

**АНАЛИЗ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА
СВЕРХТВЕРДЫХ ПЛЕНОК ДИБОРИДА ТАНТАЛА
В МАГНЕТРОННЫХ РАСПЫЛИТЕЛЬНЫХ СИСТЕМАХ**

**А. А. Гончаров¹, А. Н. Юнда¹, А. В. Зыков², В. И. Фареник³,
И. В. Шелест¹, В. В. Буранич¹**

¹*Сумской государственной университет,
Сумы, Украина*

²*Харьковский национальный университет имени В. Н. Каразина,
Харьков, Украина*

³*Научный физико-технологический центр МОН и НАН Украины,
Харьков, Украина*

Поступила в редакцию 09.10.2017

В данной работе проведены исследования параметров синтеза тонких пленок диборида тантала, полученных в системах ВЧ- и ПТ-магнетронного распыления. Сделан сравнительный анализ энергетических условий синтеза этих пленок. Показано, что в зависимости от метода, используемого для получения пленки (ВЧ или ПТ), существенно меняется количество и энергия ионов и нейтральных частиц, которые принимают участие в осаждении и формировании пленки на поверхности подложки, что приводит к формированию покрытий в различных структурных состояниях от аморфноподобного до нанокристаллического с текстурой роста перпендикулярной плоскости (00.1).

Ключевые слова: магнетронные распылительные системы, пленки диборида тантала, условия осаждения, структура, потенциал смещения.

**АНАЛІЗ УМОВ СИНТЕЗУ
НАДТВЕРДИХ ПЛІВОК ДИБОРИДУ ТАНТАЛУ
У МАГНЕТРОННИХ РОЗПИЛЮВАЛЬНИХ СИСТЕМАХ**

**О. А. Гончаров, А. М. Юнда, О. В. Зыков, В. І. Фаренік,
І. В. Шелест, В. В. Бураніч**

У даній роботі проведено дослідження параметрів синтезу тонких плівок дибориду танталу, отриманих в системах ВЧ і ПТ-магнетронного розпилення. Зроблено порівняльний аналіз енергетичних умов синтезу цих плівок. Показано, що в залежності від методу, використуваного для отримання плівки (ВЧ або ПТ), істотно змінюється кількість і енергія іонів та нейтральних частинок, які беруть участь в осадженні і формуванні плівки на поверхні підкладки, що призводить до формування покриттів в різних структурних станах від аморфноподібного до нанокристалічного з текстурою зростання перпендикулярною площині (00.1).

Ключові слова: магнетронні розпилювальні системи, плівки дибориду танталу, умови осадження, структура, потенціал зсуву.

**ANALYSIS OF SYNTHESIS
CONDITION OF HARD TANTALUM DIBORIDE
COATINGS IN MAGNETRON SPUTTERING SYSTEMS**

**A. A. Goncharov, A. N. Yunda, A. V. Zykov, V. I. Farenik,
I. V. Shelest, V. V. Buranich**

Study of the synthesis parameters of tantalum diboride thin films obtained in RF and DC magnetron sputtering systems was carried out in this paper. A comparative analysis of the synthesis energy conditions of these films was performed. It was shown that the amount, energy of the ions and neutral particles, participating in the deposition and formation of film on the surface of substrate, changes significantly depending on the method (RF or DC) used for film obtaining, which leads to the formation of coatings in different structural states from an amorphous to nanocrystalline with growth texture perpendicular to the plane (00.1).

Keywords: magnetron sputtering systems, tantalum diboride films, deposition conditions, structure, bias potential.

ВВЕДЕНИЕ

Тонкие пленки боридов переходных металлов, имеющие высокую температуру плавления и твердость, находят разнообразное применение в качестве коррозионно-стойких, термостойких и износостойких защитных покрытий в различных отраслях промышленности. Наиболее широкое распространение при нанесении таких покрытий получил метод неактивного магнетронного распыления композиционных мишеней с участием ионной бомбардировки (nonreactive magnetron sputtering (NMS) of composite target with ion assistant bombardment) [1]. Изменяя внешние параметры процессов магнетронного распыления (рабочее давление, мощность разряда, температуру подложки, расстояние между мишенью и подложкой, потенциал смещения на подложке), можно изменять в широком диапазоне параметры плазмы в пространстве массопереноса. Соответственно, изменяются потоки заряженных и нейтральных частиц, которые принимают участие в осаждении и формировании пленок на поверхности подложки, что дает возможность получать покрытия различной структуры и состава с различными физико-механическими свойствами [1–3].

В работах [4–7] методом неактивного распыления композиционных мишеней были получены покрытия из боридов хрома, титана, тантала, гафния. Систематическое исследование структуры и механических свойств этих пленок показало, что пленки с текстурой роста (00.1), состоящие из зерен с размерами ~20 нм, были сверхтвердыми с высокими значениями нанотвердости: $Hv = 44$ ГПа (CrB_2), 44 ГПа (HfB_2), 48,5 ГПа (TiB_2), 44 ГПа (TaB_2). Исследования состава по бору для TiB_2 , TaB_2 и HfB_2 показали увеличение отношения концентраций бор/металл = 2,2–2,6, что по мнению авторов связано с особенностями электронной структуры этих пленок. В работе [5] пленки TiB_2 были получены при отношении потоков ион/металл $I_{\text{Ar}} + I_{\text{Ti}} = 0,4$ и энергии ионов аргона 30 эВ.

