

## DEPOSIÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS DE NbAlN POR MAGNETRON SPUTTERING REATIVO

R. G. Carvalho; L. C. Félix; D. A. R. Fernandez; A. S. Fontes Junior; G. B. Oliveira;  
E. K. Tentardini.

Universidade Federal de Sergipe  
[renatacarvalho.rc@gmail.com](mailto:renatacarvalho.rc@gmail.com)

*O presente trabalho teve como objetivo estudar filmes finos de NbAlN e verificar a influência da concentração de alumínio na estrutura cristalina e resistência à oxidação desses revestimentos. Os filmes finos foram depositados por magnetron sputtering reativo e caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X em ângulo rasante (GIXRD), espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e testes de oxidação a altas temperaturas. Os filmes finos de NbAlN depositados apresentaram concentração em at% de alumínio de 10, 20 e 42. A fase cristalina obtida para estes filmes foi a  $\delta$ -NbN, entretanto foi observado um deslocamento dos picos obtidos nos padrões de difração para regiões de ângulos maiores, indicando a formação de uma solução sólida. A maior temperatura de resistência à oxidação foi de 700°C para a amostra com 42 at% de Al.*

Palavras-chave: nitreto de nióbio, *sputtering*, filmes finos, oxidação.

### INTRODUÇÃO

Filmes finos de elevada dureza compostos por nitretos de metais de transição vem sendo amplamente utilizados na indústria metal mecânica por suas excelentes propriedades mecânicas, inércia química e alta estabilidade térmica, sendo utilizados nos mais diversos setores, como revestimentos protetores resistentes ao desgaste e corrosão, aumentando a vida útil do material ou peça para que estes possam ser utilizados em ambientes mais agressivos.

Entre os nitretos de metais de transição, o nitreto de nióbio (NbN) tem obtido destaque, pois além de suas propriedades supercondutoras, esses revestimentos apresentam uma grande variedade de propriedades mecânicas e tribológicas, entre outras características que o torna um material interessante em aplicações que exijam bom desempenho mecânico (1–3). Inicialmente, filmes finos de NbN foram

utilizados como componente de filme tipo multicamada junto com nitreto de titânio (TiN), apresentando melhorias significativas quanto à dureza e também a resistência à corrosão desses filmes. Em alguns destes trabalhos, propriedades dos dois nitretos foram analisadas isoladamente, tendo o NbN apresentado maiores valores de dureza e resistência ao desgaste quando comparado ao TiN (4, 5). No entanto, apesar destas boas propriedades, o NbN apresenta temperatura de oxidação próxima a 400° C (6–9), o que prejudica seu uso em aplicações como ferramentas de corte, onde o material está exposto a condições severas de desgaste, podendo alcançar temperaturas de até 1000°C em operação, levando a degradação de propriedades mecânicas destes revestimentos (10–12).

Uma das possibilidades de melhoria das propriedades destes revestimentos para uso em altas temperaturas é a adição de outros elementos químicos, a exemplo do alumínio, que já tem sido utilizado em outros nitretos, tais como nitreto de titânio e alumínio (TiAlN) e nitreto de cromo e alumínio (CrAlN), apresentando bons resultados na melhoria de propriedades mecânicas e resistência à oxidação e estabilidade térmica destes materiais (13, 14). Entretanto, poucos trabalhos a respeito dos filmes finos de NbAlN são encontrados na literatura (15–17). Em alguns destes trabalhos é possível constatar que a quantidade de alumínio que é adicionada ao revestimento afeta diretamente propriedades como dureza e o comportamento dos revestimentos frente à oxidação. Contudo informações como morfologia e tipo de ligações químicas existentes entre os elementos Nb, Al e N ainda não estão completamente esclarecidas na literatura, uma vez que o NbN é um material complexo e que apresenta diversas fases cristalinas (18). Devido a essa característica do NbN, pequenas modificações nos parâmetros de deposição podem afetar a morfologia e microestrutura afetando diretamente as propriedades dos filmes finos obtidos.

