

## ФИЗИКА

УДК 621.762:71; 539.216; 538.951-405

Член-корреспондент Ф. Ф. КОМАРОВ, И. М. КЛИМОВИЧ,  
В. А. ЗАЙКОВ, В. В. ПИЛЬКО

**КОНТРОЛИРУЕМОЕ НАНЕСЕНИЕ Ti-Al-N ПОКРЫТИЙ  
МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ**

Белорусский государственный университет, Минск

Поступило 15.09.2014

**Введение.** Благодаря низкому коэффициенту трения, повышенной твердости и термостойкости, а также стойкости к окислению, пленки Ti-Al-N увеличивают срок эксплуатации изделий и улучшают их механические свойства [1; 2]. Именно поэтому Ti-Al-N покрытия являются коммерчески привлекательными для многих приложений промышленности.

Большинство выполненных до сих пор работ по нанесению Ti-Al-N покрытий выполнялось методом катодно-дугового осаждения [3; 4]. Целью этих исследований было определение оптимальных режимов, обеспечивающих однородность слоев по поверхности подложки и максимальное устранение капельной фракции. Однако полностью устранить капельную фракцию и обеспечить высокую гомогенность поверхности этим методом не удастся. В связи с этим для получения покрытий Ti-Al-N в настоящей работе использовался метод реактивного магнетронного распыления. Однако процесс магнетронного распыления неустойчив и для высокой воспроизводимости элементного состава пленок требует управления расходом газов в реальном времени. Способ контроля магнетронного нанесения, используемый в данной работе, заключается в стационарном поддержании неравновесного процесса с помощью прибора спектрального управления.

В качестве экспериментального подтверждения эффективности использования покрытий Ti-Al-N в промышленности в настоящей работе выполнено исследование элементного состава, микроструктуры, коэффициента трения и твердости полученных покрытий.

**Методика нанесения пленочных структур.** Получение необходимой структуры и химического состава покрытий осуществляется обычно подбором режимов осаждения, таких как парциальное давление рабочей газовой смеси, температура и отрицательное напряжение смещения подложки.

Непосредственно перед напылением была проведена ионная очистка подложек. Выбран следующий режим работы ионного источника «Радикал»: рабочее давление  $P = 4,5 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.; ток разряда  $I = 20$  мА; напряжение разряда  $U = 2,4$  кВ; время очистки  $t = 5$  мин. Выбор параметров разряда и времени очистки обусловлен стабильным горением разряда, а также распылением адсорбированного слоя и частично подложки, что значительно увеличивает адгезию пленки к подложке.

Процесс распыления проводили с использованием составной мишени (110 мм) на основе Ti с цилиндрическими Al вставками (6 мм), расположенными по среднему диаметру зоны эрозии. Среднее значение диаметра зоны эрозии составляет 84 мм. Площадь алюминиевых вставок в зоне эрозии составляла примерно 76 %.

Режимы реактивного магнетронного нанесения: давление  $P = 5,4 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст.; напряжение на источнике питания  $U = 300-320$  В; ток разряда  $I = 1,3-1,75$  А; смещение на подложке  $U = -90$  В; температура подложки  $T = 450$  °С. Время напыления выбиралось в соответствии

с предъявляемыми требованиями к толщине покрытия. Некоторые пленки требовали напыления подслоя TiAl для улучшения адгезионных качеств покрытия.

В рассматриваемом случае управление расходом аргона осуществлялось с помощью обратной связи между выходным сигналом вакуумметра и сигналом на натекаТЕЛЬ аргона, что позволяло поддерживать в вакуумной камере требуемую величину полного давления смеси газов аргон–азот. Контроль и управление напуском реактивного газа проводили с помощью прибора спектрального управления, который позволял для заданного значения мощности разряда поддерживать постоянное соотношение потоков распыленных атомов Ti и Al и потока азота на подложку [5]. Для управления расходом азота использовалась зависимость характеристик спектра оптического излучения разряда от содержания азота в вакуумной камере. В качестве параметра контроля использовалась линия титана TiII 506,5 нм, величина интенсивности которой связана со степенью реактивности  $\alpha$  [6].

**Исследование свойств полученных покрытий.** Элементный состав сформированных пленочных структур исследовался с помощью метода резерфордовского обратного рассеяния (ROP) с использованием ускоренных ионов гелия с энергией 1,2 МэВ на ускорительном комплексе AN-2500 фирмы HVEE. Обработка спектров ROP выполнялась с использованием программных комплексов HEAD и SIMNRA. В табл. 1 приведены количественные соотношения элементов в покрытии Ti-Al-N, полученных при различном соотношении потоков частиц распыляемой мишени и азота.

