

## Нанесение пленок нитрида титана для многослойных теплозащитных покрытий и исследование их свойств

Д. А. Сотников, Л.Л. Колесник  
Москва, МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2-ая Бауманская д.5  
denis.sotnikov.2012@mail.ru, l.kolesnik@m-i.ru

*В работе представлено исследование пленок нитрида титана, полученных методом реактивного магнетронного распыления в среде аргона и азота на стеклянных подложках. Изучено влияние потока реактивного газа на формирование пленок нитрида титана и характеристики многослойных теплозащитных покрытий.*

*Formation of titanium nitride films for multilayer heat-shielding coatings and the study of their properties. D.A. Sotnikov, L.L. Kolesnik. The paper presents a study of titanium nitride films obtained by reactive magnetron sputtering in argon and nitrogen on glass substrates. The effect of the reaction gas flow on the formation of titanium nitride films and the characteristics of multilayer heat-shielding coatings are studied.*

В современном мире перспективным направлением является создание теплозащитных покрытий. Снижение тепловых потерь приводит к повышению энергетической эффективности, а также к уменьшению материальных затрат. Нитрид титана является материалом, обладающим уникальным сочетанием свойств таких как: высокие механические характеристики ( $\sigma_B^{TiN} = 950$  МПа) [1], эстетической превосходностью (применяется в декоративной сфере) [2], жаропрочностью.

Исследование проводилось на лабораторной установке напыления тонких пленок «Лунтик» (рис. 1). Вакуумная система установки состоит из спирального насоса EdwardsXDS 10 и турбомолекулярного насоса EdwardsEXTD75, что позволяет получать безмасляный вакуум. Вакуумная камера представлена в форме шестерика из нержавеющей стали 12X18Н10Т с объемом 0,04 м<sup>3</sup>. Лабораторная установка содержит три технологических источника: источник термического испарения и две магнетронные распылительные системы.



Рис. 1. Лабораторная установка напыления тонких пленок «Лунтик».

Для осаждения пленок (TiN) был использован магнетрон с охлаждаемым титановым катодом марки ВТ1-0 площадью поверхности 4400 мм<sup>2</sup>. Магнетронный метод распыления позволяет получать нитридные покрытия, обладает высокими скоростями распыления, благодаря локализации плазмы около катода-мишени и высокой интенсивности бомбардировки мишени ионами рабочего газа [3]. Достоинством метода является высокая адгезия пленок за счет большой кинетической энергии распыляемых атомов [4].

## Исследование пленок нитрида титана

Подложки из стекла перед установкой в вакуумную камеру проходили очистку в ультразвуковой ванне в течение 10 минут при температуре 25 °С. Для увеличения адгезии пленки нитрида титана к стеклянной подложке с помощью второй магнетронной системы с катод-мишенью из вольфрама напылялся в течение 2 минут подслоем из W толщиной 100 нм. Напыление пленки нитрида титана происходило в смеси газов: рабочего – аргона и реактивного – азота. Величина потока азота варьировалась от 3 до 35 см<sup>3</sup>/мин. Распыление производилось в режиме стабилизации по мощности (500 Вт) при поддержании постоянного потока рабочего газа – аргона 35 см<sup>3</sup>/мин. В таблице 1 представлены режимы распыления титана.

Таблица 1. Технологические режимы.

Наименование параметра	Единица измерения	Значение
Давление в вакуумной камере	Па	5
Поток аргона	см <sup>3</sup> /мин	35
Поток азота	см <sup>3</sup> /мин	3-35
Мощность магнетрона	Вт	500
Сила тока	А	1,42
Напряжение	В	401
Продолжительность	сек	600
Расстояние до подложки	мм	65

Перед распылением происходила тренировка обеих магнетронных распылительных систем в течение 10 минут в среде аргона при мощности 1000 Вт, так как из-за вскрытия вакуумной камеры при замене образцов происходит окисление и загрязнение поверхности мишени.

В результате нанесения пленки нитрида титана на вольфрамовое покрытие были померены толщины пленок полученных покрытий (рис. 2).

