

**РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ В ПОКРЫТИЯХ НИТРИДА ТИТАНА,
ПОЛУЧЕННЫХ ВАКУУМНО-ДУГОВЫМ ОСАЖДЕНИЕМ С РАЗЛИЧНЫМ ПОТЕНЦИАЛОМ
СМЕЩЕНИЯ**

Чжан Ле, Е.Б. Кашкаров

Научный руководитель: Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 304060488@qq.com

**THE ELEMENT DISTRIBUTION IN TITANIUM NITRIDE COATINGS DEPOSITED BY
FILTERED CATHODIC VACUUM ARC WITH PULSED BIAS VOLTAGE**

Zhang Le, E.B. Kashkarov

Scientific Supervisor: E.B. Kashkarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: 304060488@qq.com

***Annotation.** This paper is devoted to investigation of element distribution and microparticles formation during deposition of titanium nitride coatings by cathodic vacuum arc with pulsed bias voltage. The results revealed that with the increase in bias voltage from -100 to -300 V, Ti/N ratio and the quantity and size of microparticles decreased. Meanwhile, the uniform distribution of elements in TiN coatings was observed.*

Введение. Покрытия нитрида титана (TiN) получили широкое применение в различных отраслях промышленности: в качестве покрытий для режущего инструмента, коррозионно-стойких покрытий, в биомедицинских целях для имплантантов и др.

Метод вакуумно-дугового осаждения характеризуется возможностью контролировать поток и энергию ионов, попадающих на подложку, что позволяет наносить тонкие пленки с заданными параметрами, а также проводить ионную очистку поверхности подложки. Известный недостаток данного метода заключается в присутствии микрокапельной фракции в получаемом покрытии [1]. Для борьбы с микрокапельной фракцией используются различные методы, в частности используются плазменные фильтры (в данной работе используется фильтр, разработанный авторами работы [2]). Кроме того, в ряде работ [3, 4] наблюдается уменьшение микрокапельной фракции за счет подачи импульсного потенциала смещения на подложку. При этом влияние потенциала смещения на распределение элементов в покрытии нитрида титана, полученном вакуумно-дуговым методом с применением плазменного фильтра, не было достаточно исследовано.

Таким образом, целью настоящей работы является исследование влияния импульсного потенциала смещения на распределение элементов в покрытии нитрида титана, полученного вакуумно-дуговым методом с использованием плазменного фильтра.

Схема эксперимента. Для исследований были подготовлены образцы нержавеющей стали 12Х18Н10Т размером 20×20×1 мм. Поверхность образцов предварительно шлифовалась до средней высоты шероховатостей 0,05 мкм.

Нанесение покрытий нитрида титана осуществлялось вакуумно-дуговым методом на установке «Радуга спектр» кафедры общей физики Томского Политехнического Университета. Предельное остаточное давление в камере составляет $2,5 \cdot 10^{-3}$ Па, откачка безмасляная. Для реализации метода в установке используется вакуумно-дуговой испаритель с плазменным фильтром. В качестве катода используется титан марки ТПЧ (99,99 %). Частота следования импульсов при подаче смещения на подложку 100 кГц. Режим ионной очистки и нанесения нитрида титана представлен в таблице 1.

Таблица 1.

Параметры очистки и нанесения покрытий

Параметры	Ток дуги, А	Давление, Па	Смещение, В	Ar, %	N ₂ , %	Время, мин
Ионная очистка	50	0,15	-1500	100	0	3
Нанесение покрытия	70	0,75	-100;-200;-300	20	80	15

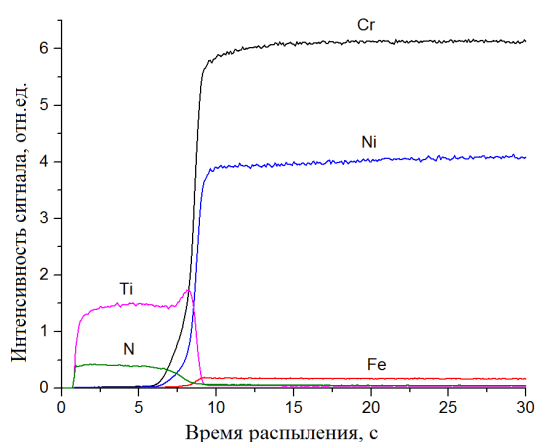


Рис. 1. GDOES профиль стали 12X18H10T с покрытием TiN при импульсном смещении -100 В

формирования нитрида титана вакуумно-дуговым методом. После распыления покрытия появляются элементы подложки Cr, Ni, Fe, являющиеся элементами данной марки стали.

На рис. 2 представлены профили распределения титана и азота для покрытий TiN_x нанесенных с потенциалом смещения от -100 до -300 В. Нетрудно увидеть снижение интенсивности титана и увеличение интенсивности азота с ростом потенциала смещения. Таким образом, увеличение импульсного потенциала смещения с -100 В до -300 В сопровождается уменьшением соотношения Ti/N в покрытии, что приводит к формированию покрытий с большим содержанием азота. Кроме того, с ростом смещения наблюдается уменьшение толщины покрытия, что объясняется более интенсивным процессом распыления покрытия высокоэнергетичными ионами, ускоряемыми за счет отрицательного смещения.

Анализ распределения элементов по толщине покрытия проводился методом оптической эмиссионной спектроскопии плазмы тлеющего разряда (GDOES) на установке GD-Profilер 2.