A partir do que foi exposto, o presente trabalho tem como objetivo estudar a influência da variação na concentração de alumínio em filmes finos de NbAlN depositados por *magnetron sputtering* reativo e caracterizar estes revestimentos por difração de raios X em ângulo rasante (GIXRD), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e testes de oxidação a altas temperaturas, a fim de verificar possíveis mudanças morfológicas e químicas nestes revestimentos.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Os filmes finos utilizados no trabalho foram depositados por *magnetron sputtering* reativo, com equipamento AJA Orion, modelo 5-HV Sputtering Systems. Alvos de nióbio e alumínio com pureza de 99,99% foram utilizados simultaneamente. Antes das deposições houve o condicionamento da câmara de vácuo para que a pressão de base de  $1,33 \cdot 10^{-5}$  Pa fosse atingida e um pré-*sputtering* foi realizado nos alvos para a retirada da camada de óxidos da superfície dos mesmos.

Os filmes finos foram depositados em substrato de silício monocristalino, a limpeza dos substratos foi realizada a partir de banho ultrassônico em álcool e água deionizada por 5 minutos cada e banho ultrassônico em acetona P.A. por 20 minutos. Em seguida as amostras foram retiradas da acetona e imediatamente imersas numa solução de 1% de ácido fluorídrico para retirada da camada de óxidos da superfície das mesmas. Os substratos foram secos com ajuda de um soprador de ar quente e colocados em vácuo.

Os revestimentos de NbN puro e NbAlN foram depositados a uma pressão de trabalho de  $4 \cdot 10^{-1}$  Pa. A potência no alvo de Nb foi de 150W e as potências aplicadas ao alvo de Al foram de 10 W para a amostra NbAlN\_1, 60 W para a amostra NbAlN\_2 e 100 W para a amostra NbAlN\_3, esses valores foram adotados para a obtenção de filmes finos com 10, 20 e 40% at. de Al. Todos os filmes foram obtidos com tempo de deposição de 60 minutos e sem aquecimento do substrato. Em todas as amostras houve a deposição de uma camada de Nb antes do filme fino de NbAlN para favorecer a adesão desses filmes ao substrato, com tempo de deposição de 5 minutos. Um filme de AlN foi depositado com os mesmos parâmetros adotados para a obtenção do NbN a fim de verificar a estrutura cristalina obtida do AlN nas condições utilizadas.

Após a deposição, os filmes finos foram analisados por EDS para verificação da composição química e por MEV para a observação da morfologia da superfície das amostras, as análises de MEV e EDS foram realizadas com equipamento modelo JCM 5700 da JEOL. Análises por GIXRD também foram realizadas para observação das fases presentes nos filmes finos de NbN e NbAlN com equipamento Shimadzu, modelo XRD-6000 com ângulo de incidência de  $1^\circ$  (radiação Cu- $\alpha$  –  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ).

Para verificação da resistência à oxidação dos filmes, as amostras foram aquecidas a partir da temperatura ambiente até as temperaturas de 400, 500, 600 e 700°C, utilizando uma taxa de aquecimento de 10°C/min e mantidas na temperatura de teste por 30 minutos. Análises de GIXRD foram realizadas para identificação das fases presentes nos filmes antes e depois do processo de oxidação. Imagens de MEV também foram obtidas para a observação da superfície dos filmes após a oxidação.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os filmes finos de NbAlN foram depositados e submetidos a análises de EDS. As concentrações de Nb-Al obtida nos filmes finos são mostradas na Tabela 1, sendo o erro das análises estimado em 5%.

Tabela 1: Concentração de Nb/Al nos filmes NbAlN (% átomos).

Amostras	Nb (at%)	Al (at%)
NbAlN_1	90	10
NbAlN_2	80	20
NbAlN_3	58	42

Na Figura 1 são mostrados os padrões de difração obtidos a partir das análises realizadas nas amostras de AlN, NbN, NbAlN\_1, NbAlN\_2 e NbAlN\_3 como depositadas.

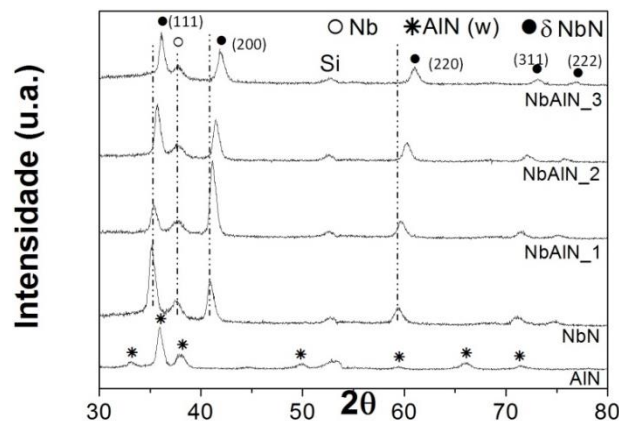


Figura 1: Padrão de GIXRD dos filmes finos de AlN, NbN, NbAlN\_1, NbAlN\_2 e NbAlN\_3.

