

**ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ Si-Al-N,  
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО НАПЫЛЕНИЯ**

А.Г. Першукова<sup>2</sup>, Е.В. Рыбалко<sup>1</sup>

Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. И.А. Божко<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: [nastya77.09@mail.ru](mailto:nastya77.09@mail.ru)

**STUDY OF OPTICAL PROPERTIES OF Si-Al-N COATINGS OBTAINED BY MAGNETRON  
SPUTTERING**

A.G. Pershukova<sup>2</sup>, E.V. Rybalko<sup>1</sup>

Scientific Supervisor: Ph.D., associate professor I.A. Bozhko<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS, Russia, Tomsk, av. Academicheskii, 2/4, 634055

<sup>2</sup>Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin av., 30, 634050

E-mail: [nastya77.09@mail.ru](mailto:nastya77.09@mail.ru)

**Abstract.** *The results of the investigation of structural-phase state and optical properties of the coatings on the basis of Si-Al-N, deposited on quartz glass by pulsed magnetron sputtering were presented. The transmission spectra of formed coating in the range of 190-1100 nm were produced. Refractive index and the thickness of the Si-Al-N coating using transmission spectra and also the refractive index dispersion were determined.*

В настоящий момент весьма актуальной является проблема создания сверхтвердых защитных покрытий, обладающих оптической прозрачностью в видимом диапазоне спектра. В качестве таких защитных покрытий могут быть использованы покрытия на основе системы Si-Al-N. Однако свойства вышеуказанных покрытий в значительной степени определяются условиями их формирования в процессе магнетронного напыления [1]. Цель данной работы заключалась в исследовании структурно-фазового состояния и оптических свойств покрытий Al-Si-N различной толщины, полученных методом импульсного магнетронного напыления.

В качестве подложек для нанесения покрытий состава Si-Al-N использовали кварцевые полированные стекла марки КВ. Покрытия наносили методом импульсного магнетронного напыления на вакуумной установке УВН-05МД «КВАНТ». Питание магнетрона осуществлялось от импульсного биполярного источника питания частотой 50 кГц, мощность магнетрона достигала 1,2 кВт. Отношение парциальных давлений азота и аргона 1:3. Предварительный нагрев подложки осуществлялся при  $T=560\pm 15$  К. Единственным варьируемым параметром в ходе магнетронного напыления являлась длительность процесса осаждения (см. табл. 1), что позволило формировать покрытия различной толщины (см. табл. 2).

Таблица 1

Результаты исследования покрытий Si-Al-N методом РСА

Покрытие	Время напыления, мин	Параметры кристаллической решетки AlN (ГПУ)		Объем элем. ячейки, Å <sup>3</sup>	Размер ОКР, нм
		a, Å	c, Å		
SiAlN-1	90	3,0818	4,9705	40,883	10
SiAlN-2	240	3,0889	4,9354	40,780	12
SiAlN-3	320	3,0793	4,9441	40,600	20

Элементный состав покрытий определяли с помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализатора (МРСА) INCA-Energy (Oxford Instruments), встроенного в сканирующий электронный микроскоп LEOEVO-50XVP. Толщина формируемых покрытий определялась гравиметрическим методом. Структурно-фазовое состояние образцов исследовали методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 в Co-K $\alpha$  излучении. Для оценки областей когерентного рассеяния (ОКР) использовали формулу Дебая–Шеррера. Спектры светопропускания покрытий Al-Si-N получены с помощью спектрофотометра СФ-256 УВИ (ЛОМО Фотоника) в спектральном диапазоне 190–1100 нм. В качестве эталона использовали подложку из кварцевого стекла марки КВ.

По данным МРСА выбранные условия магнетронного осаждения позволили сформировать на поверхности кварцевого стекла марки КВ покрытия Si-Al-N различной толщины, характеризующихся соотношением атомов Al:Si=3. Результаты исследования методом РФА показали, что все формируемые на поверхности кварцевых подложек покрытия содержат в своем составе единственную фазу: нитрид алюминия (AlN) с ГПУ-решеткой (см. табл. 1). Размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) кристаллической фазы AlN (ГПУ), рассчитанные для отражения (002), представлены в табл. 1.

На рис. 1 приведены спектры светопропускания кварцевых стекол без покрытия и с покрытиями различной толщины в ультрафиолетовой (УФ,  $\lambda=190-380$  нм) и видимой (ВО,  $\lambda=380-780$  нм) областях спектра. Видно, что исходное кварцевое стекло (рис. 1, кривая 4) характеризуется высокой степенью прозрачности: коэффициент светопропускания в ВО и УФ областях спектра составляет 91 % и 80 %, соответственно. При исследовании оптических спектров пропускания образцов кварцевого стекла с покрытиями SiAlN различной толщины было обнаружено, что все исследуемые образцы (рис. 1, кривые 1-3) в УФ области являются непрозрачными. Причем край поглощения по мере увеличения толщины покрытий от 3,4 до 19 мкм сдвигается в сторону больших длин волн. Кроме того, по мере увеличения толщины формируемых покрытий Si-Al-N наблюдается значительное понижение светопропускания в видимой области.

