

Transparentní a houževnaté nanokompozitní tenké vrstvy Al-Si-N odolné proti vzniku trhlin

Daniel Javdošník¹, Jan Procházka², Jindřich Musil³

1 Úvod

V současnosti narůstá počet aplikací, kde je potřeba (transparentních) tenkých vrstev s vysokou houževnatostí, vysokou tvrdostí a odolností proti vzniku trhlin. Zároveň je tento okruh tenkých vrstev málo prozkoumaný, a je zde plno nevyřešených otázek, např. jaká je optimální struktura, jeho prvkové a fázové složení, pokud je vysoký W_e , nízký efektivní Youngův modul E^* , vysoký poměr $H/E^* > 0,1$ a velikost tlakového pnutí $\sigma > 0$.

V pracích Musil (2012) bylo experimentálně prokázáno, že tenké vrstvy, které jsou odolné proti praskání, mají tyto vlastnosti: (i) vysoký poměr $H/E^* > 0,1$, (ii) vysokou elastickou vratnost $W_e > 60\%$ a (iii) tlakové pnutí $\sigma > 0$ ve vrstvě. Odolnost vrstev závisí nejen na struktuře, prvkovém a fázovém složení a mechanických vlastnostech, ale i na makropnutí ve vrstvě σ vytvořené v průběhu depozice rostoucí vrstvy.

Musil (2012) experimentálně zjistil, že nanokompozit vytvořený z nemísitelných složek např. nitridu amorfni (Si_3N_4) a nitridu nanokrystalické fáze (AlN), může vykazovat zvýšenou odolnost proti vzniku trhlin. Autoři Péliesson-Schecker, Hug, & Patscheider (2014) zjistili, že zakomponováním dostatečného množství Si (at %) do $\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x\text{N}_x$ dochází při jeho kritické koncentraci k precipitaci a vzniku a- Si_3N_4 fáze, která zapouzdří jednotlivé krystalky nc- $\text{Al}_{1-x}\text{Si}_x\text{N}_x$ tenkou obálkou. Poměr nanokrystalické (nc-) fáze v amorfni (a-) matici hraje klíčovou roli v ovlivnění parametrů, jako H, E^*, W_e , a H/E^* , které ovlivňují houževnatost vrstev a jejich odolnost vůči vzniku trhlin.

V této práci bude demonstrován vliv parametrů depozice tenkých vrstev Al-Si-N na jejich strukturu a mechanické vlastnosti (mikrotvrdost H , efektivní Youngův modul pružnosti E^* , elastická vratnost W_e a důležitý parametr pro hodnocení houževnatých vrstev, poměr H/E^* a zbytkové pnutí ve vrstvě σ).

2 Výsledky

Tenké vrstvy Al-Si-N byly připraveny pulzním reaktivním magnetronovým naprašováním slitinového terče Al:Si = 90:10 at. % v atmosféře Ar + N₂ (20 % N₂). Byly zkoumány mechanické vlastnosti $H, E^*, W_e, H/E^*$ mikroindentací (s Vickersovým mikroindentorem) a pnutí σ , a struktura vrstev XRD (v Bragg Brentanovo uspořádání se zářením Cu-K α) v závislosti na depozičních parametrech: teplota substrátu T_s , celkový tlak v komoře p_T a vzdálenost terč-substrát d_{s-t} . Odolnost vrstev vůči vzniku trhlin se zkoumala indentačním testem při zatíženích 200 až 1000 mN Vickersovým indentorem.