O filme de AlN depositado apresentou estrutura hexagonal wursita, que é a fase termodinamicamente estável do AlN. Os filmes de NbN puro e com adição de alumínio apresentaram a fase cúbica de face centrada ( $\delta$  – NbN), entretanto é possível observar que o aumento da concentração de alumínio nos revestimentos promove um deslocamento dos picos de NbN para regiões de ângulos maiores, esse comportamento para filmes finos de NbAlN pode ser observado também em trabalhos anteriores (15, 19). Provavelmente esse fato ocorre devido à substituição do nióbio por alumínio no reticulado cristalino, tendo este último menor raio atômico comparado ao Nb, provocando uma redução na distância interplanar da rede do NbN. Além dos picos referentes ao NbN, foi observado um pico da fase cúbica de corpo centrado do nióbio puro em  $38,2^\circ$  proveniente da camada intermediária.

Após a verificação das fases presentes nos filmes finos obtidos, foram realizados os testes de oxidação. Para as amostras de AlN, devido a sua grande estabilidade em altas temperaturas, a fase wursita observada no padrão de difração mostrado na Figura 1 foi mantida, os revestimentos resistiram às temperaturas a que foram expostos como esperado, uma vez que filmes finos de AlN oxidam em temperaturas acima de  $1000^\circ\text{C}$  (20). A Figura 2 mostra os padrões de DRX para as amostras de NbN e NbAlN como depositadas (CD) e após os testes de oxidação.

