

## РЕГУЛИРОВКА СОСТАВА Ti-Al-N ПОКРЫТИЙ, ОСАЖДАЕМЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ДВУХКАНАЛЬНОГО ВАКУУМНО ДУГОВОГО ИСТОЧНИКА ФИЛЬТРОВАННОЙ ПЛАЗМЫ

Д.С. Аксёнов, И.И. Аксёнов, А.А. Лучанинов,  
Е.Н. Решетняк, В.Е. Стрельницкий

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,  
Украина*

Поступила в редакцию 07.12.2010

Исследована возможность регулировки состава Ti-Al-N покрытий получаемых вакуумно-дуговым методом путём смещения потоков плазмы от генераторов с титановым и алюминиевым катодом. Фильтрация потоков осуществлялась с помощью общего для обоих генераторов Т-образного двухканального фильтра. Установлено, что изменения содержания алюминия и титана в покрытии можно достичь путём регулировки соотношения разрядных токов в генераторах плазмы. Увеличение диапазона регулировки состава покрытия достигается путём подбора интенсивности магнитных полей в анодных секциях генераторов плазмы. Полученные покрытия однородны по составу на подложке диаметром 180 мм. Определены условия, позволяющие регулировать концентрацию алюминия в пределах от ~14 вес.% до ~60 вес.%.

**Ключевые слова:** Ti-Al-N, двухканальный Т образный фильтр, регулировка состава, однородность покрытия, смешивание плазменных потоков.

Досліджено можливість регулювання складу Ti-Al-N покриттів, які отримано вакуумно-дуговим методом шляхом змішування потоків плазми від генераторів із титановим та алюмінієвим катодом. Фільтрація потоків здійснювалась за допомогою спільного для обох генераторів Т подібного двоканального фільтру. Встановлено, що зміни вмісту алюмінію та титану в покритті можливо досягти шляхом регулювання співвідношення розрядних струмів генераторів плазми. Збільшення діапазону регулювання складу покриття досягається шляхом підбору інтенсивності магнітних полів в анодних секціях генераторів плазми. Отримані покриття однорідні за складом на підкладці діаметром 180 мм. Визначено умови, які дозволяють регулювати концентрацію алюмінію у межах від ~14 ваг.% до ~60 ваг.%.

**Ключові слова:** Ti-Al-N, двоканальний Т подібний фільтр, регулювання складу, однорідність покриття, змішування потоків плазми.

Ability of Ti Al N films composition adjustment, deposited using vacuum arc technique by mixing of plasma streams from plasma sources equipped with titanium and aluminum cathodes was investigated. Plasma filtering was performed by common to both plasma sources T-shaped two-channel filter. It has been found that film composition can be varied by changing arc currents in plasma sources. Adjustment range can be expanded by changing magnetic field intensity in anode sections of plasma sources. Obtained films have uniform composition on 180 mm diameter surface. Conditions for composition adjustment range from ~14 wt.% to ~60 wt.% were found.

**Keywords:** Ti-Al-N, two-channel T-shaped filter, composition adjustment, film uniformity, plasma streams mixing.

### ВВЕДЕНИЕ

Композитные покрытия на основе нитридов двух или более элементов отличаются от однокомпонентных повышенными твёрдостью, износостойкостью, а также более высокой термической стабильностью и стойкостью к окислению. Такие покрытия используются в основном для защиты и продления срока службы режущего инструмента, работающего в агрессивных средах и/или, в тех случаях,

когда применение смазывающих и охлаждающих жидкостей недопустимы. Применение композитных покрытий в любом случае позволяет снизить расход или полностью исключить применение этих жидкостей, что существенно снижает стоимость конечной продукции.

Покрытия рассматриваемого типа могут быть получены вакуумно-дуговым методом, с использованием катодов из материала

заданного состава, соответствующего планируемому составу покрытия. Однако изготовление подобных катодов является сложным, дорогостоящим, и зачастую – невозможным. Более того, отсутствие возможности регулировки соотношения компонентов катода сильно затрудняет оптимизацию и поиск новых составов покрытий в лабораторных условиях.

