



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
G01N 23/20 (2023.01); G01N 25/00 (2023.01)

(21)(22) Заявка: 2022132083, 08.12.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
08.12.2022

Дата регистрации:  
07.03.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.12.2022

(45) Опубликовано: 07.03.2023 Бюл. № 7

Адрес для переписки:  
634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3,  
Институт сильноточной электроники СО РАН  
, Зам. директора по НР ИСЭ СО РАН  
Батракову А.В.

(72) Автор(ы):

Филиппов Андрей Владимирович (RU),  
Воронцов Андрей Владимирович (RU),  
Шамарин Николай Николаевич (RU),  
Денисова Юлия Александровна (RU),  
Москвичев Евгений Николаевич (RU),  
Княжев Евгений Олегович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки Институт сильноточной  
электроники Сибирского отделения  
Российской академии наук (ИСЭ СО РАН)  
(RU)

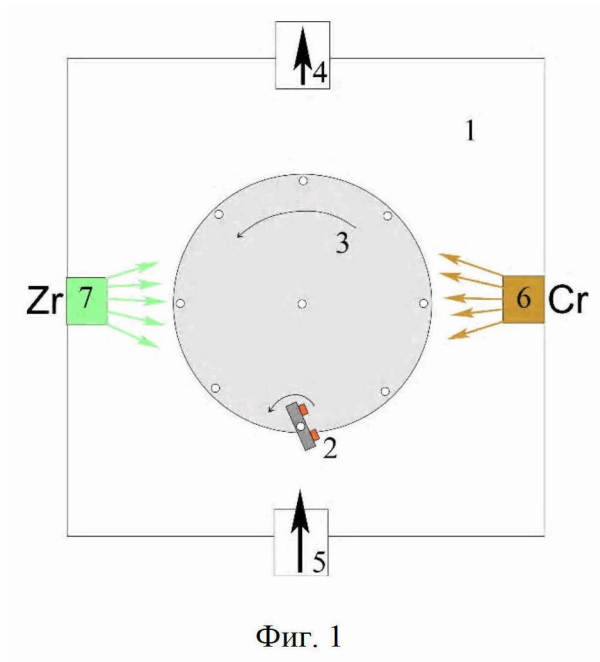
(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: JPH 0252245 A, 21.02.1990. CN  
109764995 A, 17.05.2019. RU 2772247 C1,  
18.05.2022. DE 10322271 A1, 16.12.2004. SU  
1786407 A1, 07.01.1993. GB 936910 A, 18.09.1963.

## (54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛИЯНИЯ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Использование: для определения влияния циклических термических воздействий на характеристики многослойных покрытий с использованием синхротронного излучения. Сущность изобретения заключается в том, что осуществляют размещение и фиксацию образца с многослойным покрытием на нагреваемый держатель в воздушной атмосфере, облучение поверхности образца пучком синхротронного излучения для получения и записи рентгенограмм полученных при комнатной температуре до термического воздействия и после полученных при различной продолжительности термического цикла, причем после каждой упомянутой серии циклов термического воздействия осуществляют

оценку рентгенограмм на наличие фазовых изменений в поверхности образца, а именно возникновение фаз, отличных от исходного состояния, ухудшающих структурные характеристики образца с многослойным покрытием, а также дополнительно проводят оценку изменения параметров шероховатости образца с многослойным покрытием и окончательно осуществляют сравнение этих двух оценок. Технический результат: обеспечение возможности исследования изменения фазового состава и структуры в многослойном покрытии в процессе циклического нагрева подложки с упомянутым покрытием. 2 з.п. ф-лы, 10 ил., 1 табл.



Фиг. 1

RU 2791430 C1

RU 2791430 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*G01N 23/20* (2006.01)  
*G01N 25/00* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*G01N 23/20 (2023.01); G01N 25/00 (2023.01)*

(21)(22) Application: **2022132083, 08.12.2022**

(24) Effective date for property rights:  
**08.12.2022**

Registration date:  
**07.03.2023**

Priority:

(22) Date of filing: **08.12.2022**

(45) Date of publication: **07.03.2023** Bull. № 7

Mail address:

**634055, g. Tomsk, pr. Akademicheskij, 2/3, Institut silnotochnoj elektroniki SO RAN, Zam. direktora po NR ISE SO RAN Batrakovu A.V.**

(72) Inventor(s):

**Filippov Andrei Vladimirovich (RU),  
Vorontsov Andrei Vladimirovich (RU),  
Shamarin Nikolai Nikolaevich (RU),  
Denisova Iuliia Aleksandrovna (RU),  
Moskvichev Evgenii Nikolaevich (RU),  
Kniazhev Evgenii Olegovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe uchrezhdenie nauki Institut silnotochnoi elektroniki Sibirskogo otdeleniia Rossiiskoi akademii nauk (ISE SO RAN) (RU)**

(54) **METHOD OF DETERMINING THE EFFECT OF CYCLIC THERMAL INFLUENCES ON THE CHARACTERISTICS OF MULTILAYER COATINGS WITH USE SYNCHROTRON RADIATION**

(57) Abstract:

FIELD: multilayer coatings.

