

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ФАЗОВОГО СОСТАВА И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ
СИСТЕМЫ Al-Si-N, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ**

Р.А. Калиева¹, Е.В. Рыбалко²

Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. И.А. Божко^{1,2}

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

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

E-mail: keshrim95@gmail.com

**INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURE, PHASE STATE AND PROPERTIES OF Al-Si-N
SYSTEM COATINGS OBTAINED BY MAGNETRON SPUTTERING**

R.A. Kaliyeva¹, E.V. Rybalko²

Scientific Supervisor: Ph.D., associate professor I.A. Bozhko^{1,2}

¹Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

²Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS,

Russia, Tomsk, av. Academicheskii, 2/4, 634055

E-mail: keshrim95@gmail.com

***Abstract.** We present the results of investigation of structural and phase state, mechanical and optical properties of Al-Si-N system coatings, deposited by magnetron sputtering on quartz glass.*

Введение. В настоящее время особый интерес представляет создание защитных противоударных покрытий для изделий конструкционной оптики, используемых для остекления транспортных средств. Одним из важных вопросов при создании такой защиты является выбор материала покрытия, так как он должен удовлетворять комплексу требований по механическим и оптическим свойствам. В данной работе в качестве защиты предложен способ нанесения однослойных оптически прозрачных покрытий на основе Al-Si-N. Однако анализ ряда работ [1, 2] показал, что микроструктура покрытий системы Al-Si-N, а следовательно, и их свойства в значительной степени определяются условиями их формирования в процессе магнетронного осаждения. В связи с этим, целью данной работы являлось изучить микроструктуру, фазовый состав и физико-механические свойства покрытий системы Al-Si-N, полученных методом магнетронного осаждения при разных температурах подложки.

Экспериментальная часть. Магнетронное нанесение покрытий осуществлялось на 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. В качестве материала подложки использовалось кварцевое стекло марки КВ. В процессе магнетронного осаждения защитных покрытий варьировалась температура подложки в интервале от 20 до 290°C (табл.1).

Элементный состав покрытий определяли с помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализатора (МРСА) INCA-Energy, встроенного в сканирующий электронный микроскоп

LEO EVO-50XVP. Толщина формируемых покрытий определялась гравиметрическим методом. Структурно-фазовое состояние образцов исследовали методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 в Co-K α излучении. Спектры светопропускания покрытий Al-Si-N получены с помощью спектрофотометра СФ-256 УВИ в спектральном диапазоне 200-800 нм. Механические свойства покрытий определяли методом динамического наноиндентирования с помощью прибора ТТХ-ТНТ Nano Hardness Tester при нагрузке на индентор 20 мН.

Результаты. По данным микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) было установлено, что в составе всех покрытий, полученных импульсным магнетронным методом, присутствуют алюминий, кремний и азот (табл. 1). При этом соотношение атомов алюминия и кремния для всех полученных покрытий остается постоянным и составляет Al/Si \approx 2.

Таблица 1

Элементный состав покрытий

Образец	Температура подложки, °С	Толщина покрытия, мкм	Содержание элементов, ат. %			Соотношение Al:Si
			Si	Al	N	
AlSiN-T20	20	2,1	17,54	36,86	45,60	2,1
AlSiN-T200	200	2,7	19,11	36,50	44,38	1,9
AlSiN-T290	290	2,9	16,86	35,51	47,63	2,1

Результаты исследования фазового состава полученных образцов методом рентгеноструктурного анализа показали, что во всех покрытиях наблюдается формирование фазы AlN с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) структурой, α - и β -модификаций Si $_3$ N $_4$. Из сравнения полученных дифрактограмм было установлено, что увеличение температуры подложки при магнетронном осаждении покрытий системы Al-Si-N приводит к изменению формы дифракционных пиков вследствие изменения микроструктуры и фазового состава формируемых покрытий. На рис. 2 показано изменение содержания фаз AlN, α - и β -модификаций Si $_3$ N $_4$ в полученных композитных покрытиях системы Al-Si-N в зависимости от температуры кварцевой подложки. Соотношение между формирующимися фазами для исследуемых образцов были определены с помощью рентгенограмм по интенсивности линий (100) и (002) для AlN, (102) и (312) для α -Si $_3$ N $_4$, (101) и (210) для β -Si $_3$ N $_4$. Из рис. 2 следует, что повышение температуры подложки от 20 до 290°C приводит к пропорциональному росту содержания фаз AlN и β -Si $_3$ N $_4$ при одновременном уменьшении содержания α -фазы нитрида кремния.

