

## МЕТОД ФОРМИРОВАНИЯ БИНАРНЫХ НИТРИДОВ Ti-Al-N РЕАКТИВНЫМ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ С ОПТИЧЕСКИМ УПРАВЛЕНИЕМ

Зайков В.А., Комаров Ф.Ф., Бурмаков А.П., Климович, И.М., Кулешов В.Н., Людчик О.Р.

*Белорусский государственный университет*

*Минск, Республика Беларусь*

**Введение.** Процессы реактивного магнетронного нанесения покрытий обладают высоким потенциалом получения пленок химических соединений. Основной проблемой таких процессов являются невоспроизводимость состава покрытий при их формировании в «переходных» режимах горения магнетронного разряда. Эта проблема обусловлена неустойчивостью параметров разряда и химического состава осаждаемого потока. В то же время «переходные» режимы представляют значительный интерес для получения покрытий с широким диапазоном соотношения концентрации металлической и газовой компонент, а также получение приемлемой скорости их роста. Стабилизировать процесс распыления в «переходных» режимах можно стабилизацией состояния системы катод-плазма-подложка путем управления расходом реактивного газа. Наиболее эффективными методами управления реактивными магнетронными технологиями, подходящими для широкого круга процессов, являются методы, базирующиеся на оптической эмиссионной спектроскопии [1].

Основной задачей настоящей работы является определение параметров осаждения, позволяющих достичь высокой воспроизводимости химического состава пленок Ti-Al-N и их оптимальных физических свойств: твердости износостойкости и др.

**Метод формирования бинарных нитридов заданного состава.** В настоящей работе использовался одноканальный алгоритм управления, который сводится к регистрации и поддержанию на заданном уровне интенсивности одного контрольного спектрального элемента. В работе в качестве контрольного участка была выбрана атомная линия титана Ti 506,4 нм

Для осаждения покрытий использовался магнетронный распылитель с составным катодом, представлявшим собой титановую мишень с алюминиевыми вставками по диаметру зоны распыления. Использовались также источник питания постоянного тока и система управления расходом рабочих газов (аргон, азот), содержащая спектрометр S100. Система управления позволяла поддерживать давление в вакуумной камере путем управления расходом аргона, а также поддерживать химический состав осаждаемого потока путем управления расходом азота.

Режимы реактивного магнетронного нанесения задавались следующими параметрами: давление  $P = 5,4 \cdot 10^{-3}$  мм. рт. ст.; напряжение на ис-

точнике питания  $U = 300 - 320$  В; ток разряда  $I = 1,3 - 1,75$  А; смещение на подложке  $U = -90$  В; температура подложки  $T = 450$  °С.

**Экспериментальные результаты и их обсуждение.** Основным параметром, определяющим свойства пленок Ti-Al-N, является степень реактивности процесса. Степень реактивности  $\alpha$  определялась из спектроскопических характеристик разряда по формуле [1]:

$$\alpha = \frac{I_0 - I}{I_0 - I^*}, \quad (1)$$

где  $I_0$  - интенсивность атомной линии металла мишени ( $\lambda = 506,4$  нм);

$I$  - текущая величина интенсивности линии титана при осаждении;

$I^*$  - интенсивность линии металла для полностью азотированной мишени.

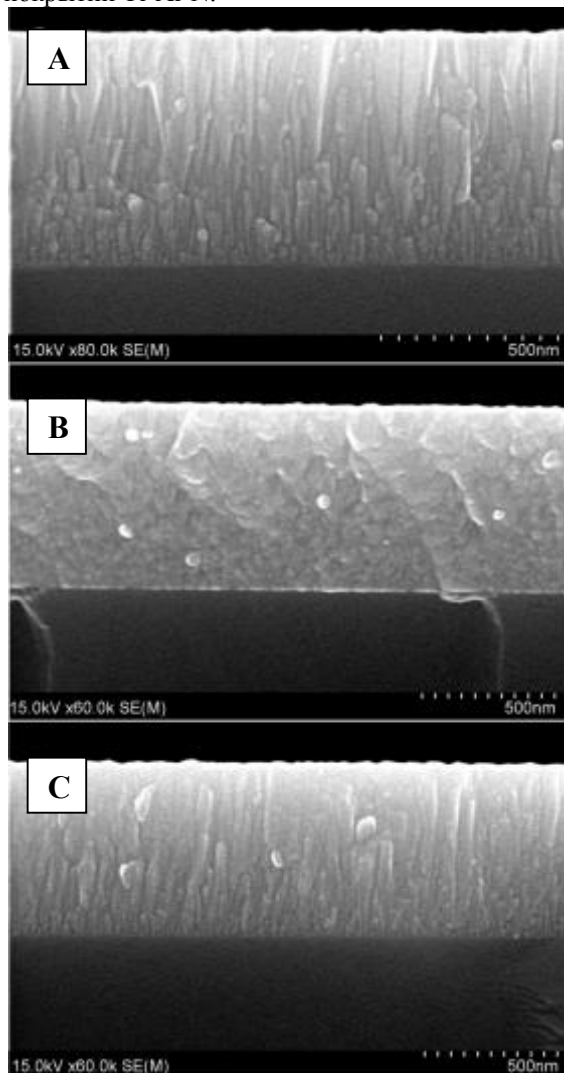
Исследовались пленки различного состава, полученные в результате напыления со степенями реактивности ( $\alpha = 0,48$ ,  $\alpha = 0,54$ ,  $\alpha = 0,58$ ). Время напыления выбиралось в соответствии с предъявляемыми требованиями к толщине покрытия. Некоторые пленки требовали напыления подслоя TiAl для улучшения адгезионных качеств покрытия.