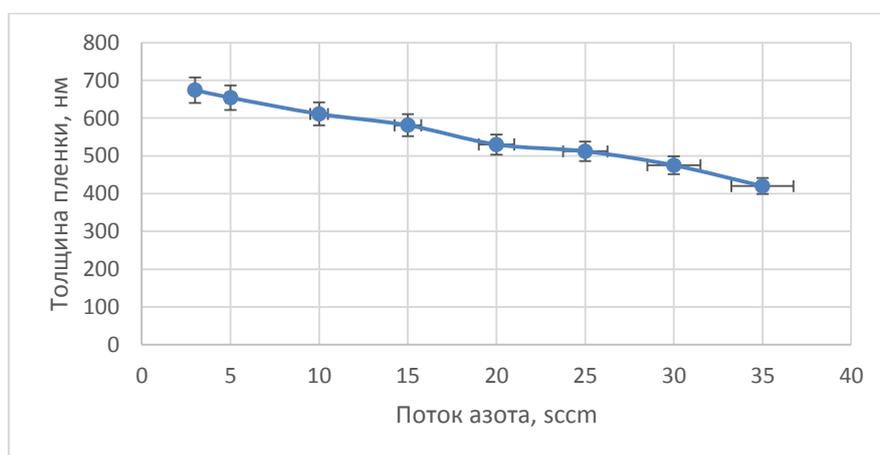


Рис. 2. График зависимости толщины пленки нитрида титана от потока азота.

Наблюдается уменьшение толщины пленок нитрида титана с увеличением потока азота в вакуумную камеру. Данный процесс обуславливается взаимодействием мишени с химически активными атомами и ионами в составе плазмы магнетронного разряда. Таким образом, мишень титана окисляется, образуется диэлектрическая пленка. Из-за образования диэлектрического покрытия происходит уменьшение коэффициента распыления (уменьшается выход атомов мишени при распылении).

Измерение толщины пленок производилось на микроинтерферометре МИИ-4. Измерение в этом приборе основано на получении интерференционной картины (рис.3). Толщина пленки определялась из следующего соотношения [5]:

$$D = 0,295 \cdot A/V$$

где А - величина искривления системы полос, В- расстояние между отдельными полосам

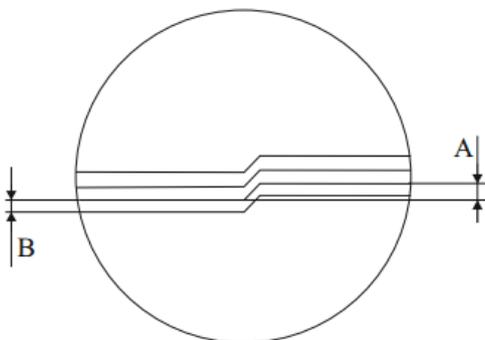


Рис. 3. Интерференционная картина.

#### Заключение

Выяснено, что для вакуумной камеры объемом 0,04 м<sup>3</sup> с увеличением потока реактивного газа азота от 3 до 35 см<sup>3</sup>/мин толщина пленки уменьшается из-за образования диэлектрического покрытия на титановой мишени. Данная особенность является недостатком магнетронных распылительных систем.

#### Литература

1. Shackelford, James F. et al “Frontmatter” Materials Science and Engineering Handbook Ed. James F. Shackelford & W. Alexander Boca Raton: CRC Press LLC, 2001.
2. S. M. Borah\*1, H. Bailung2, J. Chutia Decorative Titanium Nitride Colored Coatings on Bell-Metal by Reactive Cylindrical Magnetron Sputtering. Article 3, Volume 3, Issue 2, Summer 2010, Page 74-80.
3. Гольдаде В.А., Федосенко Н. Н. Методы получения тонких пленок. ГГУ им. Ф. Скорины, 2015. – 41с.
4. Дунюшкина Л.А. Введение в методы получения пленочных электролитов для твердооксидных топливных элементов: монография / Л.А. Дунюшкина. – Екатеринбург: УРО РАН, 2015. – 126 с.
5. Дубинин-Барковский И.В., Карташова А. Н. Измерения и анализ шероховатости, волнистости и некруглости поверхности. - М.: Машиностроение, 1978. - 232 с.