

УДК 621.762

**МОРФОЛОГІЯ І СТРУКТУРА НАНОПЛІВОК Ni ТА Nb ,
НАНЕСЕНИХ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВИМ СПОСОБОМ НА
ПОВЕРХНЮ КЕРАМІЧНОГО МАТЕРІАЛУ. ЗМОЧУВАННЯ ТА
ПАЙКА ПРИПІЙНИХ СПЛАВІВ**

Бойко В.Ю.

*Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут»*

Були нанесені наноплівки нікелю та ніобію електронно-променевим способом на поверхню кераміки на основі Al_2O_3 ; подвійні плівки Nb-Ni, які склалися з ніобієвої плівки (100 нм), на яку була нанесена нікелева плівка (1000 нм).

*Розглянуті морфологія та структура цих плівок після відпалу.
Вивчено змочування цих плівок міддю та оловом.*

Были нанесены нанопленки никеля и ниобия электронно-лучевым способом на поверхность керамики на основе Al_2O_3 ; двойные пленки Nb-Ni, которые состояли из ниобиевой пленки (100 нм), на которую была нанесена никелевая пленка (1000 нм).

*Рассмотрены морфология и структура этих пленок после отжига.
Изучено смачивание этих пленок медью и оловом.*

Nanolayers of nickel and niobium, double layers, that consisted of layer of niobium (100 nm) with nickel layer (1000 nm) on it, were applied by electro-radial method on the surface of ceramics on the base of Al_2O_3 .

*The article deals with morphology and structure of the layers after annealing.
Wetting of these layers by copper and tin has been researched.*

Одержання міцних і надійних паяних і зварених з'єднань неметалевих матеріалів між собою і з металами зв'язано з деякими утрудненнями, викликаних тим, що скло, кераміка, лейкосапфір та інші неметали погано змочуються більшістю металевих припоїв, які застосовуються для одержання цих з'єднань. З метою поліпшення змочуваності неметалів припоями застосовують різні методи.

У даній роботі використовували електронно-променеви́й спосіб для напилення металевих плівок (ніобій, нікель) нанотовщин на неметалеві підкладки (Al_2O_3). Схема напилення показана на рис. 1.

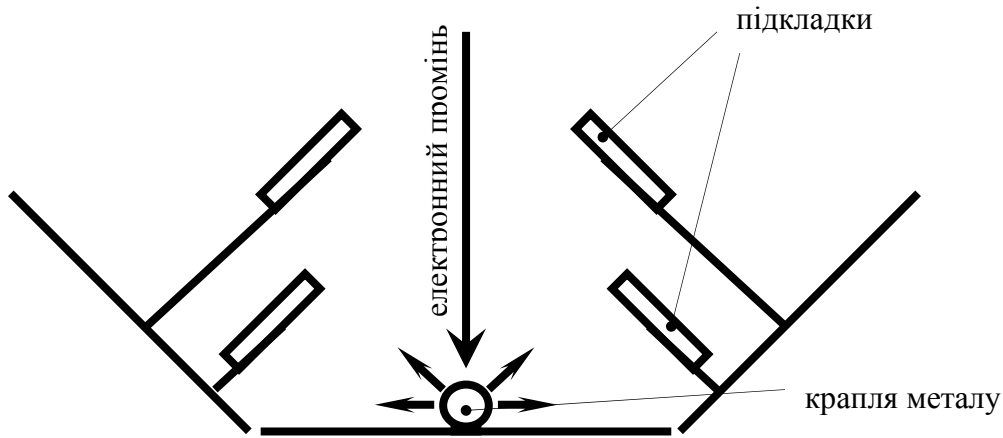


Рис.1 Схема напилення металевих плівок

Така схема дозволяє отримувати одночасно плівки різної товщини.

Товщину плівок вимірювали двома методами:

1 Метал заданої ваги (розрахованої для плівок потрібної товщини) повністю випаровують, тоді товщина плівок може бути легко розрахована по закону Ламберта.

