CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE $Ti_{1-x}Al_xN$ OBTIDOS POR *MAGNETRON SPUTTERING* PULSADO

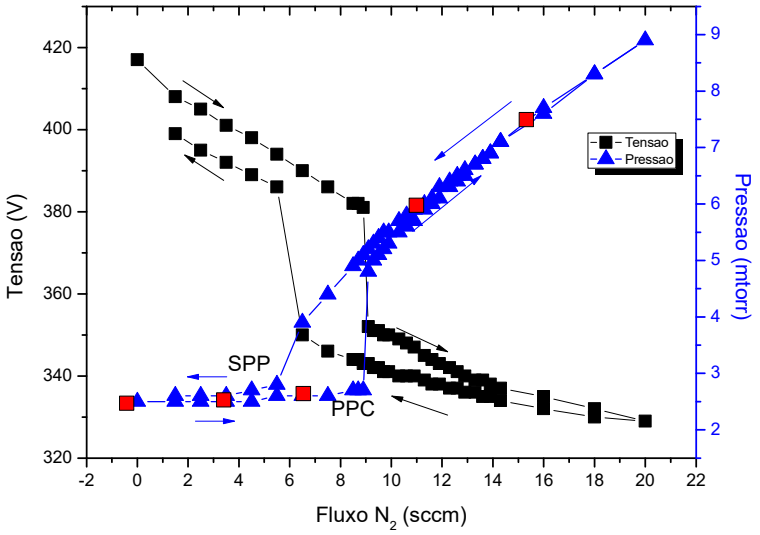
Arthur Alberton Lenzi[1], Alessandra Cristina Sprung Dias [2], Abel André Cândido Recco3

[1] Acadêmico do Curso de Licenciatura em Física - CCT- PROBIC/UDESC
[2] Acadêmico(a) do Curso de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais - CCT- bolsista CAPES/CNPQ
3 Orientador, Departamento de Física - CCT - abel.recco@udesc.br

Palavras-chave: Deposição reativa; filmes finos; $Ti_{1-x}Al_xN$

O processo de *magnetron sputtering* reativo depende de alguns parâmetros de processo, tais como: fluxo do gás reativo, pressão, corrente, geometria do catodo, assim como do material do alvo e do gás utilizado. O fenômeno de histerese ocorre quando o fluxo de gás reativo atinge um valor crítico, onde formam-se compostos na superfície do alvo (envenenamento), o que modifica bruscamente os parâmetros de deposição. No chamado modo metálico, todo o gás reativo inserido no reator é consumido em reações químicas com átomos metálicos nas superfícies internas do sistema (alvo, substrato e paredes), de modo que a pressão parcial do gás reativo é quase nula. Nestas condições, os filmes depositados são subestequiométricos. Aumentando o fluxo de gás reativo, atinge-se o chamado primeiro ponto crítico, no qual a quantidade de N_2 inserido é suficiente para a formação de um filme estequiométrico, mas com a superfície do alvo permanecendo predominantemente metálica, o que garante uma alta taxa de deposição. No entanto, este ponto é instável. Inserindo um pouco mais de gás reativo no sistema, ocorre o chamado envenenamento do alvo, em que sua superfície se torna predominantemente coberta com composto, reduzindo drasticamente a taxa de deposição. As superfícies ficam saturadas com átomos de gás reativo e a pressão sobe abruptamente, levando o sistema a um novo estado de equilíbrio e entrando no modo composto. O principal objetivo da pesquisa é avaliar como o fluxo de gás reativo (N) modifica a microestrutura e as propriedades mecânicas de filmes de TiAlN depositados por *magnetron sputtering*, utilizando fonte pulsada. A composição nominal do alvo utilizado é 78%at. de Alumínio e 22% at. de Titânio. O fluxo de gás reativo, no caso nitrogênio, foi variado de modo a atender as várias regiões da curva de histerese: modo metálico e modo envenenado. Os filmes de $Ti_{1-x}Al_xN$ foram depositados sobre aço ferramenta para trabalho a quente (AISI H13), utilizando-se deposição reativa via *magnetron sputtering* desbalanceado e fonte *Pinnacle Plus*® pulsada assimétrica, com frequência de 100 kHz, com um ciclo de trabalho (*duty cicle*) de 90%. A temperatura durante a deposição foi mantida constante em 300°C. A figura 1 apresenta a curva de histerese, onde podemos observar o aumento da pressão e diminuição da tensão a partir do fluxo 9,0 sccm, esse é o primeiro ponto crítico: PPC. Nesse ponto ocorre o envenenamento do alvo, quando o gás reativo reage não só com o material condensado nas paredes do reator e nas amostras, mas também com a superfície do catodo. A histerese é a área entre as curvas de aumento e decréscimo do fluxo de gás reativo, e ocorre devido ao processo envenenamento e desenvenenamento (remoção de compostos no segundo ponto crítico: SPC) do alvo pelo gás reativo.

Figura 1 - *Curva de Histerese com*



A amostra depositada no modo metálico (0 sccm) possui estrutura cristalina ortorrômbica simples (a≠b≠c; α=β=γ=90°, e apresenta colunas e rugosidade alta. As amostras depositadas no modo composto com fluxo de Nitrogênio de 3,4 e 6,4 sccm, apresentaram uma banda amorfa e baixa rugosidade. A formação da fase amorfa pode ser justificada devido a alta taxa de deposição, e a baixa energia fornecida pelo processo durante o crescimento do filme; resultando em uma menor mobilidade superficial dos átomos depositados sobre o substrato durante o crescimento do filme. As amostras depositadas no modo composto (fluxo de 11,4 e 16,0 sccm), apresentaram formação de estrutura hexagonal compacta (HC) tipo wurtzita (espaço de grupo 186). A taxa de deposição mais baixa em relação ao modo composto favorece a formação do filme cristalino.
A tabela 1 resume os resultados de composição química, dureza (H), módulo de elasticidade (E) e rugosidade média. Nota-se a incorporação oxigênio nos filmes depositados nas cinco condições de deposição, sua origem é proveniente do alvo de Ti-Al.

Amostra	Ti(%at)	Al(%at)	N(%at)	H (GPa)	E (GPa)	O(%at)	R_a (nm)
0 sccm	30,20	61,80	----	8,9±0,5	163±11	8,10	3,2±0,2
3,4 sccm	18,10	47,49	26,85	10,5±0,5	166±9	7,56	1,50±0,02
6,4 sccm	12,40	39,95	41,32	14,8±0,8	198±12	6,34	1,1±0,1
11,4 sccm	13,12	33,51	40,79	10,0±0,8	169±12	12,58	2,7±0,5
16,0 sccm	13,03	33,93	41,31	10,3±0,8	177±12	11,72	1,9±0,1

Tabela 1 - Composição química e propriedades mecânicas, dureza (H) e módulo de elasticidade (E) e rugosidade média (R_a)

De acordo com os resultados obtidos, concluiu-se que o fluxo de gás nitrogênio influencia fortemente as propriedades mecânicas dos filmes TiAlN depositados por *magnetron sputtering*. O fluxo de nitrogênio afeta o regime de deposição do filme e a energia disponível para formação do filme,e na microestrutura resultante.