

## **ANEXO IV – RELATÓRIO FINAL**

### **ESTUDO DAS PROPRIEDADES DOS FILMES DE Ti-C OBTIDOS POR TRIODO MAGNETRON SPUTTERING<sup>1</sup>**

Abel André Cândido Recco<sup>2</sup> Anezka Popovski Kolaceke<sup>3</sup>, Luis César Fontana<sup>4</sup>, Milton José Cinelli<sup>4</sup>

Palavras-chave: filmes finos, tratamento duplex, magnetron sputtering

O Ti-C é um material de grande interesse industrial para recobrimento de ferramentas de corte, principalmente quando um baixo coeficiente de atrito é necessário. Neste trabalho, foram depositados filmes deste material, variando-se a concentração de metano na atmosfera do gás de trabalho. Estes filmes foram, posteriormente, caracterizados por microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X.

#### **1. Introdução**

Os filmes de TiC têm sido estudados com grande freqüência nas últimas décadas por se tratar de um material de grande interesse industrial para recobrimento de ferramentas de corte (ZHANG et al, 2009), já que este revestimento aumenta a vida útil e diminui, consequentemente, o custo destas ferramentas. As características deste material que possibilitam esta aplicação incluem alta dureza e módulo de elasticidade, boa resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito contra o aço e estabilidade em altas temperaturas (ANTON et al, 2006). Os filmes de TiC são uma alternativa importante em recobrimentos que necessitem de um coeficiente de atrito mais baixo, devido à incorporação do carbono no filme, que funciona como um lubrificante, porém as altas tensões internas, muitas vezes, provocam o descolamento do filme do substrato (ZHANG et al, 2009).

Neste trabalho, filmes de Ti-C foram obtidos através de deposição reativa com atmosfera de metano e argônio, utilizando o sistema Triodo Magnetron Sputtering (FONTANA e MUZART, 1998). Foram produzidos quatro tipos de amostras diferentes a partir da variação da quantidade de metano no gás de trabalho. As caracterizações realizadas nos revestimentos foram Difração de Raios X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

#### **2. Método**

Os filmes foram depositados utilizando o sistema Triodo Magnetron Sputtering (Fig. 1) em substratos de silício (111). Para isto, utilizou-se um alvo de Ti e atmosfera composta de argônio e metano, onde os fluxos foram variados segundo mostra a Tab. 1, sendo que estes pontos foram determinados pela curva de histerese do Ti/Metano, produzindo um total de quatro amostras com características de deposição diferentes. Todas as amostras sofreram uma deposição de Ti de dois minutos antes da deposição reativa e foram polarizadas com -40,0 V.

Os filmes foram analisados por Difração de Raios X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

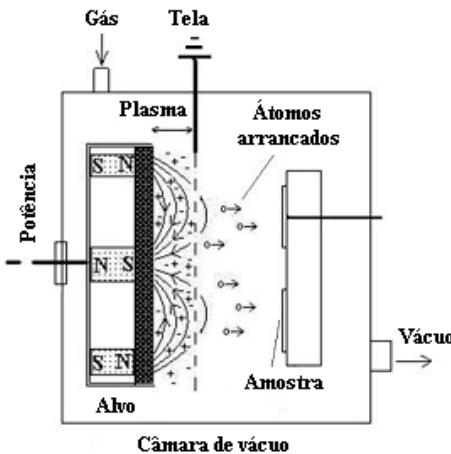
<sup>1</sup> Vinculado ao Projeto de Pesquisa Nº 993/2009 desenvolvido no Centro de Ciências Tecnológicas/UDESC.

<sup>2</sup> Orientador, Professor do Departamento de Física do Centro de Ciências Tecnológicas – abel@joinville.udesc.br.

<sup>3</sup> Acadêmico(a) do Curso de Licenciatura em Física – Centro de Ciências Tecnológicas-UDESC, bolsista de iniciação científica PROBIC/UDESC.

<sup>4</sup> Professor do Centro de Ciências Tecnológicas-UDESC.