2 Товщину плівок заміряли на профілометрі типу «Калібр», який дозволяє заміряти з достатньою точністю товщину плівок якщо вона більше 100 нм.

Для отримання надійного з'єднання методом паяння через наноплівку необхідно наносити плівки товщиною > 50 нм

Було проведено дослідження змочування металевих наноплівок Ni та Nb сріблом та міддю, які були вибрані нами для застосування їх в подальшому як для паяння металізованих зразків оксидної кераміки так і для виготовлення з цих металів пластичних деформованих прокладок при зварюванні зразків тиском. Для дослідження змочування на зразках неметалевих матеріалів, покритих наноплівками згаданих вище металів різної товщини, розплавляли в вакуумі $2 - 3 \times 10^{-3}$ Па на спеціальній дослідній установці невеличкі кількості срібла при температурі 1050 °C та міді при температурі 1150 °C на протязі 20 – 30 хвилин, після чого давали

зразкам охолонути у вакуумі. Виміри величин крайових кутів змочування виконували на затверділих краплях металів шляхом фотографування їх цифровою фотокамерою “Olimpus – 4000” з наступною комп’ютерною обробкою отриманих фотографій.

Були нанесені наноплівки нікелю та ніобію товщиною 100 нм на поверхню кераміки на основі Al_2O_3 .

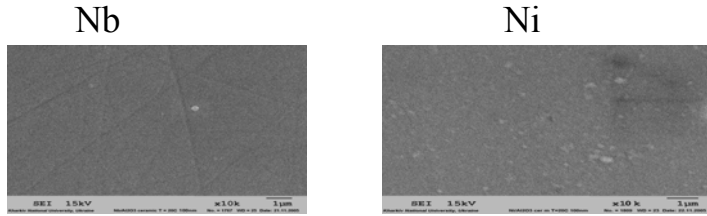


Рис.2 Плівки товщиною 100 нм, нанесені на поверхню кераміки на основі Al_2O_3 .

Морфологія плівок була досліджена співробітниками лабораторії тонких плівок Національного Харківського університету.

З наведених фотографій можна зробити висновок: мікрорельєф поверхні металевого покриття при його достатній товщині відрізняється від мікрорельєфу неметалевої підкладки, тобто величина мікро нерівностей металевого покриття в 3-4 рази перевищує величину мікро нерівностей поверхні підкладки.

Розглянуті морфологія та структура цих плівок після відпалу.

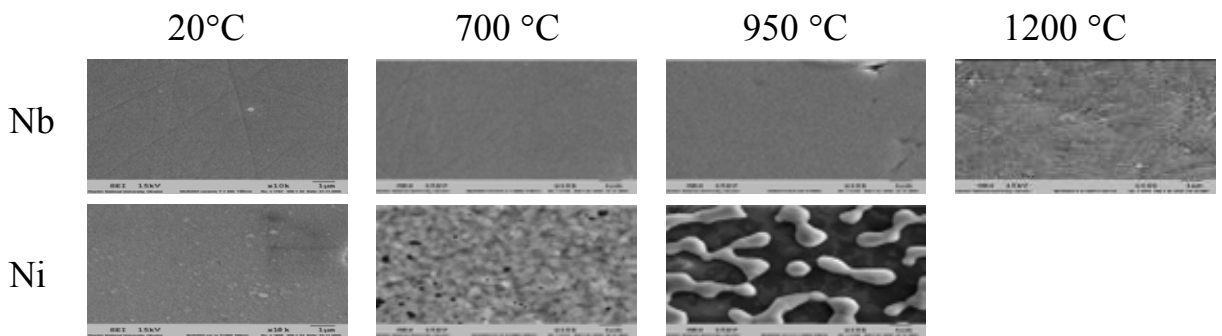


Рис.3 Мікроструктура поверхні тонких металевих плівок (100 нм), нанесених на Al_2O_3 (X10000).

