

ФОРМИРОВАНИЕ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ TiAlCN МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ С ПОСЛЕДУЮЩИМ ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ОТЖИГОМ

А. И. Кукула, А. И. Вишневский

Белорусский государственный университет, г. Минск;

kukulaanton@gmail.com; b.boy.cherry@gmail.com;

науч. рук. – В. А. Зайков

В настоящей работе, на примере TiAlCN, рассмотрены структурные свойства нового класса покрытий – бинарных карбонитридов. Покрытия TiAlCN получали методом реактивного магнетронного распыления. В едином вакуумном цикле организованы процессы ионной очистки, нагрева подложек, подачи смещения и осаждения покрытий. Приведены результаты воздействия импульсной лазерной обработки (ИЛО) на структуру и элементный состав покрытий TiAlCN. Полученные закономерности структурных превращений в покрытиях TiAlCN до и после ИЛО могут быть использованы на предприятиях машиностроения для упрочнения режущего инструмента с целью повышения скорости резания и срока их службы.

Ключевые слова: магнетронное распыление; энергодисперсионный рентгеновский анализ; растровая электронная микроскопия; импульсная лазерная обработка.

ВВЕДЕНИЕ

Наноструктурные покрытия TiAlCN находят широкое применение для защиты поверхностей, подвергающихся воздействию высоких температур, агрессивных сред и различных видов износа. Определяющая роль в обеспечении механических свойств принадлежит поверхности изделия, а не объему. Поэтому в настоящее время особое внимание уделяется вопросам нанесения покрытий и их поверхностному упрочнению.

Методы реактивного магнетронного распыления позволяют успешно наносить покрытия с заданными свойствами [1, 2], а импульсная лазерная обработка (ИЛО) является эффективным способом модификации свойств тонкопленочных структур [3]. Модификация свойств материалов лазерным излучением по своей физической сути сводится к локальному термическому воздействию и определяется свойствами материала поверхности, плотностью энергии W и временем воздействия.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Покрытия TiAlCN формировались методами реактивного магнетронного распыления на установке УВН 2М, оснащенной магнетронным распылителем, ионным источником типа «Радикал», системами нагрева

и подачи смещения на подложку и системой контроля расхода рабочих газов, позволяющей стационарно поддерживать неравновесное состояние магнетронного разряда. Перед напылением производилась очистка кремниевых подложек с помощью ионного источника «Радикал». Покрытия TiAlCN формировались на кремниевых подложках распылением мозаичных мишеней на основе Ti (110 мм) с алюминиевыми вставками (8 вставок Al диаметром 10 мм по среднему диаметру 67 мм).

Элементный состав исследуемых покрытий TiAlCN определялся методом энергодисперсионного рентгеновского анализа с помощью электронного микроскопа Hitachi S 4800. Структура поверхности покрытий изучалась методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Режимы реактивного магнетронного распыления, такие как соотношение между азотом и ацетиленом N_2/C_2H_2 , ток разряда I , напряжение на источнике питания U , напряжение смещения на подложке $U_{см}$, температура подложки $T_{подл.}$, скорость осаждения v и толщина покрытий h (измерялась с помощью растровой микроскопии) указаны в таблице 1.

Таблица 1

Режимы осаждения и толщина покрытий TiAlCN. $p = 0,7$ Па

Образец	N_2/C_2H_2	U , В	I , А	$U_{см}$, В	$T_{подл.}$, °С	v , нм/мин	h , мкм
1	1/2	400	1,5	-	-	55,33	1,66
2	1/2	410	1,5	-200	-	54,33	1,63
3	1/2	410	1,5	-	380	79,66	2,39
4	1/4	425	1,5	-	-	77,66	2,33

Элементный состав TiAlCN покрытий, полученных в различных режимах осаждения, приведен в таблице 2.

