

University of Groningen

X-ray analysis of protective coatings

Zoestbergen, Edzo

IMPORTANT NOTE: You are advised to consult the publisher's version (publisher's PDF) if you wish to cite from it. Please check the document version below.

Document Version

Publisher's PDF, also known as Version of record

Publication date:
2000

[Link to publication in University of Groningen/UMCG research database](#)

Citation for published version (APA):

Zoestbergen, E. (2000). *X-ray analysis of protective coatings*. s.n.

Copyright

Other than for strictly personal use, it is not permitted to download or to forward/distribute the text or part of it without the consent of the author(s) and/or copyright holder(s), unless the work is under an open content license (like Creative Commons).

The publication may also be distributed here under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license. More information can be found on the University of Groningen website: <https://www.rug.nl/library/open-access/self-archiving-pure/taverne-amendment>.

Take-down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

Downloaded from the University of Groningen/UMCG research database (Pure): <http://www.rug.nl/research/portal>. For technical reasons the number of authors shown on this cover page is limited to 10 maximum.

Samenvatting

De doelstelling van het onderzoek dat in deze dissertatie wordt beschreven is nieuwe kennis te vergaren over de microstructuur van opgedampte deklaagen in relatie tot de proces parameters. Daarnaast wordt een aanzet gegeven tot het koppelen van deze gegevens aan de mechanische eigenschappen van de laag en wordt de hechting van de deklaag bestudeerd.

Door middel van opdampen kunnen de specifieke, oppervlakte eigenschappen van een deklaag worden gecombineerd met de bulk kwaliteiten van een onderlaag. Daarnaast maakt de methode van opdampen het mogelijk allerlei exotische chemische combinaties en dunne multilaag structuren te produceren.

Er zijn diverse manieren om deklaagen op te dampen. Een gangbare methode is de zgn. "Physical Vapour Deposition", waarmee lagen met een dikte van enkele nano- tot micrometers kunnen worden aangebracht. Bij deze methode wordt een materiaal in de dampfase gebracht door het te beschieten met edelgas ionen. Terwijl dit materiaal in de gasfase verkeert, kan het reageren met andere gassen waardoor de chemische compositie kan worden beïnvloed. Als vervolgens deze damp neerslaat, ontstaat een deklaag met een bepaalde chemische samenstelling.

Teneinde de damp voornamelijk te laten neerslaan op het substraat wordt er een potentiaalverschil tussen het substraat en de depositiekamer aangebracht, de gerichtheidsspanning genoemd. Deze spanning versnelt de ionen in de richting van het substraat. Deze ionen zullen op hun beurt door botsingen met de ongeladen atomen de depositiesnelheid verhogen. Dit heeft, naast de invloed op de depositiesnelheid, ook invloed op de kinetische energie waarmee de atomen en ionen op de groeiende deklaag aankomen.

De verschillende bronmaterialen, de reactieve gassen en de gerichtheidsspanning hebben alle een grote invloed op de verkregen neerslag. Het aanbrengen van de lagen is dus een complex proces.

In het proefschrift wordt de invloed belicht van drie procesparameters, de gerichtheidsspanning, de depositietijd en de verhouding tussen de verschillende chemische elementen, op de eigenschappen van TiN lagen. Van deze drie parameters heeft de gerichtheidsspanning de grootste invloed. De resultaten laten zien dat door deze te variëren de restspanningstoestand, de kristallografische textuur en de dislocatiedichtheid van de lagen aanzienlijk kan worden beïnvloed. Bij lage gerichtheidsspanning is de restspanning in het materiaal evenredig met het produkt van het verschil in temperatuur tussen de

depositie en de gebruikstemperatuur en van het verschil in de lineaire uitzettingscoëfficiënt van het substraat en de deklaag. Verhoging van de gerichtheidsspanning zorgt voor een verdichting van de laag en een additionele compressieve restspanningsterm. Dit wordt veroorzaakt doordat de kinetische energie van de atomen toeneemt, waardoor de atomen verder de laag kunnen binnendringen. Hierdoor wil de laag uitzetten hetgeen wordt tegengegaan door het, relatief oneindig sterke, substraat. Op deze wijze ontstaat een compressieve restspanning in de laag. Dat dit binnendringen van atomen daadwerkelijk plaats vindt wordt indirect bevestigd door spanningsmetingen aan lagen met een éénkristal textuur. Het ontstaan van deze textuur kan worden verklaard met de aanname dat er een voorkeursrichting is waarmee de atomen op de groeiende laag aankomen. De atomen dringen wel binnen in korrels met een oriëntatie, die past bij de voorkeursrichting, maar beschadigen korrels die anders zijn georiënteerd. De passend georiënteerde korrels groeien dus sneller en zo ontstaat de textuur. Dit zou dan ook moeten leiden tot een relatie tussen de korreloriëntatie en de spanningstoestand in deze korrel. Dit is inderdaad experimenteel vastgesteld met behulp van Röntgendiffractie technieken. Bij de verder verhoging van de gerichtheidsspanning, en dus ook van de compressieve spanning, verandert de textuur van een éénkristal textuur in een {111} draadtextuur.

