

05.1;10

## **Структура, механические и фрикционные свойства пленок нитрида титана, подвергнутых облучению непрерывными потоками ионов**

© И.Г. Романов, И.Н. Царева, Л.А. Кривина

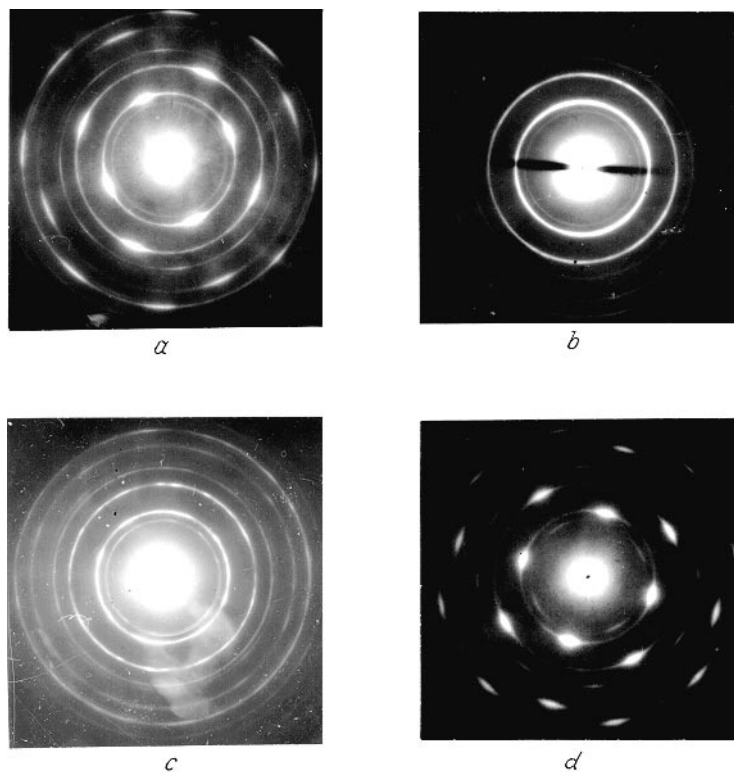
Нижегородский филиал Института машиноведения  
им. А.А. Благодрава РАН

Поступило в Редакцию 10 июля 1997 г.

Приведены результаты влияния ионной бомбардировки при малых дозах  $10^{14} - 10^{15} \text{ см}^{-2}$  на структуру, механические и фрикционные свойства пленок нитрида титана. Показано, что при этих дозах в материале мишени происходят процессы пластической деформации, изменяющие степень кристалличности. Подбирая условия облучения, можно в достаточно широком интервале варьировать свойства пленок TiN.

В последние годы уделяется большое внимание новым износостойким покрытиям, применяемым в различных областях техники. Особое место занимают ионно-плазменные технологии, позволяющие получать пленки карбонитридов с повышенными физико-механическими, трибологическими и антикоррозионными свойствами. Однако развитие современного материаловедения требует проведения исследований по дальнейшему упрочнению уже имеющихся высокопрочных материалов. Для этих целей весьма перспективным является метод ионной имплантации.

В данной работе представлены результаты по влиянию непрерывных потоков ионов на различные свойства пленок нитрида титана. Напыление осуществлялось на установке ННВ-11 при давлении 1.06 Pa. В экспериментах использовались керамические подложки ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) и образцы NaCl. Толщина пленок изменялась от 0.25 до 3  $\mu\text{m}$ . Облучение производилось непрерывными потоками ионов  $\text{V}^+$  и  $\text{Ar}^+$  при  $j = 8 - 10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  с энергией 40 keV на ускорителе "ИЛУ". Дозы ионов варьировались в интервале  $6 \cdot 10^{13} - 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . До и после ионной обработки образцы TiN подвергались электронографическому



**Рис. 1.** Электронограммы на просвет (общая дифракция) пленок TiN, облученных ионами  $V^{+}$ : *a* — необлуч., *b* —  $\Phi = 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ , *c* — необлуч., *d* —  $\Phi = 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .

и рентгеноструктурному анализу. Измерялись микротвердость ( $H_{\mu}$ ) и коэффициент трения ( $f$ ) при сухом скольжении индентора из стали ШХ-15.

Исходные тонкие пленки ( $0.25 \mu\text{m}$ ) имели ГЦК-структуру типа NaCl (рис. 1, *a*) с параметром решетки  $a = 4.24 \text{ \AA}$  (что хорошо согласуется с литературными данными [1]), средним размером зерна  $2.8 \mu\text{m}$  и ярко выраженной текстурой. Наличие текстуры связано с тем, что для электронографических исследований пленки напылялись на свежий скол

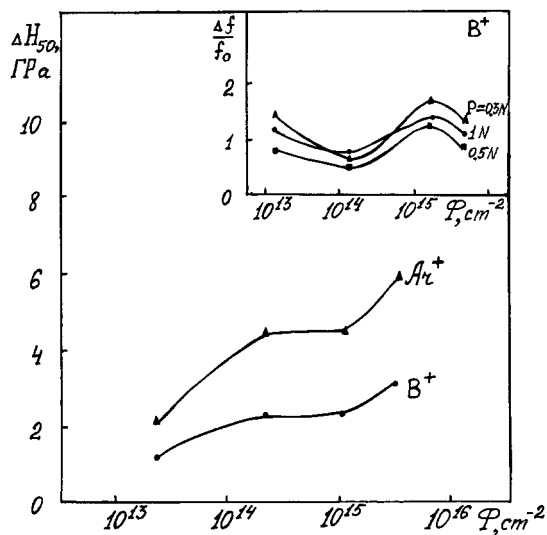
каменной соли, имеющей кристаллографическую ориентацию (100). С другой стороны, это может быть вызвано текстурой роста, проявляющейся уже при этих толщинах.