В предыдущих наших работах [8–12] были получены плёночные покрытия из боридов тантала и гафния (структурный тип AlB_x) методом неактивного распыления композиционных мишеней

в ВЧ и ПТ (постоянного тока) магнетронных системах. Морфология и фазовый состав полученных пленок также были тесно связаны с параметрами распыления и технологическими условиями. Результаты проведенных исследований показали, что знак и величина приложенного потенциала смещения на подложку имеет определяющее влияние на формирование структуры и субструктуры пленок, что в конечном итоге, определяло их физико-механические свойства.

Так для плёнок диборида тантала, полученных методом ПТ-магнетронного распыления, наиболее оптимальные условия возникают при потенциале смещения –50 В, а для ВЧ распыления, как показано в работах [12, 16], при потенциале смещения +50 В и температуре подложки ~500 °С. Исследования закономерностей формирования структуры, состава и свойств пленок показали, что при определенных энергетических условиях они обладают столбчатой структурой и текстурой роста плоскостью (00.1) и имеют твердость в 1,5–2 раза выше, чем для массивного состояния либо для пленок, не обладающих данной структурой. В работе [12] был проведен анализ физических процессов формирования структуры и свойств пленок диборидов переходных металлов и сделан вывод, что для каждого соединения существует определённый интервал энергий осаждаемых частиц, в котором конкурирующие процессы зарождения приводят к наиболее совершенной структуре. Изменяя энергию бомбардирующих ионов, можно управлять размерами зёрен и кристаллитов (субзёрен) в них.

Согласно результатам работы [13], основными параметрами, которые влияют на подвижность атомов и соответственно определяют механизм роста и структуру пленки при магнетронном распылении на постоянном токе, является подогрев подложки т. е. отношение T_s/T_m (где T_s и T_m — температура подложки и температура плавления материала пленки, соответственно) и ионная бомбардировка растущей пленки. Энергия E_b , доставляемая растущему покрытию бомбардирующими ионами, оказывает основное влияние на структуру, микроструктуру, элементный и фазовый состав и физические

свойства. В магнетронных распылительных системах величина Eb может контролироваться потенциалом смещения, подаваемым на подложку U_s , и плотностью ионного тока на подложку j_i [14].

В данной работе проведены дополнительные исследования параметров синтеза тонких пленок диборида тантала TaB_2 , полученных методом NMS композитной мишени при участии бомбардировки ионами аргона, сделан сравнительный анализ энергетических условий синтеза этих пленок в ВЧ- и ПТ системах-магнетронного распыления, представлена усовершенствованная магнетронная распылительная система на постоянном токе для дальнейших исследований физических закономерностей влияния ионно-плазменных потоков на процессы формирования тонких пленок диборида тантала TaB_2 .

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В данной работе в качестве подложки были выбраны образцы из нержавеющей стали 12Х18Н9 размером $10 \times 5 \times 1$ мм. Поверхность образцов была вручную отполирована, а затем прошла ультразвуковую очистку в ацетоне и этаноле перед установкой в распылительную камеру.

Для получения покрытий были использованы ВЧ- и ПТ-магнетронное распыление спеченной мишени TaB_2 диаметром 120 мм в атмосфере аргона.

В ВЧ-магнетронной распылительной системе подложки были размещены на расстоянии 65 мм от мишени, давление Ar и мощность ВЧ разряда во время распыления были равны 0,32 Па и 500 Вт соответственно.

В магнетронной распылительной системе на постоянном токе подложки были размещены на расстоянии 200 мм от мишени, давление Ar и мощность разряда во время распыления были равны 0,1 Па и 3 кВт соответственно.

Нанесение покрытий проводилось без дополнительного подогрева подложки. Разогрев подложки до температуры ≤ 200 °C происходит за счет воздействия на нее высокоэнергетических ионов.

Были получены две серии образцов покрытия TaB_2 толщиной 0,8–1,5 мкм. Первая

серия была получена ВЧ-магнетронным распылением, вторая — с помощью магнетронной распылительной системы на постоянном токе. В обеих системах параметром, который изменялся в процессах напыления в диапазоне (–100)–(+100) В, являлся потенциал подложки относительно стенок рабочей камеры.

Структура, фазовый состав и наноразмерные морфологические характеристики пленок были определены методом рентгеновской дифракции (фокусировка по Брэггу-Брентано, $CuK\alpha$ излучение). Значение силы тока и напряжения на рентгеновской трубке составляли 20 мА и 40 кВ. Съемка образцов проводилась с горизонтальными щелями 4 мм на трубке и 1 мм на детекторе в режиме непрерывной регистрации со скоростью $1^\circ/\text{мин}$ при диапазоне углов 2θ от 20° до 70° (2θ — брэгговский угол).