## ANEXO IV – RELATÓRIO FINAL



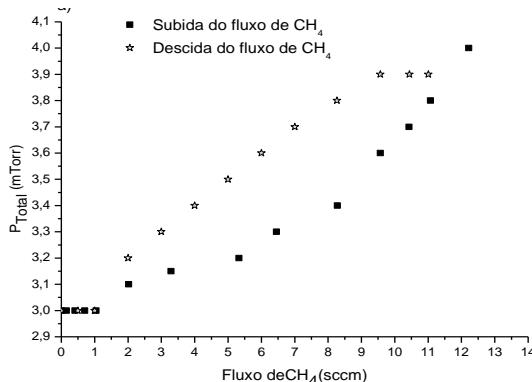
**Fig. 1** Esquema do sistema Triodo Magnetron Sputtering.

Amostra	Tempo de deposição (min)	Pressão (mTorr)	Potência (W)	Fluxo Ar (sccm)	Fluxo CH <sub>4</sub> (sccm)	Temperatura (°C)
B1	60,0	3,0	640	20,0	1,0	300
B2	60,0	3,1	640	20,0	2,0	300
B3	90,0	3,4	640	20,0	4,0	300
B4	120,0	3,8	640	20,0	7,0	300

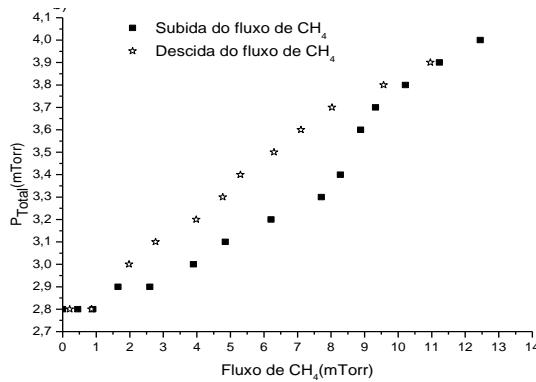
**Tab. 1** Parâmetros de deposição utilizados para as amostras produzidas.

### 3. Resultados:

Três curvas de histerese foram produzidas, a partir da variação do fluxo de N<sub>2</sub> no gás de trabalho durante a deposição e observando-se a variação na pressão resultante dessa modificação (Fig. 2). Esse procedimento foi realizado para três diferentes valores de potência aplicada ao magnetron.

