

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ ТОНКИХ ПЛЕНОК НИТРИДА ТИТАНА-АЛЮМИНИЯ

Лам Н. Н.

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
г. Минск, Республика Беларусь

Голосов Д. А. – канд. техн. наук, доцент

Проведены исследования микротвердости пленок нитрида титана-алюминия, нанесенных методом реактивного магнетронного распыления Ti-Al мозаичных мишеней с концентрацией алюминия 20%. Получена зависимость микротвердости от концентрации азота в Ar/N₂ смеси газов процессе нанесения пленок. Для концентрации азота в пленке имеется оптимум, при котором достигается максимальная твердость. Максимальная твердость НК 23.5 ГПа получена для пленок состава Ti₅AlN_{1.33}, которые имели соотношение Ti/Al 5:1 и недостаток азота.

Упрочняющие износостойкие покрытия должны обладать высокой износостойкостью и адгезией, низким коэффициентом трения, высокой стойкостью к окислению при повышенных температурах [1]. Покрытия Ti_xAl_(1-x)N_y практически не окисляются вплоть до температуры 800 °С [2]. Это обусловлено формированием при повышенных температурах на поверхности покрытия тонкого плотного слоя оксида алюминия, который выполняет роль диффузионного барьера [3]. Наряду с увеличением коррозионной стойкости легирование алюминием обеспечивает повышение его твердости и износостойкости покрытий на основе нитрида титана.

Метод распыления сплавных мишеней дает хорошие результаты в случае, когда возможно получение сплава или твердых растворов необходимых элементов. Однако в ряде случаев в состав наносимых слоев входят разнородные материалы с низкой взаимной растворимостью или большой разницей в температурах плавления. Составные или "мозаичные" мишени, состоящие из матрицы одного металла со вставками других металлов, позволяет получать многокомпонентные пленки с произвольным количеством и содержанием элементов при использовании одного магнетрона [4]. При этом распыление материала идет с одной мишени при одних и тех же условиях. Преимущество метода особенно проявляется в случаях, когда необходимо получить пленки, в состав которых входят элементы с низкой взаимной растворимостью или большой разницей в температурах плавления.

Вакуумная установка выполнена на базе вакуумного поста ВУ-2МП и схема приведена на рисунке 1. Подложки устанавливались на расстоянии 85 мм от поверхности мишени магнетрона. Камера была оборудована магнетронной распылительной системой (МРС) MAC-80 и ионным источником на основе ускорителя с анодным слоем (ИИ). Мозаичные мишени представляли собой Ti основу (99.5 % чистоты) Ø 80 мм и толщиной 5 мм в которую впрессованы четыре цилиндрических Al вставки (99.9 % чистоты). Вставка Ø8 мм равномерно распределены по диаметру 46 мм (рисунок 2).

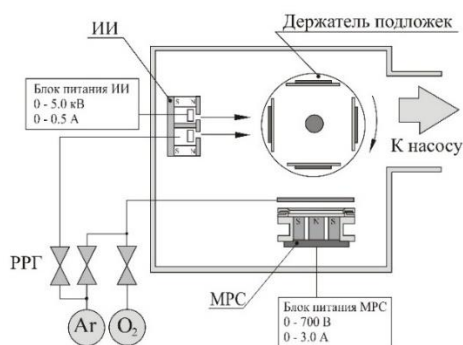


Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки для нанесения слоев нитрида титана-алюминия методом реактивного магнетронного распыления

Пленки Ti_xAl_(1-x)N_y наносились на подложки из полированной стали 12Х18Н10Т. Для процесса предварительной ионной очистки подложек, камера вакуумной установки откачивалась до остаточного давления 10⁻³ Па и рабочий газ Ar подавался ионный источник до рабочего давления 0.02 Па. Время очистки, энергия ионов и ток разряда во всех экспериментах было постоянным и составляло соответственно 5 мин (режим вращения подложкодержателя), 500 эВ, 70 мА соответственно.

