

УДК 533.9.08; 539.216

## Система контроля расхода газов для применения в технологии реактивного магнетронного распыления

Климович И.М., Кулешов В.Н., Зайков В.А., Бурмаков А.П., Комаров Ф.Ф., Людчик О.Р.

Белорусский государственный университет,  
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь

Поступила 14.01.2015

Принята к печати 15.09.2015

Неустойчивость параметров разряда и химического состава потоков частиц, поступающих на подложку, в переходных режимах реактивного магнетронного распыления приводит к невоспроизводимости состава покрытий от процесса к процессу. Целью настоящей работы являлась разработка системы контроля расхода газа, позволяющая стационарно поддерживать неравновесное состояние магнетронного разряда в переходных режимах осаждения с неустойчивым химическим состоянием поверхности мишени. В качестве параметров контроля предложено использовать интенсивности элементов эмиссионного спектра разряда. Для регистрации интенсивностей спектральных элементов (спектральные линии и полосы химических элементов, присутствующих в разряде) применяли фотодиодные датчики. Система контроля расхода газа автоматически регулирует подачу аргона и реактивного газа, используя сигналы обратной связи с оптических датчиков интенсивности спектральных элементов разряда, вакуумметра, датчиков ионного тока, разрядного тока и напряжения. В качестве примера использования системы рассмотрен процесс реактивного магнетронного нанесения покрытий Ti-Al-N. В ходе распыления составной мишени на основе Ti с цилиндрическими Al вставками контролировались следующие параметры разряда: ток, напряжение, суммарное давление смеси аргон – реактивный газ, температура подложки, напряжение и ток смещения на подложке. Напуск азота контролировался по интенсивности спектральной линии титана TiI 506,5 нм, величина интенсивности которой связана со степенью реактивности. Элементный состав и структура сформированных покрытий Ti-Al-N исследовались с помощью резерфордского обратного рассеяния, растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Установлено, что в осажденных покрытиях Ti-Al-N стехиометрического состава столбчатая микроструктура переходит в лобулярную микроструктуру, с повышенной твердостью и низким коэффициентом трения покрытия. Таким образом, показано, что система контроля расхода газа позволяет контролировать стехиометрию состава и физические свойства осаждаемого покрытия.

**Ключевые слова:** реактивное магнетронное распыление, система управления расходом газов, Ti-Al-N, резерфордское обратное рассеяние, рентгеноструктурный анализ.

---

**Адрес для переписки:**

Климович И.М.  
Белорусский государственный университет,  
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь  
e-mail: imklimovich@gmail.com

**Address for correspondence:**

Klimovich I.M.  
Belarusian State University,  
Nezavisimosty Ave, 4, 220030, Minsk, Belarus  
e-mail: imklimovich@gmail.com

---

**Для цитирования:**

Климович И.М., Кулешов В.Н., Зайков В.А., Бурмаков А.П.,  
Комаров Ф.Ф., Людчик О.Р.  
Система контроля расхода газов для применения в технологии  
реактивного магнетронного распыления  
Приборы и методы измерений  
2015. – Т. 6, № 2. – С. 139–147

**For citation:**

Klimovich I.M., Kuleshov V.N., Zaikou V.A., Burmakou A.P.,  
Komarov F.F., Ludchik O.R.  
Gas flow control system in reactive magnetron sputtering technology  
Devices and Methods of Measurements  
2015, vol. 6, No. 2, pp. 139–147

## Введение

В настоящее время магнетронное распыление является одним из основных широко распространенных вакуумных методов нанесения тонкопленочных покрытий. Разработка новых технологий магнетронного распыления стимулируется в основном требованиями новых сфер применения, где возникает острая необходимость в высококачественных покрытиях, а также возрастающими требованиями к промышленному нанесению покрытий, такими как: высокая производительность, широкие функциональные и технологические возможности установок для нанесения покрытий [1–5].

В процессе реактивного магнетронного распыления система мишень-плазма-пленка находится в состоянии неустойчивого равновесия [1, 6, 7]. Устойчивые состояния возможны только в двух предельных случаях: «металлическая мода» – металлическое состояние поверхности мишени при малом расходе реактивного газа; «реактивная мода» – поверхность мишени является химическим соединением распыляемого металла и реактивного газа. В режимах металлической или реактивной моды покрытия являются нестехиометрическими с невоспроизводимыми свойствами. Как правило, оптимальные физические свойства покрытий реализуются для близкого к стехиометрическому составу покрытия [2–5]. Указанная неустойчивость реактивного магнетронного распыления возникает вследствие конкуренции процессов распыления поверхности мишени ионами и химическими реакциями между металлической мишенью и реактивным газом. Это, в свою очередь, приводит к гистерезисному поведению и неконтролируемым переходам между металлическими и реактивными модами процесса, особенно в диапазоне давлений реактивного газа, при котором формируется стехиометрическое покрытие [6–8].

