

В.С. Антонюк, д-р. техн. наук, Київ, Україна,  
М.А. Бондаренко, канд. техн. наук, М.П. Рудь, канд. техн. наук,  
І.В. Яценко канд. техн. наук, Черкаси, Україна

### ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ ТОНКИХ АЛМАЗОПОДІБНИХ НАНОСТРУКТУР НА РІЗАЛЬНОМУ ІНСТРУМЕНТІ ТЕРМІЧНИМ ОСАДЖЕННЯМ У ВАКУУМІ

*В статті розглянуто умови отримання тонких алмазоподібних нанометричних структур на різальному інструменті термовакuumним осадженням. Приведені геометричні характеристики і хімічна чистота матеріалу, який підлягає осадженню, режими формування та відсотковий вміст осаджуваних матеріалів.*

*В статье рассмотрено условия получения тонких алмазоподобных нанометрических структур на режущем инструменте термовакuumным осаждением. Приведены геометрические характеристики и химическая чистота материала, который подлжет осаждению, режимы формирования и процентное содержание осаджених материалов.*

*Terms of receipt thin diamond-like nanometrical structures on a toolpiece thermal and vacuum besieging were considered in the article. Geometrical descriptions and chemical cleanness of material that is subject to besieging, the modes over of forming and percentage of the besieged materials were brought also.*

Вирішення проблеми створення різального інструменту з оптимальними фізико-механічними і теплофізичними властивостями пов'язано з суттєвими складностями, що полягають у комплексному поєднанні характеристик, які в багатьох випадках є взаємовиключними. Впровадження технологій нанесення зносостійких покриттів дозволить підвищити стійкість і надійність різального інструменту, збільшити продуктивність обробки та скоротити витрати матеріалу [1].

Одним з перспективних шляхів при створенні інструменту, є використання спеціальних зносостійких покриттів, здатних формувати в поверхневих шарах інструменту склад та властивості матеріалу, дозволяючи поєднувати такі параметри, як міцність, твердість, в'язкість, зносо- і теплостійкість, втмлену міцність тощо [2].

До таких покриттів відносяться тонкі алмазоподібні структури мають унікальні властивості, такі як надзвичайно висока твердість, теплопровідність, великий питомий опір і тому знаходять широке застосування при виготовленні інструментальної бази точного приладобудування, машинобудування, в теплоенергетиці, авіакосмічній техніці тощо [3, 4].

Відомо [5], що у більшості випадків специфічні властивості тонких алмазоподібних структур обумовлюються різними типами дефектів, багато з яких можуть бути виявлені за допомогою електронної мікроскопії. В цьому

13

відношенні є повністю неврегульовані полікристалічні алмази, карбонадо Проте їх ідентифікація стикається з величезними труднощами, оскільки мікрокристаліти в цих плівках, як правило, частково орієнтовані [6].

Метод формування алмазоподібних наноструктур на різальному інструменті термічним осадженням у вакуумі є перспективним завдяки своїм перевагам, а саме: низькій технологічній температурі, відсутності структурних перетворень та деформацій, незначній товщині покриття, що виключає подальшу механічну обробку [3].

Тому, дослідження, які показали можливість формування тонких (до 5 нм) композиційних покриттів (у тому числі, алмазоподібних) з впорядкованою структурою, сформованою на поверхні різального інструменту при використанні технології термовакuumного осадження, і подальша оптимізація режимів технології осадження дозволить значно удосконалити процес формування та підвищити ступінь впорядкованості отримуваних алмазоподібних структур [7].

**Метою роботи** є вивчення умов формування тонких алмазоподібних структур покриття різального інструменту термовакuumним осадженням.

**Основний матеріал досліджень.** В основі розробленої технології отримання тонких алмазоподібних структур на поверхні різального інструменту лежить процес пошарового формування на субстраті бінарних структур Cu-C; Cu-C-Cu-C в процесі їх резистивного випаровування у вакуумі порядку  $(2...3) \cdot 10^{-3}$  Па. Ідея створення саме таких алмазоподібних структур полягала в тому, що крок кристалічної решітки сформованих шарів та енергія активації поверхні осаджуваних покриттів близькі.

В навчально-науковому Центрі "Мікронанотехнології та обладнання" (м. Черкаси, Україна) розроблений метод комбінованого термовакuumного формування впорядкованих наноструктур на провідних та діелектричних поверхнях, в основу якого покладено термічне осадження у вакуумі тонких і ультратонких (товщиною 5...8 нм) високооднорідних покриттів з подальшим формуванням на них впорядкованих структур нанометричних розмірів. Як було показано в роботі [8], така комбінована технологія дозволяє отримувати сумірні структурні елементи, що мають високу впорядкованість.