После ионной обработки размер зерен пленок TiN оставался практически неизменным. При этом замечено некоторое уменьшение параметра решетки до 4.225 и 4.205 Å при облучении ионами Ag<sup>+</sup> и В<sup>+</sup> соответственно. При дозе  $\Phi = 2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$  происходит разупорядочение зерен (рис. 1, *b*). На электронограммах, снятых в режиме общей дифракции, наблюдалось уменьшение интенсивности текстурных максимумов. Такое поведение обусловлено тем, что при имплантации за счет внедренной примеси и образования радиационных дефектов в материале мишени возникают высокие напряжения. При достижении их предела текучести начинают протекать процессы пластической деформации, приводящие к частичной релаксации напряжений. Ранее [2,3] было показано, что диапазон  $\Phi = 10^{14} - 10^{15} \text{ см}^{-2}$  для тонких пленок соответствует дозам неупругой деформации. При этом в материалах с различной степенью кристалличности процессы пластической деформации проявляются не всегда одинаково. В более совершенных кристаллах с текстурой, совпадающей с направлениями системы скольжения, возможна разориентировка зерен, а в менее совершенных кристаллах (рис. 1, *c*) имеет место обратный процесс, что хорошо иллюстрируется рис. 1, *d*. Зерна встраиваются в направлении пластической деформации, и при этом степень текстурирования повышается.

После облучения пленок в исследуемом интервале доз наблюдается улучшение механических свойств. На рис. 2 приведены дозовые зависимости прироста микротвердости покрытий TiN. Так как при измерении микротвердости глубина индентирования превышала толщину пленки, то экспериментальные значения  $H_\mu$  до и после ионной бомбардировки соответствуют композиции TiN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Для определения истинных значений микротвердости TiN использовалась формула [4]:

$$H_\mu = H_k + (H_k - H_0) / [2(h/t) + 3(h/t)^2],$$

где  $H_k$  — микротвердость композиции;  $H_0$  — микротвердость подложки, измеренная при той же нагрузке;  $t$  — толщина пленки;  $h$  — глубина индентирования. На кривых  $H_\mu(\Phi)$  для имплантации В<sup>+</sup> и Ag<sup>+</sup> можно выделить несколько участков. Начальный рост  $H_\mu$ , по-видимому, вызван образованием точечных дефектов и отдельных дислокаций. При  $\Phi > 10^{14} \text{ см}^{-2}$  протекают процессы пластической деформации и  $\Delta H_\mu$



**Рис. 2.** Дозовая зависимость изменения микротвердости (а) и коэффициента трения (б) пленок TiN после облучения.

остается почти постоянной. Повышение микротвердости при дозах выше  $10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$  обусловлено образованием полей напряжений от дислокационных скоплений. Упрочняющий эффект при облучении бором выражен слабее, что связано с меньшей атомной массой последнего.

Наиболее сложная зависимость от дозы облучения наблюдалась для коэффициента трения (рис. 2). Во всем исследуемом интервале доз коэффициент трения был выше исходного значения. Однако прирост его неодинаков на разных участках дозовой зависимости. Так как упрочняющий эффект при облучении должен способствовать снижению коэффициента трения, то возрастание  $f$  связано, вероятно, с увеличением средних касательных напряжений при контактировании индентора с облученным покрытием TiN. На первой стадии облучения ( $10^{13}$ – $10^{14}$   $\text{cm}^{-2}$ ) сдвиг в микроконтакте может быть затруднен из-за сжимающих напряжений, создаваемых радиационными дефектами. В диапазоне  $10^{14}$ – $10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$  при постоянном приросте микротвердости усиление темпа роста коэффициента трения определяется процессами

пластической деформации, сопровождающимися уменьшением степени текстуры (рис. 1, с). Известно, что в ГЦК-кристаллах пластическая деформация происходит по плоскостям (111). Так как зерна облученных пленок TiN приобретают преимущественную ориентацию (100), неблагоприятную по отношению к сдвигу при трении, то этот фактор мог быть ответственным за повышенные значения коэффициента трения. В менее совершенных кристаллах степень текстурирования после облучения повышается, вызывая спад коэффициента трения. Таким образом, многократное протекание процессов пластической деформации при облучении объясняет неоднозначную зависимость  $f$  от дозы ионов.

Как показали проведенные исследования, имплантация квазинепрерывными ионными пучками может успешно применяться для модификации свойств износостойких покрытий TiN. При этом необходимо учитывать многообразие структурных изменений, сопровождающих ионную обработку.

### Список литературы

- [1] Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу. М.: Физматгиз, 1961. С. 255.
- [2] Павлов А.П., Тетельбаум Д.И., Курильчик Е.В. и др. // ДАН СССР. 1990. Т. 311. N 3. С. 607–610.
- [3] Романов И.Г., Чеканов А.Л. // Поверхность. 1993. № 5. С. 40–43.
- [4] Девярых Г.Г., Гусев А.В., Ширяев А.М. и др. // Высококачественные вещества. 1992. № 5–6. С. 167–170.
- [5] Крагельский И.В., Михин Н.М. Узлы трения машин. М.: Металлургия, 1984. С. 280.