

ВЛИЯНИЕ СООТНОШЕНИЯ Al/Ti НА СТРУКТУРУ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ Ti-Al-C-N, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

И.М. Климович¹⁾, В.А. Зайков¹⁾, Ф.Ф. Комаров¹⁾, Д.В. Жигулин²⁾, Н.Р. Гусейнов³⁾

¹⁾Белорусский государственный университет,

пр. Независимости 4, 220030 Минск, Беларусь, imklimovich@gmail.com,

²⁾ОАО «Интеграл», ул. Казинца И.П. 121А, 220108 Минск, Беларусь

³⁾Казахский национальный университет имени аль-Фараби,
пр. аль-Фараби 71, 050040 Алматы, Казахстан

Методами растровой электронной микроскопии и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа исследованы структура и элементный состав покрытий Ti-Al-C-N, сформированных методом реактивного магнетронного распыления с использованием мишеней с различным содержанием Al. Установлено, что тип структуры существенно зависит от соотношения Al/Ti. С помощью системы спектрофотометрического контроля выявлено, что наибольший коэффициент отражения соответствует покрытию с наименьшим соотношением Al/Ti = 0,32.

Введение

Покрyтия на основе карбонитридов переходных металлов, в частности Ti-Al-C-N, представляют интерес для науки и промышленности [1] в качестве защитных покрытий для инструментов, механизмов, космической техники и т.д. Целью настоящей работы являлось исследование влияния соотношения элементов Al/Ti в покрытии на структуру и оптические свойства.

Методика эксперимента

Покрyтия Ti-Al-C-N были сформированы методом реактивного магнетронного распыления с использованием установки УВН-2М, оснащенной магнетронным распылителем, ионным источником типа «Радикал», системами нагрева и подачи смещения на подложку и системой контроля расхода газов [2], которая позволяет автоматически регулировать подачу инертного и реактивного газов, используя сигналы обратной связи с оптического датчика и вакуумметра, и тем самым стационарно поддерживать неравновесное состояние магнетронного разряда. Напуск реактивного газа контролировался по интенсивности спектральной линии титана Ti I 506.5 нм, величина которой поддерживалась постоянной [2].

Перед напылением производилась очистка подложек с помощью ионного источника «Радикал», режим работы которого задавался следующими параметрами: давление аргона $P = 6.0 \cdot 10^{-2}$ Па; ток разряда $I = 20$ мА; напряжение разряда $U = 2.4$ кВ; время очистки $t = 5$ мин.

Процессы распыления производились с использованием мозаичных мишеней на основе Ti (110 мм) с алюминиевыми вставками, легированными Cu (4 %) и Si (1 %), расположенными по среднему диаметру зоны эрозии (67 мм). С целью изучения влияния соотношения Al/Ti на структуру и оптические свойства покрытий использовались три мишени различной геометрии: № 1 – 8 вставок Al диаметром 8 мм, № 2 – 8 вставок Al диаметром 10 мм, № 3 – 12 вставок Al диаметром 10 мм.

Пленки Ti-Al-C-N осаждались в атмосфере ар-

гон-азот-ацетилен при следующих режимах: давление $P = 7.0 \cdot 10^{-2}$ Па; ток разряда $I = 1.5$ А; напряжение на источнике питания U менялось в зависимости от мишени и составляло 445-448 В для № 1, 380-395 для № 2 и 395-410 В для № 3. Смещение на подложке $U_{см} = -150$ В; температура подложки $T = 440$ °С.

Элементный состав исследуемых покрытий определялся методом энергодисперсионного рентгеновского микроанализа с помощью электронного микроскопа Hitachi S-4800 и датчика рентгеновского излучения компании Princeton Gamma-Tech, Inc. Структура покрытий изучалась методом растровой электронной микроскопии.

Спектры отражения Ti-Al-C-N покрытий изучались с помощью системы спектрофотометрического контроля на базе малогабаритного монохроматора S-100.

Результаты и их обсуждение

В табл. 1 представлены результаты энергодисперсионного рентгеновского микроанализа покрытий Ti-Al-C-N на кремниевых подложках, из которых видно, что в карбонитридах присутствует небольшое количество кислорода, что может объясняться окислением поверхности пленок после выгрузки из вакуумной камеры.

Таблица 1. Элементный состав покрытий Ti-Al-C-N, осажденных с использованием различных мишеней

Элемент	Содержание элементов в образцах исследуемых Ti-Al-C-N покрытий, ат. %		
	№1	№2	№3
C	6.29	11.97	9.07
N	26.05	28.34	24.21
O	1.16	2.71	2.45
Mg	0.19	0.60	0.49
Al	15.87	28.69	38.68
Si	0.33	0.19	0.19
Ti	49.19	26.53	22.83
Cu	0.21	0.31	0.59
Ag	0.76	0.64	1.49
Количественные соотношения элементов в исследуемых покрытиях			
Al/Ti	0.32	1.08	1.69
(Al+Ti)/(N+C)	2.01	1.37	1.85

На рис. 1 представлены РЭМ-изображения сформированных покрытий на сколах, отображающие внутреннюю структуру исследуемых покрытий.

