

*А. Н. Бродниченко, С. А. Горчаков, С. С. Рязанцев,
С. В. Сенкевич, К. Л. Тильте, И. И. Хинич*

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ НАПЫЛЯЕМЫХ СЛОЕВ TiN И AlN НА СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТНОГО TiAlN ПОКРЫТИЯ

Исследованы наноструктурные покрытия TiAlN, полученные при последовательном нанесении TiN и AlN на упрочняемый материал. Эти покрытия являются более износостойкими, чем обычные гомогенные покрытия, их большая твердость объясняется кубической структурой слоев AlN, навязываемой промежуточными слоями TiN. Морфология исследованных пленок контролировалась методами атомно-силовой микроскопии.*

Одним из самых перспективных покрытий, используемых для упрочнения режущего инструмента, работающего на высоких скоростях без принудительного охлаждения, является конденсат на основе *TiAlN*, что объясняется его вы-

* Нанесение и испытание покрытий проводилось в лаборатории вакуумно-плазменных технологий ООО «Промышленная группа» и на кафедре физической электроники РГПУ им. А. И. Герцена.

сокой термостойкостью (до 800 °C), низким коэффициентом трения и высокой твердостью [1, 2]. Обычно такое гомогенное покрытие получается методом ионно-плазменной технологии при испарении с катода из *TiAl* сплава. В настоящей работе предлагается создание наноструктурного *TiAlN* покрытия при поочередном напылении нанослоев *TiN* и *AlN* с отдельных *Ti* и *Al* катодов. Такое слоистое покрытие превосходит по твердости и износостойкости обычный гомогенный *TiAlN*, что обуславливает большой интерес к изучению таких структур.

Исследуемые покрытия наносились на установке ионно-плазменного напыления ННВ-6,6 типа «Булат», дополнительно оснащенной сепараторами дуговой плазмы. Образец при напылении двигался по кругу, попеременно попадая под пучки титановой и алюминиевой плазмы. Одновременное напыление *Ti* и *Al* исключалось благодаря специальному экрану, установленному в центре камеры. Регулируя скорость вращения стола, меняли время нахождения образца под *Ti* или *Al* пучками плазмы, а следовательно, и толщины соответствующих слоев, которые в работе названы единичными. Общая толщина покрытия не зависела от скорости вращения стола, а определялась только полным временем напыления.

Перед напылением с целью очистки и активации поверхности образцы подвергались бомбардировке ионами титана, затем на очищенную поверхность проводилось напыление *TiN-AlN* слоев. Общее время напыления *TiN-AlN* составляло 15 мин и было одинаковым при любой скорости вращения стола, которая менялась ступенчатым образом от 1,5 об./мин до 7,5 об./мин.

Для определения скорости напыления *TiN* и *AlN* были проведены раздельные напыления *TiN* и *AlN* с частичным затенением образцов. Скорость напыления определялась по высоте ступени и времени эксперимента. В данном эксперименте скорость напыления обоих компонентов покрытия оказалась равной и составляла 12 нм/мин, что соответствует общим толщинам каждого нитрида в 175 нм. Общая толщина покрытия — 350 нм. Количество слоев *TiN* и *AlN* равнялось количеству оборотов стола за полное время напыления (15 минут) и варьировалось от 22,5 слоев до 112,5 слоев, при этом толщина единичного слоя каждого нитрида менялась от 7,7 нм до 1,6 нм.

На рис. 1 представлены фотографии покрытий, соответствующих различным толщинам единичного слоя. Видно, что покрытия с толщиной единичного слоя 7,7 нм частично уже разрушены. Похожая картина проявляется и с покрытиями, имеющими толщину единичного слоя 4,7 нм, однако в данном случае область разрушений меньше. При толщинах единичного слоя 2,9 нм и менее саморазрушение покрытий отсутствует. Внешне дефектные зоны выглядят точно так же, как пленки *AlN*, которые обладают достаточной прозрачностью в видимом диапазоне длин волн и имеют характерные цвета побежалости. Это дает основания предполагать, что механизм разрушения слоистого покрытия при относительно больших толщинах единичного слоя определяется недостаточной адгезией слоя *TiN* к слою *AlN*.