АНАЛИЗ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты рентгеноструктурного анализа пленок, полученных методом неактивного ВЧ и ПТ-магнетронного распыления в среде Ar, показали, что фазовый состав синтезированных пленок близок фазе TaB_2 (структурный тип — $A1B_2$, пространственная группа симметрии — $R\bar{6}/mmm$). Остановимся подробнее на зависимостях в формировании структуры, состава и в итоге физико-механических характеристик синтезируемых пленок от потенциала подложки в режимах ПТ- и ВЧ-магнетронного распыления, при которых были получены пленки.

ВЧ-магнетронное распыление

Результаты рентгеноструктурных исследований, представленных на рис. 1, показали принципиальное влияние потенциала смещения на формирование пленок.

- В случае заземленного подложкодержателя (потенциал смещения равен нулю) происходил рост текстурированных нанокристаллических пленок TaB_2 (рис. 1а). В процессе формирования покрытий участвовали все частицы, присутствующие в потоке массопереноса. Энергия частиц в потоке массопереноса была пропорциональна средней электронной температуре плазмы разряда.

- При подаче на подложкодержатель потенциала смещения +50 В степень текстуры пленок увеличивалась (рис. 1б), при этом происходило смещение положения линий (00.1) и (00.2). Подача положительного потенциала смещения повысила энергию падающих частиц (ионов и электронов), стимулируя процесс кристаллизации, что способствовало росту сильной текстуры.
- Подача на подложкодержатель отрицательного напряжения смещения (-50 В) оказывает наиболее существенное влияние на механизм образования покрытий — формировалась аморфно-подобная фаза TaB_x (рис. 1в).

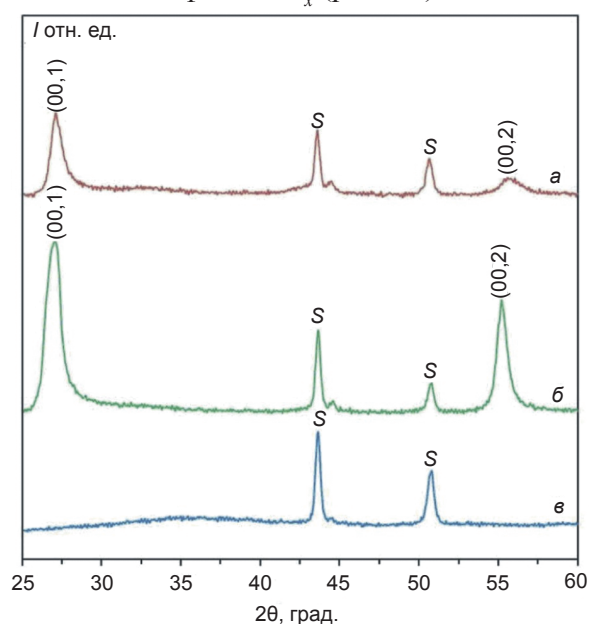


Рис. 1. Дифрактограммы нанокристаллических пленок TaB_2 , полученных ВЧ-магнетронным распылением при потенциале смещения: а — 0 В; б — +50 В; в — -50 В. S — рефлексы подложки

Таким образом, при потенциалах смещения 0 и +50 В на подложкодержателе при ВЧ-магнетронном распылении формировались текстурированные пленки с преимущественным ростом по нормали к плоскости (00.1) (рис. 1а, б). Наличие отрицательного потенциала (-50 В) приводило к образованию нетекстурированных нанокристаллических покрытий (рис. 1в).

Параметры решетки пленочных покрытий существенно отличались от табличных значений ($a = 0,30981$ нм, $c = 0,32266$ нм): параметр «а» изменялся в пределах 0,3157–0,3244 нм, параметр «с» — 0,3271–0,3333 нм, что вероятно связано с особенностями

формирования структуры и субструктуры пленок TaB_2 . Размер нанокристаллитов изменялся в пределах от 24 до 42 нм. С увеличением размера нанокристаллитов росло совершенство текстуры сформированных покрытий.

Исследование физико-механических свойств показало существенную разницу характеристик пленок, полученных при различных потенциалах смещения, и имеющих различную структуру. Полученные текстурированные покрытия со столбчатой структурой демонстрировали повышение значения нанотвердости и, соответственно, модуля упругости от 35 и 266 ГПа (заземлена подложка) до 44 и 348 ГПа (потенциал смещения +50 В) [12]. Аморфноподобные покрытия, полученные при подаче на подложку отрицательного потенциала смещения, по своим физико-механическим характеристикам существенно отличались от покрытий, описанных выше. Твердость покрытий 11,5 ГПа (при потенциале смещения -25 В) оказалась меньше по сравнению с ее значением для массивного состояния диборида тантала стехиометрического состава (25 ГПа [15, 16]). Однако при этом модуль упругости пленок оказался несколько ниже — 232 ГПа и 262 ГПа соответственно.

ПТ-магнетронное распыление

В случае, когда для нанесения покрытий использовалась магнетронная система на постоянном токе, рентгеноструктурные исследования показали, что при заземленной подложке, плавающем потенциале и при подаче на нее положительного или отрицательного потенциала смещения формировались текстурированные пленки с преимущественным ростом по нормали к плоскости (00.1), близкие по составу к стехиометрической фазе TaB_2 .