Следовательно, для получения покрытий стехиометрического состава необходимо стационарно поддерживать мишень магнетрона в промежуточном состоянии между металлической и реактивной модами, контролируя расход реактивного газа в режиме реального времени.

Используют несколько способов контроля процесса реактивного магнетронного распыления (с помощью управления вольтамперными характеристиками разряда, дифференцированной подачей газа и скоростью откачки), однако они не гарантируют стабилизации процесса и воспроизводимости состава покрытий [6, 7].

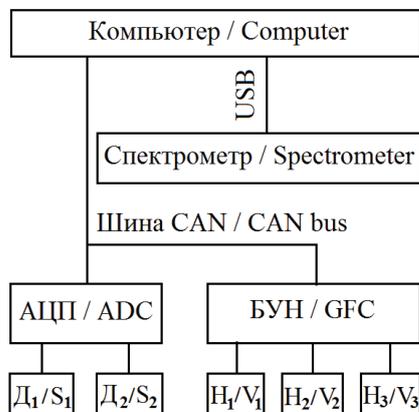
В данной работе предлагается система контроля расхода газа, позволяющая стационарно поддерживать неравновесное состояние магнетронного разряда в среде аргон–реактивный газ и, следовательно, повысить воспроизводимость и производительность нанесения покрытий с помощью методов реактивного магнетронного распыления. На примере формирования Ti-Al-N покрытий показаны преимущества использования разработанной системы контроля расходом газов.

## Система контроля расхода газов

Высокая производительность и воспроизводимость свойств пленочных покрытий сложного состава, формируемых вакуумно-плазменными технологиями, может быть достигнута с помощью системы контроля расходом газов. В технологиях ионно-плазменного (магнетронного) нанесения покрытий сложного химического состава целесообразным является использование оптических алгоритмов управления для поддержания заданного соотношения потоков распыленных частиц и реактивного газа на подложке, что обеспечивает необходимую стехиометрию состава покрытия [6]. Предлагаемый алгоритм сводится к регистрации интенсивности одного или нескольких контрольных элементов (спектральная линия, молекулярная полоса) эмиссионного спектра разряда и выработке сигналов, контролирующих расход газов. С целью реализации указанных алгоритмов нами разработана система, адаптируемая к широкому кругу технологических установок. Структурная схема системы представлена на рисунке 1.

Система состоит из аналоговых датчиков (Д/С), блока аналогово-цифрового преобразования (АЦП/ADC), блока управления натекателями (БУН/GFC), управляемых натекателей и клапанов (Н/В), ПЗС-спектрометра, компьютера с управляющим программным обеспечением. К блоку АЦП можно подключить до трех аналоговых датчиков. БУН имеет пять выходов, к каждому из которых можно подключить натекатель или клапан. Для случая большего числа аналоговых датчиков и исполнительных устройств используется несколько блоков АЦП и БУН в системе соответственно. Подключение ПЗС-спектрометра к компьютеру осуществляется через интерфейс *USB*. Обмен информацией между компьютером, блоками АЦП и БУН происходит посредством высоконадежной шины *CAN*, использование которой делает возможным расположение данных блоков в непосред-

ственной близости к датчикам и исполнительным устройствам, которые могут находиться на значительном удалении от компьютера. В целях помехозащищенности входы АЦП и выходы БУН гальванически изолированы от шины CAN.



**Рисунок 1** – Структурная схема системы контроля расхода газов: Д – аналоговые датчики; АЦП – блок аналогово-цифрового преобразования; БУН – блок управления натекателями; Н – управляемые натекатели и клапаны

**Figure 1** – Schematic drawing of the gas flow control system: S – analog sensors; ADC – analog-to-digital conversion; GFC – gas flow controller; V – valves

Датчиками системы могут выступать: вакуумметры или датчики давления, оптические датчики интенсивности спектральных элементов разряда, а также датчики ионного и разрядного тока и напряжения распылителей. Исполнительными устройствами являются натекатели газов, регулирующие расход каждого рабочего газа и формирующие требуемую смесь газов, а также клапаны, коммутирующие газовую смесь на распылители. В системе возможно использование как вибронатекателей, так и пьезоэлектрических натекателей.

