Министерство образования и науки
Российской Федерации
Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,
НАНОСТРУКТУР
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

МЕЖВУЗОВСКИЙ СБОРНИК НАУЧНЫХ ТРУДОВ

выпуск 9

ТВЕРЬ 2017

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Ф50

Рецензирование статей осуществляется на основании Положения об рецензировании статей и материалов для опубликования в Межвузовском сборнике научных трудов «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов».

Официальный сайт издания в сети Интернет:

www.physchemaspects.ru

Ф50 Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов [Текст]: межвуз. сб. науч. тр. / под общей редакцией В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2017. – Вып. 9. – 592 с.

ISBN 978-5-7609-1275-6

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС 7747789 от 13.12.2011.

Сборник составлен из оригинальных статей теоретического и экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Сборник предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре общей физики Тверского государственного университета.

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

ISBN 978-5-7609-1275-6

ISSN 2226-4442

© Коллектив авторов, 2017

© Тверской государственной
университет, 2017

УДК 538.9(075.8)

ФАЗООБРАЗОВАНИЕ НА ГРАНИЦЕ ДВУХСЛОЙНОЙ ПЛЕНКИ МЕДЬ-АЛЮМИНИЙ

К.М. Елекоева¹, П.К. Коротков¹, М.З. Лайпанов², А.Р. Манукянц¹, В.А. Созаев^{1,3},
Б.М. Хуболов³

¹ФГБОУ ВО «Северо-Кавказский горно-металлургический институт
(государственный технологический университет)»
362021, Россия, Владикавказ, ул. Николаева, 44

²ФГБОУ ВО «Карачаево-Черкесский государственный университет им. У.Д. Алиева»,
369202, Россия, Карачаево-Черкесская республика, Карачаевск, ул. Ленина, 29

³ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет
им. Х.М. Бербекова»
360004, Россия, Нальчик, ул. Чернышевского, 173
sozaeff@mail.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2017.9.182

Аннотация: Приводятся результаты фазообразования при контактном плавлении пленок алюминия с медью. С помощью растровой электронной, атомно-силовой микроскопии и рентгенофазового анализа выявлены эвтектика и интерметаллическая фаза $AlCu_4$.

Ключевые слова: фазообразование, контактное плавление, интерметаллиды.

1. Введение

Контактное плавление (КП) меди с алюминием привлекает внимание исследователей в связи с практической важностью проблемы [1-10], в том числе и созданием эвтектических композиционных материалов [4, 9] и биметаллов [5, 10]. В работе [3] контактная прослойка изучалась на оптическом микроскопе при увеличении в 20 раз. В работе [2] с целью выявления особенностей структуры контактных прослоек с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Phenom изучалась микроструктура скола зоны контактного плавления меди с алюминием осуществлявшегося в нестационарно-диффузионном режиме при температуре 560 °С. Выявлены особенности фазообразования в контактных прослойках. В работе [7] изучалось образование интерметаллидных слоев при контактном плавлении меди с алюминием. Обнаружено, что характер возникновения слоев, их количество, состав и толщина во многом определяются наличием или отсутствием естественных диффузионных барьеров, имеющих на поверхности исходных материалов. В работе [8] предложен и экспериментально подтвержден механизм формирования на поверхности алюминия покрытия из алюминидов меди в условиях контактного плавления. В настоящей работе изучено фазообразование на границе двухслойной пленки медь-алюминий.

2. Методика получения пленок

Тонкие пленки алюминия и меди получали методом термического

испарения, конденсированные на стеклянные подложки. Напыление производили на электровакуумной установке УВН-3М. В качестве подложек нами были использованы оптические стекла марки С-8 диаметром 26 мм и толщиной 1 мм высокой степени полировки. Для обеспечения высокой адгезии пленки к подложке проводили тщательную химическую очистку подложки. Цикл очистки включал: кипячение в растворе ОП-7 (ПАВ) – 10 минут; промывка и кипячение в дистиллированной воде; кипячение в растворе (320 мл H_2O_2 , 8 г NH_4OH , 672 мл H_2O) – 10 минут; промывка и кипячение в дистиллированной воде – 10 минут; обработка в парах изопропилового спирта – 10 минут. В качестве испарителя использовали листовой молибден толщиной 100–120 мкм в виде лодочки. Молибден может работать при высоких температурах без испарения и не реагирует с испаряемым веществом. Температуру испарителя контролировали платина-платинородиевой термопарой, конец которой был прижат пружинным контактом ко дну испарителя. Температуру подложки контролировали термометром сопротивления.

Тонкие пленки алюминия и меди осаждены при следующих технологических параметрах: температура испарителя: 1050–1150 °С; температура подложки: 40 °С, 100 °С, 200 °С; расстояние между испарителем и подложкой: 15 см.; рабочее давление в камере: $5 \cdot 10^{-5}$ мм. рт. ст.; время осаждения: 60 сек. Толщину пленки определяли с помощью микроинтерферометра МИИ-4. Полученные двухслойные пленки $Cu-Al$ далее отжигались в вакууме 10^{-2} Па при температуре 560 °С. Образовавшиеся, в ходе эксперимента, фазы исследовали с помощью растровой электронной (РЭМ) и атомно-силовой (АСМ) микроскопии.