Экспериментальные спектры пропускания образцов кварцевого стекла с покрытиями Si-Al-N в видимой области спектра носят осциллирующий характер (рис. 1, кривые 1-3), что обусловлено явлением интерференции света в покрытиях. При этом расположение максимумов и минимумов осцилляций зависит от толщины и показателя преломления покрытий, формируемых на поверхности кварцевой подложки. Анализ осцилляций и численный расчет по методике, описанной в работе [2], позволил вычислить показатель преломления и толщину исследуемых покрытий Si-Al-N (см. табл. 2). Согласно полученным данным по мере увеличения толщины покрытий SiAlN показатель их преломления также увеличивается от 2,06 до 2,44 (см. табл. 2). Возможно, повышение показателя преломления покрытий на основе Si-Al-N связано с увеличением их относительной плотности при увеличении их толщины.

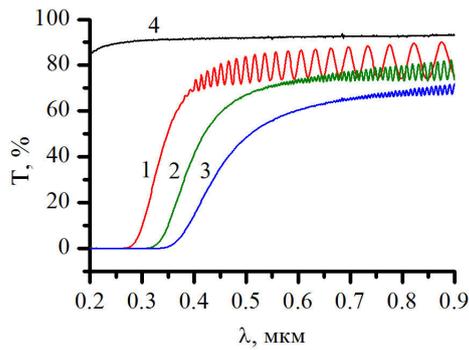


Рис.1. Спектры светопропускания образцов кварцевого стекла с покрытием Si-Al-N: 1 –  $t_{нан.}=90$  мин.; 2 –  $t_{нан.}=240$  мин.; 3 –  $t_{нан.}=320$  мин. 4 – стекло КВ без покрытия

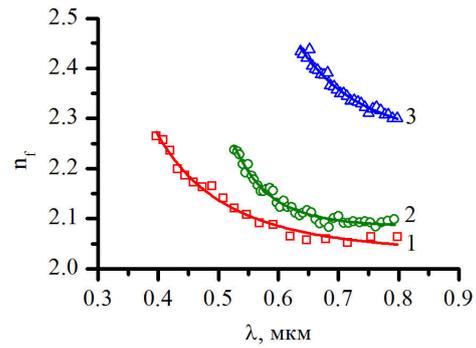


Рис. 2. Дисперсия показателя преломления покрытий Si-Al-N (точки – результаты вычислений по экспериментальному спектру, сплошные линии – аппроксимация МНК)

На рис. 2 показаны типичные зависимости показателя преломления от длины волны для исследуемых покрытий Si-Al-N, характеризующиеся различной толщиной. На приведенных зависимостях точками показаны значения показателя преломления покрытия, вычисленные по соответствующим экспериментальным спектрам пропускания, а сплошные кривые построены по этим точкам методом наименьших квадратов (МНК). Из рис. 2 следует, что все исследуемые покрытия Si-Al-N обладают нормальной частотной дисперсией в видимой области спектра.

Таблица 2

Свойства покрытий SiAlN, формируемых на поверхности кварцевого стекла КВ

Образец	Время напыления, мин	Толщина покрытий h, мкм		Показатель преломления (при $\lambda=0,65$ мкм)
		гравиметрический метод	спектрофотометрический метод	
SiAlN-1	90	4,7	3,4	2,06
SiAlN-2	240	15,4	14,4	2,12
SiAlN-3	320	19,0	19,0	2,44

Таким образом, результаты РСА показали, что метод импульсного магнетронного напыления позволяет формировать на поверхности кварцевого стекла нанокристаллические покрытия системы Si-Al-N различной толщины, содержащих единственную нанокристаллическую фазу AlN (ГПУ) с размерами кристаллитов до 20 нм. Исследование оптических свойств показало, что максимальный коэффициент пропускания ~80 % характерен для покрытий SiAlN с наименьшей толщиной ( $h=3,4$  мкм). Все покрытия Si-Al-N, наносимые на кварцевые подложки методом импульсного магнетронного напыления обладают нормальной частотной дисперсией показателя преломления.

Работа выполнена в рамках основной научной программы исследований академии наук за 2013-2020 гг. и в рамках государственного задания Минобрнауки России №3.295.2014/к.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bozhko I.A., Rybalko E.V., Kalashnikov M.P., et. al. Effect of aluminum content on the performance of coatings based on Al-Si-N // Key Engineering Materials. – 2016. – V. 685. – P. 591-595.
2. Комраков Б.М., Шапочкин Б.А. Измерение параметров оптических покрытий. – М.: Машиностроение, 1986. – 136 с.