

Perfiles del sustrato y del recubrimiento en la caracterización de propiedades mecánicas en películas crecidas por arco catódico continuo

Franklin Bermeo, Dr¹, Juan Pablo Quintana, Lic², Ariel Kleiman, Dr² y Adriana Marquez, Dra²

¹Universidad Santiago de Cali, Colombia, fbermeoa@gmail.com

²Universidad de Buenos Aires, Argentina, juan_pablo_quintana@hotmail.com, kleiman@tinfiplfp.uba.ar, amarquez@df.uba.ar

Abstract– The Films were grown on Ti and Cu 316 with PVD techniques by continuous cathodic arc technique with magnetic concentrator for different sample conditions (floating, earth, polarized, temperature) and substrate-target distances variables; The surface morphology was observed with an optical microscope, the profiles were measured with a profilometer, Calotest and the hardness was measured with a NanoIndenter. The experimental results show that the radial profile distribution is variable with the axial position of the sample (target-substrate distance); the thicknesses may vary more than 50% in the radius of a sample; characterizing the hardness varies greatly, in the same sample when the samples do not have a uniform profile

Keywords-- Cathodic arc, magnetic concentrator, profilometry, Calotest

I. INTRODUCCION

La técnica de arcos catódicos en el crecimiento de películas delgadas resulta muy atractiva por las altas tasas de deposición alcanzadas, por las propiedades del plasma generado en la descarga, por su alto grado de ionización, su alta densidad iónica y la simplicidad del método comparado con otras tecnologías. Los arcos catódicos son descargas eléctricas pulsadas o continuas de alta corriente (~ 100 A) y baja tensión (~ 20 V), que se realizan entre dos electrodos inmersos en una cámara de vacío [1]. Desde la superficie del cátodo es eyectado un jet de plasma formado por iones metálicos con energías entre 20 – 100 eV y con un grado de ionización superior a 4 en algunos de esos iones. La corriente iónica llevada por el jet de plasma constituye alrededor de un 10% de la corriente total. Colocando un campo magnético paralelo a la dirección de propagación del jet de plasma se logra concentrar los iones sobre dicha dirección aumentando la densidad iónica en la zona central del jet [2]

La uniformidad de los espesores del recubrimiento se diferencian según la técnica utilizada; el perfil de deposición, distribución radial de espesores de la película depositada, resulta del perfil de densidad del plasma (distribución radial de la densidad del plasma en la región inmediatamente adyacente al sustrato). El perfil de densidad radial es generalmente de forma acampanada, con una distribución que depende de los detalles de la generación del plasma y su transporte (geometría del concentrador magnético, por ejemplo) [3]

Técnicas de arco catódico muestran altas tasas de deposición del orden de 60nm/minuto [4], durezas cercanas a los 10 GPa a temperaturas de 200 °C.[5], por las altas energías que utilizadas, con la técnica de Sputtering, la dureza obtenida es menor y se mejora con el potencial Bias negativo a valores cercanos a 15 GPa[6].

En este trabajo se utilizó la técnica de arco continuo y se presenta la caracterización mecánica y morfológica de películas delgadas depositadas con blancos de cobre y titanio, a fin de comparar las características de las películas obtenidas, sus diferentes perfiles, su dureza en función de las condiciones de temperatura y la posición de la muestra en el concentrador magnético (variación de la magnitud del campo magnético).

II. DESCRIPCION DEL EXPERIMENTO

El sistema de arco continuo está constituido por dos electrodos: un cátodo cilíndrico y un ánodo de cobre ubicado en forma coaxial. A la salida del ánodo se colocó un tubo cilíndrico recto, aislado eléctricamente de los electrodos, alrededor del cual se encontraba una bobina que permitía aplicar un campo magnético axial [2]

El cátodo de 60 mm de diámetro se polarizó negativamente respecto del ánodo conectado a tierra, la corriente de la descarga de 120 A era entregada por una fuente DC de 18KW, el sistema de electrodos se mantuvo refrigerado durante la operación del equipo. Un dibujo esquemático de la configuración empleada se presenta en la Figura.1.

