

СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПОКРЫТИЙ Al-Si-N И Ni/Al-Si-N, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ

А.В. Иванова, Е.В. Рыбалко, И.А. Божко

Научный руководитель: профессор, д. т. н. В.П. Сергеев
Национальный исследовательский Томский политехнический университет
E-mail: bonny.anne.iv@gmail.com

Важнейшими факторами, воздействующими на космические аппараты (КА) являются различные микрометеороиды и другие элементы космического мусора, движущиеся с высокими скоростями. Ударные воздействия такого рода частиц приводят к образованию на поверхности оптических элементов КА кратеров, ухудшающих их оптические свойства. В связи с этим существует необходимость защиты оптических элементов КА, например, с помощью создания антиметеороидных прозрачных покрытий, осаждаемых на оптические элементы, в том числе на стекла иллюминаторов. Материал покрытия должен сочетать в себе повышенные механические свойства и высокую степень прозрачности.

В качестве экспериментальных образцов использовались пластины кварцевого стекла марки КВ, на поверхность которых наносили покрытия толщиной 6,2 мкм двух типов: покрытие на основе Al-Si-N и покрытие системы Ni/Al-Si-N (толщина подслоя Ni составляет 50 нм). Покрытия наносили методом магнетронного реактивного распыления композиционных мишеней на вакуумной установке УВН-05МИ «КВАНТ». Питание магнетрона осуществлялось от импульсного биполярного источника с частотой до 50 кГц.

Элементный состав покрытий согласно данным микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) следующий: N = 52,20 ат.%, Al = 34,79 ат.%, Si = 13,01 ат.%; соотношение атомных концентраций Al:Si = 3:1.

Структурно-фазовое состояние исследовали методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 в CoK α излучении. Идентификация кристаллических фаз проводилась с использованием базы данных JCPDS. Результаты РСА исследуемых образцов показали, что однослойное защитное покрытие содержит в своем составе фазу AlN с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решеткой и имеет обычную для магнетронного распыления столбчатую структуру с преимущественной ориентацией кристаллитов по направлению [002]. Средний поперечный размер кристаллитов AlN (ГПУ) составляет ~ 30 нм. Двухслойные защитные покрытия также содержат фазу AlN (ГПУ), но в отличие от однослойного покрытия имеют аморфно-кристаллическую структуру. Размер ОКР кристаллической фазы AlN для двухслойных покрытий составляет 10–20 нм.

В таблице 1 приведены механические характеристики экспериментальных образцов: приведенный модуль упругости, микротвердость и коэффициент упругого восстановления покрытий и стеклянных подложек при нагрузке на индентор 20 мН. Значения микротвердости и модуля упругости исследуемых образцов с защитными покрытиями превышают в 3–3,5 раза значения микротвердости и модуля упругости для исходного кварцевого стекла. При этом образцы с покрытиями сохраняют достаточно высокие значения коэффициента упругого восстановления ($k_y \geq 0,67$).

Таблица 1. Механические характеристики образцов

Образец	H_m , ГПа	E^* , ГПа	k_y
Стекло КВ без покрытия	9,93 $\pm$ 0,1	72,2 $\pm$ 0,3	0,71
Стекло КВ с покрытием Ni/Al-Si-N	26,40 $\pm$ 0,69	265,12 $\pm$ 7,05	0,67
Стекло КВ с покрытием Al-Si-N	25,04 $\pm$ 0,49	234,42 $\pm$ 2,53	0,71

После бомбардировки исследуемых образцов микрочастицами железа на поверхности исходных стеклянных образцов и образцов стекла с покрытиями Al-Si-N и Ni/Al-Si-N методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) обнаружено формирование кратеров различных диаметров. Подсчет количества кратеров, формируемых на поверхности исследуемых образцов стекла площадью 80 мм² до и после нанесения покрытий, позволил рассчитать их поверхностную плотность ρ , а также оценить относительную поверхностную плотность кратеров $\rho_{отн}$ по формуле:

$$\rho_{отн} = \frac{\rho_0}{\rho}, \quad (1)$$

В результате, было обнаружено, что при одних и тех же условиях испытания величина поверхностной плотности кратеров на кварцевых стеклах без покрытия превышает таковую на кварцевых стеклах с защитными покрытиями более чем в 2 раза (табл. 2). Из данных таблицы 2 также видно, что наибольшее снижение количества кратеров наблюдается в случае образцов кварцевого стекла с покрытием, где промежуточным слоем

является Ni. По-видимому, это связано с тем, что промежуточный слой никеля обладает высокой прочностью и пластичностью, что позволяет снижать степень разрушения хрупких материалов.

Установлено, что все исследуемые защитные покрытия в области длин волн 200–280 нм (УФ диапазон) являются непрозрачными, в отличие от кварцевого стекла, коэффициент светопропускания которого составляет ~80%. При этом, в видимой области спектра его значение составляет 91%. Коэффициент светопропускания покрытия на основе Al-Si-N изменяется в пределах от 75 до 87 % по мере увеличения длины волны от 400 нм до 850 нм, соответственно. В случае образца с покрытием системы Ni/Al-Si-N в области длин волн 400–850 нм наблюдается значительное снижение коэффициента светопропускания до 53-63 %.

Таблица 2. Результаты испытания стеклянных образцов к ударному воздействию

Образец	Плотность кратеров на образцах без покрытия, $\rho_0, 10^6 \text{ м}^{-2}$	Плотность кратеров на образцах с покрытием, $\rho, 10^6 \text{ м}^{-2}$	Относит. поверхностная плотность, $\rho_{\text{отн}}$
Стекло с покрытием AlSiN	$20,59 \cdot 10^6 \text{ м}^{-2}$	$9,05 \cdot 10^6 \text{ м}^{-2}$	2,3
Стекло с покрытием Ni/AlSiN	$1,08 \cdot 10^6 \text{ м}^{-2}$	$0,39 \cdot 10^6 \text{ м}^{-2}$	2,8

Таким образом, сформированные на поверхности кварцевых стекол защитные покрытия сохраняют высокие значения коэффициента упругого восстановления формы ($k_y \geq 0,67$), при этом значение их микротвердости повышается в ~3–3,5 раза. Данные покрытия, полученные методом импульсного магнетронного распыления содержат в своем составе кристаллическую фазу AlN (ГПУ). Средний размер ОКР фазы AlN составляет 10–30 нм. Нанесение защитных покрытий на стекла приводит к уменьшению поверхностной плотности кратеров ρ по сравнению с исходными стеклами ρ_0 при одних и тех же условиях испытания. Причем наибольшее снижение количества кратеров наблюдается в случае образцов кварцевого стекла с двухслойным покрытием вследствие более эффективного рассеяния энергии удара высокоскоростной частицы пластичным подслоем Ni. Исследование оптических свойств показало, что коэффициент светопропускания однослойного покрытия Al-Si-N составляет ~80%, при нанесении промежуточного слоя Ni коэффициент пропускания снижается до ~55%.