

多弧离子镀 TiN 和 (TiZrCr)N 膜中 宏观颗粒的 SEM 分析

李成明 张 勇 曹尔妍

(中科院力学所材料工程中心, 北京 100080)

宏观颗粒是阻碍电弧离子镀广泛应用的障碍。它们镶嵌在膜层中, 或散布在膜层表面。引起薄膜微区成分和结构的突变, 对于工具镀来讲不一定有害, 而对于高档模具和装饰来讲无疑是有害的。由于真空电弧阴极斑点局部温度高达 8000~ 40000K, 阴极表面的微小熔池产生喷射, 最终形成这些宏观颗粒。许多方法用来减少和消除真空电弧离子镀中的大颗粒。本文比较了在直流偏压、直流迭加脉冲偏压和磁场过滤电弧作用下的宏观颗粒特点。

实验方法

用 4 弧源真空电弧离子镀设备进行 TiN 膜的沉积, 用 Zr, Cr, Ti 靶进行 (ZrCrTi)N 复合膜的共沉积。工艺条件为: 电弧电流 80A, 氮气压 0.6Pa, 偏压 -150V, 时间 30min。基材为镜面抛光不锈钢板, 镀前经过光洁、去油去脂、脱水及干燥处理。用 S250M K3 型扫描电镜及所带能谱仪和 X 射线衍射仪进行形貌观察、微区成分分析和相组成分析。

实验结果

图 1 为直流偏压 -150V 条件下, 沉积 TiN 膜的表面形貌, 最大颗粒直径为 9 μm , 颗粒密度为 10⁶ 个 cm⁻²。图 2 为脉冲迭加直流偏压条件下, TiN 膜的表面形貌, 颗粒密度为 10⁴ 个 cm⁻², 最大颗粒直径小于 4 μm 。在磁过滤条件下, TiN 沉积的表面形貌如图 3 所示, 最大颗粒小于 1 μm , 颗粒密度 900 个 cm⁻²。在直流迭加脉冲偏压条件下, (TiCrZr)N 复合膜的表面形貌如图 4。

有以 Zr 为主和 Cr 为主的颗粒存在。成分如下表:

	Zr	Cr	Ti	其它
Zr 颗粒	53.769	18.055	28.180	0
Cr 颗粒	5.659	86.197	3.744	余
面平均成分	49.296	21.525	29.181	0

结果讨论

图 1 中显示的大颗粒形状为椭球和团絮状。说明这些颗粒在到达基板表面后仍处于熔融状态, 由于仍具有一定的流动性, 所以受到基板阻挡时将产生形变, 呈椭球和团絮状附着在膜层表面。由于飞行中温度降低导致流动性减小, 若膜层表面有缺陷, 颗粒底部便会留下形状不规则的微孔^[1]。半径较小的液滴在空间已固化, 所以在膜层中呈球状, 由于后续粒子的遮蔽效应, 在底侧形成花托状微孔。在脉冲迭加直流偏压条件下, 使 TiN 颗粒密度减小 2 个数量级, 最大颗粒尺寸减小到 4 μm 。

在薄膜沉积中, 负偏压越高, 离子轰击的能量越大, 因而可用高能粒子击碎大颗粒。但过高的偏压会使沉积速率降低, 工件温度升高。既要在沉积过程中对工件和薄膜进行高能粒子轰击, 又要避免高偏压带来的不利影响, 使用脉冲偏压是解决这一矛盾的有效方法^[2]。脉冲偏压对离子间断加速, 使离子与颗粒的碰撞机会增加, 能有效击碎大颗粒。

在外加磁场条件下, 使大颗粒数量减少, 甚至可完全消除大颗粒, 这与磁场的形状、磁场强度等因素密切相关^[3], 除去磁场几何因素外, 基于两点减少大颗粒, 一是磁场改变了等离子体通道

中粒子的飞行轨迹、平均自由程和碰撞频率。二是磁过滤装置在阴极靶表面形成的磁场影响弧斑的运动,使其加速,从而缩短弧斑在一个位置的停留时间,减少熔池的尺寸和深度。同时磁场还会使弧斑分裂和细化,使每个弧斑的电流密度降低,减少大颗粒的发射。各方面的综合作用使工件表面的颗粒密度和尺寸大大减少。