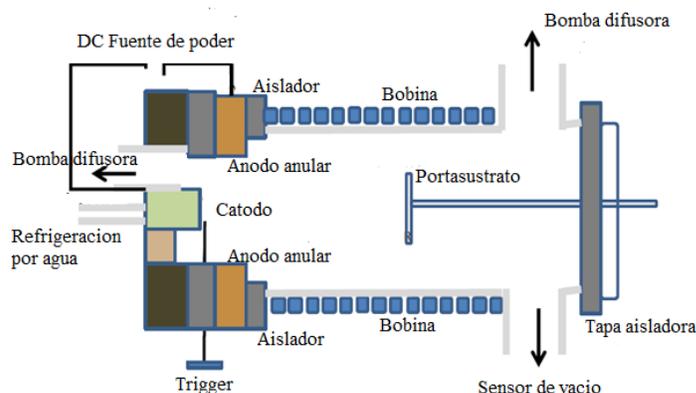


Figura 1. Esquema de la configuración empleada en las descargas arco

Digital Object Identifier: (to be inserted by LACCEI).

ISSN, ISBN: (to be inserted by LACCEI).

Los sustratos, de acero inoxidable 316, fueron ubicados en un portamuestra eléctricamente aislado del sistema que podía ser dejado flotante o polarizado con una tensión de -40 V respecto del plasma. El portamuestra utilizado fue colocado a lo largo del tubo recto y enfrentado a la salida del sistema catodo-anodo. El campo magnético generado por la bobina en el centro del tubo fue fijado en 120 Gauss. Para variar la temperatura las muestras fueron situadas en un horno en la misma posición que el resto de las muestras no calentadas. El horno instalado en la cámara de vacío permitió mantener la temperatura de la muestra en $(220 \pm 10)^\circ\text{C}$. El espesor de los recubrimientos se controló con el tiempo de deposición, utilizando tres descargas de dos minutos.

El espesor medio de los recubrimientos obtenidos se determinó por gravimetría a partir del peso de los sustratos antes y después del crecimiento de las películas, los espesores fueron medidos empleando un calotest con una bola de acero de 22.2mm y pasta de diamante, el perfil de los espesores con un profilometer_KLA Tencor ALPHA STEP,

La morfología de la superficie fue observada con un microscopio óptico Olympus BX60M y con un microscopio electrónico de barrido, La composición química se reconoció por EDS, la adhesión de los recubrimientos fue evaluada empleando el test de la cinta adhesiva con una cinta adhesiva comercial.

La Dureza fue medida con un equipo nanoindenter Nanovea usando el modelo de Oliver y Pharr con una carga máxima de 5 mN

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Las imágenes obtenidas para los recubrimientos de cobre aparecen en la figura 2; la toma de la figura muestra al sustrato acero 316 en la parte superior de la imagen y al recubrimiento de cobre en la parte inferior de la imagen.

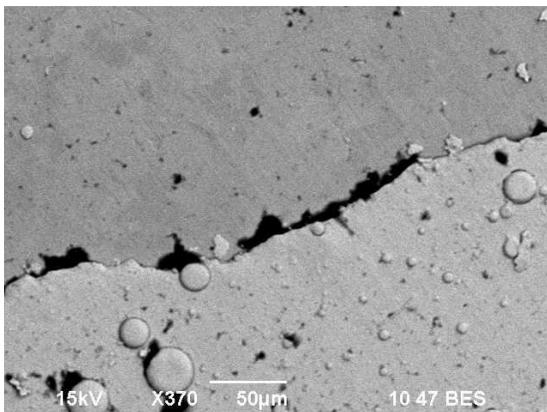


Figura 2. Imagen SEM del sustrato acero 316 y del recubrimiento de Cobre.

En la figura 3 se reconoce la composición química del acero y la presencia del cobre.

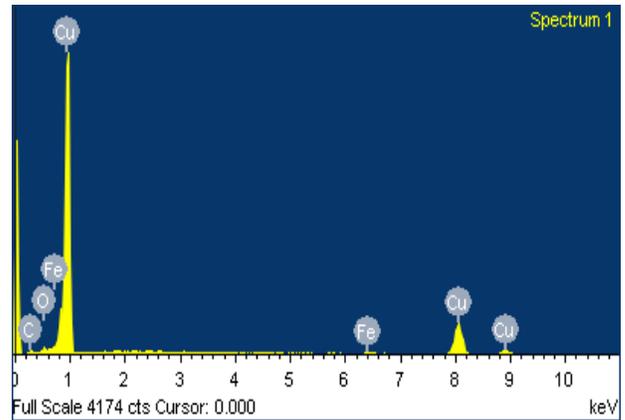


Figura 3. Imagen EDS con el espectro de la composición química del acero 316 y del recubrimiento de Cobre.