Элементный состав пленочных структур исследовался методом резерфордского обратного рассеяния (РОР). Анализ спектров РОР покрытий Ti-Al-N, полученных при различном соотношении потоков частиц Ti и азота сводится к следующему положению. Кислород присутствует только в поверхностном слое. Так как толщина окисла достаточно мала (~ 30 нм), можно сделать вывод о том, что поверхность пленки окисляется под воздействием окружающей среды после выгрузки образцов из вакуумной камеры. Отношение Al/Ti в покрытии определяется степенью реактивности  $\alpha$ : Al/Ti = 0,51 ( $\alpha = 0,58$ ) и Al/Ti = 0,61 ( $\alpha = 0,53$ ). Значение  $\alpha = 0,53$  соответствует режиму с дефицитом азота в покрытии,  $\alpha = 0,58$  - стехиометрическому составу, а  $\alpha = 0,65$  - избытку азота в покрытии.

Толщина покрытий измерялась с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) марки Hitachi S-4800 на сколах образцов и составляла 680 - 720 нм. Скорость напыления пленок Ti-Al-N при различном содержании азота в смеси рабочих газов отличается и составляет: для  $\alpha = 0,65$  (68 нм/мин); для  $\alpha = 0,58$  (70 нм/мин) и для  $\alpha = 0,53$  (72 нм/мин).

На рис. 1 представлены фотографии сечений

покрытий Ti-Al-N.



A -  $\alpha = 0,53$ , B -  $\alpha = 0,58$ , C -  $\alpha = 0,65$

Рисунок 1 - Фотографии сечений покрытий Ti-Al-N

Для пленок с избытком и дефицитом азота (фотографии А и В) характерна столбчатая структура. В покрытиях стехиометрического состава (фотография С) столбчатая микроструктура переходит в глобулярную микроструктуру. Превращение столбчатой микроструктуры в глобулярную объясняется как трансформация однофазной системы в двухфазную. В случае пленки с глобулярной структурой формируется двухфазная пленка из смеси зерен TiN с ГЦК структурой и AlN с гексагональной решеткой типа вюрцита.

Измерение микротвёрдости покрытий на ос-

нове Ti-Al-N проводилось на твердомере DuraScan 20. С целью учета влияния толщины покрытия на регистрируемые значения микротвёрдости измерения проводились при разных нагрузках: 0,98; 0,49; 0,24 и 0,09 Н. Результаты измерений микротвёрдости покрытий, полученных при различных степенях реактивности  $\alpha$ , представлены в табл. 2.

Таблица 1 – Измерений микротвёрдости (ГПа)

Подложка	$\alpha$	Нагрузка Р, Н			
		0,09	0,24	0,49	0,98
сталь 12Х18Н10Т	0,65	11,02	5,39	3,26	2,80
	0,58	19,71	16,97	10,45	3,58
	0,53	15,56	13,19	8,47	3,27

По сравнению с микротвёрдостью подложки (3,59 ГПа), значения Н для нанесенных в стехиометрическом режиме покрытий увеличивается в 5,48 раз. Как следует из таблицы 1, величина микротвёрдости значительно зависит от условий нанесения. Наилучшие показатели твердости при умеренной нагрузке (Н изменяется от  $\sim 11$  до  $\sim 20$  ГПа) соответствуют стехиометрическому режиму нанесения со степенью реактивности  $\alpha = 0,58$ .

**Вывод.** Проведенные исследования показали, что структура и механические свойства покрытий существенно зависят от условий их напыления. Пленки Ti-Al-N с дефицитом или избытком азота имеют столбчатую структуру, в то время как пленки стехиометрического состава имеют глобулярную структуру; установлено, максимальное значение твердости (19,7 ГПа) соответствуют пленкам с глобулярной структурой стехиометрического состава. Таким образом, полученные экспериментальные результаты доказывают возможность эффективного использования защитных покрытий Ti-Al-N в промышленности, включая режущие инструменты и иную оснастку для металлообработки.

1. Бурмаков, А.П. Спектроскопическая система контроля расхода газов и содержания примесей в процессе магнетронного осаждения пленок / А.П. Бурмаков, В.Н. Кулешов // Журнал прикладной спектроскопии. – 2007. – Т. 74. № 3. – С. 412 – 416.