Многокомпонентные покрытия можно получать путём одновременного осаждения потоков плазмы от нескольких источников с катодами из различных (чистых) материалов. При этом используют системы, как с одноканальным [1, 2], так и многоканальным плазмоводами [3, 4]. Источники плазмы одноканальных систем имеют один общий анод и плазмовод, а катоды находятся в непосредственной близости друг от друга [1, 2]. Плазменные потоки от каждого из катодов в таких системах транспортируются в общем продольном магнитном поле и практически не смешиваются, вследствие чего получаемые покрытия характеризуются сильной неоднородностью состава по поверхности обрабатываемого объекта (подложки). В многоканальных системах плазменные потоки от катодов транспортируются отдельно друг от друга до общей выходной секции плазмовода. Здесь потоки плазмы транспортируются каждый “своим” пучком магнитных силовых линий параллельно друг другу практически не смешиваясь, как и в случае одноканальных систем, и имеют тот же главный недостаток – получаемые покрытия существенно неоднородны по составу. Таким образом, без использования дополнительных смесительных устройств (гомогенизаторов) достичь желаемой однородности не представляется возможным. Описанные в литературе смесители мало исследованы; они либо недостаточно эффективно смешивают потоки плазмы [3], либо имеют материалоёмкую и сложную в изготовлении конструкцию [5, 6].

В предыдущей работе [7] нами показана возможность получения Ti Al N покрытий путем смешивания двух потоков плазмы. Полученные покрытия характеризуются однородным составом и толщиной на поверхности диаметром 180 мм, содержание алюминия в этих покрытиях составляет 40 вес. %.

Для получения покрытий использовался двухканальный T-образный плазменный фильтр [8], магнитная система которого позволяет смешивать разноимённые потоки плазмы без дополнительного усложнения конструкции системы. Целью данной работы является исследование возможностей этой системы в отношении регулировки состава получаемых покрытий при условии их однородности по составу и толщине на поверхности диаметром 180 мм.

## УСЛОВИЯ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследуемый двухканальный источник схематически показан на рис. 1. Он состоит из двух генераторов плазмы 1 и 2, которые содержат соответственно катоды C1 и C2, аноды A1 и A2, стабилизирующие S1 и S2 и анодные (фокусирующие) F11, F12 и F21, F22 катушки. Генераторы расположены на одной оси друг с другом и пристыкованы к входным секциям P1 и P2 T-образного плазмовода 3. Выходная секция P3 плазмовода 3 расположена между входными секциями. Ось входных секций и ось выходной секции образуют между собой прямой угол. На входных секциях плазмовода расположены отклоняющие катушки D1 и D2, а на выходной секции – выходные катушки L1 и L2. Своим выходным торцом плазмовод пристыкован к вакуумной камере установки “Булат 6” (не показана). Цифра 4 указывает расположение подложкодержателя, удалённого на расстояние  $z$  от выходного торца плазмовода. Более детально устройство описано ранее [8]. Катод C1 изготовлен из алюминия, катод C2 – из титана. Покрытия наносились на полированные пластины из молибдена размером (20×17×1) мм. В каждом эксперименте использовалось девять таких пластин, которые располагались в один ряд (вдоль  $x$  на рис. 1) с шагом 20 мм. Расстояние между подложкодержателем и выходом системы  $z$  составляло 25 мм и 100 мм. Перед осаждением покрытия рабочая камера предварительно откачивалась до остаточного давления  $2 \cdot 10^{-5}$  Торр. Покрытия осаждались в атмосфере азота, давление которого в рабочей камере составляло 3 мТорр. Токи в стабилизирующих, фокусирующих F11 и F21, отклоняющих и выходных

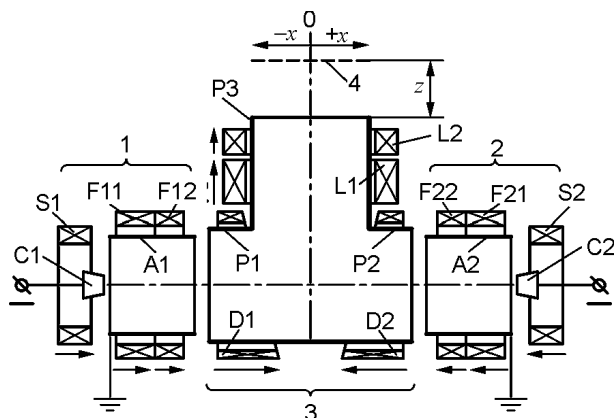


Рис. 1. Схема источника вакуумно-дуговой плазмы с Т-образным фильтром.