В качестве оптических датчиков интенсивности спектральных элементов разряда могут использоваться аналоговые фотодиодные датчики со встроенными светофильтрами, выделяющими необходимый диапазон длин волн излучения. Для регистрации интенсивности каждого спектрального элемента используется по одному фотодиодному датчику. Альтернативой является использование многоканального регистратора оптических спектров (ПЗС-спектрометра). В данном случае спектральные элементы задаются как диапазоны длин волн в регистрируемых спектрах при настройке программного обеспечения системы. Кроме того, использование ПЗС-спектрометра по-

зволяет контролировать нежелательные газовые примеси (воздух, пары воды и масла) в вакуумной камере [7]. Наличие ПЗС-спектрометра в составе системы, наличие и количество фотодиодных датчиков определяется требованиями к проводимым процессам.

В технологии реактивного магнетронного распыления, как правило, перед операцией нанесения покрытий проводят процесс ионной очистки [2, 4]. Поэтому в предлагаемой системе реализована возможность контроля расходов газов для процессов ионной очистки. Системой обеспечивается постоянство давления в вакуумной камере при ионной очистке и постоянство давления и состава смеси инертного и реактивного газов при магнетронном нанесении покрытий.

Управление исполнительными устройствами осуществляется по алгоритмам, зависящим от количества ионных источников и распылителей, последовательности их работы, состава и структуры покрытий. Расчет управляющих воздействий производится программным обеспечением системы, которое позволяет обеспечить стабильность состава осаждаемого потока не хуже 3 % даже для случая разветвленных газовых систем подачи рабочих газов в зону разряда. Управление программным обеспечением системы производится через графический интерфейс, а также с использованием протоколов обмена со сторонним программным обеспечением, которое может быть установлено как на компьютере системы, так и взаимодействовать с ним через интерфейсы RS-232 и Ethernet.

Система испытана в ионно-плазменных процессах при формировании стехиометрических оксидов титана, кремния, индия, циркония, меди, карбонитридов титана и циркония, оксинитридов титана и др., а также при формировании пленок с изменяющимся по толщине составом. Для примера рассмотрим возможности системы контроля над расходом газов при формировании бинарного нитрида Ti-Al-N реактивным магнетронным распылением.

## Методика формирования Ti-Al-N покрытий

Покрытия на основе бинарных нитридов переходных металлов (Ti-Al-N, Ti-Cr-N, Ti-Si-N и др.) являются привлекательными для многих приложений промышленности благодаря их низкому коэффициенту трения, повышенной твердости, термостойкости, а также стойкости к окислению,

что значительно увеличивает срок эксплуатации изделий [2–3]. Хотя большинство выполненных до сих пор работ по нанесению Ti-Al-N покрытий осуществлялось методом катодно-дугового осаждения [3–5], из-за невозможности устранения капельной фракции обеспечить высокую гомогенность поверхности этим методом не удастся. В связи с этим получение покрытий Ti-Al-N методом реактивного распыления является актуальной задачей.

Нанесение покрытий Ti-Al-N методом реактивного распыления производилось на модернизированной установке УВН-2М, оснащенной магнетронным распылителем, ионным источником типа «Радикал», системой нагрева подложек, системой подачи смещения на подложку и системой контроля расхода газов. Контролировались следующие параметры разряда: ток, напряжение, суммарное давление смеси аргон–реактивный газ, температура подложки, напряжение и ток смещения на подложку.

Откачка вакуумной камеры, оснащенной азотной ловушкой, производилась с помощью диффузионного паромасляного и форвакуумного наносов. Вакуумная система позволяла получать предельное остаточное давление  $9,0 \cdot 10^{-4}$  Па.

Непосредственно перед напылением производилась ионная очистка подложек с помощью ионного источника «Радикал». Режим работы ионного источника задавался следующими параметрами: давление аргона  $P = 6,0 \cdot 10^{-2}$  Па; ток разряда  $I = 20$  мА; напряжение разряда  $U = 2,4$  кВ; время очистки  $t = 5$  мин. Давление аргона автоматически поддерживалось на заданном уровне с помощью блока управления натекателем системы контроля расхода газов. Выбор параметров разряда и времени очистки обусловлен стабильным горением разряда, а также удалением адсорбированного слоя и частичным распылением подложки, что значительно увеличивает адгезию покрытий.

Процесс распыления проводили с использованием составной мишени на основе Ti (110 мм) с цилиндрическими Al вставками (6 мм), расположенными по среднему диаметру зоны эрозии (67 мм). Расстояние мишень–подложка выбиралось равным 80 мм. Мощность разряда поддерживалась постоянной и задавалась в диапазоне 400–600 Вт.

