

Список литературы

1. Zou X., Lu X., Zhou Z. et al. // *Electrochemistry Communications*. 2012. V. 21. P. 9–13.
2. Zou X., Lu X., Li C. et al. // *Electrochimica Acta*. 2010. V. 55. № 18. P. 5173–5179.
3. Zou X., Lu X., Zhou Z. et al. // *Electrochimica Acta*. 2010. V. 56. № 24. P. 8430–8437.
4. Guan Q.L., Wang H.Y., Li S.L. et al. // *Journal of Alloys and Compounds*. 2008. V. 456. № 1. P. 79–84.

5. Kishida K., Fujiwara M., Adachi H. et al. // *Acta Materialia*. 2010. V. 58. № 3. P. 846–857.
6. Ugllov V.V., Kvasov N.T., Kudaktsin R.S. et al. // *Surf. and Coat. Tech.* 2013. V. 235. P. 685–690.

FORMATION OF STRUCTURE-PHASE STATES CONTAINING SILICIDES OF Ti AND W IN STEEL BY COMPRESSION PLASMA FLOW

Valyantín Astashinsky, Raman Kudaktsin, Anton Kuzmitsky
A.V. Lykov *Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences,
P. Brovka str. 15, Minsk, 220072, Belarus, ast@htmi.by*

The results of study of structure and phase composition of surface layer in carbon steel, doped with titanium, silicon and tungsten by compression plasma flow are reported. It was found by scanning electron microscopy that modified layer forms in steel. Its thickness is 1–12 μm depending on absorbed energy density (5–30 J/cm^2). It was found by means of X-ray diffraction that silicides TiSi and WSi_2 form in modified layer. It was found by energy dispersion X-ray spectroscopy that doping elements are uniformly distributed throughout the thickness of modified layer.

ВОЗДЕЙСТВИЕ НАНОИМПУЛЬСНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ТОНКИЕ ПЛЕНКИ TiAlN/Si

Г.Д. Ивлев, В.А. Зайков, И.М. Климович, О.Р. Людчик
*Белорусский государственный университет,
пр. Независимости, 4, Минск, 220030, Беларусь, ivlev-1947@mail.ru*

Методом оптической микроскопии исследовано воздействие интенсивного наносекундного (70 нс) излучения рубинового лазера ($\lambda = 0.69$ мкм) на состояние тонкоплёночной системы TiAlN/Si. Получены данные о динамике отражательной способности зон лазерной обработки на длине волны зондирующего излучения 1.06 мкм. Исследуемые образцы приготавливались методом магнетронного распыления мишени с сопутствующим формированием тонкой (0.5 мкм) плёнки TiAlN на кремниевой подложке и облучались при плотностях энергии 0.5–1.6 $\text{Дж}/\text{см}^2$.

Введение

Импульсная лазерная обработка (ИЛО) является эффективным методом модификации свойств различных материалов и исследования изменений их физических свойств в условиях высокоэнергетического воздействия лазерного излучения. В этом плане представляет научный интерес изучение эффектов ИЛО тонких плёнок бинарного нитрида TiAlN - материала, используемого для формирования износостойких упрочняющих слоёв в технологии производства режущих инструментов [1, 2] и защитных покрытий [3]. Цель данной работы заключается в исследовании поведения собственно тонкой плёнки TiAlN, сформированной на неметаллической подложке – Si (100), под действием интенсивного лазерного излучения наносекундной длительности.

Основная часть

Тестируемые образцы приготавливались путём магнетронного распыления составной Ti – Al мишени в аргон-азотной атмосфере при давлении около $7 \cdot 10^{-2}$ Па, сопровождаемого образованием на кремниевой подложке, находящейся в рабочей камере, субмикронной (0.5 мкм) плёнки TiAlN с примерно одинаковым процентным соотношением Ti и Al и столбчатой структурой в попе-

речном сечении (рис. 1). Измерение элементного состава плёнки методом резерфордовского обратного рассеяния (установка AN-2500 HVEE) показало атомарное содержание Ti – 34.69%, Al – 31.61, азота – 33.69 и кислорода – 0.01%.