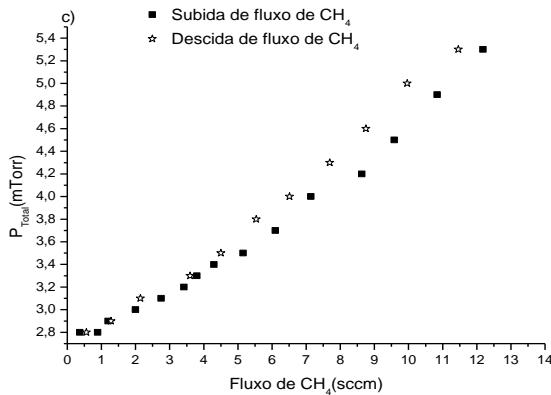


**Fig. 2** Histerese para potência de 640W.



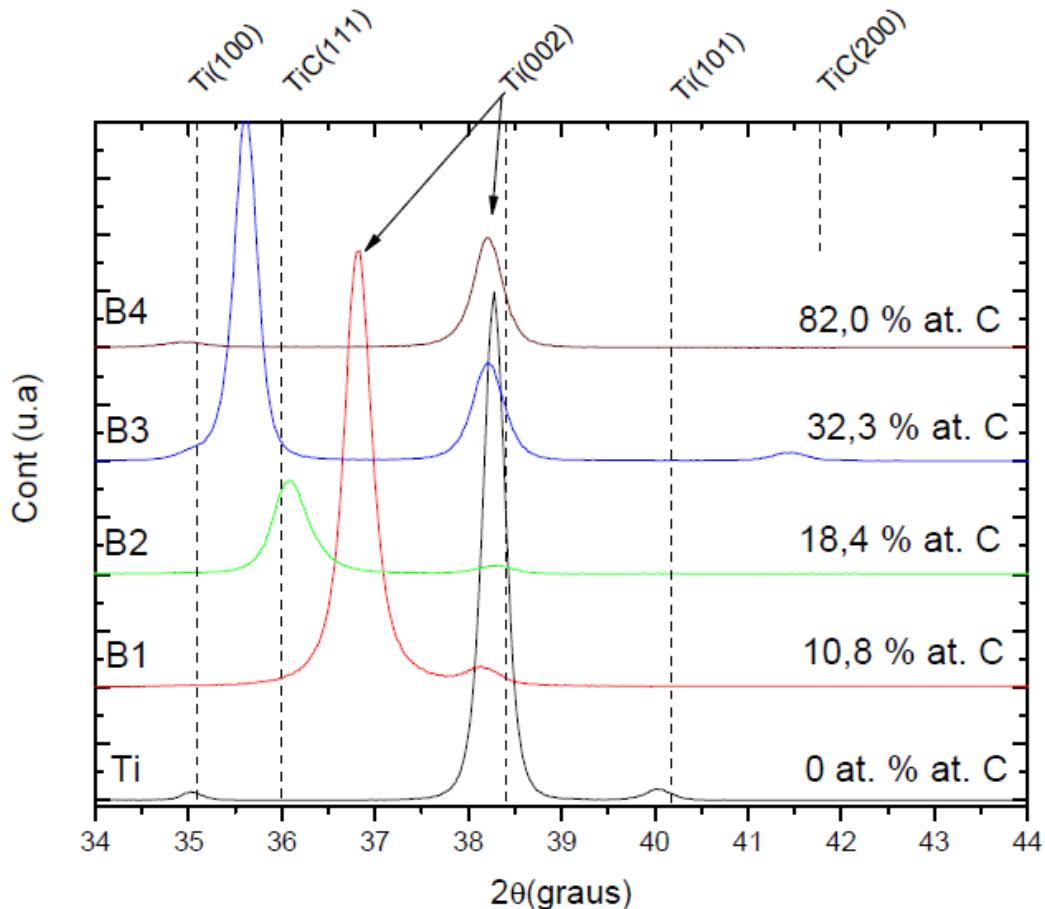
**Fig. 3** Histerese para potência de 910W.

## ANEXO IV – RELATÓRIO FINAL



**Fig. 4** Histerese para potência de 1250W.

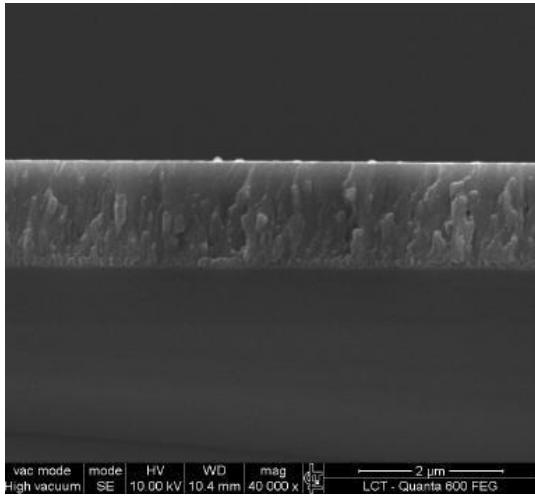
As análises por DRX realizadas podem ser observadas na Fig. 5, onde cores diferentes mostram os resultados para as diferentes amostras analisadas.



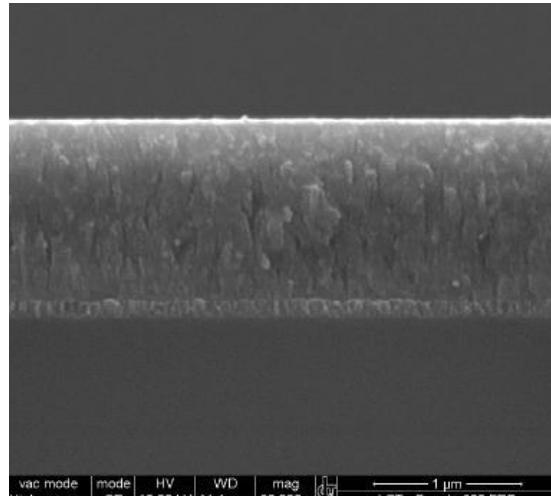
**Fig. 7** Resultado da DRX para as amostras B1, B2, B3 e B4, comparadas com uma amostra de Ti.

Através da fratura dos revestimentos foi possível observar a espessura do revestimento através de MEV para as amostras B1, B2, B3 e B4, que podem ser vistas nas Fig. 8, 9 e 10.