Спектры пропускания исследуемых образцов представлены на рис. 2 в сопоставлении с пропусканием света для кварцевой подложки. Из рис. 2 видно, что исходное кварцевое стекло (рис. 2, кривая 1) имеет высокую степень пропускания, составляющую 87–90 %, во всем исследуемом интервале длин волн. Нанесение защитных покрытий системы Al-Si-N приводят к незначительному уменьшению светопропускания образцов кварцевого стекла (до 75–80 %) в видимой области спектра (рис. 2, кривая 2 и 3). Осциллирующий характер экспериментальных спектров пропускания, наблюдаемый для образцов кварцевого стекла с защитными покрытиями в видимой области спектра, обусловлен явлением интерференции света в покрытиях. Анализ осцилляций на спектрах пропускания и численный расчет по методике, описанной в работе [3], позволил вычислить показатель преломления и толщину исследуемых покрытий Al-Si-N (табл. 2). Также следует отметить, что на спектрах светопропускания образцов с защитным покрытием в районе 200–380 нм (рис. 2, кривая 2 и 3) проявляется широкая полоса поглощения.

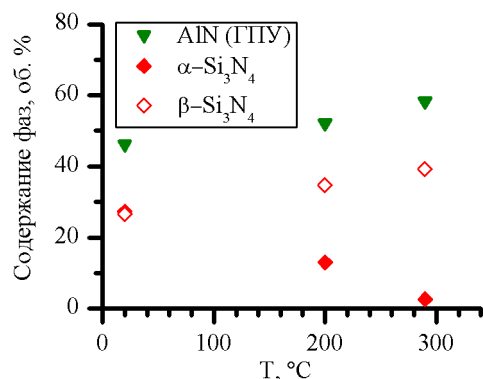


Рис. 1. Изменение содержания фаз, формируемых в композитных покрытиях системы Al-Si-N в зависимости от температуры подложки

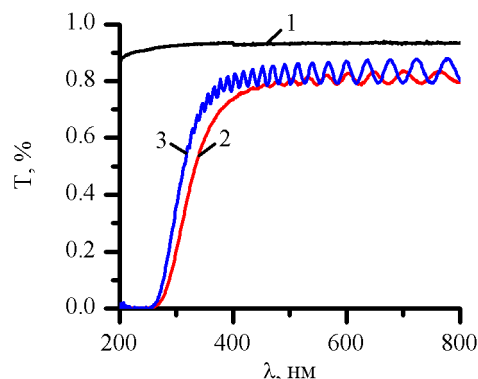


Рис. 2. Спектры пропускания образцов кварцевого стекла с защитными покрытиями: 1 – стекло КВ; 2 – AlSiN-T20; 3 – AlSiN-T200

Результаты исследования механических свойств покрытий системы Al-Si-N, сформированных в процессе магнетронного осаждения, представлены в табл. 2. Согласно этим данным, микротвердость формируемых покрытий системы Al-Si-N в независимости от температуры подложки составляет ≈ 27 ГПа и превышает микротвердость исходного кварцевого стекла в 2,7 раза. Важно отметить, что для всех покрытий системы Al-Si-N высокие значения микротвердости сочетаются с высокими значениями коэффициента упругого восстановления ($R_e \geq 0.70$).

Таблица 2

Оптические и механические свойства покрытий

Образец	Показатель преломления	H (ГПа) (F=20,00мН)	E* (ГПа) (F=20,00мН)	k_y
Подложка	1,46	9,9 ± 0,11	72,2 ± 0,32	0,71
AlSiN-T20	1,96	26,5 ± 0,35	207,8 ± 0,77	0,74
AlSiN-T200	1,92	27,0 ± 0,32	205,8 ± 0,97	0,74

Заключение. Результаты PCA показали, что метод импульсного магнетронного осаждения позволяет формировать на поверхности кварцевого стекла композитные покрытия, содержащие фазы AlN (ГПУ), α -Si₃N₄ и β -Si₃N₄, соотношение которых зависит от температуры подложки кварцевого стекла в процессе осаждения. Исследование оптических свойств показало, что коэффициент пропускания для всех исследуемых покрытий составляет ~ 75 –80%. Полученные методом импульсного магнетронного осаждения защитные покрытия системы Al-Si-N характеризуются высокими значениями микротвердости (≈ 27 ГПа) наряду с высокими значениями коэффициента упругого восстановления ($R_e \geq 0.70$).

Работа выполнена в рамках основной научной программы исследований академии наук за 2013-2020 гг. и при поддержке программы развития НИ ТПУ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A. Pélissou-Schecker, H.J. Hug, J. Patscheider, Surface & Coatings Technology, 257 114–120 (2014).
2. H. Liu, W. Tang, D. Hui, et. al., Thin Solid Films, 517 5988–5993 (2009).
3. Комраков Б.М., Шапочкин Б.А. Измерение параметров оптических покрытий. – М.: Машиностроение, 1986. – 136 с.