катушках не изменялись и составляли соответственно  $I_{S1} = I_{S2} = 1,5$  А,  $I_{F11} = I_{F21} = -0,4$  А,  $I_{D1} = I_{D2} = 2$  А,  $I_{L1} = 4$  А,  $I_{L2} = -3$  А. Здесь и далее токи в катушках, создающие магнитные поля, направление которых соответствует стрелкам на рис. 1, условно будем считать положительными, а токи, создающие поля обратного направления – отрицательными. Для изменения состава покрытий изменялось соотношение разрядных токов в диапазоне  $I_{Al}/I_{Ti}$  от 0,75 до 2,14. Величина и полярность токов в анодных катушках F12 и F22 изменялась в диапазоне от –1 А до +0,5 А. Диапазон изменения разрядного тока для алюминиевого катода  $I_{Al}$  составлял (75 – 150) А, для титанового –  $I_{Ti}$  регулировали в пределах (70 – 100) А. Подложка в процессе осаждения покрытий находилась под плавающим потенциалом.

Концентрация алюминия и титана в покрытиях (без учёта азота) определялась методом рентгенофлуоресцентного анализа на спектрометре СПРУТ. Толщина покрытия измерялась с помощью оптического интерферометра МИИ 4. Для каждого из девяти образцов производилось восемь замеров толщины: четыре в верхней части образца и четыре в нижней. Данные по восьми замерам усреднялись.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Влияние соотношения разрядных токов катодов на радиальное (вдоль  $x$ ) распределение толщины и состава осаждаемого покрытия продемонстрировано на рис. 2. Как можно видеть из рис. 2а, изменение соотношения раз-

рядных токов от 0,75 до 1,71 не обеспечивает значительного изменения состава Ti-Al-N покрытия: среднее содержание алюминия в покрытии может регулироваться в пределах от 30 до 49 вес.%. Для расширения возможного диапазона регулировки состава покрытий необходимо существенное расширение пределов регулировки разрядных токов, что может оказаться неприемлемым из-за ограничений, связанных со стабильностью горения разряда.

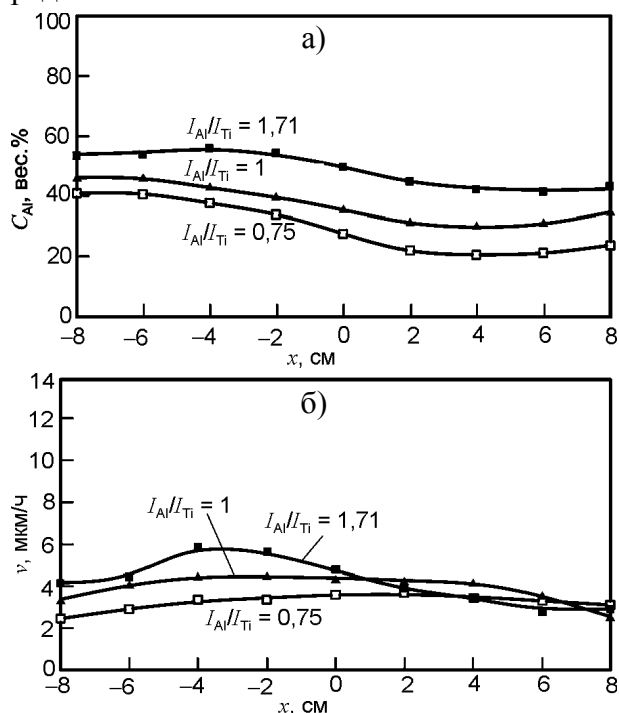


Рис. 2. Распределение концентрации алюминия – а) и скорости осаждения – б) по подложке при разных соотношениях разрядных токов.  $z = 25$  мм  $I_{F12} = I_{F22} = 0,5$  А.