SUBSTANCE: determining the effect of cyclic thermal influences on the characteristics of multilayer coatings with use of synchrotron radiation. The essence of the invention lies in the fact that a sample with a multilayer coating is placed and fixed on a heated holder in an air atmosphere, the surface of the sample is irradiated with a synchrotron radiation beam to obtain and record X-ray patterns obtained at room temperature before and after thermal exposure and obtained at different durations of the thermal cycle, wherein after each of the mentioned series of thermal exposure cycles

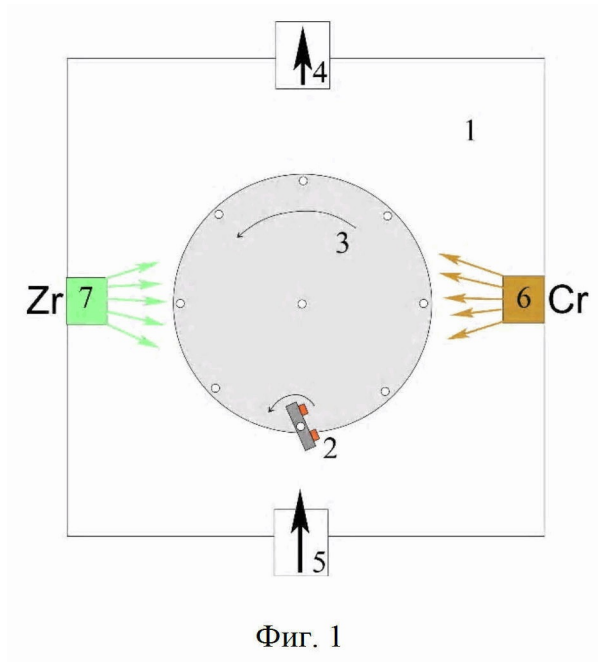
X-ray patterns are evaluated for the presence of phase changes in the surface of the sample, namely for occurrence of phases different from the initial state and deteriorating the structural characteristics of the sample with a multilayer coating, and additionally, changes in the roughness parameters of the sample with a multilayer coating are evaluated and finally the two evaluations are compared.

EFFECT: enabling the study of changes in the phase composition and structure in a multilayer coating during cyclic heating of the substrate with said coating.

3 cl, 10 dwg, 1 tbl

**C1**  
**2 7 9 1 4 3 0**  
**RU**

**RU**  
**2 7 9 1 4 3 0**  
**C1**



Фиг. 1

RU 2791430 C1

RU 2791430 C1

## ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Изобретение относится к области исследования материалов с помощью рентгеноструктурного анализа, а именно к методам анализа с использованием синхротронного излучения.

### 5 ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Известно использование различных инструментов нагрева образца при проведении синхротронных исследований, а также инструментов для измерения его теплофизических параметров.

Например, в патенте RU 2593209 C2 раскрыто конструктивное решение блока держателя нанокалориметрического сенсора устройства для измерения теплофизических и/или структурных параметров образца, позволяющее сочетать методы дифференциальной сканирующей нанокалориметрии и рентгеновской дифракции.

Блок держателя образца, раскрытый в RU2650836 C2 предназначен для проведения комбинированных измерений с помощью рентгеноструктурного анализа в скользящем пучке и дополнительных физико-химических методов исследования. Блок держателя образца предназначен для использования в приборах, обеспечивающих проведение *in-situ* исследований структурных свойств материалов различного типа (образцов), например, на дифрактометрах, оборудованных X-Y-Z движителями (столиками) для размещения заявляемого блока держателя образца. Конструкция блока держателя образца предполагает использование нагревательного элемента. Он помимо своей основной функции выполняет роль держателя образца (крепления исследуемого материала в горизонтальной плоскости).

В заявке Китая CN106290426 (A) «In-situ device for small-angle X-ray scattering experiment» раскрыто стационарное устройство для эксперимента по малоугловому рассеянию рентгеновских лучей. Устройство включает в себя систему защиты от вакуума и атмосферы, систему нагрузки и измерения напряжения, а также систему измерения нагрузки и температуры. Система обеспечивает нагрев до 1100°C. Устройство используется в сочетании со спектрометром малоуглового рентгеновского рассеяния для измерения и анализа микроструктурных изменений образца в механических и тепловых условиях эксплуатации и имеет преимущества простой конструкции, надежной работы и высокой точности измерения. Изобретение предназначено для керамики, графита, горных пород и других образцов, требующих больших напряжений, более высокой температуры нагрева и защиты от вакуума или атмосферы.

В заявке Китая CN105263198 (A) — 2016-01-20 раскрыто изобретение, относящееся к открытому нагревательному устройству для полевых испытаний синхротронного излучения. Разработаны технология наблюдения за синхротронным излучением *in situ* и устройство для наблюдения за эволюцией структуры материала в процессе нагрева, а также технология наблюдения *in situ* синхротронного излучения и устройство для наблюдения за изменением структуры материала в процессе нагрева и нагрева в условиях сжатия. Кроме того, предлагаемое изобретением открытое нагревательное устройство удобно при контроле испытаний, экономит время и усилия и может значительно повысить эффективность.

Во всех вышеприведенных патентных документах не раскрыты приемы и режимы проведения таких *in situ* синхротронных исследований в процессе нагрева, а раскрывается только конструктивные решения устройств для их осуществления.

В ряде патентных документов раскрыты решения, относящиеся к способам определения характеристик теплозащитных покрытий с использованием метода рентгеноструктурного анализа и выработки на их основе рекомендаций для

корректировки технологических процессов.

Например, в заявке Китая CN109764995 (A) «Nondestructive testing method for residual stress in thermal barrier coating» раскрыт метод неразрушающего контроля остаточного напряжения на различной глубине в теплозащитном покрытии, и этот метод  
5 используется для проведения неразрушающего контроля остаточного напряжения на различной глубине в теплозащитном покрытии авиационного двигателя. Способ включает следующие этапы: во-первых, помещают и фиксируют образец термобарьерного покрытия на столе для образцов, обеспечивая соответствие  
10 нормального направления образца нормальному направлению падающего луча, устанавливают диапазон сканирования, устанавливают мощность и частоту рентгеновского излучения, регулируемый минимальный шаг, максимальную скорость счета детектора, корректируют направление стола с образцами и другие факторы, излучение рентгеновского излучения с заданной частотой и определение остаточного  
15 напряжения на различной глубине в термобарьерном покрытии на основе зависимости между смещением пика рентгеновской дифракции и макроскопическим напряжением, при этом используется метод « $\sin^2\psi$ ». Изобретение может обнаруживать изменение определенного значения напряжения по глубине термобарьерного покрытия при различной продолжительности термического цикла, чтобы достичь цели мониторинга его эксплуатационного состояния в режиме реального времени.