В качестве датчика расхода аргона использовалась вакуумная лампа ПМИ-51 и вакуумметр ВИТ-3. Контроль над расходом аргона осуществляется с помощью обратной связи между выходным

сигналом вакуумметра и сигналом на натекатель аргона, что позволяет поддерживать в вакуумной камере требуемую величину суммарного давления смеси газов аргон–азот. Для контроля над расходом азота использовалась зависимость характеристик спектра оптического излучения разряда от содержания азота в вакуумной камере. В настоящей работе использовался одноканальный алгоритм контроля расхода газов, который сводится к регистрации и поддержанию на заданном уровне интенсивности одного контрольного спектрального элемента. В качестве параметра контроля использовалась линия титана TiI 506,5 нм, величина интенсивности которой связана со степенью реактивности  $\alpha$ . Степень реактивности процесса является основным параметром, определяющим состав и, как следствие, структуру и свойства покрытий Ti-Al-N. Степень реактивности  $\alpha$  определялась из спектроскопических характеристик разряда по формуле [6]:

$$\alpha = \frac{I_0 - I}{I_0 - I^*},$$

где  $I_0$  – интенсивность атомной линии металла мишени ( $\lambda = 506,5$  нм);  $I$  – текущая величина интенсивности линии титана при нанесении покрытия;  $I^*$  – интенсивность линии металла для полностью азотированной мишени.

Режимы реактивного магнетронного нанесения: давление  $P = 7,0 \cdot 10^{-2}$  Па; напряжение на источнике питания  $U = 300$ – $320$  В; ток разряда  $I = 1,3$ – $1,75$  А; смещение на подложке  $U = -90$  В; температура подложки  $T = 450$  °С. Время напыления выбиралось в соответствии с предъявляемыми требованиями к толщине покрытия. Некоторые пленки требовали напыления подслоя TiAl для улучшения адгезионных качеств покрытия.

### Исследование структуры, состава и свойств полученных покрытий

Элементный состав сформированных пленочных структур исследовался с помощью резерфордского обратного рассеяния (РОР) с использованием ускоренных ионов гелия с энергией 1,2 МэВ на ускорительном комплексе AN-2500 фирмы «HVEE». Обработка спектров РОР выполнялась с использованием программных комплексов «HEAD» и «SIMNRA». Энергетическому спектру РОР регистрируемых частиц можно однозначно сопоставить шкалу глубин,

которая позволяет оценить толщину покрытия. В таблице приведены глубина покрытия в атомных монослоях, а также количественные соотношения элементов в покрытии Ti-Al-N, полученных при различных степенях реактивности  $\alpha$ . Для расчета реальной толщины пленки необходимо полученное из спектров РОР значение глубины в атомных

монослоях разделить на атомную плотность покрытия.

В литературе отсутствуют достоверные данные по атомной плотности Ti-Al-N покрытий. Для оценочных расчетов, дающих нижнюю границу, можно использовать значение атомной плотности нитрида титана равное  $5,3 \cdot 10^{22}$  ат/см<sup>3</sup>.

Таблица / Table

**Количественные соотношения элементов в покрытии при нанесении в режимах с различными степенями реактивности  $\alpha$**

**The quantitative ratio of the elements in the coating under varying value of reactivity  $\alpha$**

$\alpha$	Глубина / Depth, $10^{-15}$ ат/см <sup>2</sup>	Ti, %	Al, %	N, %	O, %	Al/Ti	N/(Al+Ti)
0,53	320	35	18	11	36	0,51	0,21
	3000	35	18	47	0	0,51	0,89
0,58	350	33	17	11	39	0,52	0,22
	2850	33	17	50	0	0,52	1,0
0,65	400	29	17	10	40	0,59	0,22
	2650	29	17	54	0	0,59	1,17

Из таблицы следует, что кислород присутствует только в поверхностном слое. Так как толщина окисла достаточно мала ( $\approx 30$  нм), можно сделать вывод о том, что поверхность пленки окисляется под воздействием окружающей среды после выгрузки образцов из вакуумной камеры. Толщина покрытий измерялась с помощью растрового электронного микроскопа марки Hitachi S-4800 на сколах образцов и составляла 680–720 нм. Скорость напыления пленок Ti-Al-N при различном содержании азота в смеси рабочих газов отличается и составляет: для  $\alpha = 0,65$  (избыток азота) – 67,6 нм/мин; для  $\alpha = 0,58$  (стехиометрия) – 70 нм/мин и для  $\alpha = 0,53$  (дефицит азота) – 72 нм/мин.