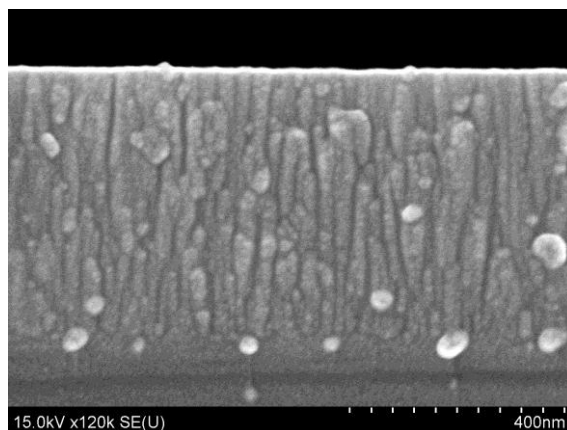


Рис. 1. Вид пленки на сколе образца TiAlN/Si (растровый электронный микроскоп Hitachi S-4800).

Исследование эффектов ИЛО подготовленных образцов проводилось в экспериментальных условиях [4, 5] с применением рубинового лазера,

работавшего в режиме генерации одиночных импульсов излучения ($\lambda = 0,69$ мкм), длительность которых составляла 70 нс по уровню 0,5. В центральную область ~ 1 мм зоны ИЛО (диаметр 4 мм) направлялось сфокусированное зондирующее излучение ($\lambda = 1,06$ мкм) р-поляризации при угле падения 30° . Отражённая от образца часть потока пробного пучка детектировалась фотоэлектронным умножителем ЭЛУ-ФТК, связанным со входом цифрового осциллографа В-424. Плотность энергии облучения W системы TiAlN/Si варьировалась ослабляющими нейтральными фильтрами в интервале $0,5-1,6$ Дж/см² при неравномерности распределения W , воспроизводимой от импульса к импульсу, с отклонением не выше $\pm 5\%$ от средней по пятну. Состояние областей ИЛО изучалось визуально и под микроскопом.

После ИЛО при $W = 0,5$ Дж/см² состояние облучённой поверхности образца практически не отличалась от исходного. Зона ИЛО не выделялась на пластине TiAlN/Si. При последовательном повышении W в интервале $0,6-0,9$ Дж/см² и однократным облучением новых участков эффект ИЛО становился заметным по появлению слабого оптического контраста зон лазерного воздействия на общем фоне поверхности пластины. Это указывает на изменение физического состояния слоя TiAlN и, вероятно, его исходной структуры (рис. 1) в связи с высокотемпературным нагревом во время действия лазерного импульса и термостимулированными кинетическими процессами, не приводящими, однако, к разрушению плёнки.

В этих условиях лазерного воздействия получены осциллограммы, характеризующие динамику отражательной способности зоны ИЛО $R(t)$ на длине волны зондирующего пучка (рис. 2). Осциллограммы «б» и «в» соответствуют $W = 0,64$ Дж/см² и $0,82$ Дж/см². Из них следует, что во время лазерного нагрева плёнки, её отражательная способность R несколько уменьшается от начальной величины (R_H), затем возрастает до конечной (R_K), причём за время, которое существенно больше при втором значении W . Это связано с более длительной в этом случае стадией остывания нагретого слоя - нагретого до большей пиковой температуры.

В описанной ситуации агрегатное состояние слоя TiAlN в процессе ИЛО, вероятнее всего, не меняется. Однако строение/морфология плёнки может трансформироваться вследствие релаксационных процессов, связанных с возникновением в нём термостимулированных механических напряжений, которые обусловлены значительным одномерным (вглубь образца) градиентом температуры. Изучение областей ИЛО ($W = 0,6-0,9$ Дж/см²) под микроскопом показало (рис. 3), что указанные процессы приводят к образованию системы латеральных ячеек микронных размеров, превышающих толщину самой плёнки TiAlN.

Средний размер ячеек, уменьшающийся с увеличением W , составляет $1,8$ мкм ($0,64$ Дж/см²); $1,4$ ($0,75$); $1,1$ ($0,82$) и 1 мкм ($0,9$ Дж/см²).