20 К недостаткам можно отнести то, что исследование проводят с помощью стандартного универсального рентгеновского дифрактометра, который не может обеспечить достаточной точности.

#### РАСКРЫТИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В основу изобретения поставлена задача исследования изменения фазового состава  
25 и структуры в многослойном покрытии в процессе циклического нагрева подложки с упомянутым покрытием.

Техническим результатом является возможность на основе проведенного анализа изменений в фазовом составе и шероховатости поверхности многослойных покрытий при циклическом нагреве формирования рекомендаций к дальнейшему применению  
30 технологии нанесения многослойных покрытий с удовлетворительными характеристиками.

Поставленная задача решается тем, что предлагаемый способ определения влияния циклических термических воздействий на характеристики многослойных покрытий с использованием синхротронного излучения включает следующие этапы:

- 35 – размещение и фиксация образца с многослойным покрытием на нагревательном элементе,  
– экспонирование упомянутого образца путем воздействия монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне методом асимметричной съемки при фиксированном угле падения в диапазоне углов  $2\theta$ , выбранном в зависимости от  
40 материала многослойного покрытия;  
– получение и запись рентгенограммы образца с многослойным покрытием посредством синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне при комнатной температуре;  
– нагревание образца с многослойным покрытием, закрепленного на нагревательном  
45 элементе до температуры  $500^\circ\text{C}$ ,  
– охлаждение образца с многослойным покрытием до комнатной температуры,  
– повторение 2-х предыдущих шагов в количестве 10 раз,  
– получение и запись рентгенограмм при комнатной температуре образца с

многослойным покрытием после серии 10 циклов нагрева образца до температуры 500°C и охлаждения до комнатной температуры

- нагрев образца с многослойным покрытием, закрепленного на нагревательном элементе до температуры 550°C,

5 - охлаждение образца с многослойным покрытием до комнатной температуры,  
- повторение 2-х предыдущих шагов в количестве 20 раз,

- получение и запись рентгенограмм при комнатной температуре образца с многослойным покрытием после 20 циклов нагрева образца до температуры 550°C и охлаждения до комнатной температуры

10 - нагрев образца с многослойным покрытием, закрепленного на нагревательном элементе до температуры 550°C,

- охлаждение образца с многослойным покрытием до комнатной температуры,  
- повторение 2-х предыдущих шагов в количестве 40 раз,

15 многослойным покрытием после 40 циклов нагрева образца до температуры 550°C и охлаждения до комнатной температуры,

при этом после каждой серии циклов термического воздействия осуществляют оценку рентгенограмм на наличие фазовых изменений в поверхности образцов, а именно возникновение фаз, отличных от исходного состояния, ухудшающих структурные характеристики образца с многослойным покрытием.

20 - и дополнительно осуществляют оценку изменения параметров шероховатости образца с многослойным покрытием

и окончательно осуществляют сравнение этих двух оценок, *при этом*

25 если исследования с использованием синхротронного излучения показали отсутствие ухудшающих фазовых изменений, и шероховатость образца изменилась незначительно, то делают вывод о возможности использования подложки с многослойным покрытием в условиях аналогичных условиям проведенного циклического термического;

30 если испытания с использованием синхротронного излучения показали отсутствие ухудшающих фазовых изменений, но шероховатость образца изменилась существенно, то делают вывод об ограниченной возможности использования подложки с многослойным покрытием в условиях аналогичных условиям проведенного циклического термического воздействия; если испытания с использованием синхротронного излучения показали наличие ухудшающих фазовых изменений, и шероховатость образца изменилась существенно, то делают вывод о невозможности  
35 использования подложки с многослойным покрытием в условиях аналогичных условиям проведенного циклического термического воздействия.

Кроме того, проверка наличия фазовых изменений в поверхности образцов, представляющих собой стальную подложку с многослойным покрытием системы CrN/ZrN, осуществляется с использованием синхротронного излучения в рентгеновском  
40 диапазоне излучения с шагом сканирования 0,05 градуса и диапазоне сканирования  $2\Theta$  от 20 до 50 градусов.

При этом, диапазон  $2\Theta$  выбирается на основании угловых положений  $2\Theta$  рефлексов фаз, которые могут образовываться при окислении."

45 При чем получение рентгенограммы осуществляется в режиме асимметричной съемки, при фиксированном угле падения синхротронного излучения, равным 10°.

Соблюдение асимметричной съемки при фиксированном угле падения обеспечивает постоянство глубины слоя в многослойном покрытии, с которого получают информацию о фазовом составе.

Дополнительно после проведения исследований с использованием синхротронного излучения проводится оценка изменения параметров рельефа поверхности образцов с многослойным покрытием.

5 Оценка определения влияния циклических термических воздействий на многослойные покрытия нанесенные на подложку производится по алгоритму, включающему в себя метод синхротронного исследования и дополнительно проведение исследования рельефа поверхности образца (измерение шероховатости поверхности), и по полученным результатам исследований и их сравнения делаются выводы о целесообразности использования материала с многослойным покрытием в определенных условиях.

10 Многослойные покрытия CrN/ZrN, использующиеся для упрочнения обрабатываемой поверхности фрез, испытывают циклические тангенциальные и нормальные нагрузки при высоких температурах. Предлагаемый способ может быть использован для исследования фазового состава и структуры в многослойном покрытии CrN и ZrN в процессе циклического нагрева материала для принятия решения об использовании его при температурах и количествах циклов без деградации покрытия, а также выбора режимов нанесения покрытия.

#### КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

На фиг. 1 приведено схематичное изображение многослойного покрытия CrN/ZrN.

20 На фиг. 2 представлено РЭМ-изображение профиля исследуемого образца многослойного покрытия CrN/ZrN.

На фиг. 3 представлены рентгенограммы, произведенные при комнатной температуре после серии 10 циклов нагрева до температуры 500°C и охлаждения до комнатной температуры экспериментальных образцов с сформированными на поверхности стальной подложки многослойными покрытиями CrN/ZrN при разной скорости их формирования.

30 На фиг. 4 представлены рентгенограммы, произведенные при комнатной температуре после серии 20 циклов нагрева до температуры 550°C и охлаждения до комнатной температуры экспериментальных образцов с сформированными на поверхности стальной подложки многослойными покрытиями CrN/ZrN при разной скорости их формирования.

35 На фиг. 5 представлены рентгенограммы, произведенные при комнатной температуре после серии 40 циклов нагрева до температуры 550°C и охлаждения до комнатной температуры экспериментальных образцов с сформированными на поверхности стальной подложки многослойными покрытиями CrN/ZrN при разной скорости их формирования.

На фиг. 6 приведены снимки рельефа поверхности экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями CrN/ZrN после серии 10 циклов нагрева образца до температуры 500°C и охлаждения до комнатной температуры, А – 0,5 об/мин, Б – 3,5 об/мин, В – 5 об/мин, Г – 8 об/мин.

40 На фиг. 7 приведены снимки рельефа поверхности экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями CrN/ZrN после серии 20 циклов нагрева образца до температуры 550°C и охлаждения до комнатной температуры, А – 0,5 об/мин, Б – 3,5 об/мин, В – 5 об/мин, Г – 8 об/мин.

45 На фиг. 8 приведены снимки рельефа поверхности экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями CrN/ZrN после серии 40 циклов нагрева образца до температуры 550°C и охлаждения до комнатной температуры, А – 0,5 об/мин, Б – 3,5 об/мин, В – 5 об/мин, Г – 8 об/мин.

На фиг. 9 приведена зависимость шероховатости от скорости вращения



подложкодержателя при нанесении покрытия после разного количества циклов термического воздействия.

На фиг. 10 приведены схематически представленные стадии деградации покрытия под влиянием термического циклического воздействия: а) представлены образцы, у которых исследования с использованием синхротронного излучения показали отсутствие ухудшающих фазовых изменений, и шероховатость образца изменилась незначительно; б) представлены образцы, у которых испытания с использованием синхротронного излучения показали отсутствие ухудшающих фазовых изменений, но шероховатость образца изменилась существенно; в) представлены образцы у которых испытания с использованием синхротронного излучения показали наличие ухудшающих фазовых изменений, и шероховатость образца изменилась существенно.

### ОСУЩЕСТВЛЕНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В качестве экспериментальных образцов, подвергающихся циклическому нагреву в процессе проведения синхротронных исследований, использовали образцы с наноструктурированным многослойным покрытием CrN/ZrN, полученные на стальной подложке при разной скорости вращения подложкодержателя и стола по планетарной схеме напыления покрытий, показанной на фиг. 1. В вакуумной камере 1, образцы на вращающемся подложкодержателе 2 закрепляются на вращающемся столе 3. Камера откачивается турбомолекулярным насосом 4, подача нейтрального рабочего газа через плазменный источник 5 обеспечивает формирование рабочего давления в камере требуемого уровня. В каждом отдельно взятом испарителе было установлено по одному катоду из напыляемого материала (позиции 6 и 7), в нашем случае это были Cr (99,9%) и Zr (99,5%).

Образцы имеют наноструктурированное многослойное покрытие CrN/ZrN, состоящее из 35 слоев ZrN и 35 слоев CrN. Средняя толщина слоя ZrN равна  $67,7 \pm 7,4$  нм, для слоев CrN средняя толщина слоя равна  $64,1 \pm 6,4$  нм, общая толщина покрытия составляет 4,61 мкм, профиль образца показан на фиг.2. Светлые полосы являются слоями ZrN.

Размеры полученных образцов с многослойным покрытием были следующие: круг, диаметром 15 мм, толщиной 3 мм.

Рентгенограммы экспериментальных образцов CrN/ZrN были получены на установке синхротронного излучения в режиме асимметричной съемки с использованием стандартной длины волны в рентгеновском диапазоне ( $1,54 \text{ \AA}$ ). Съемка производилась для каждого режима получения покрытий, то есть для 0.5, 3.5, 5 и 8 об/мин, после 10, 20 и 40 циклов нагрева образца до температуры  $500^\circ\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры.

Получение рентгенограмм производилось в режиме асимметричной съемки, при фиксированном угле падения синхротронного излучения, равным 10 градусов, диапазон сканирования был выбран от 20 до 50 градусов при шаге сканирования 0,05 градуса.

Рентгенограммы представлены на фигурах 3, 4 и 5. На рисунках присутствуют фазы карбида вольфрама, что можно объяснить наличием его в подложке, на которую наносились покрытия, интенсивность рефлексов для данной фазы практически идентична для каждого покрытия. Также на рентгенограммах присутствуют фазы CrN и ZrN, интенсивность которых возрастает с уменьшением оборотов вращения подложки. Образцы с покрытиями, полученные со скоростями вращения подложкодержателя 8 об/мин и 5 об/мин, показали явное наличие в них фазы  $\beta$ -Zr. При увеличении количества циклов термического влияния из рентгенограмм следует, что не происходит значительных изменений в фазовом составе. Однако с повышением циклов термического влияния до 40 происходят очень заметные качественные изменения в многослойном

покрытии. Интенсивности рефлексов фаз ZrN заметно уменьшились для всех режимов получения многослойных покрытий, кроме 8 об/мин. Особенность этого режима нанесения покрытий – наличие фазы  $\beta$ -Zr, что положительно для данного покрытия. Однако, для каждой скорости вращения наблюдается появление фазы  $\text{CoWO}_4$ , что свидетельствует об окислении подложки на которую было нанесено покрытие, а, следовательно, говорит о значительном разрушении многослойного покрытия.