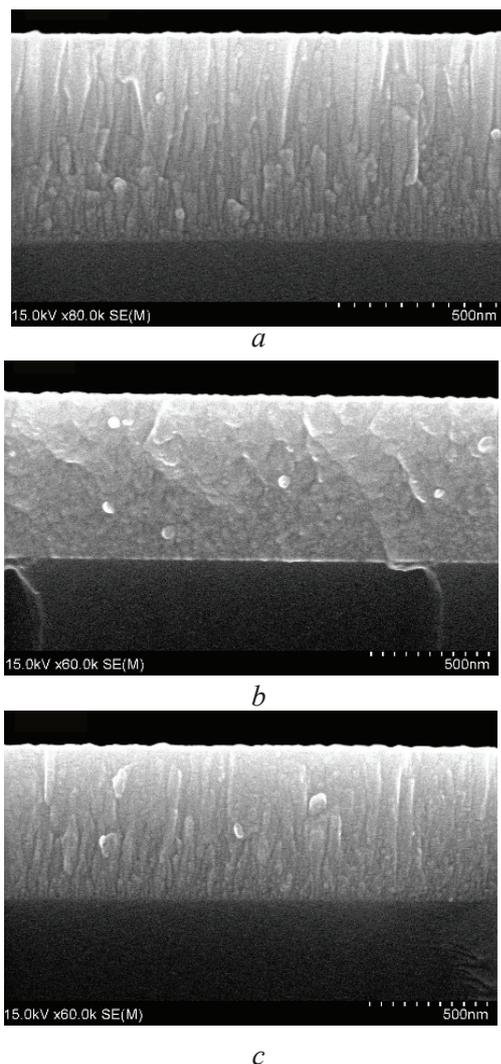
На рисунке 2 представлены микрофотографии сечений покрытий Ti-Al-N. Для пленок с избытком (степень реактивности  $\alpha = 0,65$ ) и дефицитом азота ( $\alpha = 0,53$ ) характерна столбчатая структура. В покрытиях стехиометрического состава ( $\alpha = 0,58$ ) столбчатая микроструктура переходит в глобулярную микроструктуру. Превращение столбчатой микроструктуры в глобулярную объясняется в литературе [9] наличием в системе двух фаз (в случае пленки с глобулярной структурой формируется двухфазная пленка из смеси зерен TiN с ГЦК структурой и AlN с гексагональной решеткой типа вюр-

цита) или зерен с различной ориентацией [9, 10].

Фазовый состав Ti-Al-N покрытий исследовался с помощью рентгеноструктурного анализа с использованием установки, оборудованной Cu-K $\alpha$  источником излучения с длиной волны 1,5406 Å. Интерпретация рентгеновских дифрактограмм проводилась с использованием базы межплоскостных расстояний ASTM (American Society for Testing and Materials).

На рисунке 3 приведены фрагменты рентгеновских дифрактограмм, снятых с поверхности покрытий Ti-Al-N различной морфологии и состава, полученных при нанесении с различными степенями реактивности ( $\alpha = 0,58$  и  $\alpha = 0,65$ ). В обоих случаях на рентгенограмме присутствуют фазы ГЦК (111) TiN и TiAlN, а в покрытии стехиометрического состава появляется фаза (200) ГЦК TiN, что согласуется с образованием глобулярной структуры покрытия по данным литературы [9, 10].

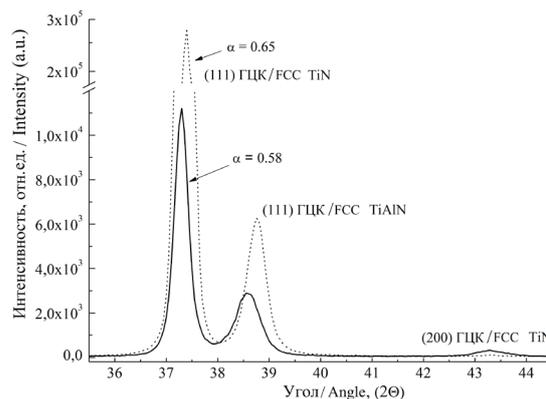
Из рисунка 3 видно, что пики интенсивности смещаются вправо с увеличением количества азота в процессе напыления (т.е. с увеличением степени реактивности). В работе [10] такое поведение рентгеновского дифракционного спектра объясняется наличием сжимающих напряжений, а авторы работы [11] соотносят смещение пиков с увеличением содержания алюминия в составе покрытия.



