1 = \frac{1}{1 + e^{-t_i(x_i^1, b_i^1)}}$ , где:

$t_i(x_i^1, b_i^1) = \sum_{l=1}^3 v_{il} x_l - b_i^1$ , затем входные переменные приводят в диапазон [0;1] согласно минимаксным формулам:  $x_1 = 0.01 \cdot c_m$ ;  $x_2 = 0.003636 \cdot N_m - 2.090909$ ;  $x_3 = 0.00125 \cdot N_k - 0.125$ , при этом выход сети связывают с искомой величиной Н

соотношением:  $H = (y + 0.0774) / 0.000774$ , где  $b_{ij}^k$  - значение порога активации i(j)-го нейрона k-го скрытого слоя нейронной сети;  $b_0$  - значение порога активации выходного нейрона сети;  $b$  - вектор порогов активации нейронов сети;  $c_m$  - концентрация металлической фазы в нанокompозите, ат. %;  $E_D$  - суммарная квадратическая ошибка обучения сети;  $E_w$  - сумма квадратов весов сети;  $f_{\sigma}$  - функция активации j-го нейрона - логистическая сигмоида;  $F$  - целевая функция обучения сети;  $H$  - микротвердость композита с определенной концентрацией металлической фазы, ед. Кнупа;  $N_k$  и  $N_m$  - микротвердость чистой керамической и металлической фазы соответственно, ед. Кнупа;  $K$  - энергетический фактор;  $q$  - количество нейронов в случае одного скрытого слоя многослойного персептрона;  $v_i$  - вес нейрона выходного слоя, соответствующий i-му нейрону последнего скрытого слоя;  $v_{il}$  - вес соединения i-го нейрона первого скрытого слоя с l-м входом;  $v$  - матрица весов соединений входных переменных и нейронов первого скрытого слоя;  $w_{ji}$  - нелинейно входящий в модель нейронной сети вес между j-м нейроном второго скрытого слоя и i-м нейроном первого скрытого слоя;  $w$  - матрица весов соединений нейронов первого и второго скрытых слоев персептрона;  $y$  - выходное значение нейронной сети, к - керамический; м - металлический; i - номер нейрона первого скрытого слоя; j - номер нейрона второго скрытого слоя; l - номер входной переменной; n - количество входных переменных.

Проведенные экспериментальные и аналитические исследования на натуральных 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.