Снимки рельефа поверхности образцов проводили на конфокальном микроскопе Olympus LEXT4100.

На фиг. 6 приведены снимки рельефа поверхности экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями CrN/ZrN после серии 10 циклов нагрева образца до температуры  $500^\circ\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры, А – 0,5 об/мин, Б – 3,5 об/мин, В – 5 об/мин, Г – 8 об/мин. На фиг. 7 приведены снимки рельефа поверхности экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями CrN/ZrN после серии 20 циклов нагрева образца до температуры  $550^\circ\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры, А – 0,5 об/мин, Б – 3,5 об/мин, В – 5 об/мин, Г – 8 об/мин. На фиг. 8 приведены снимки рельефа поверхности экспериментальных образцов с сформированными на поверхности многослойными покрытиями CrN/ZrN после серии 40 циклов нагрева образца до температуры  $550^\circ\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры, А – 0,5 об/мин, Б – 3,5 об/мин, В – 5 об/мин, Г – 8 об/мин.

По снимкам рельефа можно заметить, что шероховатость образцов с многослойным покрытием увеличивается по мере увеличения количества циклов нагревания, что так же свидетельствует о деградации покрытия. Численное изменение значения шероховатости показаны в таблице 1 и на фиг. 9.

Таблица 1 – Шероховатость поверхности многослойных покрытий CrN/ZrN

Средняя шероховатость, мкм	0,5 об/мин	3,5 об/мин	5 об/мин	8 об/мин
10 циклов	0,063	0,112	0,108	0,191
20 циклов	1,342	0,900	0,497	0,397
40 циклов	1,267	1,217	0,982	0,574

Исходя из изменений, показанных на рентгенограммах, а также данных о изменении шероховатости, можно сделать вывод о том, что увеличение циклического температурного воздействия на многослойное покрытие, воздействует на него негативным образом, схематически представленном на фиг.10.

Полученные результаты исследований с помощью синхротронного излучения, а также дополнительного измерения шероховатости, показали следующее:

- все режимы нанесения покрытий могут быть применены для использования в течение 10 и 20 циклов термического циклирования при данных температурах, но при дальнейшем воздействии вплоть до 40 циклов термического циклирования материал многослойного покрытия деградирует, что следует из полученных рентгенограмм, на которых видны фазовые изменения, свидетельствующие о деградации многослойного покрытия CrN/ZrN;

- данные о шероховатости поверхности также свидетельствуют о деградации поверхности, однако стоит отметить, что увеличение скорости вращения подложкодержателя уменьшает среднее значение шероховатости поверхности многослойного покрытия после 20 и 40 циклов термического циклирования при температуре  $550^\circ\text{C}$ .

(57) Формула изобретения

1. Способ определения влияния циклических термических воздействий на характеристики многослойных покрытий с использованием синхротронного излучения, характеризующийся тем, что включает следующие этапы:

- размещение и фиксацию образца с многослойным покрытием на нагреваемый держатель в воздушной атмосфере,
  - экспонирование упомянутого образца путем воздействия монохроматического синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне методом асимметричной съемки при фиксированном угле падения в диапазоне углов  $2\theta$ , выбранном в зависимости от материала многослойного покрытия;
  - получение и запись рентгенограммы образца с многослойным покрытием посредством синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне при комнатной температуре;
  - проведение 10 циклов нагревания до температуры  $500^{\circ}\text{C}$  и охлаждения образца с многослойным покрытием до комнатной температуры,
  - получение и запись рентгенограмм при комнатной температуре образца с многослойным покрытием после серии 10 циклов нагрева образца до температуры  $500^{\circ}\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры,
  - проведение 20 циклов нагревания до температуры  $550^{\circ}\text{C}$  и охлаждения образца с многослойным покрытием до комнатной температуры,
  - получение и запись рентгенограмм при комнатной температуре образца с многослойным покрытием после 20 циклов нагрева образца до температуры  $550^{\circ}\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры,
  - проведение 40 циклов нагревания до температуры  $550^{\circ}\text{C}$  и охлаждения образца с многослойным покрытием до комнатной температуры,
  - получение и запись рентгенограмм при комнатной температуре образца с многослойным покрытием после 40 циклов нагрева образца до температуры  $550^{\circ}\text{C}$  и охлаждения до комнатной температуры,
- причем после каждой упомянутой серии циклов термического воздействия осуществляют оценку рентгенограмм на наличие фазовых изменений в поверхности образца, а именно возникновение фаз, отличных от исходного состояния, ухудшающих структурные характеристики образца с многослойным покрытием,
- а также дополнительно проводят оценку изменения параметров шероховатости образца с многослойным покрытием
- и окончательно осуществляют сравнение этих двух оценок, при этом
- если исследования с использованием синхротронного излучения показали отсутствие ухудшающих фазовых изменений, и шероховатость образца изменилась незначительно, то делают вывод о возможности использования подложки с многослойным покрытием в условиях аналогичных условиям проведенного циклического термического воздействия,
- если исследования с использованием синхротронного излучения показали отсутствие ухудшающих фазовых изменений, но шероховатость образца изменилась существенно, то делают вывод об ограниченной возможности использования стальной подложки с многослойным покрытием в условиях аналогичных условиям проведенного циклического термического воздействия,
- если исследования с использованием синхротронного излучения показали наличие ухудшающих фазовых изменений, и шероховатость образца изменилась существенно, то делают вывод о невозможности использования стальной подложки с многослойным покрытием в условиях аналогичных условиям проведенного циклического термического