Осадження алмазоподібних структур проводилося на вакуумному посту "ВУП-5" за двома схемами: Cu (85%)-C (15%); Cu (50%)-C (15%)-Cu (15%)-C (15%). Вихідною речовиною для отримання таких покриттів на зразках був прокалібрований за розмірами частинок порошок Cu («хч»), дисперсність – 2,6...3,0 мкм) та С (графіт, «хч», дисперсність – 0,8...1,2 мкм).

Цей матеріал вибирався виходячи з результатів приведених в роботі [8], у якій показана можливість формування на поверхні тонкого графітового покриття наноструктур з мікрометричними лінійними розмірами та товщиною приблизно 15 нм, що, пов'язано з дисперсністю матеріалу, що наноситься і особливостями будови кристалічної решітки графітового покриття.

14

Відпрацювання режимів формування тонких покриттів здійснювалося на універсальному вакуумному посту ВУП-5, а отримання впорядкованих наноструктур на робочих поверхнях різального інструменту проводилося на модифікованій вакуумній установці УВН-71.

Зразки отримані методом дискретного термічного випаровування у вакуумі порядку  $(2...3) \cdot 10^{-3}$  Па на модифікованій технологічній вакуумній установці УВН-71 за режимами: сила струму випаровування для міді –  $I_{Cu} = 45...60$  А, для вуглецю  $I_C = 140...155$  А; час осадження у вакуумі для міді –  $t_{Cu} = 90...110$  с, для вуглецю –  $t_C = 280...330$  с; маса наважок для міді –  $m_{Cu} = 40$  мг, для вуглецю –  $m_C = 18$  мг.

Товщину отриманих покриттів вимірювали двома методами.

В процесі осадження – методом кварцового резонатора, що дозволило підібрати необхідну швидкість осадження ( $\sim 0,1...1$  нм/с).

В подальшому отримане покриття вимірювали методом оптичної інтерферометрії Лінніка на приладі МІІІ-4.

Товщина отриманих покриттів становила: для зразків отриманих за першою схемою: 95...110 нм (Cu) та 15...20 нм (C); для зразків отриманих за другою схемою: 65...75 нм (Cu<sup>I</sup>), 25...30 нм (C<sup>I</sup>), 25...30 нм (Cu<sup>II</sup>), 25...30 нм (C<sup>II</sup>).

Дослідження мікрорельєфу сформованих покриттів, проводилося на растровому електронному мікроскопі "Zeiss Ultra Plus" фірми "Carl Zeiss" (Німеччина), що дозволило судити про характер взаємодії матеріалу субстрату з матеріалом покриття виявило високу впорядкованість алмазоподібних структур (ступінь впорядкованості 82,85%, знеорієнтованість високодисперсних блоків величиною менше 0,01 мкм - 1,5...3%).

Мікροгеометрія поверхні нанесених покриттів і границя «покриття-субстрат» досліджувались методом атомно-силової мікроскопії на приладі «NT-206V» (виробник: ОДО «Мікротестмашини», Беларусь) з кремнієвими зондами «Ultrasaphr CSC12», системою мікропозиціонування і встроєним оптичним довгофокусуючим мікроскопом Logitech. Вимірювання мікрорельєфу поверхні зразків проводили в статичному режимі на ділянках поверхні, максимальним розміром 13×13 мкм, згідно з розробленими методиками та рекомендаціями [9].

**Обговорення результатів дослідження.** В результаті проведених досліджень встановлено, що за наведених вище режимів можна отримати впорядковані багатшарові бінарні структури на робочих поверхнях інструменту для прецизійної мікрообробки.

Так, на рисунку 1 представлено електронно-мікроскопічне зображення сформованих на поверхні прецизійного мікробору впорядкованих структур Cu-C (а) та Cu-C-Cu-C (б), при цьому середній розмір осаджуваних часток складає 1,8...2,2 мкм.

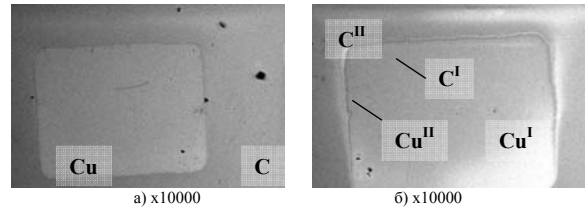


Рисунок 1 – Електронно-мікроскопічне зображення сформованих на поверхні прецизійного мікробору впорядкованих структур Cu-C (а) та Cu-C-Cu-C (б) (середній розмір осаджуваних часток 1,8...2,2 мкм).