С ростом отношения  $I_{Al}/I_{Ti}$  неоднородность распределения скорости осаждения конденсата вдоль  $x$  усиливается, что можно объяснить за счёт различия коэффициентов эрозии материалов катодов (алюминия и титана) [9]. В пользу такого предположения свидетельствует также тот факт, что с увеличением суммарного разрядного тока интегральная скорость осаждения конденсата снижается: приведенным на рис. 2б кривым для  $I_{Al}/I_{Ti}$  равных 0,75, 1 и 1,71 соответствуют суммарные токи разрядов равные 210, 200 и 190 А.

Как было отмечено выше, плазменные потоки в продольном магнитном поле выходной секции плазмоведа движутся, практически не

смешиваясь. Процесс перемешивания вследствие взаимной диффузии происходит по мере прохождения области поля, ослабленного действием встречно включенной катушки L2, и далее, по мере прохождения в сторону камеры, где поле практически отсутствует (рис. 3). При разбалансе разрядных токов в генераторах плазмы ( $I_{Al}/I_{Ti} \neq 1$ ) максимум плотности результирующего плазменного потока смещается в сторону того плеча, в котором разрядный ток больше, что видно по кривым на рис. 2, где измерения проводились непосредственно у выходного торца фильтра ( $z = 25$  мм) и полного смешения потоков ещё не произошло.

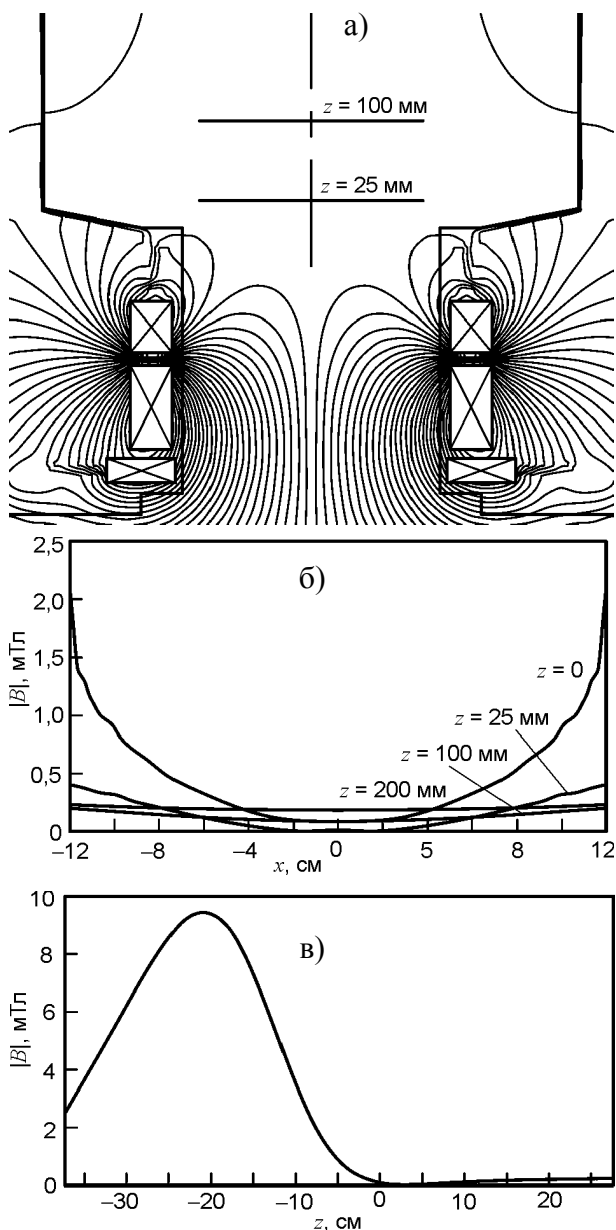


Рис. 3. Распределение магнитного поля на выходе системы – а), радиальные распределения индукции магнитного поля на разном расстоянии от выхода системы – б) и изменение индукции магнитного поля на выходной оси плазмоведа – в).  $I_{F12} = I_{F22} = 0,5$  А.