воздействия.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что проверка наличия фазовых изменений в поверхности образцов, представляющих собой стальную подложку с многослойным покрытием системы CrN/ZrN, осуществляется с использованием синхротронного излучения в рентгеновском диапазоне излучения с шагом сканирования 0,05 градуса и диапазоне сканирования  $2\theta$  от 20 до 50 градусов.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что получение рентгенограммы осуществляют в режиме асимметричной съемки, при фиксированном угле падения синхротронного излучения, равном  $10^\circ$ .

15

20

25

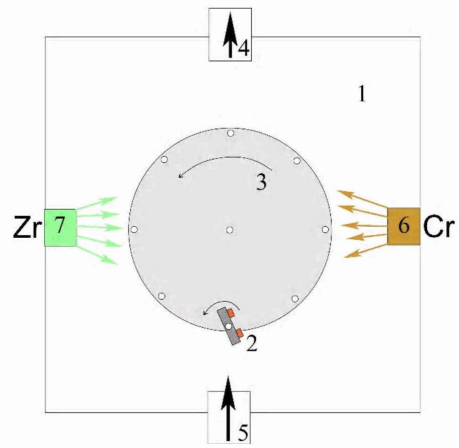
30

35

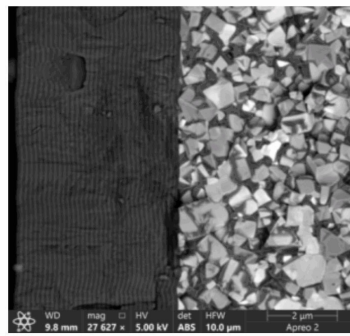
40

45

1

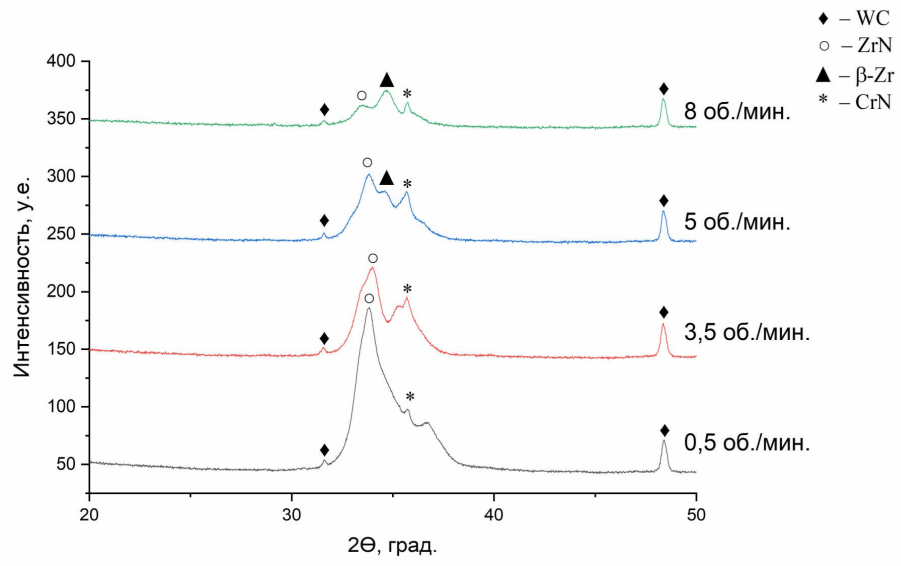


Фиг. 1