- При заземленном подложкодержателе формировались пленки с текстурой роста плоскостью (001), наблюдалась слабая асимметрия пиков (001) и (002), при этом имели место пики со слабой интенсивностью — (100), (101), (111), (102) (рис. 2а).
- Подача отрицательного потенциала смещения -50 В (рис. 2в) приводит к усилению степени текстуры плоскостью

(00.1). При этом имели место только пики (00.1) и (00.2).

- При плавающем потенциале (рис. 2б), в отличие от отрицательного, степень текстуры существенно уменьшается, при этом проявляется дифракционный пик, соответствующий плоскости (101). Этот пик имеет размытую форму, характеризующую наноструктурное состояние пленки, также более интенсивно проявляют себя дифракционные пики (100), (002) и (111). Степень асимметрии пиков (001) и (002) усиливается.
- Подача положительного потенциала смещения также приводит к значительному повышению степени текстуры, наблюдается существенная асимметрия пиков (001) и (002), что указывает на дефекты упаковки.

В табл. 1 обобщены режимы магнетронного распыления и соответствующие им параметры полученных пленок.

Сильно текстурированные пленки, полученные при отрицательном и положительном потенциале смещения, (табл. 1) имели параметры решетки: $a = 0,3114\text{--}0,3117$ нм, $c = 3,3317$ нм, которые были существенно больше, чем табличные ($a = 0,30981$ нм, $c = 0,32266$ нм).

В пленках, полученных при заземленной подложке, параметры уменьшались, причем параметр « a » почти совпадал с табличным, а параметр « c » уменьшался по сравнению с предыдущими образцами, но относительно табличных данных был большим по величине. При плавающем потенциале значения параметров решетки « a » и « c » незначительно отличались от табличных — в рамках погрешности.

Проведем сравнительный анализ полученных нами результатов с последними результатами, полученными другими авторами при осаждении пленок диборида титана с помощью ВЧ- и ПТ-магнетронных распылительных систем. Пленки диборида титана выбраны для сравнения как наиболее изученные из всех диборидов переходных металлов.

Результаты, полученные в работе [17], показывают, что увеличение отрицательного потенциала смещения, подаваемого на подложку при получении TiB_2

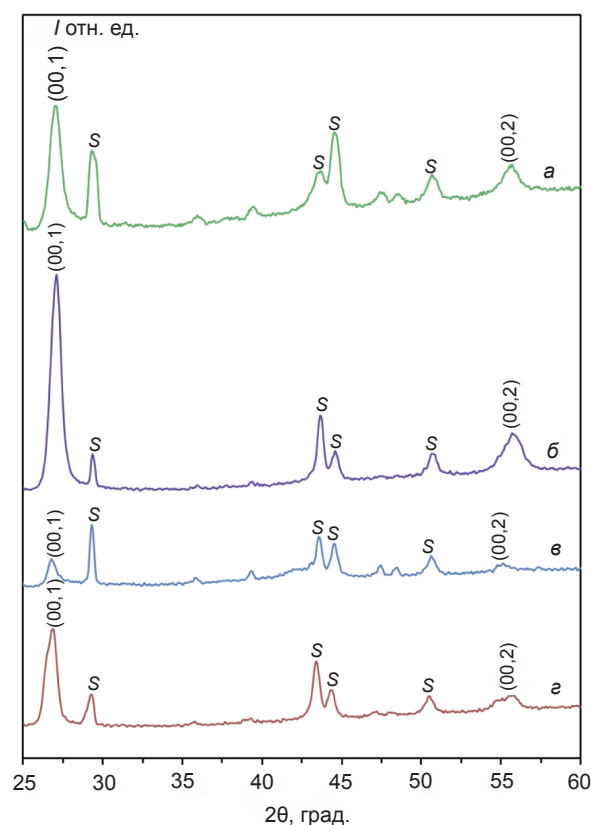


Рис. 2. Дифрактограммы нанокристаллических пленок TaB_2 , полученных магнетронной распылительной системой на постоянном токе при потенциале смещения: a — 0 В; $б$ — -50 В; $в$ — плавающий потенциал; $г$ — +50 В. S — рефлексы подложки

пленок ПТ-магнетронным распылением, приводит к постепенному изменению микроструктуры от аморфной до сильно-текстурированной (001). В данном случае наиболее сильная текстура наблюдалась при потенциалах смещения до -100 В и температуре подложки 175 °С, при этом были получены сильнотекстурированные сверхстехиометрические пленки с составом 2,3–2,4, которые имели нанотвердость $48,6 \pm 3,1$ и модуль упругости 562 ± 18 ГПа, что коррелирует с ранее полученными результатами. В работе [18] TiB_2 пленки были получены ПТ-магнетронным распылением на кремниевые (100) подложки при комнатной температуре и потенциале смещения -100 В. При этом пленки были сверхстехиометрическими и имели сильную текстуру с преимущественной ориентацией (00.1). Также сильнотекстурированные сверхстехиометрические пленки были получены авторами [19, 20] при распылении составных мишеней, при этом EDRS для полученных пленок показал $Ti:Al = 0,71:0,29$, $(Ti + Al):B = 1:3.08$.