Затем производилось нанесение слоев Ti_xAl_(1-x)N_y. В газораспределительную систему магнетрона подавались рабочие газы и контролировались автоматическими регуляторами расхода газа РРГ-1 (РРГ). Распыление мишени осуществлялось в Ar/N₂ смеси газов. Расход Ar составлял Q_{Ar} = 50 мл/мин. Расход азота изменялся от 0 до 20 мл/мин. Питание МРС осуществлялось с помощью источника питания постоянного тока мощностью 1.5 кВт. В процессе нанесения ток разряда магнетрона поддерживался постоянным I_t = 1.5 А. При этом напряжение разряда в зависимости от содержания N₂ в смеси газов и

используемой мишени изменялось от 395 до 503 В. Время нанесения изменялось в зависимости от скорости нанесения и составляло 15 – 25 мин. При этом толщина нанесенных пленок составляла 0.8 – 1.2 мкм.

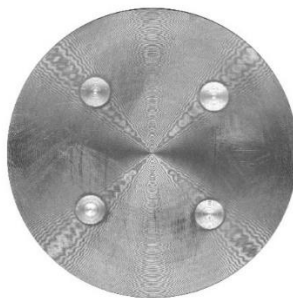


Рисунок 2 – Общий вид Ti-Al мозаичных мишеней для реактивного магнетронного нанесения пленок нитрида титана-алюминия TiAl-20

Микротвердость покрытий измерялась с помощью измерителя микротвердости Leika VMHT Mot. Для измерений использовался индентор Кнупа. Измерения производились при нагрузке индентора 10 г и времени сохранения нагрузки 15 с. При измерениях глубина проникновения индентора в пленку не превышала 30 % от толщины пленки, что исключало влияние деформации подложки.

На рисунке 3 представлена зависимость микротвердости нанесенных пленок от содержания азота в Ar/N₂ смеси газов в процессе нанесения. Твердость пленок первоначально увеличивалась, достигала максимума при определенной концентрации азота и далее снижалась. Так при распылении Ti мишени в среде Ar твердость пленки составляла около 10 ГПа. При увеличении концентрации азота в Ar/N₂ смеси газов твердость увеличивалась, достигала максимума 17 ГПа при Γ_{N_2} порядка 2 % и далее снижалась до 5.5 ГПа при $\Gamma_{N_2} = 9$ %. Максимальная твердость пленок достигала 23.5 ГПа при концентрации азота 9 %. Для сравнения микротвердость исходной подложки из нержавеющей стали 12X18H10T составляла 4.55 ГПа.

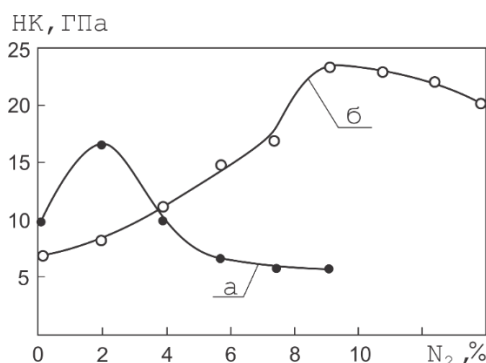


Рисунок 3 – Зависимость микротвердости по Кнупу пленок нитрида титана-алюминия от содержания азота в Ar/N₂ смеси газов при распылении мишеней различного состава: а – Ti, б – TiAl-20 (нагрузка 10 г)

Сравнение микротвердости полученных покрытий нитрида титана-алюминия с традиционным нитридом титана показывает, что легирование алюминием (20 %) позволяет увеличить износостойкость покрытий и практически на 40 % их микротвердость. В данном диапазоне Γ_{N_2} формировались пленки с недостатком азота состава Ti₅AlN_{1.33}.

Список использованных источников:

1. Inspektor A., Salvador P.A. Architecture of PVD coatings for metal cutting applications: a review // *Surface and Coatings Technology*. – 2014 (257), 138–153
2. Kawate M., Hashimoto A. K., Suzuki T. Oxidation resistance of Cr1-xAlxN and Ti1-xAlxN films // *Surface and Coatings Technology*. – 2003 (165), № 2, 163-167
3. Roos J. R., Celis J. P., Vancoille E., Veltrop H., Boelens S., Jungblut F., Ebberink J., Homberg H. Interrelationship between processing, coating properties and functional properties of steered arc physically vapour deposited (Ti, Al) N and (Ti, Nb) N coatings // *Thin Solid Films*. – 1990 (193–194), 547–556
4. Nakano J., Miyazaki H., Kimura T., Goto T., Zhang S. Thermal conductivity of yttria-stabilized zirconia thin films prepared by magnetron sputtering // *J. Ceram. Soc. of Jap.* – 2004 (112), S908–S911.