Для увеличения диапазона регулировки концентрации компонентов покрытия необходимо дополнительное воздействие на интенсивность потоков плазмы, эмитируемой каждым из катодов или транспортируемой от них до выхода системы. Можно предположить, что разбалансировка симметрии магнитных полей относительно выходной оси системы существенно скажется на транспортирующих свойствах системы. То есть изменение интенсивности магнитного поля внутри анодной области одного из каналов существенно изменит условия транспортировки соответствующего компонента покрытия, тем самым, изменяя интенсивность потока плазмы материала этого катода, которое покинет входную секцию плазмоведа и дойдёт до его выхода. Действительно, ослабление магнитного поля в анодной секции наряду с необходимым изменением соотношения разрядных токов вызывает снижение интенсивности соответствующего плазменного потока, что подтверждается зависимостями, приведенными на рис. 4а. Таким образом, разбалансировка симметрии магнитных полей расширяет диапазон регулировки состава покрытия. В нашем случае регулировка содержания алюминия становится возможной в пределах от 12,5 до 67 вес.% при изменении соотношения разрядных токов от 0,75 до 2,14 и одновременном изменении токов фокусирующих катушек: для получения минимального содержания алюминия изменяли ток в катушке F12 (–1 А вместо 0,5 А), а для получения максимального значения – изменяли ток в катушке F22 (также –1 А вместо 0,5 А). Такой подход снижает требования к источникам питания разряда: при ослаблении магнитного поля в анодной области сопротивление разрядного промежутка уменьшается, следовательно – уменьшается также мощность источника, необходимая для поддержания дугового разряда. Более того, с уменьшением мощности, рассеиваемой в разряде, уменьшается и тепловая нагрузка на анод с ослабленным магнитным полем, что снижает требования к системе охлаждения.

Следует отметить, что рассмотренный приём расширения диапазона регулировки состава покрытий вызывает нежелательный

эффект, выражающийся в значительном ухудшении однородности толщины осаждаемых покрытий (рис. 4б). С ростом концентрации алюминия в покрытии на кривой распределения скорости осаждения появляется максимум, сдвинутый в сторону плеча с алюминиевым катодом, снижение его концентрации – наоборот, приводит к появлению максимума, смещённого в сторону титанового плеча. Это связано с тем, что изменение соотношения разрядных токов приводит к смещению максимума плотности результирующего плазменного потока в сторону того плеча, в котором разрядный ток больше (рис. 2б и 4б).

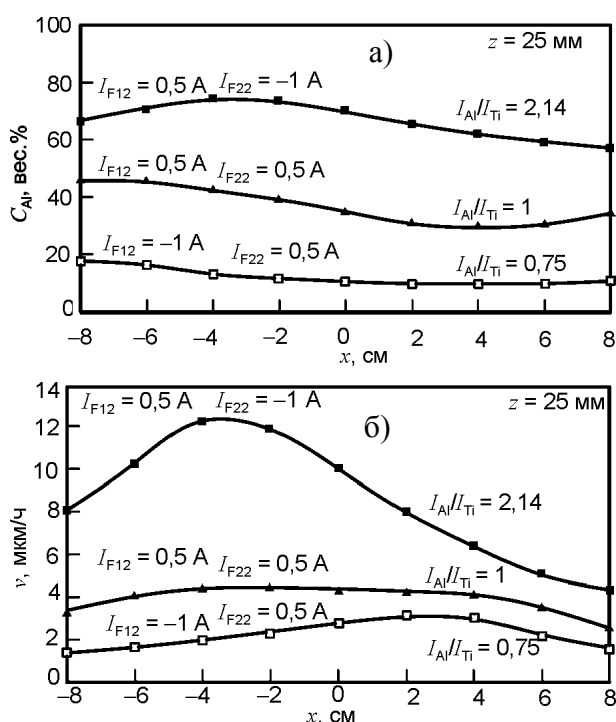


Рис. 4. Распределение концентрации алюминия – а) и скорости осаждения – б) по подложке при разных соотношениях разрядных токов, и разных соотношениях токов в анодных катушках  $I_{F12}$  и  $I_{F22}$ .