Таблица 2

Элементный состав TiAlCN покрытий (энергодисперсионный анализ)

Образец	Элементное содержание, ат. %							Al/Ti	(Al+Ti)/(C+N)
	C	N	O	Al	Si	Ti	Cu		
1	19,87	17,27	9,93	24,53	0,29	26,90	0,62	0,91	1,38
2	26,26	19,17	3,11	22,47	0,34	27,10	0,54	0,83	1,09
3	31,63	26,43	3,92	16,18	0,26	20,88	0,46	0,77	0,64
4	36,44	17,87	3,99	16,89	0,29	23,75	0,49	0,71	0,75

Как видно из таблицы 2, в покрытиях TiAlCN соотношение между металлами Al/Ti и соотношение (Al+Ti)/(C+N) изменяются в зависимости от режима, что объясняется влиянием температуры и потенциала смещения на химические реакции атомов Ti и Al с реактивными газами N_2 и C_2H_2 на подложке. Доля легкой компоненты N и C уменьшается.

На рисунке 1 изображены результаты РЭМ исследуемых покрытий.

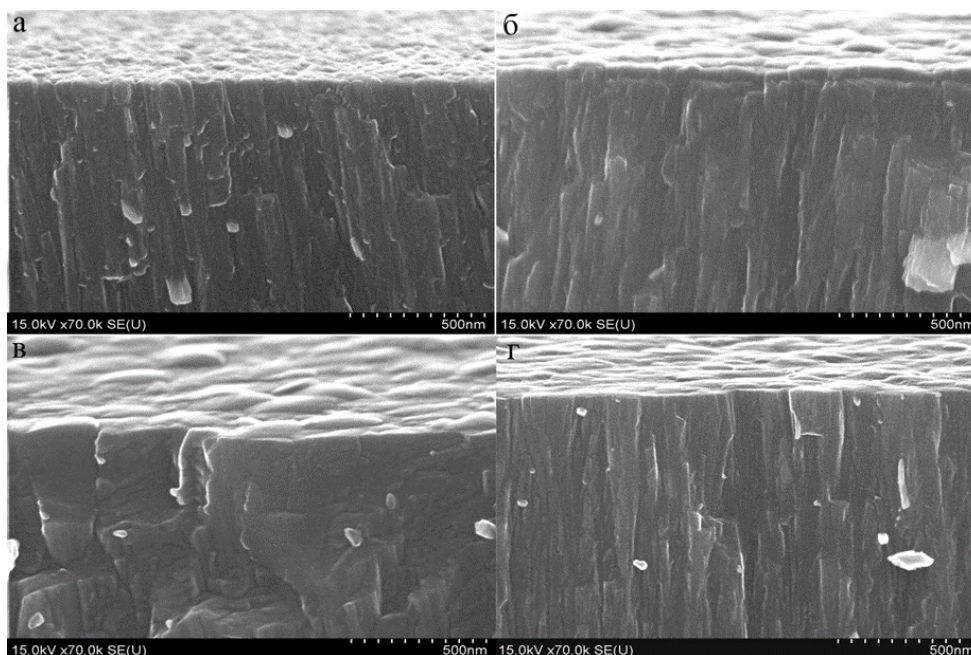


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности и сколов TiAlCN покрытий;
а – образец 1; б – образец 2; в – образец 3; г – образец 4.

Как видно из рисунка 1, для всех образцов характерна столбчатая структура, расширяющаяся по мере роста покрытия. Поверхность всех пленок является гладкой, поры и разрывы отсутствуют. Сравнивая размеры элементов структуры на сколах и поверхности покрытий, полученных в различных режимах осаждения, можно сделать вывод, что температура, потенциал смещения и увеличение расхода ацетилен в процессе осаждения приводят к увеличению диаметра столбцов в покрытиях. Наименьший диаметр столбцов соответствует образцу 1.

Импульсному лазерному отжигу ИЛО подвергали образцы, полученные в режиме осаждения 2. Результаты энергодисперсионного анализа покрытий TiAlCN, подвергнутых ИЛО показывают, что для всего диапазона значений W соотношение между металлами Al/Ti остается практически неизменным (отношение Al/Ti изменяется от 0,92 до 0,95), а отношение металлической компоненты к реактивной $(Al + Ti)/(C + N)$ увеличивается от 0,8 до 1,95. Сравнение элементного состава до и после проведения ИЛО с плотностью энергии $W=1,05$ Дж/см², показывает, что в покрытиях TiAlCN после отжига присутствует небольшое количество кислорода, вероятно, вследствие проведения процесса ИЛО на воздухе. Изменение компонентного состава покрытия TiAlCN можно объяснить преимущественным испарением более легких компонент N и C в процессе рекристаллизации при воздействии ИЛО, вследствие чего, отношение металлической компоненты $(Al + Ti)$ к реактивной $(C + N)$ растет.

