

ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ НА СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ Al-Si-NЕ.В. Рыбалко¹, И.А. Божко^{1,2}, М.П. Калашников¹Научный руководитель: профессор, д.т.н. В.П. Сергеев^{1,2}¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия, г.Томск, Академический 2/4, 634055²Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: evgeniaribka@yandex.com

EFFECT OF ALUMINUM CONTENT ON PROPERTIES OF COATINGS BASED ON Al-Si-NE.V. Rybalko¹, I.A. Bozhko^{1,2}, M.P. Kalashnikov¹Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.P. Sergeev^{1,2}¹Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS, Russia, Tomsk, av. Akademicheskii, 2/4, 634055²Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

E-mail: evgeniaribka@yandex.com

The transparent coatings on the basis of Al-Si-N system with high and low Al content were prepared by impulse magnetron sputtering method. Structural-phase state of the two types of coatings was examined by X-ray analysis. The microhardness, the elastic modulus and the coefficient of elastic recovery were determined by nanoindentation method. Also the optical transmission was measured for all types of samples.

Высокий интерес к наноструктурным материалам поддерживается благодаря возможности получения на них высокого комплекса физико-механических свойств. Нанокompозитные пленки, обладающие высокой твердостью и износостойкостью, привлекают особое внимание [1]. Как правило, они содержат несколько фаз. С этой точки зрения интересной является система AlN/Si₃N₄ потому, что она может быть использована для создания прозрачных пленок [2]. Такая особенность, наряду с их высокой твердостью [3] делает систему перспективным материалом в качестве защитных оптически прозрачных покрытий. Целью работы является исследование структурно-фазового состояния и оптических и механических свойств покрытий на основе системы Al-Si-N с высоким и низким содержанием Al, осажденных на стекла.

В качестве подложек использовали кварцевые стекла марки КВ. Покрытия с высоким (AlSiN-1) и низким (AlSiN-2) содержанием Al наносили методом магнетронного распыления на вакуумной установке УВН-05МД «КВАНТ» [2] при помощи магнетронов с композиционными мишенями на основе кремния и алюминия с содержанием: 5 ат.% Al и 78 ат.% Al. При этом, режим напыления оставался одинаковым в обоих случаях: температура подложки ~360° С, соотношение парциальных давлений рабочего (аргон) и реактивного (азот) газов ~ 3:1, мощность магнетрона ~1 кВт, время напыления покрытия 30 мин. Толщина покрытий составляла ~3мкм. Элементный состав покрытий определяли с помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализатора (EDX) INCA-Energy (Oxford Instruments), встроенного в сканирующий электронный микроскоп LEO EVO-50XVP. Рентгеноструктурный анализ образцов выполняли с помощью дифрактометра ДРОН-7 в Co-K_α излучении (для отсеечения β-излучения использовали Fe-фильтр). Микротвердость, приведенный модуль

упругости и коэффициент упругого восстановления покрытий и стеклянных подложек измеряли с помощью нанотвердомера NanoHardnessTester при нагрузке на индентор 20мН. Спектры светопропускания стеклянных образцов получены с помощью спектрофотометра СФ-256УВИ (Ломо Фотоника).

Установлено, что покрытия AlSiN-1 содержат: Al – 36,0 ат.%, Si – 10,7 ат.%, N – 53,5 ат.%, тогда как покрытия AlSiN-2: Al – 3,0 ат.%, Si – 61,2 ат.%, N – 35,8 ат.%. Микротвердость стеклянных образцов с покрытием AlSiN-1 в 3,6 раз превышает микротвердость исходных стекол, тогда как с покрытием AlSiN-2 – в 2 раза; соответственно для покрытий AlSiN-1 и AlSiN-2, приведенный модуль упругости выше, чем у исходного стекла, в 3 и 2 раза, а коэффициент упругого восстановления покрытий – на 36% и 11%. Экспериментально определенные значения этих механических характеристик приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Средние значения микротвердости H_m , приведенного модуля упругости E^ , коэффициента упругого восстановления k_y*

Образец	H_m , ГПа	E^* , ГПа	k_y
Стекло КВ без покрытия	8,27±0,14	83,26±0,43	0,56
Стекло КВ с покрытием AlSiN-1	29,41 ± 0,98	247,01±4,25	0,76
Стекло КВ с покрытием AlSiN-2	16,30 ± 0,46	163,16 ± 3,03	0,62

Структура покрытия AlSiN-1, выявленная методом РСА, является кристаллической и содержит в своем составе фазу нитрида алюминия (AlN) с ГПУ-решеткой с параметрами $a=3,114$ Å и $c=4,9792$ Å (рис.1а). Покрытия AlSiN-2 - рентгеноаморфные (рис.1б). Более высокий уровень механических свойств покрытий AlSiN-1, по-видимому, обусловлен именно кристаллической структурой этих покрытий.