Если предположить, что удельная эрозия материалов катодов (алюминия и титана) равны, то изменение суммарного разрядного тока должно приводить к пропорциональному изменению интегральной скорости осаждения покрытия. Однако изменение суммарного тока на +5% и -5% приводит к изменению интегральной скорости соответственно на -17% и +7,5% (рис. 2б), а изменение тока на +10% и -12,5% – к изменению интегральной скорости на +120% и -40% (рис. 4б) соответственно. При этом рост соотношения разряд-

ных токов сопровождается повышением интегральной скорости осаждения, а увеличение суммарного разрядного тока – может сопровождаться как её снижением (рис. 2б), так и увеличением (рис. 4б) (см. выше). То есть интегральная скорость зависит как от суммы разрядных токов, так и от их соотношения. А это означает, что алюминий и титан имеют разный коэффициент эрозии, что согласуется с имеющимися данными на этот счёт (см., например, работу А. Андерса и др. [9]). Однако, наблюдавшаяся в наших экспериментах сильная зависимость скорости осаждения конденсата от суммарного разрядного тока вряд ли может быть следствием той сравнительно небольшой разницы величин коэффициентов эрозии алюминия и титана, которые приведены в литературе. Для установления механизмов, лежащих в основе приведенного “противоречия” потребуются дальнейшие исследования.

Увеличение разрядного тока в одном из плеч системы и суммарного разрядного тока системы в целом ведёт к росту плотности плазменного потока в этом плече и на выходе фильтра. Для гомогенизации потока в таком случае требуется увеличение протяжённости (вдоль выходной оси системы) области пространства с ослабленным магнитным полем (рис. 3). Этого можно достичь за счёт увеличения расстояния между выходом плазмодода и областью осаждения (подложкой).

С точки зрения практического применения исследуемой системы представляют интерес результаты, полученные при удалении подложкодержателя относительно выхода системы на расстояние большее, чем  $z = 25$  мм. Данные измерений, приведенные на рис. 5, как и результаты более ранних исследований [7], показывают, что с увеличением  $z$  однородность получаемых покрытий существенно повышается как по концентрации, так и по толщине. Необходимо отметить однако, что с увеличением однородности получаемых покрытий снижается скорость их осаждения. Причины такого явления были рассмотрены в работе [7]. Из рис. 5а видно, что диапазон регулировки содержания алюминия в покрытии при увеличении расстояния  $z$  с 25 до 100 мм сужается и находится в пределах от 14,1 вес.% до 60,1 вес.%.

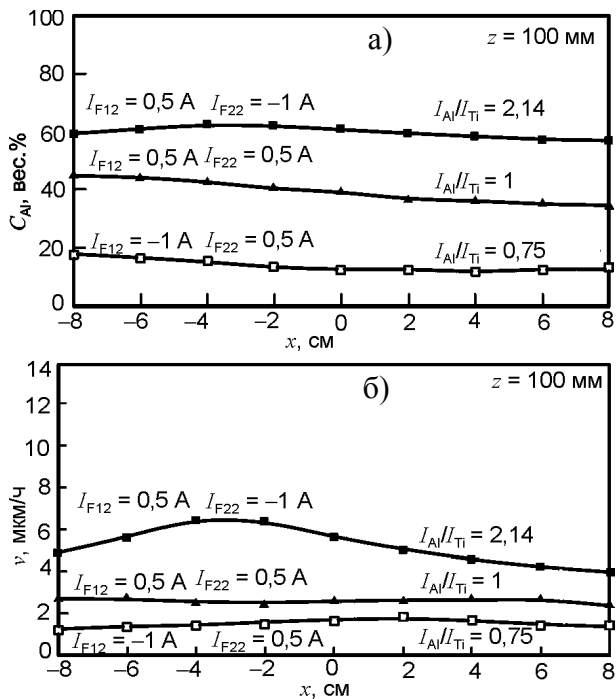


Рис. 5. Распределение концентрации алюминия – а) и скорости осаждения – б) по подложке при разных соотношениях разрядных токов, и разных соотношениях токов в анодных катушках  $I_{F12}$  и  $I_{F22}$ .

