

ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК КРЕМНИЯ НА СОСТАВ И СТРУКТУРУ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ TiAlSiN И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ

А. А. Михалёнок

s0rd3s@aol.com;

Научный руководитель — В. А. Зайков, старший преподаватель

Методом магнетронного распыления сформированы наноструктурные нитридные TiAlSiN покрытия. С помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДРС) проведены исследования элементного состава, а методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) их структуры. Полученные покрытия являются однородными, плотными и не содержат видимых дефектов по всей площади поверхности. Установлено, что микромеханические свойства TiAlSiN покрытий позволяют использовать их в машиностроении и изделиях космической техники.

Ключевые слова: магнетронное распыление; энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия; растровая электронная микроскопия; наноиндентирование.

ВВЕДЕНИЕ

Наноструктурные покрытия TiAlN с различным соотношением Ti/Al металлов, представляют большой интерес вследствие их высокой твердости, износостойкости и устойчивости к воздействию радиационного излучения. В работе [1] предложена концепция, согласно которой сверхтвердые покрытия могут быть сформированы добавлением кремния в TiAlN, что способствует образованию нанокомпозитных покрытий TiAl-SiN, состоящих из свободных от дислокаций нанокристаллитов размером до 20 нм, разделенных прослойкой аморфной фазы Si₃N₄ размером 1 – 3 нм. Настоящая работа посвящена практической реализации этой концепции.

ФОРМИРОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ TiAlSiN И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ

Покрытия TiAlSiN наносились методом реактивного магнетронного распыления на различные типы подложек: титан марки ВТ1-0, монокристаллический кремний Si (100), монокристаллический кремний с термически выращенным оксидом SiO₂. Для контроля и управления процессом реактивного магнетронного распыления использовался разработанный в лаборатории элионики НИИПФП им. Севченко модульный комплекс управления расходом газов (МКУРГ) [3]. С помощью МКУРГа стационарно поддерживался неравновесный режим

распыления мишени, характеризующийся величиной степени реактивности α [3]. Формирование покрытий TiAlSiN осуществлялось из двух композитных мишеней, изготовленных методом взрывного прессования. Состав мишени № 1: 46 ат. % Ti; 46 ат. % Al; 8 ат. % Si и мишени № 2: 69 ат. % Ti; 23 ат. % Al; 8 ат. % Si. Режимы осаждения и нумерация образцов покрытий приведены в таблице 1.

Таблица 1

Режимы осаждения и нумерация образцов покрытий TiAlSiN в соответствии с технологическими параметрами их формирования

Образец	1N1	1N2	1N3	2N1	2N2
Мишень	1	1	1	2	2
α	0,605	0,526	0,474	0,526	0,421
Ток разряда I , А	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Напряжение U , В	350–365	390–400	390–400	400–410	410–420
$U_{см}$, В	–150	–180	–200	–200	–200
$T_{подл.}$, °С	370	350	370	380	380

Морфология и микроструктура полученных покрытий TiAlSiN, а также их толщина исследовались методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием микроскопа Hitachi SU 3400 (Япония) в режиме вторичных электронов. Элементный состав исследуемых покрытий определялся методом ЭДРС. Микромеханические характеристики полученных покрытий исследовались методом наноиндентирования по методике Оливера и Фарра [4] на приборе NanoHardness Tester (NHT2) CSM Instruments (Швейцария), оснащенным алмазным индентором Берковича.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В таблице 2 по результатам обработки микрофотографий СЭМ и спектров ЭДРС представлены: компонентный состав, толщина, скорость осаждения покрытий TiAlSiN. Обнаружено, что в спектрах ЭДРС присутствуют менее 2 ат. % примесей О и Ar, попадающих в покрытие в процессе осаждения из остаточной атмосферы. Концентрация кремния в составе покрытий (около 8 ат %) примерно совпадает с концентрацией кремния в мишени. В таблицу 2 также добавлены результаты наноиндентирования – нанотвердость (Н) и значения приведенного модуля Юнга (E^*).

Из анализа таблицы 2 следует, что уменьшение степени реактивности α на 22 % от значения $\alpha = 0,605$ до величины $\alpha = 0,474$ для мишени 1 приводит к увеличению скорости формирования TiAlSiN покрытий на Si подложках на 85 %, при этом доля металлической компоненты (Ti+Al) в покрытии увеличивается на 47%; а для мишени 2 уменьшение степени

реактивности α на 20 % от значения $\alpha = 0,526$ до величины $\alpha = 0,421$ приводит к увеличению скорости формирования TiAlSiN покрытий на Si подложках только на 11 %, при этом доля металлической компоненты (Ti+Al) в покрытии увеличивается всего на 24 %.