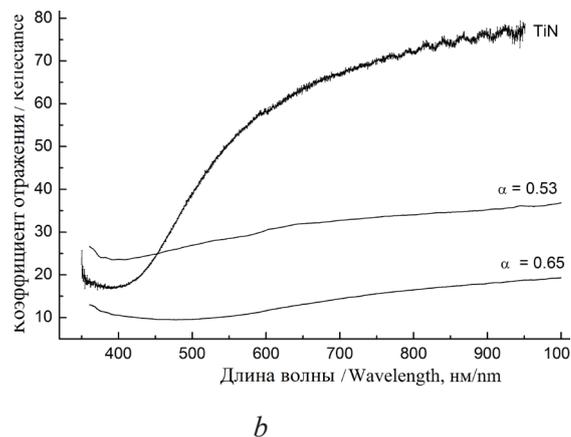
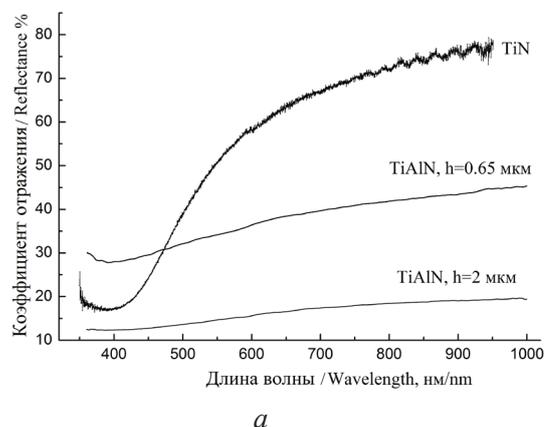
**Рисунок 2** – Сечения Ti-Al-N покрытий с различным содержанием азота: *a* –  $\alpha = 0,65$ ; *b* –  $\alpha = 0,58$ ; *c* –  $\alpha = 0,53$   
**Figure 2** – Cross-sectional SEM micrographs of Ti-Al-N coatings with different nitrogen contents: *a* –  $\alpha = 0,65$ ; *b* –  $\alpha = 0,58$ ; *c* –  $\alpha = 0,53$

Для изучения оптических характеристик были сняты спектры отражения покрытий (рисунок 4). Для сравнения на рисунках 4*a* и 4*b* приведены спектры отражения покрытия TiN стехиометрического состава.

На всех спектрах отражения наблюдаются общие тенденции: минимум коэффициента отражения в синей или сине-зеленой области спектра, увеличение коэффициента отражения в ИК области и сдвиг минимума по сравнению с TiN. Из рисунка 4 следует, что спектральный коэффициент отражения от пленки несет информацию об ее стехиометрическом составе (содержании N) и толщине. Вид зависимости коэффициентов отражения покрытий Ti-Al-N от длины волны согласуется с теорией Друде–Лоренца (металлический тип коэффициента отражения).



**Рисунок 3** – Спектры рентгеноструктурного анализа Ti-Al-N покрытий, полученных в режимах нанесения с различными степенями реактивности  $\alpha$  ( $\alpha = 0,65$  и  $\alpha = 0,58$ )  
**Figure 3** – X-ray diffraction spectra of Ti-Al-N coatings with different contents of nitrogen, obtained by varying value of reactivity  $\alpha$  ( $\alpha = 0,65$  и  $\alpha = 0,58$ )



**Рисунок 4** – Спектры отражения (Ti-Al-N/стекло): *a* – с одинаковыми показателями  $\alpha = 0,58$ , но разной толщиной пленки; *b* – с различными показателями  $\alpha$  ( $\alpha = 0,65$  и  $\alpha = 0,53$ )  
**Figure 4** – Reflectivity spectra (Ti-Al-N/glass): *a* – the same values  $\alpha = 0,58$ , but different film thickness; *b* – different values  $\alpha$  ( $\alpha = 0,65$  и  $\alpha = 0,53$ )

В рамках эксперимента проводились также исследования механических свойств покрытий Ti-Al-N. Наименьший измеренный коэффициент

трения покрытий (в 3 раза меньше, чем у нержавеющей стали) и максимальное значение твердости (19,7 ГПа) соответствуют пленкам с глобулярной структурой стехиометрического состава (степень реактивности  $\alpha = 0,58$ ). Более подробное описание механических свойств полученных покрытий приведено в статье [12].

## Заключение

Представленные результаты позволяют утверждать, что предложенная система контроля расхода газа обеспечивает оптимальный алгоритм управления процессом реактивного магнетронного распыления при формировании покрытий Ti-Al-N с заданными свойствами.

Проведенные исследования показали, что система контроля расхода газа позволяет управлять стехиометрией состава покрытия, а также физическими свойствами покрытий, которые существенно зависят от условий их напыления. Скорость нанесения покрытий стехиометрического состава, обеспечиваемая системой контролем расходом газов, является максимальной, что определяет высокую производительность данного метода получения покрытий.