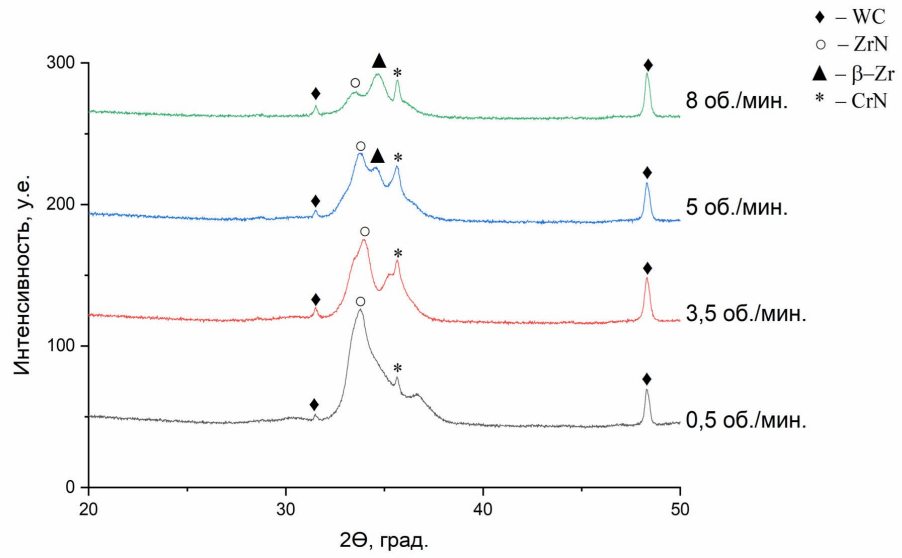


Фиг. 2

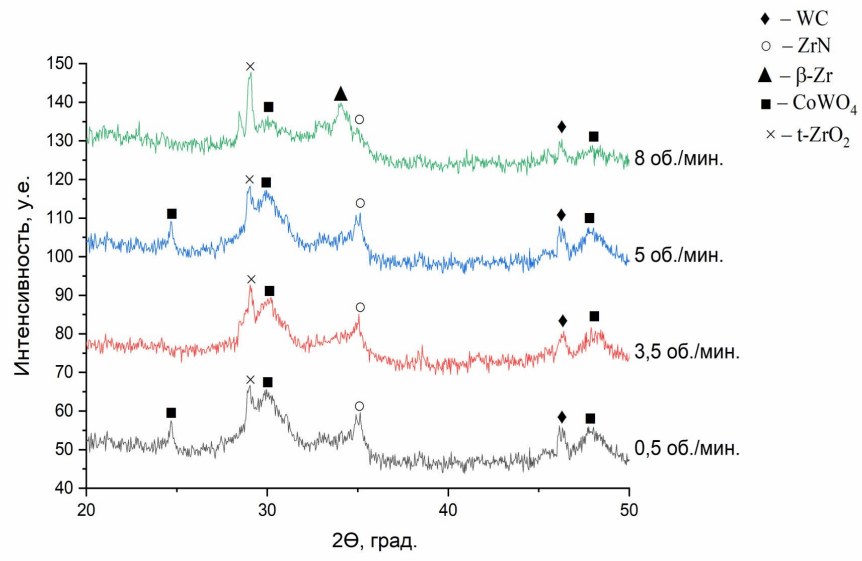
2



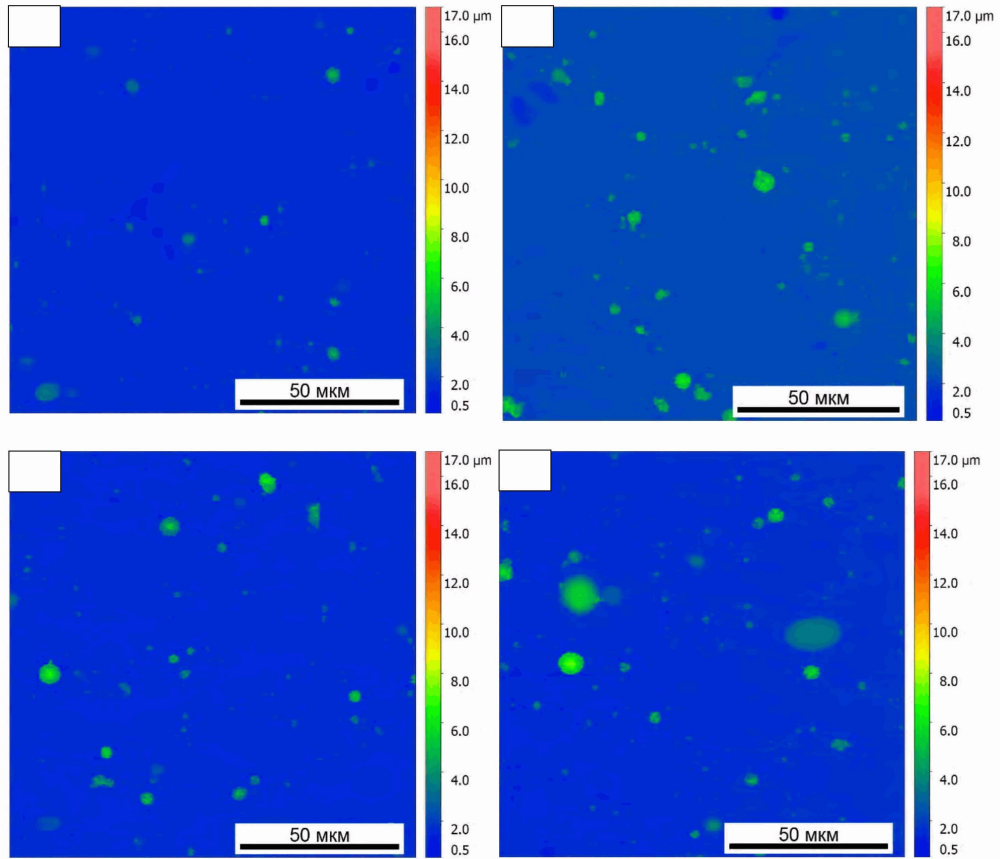
Фиг. 3



Фиг. 4

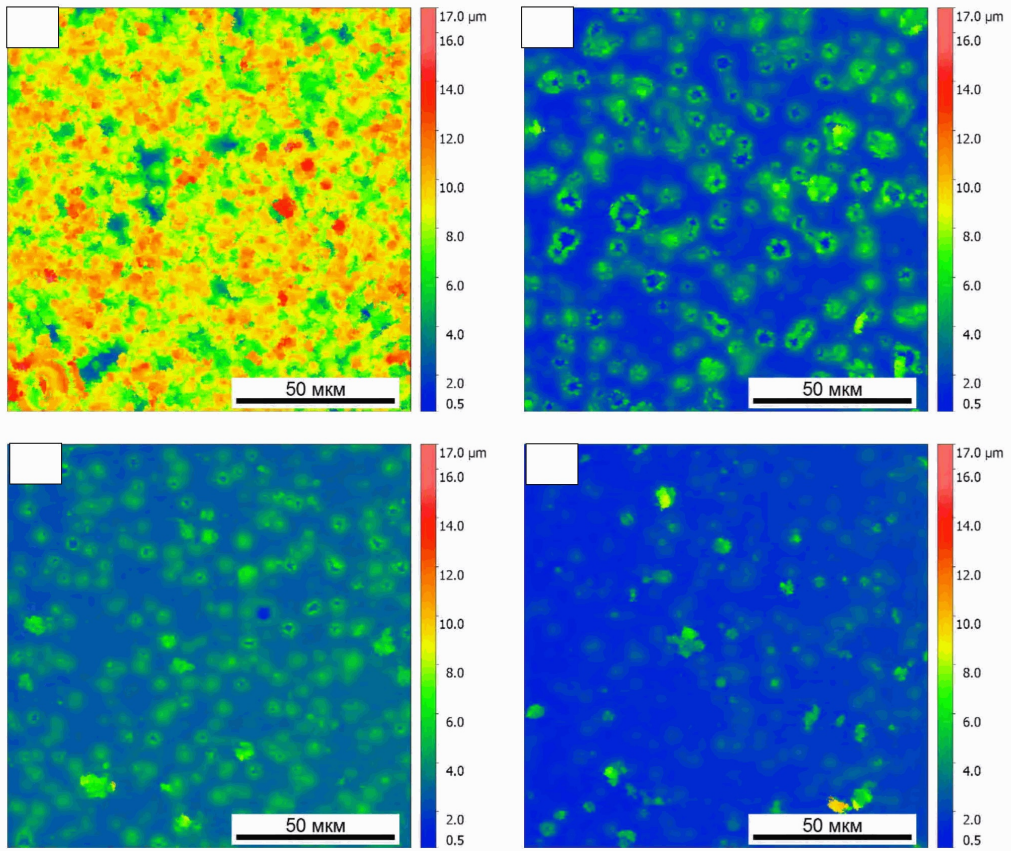


Фиг.5

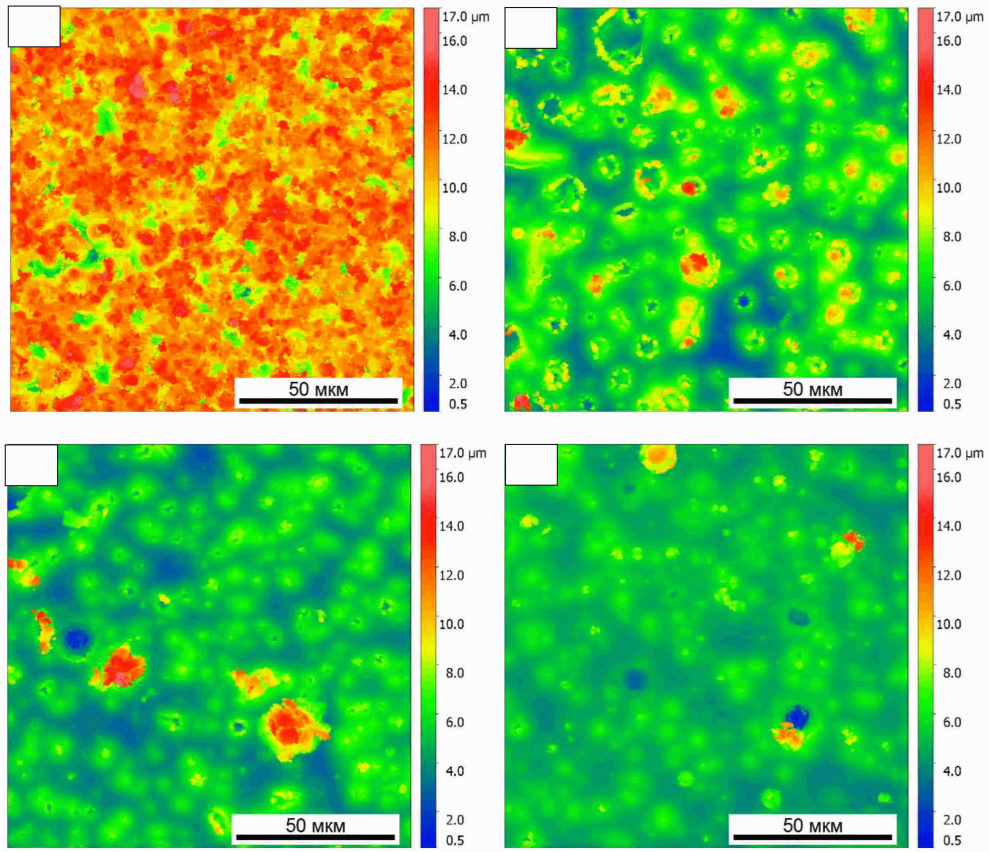


Фиг. 6

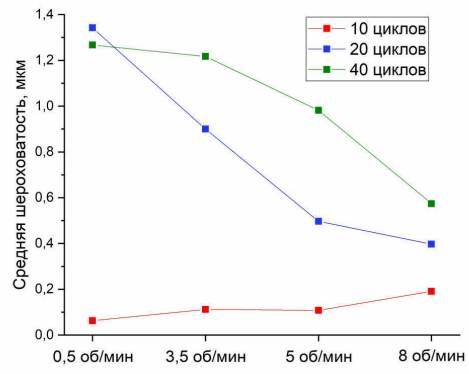




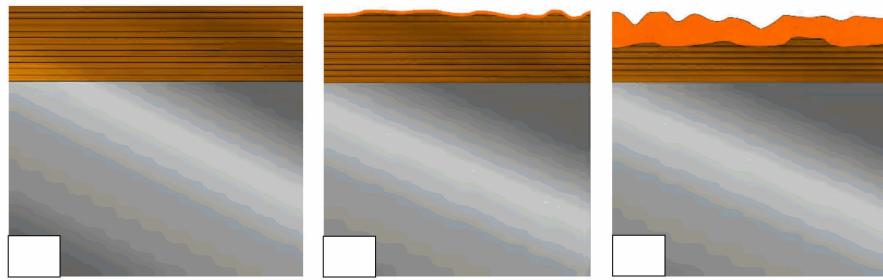
Фиг. 7



Фиг. 8



Фиг.9



Фиг. 10