Los perfiles obtenidos con el PROFILOMETER para el recubrimiento de Cu en una muestra se presentan en la figura 4, la curva superior corresponde al recubrimiento más el sustrato, la curva del medio es el perfil del sustrato y la curva inferior es la diferencia de las anteriores que corresponde al perfil del recubrimiento de Cu. Los perfiles medidos con el Calotest para recubrimientos de Cu en diferentes muestras se representan en la figura 5, la muestras se colocaron en las mismas condiciones: flotantes, con el filtro polarizado a $+18\text{v}$ y a una distancia azimutal $z=+11\text{cm}$. La forma de calentar la muestra fue diferente: Calor ascendente (M10), Calor interrumpido en el momento del disparo (M11), Calor y vacío escalonados (M13).

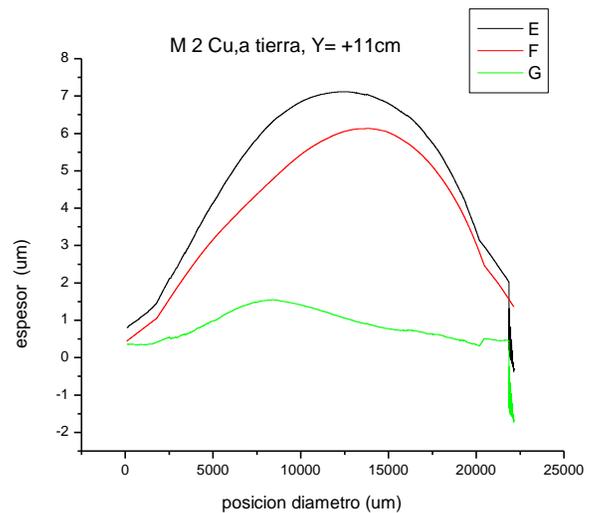


Figura 4. Perfiles en una muestra Cu/316, $Z=+11\text{cm}$, a tierra y con temperatura.

La curva superior corresponde al recubrimiento más el sustrato, la curva del medio es el perfil del sustrato y la

curva inferior es la diferencia de las anteriores que corresponde al perfil del recubrimiento de Cu.

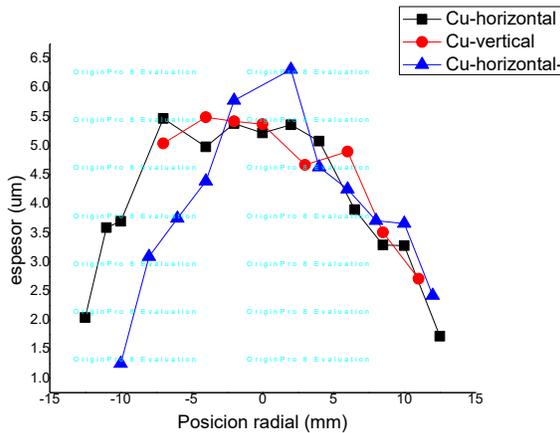


Figura 5 perfiles medidos con el Calotest para recubrimientos de Cu en diferentes muestras.

Las imágenes obtenidas para los recubrimientos de Titanio aparecen en la figura 6; la toma de la figura muestra al sustrato acero 316 a la izquierda de la imagen y al recubrimiento de cobre a la derecha de la imagen.; en la figura 7 se reconoce la composición química del sustrato y del recubrimiento con presencia del Ti

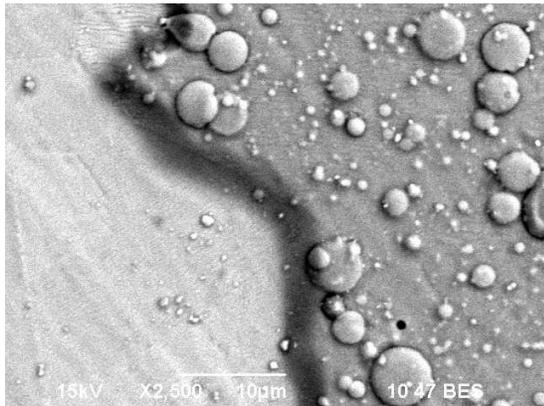


Figura 6. Imagen SEM del recubrimiento de Titanio sobre acero 316.

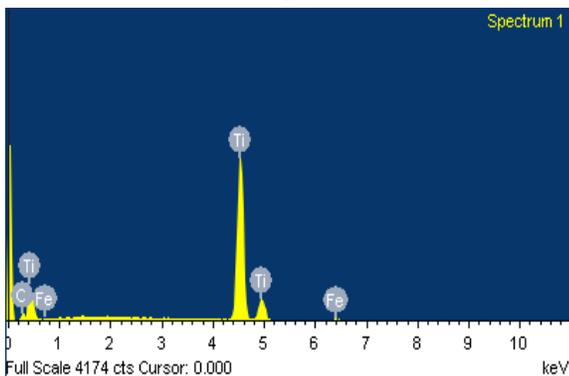


Figura 7. Imagen EDS con el espectro de la composición química del sustrato y la presencia del recubrimiento Ti.