Т а б л и ц а 1. Количественные соотношения элементов в покрытии при нанесении в различных режимах

$\alpha$	Глубина, $\times 10^{-15}$ ат/см <sup>2</sup>	Ti, %	Al, %	N, %	O, %	Al/Ti	N / (Al + Ti)
0,58	350	33	17	11	39	0,51	0,22
	2850	33	17	50	0	0,51	1
0,53	400	31	19	10	40	0,61	0,2
	2650	31	19	50	0	0,61	1

Из данных табл. 1 следует, что 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.

Толщина покрытий измерялась с помощью растрового электронного микроскопа 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 отличалась и составляла: для  $\alpha = 0,65$ –67,6 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. Для пленок с избытком и дефицитом азота характерна столбчатая структура. В покрытиях стехиометрического состава столбчатая микроструктура переходит в глобулярную микроструктуру. Превращение столбчатой микроструктуры в глобулярную объясняется в [6] 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).

Для изучения трибомеханических характеристик покрытий был применен метод исследования износостойкости при трении в паре «диск–плоскость» с материалом диска из нержавеющей

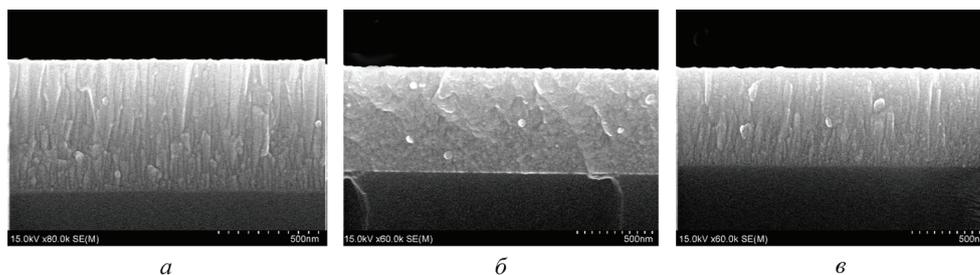


Рис. 1. Сечения Ti-Al-N покрытий с различным содержанием азота: а –  $\alpha = 0,48$ , б –  $\alpha = 0,54$ , в –  $\alpha = 0,58$

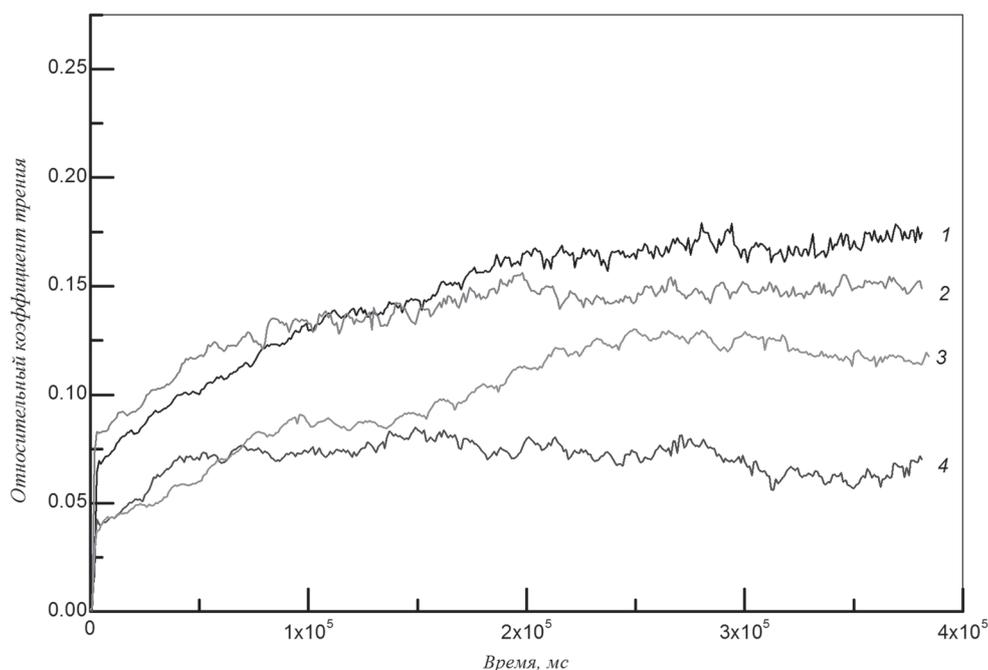


Рис. 2. Зависимость коэффициента трения от времени испытания для пленок Ti-Al-N с различным содержанием азота: 1 – нержавеющая сталь; 2 –  $\alpha = 0,65$ ; 3 –  $\alpha = 0,53$ ; 4 –  $\alpha = 0,58$