Все полученные в работе образцы проверялись на прочность (при больших толщинах единичного слоя испытанию подвергались неразрушенные зоны). В процессе испытания образец под фиксированной нагрузкой обрабатывался на шлифовальном круге, измерялось время истирания, при котором появ-

лялись первые признаки износа — царапины. Истирание проводилось периодами по 5 с, испытывалось по пять образцов каждого покрытия.

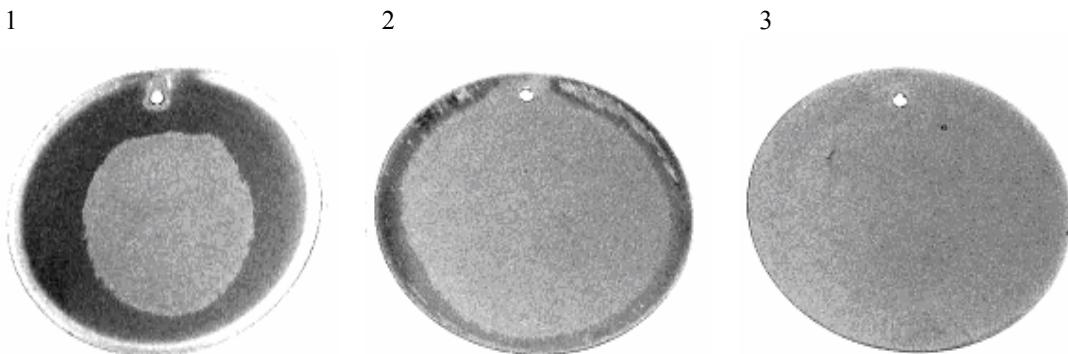


Рис. 1. Фотографии покрытий, соответствующих разной толщине единичного слоя:
1 — 7,7 нм; 2 — 4,7 нм; 3 — 2,9 нм

Результаты испытаний приведены на рис. 2. Видно, что оптимальным по устойчивости к истиранию является слоистое покрытие с толщиной единичного слоя порядка 2,5 нм. Этот результат согласуется с результатами, описанными в работе [3] и со сделанными выше выводами о том, что структуры с относительно толстыми прослойками малоустойчивы и склонны к саморазрушению. Левый склон графика уходит в область размеров меньших, чем размеры кристаллических решеток TiN и AlN , и в этой области уже проявляются свойства собственно гомогенного $TiAlN$. В работе [3] информация о левом склоне кривой отсутствует, но отмечается, что существуютnanoструктуры $TiAlN$, обладающие более высокой твердостью, чем гомогенный $TiAlN$.

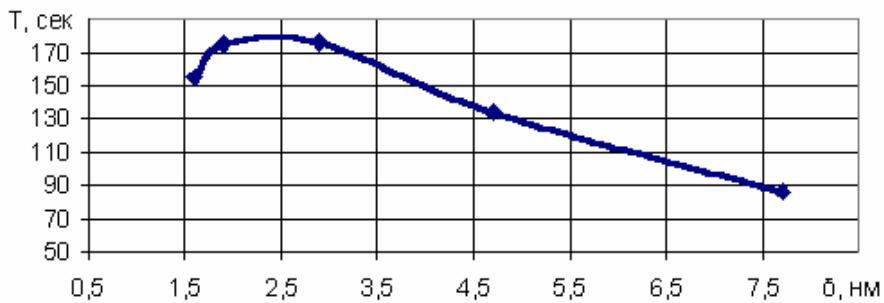


Рис. 2. Влияние толщины единичного слоя на устойчивость к истиранию

Морфология поверхности образцов $TiAlN$ с различной толщиной единичного слоя исследована на атомно-силовом микроскопе SMENA в полуконтактной mode с уровнем сигнала 5,617 нА и с коэффициентом обратной связи 1,507 на резонансной частоте 312,051 кГц (рис. 3). Результаты представлены по мере уменьшения толщины слоев TiN и AlN . Масштаб на всех фотографиях одинаковый, размер зоны сканирования — 10·10 мкм.