Таблица 2

Степень реактивности (α), стехиометрия состава, толщина (h), время (τ) и скорость (v) осаждения нитридных TiAlSiN, а также нанотвердость (H) и приведенный модуль Юнга (E^*), полученные наноиндентированием

Образец	α	(Ti+Al), ат. %	(N+C), ат. %	(Ti+Al)/(N+C)	h , нм	τ , с	v , нм/с	H , ГПа	E^* , ГПа
1N1	0,605	39,08	52,62	0,74	1170	2520	0,46	28,74	384,58
1N2	0,526	47,42	42,52	1,12	1370	1860	0,74	35,97	335,85
1N3	0,474	45,56	43,13	1,06	1320	1560	0,85	39,52	324,97
2N1	0,526	48,70	43,86	1,11	880	1380	0,64	37,14	335,92
2N2	0,421	52,42	38,00	1,38	823	1440	0,57	48,99	378,13

На рисунке 1 а) и б) представлены СЭМ – микрофотографии поперечных сечений покрытий TiAlSiN на кремнии для режимов 1N1 и 2N1. Установлено, что полученные покрытия являются однородными, плотными, не содержат видимых дефектов по всей площади поверхности. Анализ совокупности СЭМ – микрофотографий для всех исследованных образцов показывает, что уменьшение степени реактивности α приводит к уменьшению размера зерен. Наибольший поперечный размер столбчатозеренной структуры наблюдается для образца 1N1.

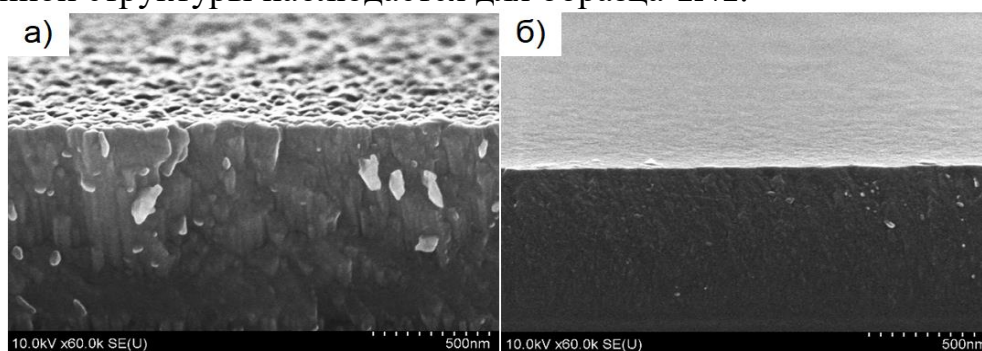


Рис. 1. СЭМ – микрофотографии поперечных сечений покрытий TiAlSiN на кремнии: а) 1N1 – степень реактивности $\alpha = 0,605$; б) 2N1 – степень реактивности $\alpha = 0,526$

На рисунке 2 представлены зависимости показателя ударной вязкости H/E^* и показателя сопротивления пластической деформации H^3/E^{*2} покрытия TiAlSiN от степени реактивности α . (данные таблицы 2). Нанотвердость сформированных покрытий варьируется в диапазоне $H = 28 - 49$ ГПа, а приведенный модуль Юнга – $E^* = 324 - 506$ ГПа.

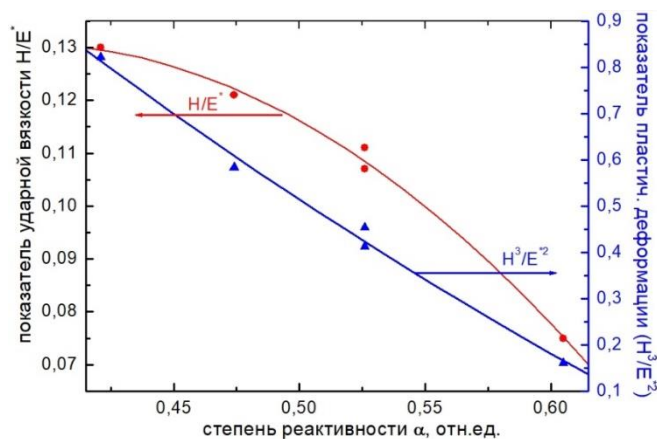


Рис. 2. Зависимость показателя ударной вязкости H/E^* и показателя сопротивления пластической деформации H^3/E^{*2} покрытия TiAlSiN от степени реактивности α

Нанотвердость сформированных покрытий варьируется в диапазоне $H = 28 - 49$ ГПа, а модуль Юнга – $E^* = 324 - 506$ ГПа. Покрытия TiAlSiN демонстрируют высокие показатели ударной вязкости $H/E^* = 0,08 - 0,13$ и сопротивления пластической деформации $H^3/E^{*2} = 0,16 - 0,82$. Микромеханические свойства сформированных наноструктурированных нитридных TiAlSiN покрытий позволяют использовать их в машиностроении и в изделиях космической техники [5].

Библиографические ссылки

1. Витязь П.А., Сви́дунович Н.А., Куис. Наноматериаловедение // Минск: Вышэйшая школа, 2015. 511 с.
2. Cavaleiro A., Hosson J. T. M. Nanostructured Coatings (Nanostructure Science and Technology) //Berlin, 2006. 648 p. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-48756-4>.
3. Gas flow control system in reactive magnetron sputtering technology / I.M. Klimovich [et al.] // Instruments and measurement methods, 2015, vol. 6, no. 2, P. 139–147.
4. Oliver, W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // Journal of Materials Research. 2004. Vol. 19, No. 1. P. 3-20.
5. Structural-phase states and micromechanical properties of nanostructured TiAlCuN coatings / S.V. Konstantinov [et al.] // Doklady of the National Academy of Sciences of Belarus, 2023, vol. 67, no. 2, pp. 101–110.