## Список использованных источников

1. *Spencer, A.G.* Pressure stability in reactive magnetron sputtering / A.G. Spencer, R.P. Howson, R.W. Lewin // *Thin Solid Films*. – 1988. – Vol. 158. – P. 141–149.
2. *Бурмаков, А.П.* Алгоритмы оптического управления реактивным магнетронным осаждением пленочных покрытий / А.П. Бурмаков, В.Н. Кулешов // *Журнал при-*

кладной спектроскопии. – 2012. – Т. 79, №3. – С. 430–435.

3. *Бурмаков, А.П.* Спектроскопическая система контроля расхода газов и содержания примесей в процессе магнетронного осаждения пленок / А.П. Бурмаков, В.Н. Кулешов // *Журнал прикладной спектроскопии*. – 2007. – Т. 74, № 3. – С. 412 – 416.

4. *Комаров, Ф.Ф.* Формирование наноструктурированных покрытий TiAlN, TiCrN, TiSiN методом реактивного магнетронного осаждения / Ф.Ф. Комаров, С.В. Константинов, В.В. Пилько // *Трение и износ*. – 2014. – Т. 3, № 35. – С. 293–303.

5. *Ramadoss, R.* Tribological properties and deformation mechanism of TiAlN coating sliding with various counterbodies / Ramadoss R. [et al.] // *Tribology International*. – 2013. – № 66 – P. 143–149.

6. *Soner, S.* Multipass sliding wear behavior of TiAlN coatings using a spherical indenter: effect of coating parameters and duplex treatment / Soner S., Sengül D. // *Tribology Transactions*. – 2014. – P. 242–255.

7. *Погребняк, А.Д.* Структура и свойства твердых и сверхтвердых нанокompозитных покрытий / А.Д. Погребняк [и др.] // *Успехи физических наук*. – 2009. – Т. 179, № 1. – С. 35–64.

8. *Белоус, В.А.* Твердые покрытия Ti-Al-N, осажденные из фильтрованной вакуумно-дуговой плазмы / В.А. Белоус [и др.] // *Физическая инженерия поверхности*. – 2009. – Т. 7. – № 3. – С. 216–222.

9. *Cavaleiro A., De Hosson J.T.* *Nanostructured Coatings*. Berlin, Springer-Verlag, 2006. 648 p.

10. *Santana, A.E.* Thermal treatment effects on microstructure and mechanical properties of TiAlN thin films / A.E. Santana [et al.] // *Tribology Letters*. – 2004. – Vol. 17, № 4. – P. 689–696.

11. *Shum, P.W.* Structural and mechanical properties of titanium-aluminium-nitride films deposited by reactive close-field unbalanced magnetron sputtering / P.W. Shum [et al.] // *Surface & Coating Technology* – 2004. – № 185. – P. 245–253.

12. *Комаров, Ф.Ф.* Контролируемое нанесение Ti-Al-N покрытий методом реактивного магнетронного распыления / Ф.Ф. Комаров [и др.] // *Доклады НАН Беларуси*. – 2014. – Т. 58, № 5. – С. 40–43.

# Gas flow control system in reactive magnetron sputtering technology

Klimovich I.M., Kuleshov V.N., Zaikou V.A., Burmakou A.P., Komarov F.F., Ludchik O.R.

Belarusian State University,  
Nezavisimosty Ave., 4, 220030, Minsk, Belarus

Received 14.01.2015

Accepted for publication 15.09.2015

**Abstract.** It is known that the discharge parameters and the chemical composition of the particles flux impinging onto the substrate during a reactive magnetron sputtering are unstable. As a result spontaneous transitions between the «metal» mode of the target surface and the «poisoned» mode of the target surface have been observed. This leads to nonrepeatability of the coating compositions from process to process. The aim of this work is to design a gas flow control system for reactive sputtering processes. The control system allows to maintain a steady nonequilibrium state of the magnetron discharge in transition mode where the chemical state of the target surface is unstable. The intensities of spectral lines of the discharge spectrum are proposed as control parameters. Photodiode detectors were used for registration of intensities of spectral lines. A gas flow control system regulates argon and reactive gas flow automatically, using feedback signals from photodiode detectors on the intensities of the spectral lines, vacuum gauge, ion current sensor, sensors of discharge current and voltage. As an example, the process of reactive magnetron Ti-Al-N deposition is considered. The following discharge parameters are controlled during sputtering a composite target based on Ti with Al cylindrical inserts: current, voltage, total pressure of a gas mixture, substrate temperature, bias voltage and current of the substrate. Nitrogen flow was controlled by the spectral line intensity of titanium TiI 506,5 nm. The value of the line intensity is connected with the value of reactivity. Elemental composition and structure of the Ti-Al-N coatings were studied using Rutherford backscattering spectroscopy, scanning electron microscopy and X-ray diffraction. It was found, that stoichiometric Ti-Al-N coatings have a globular structure, enhanced hardness and low friction coefficient in contrast to Ti-Al-N coatings with nonstoichiometric composition, which have a columnar structure. As result, it was shown, that a gas flow control system allows to control stoichiometry composition and physical properties of the deposited coating.