Результаты и их обсуждение. На рис. 1 представлен профиль распределения элементов для образца нержавеющей стали 12X18H10T с покрытием TiN_x, нанесенным с импульсным смещением -100 В. Из профиля видно, что соотношение интенсивностей сигналов титана и азота по всей толщине покрытия не изменяется, что свидетельствует о равномерном распределении элементов по толщине покрытия, а также о стабильности процессов, проходящих при

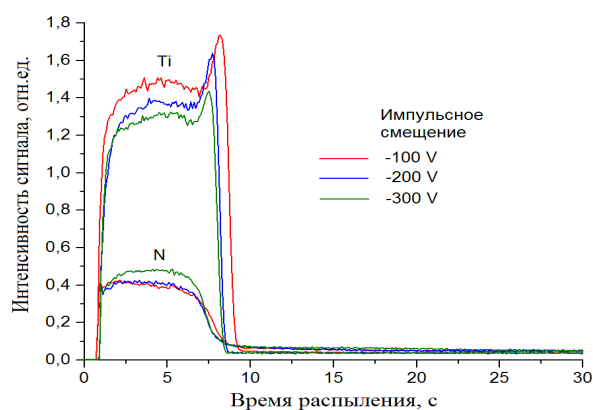


Рис. 2. GDOES профили Ti и N при различных импульсных потенциалах смещения

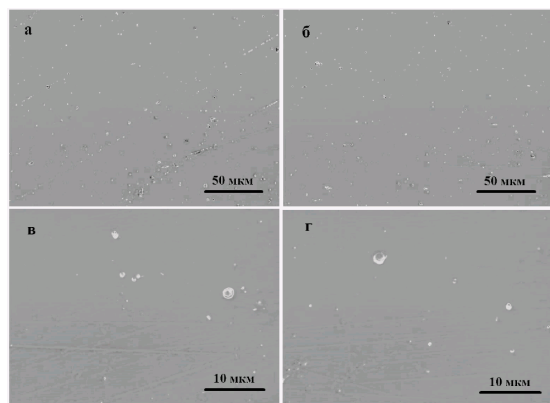


Рис. 3. Оптические снимки поверхности покрытий TiN_x при импульсных потенциалах смещения: -100 В (а, в); -300 В (б, г)

Морфология поверхности образцов стали с покрытием нитрида титана, нанесенным вакуумно-дуговым методом с потенциалом смещения -100, -300 В представлена на рис. 3. Видно, что на поверхности образцов присутствуют микрокапли, которые имеют широкий диапазон размеров: от нанометрового размера до 1-2 мкм. Микрокапли образуются в результате испарения материала в катодных пятнах за счет высокой температуры дугового разряда и осаждаются на подложку. Известно, что микрокапли состоят в основном из металлического Ti, что негативно влияет на механические свойства поверхности [5].

Общее количество микрокапель снижается с увеличением потенциала смещения, что наблюдается на рис. 4 (а, б). На рис. 4 (в, г) можно увидеть наличие капель размером порядка 1 мкм, как для покрытия, нанесенного при смещении -100 В, так и при смещении -300 В. Тем не менее, видна тенденция уменьшения размера микрокапель, размером до 1 мкм.

Образующиеся микрочастицы при движении к подложке могут соударяться с ионами, что может привести к их ионизации (положительно заряженные микрочастицы), кроме того, они также могут заряжаться отрицательно за счет электронов, образующихся в плазме. Конкуренция этих двух процессов непосредственно влияет на плотность микрочастиц на подложке. При высоких напряжениях смещения (выше 100-150 В) энергии ионов может быть достаточно, чтобы небольшие микрочастицы в результате соударений испарились до достижения подложки.

Заключение. Равномерное распределение элементов по толщине наблюдается для покрытий нанесенных вакуумно-дуговым методом с подачей импульсного потенциала смещения в диапазоне от -100 В до -300 В, что свидетельствует о стабильности процесса вакуумно-дугового осаждения. Наблюдается уменьшение соотношения Ti/N с ростом потенциала смещения в исследуемом диапазоне. Кроме того, с ростом смещения происходит уменьшение толщины покрытия, что объясняется более интенсивным процессом распыления покрытия высокоэнергетичными ионами, ускоряемыми за счет отрицательного смещения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Xu Xinlei. High quality TiN film preparation by multi-arc ion plating // Materials Protection. – 2000. – Vol. 33. – №8. – P. 28-32.
2. Ryabchikov A.I., Ryabchikov I.A., Stepanov I.B. // Vacuum. – 2005. – Vol. 78 (2-4). – P. 331-336.
3. Tong Li-na, Meng Fan-yu, Wang Li-ge, Huang Mei-dong. Influence of bias on structure and deposition rate of TiN thin films by arc ion plating // Proceedings of 10th International conference on vacuum metallurgy and surface engineering. – 2011. – P. 237-241.
4. Zhang G.P., Gao G.J. et. al. Influence of pulsed substrate bias on structure and properties of Ti-Al-N films deposited by cathodic vacuum arc // Applied Surface Science. – 2012. – Vol. 258. – P. 7274-7279.
5. Matthews A., Lefkow A.R. Problems in the physical vapour deposition of titanium nitride // Thin Solid Films. – 1984. – Vol. 126. – №3-4. – P. 283-291.