**Режимы магнетронных распылительных систем (МРС)
и соответствующие им параметры полученных пленок диборида тантала**

| Образец | МРС | Мощность, кВт | Толщина пленки, мкм | Потенциал смещения U_s , В | Температура подложки T_s , °С | Размер нанокристаллита, нм | Параметры решетки, | | | Текстура |
|------------------|-----|---------------|---------------------|------------------------------|---------------------------------|----------------------------|--------------------|---------|-------|------------------|
| | | | | | | | a | c | c/a | |
| I. 1 | ВЧ | 0,5 | 1 | 0 | 500 | 24 | 0,3157 | 0,3271 | 1,04 | слабая (001) |
| I. 2 | | 0,5 | 1 | -50 | 140 | 3-5 | - | - | - | аморфно-подобная |
| I. 3 | | 0,5 | 1 | +50 | 110 | 42 | 0,3244 | 0,3333 | 1,03 | сильная (001) |
| II. 1 | ПТ | 3 | 0,8 | Плавающий (-17 В) | 150 | 32,293 | 0,3089 | 0,32452 | 1,05 | слабая (001) |
| II. 2 | | 3 | 0,8 | 0 | 150 | 32,668 | 0,3096 | 0,33041 | 1,07 | слабая (001) |
| II. 3 | | 3 | 0,8 | -50 | 200 | 32,293 | 0,3114 | 0,33317 | 1,07 | сильная (001) |
| II. 4 | | 3 | 0,8 | +50 | 200 | 27,798 | 0,3117 | 0,33317 | 1,07 | слабая (001) |
| Картоотека JCPDS | | | | | | | 0,30981 | 0,3226 | 1,04 | |

Рентгеноструктурный анализ в работе [21] показал, что все покрытия TiB_2 , полученные при низких ВЧ-мощностях, демонстрируют широкий дифракционный пик, соответствующий фазе TiB_2 с преимущественной ориентацией (101). Так как плоскость (001) имеет наивысший коэффициент упаковки, то для создания такой ориентации необходимы энергетические адатомы. При увеличении мощности распыления до 350 Вт, температуры подложки до 400 °С и времени распыления до 3 часов пленка начинает ориентироваться в направлении (001). Развитие сильной текстуры (001) в покрытии происходит при уменьшении расстояния между мишенью и подложкой от 100 мм до 60 мм и при мощности распыления 200 Вт.

Приведенные результаты коррелируют с результатами, полученными нами для пленок диборида тантала.

ОБСУЖДЕНИЕ

Принципиальное различие в режимах ПТ- и ВЧ-магнетронного распыления при которых

были получены сильно текстурированные, с текстурой роста (00.1), сверхстехиометрические пленки диборида тантала (образцы I. 3 и II. 3 в табл. 1), связано со свойствами плазмы ПТ и ВЧ разрядов.

ВЧ-распыление мишени происходит благодаря возникновению на ней отрицательного относительно плазмы потенциала автосмещения [22]. Механизм возникновения отрицательного смещения потенциала связан с тем, что при подаче ВЧ-напряжения на помещенную в плазму мишень на ее поверхность начинают попеременно поступать электронный и ионный токи. В этом случае электронный ток в положительный полупериод ВЧ-напряжения значительно превосходит ионный ток в отрицательный период, что объясняется значительно большей подвижностью электронов по сравнению с ионами, вследствие чего на поверхности мишени накапливается отрицательный заряд и, следовательно, растет отрицательное напряжение. В течение большей части периода ВЧ-напряжения отрицательно относительно

плазмы, а его постоянная составляющая (автосмещение) при соотношении площадей потенциального и заземленного электродов меньше 1 равна приблизительно амплитуде ВЧ-напряжения [22].

Соответственно, распределение потенциала в постоянном и ВЧ магнетронных разрядах отличается из-за различных механизмов удержания электронов в электромагнитной ловушке. В ВЧ разряде плазма обладает неким постоянным положительным потенциалом U_p по отношению к обоим электродам, а плотность плазмы возле подложки при ВЧ разряде существенно выше, чем в разряде постоянного тока. В ПТ-магнетронной системе потенциал плазмы близок к потенциалу камеры и подложки, а максимум плотности плазмы наблюдается вблизи мишени магнетрона. Поэтому следует ожидать, что энергия, подводимая к подложке ионами аргона в ВЧ разряде, выше, чем в разряде постоянного тока.

Различия этих свойств также характеризует отношение j_i/j_n потоков ионов, бомбардирующих пленку, j_i и атомов j_n , конденсирующихся на поверхности. В работах [23–27] экспериментально и теоретически показано, что высокое отношение потоков ионов к атомам выгодно для эпитаксиального роста покрытия при низких температурах. ВЧ разряд характеризуется более высоким отношением j_i/j_n (примерно в 4–10 раз) по сравнению с разрядом на постоянном токе.