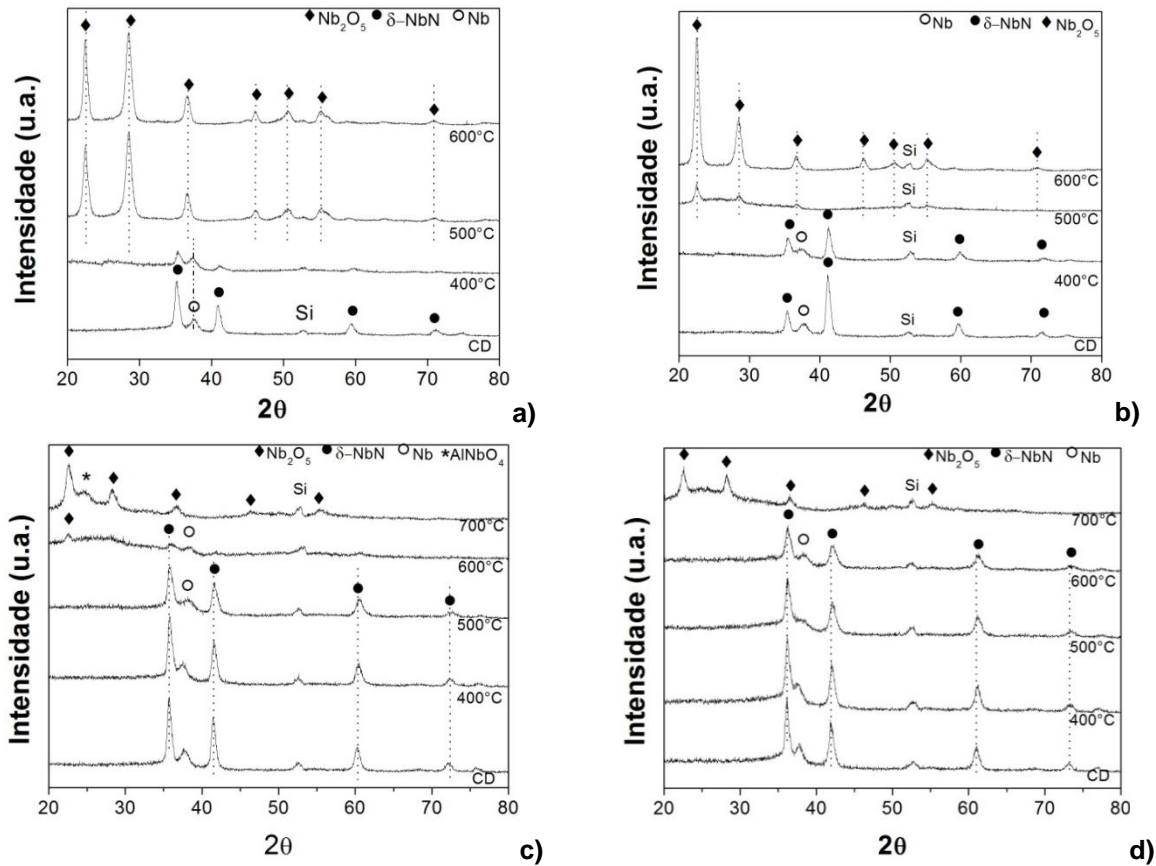


Figura 2: Padrões de GIXRD para os filmes: a) NbN como depositado (CD), oxidado à 400, 500 e 600°C; b) NbAlN\_1 como depositado (CD), oxidado à 400, 500 e 600°C; c) NbAlN\_2 como depositado (CD), oxidado à 400, 500, 600 e 700°C; d) NbAlN\_3 como depositado (CD), oxidado à 400, 500, 600 e 700°C.

Na Figura 2a são mostrados os padrões de GIXRD para os filmes finos de NbN como depositado e oxidados a 400, 500 e 600°C. A partir das análises de GIXRD é possível observar que a 400°C houve uma redução da intensidade dos picos pertencentes à fase CFC do NbN, apenas o pico referente ao nióbio da camada intermediária aparentemente não sofreu mudanças, indicando que a temperatura utilizada não promoveu alterações nessa região do revestimento. Quando as amostras foram expostas a temperaturas de 500 e 600°C, apenas os picos referentes ao óxido de nióbio Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> são detectados nas análises e não é possível verificar a presença do pico referente a camada intermediária, sugerindo que o filme foi oxidado da superfície até o substrato. A decomposição da fase δ – NbN em função da fase Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ocorre entre as temperaturas de 400 e 500°C. A temperatura de oxidação do NbN encontrada está de acordo com o que foi visto na literatura em trabalhos anteriores (3, 6–8, 16, 21).

Os padrões de difração para as amostras NbAlN\_1 como depositada e oxidada a 400, 500 e 600°C são mostrados na Figura 2b. Para as amostras NbAlN\_1 foi possível constatar que a fase  $\delta$  – NbN resiste a temperatura de 400°C e a redução na intensidade dos picos referentes à esta fase é pequena. Na temperatura de 500°C, já é possível verificar o aparecimento dos picos referentes ao Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, entretanto, diferente do que foi visto nos filmes finos de NbN, os picos aparecem com uma intensidade mais baixa. A 500°C o pico referente ao nióbio pertencente à camada intermediária já não aparece mais, o que indica que apesar da baixa intensidade dos picos do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, o filme já está completamente oxidado.

Os padrões de GIXRD realizados nas amostras NbAlN\_2 são mostrados na Figura 2c. Nesse caso, a fase  $\delta$  – NbN permanece estável até a temperatura de 500°C. A partir de 600°C é possível observar o surgimento de picos referentes ao Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, entretanto picos referentes ao NbN e ao nióbio da camada intermediária ainda são identificados, o que é um indício de que o filme fino ainda não foi oxidado por completo, devido a esse fato, as amostras de NbAlN\_2 e NbAlN\_3 foram oxidadas também na temperatura de 700°C. Para o NbAlN\_2 a 700°C além dos picos pertencentes a fase Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, um pico em torno de 25° foi verificado. Resultado semelhante foi relatado no trabalho de FRANZ *et al.* (15), em temperaturas de oxidação mais elevadas, além do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a fase AlNbO<sub>4</sub> também é identificada. Na Figura 2d são mostrados os padrões de difração para as amostras NbAlN\_3. Picos referentes à fase  $\delta$  – NbN resistiram a temperatura de até 600°C, a oxidação do filme é observada apenas quando expostos à temperatura de 700°C.