Були також нанесені подвійні плівки. Ці плівки складались з ніобієвої плівки завтовшки 100 нм, на яку була нанесена нікелева плівка товщиною 1000 нм. При нагріванні цієї плівки нанесеної на алюмооксидну кераміку до 1100 °С вона не зазнала змін (рис. 3.4), а перші ознаки коагулювання виявилися лише при нагріванні до 1200 °С, при цьому краплі по різному змочують поверхню, на якій вони знаходяться. При подальшому

нагріванні до 1300 °С процес коагулювання посилюється і окремі краплі змінюють свою форму з круглої на продовгувату, що може свідчити про поліпшення змочування ними поверхні, на якій вони знаходяться. Нарешті, при відпалі плівки до 1450 °С краплі стають сильно витягнутими, що може свідчити про подальше покращення змочуваності вкритої ними поверхні, а також не виключена взаємодія між поверхнею та краплями плівки.

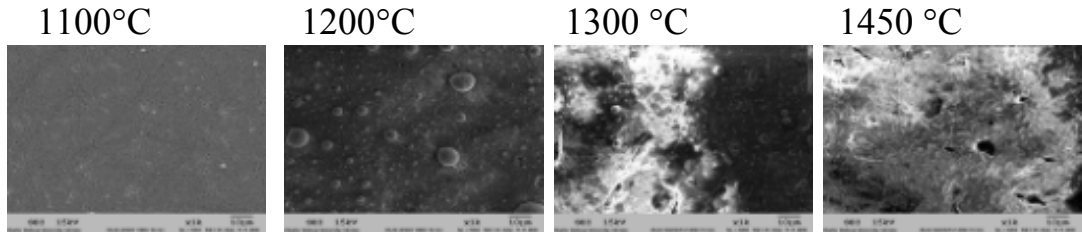


Рис.4 Подвійна плівка Nb-Ni на Al_2O_3 відпалена при певній температурі протягом 10 хв у вакуумі (x1000)

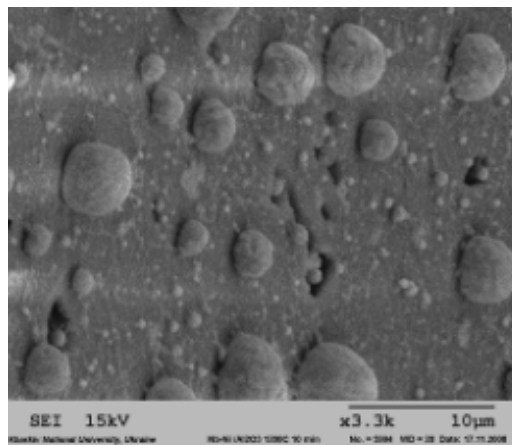


Рис.5 Подвійна плівка Nb-Ni на Al_2O_3 відпалена при 1200 °С протягом 10 хв у вакуумі. Фотографія під кутом 68°, x3300

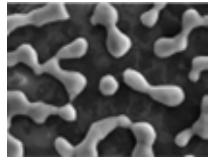
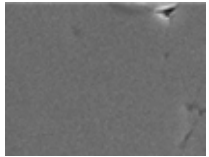
Було проведено дослідження змочування металевих наноплівок Ni та Nb сріблом та міддю, які були вибрані нами для застосування їх в подальшому як для паяння металізованих зразків оксидної кераміки так і для виготовлення з цих металів пластичних деформованих прокладок при зварюванні зразків тиском.

Результати цих досліджень наведені в таблиці 1 та в таблиці 2. Вивчення морфологічних особливостей самої острівкової плівки в залежності від низки факторів – поверхнево - адгезійних характеристик системи метал плівки – основа (тверда неметалева фаза) становить самостійний інтерес і важливе для практичних цілей.