**Keywords:** reactive magnetron sputtering, gas flow control system, Ti-Al-N, Rutherford backscattering spectrometry, X-ray diffraction.

---

**Адрес для переписки:**

Климович И.М.  
Белорусский государственный университет,  
пр. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь  
e-mail: imklimovich@gmail.com

**Address for correspondence:**

Klimovich I.M.  
Belarusian State University,  
Nezavisimosty Ave, 4, 220030, Minsk, Belarus  
e-mail: imklimovich@gmail.com

---

**Для цитирования:**

Климович И.М., Кулешов В.Н., Зайков В.А., Бурмаков А.П.,  
Комаров Ф.Ф., Людчик О.Р.  
Система контроля расхода газов для применения в технологии  
реактивного магнетронного распыления  
Приборы и методы измерений  
2015. – Т. 6, № 2. – С. 139–147

**For citation:**

Klimovich I.M., Kuleshov V.N., Zaikou V.A., Burmakou A.P.,  
Komarov F.F., Ludchik O.R.  
Gas flow control system in reactive magnetron sputtering technology  
Devices and Methods of Measurements  
2015, vol. 6, No. 2, pp. 139–147

## References

1. Spencer A.G., Howson R.P., Lewin R.W. Pressure stability in reactive magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 1988, vol. 158, issue 1, pp. 141–149.
2. Burmakov A.P., Kuleshov V.N. Algorithms for optical control of reactive magnetron deposition of film coatings. *Journal of Applied Spectroscopy*, 2012, vol. 79, no. 3, pp. 410–415.
3. Burmakov A.P., Kuleshov V.N. Spectroscopic system for controlling gas flow and impurity content during magnetron deposition of films. *Journal of Applied Spectroscopy*, 2007, vol. 74, no. 3, pp. 459–463.
4. Komarov F.F., Konstantinov V.V., Pilko V.V. Formation of nanostructured coatings TiAlN, TiCrN, TiSiN coatings using reactive magnetron sputtering. *Journal of Friction and Wear*, 2014, vol. 35, no. 3, pp. 215–223.
5. Ramadoss R., Kumar N., Pandian R., Dash S., Ravindran T.R., Arivuoli D., Tyagi A.K. Tribological properties and deformation mechanism of TiAlN coating sliding with various counterbodies. *Tribology International*, 2013, vol. 66, pp. 143–149.
6. Soner S., Sengül D. Multipass sliding wears behavior of TiAlN coatings using a spherical indenter: effect of coating parameters and duplex treatment. *Tribology Transactions*, 2014, vol. 57, pp. 242–255.
7. Pogrebnyak A.D., Shpak A.P., Azarenkov N.A., Beresnev V.M. Structures and properties of hard and superhard nanocomposite coatings. *Physics – Uspekhi*, 2009, vol. 52, no. 1, pp. 29–54.
8. Belous V.A., Vasilev V.V., Luchaninov A.A., Reshetnyak E.N., Strelnitskiy V.E., Tolmacheva G.N., Goltvyanitsa V.S., Goltvyanitsa S.K. Hard coatings Ti-Al-N deposited from the filtered cathodic-arc plasma source. *Physical Surface Engineering* 2009, vol. 7, no. 3, pp. 216–222.
9. Cavaleiro A., De Hosson J. T. Nanostructured Coatings. Berlin: Springer-Verlag, 2006. 648 p.
10. Santana A.E., Karimi A., Derflinger V.H., Schütze A. Thermal treatment effects on microstructure and mechanical properties of TiAlN thin films, *Tribology Letters*, 2004, vol. 17, no. 4, pp. 689–696.
11. Shum, P.W., Li K.Y., Zhou Z.F., Shen Y.G. Structural and mechanical properties of titanium-aluminium-nitride films deposited by reactive close-field unbalanced magnetron sputtering. *Surface and Coating Technology*, 2004, no. 185, pp. 245–253.
12. Komarov F.F., Zaikov V.A., Klimovich I.M., Pilko V.V. [Controlled deposition of Ti-Al-N coatings by reactive magnetron sputtering], *Doklady NAN Belarusi*, 2014, vol. 58, no. 5, pp. 40–43 (in Russian).