В ході проведених експериментів встановлено, що істотний вплив на формування впорядкованих алмазоподібних наноструктур робить не стільки товщина осаджених покриттів, скільки геометричні характеристики та хімічна чистота матеріалу, який підлягає осадженню. Критична температура зразка на якому методом термовакuumного осадження формувалося покриття складає 780 К.

Утворене за умов дотримання критичної температури бінарне алмазоподібне покриття Cu-C є розвиненим (відношення фактичної площі покриття до площі досліджуваної ділянки 1,8:1) та має відносно поруватість порядку 0,117 (відносна поруватість поверхні вихідних зразків з інструментальної сталі складає 0,201).

На рисунку 2 представлено мікрорельєф ділянки поверхні алмазоподібного покриття та мікропрофіль шару алмазоподібного покриття – основний матеріал. При цьому, як видно з рисунку 2, б середньоарифметичне значення мікронерівностей поверхні утвореного алмазоподібного покриття складає 168 нм, що значно менше за значення мікронерівностей вихідної поверхні ( $\sim 620$  нм), а саме покриття може служити основою для нанесення на нього функціонального покриття.

Дослідження із застосуванням методів електронної та атомно-силової мікроскопії поверхонь зразків, отриманих за обома схемами, формування покриттів на яких відбувалося за температури вище 780 К показало утворення алмазних структур, які формувалися на бінарній структурі (рисунку 3).

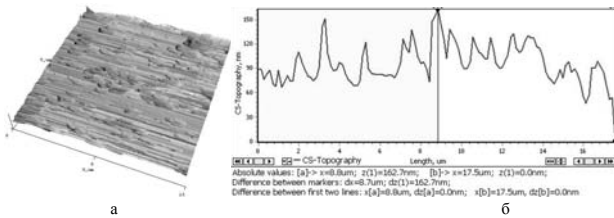


Рисунок 2 – Мікрорельєф ділянки поверхні алмазоподібного покриття (а) та мікропрофіль шару алмазоподібне покриття – основний матеріал (б). Зображення отримано на приладі NT-206V.

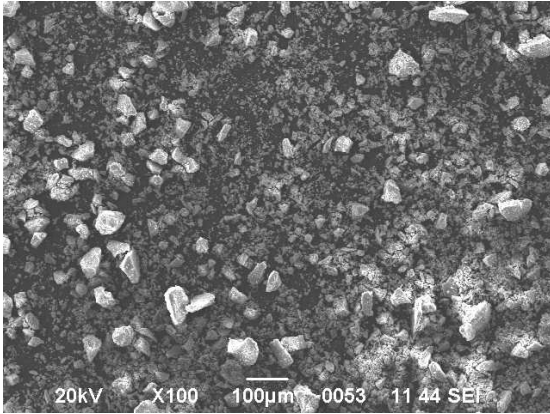


Рисунок 3 – Поверхня зразка зі сформованими на ній алмазними структурами. Формування відбувалося на бінарній структурі Cu-C. Зображення отримано на приладі ZEISS ULTRA-55.

Утворення та зростання таких алмазних структур носило неупорядкований характер. Це підтверджує той факт, що температура не є основним фактором утворення та зростання цих структур, а лише виступає умовою їхнього виникнення на вуглецевому покритті.

17

В той же час, осадження алмазоподібного покриття за температури зразка меншої за 780 К відбувається з утворенням мідно-графітової суміші, яка має адгезійну міцність порядку 16 МПа (адгезійна міцність алмазоподібного покриття Cu-C в середньому становить 46 МПа). Подальше зниження температури зразка до значень менших 550 К в процесі термовакуумного осадження призводить до формування на ньому покриття аморфної фази Cu-C, що перешкоджає утворенню зерен основної фази алмазоподібного покриття (рисунки 4).

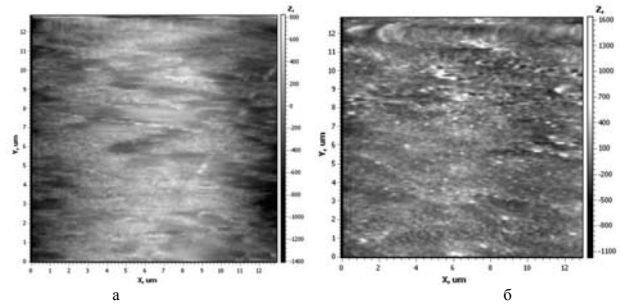


Рисунок 4 – Поверхня зразка зі сформованим на ній аморфним покриттям Cu-C (а) та Cu-C-Cu-C (б). Зображення отримано на приладі NT-206 V.