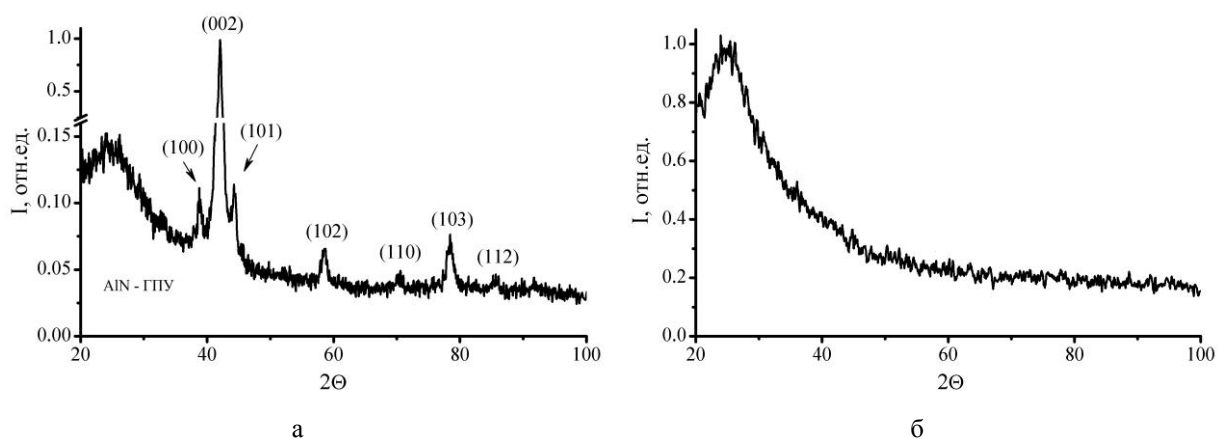


Рис.1. Участки дифрактограмм исследуемых образцов с покрытием AlSiN-1 (а) и AlSiN-2 (б)

На рис.2 приведены спектры светопропускания кварцевых стекол без покрытия и с покрытиями двух видов в ультрафиолетовой и видимой области спектра. Видно, что исходное кварцевое стекло прозрачно в видимой с длинами волн $\lambda = 380 - 780$ нм и в ультрафиолетовой области спектра $\lambda = 180 - 380$ нм, при этом коэффициент светопропускания в видимой области равен ~0,91, тогда как в ультрафиолетовой он понижается до ~0,8. Стекло с покрытием AlSiN-1 не пропускает свет в ультрафиолетовой области. Однако оно прозрачно во всей видимой области спектра, но имеет пониженную по сравнению с

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

исходным стеклом среднюю величину коэффициента светопропускания $\sim 0,8$. Покрытия AlSiN-2 являются также прозрачными, но имеют тонировку желтого оттенка, поскольку светопропускание таких покрытий начинается с $\lambda=550-570$ нм, что близко к длинам волн участка спектра желтого цвета ($\lambda = 565 - 590$ нм). Средняя величина коэффициента светопропускания этих покрытий $\sim 0,45$ ниже, чем у покрытий AlSiN-1.

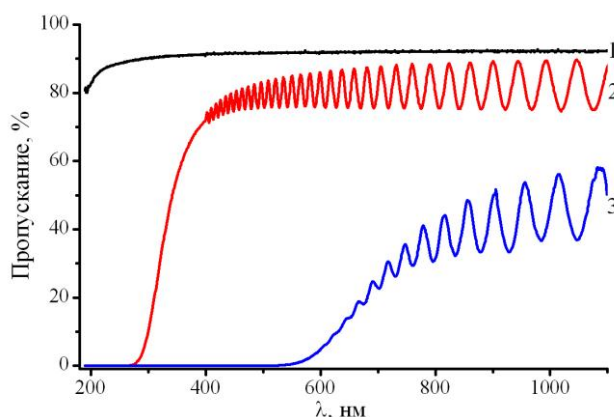


Рис.2 Спектры светопропускания исходных стеклянных подложек (1) и образцов с покрытием AlSiN-1(2) и AlSiN-2(3)

Таким образом, исследование покрытий на основе системы Al-Si-N показало, что на подложках из кварцевого стекла при выбранных режимах магнетронного распыления композиционных мишеней, имеющих низкое содержание алюминия, формируются рентгеноаморфные, а, имеющих высокое содержание алюминия, — кристаллические покрытия. Нанесение покрытий на основе системы Al-Si-N повышает механические свойства поверхностного слоя кварцевого стекла, особенно эффективно при нанесении покрытий с большим содержанием алюминия, что, по-видимому, связано с наблюдаемым процессом кристаллизации в нем фазы AlN. Важно отметить, что покрытия существенно отличаются по спектрам светопропускания. Полностью прозрачными в видимой области спектра являются покрытия на основе Al-Si-N с высоким содержанием алюминия.

Работа выполнена в рамках основной научной программы исследований академии наук за 2013-2020 гг., при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект №13-08-00616, и в рамках государственного задания Минобрнауки России №3.295.2014/к..

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Панин В.Е., Сергеев В.П., Панин А.В.. Наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий. 2010. — Томск: Изд-во ТПУ. — 252 с.
- 2 Liu H., Tang W., Hui D., Hei L., Lu F.. Characterization of (Al,Si)N films deposited by balanced magnetron sputtering // Thin Solid Films. — 2009. — V.517. — P.5988-5993.
- 3 Сергеев В.П., Федорищева М.В., Сунгатулин А.Р., Никалин А.Ю., Нейфельд В.В. Структура и термомеханические свойства покрытий на основе Si-Al-N при осаждении методом импульсного магнетронного распыления // Известия ТПУ. — 2011. — Т.319. — № 2. — С.103-108.