Последние исследования [14] продемонстрировали, что критическим параметром влияния на микро- и наноструктуру, элементный и фазовый состав и физические свойства покрытий, есть суммарная энергия, которая поступает на подложку при осаждении одного атома. Суммарный поток энергии складывается из:

1. равновесного нагрева образца;
2. неравновесного нагрева поверхности за счет релаксации кинетической энергии ионов, электронов и быстрых нейтральных частиц;
3. экзотермической энергии химических реакций при синтезе сложнокомпозиционных соединений;
4. радиационной энергии излучения плазмы.

Как показали наши исследования [28–30], независимое управление потоками ионов и распыленных атомов в ВЧ и ПТ магнетронных системах встречает существенные трудности.

Необходимо отметить, что, несмотря на широкое использование ВЧ и ПТ МРС в промышленности для получения новых покрытий, фундаментальные исследования свойств газовых разрядов в магнитном поле остаются актуальной задачей [31–34]. К настоящему времени сформировались только качественные картины процессов в газоразрядной плазме магнетронного разряда, а количественное определение параметров потоков заряженных частиц в каждой технологической системе требует специальных экспериментальных исследований. Причиной этого являются:

- сильная анизотропия параметров плазмы;
- значительные колебания и «шумы» потенциала плазмы, которые обусловлены аномальной подвижностью электронов поперек магнитного поля;
- интенсивный поток атомов металла с мишени магнетрона, который запяляет диэлектрические изоляторы, что существенно затрудняет зондовые и электротехнические измерения параметров заряженных частиц;
- в ВЧ системах величина реактивного тока во внешних электрических цепях достигает десятков ампер, что приводит к сильным «наводкам» в измерительных приборах.

Поэтому для определения составляющих неравновесного нагрева поверхности необходимо использовать независимые источники ионов и плазмы с разными параметрами, совместимыми с параметрами МРС.

В обзоре [14] Дж. Мусил обобщил задачи, которые необходимо решить для развития новых перспективных сверхтвердых нанокompозитных покрытий. К ним, в частности, относятся:

- детальное исследование взаимосвязи между свойствами покрытия и энергией доставляемой ионами растущей поверхности;
- развитие новых распылительных систем, работающих при новых физических условиях.

Для выполнения этих задач можно использовать кластерную многофункциональную установку, разработанную для реактивного синтеза [35].

Многофункциональная кластерная установка схематически изображена на рис. 3. Система состоит из магнетрона низкого давления (2), расположенного на торце камеры, ВЧ индукционного источника плазмы аргона (3), расположенного внутри камеры, и ионного источника (7), расположенного на боковом фланце камеры. Относительное расположение этих компонентов выбрано таким образом, чтобы обеспечить одновременное воздействие на получаемую поверхность потоков атомов металла и ионов инертного газа.

ВЧ индукционный источник плазмы (3) производит поток заряженных частиц, содержащий медленные ионы аргона с энергией 20–40 эВ и электроны. В таком источнике плазма сконцентрирована в разрядной камере, изготовленной из керамической трубы. На выходе из источника смонтирован экран из перфорированного листа металла для задержки плазмы и создания падения давления между объемом источника и технологической камерой.

Источник плазмы помещен внутри вакуумной камеры, что позволяет выбирать оптимальное соотношение между расстоянием от магнетрона (2) и источника плазмы (3) до образцов на подложкодержателе (9) (рис. 3). К источнику с индуктивно связанной плазмой подается ВЧ мощность до 1 кВт (частота 13,56 МГц) от ВЧ генератора (4), который подключен к катушке индуктивности через согласующее устройство (5).

Многоканальный ионный источник «Радикал М» (7) генерирует пучок ионов аргона со средней энергией 0,5–1 кэВ [36] и применяется для очистки и активации поверхности образца перед процессом напыления.

Используя импульсный источник питания или источник питания постоянного тока (9) для поляризации образцов, можно подавать постоянное или импульсное напряжение с различным рабочим циклом на вращающийся подложкодержатель (10). Ключевой новизной настоящей системы по сравнению с другими известными системами является диапазон рабочего давления (0,4–2) мТорр,

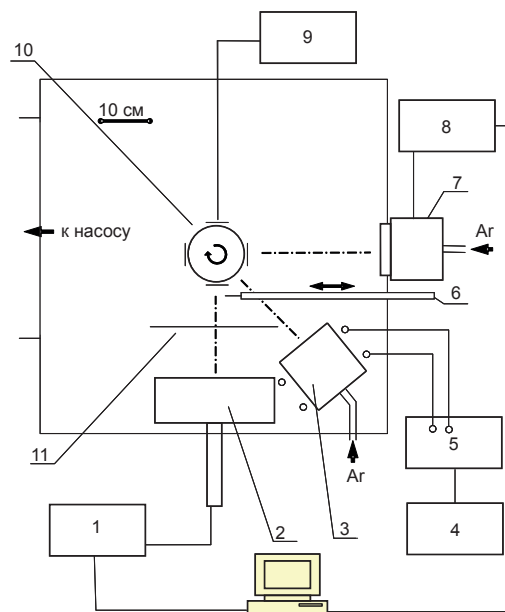


Рис. 3. Схема мультифункциональной кластерной установки: 1 — источник питания магнетрона постоянного тока, 2 — магнетрон, 3 — ВЧ источник с индуктивно связанной плазмой, 4 — ВЧ-генератор, 5 — согласующее устройство ВЧ-генератора, 6 — зонд Ленгмюра, 7 — ионный источник, 8 — источник питания постоянного тока, 9 — источник питания для поляризации образцов, 10 — система вращения образцов, 11 — заслонка

при котором движение ионов и распыленных атомов происходит в режиме свободного падения. Это позволяет увеличить расстояние между магнетроном и подложкодержателем до 30–40 см, существенно увеличить площадь напыления и работать с источником с индуктивно связанной плазмой и источником ионов «Радикал».