Таблиця 1. Крайові кути змочування (Θ) розплавленими металами металевих наноплівоч, нанесених на нанесені на поверхню кераміки на основі Al_2O_3 .

Досліджені зразки			Крайовий кут змочування Θ , град.	
Підкладка	Плівка	Товщина плівки, нм	Cu	Ag
Al_2O_3	Nb	100 нм	45	73
	Ni	100 нм	110	140

Таблиця 2. Співставлення ступеню змочування, критерію K та морфології плівки металів Ni та Nb, що нанесені на оксид алюмінію (після відпалу при $T=950\text{ }^\circ\text{C}$, 30 хв., товщина плівки 100 нм)

Досліджувані матеріали		Результати досліджень					
Метал плівки	Оксид	Крайовий кут змочування Θ , град.	Поверхневий натяг $\sigma_{\text{мет}}$, $\frac{\text{МДж}}{\text{м}^2}$	Робота адгезії $W_{\text{А мет-кер}}$, $\frac{\text{МДж}}{\text{м}^2}$	$\frac{W_{\text{Амет-кер}}}{\sigma_{\text{мет}}}$	Площа $S_{\text{мет}}$, %	Електронно-мікроскопічне зображення плівки, x10000
Ni	Al_2O_3 (кераміка)	130	1750	600	0,34	36	
Nb*	Al_2O_3 (монокристал) [0001]	36	2100	3800	1,8	100	

Примітки. 1*Температура відпалу $1200\text{ }^\circ\text{C}$.

Значення крайових кутів змочування, адгезії та поверхневого натягу металів взяті з літератури для рідкого стану цих металів у контакті з оксидом алюмінію.

Аналіз цих даних свідчить наступне.

Нікель не змочує поверхню оксиду алюмінію, має високий поверхневий натяг, завдяки чому його плівка при відпалі легко коагулює і стає острівковою. Частка поверхні Al_2O_3 , що покрита нікелем, становить лише 36%.

Як бачимо з таблиці 3 руйнування зразків відбулося лише в одному випадку по межі плівка-припій.

Таблиця 3. Міцність на зсув оксидних зразків, які зпаяні та зварені тиском через металеву прокладку (фольга) з використанням нанометалевих плівок різних металів.

Матеріал плівки	Товщина плівки, нм	Матеріал прокладки	Міцність, МПа	Вид руйнування
Nb	100	Ag	50	по прокладці
Ni			90	по кераміці
			119	по межі плівка-припій

Висновок

1. Завдяки відсутності газу при електронно-променевому методі чистота отриманих плівок значно вища, ніж тих, які одержані катодним розпиленням.
2. Мікрорельєф поверхні металевого покриття при його достатній товщині відрізняється від мікрорельєфу неметалевої підкладки.
3. При відпалі зразків постерігається поява острівців, що потребує подальшого вивчення.
4. Нікель не змочує поверхню оксиду алюмінію, має високий поверхневий натяг, завдяки чому його плівка при відпалі легко коагулює і стає острівковою. Частка поверхні Al_2O_3 , що покрита нікелем, становить лише 36%.
5. Руйнування зразків відбулося лише в одному випадку по межі плівка-припій.

Література

1. Найдіч Ю.В. Про зв'язок досліджень поверхневих властивостей конденсованих фаз з вивченням наноструктурних систем у матеріалознавстві, зокрема при з'єднанні матеріалів // Адгезия расплавов и пайка материалов. – 2004. – № 37. – С.7-16.
2. Ю.В.Найдич, Б.Д.Костюк и др. Смачиваемость в системе металлический расплав – тонкая металлическая пленка – неметаллическая подложка // Физическая химия конденсированных фаз, сверхтвердых материалов и их границ раздела. – Киев: Наукова думка, 1975. – С. 15-27.
3. Метфессель С. Тонкие пленки, их изготовление и измерение. – М.-Л.: “Госэнергоиздат”, 1963. – 206 с.