¹ student navazujícího studijního programu Aplikované vědy a informatika, obor Aplikovaná fyzika a fyzikální inženýrství, specializace Fyzika technologických procesů, e-mail: javdda00@students.zcu.cz

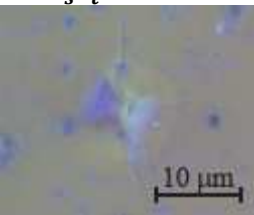
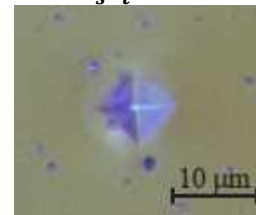
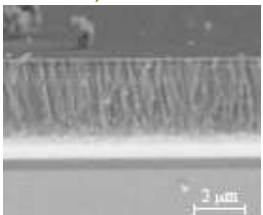
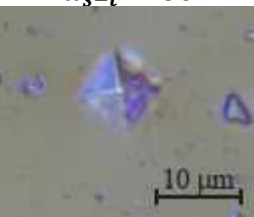

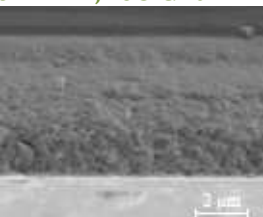
² student doktorského studia, ZČU, FAV, Katedra fyziky, Univerzitní 22, 306 14, e-mail: jprochy@kfy.zcu.cz

³ prof. Ing. Jindřich Musil, DrSc., ZČU, FAV, Katedra fyziky, Univerzitní 22, 306 14, e-mail: musil@kfy.zcu.cz

Obecně bylo zjištěno, že vrstvy s nízkým tlakovým pnutím $0 > \sigma > -1$ GPa nejsou odolné vůči vzniku trhlin i přes to, že je $W_e > 60$ % a $H/E^* > 0,1$, to dokazuje obrázek A) v tabulce 1. Je to dáno pravděpodobně sloupcovou strukturou, kde se trhliny šíří po hranicích zrn (sloupců).

Pro vytvoření houževnatých vrstev odolných proti vzniku trhlin, je potřeba dodat vytvářené vrstvě dostatečné množství energie, která by se dala klasifikovat takto:

- Nízká energie vede k vytvoření řídké sloupcové struktury, kde převažuje tahové pnutí $\sigma > 0$ a dochází ke vzniku trhlin.
- Vyšší dodaná energie vede k vytvoření husté sloupcové struktury, s nízkým tlakovým pnutím $\sigma < 0$, kde může docházet ke vzniku trhlin obrázek A), B), C) v tabulce 1.
- Dodáním dostatečného množství energie vznikne hustá nanokrystalická struktura s dostatečným tlakovým pnutím $\sigma < 0$, odolná vůči vzniku trhlin obrázek D) v tabulce 1.

<p>A) $T_s = 500$ °C $H = 26$ GPa $p_T = 1.0$ Pa $H/E^* = 0,118$ $d_{s-t} = 100$ mm $\sigma = -0,453$ GPa</p> 	<p>B) $T_s = 300$ °C $H = 25$ GPa $p_T = 1.0$ Pa $H/E^* = 0,123$ $d_{s-t} = 60$ mm $\sigma = -1,230$ GPa</p>  
<p>C) $T_s = 500$ °C $H = 24$ GPa $p_T = 1.0$ Pa $H/E^* = 0,119$ $d_{s-t} = 60$ mm $\sigma = -1,410$ GPa</p> 	<p>D) $T_s = 300$ °C $H = 29$ GPa $p_T = 0.5$ Pa $H/E^* = 0,135$ $d_{s-t} = 60$ mm $\sigma = -1,408$ GPa</p>  

Tabulka 1: Závislosti parametrů depozice vrstev Al-Si-N na jejich struktuře (SEM) a mechanických vlastnostech. Elastická vratnost vrstev je $W_e > 80$ %. Zatěžovací síla indentoru při měření mechanických vlastností $L = 10$ mN a při měření odolnosti proti praskání $L = 1$ N.

3 Závěr

Bylo zjištěno, že při dostatečně nízké vzdálenosti d_{s-t} a dostatečně nízkém tlaku p_T vznikají husté nanokrystalické vrstvy Al-Si-N s tvrdostí dosahující $H \approx 30$ GPa.

Literatura

Musil, J. (2012). Hard nanocomposite coatings: Thermal stability, oxidation resistance and toughness. *Surface and Coatings Technology*, 207, 50–65.

Péllisson-Schecker, A., Hug, H. J., & Patscheider, J. (2014). Morphology, microstructure evolution and optical properties of Al-Si-N nanocomposite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 257, 114–120.