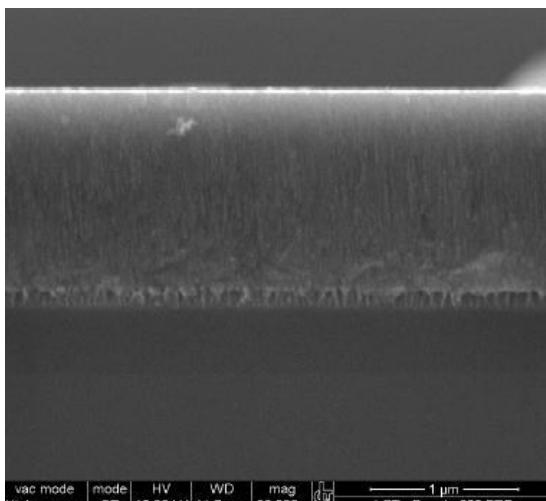
## ANEXO IV – RELATÓRIO FINAL



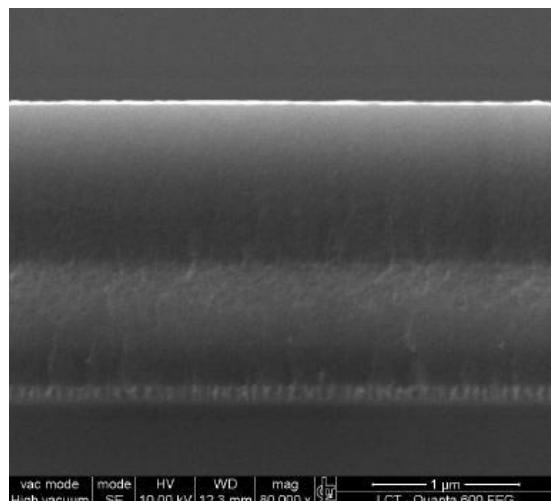
**Fig. 8** Imagem de MEV para a amostra B1.



**Fig. 9** Imagem de MEV para a amostra B2.



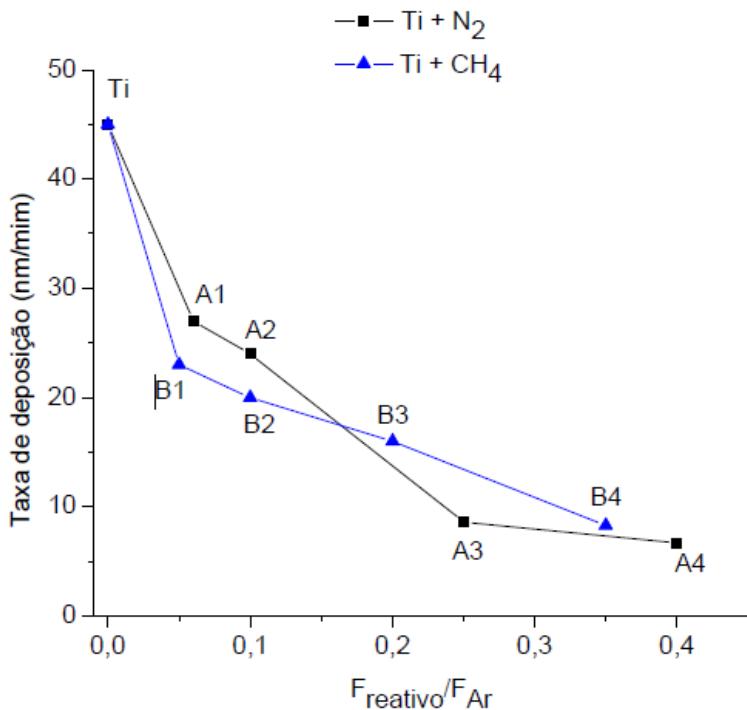
**Fig. 10** Imagem de MEV para a amostra B3.



**Fig. 11** Imagem de MEV para a amostra B3.

Os valores das espessuras das amostras foram, então, utilizados para o cálculo da taxa de deposição para cada condição. Estes dados são mostrados no gráfico da Fig. 11, que permite a extrapolação da taxa de deposição para valores de fluxo não analisados.