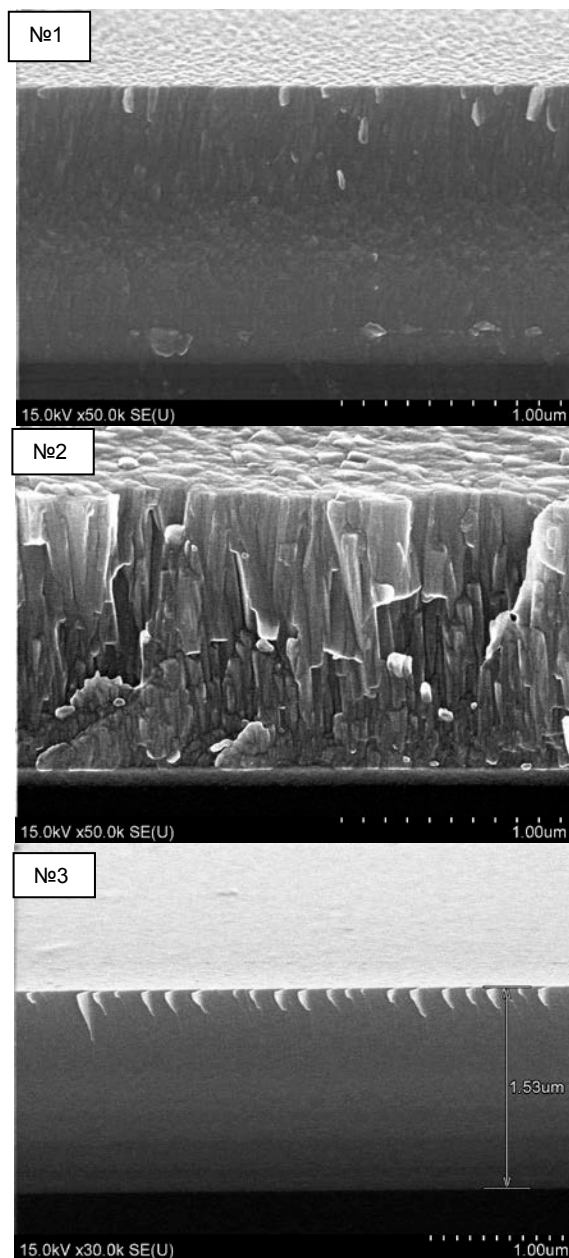


Рис. 1. Растровая электронная микроскопия сечений наноструктурированных покрытий Ti-Al-C-N

Как видно из рис. 1, для покрытия № 1 (с

наименьшим соотношением $Al/Ti = 0.32$) характерна смешанная структура: зернистая вблизи подложки с диаметром зерна от 20 до 50 нм, по мере роста пленки переходящая в столбчатую с диаметром столбцов от 30 до 70 нм. Образец № 2 имеет столбчатую структуру со средним диаметром столбцов от 20 до 55 нм. Структура образца № 3 (с наибольшим соотношением $Al/Ti = 1.69$) мелкозернистая. Толщина пленок составляла ~ 1.3-1.5 мкм.

На рис. 2 изображены графики зависимости коэффициента отражения от длины волны излучения для исследуемых образцов покрытий.

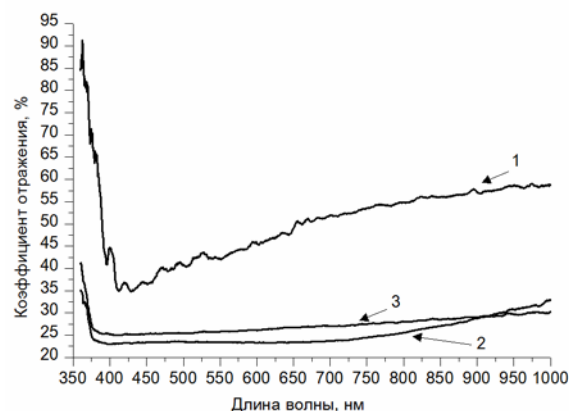


Рис. 2. Спектры отражения покрытий Ti-Al-C-N с различным элементарным составом

Наибольший коэффициент отражения (от 35 до 60 % в диапазоне 400-1000 нм) наблюдался у образца № 1 с наименьшим соотношением $Al/Ti = 0.32$. Коэффициенты отражения для образцов покрытий № 2 и № 3 в области 375-1000 нм находятся в пределах от 22 до 32 %.

Закключение

В результате проведенных исследований выявлено, что соотношение Al/Ti существенно влияет на тип структуры покрытий Ti-Al-C-N. Установлено, что наибольший коэффициент отражения соответствует покрытию с наименьшим соотношением $Al/Ti = 0.32$.

Список литературы

1. Zeng Y., Qiu Y., Mao X. et. al. // Thin Solid Films. 2015. No. 584. P. 283-288.
2. Burmakov, A.P., Kuleshov, V.N. // Journal of Applied Spectroscopy. 2007. V. 74. № 3. P. 459-463.

EFFECT OF Al/Ti RATIO ON THE STRUCTURE AND OPTICAL PROPERTIES OF Ti-Al-C-N COATINGS PRODUCED BY REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING

Iryna Klimovich¹⁾, Valery Zaikov¹⁾, Fadei Komarov¹⁾, Dmitry Zhygulin²⁾, Nazim Guseinov³⁾

¹⁾Belarusian State University, 4 Nezavisimosti ave., 220030 Minsk, Belarus, imklimovich@gmail.com

²⁾«Integral», 121 A Kazintsa str., 220108 Minsk, Belarus

³⁾al-Farabi Kazakh National University, 71 al-Farabi ave., 050040 Almaty, Kazakhstan

The structure and elemental composition of Ti-Al-C-N coatings formed by reactive magnetron sputtering method using targets with different Al contents were studied by scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray microanalysis. It was found that the structure type significantly depends on the Al/Ti ratio. By means of spectrophotometric systems it was revealed, that the largest reflection coefficient corresponds to the coating with the smallest ratio $Al/Ti = 0.32$.