На рисунке 2 представлены РЭМ микрофотографии поверхности и сколов покрытий TiAlCN, подвергнутых ИЛО при различной плотности энергии W .

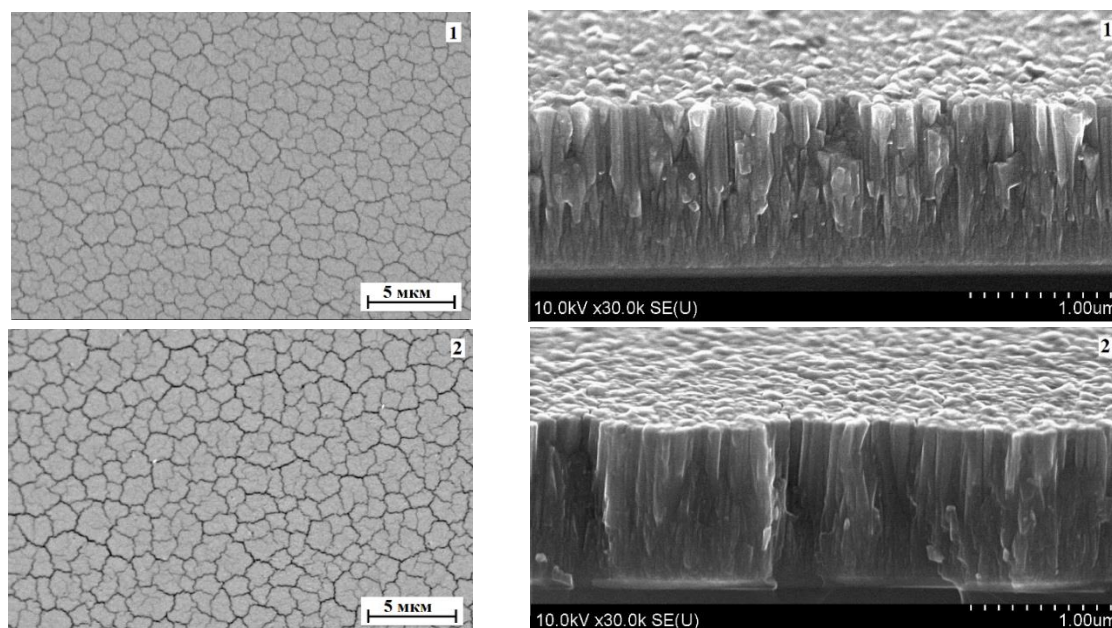


Рис. 2. Растровая электронная микроскопия поверхности (слева) и сколов (справа) покрытий TiAlCN, подвергнутых ИЛО при различных значениях W :

1 – $W = 0,65 \text{ Дж/см}^2$; 2 – $W = 0,80 \text{ Дж/см}^2$

Анализ структурных изменений поверхности после ИЛО показывает, что повышение плотности энергии W лазерного облучения приводит к формированию более развитой ячеистой структуре покрытий с меньшим средним размером ячеек. При плотности энергии W больше $0,65 \text{ Дж/см}^2$ появляется сетка микротрещин, что нежелательно для процесса лазерного упрочнения поверхности. Т.о. установлено пороговое значение плотности энергии W для процессов ИЛО покрытий TiAlCN, превышение которого приводит к необратимой деградации поверхности.

Библиографические ссылки

1. Структура и свойства твердых и сверхтвердых нанокompозитных покрытий / А. Д. Погребняк [и др.] // Успехи физических наук. 2009. Т. 179. № 1. С. 35–64.
2. Structure and Strength Effects in CVD Titanium Carbide and Titanium Nitride Coatings / W. Schintlmeiste [et. al.] // Journal Electrochem. Soc.: Solid-state science and technology. 1976. Vol. 23, № 6. P. 924–929.
3. Ивлев Г. Д., Гацкевич Е. И. Фазовые превращения, инициируемые в тонких слоях аморфного кремния наносекундным воздействием излучения лазера // Физика и техника полупроводников. 2003. Т. 37, № 5. С. 622–628.