

УДК 621.793.79:620.178.151.6

**ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ БИПОЛЯРНОГО ИМПУЛЬСНОГО МАГНЕТРОННОГО
РАСПЫЛЕНИЯ НА ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
ПОКРЫТИЙ Ti-Al-Ta-N**

Ю.А. Гаранин^{1,2}, Е.Д. Кузьминов²

Научный руководитель: д.ф.-м.н. А.Р. Шугуров^{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: jorge.r2448@gmail.com

**INFLUENCE OF PARAMETERS OF BIPOLAR PULSED MAGNETRON SPUTTERING ON THE
ELEMENTAL COMPOSITION AND MECHANICAL PROPERTIES OF Ti-Al-Ta-N COATINGS.**

Yu.A. Garanin^{1,2}, E.D. Kuzminov²

Scientific Supervisor: Dr. A.R. Shugurov^{1,2}

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

²Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademichesky ave., 2/4, 635055

E-mail: jorge.r2448@gmail.com

Abstract. *The elemental composition and mechanical properties of Ti-Al-Ta-N coatings obtained by bipolar pulsed magnetron sputtering are investigated. It is shown that the coatings deposited at a pulse frequency of 50 kHz and a duty cycle of 50% make it possible to obtain an optimal composition that provides the maximum hardness of coatings.*

Введение. Износ деталей и механизмов, работающих в условиях сильных фрикционных нагрузок, остается весьма актуальной проблемой современного материаловедения. Одним из основных методов повышения износостойкости материалов является модификация их поверхности путем нанесения защитных покрытий. Среди большого многообразия используемых композиций в настоящее время широко применяются покрытия системы Ti-Al-Ta-N. Данные покрытия обладают высокой твердостью и износостойкостью, термической стабильностью и стойкостью к окислению при температурах до 1200 °С. При этом известно, что свойства покрытий существенно зависят от метода их нанесения. В настоящее время основными методами нанесения покрытий Ti-Al-Ta-N являются ионно-плазменное напыление и магнетронное распыление при постоянном токе. Ранее было показано, что технология импульсного магнетронного распыления позволяет получать покрытия на основе нитридов переходных металлов с улучшенными свойствами [1]. Данный метод обеспечивает более высокую степень ионизации распыляемого материала, способствуя повышению плотности ионного потока и энергии осаждаемых ионов. Это приводит к уплотнению структуры покрытий, обуславливая повышение их твердости, адгезии к подложке и износостойкости, по сравнению с аналогичными покрытиями, полученными магнетронным распылением при постоянном токе. При этом характеристики покрытий существенно зависят от

параметров процесса осаждения. В связи с этим целью данной работы было исследование влияния параметров биполярного импульсного магнетронного распыления на элементный состав и механические свойства покрытий Ti-Al-Ta-N.

Экспериментальная часть. Покрытия Ti-Al-Ta-N наносили на подложки из стали марки 12X18H10T методом биполярного импульсного реактивного магнетронного распыления на установке МИР-1М с помощью двух магнетронов с мишенями TiAl (50/50 ат. %) и Ta (99,9 ат. %). Покрытия наносили при частоте (f) 50 и 100 кГц с коэффициентом заполнения (n , отношение длительности отрицательного импульса к периоду) 60, 70 и 80 % для каждой частоты. Процесс нанесения происходил в среде из смеси газов аргона и азота при общем давлении в рабочей камере 0,3 Па. Толщина покрытий составляла 3 мкм. Элементный состав покрытий Ti-Al-Ta-N определяли методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии на сканирующем электронном микроскопе EVO 50 с помощью детектора INCA X-act. Твердость H и приведенный модуль упругости E^* определяли методом наноиндентирования на установке NanoTest при максимальной нагрузке 20 мН.

Результаты. На рисунке 1 показана зависимость содержания Ti, Al и Ta в покрытиях от коэффициента заполнения при частотах 50 и 100 кГц. Приведенные значения соответствуют содержанию элементов в металлической составляющей покрытий. Из рисунка 1 видно, что независимо от частоты импульсов с увеличением коэффициента заполнения содержание Ti снижается, в то время как содержание Al и Ta растет. Причина данного эффекта заключается в “отравлении” мишени, т.е. образовании на ее поверхности в процессе распыления диэлектрических слоев вследствие взаимодействия атомов металлов с атомами азота. Образование диэлектрических нитридных слоев приводит к накоплению положительного заряда на поверхности мишени, который экранирует ее от бомбардирующих ионов рабочего газа. Кроме того, коэффициент распыления нитридов существенно меньше, чем коэффициент распыления чистых металлов. Оба этих фактора приводят к изменению элементного состава покрытий, а также снижают скорость распыления мишени.