Такое сужение диапазона регулировки можно объяснить следующим образом. Радиальное распределение Al и Ti компонентов плазмы не является идеально однородным: периферийная часть потока со стороны плеча с Al катодом содержит больше Al компонента и наоборот. В практически отсутствующем магнитном поле, внутри камеры, плазма рассеивается, и периферийная часть потока не попадает на подложку. Если плазменный поток не смещён относительно выходной оси, то потери его периферийных частей равны (при условии, что поток симметричен относительно оси). При смещении плазмы от оси системы в сторону плеча с Al катодом, размер теряемой периферийной части потока со стороны плеча с Al катодом увеличивается, а со стороны плеча с Ti катодом – уменьшается. Как следствие, уменьшается количество Al компонента попадающего на подложку. Смещение плазменного потока в сторону плеча с Ti катодом, по аналогичным причинам, вызывает противоположный эффект – количество Al компонента попадающего на подложку увеличивается.

## ВЫВОДЫ

Исследована возможность осаждения Ti Al N покрытий путём одновременной конденсации потоков титановой и алюминиевой плазм от двух вакуумно-дуговых источников с применением T-образного двухканального фильтра. Показано, что регулировка содержания Ti и Al в покрытии традиционным способом – изменением соотношения разрядных токов генераторов плазмы в каждом из каналов фильтра – возможна в сравнительно узких пределах концентрации алюминия: примерно от 30 до 50 вес.%. Граничные значения этого диапазона определяются пределами регулировки токов дуги в генераторах плазмы: в наших условиях это (75 – 150) А для генератора с Al катодом и (70 – 100) А – с Ti катодом.

Диапазон регулировки содержания компонентов в покрытии может быть значительно расширен изменением интенсивности и структуры магнитных полей в анодной области генераторов плазмы. Применение такого метода в условиях наших экспериментов дало возможность регулирования концентрации алюминия в пределах от ~14 вес.% до ~60 вес.% при отклонении измеряемых значений концентрации от среднего значения около  $\pm 3$  вес.% на подложке диаметром 180 мм.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ben Ami R., Zhitomirsky V.N., Voxman R.L., Goldsmith S. Plasma distribution in a triple-cathode vacuum arc deposition apparatus//Plasma Sour. Sci. Technol.– 1999.– Vol. 8.– P. 355-362.
2. Anders A., Pasaja N., Sansongsiri S. Filtered cathodic arc deposition with ion-species-selective bias//Rev. Sci. Instrum. – 2007. – Vol.78. – P. 063901-5.
3. Mashiki T., Hikosaka H., Tanoue H., Takikawa H. et. al. TiAlN film preparation by Y shape filtered-arc-deposition system//Thin Solid Films. – 2008. – Vol. 516. – P. 6650-6654.
4. Dai H., Shen Y., Wang J., Xu M. Fabrication for multilayered composite thin films by dual-channel vacuum arc deposition//Rev. Sci. Instrum. – 2008. – Vol.79. – P. 065104-5.
5. Anders S., Raoux S., Krishnan K., MacGill R.A., Brown I.G. Plasma distribution of cathodic arc deposition systems//J. Appl. Phys. – 1996. Vol.79 (9). – P. 6785-6790.

6. Bilek M.M.M., Anders A., Brown I.G. Magnetic system for producing uniform coatings using a filtered cathodic arc//Plasma Sources Sci. Technol. – 2001. –Vol. 10. – P. 606-613.
7. Aksyonov D.S., Aksenov I.I., Luchaninov A.A., Reshetnyak E.N., Strel'nitskij V.E. Deposition of Ti-Al-N Coatings Using Two Channel T-Shaped Magnetic Filter//Proc. of XXIVth ISDEIV, Braunschweig, Germany. – 2010.
8. Aksenov I., Aksyonov D., Vasilyev V., Luchaninov A., Reshetnyak E., Strel'nitskij V. Two Cathode Filtered Vacuum Arc Plasma Source// IEEE Trans. Plasma Sci. – 2009. – Vol. 37, iss. 8. – P. 1511-1516.
9. Anders A.. Cathodic Arcs: From Fractal Spots to Energetic Condensation. – New York, Springer, 2008. – 542 p.