## ANEXO IV – RELATÓRIO FINAL



**Fig. 12** Gráfico da taxa de deposição pelo fluxo de  $\text{CH}_4$  no gás de trabalho.

### 4. Discussão

A partir das curvas de histerese (Fig. 2), pode-se perceber uma grande diferença encontrada quando os valores de fluxo são aumentados e diminuídos (quadrado e estrela na Fig. 2, respectivamente), o que mostra que há histerese no processo de deposição, a qual está associada ao envenenamento do alvo que acontece freqüentemente em deposições reativas e se refere à formação de uma camada superficial cerâmica que ocorre devido a reação entre o gás  $\text{CH}_4$  e a superfície do alvo. Esta camada de compostos cerâmicos diminui o rendimento do sputtering dos átomos do alvo, fazendo com que o metano do gás não tenha mais com quem reagir e, assim, a pressão aumenta de forma dramática.

É possível perceber, também, que, com o aumento da potência aplicada no cátodo do magnetron, a histerese encontrada nas curvas diminui. Isso é devido ao fato de que, com uma maior potência, a taxa de colisão dos íons no alvo é intensificada, fazendo com que mais átomos sejam arrancados e diminuindo o efeito discutido anteriormente.

As análises por DRX indicam que, com o aumento do fluxo de metano na atmosfera de trabalho durante a deposição, também ocorreu um aumento nos percentuais atômicos de carbono incorporado na estrutura do filme. A Fig. 7 mostra, ainda, o deslocamento do pico de difração referente ao plano (111) para valores mais baixos de  $2\theta$  conforme aumenta a concentração de carbono no filme. Isso pode ser explicado pelas diferenças existentes entre as tensões internas nos filmes depositados em condições diferentes.

As espessuras dos filmes que foram medidas por MEV foram utilizadas para a construção do gráfico apresentado na Fig. 12, onde é possível observar a taxa de deposição (espessura do filme após um determinado tempo de deposição). Os resultados obtidos mostram que a taxa de deposição cai acentuadamente com o aumento do fluxo de metano na atmosfera de trabalho na câmara. Isso ocorre devido ao envenenamento do alvo, que aumenta com a maior quantidade do gás reativo (no caso, metano) no plasma. Como este envenenamento dificulta o processo de sputtering, a taxa de deposição tende a diminuir quando este aumenta.

## **ANEXO IV – RELATÓRIO FINAL**

As imagens obtidas por MEV foram utilizadas, também, para análise da microestrutura dos filmes obtidos. Na amostra B1 não foi possível observar grãos colunares ou grão fibrosos. Já a amostra B2 apresenta uma microestrutura com crescimento colunar irregular (Fig.9). A amostra B3 possui microestrutura semelhante à da correspondente à zona T do diagrama de Thornton. Porém, não foi possível identificar nenhuma das zonas do diagrama de Thornton na microestrutura da amostra B4.

### **5. Conclusão**

A deposição de Ti-C utilizando o sistema Triodo Magnetron Sputtering ficou caracterizada ao fim deste trabalho, no que diz respeito aos parâmetros de deposição e às mudanças imediatas que acontecem nos filmes, através dos pontos estrategicamente selecionados da curva de histerese. Além disso, ficou comprovado que este sistema é eficaz na deposição dos filmes sem contaminações.

A taxa de deposição é dependente do fluxo de metano na atmosfera do gás de trabalho, de forma que quanto maior for a sua quantidade, menor é a taxa de deposição.

As análises de difração de Raios X indicam variações nas tensões presentes no filme quando o fluxo de metano na atmosfera de trabalho é alterado. Já as análises por MEV mostram que a microestrutura dos filmes também é modificada dependendo das condições de deposição.

### **Referências bibliográficas**

- G. Zhang, B. Li, B. Jiang, F. Yan, D. Chen, Applied Surface Science 255 (2009) 8788-8793  
J.M. Anton, B. Mishra, J.J. Moore, J.A. Rees, W.D. Sproul, Surf. Coat. Technol. 201 (2006) 4131-4135  
L. C. Fontana, J. L. R. Muzart, Surf. Coat. Technol. 107 (1998) 24-30.

<b>Assinatura bolsista:</b>	<b>Data:</b> dd/mm/aa
-----------------------------	-----------------------

<b>Assinatura coordenador/orientador:</b>	<b>Data:</b> dd/mm/aa
---	-----------------------

Mesmo não havendo bolsista e quando encerrado o projeto, tendo havido alocação de carga horária do coordenador do projeto, a apresentação deste relatório é obrigatória – Resol. CONSUNI de Ocupação Docente