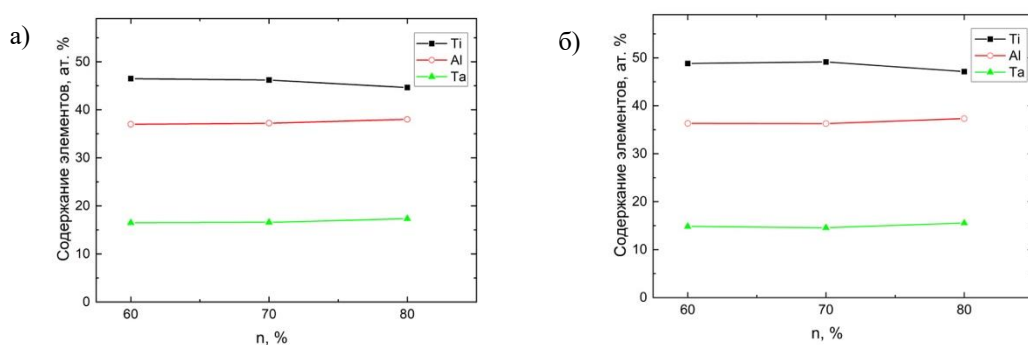


Рис. 1. Зависимость содержания химических элементов в покрытиях Ti-Al-Ta-N, полученных при частоте импульсов а) 50 кГц и б) 100 кГц, от коэффициента заполнения

Поскольку стандартная энергия Гиббса образования TiN (-294,4 кДж/моль) более отрицательна, чем AlN (-287,4 кДж/моль) и TaN (-223,8 кДж/моль), то в процессе распыления наиболее интенсивно происходило “отравление” мишени Ti-Al на участках, обогащенных титаном. Поэтому поток распыленных атомов Ti снижался по сравнению с потоками Al и Ta, которые преимущественно распылялись в металлическом режиме. Данный эффект более выражен при увеличении коэффициента заполнения, поскольку при этом одновременно происходит увеличение длительности отрицательного импульса,

которое обуславливает рост времени зарядки диэлектрического слоя, и сокращение длительности положительного импульса, когда на мишень подается положительный потенциал, и происходит разрядка слоя нитрида за счёт электронного тока из деионизирующей плазмы. Поэтому при повышении коэффициента заполнения происходит уменьшение доли атомов Ti в общем потоке атомов, осаждаемых на подложку, и, как следствие, снижение как абсолютного, так и относительного содержания Ti в покрытиях Ti-Al-Ta-N.

Твердость и приведенный модуль Юнга покрытий Ti-Al-Ta-N приведены в таблице 1. Из полученных данных видно, что твердость покрытий слабо снижается с увеличением коэффициента заполнения, в то время как модуль Юнга практически не зависит от него. При этом как твердость, так и модуль Юнга покрытий, полученных при частоте импульсов 50 кГц, выше, чем у покрытий, нанесенных при 100 кГц.

Таблица 1

Механические свойства покрытий Ti-Al-Ta-N

f, кГц	n, %	H, ГПа	E*, ГПа
50	50	33,6±2,2	311±10
	60	32,3±2,1	309±13
	70	30,8±1,9	307±9
100	50	31,5±1,9	276±13
	60	30,4±2,1	276±14
	70	29,4±2,4	277±11

Можно полагать, что основной причиной повышенной твердости покрытий, нанесенных при $f = 50$ кГц, является более низкое содержание в них Ti. Известно, что твердость покрытий $Ti_xAl_{1-x}N$ возрастает с увеличением содержания в них Al и достигает максимума при $x = 0,45$ [2]. Содержание Ti в покрытиях Ti-Al-Ta-N, полученных при $f = 50$ кГц, близко к этому значению.

Заключение. Исследован элементный состав и механические свойства покрытий Ti-Al-Ta-N нанесенных методом биполярного импульсного магнетронного распыления. Показано, что изменение частоты импульсов от 50 до 100 кГц обуславливает рост содержания Ti в покрытиях. В то же время с увеличением коэффициента заполнения от 60 до 80% содержание Ti в покрытиях снижается, а содержание Al и Ta растет. В результате оптимальный элементный состав покрытий, обеспечивающий максимальное значение твердости, формируется при частоте импульсов 50 кГц и коэффициенте заполнения 60 %.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект FWRW-2021-0010.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kelly P.J., Braucke T. vom., Liu Z., Arnell R.D. Pulsed DC titanium nitride coatings for improved tribological performance and tool life // Surface and Coatings Technology. – 2007. Vol. 202 (4). – P. 774–780.
2. PalDey S., Deevi S.C. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review // Mater. Sci. Eng. A. – 2003. – V. 342. – P. 58-79.