При повышении W до порогового значения ~ 1 Дж/см² достигается разрушение слоя TiAlN вследствие изменения его агрегатного состояния

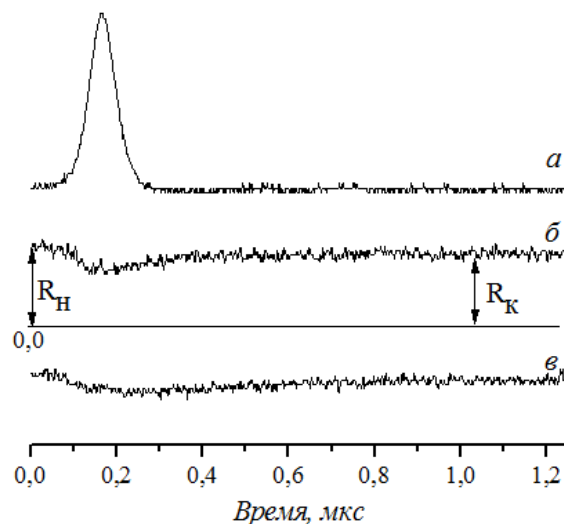


Рис. 2. Осциллограммы лазерного импульса (а) и выходного сигнала фотоприёмника, детектирующего зондирующее излучение, отражённое от образца TiAlN/Si: $W = 0,64$ (б) и $0,82$ Дж/см² (в).

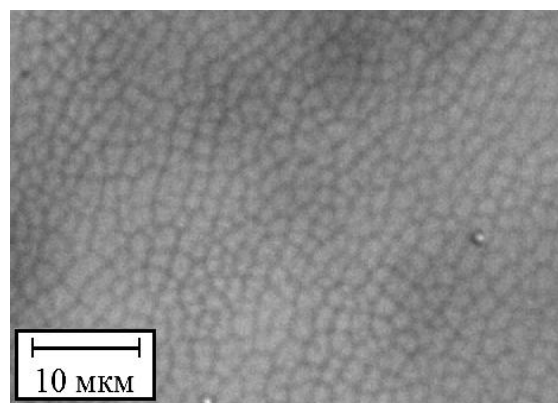


Рис. 3. Микрофотография поверхности образца, облучённой при $W = 0,64$ Дж/см².

во время действия лазерного излучения и абляции, что приводит к удалению части плёнки с поверхности подложки Si (рис. 4) в местах с повышенной в пределах неоднородности лазерного пятна ($\pm 5\%$) величиной поглощённой энергии. Поверхность подложки при этом не разрушается. В условиях развитой абляции (при наибольшей в эксперименте плотности энергии $1,6$ Дж/см²) наблюдалась эрозия всей поверхности зоны ИЛО.

Согласно результатам оптических измерений на длине волны лазерного излучения отражательная способность плёнки $R = 0,28$, а коэффициент пропускания составляет $2,3 \cdot 10^{-4}$, что соответствует натуральному показателю поглощения $k = 1,7 \cdot 10^5$ см⁻¹. Это означает, что лазерное излучение поглощается с выделением тепла в слое, на порядок меньшем толщины плёнки. Поскольку TiAlN обладает низкой теплопроводностью, теплоотвод в подложку в энергетическом балансе взаимодействия лазерного излучения с плёнкой не имеет существенного значения. То есть, весьма быстрый (наносекундный) нагрев плёнки, изменение агрегатного состояния и абляция TiAlN происходят без существенного повышения тем-