ВЫВОДЫ

Проведен сравнительный анализ энергетических условий синтеза пленок диборида тантала, полученных методами ВЧ- и ПТ-магнетронного распыления. Показано, что в зависимости от того, какой процесс используется для получения пленки (ВЧ или ПТ), достаточно существенно меняется количество и энергия ионов и нейтральных частиц, которые принимают непосредственное участие в осаждении и формировании пленки на поверхности подложки, что приводит к формированию покрытий в различных структурных состояниях — от аморфноподобного до нанокристаллического с текстурой роста, перпендикулярной плоскости (00.1).

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Украины по научно-исследовательским работам 0117U002247 и 0117U004875.

REFERENCE

- Musil J., Baroch P., Vlček J., Nam K. H., Han J. G. Reactive magnetron sputtering of thin films: present status and trends // *Thin Solid Films*. — 2005. — Vol. 475, No. 1–2. — P. 208–218.
- Mattox D. M. Particle bombardment effects on thin-film deposition: A review // *J. Vac. Sci. Technol. A*. — 1989. — Vol. 7, No. 3. — P. 1105–1114.
- Musil J., Vlček J., Baroch P. Magnetron Discharges for Thin Films Plasma Processing. Chapter 3 in *Materials Surface Processing by Directed Energy Techniques*, Y. Pauleau (Ed.). — Oxford: Elsevier, 2006. — P. 67–106.
- Mayrhofer P. H., Mitterer C., Wen J. G., Greene J. E., Petrov J. Self-organized nanocolumnar structure in superhard TiB₂ thin films // *App. Phys. Lett.* — 2005. — Vol. 86, No. 13. — P. 131909–131923.
- Mayrhofer P. H., Mitterer C., Clemens H. Self-organized Nanostructures in Hard Ceramic Coatings // *Adv. Eng. Mater.* — 2005. — Vol. 7, No. 12. — P. 1071–1082.
- Mayrhofer P. H., Mitterer C., Wen J. G., Petrov J., Greene J. E. Thermal induced self-hardening of nanocrystalline Ti-B-N films // *J. App. Phys.* — 2006. — Vol. 100, No. 4. — P. 044301–044308.
- Mayrhofer P. H., Stoiber M. Thermal Stability of Superhard Ti-B-N Coatings // *Surf. Coat. Technol.* — 2007. — Vol. 201, No. 13. — P. 6148–6153.
- Bazhin A. I., Goncharov A. A., Pogrebnyak A. D., Stupak V. A., Goncharova S. A., Superhardness Effect in Transition Metal Diborides Films // *Phys. Met. Metallogr.* — 2016. — Vol. 117, No. 6. — P. 594–601.
- Goncharov A. A., Dub S. N., Agulov A. V., Petukhov V. V. Structure, Composition, and Mechanical Properties of Thin Films of Transition Metals Diborides // *J. Superhard Mater.* — 2015. — Vol. 37, No. 6. — P. 422–428.
- Yakovin S., Zykov A., Dudin S., Farenik V., Goncharov A., Shelest I., Kuznetsov V. Plasma Assisted Deposition of TaB₂ Coatings by Magnetron Sputtering System // *Probl. At. Sci. Tech.* — 2017. — Vol. 107, No. 1. — P. 187–190.
- Goncharov A. A., Volkova G. K., Konovalov V. A., Petukhov V. V. Effect of the substrate on the orientation and structure of thin films obtained by radio-frequency magnetron sputtering of tantalum diboride target // *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.* — 2006. — Vol. 28, No. 12. — P. 1621–1628.
- Goncharov A. A., Konovalov V. A., Dub S. N., Stupak V. A., Petukhov V. V. Structure, Composition and Physicomechanical Characteristics of Tantalum Diboride Films // *Phys. Met. Metallogr.* — 2009. — Vol. 107, No. 3. — P. 285–290.
- Kunc F., Musil J., Mayrhofer P. H., Mitterer C. Low-stress superhard Ti-B films prepared by magnetron sputtering // *Surf. Coat. Technol.* — 2003. — Vol. 174–175. — P. 744–753.
- Musil J. Flexible Hard Nanocomposite Coatings // *RSC Adv.* — 2015. — Vol. 5, No. 74. — P. 60482–60495.
- Goncharov A. A., Dub S. N., Agulov A. V. Structure, Composition, and Physicomechanical Characteristics of HfB₂ and Hf-B-N Films // *Phys. Met. Metallogr.* — 2013. — Vol. 114, No. 1. — P. 95–101.
- Goncharov A. A. Physical Processes of the Formation of Structure and Properties of Films of Transition Metal Diborides // *Phys. Met. Metallogr.* — 2011. — Vol. 111, No. 3. — P. 314–324.
- Mayrhofer P. H., Mitterer C., Hultman L., Clemens H. Microstructural design of hard coatings // *Prog. Mater. Sci.* — 2006. — Vol. 51, No. 8. — P. 1032–1114.
- Lofaj F., Moskalewicz T., Cempura G., Mikula M., Dusza J., Czyska-Filemonowicz A. Nanohardness and tribological properties of *nc*-TiB₂ coatings // *J. Eur. Ceram. Soc.* — 2013. — Vol. 33, No. 12. — P. 2347–2353.
- Sanchez C. M. T., Rebollo Plata B., Maia da Costa M. E. H., Freire Jr. F. L. Titanium diboride thin films produced by *dc*-magnetron sputtering: Structural and mechanical properties // *Surf. Coat. Technol.* — 2011. — Vol. 205, No. 12. — P. 3698–3702.
- Mockute A., Palisaitis J., Alling B., Berastegui P., Broitman E., Näslund L. -Å., Nedfors N., Lu J., Jensen J., Hultman L.,