стали 12X18H10T. На рис. 2 представлена зависимость относительного коэффициента трения от времени нагрузки. Исследования проводились при следующих параметрах: время испытаний – 400 с, нагрузка – 5 г. Образец со стехиометрическим покрытием показал уменьшение относительного коэффициента трения в 3 раза по сравнению с относительным коэффициентом трения подложки из нержавеющей стали.

Измерение микротвердости покрытий на основе Ti-Al-N проводилось на твердомере DuraScan 20. С целью учета влияния толщины покрытия на регистрируемые значения микротвердости измерения проводились при разных нагрузках: 0,98; 0,49; 0,24 и 0,09 Н.

В рассматриваемом случае большое влияние на процесс измерения твердости и величину регистрируемой данным методом твердости оказывает состояние поверхности подложки и ее состав. Можно предположить, что использование в качестве подложек твердосплавных материалов (ВК-20, ТК-15) приведет к дополнительному увеличению регистрируемого значения твердости системы покрытие–подложка в 1,5–2 раза.

Результаты измерений микротвердости покрытий, полученных при различных степенях реактивности  $\alpha$ , представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2. Результаты измерений микротвердости покрытий (ГПа)

Подложка	$\alpha$	Нагрузка $P$ , Н			
		0,09	0,24	0,49	0,98
Сталь 12X18H10T	0,65	11,020	5,390	3,260	2,800
	0,58	19,706	16,964	10,452	3,584
	0,53	15,562	13,188	8,472	3,268

По сравнению с микротвердостью подложки (3,594 ГПа), значения Н для нанесенных в стехиометрическом режиме покрытий увеличиваются в 5,48 раз.

Как следует из данных табл. 2, величина микротвердости значительно зависит от условий нанесения. Наилучшие показатели твердости при умеренной нагрузке (Н изменяется от ~11 до ~20 ГПа) соответствуют стехиометрическому режиму нанесения со степенью реактивности  $\alpha = 0,58$ .

**Заключение.** Проведенные исследования показали, что структура и механические свойства покрытий существенно зависят от условий их напыления. Пленки Ti-Al-N с дефицитом или из-

бытком азота имеют столбчатую структуру, в то время как пленки стехиометрического состава имеют глобулярную структуру; установлено, что наименьший относительный коэффициент трения покрытий (в 3 раза меньше, чем у нержавеющей стали) и 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.

### Литература

1. Комаров Ф. Ф., Константинов С. В., Пилько В. В. // Трение и износ. 2014. № 3. С. 293–303.
2. Cavaleiro A., De Hosson J. T. // Nanostructured Coatings. Berlin: Springer-Verlag, 2006.
3. Погребняк А. Д., Шпак А. П., Азаренков Н. А., Береснев В. М. // Успехи физ. наук. 2009. Т. 179, № 1. С. 35–64.
4. Белоус В. А., Васильев В. В., Лучанинов А. А. и др. // ФИП. 2009. Т. 7, № 3. С. 216–222.
5. Бурмаков А. П., Зайков В. А., Лабуда А. А., Черный В. Е. // Журн. прикладной спектроскопии. 1996. Т. 63, № 6. С. 1049–1053.
6. Бизюков А. А., Кашаба А. Е., Середа К. Н. // Письма в ЖТФ. 1997. Т. 23. С. 69–73.
7. Музил И. // Физические и механические свойства твердых нанокompозитных пленок, получаемых реактивным магнетронным напылением. Наноструктурные покрытия. М., 2011.

*F. F. KOMAROV, I. M. KLIMOVICH, V. A. ZAIKOV, V. V. PILKO*

imklimovich@gmail.com

### FORMATION OF Ti-AL-N COATINGS BY CONTROLLED REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING

### Summary

Ti-Al-N films were synthesized by a reactive magnetron sputtering to investigate the effects of sputtering conditions on the microstructure and mechanical properties. The deposited coatings were characterised by RBS (Rutherford backscattering spectroscopy), scanning electron microscopy and microindentation. Results show that deposition parameters have a large influence on the hardness of deposited coatings and their microstructure. It was revealed that the high hardness and low friction coefficient are corresponded to films with globular microstructure.