Através das análises obtidas por MEV foi possível verificar que nenhum filme fino apresentou irregularidades ou trincas aparentes na superfície das mesmas, sendo esse um comportamento observado para todas as amostras de NbN, NbAlN e AlN como depositadas. Análises por MEV foram realizadas após a oxidação dos revestimentos, onde para os filmes finos de AlN foi possível verificar o surgimento de trincas na superfície das amostras, a medida que a temperatura de oxidação era aumentada, como pode ser visto nas imagens da Figura 3(a), (b) e (c). Filmes finos de AlN apresentam boa resistência à oxidação quando expostos a temperaturas elevadas, entretanto são revestimentos que apresentam características frágeis. Tal comportamento pode estar associado com a diferença de coeficiente de expansão térmica entre o AlN e os substratos de silício monocristalino gerado a partir do

aquecimento e/ou resfriamento rápido das amostras, ou até defeitos preexistentes na microestrutura do filme que podem ser pontos de nucleação e propagação de defeitos.

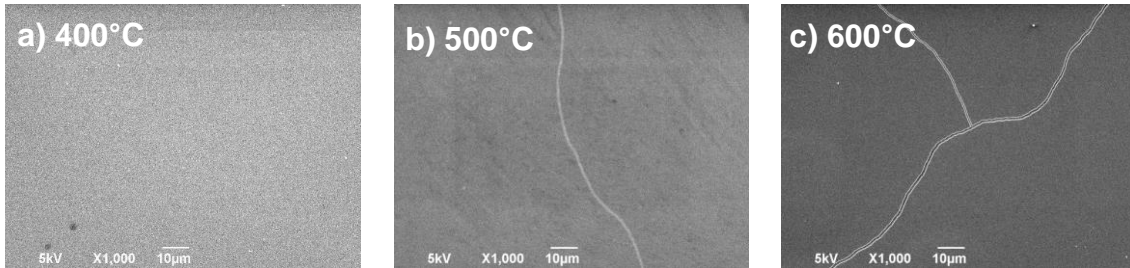


Figura 3: Imagens por MEV da superfície das amostras de AlN oxidadas a 400°C (a); 500°C (b) e 600°C (c).

As micrografias obtidas a partir da verificação da superfície dos filmes finos de NbN após a oxidação são mostradas na Figura 5. A formação de bolhas no material após o processo confirma a reação de oxidação com provável liberação de gás nitrogênio após a transformação de NbN em Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Em algumas regiões houve o rompimento dessas bolhas, como pode ser visto nas imagens da Figura 5a, b e c. A liberação de nitrogênio resultante da transformação do NbN em Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pode ter levado ao rompimento das bolhas permitindo a exposição do substrato.

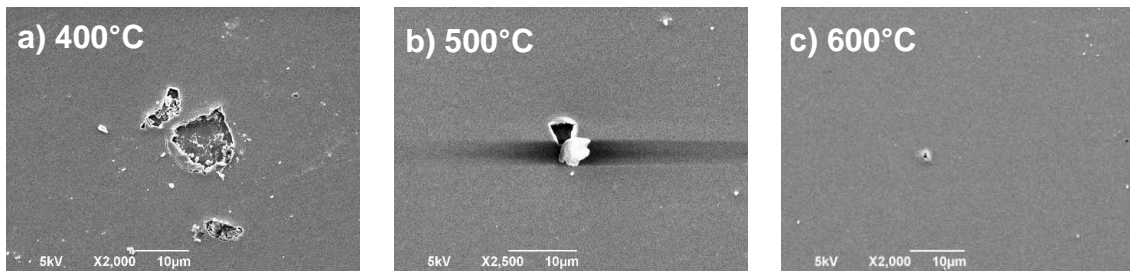


Figura 4: Imagens por MEV da superfície das amostras de NbN oxidadas a 400°C (a); 500°C (b) e 600°C (c).

Na Figura 6 são mostradas as imagens obtidas por MEV da superfície das amostras NbAlN\_1 após a oxidação. O filme fino de NbAlN\_1 resistiu a temperatura de 400°C sem oxidar, apresentando superfície uniforme, como pode ser visto na Figura 6a. A 500°C é possível verificar o surgimento de bolhas e alguns defeitos pontuais ao longo da superfície, em alguns casos promovendo a exposição do substrato, Figura 6b. Quando a amostra foi submetida à temperatura de 600°C também houve a formação de bolhas causadas pela liberação de nitrogênio da



microestrutura, desta vez em maior quantidade. Na Figura 6c é possível constatar o rompimento de algumas dessas bolhas formadas na superfície da amostra. Os resultados verificados estão de acordo com os resultados obtidos nas análises por GIXRD, nos quais a oxidação dos filmes é observada a partir de 500°C.