. Para diferentes posiciones axiales se realizaron recubrimientos de Ti y se midieron los perfiles radiales con el PROFILOMETER, sus resultados se muestran en la figura 8, muestras en la misma condición flotante, con concentrador polarizado a +18v y a diferentes posiciones con respecto a la entrada del concentrador magnético; en otra muestra se midieron los perfiles con la técnica CALOTEST, a lo largo de dos diámetros perpendiculares entre si, sus resultados se representan en la figura 9.

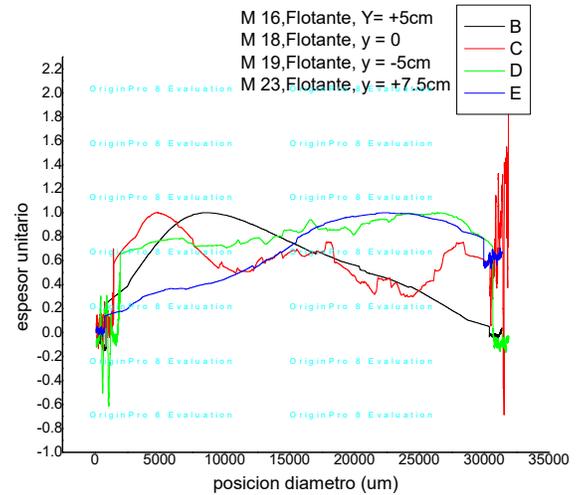


Figura 8. Perfiles radiales de recubrimientos de Ti medidas con el PROFILOMETER para diferentes posiciones axiales.

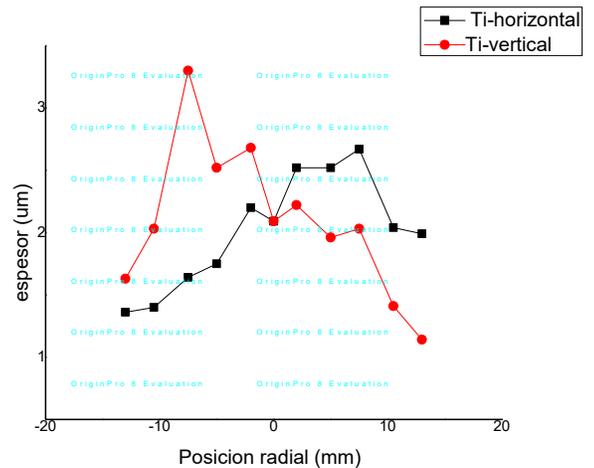


Figura 9. Perfiles radiales para diámetros perpendiculares medidos con la técnica CALOTEST

Para la caracterización de la dureza se utilizaron las películas de Ti crecidas con las muestras polarizadas a +18v, en condición flotante y a diferentes distancias

axiales (Posición de la muestra respecto a la entrada del concentrador), la tabla No.1 resume la dureza encontrada con el Nanoindenter en diferentes puntos de la muestra y la magnitud del campo magnético para las diferentes posiciones. Utilizando el método Oliver & Pearse se consideró el espesor puntual del recubrimiento y se realizó la indentación con el criterio del 10% de profundidad.

| Muestra | M19 | M18 | M23 | M22 |
|--------------------------|-----|-----|------|-----|
| Campo aplicado (Gauss) | 22 | 70 | 120 | 120 |
| Posición axial (cm) | -5 | 0 | 7.5 | 10 |
| Dureza en (0,0) (GPa) | 7.8 | 8.3 | 11.8 | 6.1 |
| Dureza en (0,-5mm) (GPa) | 3.7 | 9.9 | 10.5 | 5.2 |
| Dureza en (0,5mm) (GPa) | 9.4 | 8.6 | 11.0 | 9.4 |

Tabla No.1 Dureza en recubrimientos de Ti, en condición flotante, para diferentes posiciones axiales y en diferentes puntos radiales

DISCUSION

La técnica de deposición por arco continuo muestra altas tasas de deposición, los espesores obtenidos para el cobre y el titanio con tiempo de deposición de seis minutos, son cercanos a las seis y tres micras respectivamente.