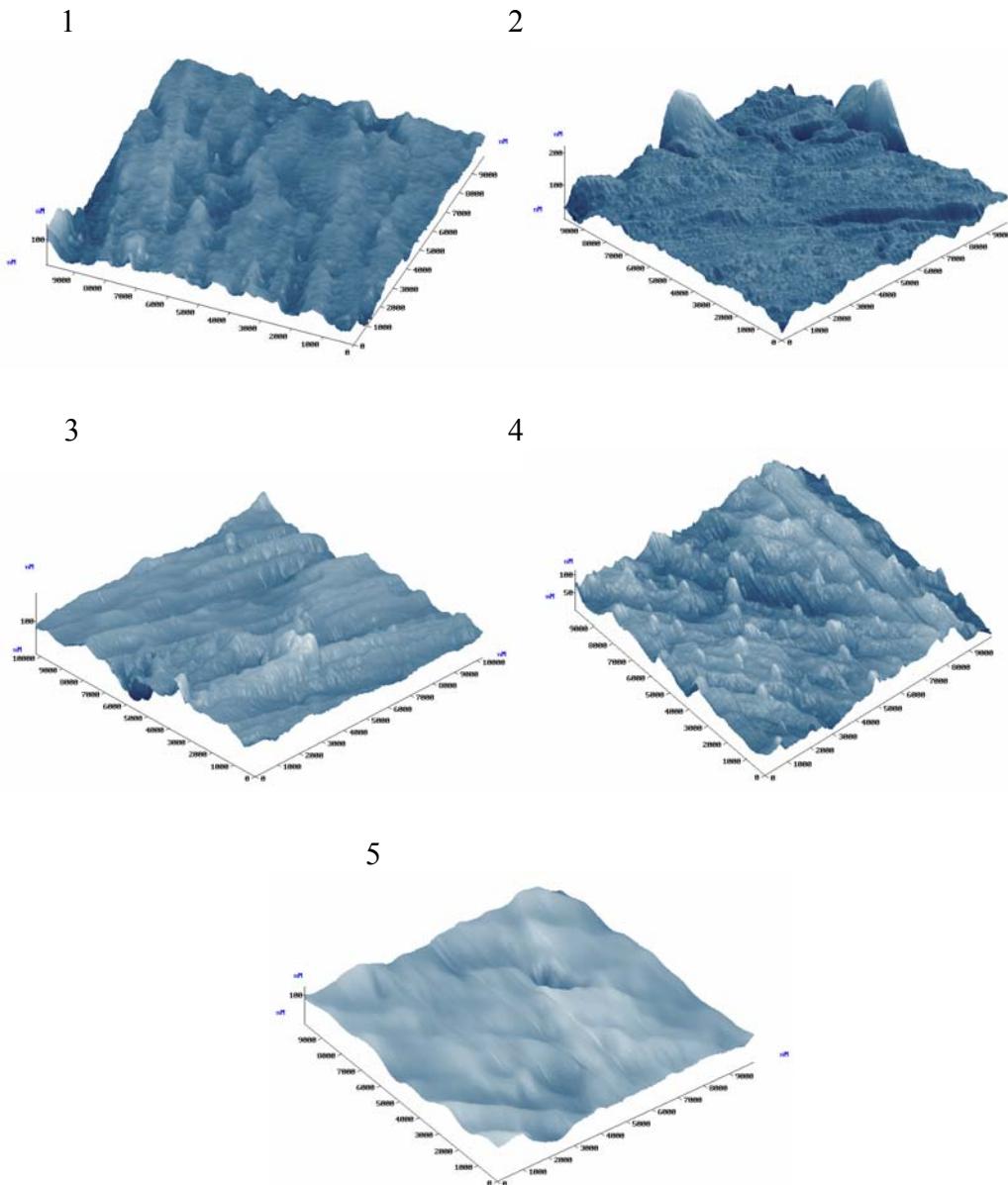


Рис. 3. Морфология поверхности образцов TiAlN, соответствующих разной толщине единичного слоя:
1 — 7,7 нм; 2 — 4,7 нм; 3 — 2,9 нм, 4 — 1,9 нм; 5 — 1,6 нм