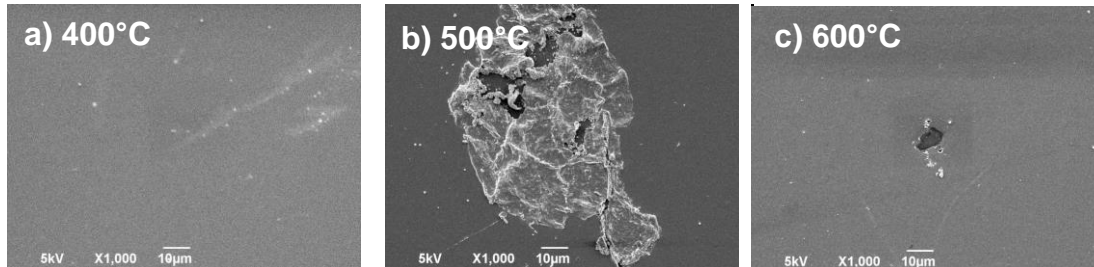


Figura 5: MEV da superfície das amostras de NbAlN\_1 oxidadas a 400°C (a); 500°C (b) e 600°C (c).

As micrografias obtidas a partir da análise da superfície dos filmes finos de NbAlN\_2 são mostradas na Figura 7. A 400°C esses filmes apresentaram superfície uniforme com a presença de pequenos defeitos pontuais que surgem ao longo do filme, como alguns aglomerados brancos, mostrado na Figura 7a. Na Figura 7b é possível constatar um aumento desses aglomerados na superfície do filme, alguns deles acompanhados de bolhas. Resultado semelhante foi observado após a oxidação a 600°C, como mostrado na Figura 7c.

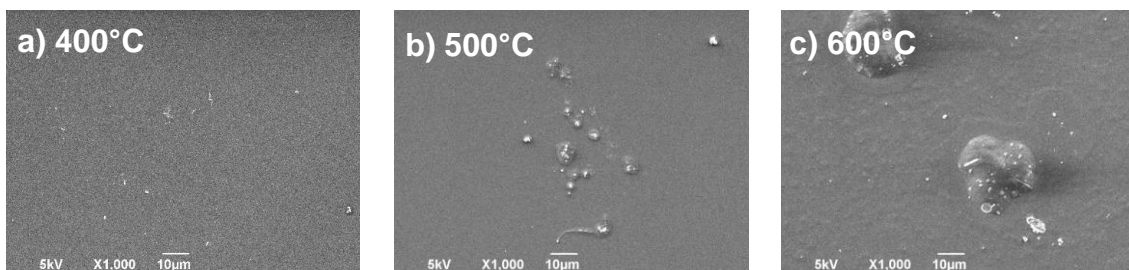


Figura 6: MEV da superfície das amostras de NbAlN\_2 oxidadas a 400°C (a); 500°C (b) e 600°C (c).

Na Figura 8 são mostradas as micrografias obtidas a partir da análise superficial das amostras NbAlN\_3, que apresentaram uma quantidade de 42 at% de alumínio em sua microestrutura. As amostras oxidadas apresentaram resultado semelhante ao que foi observado nas amostras NbAlN\_2, com a presença de defeitos pontuais quando oxidadas a 400°C (Fig. 8a); aglomerados a 500°C (Fig. 8b) e em 600°C um maior número de aglomerados em conjunto com a formação de

bolhas na superfície (Fig. 8c). Após as análises superficiais nas amostras de NbN e NbAlN foi possível constatar que as amostras NbAlN\_2 e NbAlN\_3 apresentaram um menor número de defeitos quando comparadas às amostras de NbN puro e NbAlN\_1.

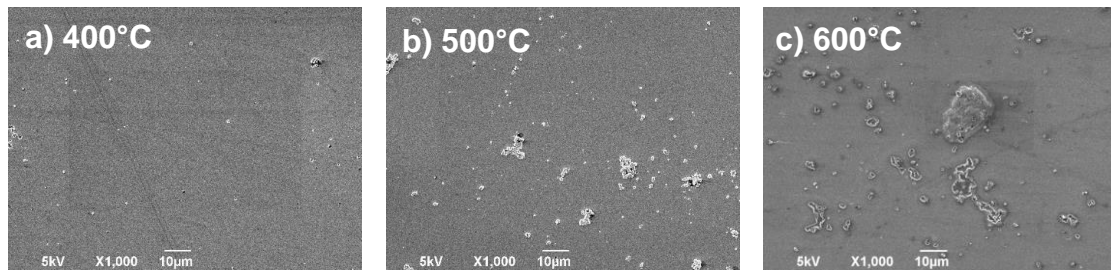


Figura 7: MEV da superfície das amostras de NbAlN\_3 oxidadas a 400°C (a); 500°C (b) e 600°C (c).