尽管锆的熔点较高,在(TiCrZr)N复合膜的沉积中,仍然有Zr和Cr的大颗粒存在。图4中显示了Zr和Cr的大颗粒,Zr颗粒含有Ti和Cr,Cr颗粒会有Zr和Ti,是与颗粒在空间运输和到达基板后,另两种离子的注入相关。Zr颗粒中的Zr含量相对较低,可能颗粒达到基板表面时间较早,Ti和Cr离子注入较多有关。X射线衍射表明复合膜由TiN、CrN、ZrN组成。复合膜的结合强度和显微硬度等也被研究,将另文进行讨论。

参考文献

- [1]程仲元,王珉,邹积岩 金属热处理学报,1997,18(2) 36
 [2]Fessnan J. Mater. Sci Eng., 1991,A 140 830
 [3]A kari K, Tamagaki H. Surface and coating technology, 1990, 43/44 312

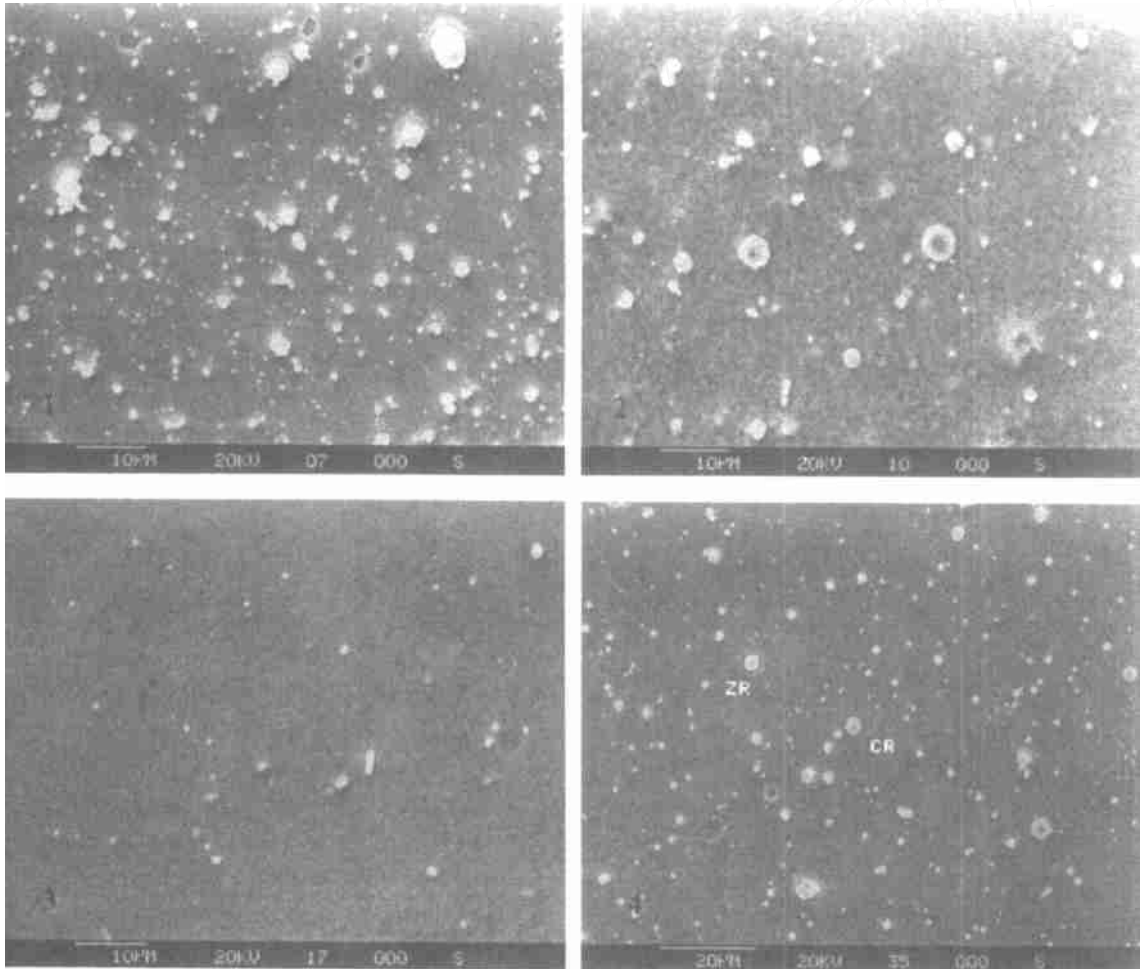


图1 直流偏压条件下TiN薄膜的表面形貌;图2 迭加偏压下TiN薄膜的表面形貌;
 图3 磁过滤条件下TiN薄膜的表面形貌;图4 迭加偏压下(TiZrCr)N薄膜的表面形貌。