Door de depositietijd te variëren kan de dikte van de deklagen worden gevarieerd. Dit heeft echter invloed op de restspanningstoestand in de laag. De compressieve restspanning blijkt af te nemen met het toenemen van de dikte van de laag. Het blijkt dat de restspanning een functie is van de afstand tot de grenslaag.

In het tweede gedeelte van het proefschrift worden de karakteristieke eigenschappen van lagen bestudeerd die door een commercieel bedrijf zijn aangeleverd. Drie verschillende deklaag systemen zijn onderzocht, te weten TiN, Ti(C,N) en een meerlagen systeem van afwisselend TiN en TiAlN sublagen. Deze deklagen zijn aangebracht op substraten met een verschillende oppervlakte ruwheid. Deze lagen zijn mechanisch getest door middel van buigexperimenten.

Het blijkt dat de kwaliteit van deze lagen aanzienlijk minder is dan die van de niet-commerciële. De TiN en Ti(C,N) lagen hebben een grote overeenkomst met de niet-commerciële monsters, die geproduceerd zijn bij de hoogste gerichtheidsspanning, dat is een hoge compressieve restspanning en een {111} draad textuur. De textuur van het meerlagen systeem is een {200} textuur en de restspanning in de TiAlN sublagen heeft alleen een thermische oorzaak. De restspanning in de TiN sublagen is veel hoger dan de restspanning in de enkele TiN lagen. Dit kan veroorzaakt zijn door de spanningsgradiënt die in de lagen aanwezig is.

Door de oppervlakte ruwheid te verhogen neemt de absolute waarde van de restspanning in de deklagen af maar de spanningstoestand verandert ook. Er ontstaan namelijk trekspanningen loodrecht op de grenslaag. Deze hebben een grote invloed op de kwaliteit van de deklaag. Behalve de invloed op de restspanning wordt ook de textuur van de laag beïnvloed. Als de grenslaag ruwer wordt neemt de gemeten intensiteit af. De textuur is dus minder sterk.

Om de mechanische eigenschappen van de lagen te kunnen bestuderen zijn in-situ buig experimenten in een elektronen microscoop uitgevoerd. Daarbij worden de deklagen onder een compressieve en een trekspanning belast. De lagen die onder een compressieve spanning zijn belast laten alleen defecten zien voor de monsters met de ruwste grenslaag. De scheuren zijn dan zowel aanwezig in de deklaag als tussen de deklaag en het substraat. De scheurvorming wordt toegeschreven aan een niet biaxiale restspanningstoestand. Het belasten van de deklagen onder een trekspanning resulteert in scheurvorming in de deklaag waarbij de scheuren loodrecht op de grenslaag staan. Propagatie van een scheur het substraat in, vindt alleen plaats als op de plaats waar de scheur het substraat bereikt een brosse keramische korrel ligt. Ook in het meerlagen systeem zijn dit soort scheuren aanwezig.

De aangelegde spanning waarbij scheuren in de deklagen ontstaan blijkt af te hangen van de compressieve restspanning in de deklagen. De compressieve restspanning in TiN is kleiner dan in Ti(C,N) en de scheuren ontstaan in de TiN deklaag dus ook bij een lager aangelegde trekspanning. Als er eenmaal scheurvorming zichtbaar is in de deklaag, blijkt TiN een beter scheurweerstand te hebben dan Ti(C,N). Het verhogen van de spanning levert voor Ti(C,N) meer extra scheuren op dan voor TiN. Het meerlagen systeem heeft een scheurweerstand die beter is dan die van Ti(C,N) maar slechter dan TiN.

Concluderend kan er worden gezegd dat de invloed van de grenslaag ruwheid alleen zichtbaar is in de belasting onder compressie. Wanneer de deklagen in trek worden belast treedt er in alle systemen scheurvorming op en ook vindt er lokaal delaminatie van de deklaag plaats.