## CONCLUSÕES

Foi realizado neste trabalho o estudo da influência da concentração de alumínio em filmes finos de NbAlN. Filmes de NbN, AlN e NbAlN foram obtidos. A estrutura do AlN encontrada nessas condições foi a fase hexagonal wursita (w). Os resultados obtidos por EDS mostraram que os filmes finos de NbAlN tiveram concentrações de alumínio de 10, 20 e 42%, respectivamente. Com os resultados de GIXRD foi possível observar que a adição de alumínio nos filmes não alterou a fase  $\delta$  – NbN observada no NbN puro, entretanto foi observado um deslocamento dos picos para regiões de ângulos maiores, indicando a formação de uma solução sólida. Com as imagens obtidas por MEV foi possível constatar a integridade da superfície dos filmes finos após a deposição. Após os testes de oxidação, as análises de GIXRD mostraram que o filme fino de AlN apresentou maior resistência a oxidação que o NbN. Entre os filmes de NbAlN, a amostra NbAlN\_3, com 42% em concentração de alumínio, foi a que mostrou a maior resistência a oxidação, suportando até 600° C sem apresentar indícios da presença de picos de óxidos. 600°C. Com as imagens obtidas por MEV foi possível constatar a integridade da superfície dos filmes finos após a deposição. Após os testes de oxidação, todos os revestimentos apresentaram defeitos, trincas ou bolhas em diferentes temperaturas, entretanto as amostras NbAlN\_2 e NbAlN\_3 apresentaram menor quantidade de defeitos que NbN e NbAlN\_1.

## AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer a CAPES, FAPITEC e CNPq pelo apoio financeiro concedido.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. FENKER, M.; BALZER, M.; BÜCHI, R.; *et al.* Deposition of NbN thin films onto high-speed steel using reactive magnetron sputtering for corrosion protective applications. *Surface and Coatings Technology*, v. 163-164, p. 169–175, 2003.
2. HAN, Z.; HU, X.; TIAN, J.; *et al.* Magnetron sputtered NbN thin films and mechanical properties. *Surface and Coatings Technology*, v. 179, n. 2-3, p. 188–192, 2004.
3. KIM, S. K.; CHA, B. C.; YOO, J. S. Deposition of NbN thin films by DC magnetron sputtering process. *Surface and Coatings Technology*, v. 177-178, p. 434–440, 2004.
4. JOUVE, G.; CANTACUZ, S. XPS study of NbN and (NbTi) N superconducting coatings. *Thin Solid Films*, v. 287, p. 146–153, 1996.
5. RUTHERFORD, K. L.; HATTO, P. W. *et al.* Abrasive wear resistance of TiN/NbN multi-layers: measurement and neural network modelling. *Surface and Coatings Technology*, v. 86, p. 472-479, 1996.
6. FONTALVO, G. A.; TERZIYSKA, V.; MITTERER, C. High-temperature tribological behaviour of sputtered NbN<sub>x</sub> thin films. *Surface and Coatings Technology*, v. 202, n. 4-7, p. 1017–1022, 2007.
7. BENKAHOUL, M.; MARTINEZ, E.; KARIMI, A.; *et al.* Structural and mechanical properties of sputtered cubic and hexagonal NbN<sub>x</sub> thin films. *Surface and Coatings Technology*, v. 180-181, p. 178–183, 2004.
8. NEDFORS, N.; TENGSTRAND, O.; LU, J.; *et al.* Superhard NbB<sub>2-x</sub> thin films deposited by dc magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, v. 257, p. 295–300, 2014.
9. BARSHILIA, H. C.; RAJAM, K. S.; JAIN, A.; *et al.* A comparative study on the structure and properties of nanolayered TiN/NbN and TiAlN/TiN multilayer coatings prepared by reactive direct current magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, v. 503, n. 1-2, p. 158–166, 2006.
10. SANCHÉZ, J. E.; SANCHÉZ, O. M.; IPAZ, L.; *et al.* Mechanical, tribological, and electrochemical behavior of Cr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N coatings deposited by r.f. reactive magnetron co-sputtering method. *Applied Surface Science*, v. 256, n. 8, p. 2380–2387, 2010.
11. ROGSTRÖM, L.; JOHANSSON-JÖESAAR, M. P.; LANDÄLV, L.; AHLGREN, M.; ODÉN, M. Wear behavior of ZrAlN coated cutting tools during turning. *Surface and Coatings Technology*, v. 282, p. 180–187, 2015.
12. CABIBBO, M.; CLEMENTE, N.; EL MEHTEDI, M.; *et al.* Constitutive analysis for the quantification of hardness decay in a superlattice CrN/NbN hard-coating. *Surface and Coatings Technology*, v. 275, p. 155–166, 2015.
13. PALDEY, S.; DEEVI, S. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review. *Materials Science and Engineering: A*, v. 342, n. 1-2, p. 58–79, 2003.
14. SUBRAMANIAN, B.; MURALEEDHARAN, C. V.; ANANTHAKUMAR, R.;