En las figuras 2 y 6 muestran la presencia de muchas macropartículas, debido a la distribución geométrica entre el cátodo y el sustrato, a pesar de estar distanciados cerca de 20 cm, están en la misma dirección axial.

En las figuras 3 y 7 se reconoce que para ambos recubrimientos están presentes el cobre y titanio con otros picos, en proporción reducida, de la presencia de otras fases.

La figura 4 muestra el perfil del sustrato, realizado con el perfilómetro, característico por la cizalladura en el proceso de corte de la lámina. El perfil del recubrimiento es acampanado pero no es centrado ni simétrico, debido a la evolución del plasma en el trayecto desde el cátodo hasta la muestra, reflejo de la

geometría y la presencia del concentrador magnético, similar comportamiento se presenta en el gráfico 8.

En los gráficos 5 y 9, los perfiles radiales medidos en el Cobre y el Titanio con la técnica de CALOTEST, muestran un comportamiento de distribución variable con tendencia acampanada, no simétrica y desplazada del centro, para las diferentes posiciones axiales, igual que para radios diferentes en una misma posición axial. Se reconoce un comportamiento común en todos los casos: en una región estrecha, en el centro de cada recubrimiento, alrededor de 2mm, coincide con el valor del espesor medio y para algunos casos se presenta cierta uniformidad en esos espacios.

Los valores de dureza obtenidos, tienen más confiabilidad alrededor del centro de la muestra. A 5mm a la izquierda del centro de la muestra, como a 5mm a la derecha, sobre uno de los radios, para algunos casos presentan variaciones generadas tanto por el perfil del recubrimiento como por el perfil del sustrato; el espesor puede ser mayor o menor y la inclinación positiva o negativa por lo que el indenter no incide perpendicularmente dando a lugar lecturas mayores o menores al valor real.

La dureza adquiere sus mayores valores en la región donde el campo magnético del concentrador es máximo, pero a la distancia más, según se resume en la tabla No. 1 para la muestra M23 a 7.5 cm del inicio del concentrador y cercano al cátodo

CONCLUSIONES

En la técnica de arco continuo, los perfiles del recubrimiento, tanto del titanio como del cobre, son variables para cada radio y para cada posición axial, tienen una distribución acampanada asimétrica; lo cual refleja que los perfiles de densidad del plasma, en la región inmediatamente adyacente al sustrato, son variables para cada posición axial, es decir, el plasma cuando entra al concentrador magnético tiene una distribución y en su trayecto sufre alteraciones generadas por la geometría del mismo, de ahí la importancia de realizar un estudio del transporte del plasma en el concentrador magnético.

La técnica permite obtener recubrimientos del orden de seis micras para el cobre y de tres micras para el titanio, con un tiempo de seis minutos de descarga.

En la región donde el campo magnético empieza a ser máximo, se obtienen las mayores prestaciones de dureza; los mayores valores están alrededor del centro de la muestra donde el recubrimiento es más uniforme.

Los recubrimientos por esta técnica evidencian la presencia de macropartículas, lo que restringe las aplicaciones ingenieriles para ciertas herramientas de

corte que exigen mejorar la dureza y a la vez brinda beneficios por las altas tasas de deposición.

REFERENCIAS

- [1] R.L.Boxman, P.J.Martin and D.M.Sanders Eds., *Handbook of Vacuum Arc Science and Technology*, New Jersey: Noyes Publications, 1995.
- [2] L. Giuliani, F. Bermeo, D. Lamas, D. Grondona, H. Kelly, A. Márquez. Películas nanoestructuradas de cobre y titanio crecidas con arco catódico. Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (3): 1073-1079
- [3] Ian G. Brown. Cathodic arc deposition of films, *Annu. Rev. Mater.Sci.* 1998 28:243-69
- [4] A. Bendavid, P.J. Martin, E.W. Preston. The effect of pulsed direct current substrate bias on the properties of titanium dioxide thin films deposited by filtered cathodic vacuum arc deposition *Thin Solid Films, Volume 517, Issue 2, 28 November 2008, Pages 494-499*
- [5] D. Escobar, R. Ospina, A.G. Gómez, E. Restrepo-Parra. Microstructure, residual stress and hardness study of nanocrystalline titanium–zirconium nitride thin films, *Ceramics International, Volume 41, Issue 1, Part B, January 2015, Pages 947-952*
- [6] Omveer Singh, Hitendra K. Malik, Raj P. Dahiya, Parmod Kumar. Microstructure, residual stress and hardness study of nanocrystalline titanium–zirconium nitride thin films, *Ceramics International*, In press, Corrected proof., Available online 5 August 2016