Как и следовало ожидать, покрытия, склонные к саморазрушению (изображения 1–3), выглядят рыхлыми, с большим количеством микродефектов. Не исключено, что покрытие разрушается уже в процессе осаждения, когда образовавшиеся микродефекты застают вновь формирующимся покрытием. Саморазрушение покрытия может быть обусловлено как внутренними напряжениями, возрастающими пропорционально толщине покрытия [4], так и слабой адгезией. В данной работе варьируемым параметром была лишь толщина единичного слоя при сохранении общей толщины покрытия, поэтому изменение внутренних на-

пряжений от образца к образцу вряд ли возможно, и более вероятной причиной разрушения покрытий является слабая адгезия между слоями TiN и AlN .

В работе [3] указывается на возможность образования кубической модификации AlN в начальный момент роста пленки AlN на TiN , обладающем кубической сингонией. Эта идея и использована для повышения прочности $TiAlN$ -покрытий — нужно прервать рост пленки AlN на стадии формирования кубической модификации и начать осаждение следующего подслоя кубического TiN . В этом случае и возрастаёт адгезия TiN на AlN -субстрате. Однако если рост пленки AlN уже перешел в стадию образования гексагонального AlN , то адгезия TiN к нему будет однозначно ниже. В свою очередь, чем хуже адгезия, тем больше микродефектов.

Изображение 4 соответствует покрытию, обладающему наилучшей стойкостью к истиранию. На этом изображении отчетливо видны шарообразные включения со средним диаметром 300 нм. Поскольку осаждение покрытия велось из сепарированного потока, эти включения нельзя идентифицировать как микрокапли. Скорее всего, это связано с началом образования кристаллитов $TiAlN$, которые при дальнейшем уменьшении толщины прослоек TiN и AlN переходят в гомогенный $TiAlN$ (изображение 5).

В заключение отметим, что были проведены предварительные опыты, которые показали, что одинаковость толщин TiN и AlN -слоев не является обязательным условием для получения лучших покрытий наноструктурного $TiAlN$. Увеличение содержания AlN в покрытии ведет к дальнейшему увеличению его износостойкости, что может явиться предметом дальнейших исследований.

* * *

1. Слоистые покрытия TiN — AlN с толщинами слоев более 4 нм неустойчивы и склонны к саморазрушению вследствие роста прослойки AlN в гексагональной модификации.
2. Существует диапазон толщин слоев TiN и AlN , когда образующееся покрытие состоит из последовательных слоев кубического TiN и кубического AlN .
3. Наиболее износостойкое покрытие состава TiN — AlN получается при толщине единичного слоя порядка 2,5 нм, что обусловлено образованием наноструктурного кубического AlN .
4. Предложены пути усовершенствования покрытий на основе $TiAlN$.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. *Chu X., Barnett S. A., Wong M. S., Sproul W. D.* Reactive unbalanced magnetron sputter deposition of polycrystalline TiN/NbN superlattice coatings. *Surf. Coat. Technol.* 1993. Vol. 57. P. 13–18.
2. *Hovsepian P. E., Lewis D. B., Munz W. D.* Recent progress in large scale manufacturing of multilayer/superlattice hard coatings. *Surf. Coat. Technol.* 2000. Vol. 133–134. P. 166–175.
3. *Zhang Xu at all.* The TiN/AlN multilayers deposited by filtered vacuum arc deposition. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*. 2003. Vol. 206. P. 382–385.
4. *Барвинок В. А.* Управление напряженным состоянием и свойства плазменных покрытий. М., 1990.

*A. Brozdnichenko, S. Gorchakov, S. Ryazantzev,
S. Senkevich, K. Tilte, I. Khinich*

THE INFLUENCE OF EVAPORATED LAYERS STRUCTURE OF TiN AND AlN ON THE CHARACTERISTICS OF NANOCOMPOSITE TiAlN COATING

Nanostructural coating TiAlN produced by consecutive coating of TiN and AlN on hardenable material are investigated. The coating are more wearproof in comparison with common homogeneous coatings, this is caused by the cubic structure of AlN imposed by intermediate TiN layers. The morphology of the investigated films was checked by atomic-force microscopy methods.