- Patscheider J., Jansson U., Persson P. O. Å., Rosen J. Age hardening in $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{B}_2 + \Delta$ thin films // *Scripta Mater.* — 2017. — Vol. 127. — P. 122–126.
21. Sricharoenchai P., Panich N., Visuttipitukul P., Wangyao P. Effect of Substrate Temperature, Biasing and Sputter Cleaning on the Structure and Properties of Nanostructured TiB_2 Coatings on High Speed Steel // *Mater. Trans.* — 2010. — Vol. 51, No. 2. — P. 246–252.
 22. Lieberman M. A., Lichtenberg A. J. Principles of Plasma Discharges and Materials Processing, 2-nd edition. — Hoboken: Wiley & Son Inc., 2005. — 757 p.
 23. Musil J., Kadlec S. Reactive sputtering of TiN films at large substrate to target distances // *Vacuum.* — 1990. — Vol. 40, No. 5. — P. 435–444.
 24. Ellmer K. Magnetron sputtering of transparent conductive zinc oxide: relation between the sputtering parameters and the electronic properties // *J. Phys. D: Appl. Phys.* — 2000. — Vol. 33. — P. 17–32.
 25. Petrov I., Hultman L., Sundgren J-E., Greene J. E. Polycrystalline TiN films deposited by reactive bias magnetron sputtering: Effects of ion bombardment on resputtering rates, film composition, and microstructure // *J. Vac. Sci. Technol. A.* — 1992. — Vol. 10, No. 2. — P. 265–272.
 26. Petrov I., Barna P. B., Hultman L., Greene J. E. Microstructural evolution during film growth // *J. Vac. Sci. Technol. A.* — 2003. — Vol. 21, No. 5. — P. 117–128.
 27. Jouan P-Y., Lemperier G. Study of a rf planar magnetron sputtering discharge: Discharge characteristics and plasma diagnostics // *Vacuum.* — 1994. — Vol. 45, No. 1. — P. 89–95.
 28. Dudin S. V., Farenik V. I., Dahov A. N., Walkowicz J. Development of arc suppression technique for reactive magnetron sputtering // *Phys. Surf. Eng.* — 2005. — Vol. 3, No. 3–4. — P. 211–215.
 29. Walkowicz J., Zykov A., Dudin S., Yakovin S., Brudnias R. ICP enhanced reactive magnetron sputtering system for synthesis of alumina coating // *Tribologia.* — 2006. — No. 6. — P. 163–174.
 30. Zykov A. V., Yakovin S. D., Dudin S. V. Synthesis of dielectric compounds by DC magnetron // *Phys. Surf. Eng.* — 2009. — Vol. 7, No. 3. — P. 195–203.
 31. Musil J. Low-pressure magnetron sputtering // *Vacuum.* — 1998. — Vol. 50, No. 3–4. — P. 363–372.
 32. Arnell R. D., Kelly P. J. Recent advances in magnetron sputtering // *Surf. Coat. Technol.* — 1999. — Vol. 112, No. 1–3. — P. 170–176.
 33. Safi I. Recent aspects concerning DC reactive magnetron sputtering of thin films: A review // *Surf. Coat. Technol.* — 2000. — Vol. 127, No. 2–3. — P. 203–218.
 34. Kelly P. J., Arnell R. D. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications // *Vacuum.* — 2000. — Vol. 56, No. 3. — P. 159–172.
 35. Zykov A. V., Yakovin S. D., Dudin S. V. Synthesis of dielectric compounds by DC magnetron // *Phys. Surf. Eng.* — 2009. — Vol. 7, No. 3. — P. 195–203.
 36. Maishev Yu. P. Ion sources and ion-beam equipment for deposition and etching of materials // *Vacuum Tech. Technol.* — 1992. — Vol. 2, No. 3–4. — P. 53–58.