Як видно із зображення (рисунки 4) поверхні зразків зі сформованим на них покриттям (як за схемою Cu (85%)-C (15%), так і за схемою Cu (50%)-C (15%)-Cu (15%)-C (15%)), при утворенні покриттів за умов докритичних температур не виникають зародки кристалітів, що є основою алмазоподібного покриття, а саме, утворюване таким чином покриття є аморфним, має низьку адгезійну міцність (~6...8 МПа), що не забезпечує усунення мікро- та нанодфектів поверхонь інструменту для прецизійної мікрообробки від дії зовнішніх силових навантажень та вібрацій, що значно погіршує техніко-експлуатаційні характеристики цих виробів.

**Висновки і перспективи розвитку.** Таким чином, проведені дослідження дозволили встановити особливості формування наноструктурних покриттів алмазоподібних структур в залежності від складу нанесеного на них матеріалу, його геометричних характеристик та хімічної чистоти матеріалу, що доводить їх істотний вплив на формування тонких алмазоподібних наноструктур термічним осадженням у вакуумі.

18

Встановлено, що критична температура зразка на якому формувалося покриття складає 780 К. Вище зазначеної температури утворюється система Cu-C алмазної модифікації, тоді, як при меншій температурі утворюється мідно-графітова суміш. Також встановлено, що при температурі зразка меншій за 550 К формуються аморфні покриття Cu-C, які не забезпечують усунення мікро- та нанодфектів поверхонь від дії зовнішніх силових навантажень та вібрацій.

Отримані результати планується використати для отримання алмазоподібних структур при виготовленні інструментальної бази точного приладобудування, машинобудування, в теплоенергетиці, авіакосмічній техніці.

**Список використаної літератури:** 1. *Верещака, А. С.* Режущие инструменты с износостойкими покрытиями / *А. С. Верещака, П. П. Третьяков.* – М.: Машиностроение, 1986. – 192 с. 2. *Бельий А.В., Карпенко Г.Д., Мышкин Н.К.* Структура и методы формирования износостойких поверхностных слоев. – Москва: Машиностроение, 1991. – 208 с. 3. *Самойлович М.И., Белянин А.Ф.* Алмазные и алмазоподобные углеродные пленки: формирование и строение // Алмазные пленки и пленки родственных материалов / Сб. докладов 15-го Междунар. симпозиума «Тонкие пленки в оптике и электронике». – Харьков: НИЦ ХФТИ, «Константа», 2003. – С. 6. 4. *Машнев Ю.П., Ляшенко Е.П., Шевчук С.Л., Кузнецов А.В.* Исследование оптических и фотоэмиссионных свойств алмазоподобных пленок, полученных осаждением из пучков ионов // Алмазные пленки и пленки родственных материалов / Сб. докладов 12-го Междунар. симпозиума «Тонкие пленки в электронике». – Харьков: ИПЦ «Контраст», 2001. – С. 166. 5. *Черепанов В.А., Золкин А.С., Колесов Б.А., Мурзахметов К.Т., Семёнов В.И.* Алмазоподобные гранулированные пленки на кремнии, полученные при горении ацетилена // <http://www.nsu.ru/cgi-bin/ps?fname=http://src.nsu.ru/win/journals/physstud/articles/paper5.html> (Россия). 6. *Суздальцев С.Ю., Яфаров Р.К., Котина Н.М.* Кинетика роста и микрофотографических измерений параметров и свойств алмазоподобных пленок // Сб. докладов XII междунар. симпозиума «Тонкие пленки в электронике». – Харьков: ИПЦ «Контраст», 2001. – С. 153. 7. *Дубровская Г.И., Котляр А.В., Божко Н.И., Курilenko П.И., Бондаренко М.А., Верцанова Е.В.* Особенности топографии поверхности тонких оксидных покрытий на стекле после электронно-лучевой обработки // Тезисы докладов XXII Российской конференции по электронной микроскопии ЭМ'2008, 2-6 июня 2008, Черноголовка, С.129. 8. *Bondarenko M.A.* Study of forming terms thin diamond similar nanostructures thermal vacuum-depositing / *M.A. Bondarenko [et al]* // Вісник Черкаського державного технологічного університету, Черкаси: ЧДТУ, 2009 (специвпуск). – С.114-116. 9. *Дубровська Г.М., Канашевич Г.В., Божко Н.І., Бондаренко М.О., Котляр О.В., Рукон А.К.М.* Приклади застосування фізичних методів дослідження структури поверхні // Під ред. Дубровської Г.М., вид-во Сільхет: Шобуж Біпони, Удоун Офсет Принтерс, 2007. – 248 с.

Поступила в редакцію 12.05.2012