- JAYACHANDRAN, M. A comparative study of titanium nitride (TiN), titanium oxy nitride (TiON) and titanium aluminum nitride (TiAlN), as surface coatings for bio implants. *Surface and Coatings Technology*, v. 205, n. 21-22, p. 5014–5020, 2011.
15. FRANZ, R.; LECHTHALER, M.; POLZER, C.; MITTERER, C. Structure, mechanical properties and oxidation behaviour of arc-evaporated NbAlN hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, v. 204, n. 15, p. 2447–2453, 2010.
  16. BARSHILIA, H. C.; DEEPTHI, B.; RAJAM, K. S.; *et al.* Structure and properties of reactive direct current magnetron sputtered niobium aluminum nitride coatings. *J. Mater. Res.*, v. 23, n. 5, p. 1258–1268, 2008.
  17. SELINDER, T. I.; MILLER, D. J.; GRAY, K. E.; *et al.* Phase formation and microstructure of  $\{Nb_{1-x}Al_xN\}$  alloy films grown on  $\{MgO\}$  (001) by reactive sputtering: a new ternary phase. *Vacuum*, v. 46, n. 12, p. 1401–1406, 1995.
  18. LENGAUER, W.; BOHN, M.; WOLLEIN, B.; LISAK, K. Phase reactions in the Nb-N system below 1400°C. *Acta Materialia*, v. 48, p. 2633–2638, 2000.
  19. BARSHILIA, H. C.; SELVAKUMAR, N.; RAJAM, K. S.; BISWAS, A. Spectrally selective NbAlN/NbAlON/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tandem absorber for high-temperature solar applications. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, v. 92, n. 4, p. 495–504, 2008.
  20. SHAH, A.; MAHMOOD, A.; ALI, Z.; *et al.* Influence of annealing temperature on the magnetic properties of Cr+ implanted AlN thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 379, p. 202–207, 2015.
  21. CANSEVER, N.; DANIŞMAN, M.; KAZMANLI, K. The effect of nitrogen pressure on cathodic arc deposited NbN thin films. *Surface and Coatings Technology*, v. 202, n. 24, p. 5919–5923, 2008.

## **DEPOSITION AND CHARACTERIZATION OF NbAlN THIN FILMS BY REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING**

The objective of this work was to study NbAlN thin films and the influence of variation in the concentration of aluminum in the crystal structure and oxidation resistance of these coatings. The thin films were deposited by reactive *magnetron sputtering* and characterized by Grazing Incidence X-ray Diffraction (GIXRD), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) and oxidation tests at high temperatures. NbAlN thin films were deposited and present at concentration of 10, 20 and 42 at% Al. The NbAlN crystalline phase obtained was the  $\delta$ -NbN, however it was observed a shift of the peaks in the patterns obtained GIXRD of regions for larger angles for these samples, indicating the formation of a solid solution. The higher oxidation resistance temperature was 700° C for the sample with 42 in at% Al. From the SEM analysis it was possible to observe the surface of the film after oxidation, all films showed defects, however the amount of such defects was lower in samples with higher aluminum concentrations.

Keywords: Niobium nitride; sputtering; thin films; oxidation.