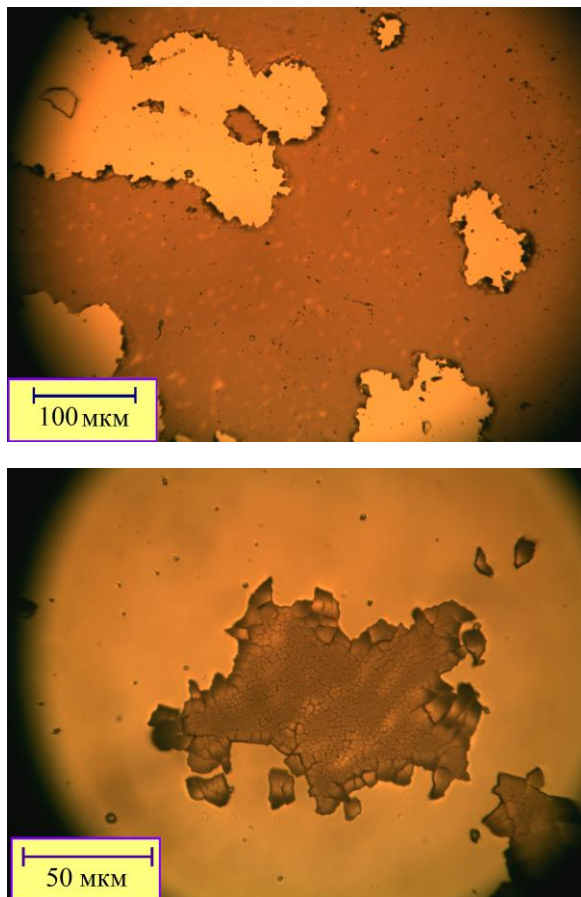


Рис. 4. Фрагменты изображения поверхности зоны ИЛО ($W = 1.0 \text{ Дж/см}^2$) в поле зрения микроскопа.

пературы приповерхностной области подложки Si. Это можно заключить также, если учесть, что порог лазерно-индуцированного плавления поверхности собственно монокристалла кремния $\sim 1 \text{ Дж/см}^2$ [4], тогда как при такой же величине W облучение системы плёнка TiAlN/подложка Si приводит к удалению части плёнки в зоне ИЛО вследствие абляции без визуально заметного

нарушения состояния поверхности монокристалла Si (рис. 4).

Заключение

Проведённое исследование позволяет заключить, что в определённом интервале плотностей энергии наносекундного лазерного облучения тонкоплёночной системы TiAlN/Si ниже установленного порога разрушения/абляции субмикронной плёнки TiAlN лазерно-индуцированные теплофизические процессы приводят к изменению её морфологии. При этом в динамике лазерного воздействия наблюдается термостимулированное уменьшение отражательной способности плёнки на длине волны зондирующего излучения. В условиях термостимулированного разрушения плёнки основная часть поглощённой энергии лазерного импульса связана с нагревом бинарного нитрида TiAlN, изменением его агрегатного состояния и удалением с подложки кремния в результате абляции.

Благодарности

Работа выполнена в рамках задания 2.3.08.2 «Формирование и модификация наноструктурированных многокомпонентных металл-углеродных покрытий ионно-плазменными и лазерными потоками в вакууме для использования в точном машиностроении, оптике» ГПНИ «Функциональные и композиционные материалы, наноматериалы».

Список литературы

1. Leyendecker T., Lemmer O., Esser S., Ebberink J. // Surface and Coatings Technology. 1991. V. 48. P. 175.
2. Vetter J. // Surface and Coatings Technology. 1995. V. 719. P. 76-77.
3. Погребняк А.Д. и др. // Журнал технической физики. - 2011. Т. 81. № 7. С.124-131.
4. Ивлев Г.Д., Гацкевич Е.И. // Журнал технической физики. 2012. Т. 82. № 6. С.69-72.
5. Новиков Г.А. и др. // Журнал технической физики. 2015. Т. 85. № 3. С. 89-95.

NANOPULSED LASER RADIATION EFFECT ON THIN TiAlN/Si FILMS

G.D. Ivlev, V.A. Zaikov, I.M. Klimovich, O.R. Luidchik
Belarusian State University,
pr. Nezavisimosti, 4, Minsk, 220030, Belarus, ivlev-1947@mail.ru

Influence of intensive nanosecond (70 ns) ruby laser-irradiation ($\lambda = 0.69 \mu\text{m}$) on the state of TiAlN/Si thin film system has been investigated by means of optical microscopy. Data on the dynamics reflectivity of laser-treated zones have been obtained at $1.06 \mu\text{m}$ wave-length of probing radiation. Studied samples were prepared by magnetron sputtering of a composite target with attendant formation of thin TiAlN film ($0.5 \mu\text{m}$) on silicon substrate and irradiated under energy densities of $0.5\text{--}1.6 \text{ J/cm}^2$.