В настоящей работе АСМ использовалась при изучении морфологии поверхности тонких двухслойных металлических пленок, напыленных на стекла марки С-8. Данные исследования проводились на воздухе в полуконтактном режиме на установке SOLVER NEXT. Использовались кантилеверы NSG-10 с резонансной частотой 250 кГц, радиусом кривизны острия ≤ 10 нм и высотой от 14 до 16 мкм.

Исследование микроструктуры контактных прослоек проводилось с помощью растрового электронного микроскопа PHENOM G2 Pure с электронной пушкой и электронной колонной, функция которой состоит в формировании острофокусированного электронного зонда средних энергий (10–50 кэВ) на поверхности образца. Прибор оснащен вакуумной системой. Также в РЭМ есть предметный столик. При взаимодействии зонда с объектом возникают несколько видов излучений, каждое из которых может быть преобразовано в электрический сигнал.

Для выявления интерметаллидов проводились исследования на многоцелевом рентгеновском дифрактометре D8 Discover (фирма

Bruker-AXS, Германия). Источником рентгеновского излучения являлась рентгеновская трубка мощностью 1,6 кВт с медным анодом. Параллельный пучок формируется зеркалом Гёбеля (угловая расходимость первичного пучка менее $0,03^\circ$) и щелью шириной 0,2 мм. Измерения выполняли в схеме скользящей геометрии с фиксированным углом падения 5° . Развертку по углам дифракции измеряли с помощью 1D детектора LynxEye. Качественный фазовый анализ по измеренной дифрактограмме проводили в программе Diffrac plus EVA из комплекта программ к дифрактометру D8 Discover. Для идентификации фаз использовали базу данных кристаллических химических соединений ICDD PDF2 [11].

3. Результаты исследования

После напыления металлов на подложки, изучалась микроструктура полученных пленок. На рис. 1 показана фотография пленки медь-алюминий, полученная с помощью растрового электронного микроскопа Phenom, на которой видны образования эвтектических структур. Эти структуры наблюдались ближе к краю пленки. В основном же поверхность пленок была однородной без существенных особенностей. Температура стеклянных подложек была $\sim 100^\circ\text{C}$ и недостаточна для КП. Видимо основной причиной их образования являются диффузионные процессы на поверхности пленок.

Рис. 1. Эвтектические фазы на пленке $\text{Cu} - \text{Al}$. Увеличение $\times 7400$.

Эти же структуры дополнительно изучались и с помощью атомно-силовой микроскопии на микроскопе Solver Next (см. рис. 2). На рис. 2

приведена трехмерная фотография эвтектической фазы образовавшейся при взаимодействии пленок Cu/Al . Высота образований ~ 500 нм.

Рис. 2. Трехмерная фотография эвтектической фазы Cu/Al образовавшейся на поверхности двухслойной пленки после напыления металлов (АСМ).

Далее структура поверхности отожженных пленок (температура отжига пленки 560°C , вакуум 10^{-2} Па) дополнительно изучалась после отжига с помощью РЭМ. Как показывает рентгенофазовый анализ это интерметаллиды $AlCu_4$ с $a=b=c=0,626$ нм (см. рис. 3).

Рис. 3. Дифрактограмма измеренного образца и результаты фазового анализа: 1 – чистый алюминий, 2 – кубическая фаза $AlCu_4$.

Из рис. 4 а, б видно, что на границе двухслойная пленка Cu/Al -вакуум наблюдаются кубические фазы, типичные размеры которых

показаны на рис. 4 а, б. Из рис. 4 а видно, что размер интерметаллидов $AlCu_4$ порядка $9,82 \times 7,40$ мкм. Рядом с интерметаллической фазой снизу наблюдаются эвтектические структуры.

Рис. 4 а. Фотография морфологии поверхности двухслойной пленки Cu/Al на границе с вакуумом после отжига при температуре $550^\circ C$ и одним из обнаруженных интерметаллидов $AlCu_4$. Увеличение $\times 5600$.

Рис. 4 б. Фотография более крупного интерметаллида $AlCu_4$. Увеличение $\times 16500$.

На рис. 4 б наблюдается более крупная фаза размером $10,20 \times 8,54$ мкм. Важно отметить, что в отличие от макроскопических

эвтектических композиций, образование данных фаз наблюдается на поверхности двухслойных пленок, на границе двухслойная пленка Cu/Al -вакуум. Основной механизм роста кристаллических фаз на поверхности пленка Cu/Al -вакуум связан с диффузией атомов по поверхности подложки [6].

На отдельных участках пленки Cu/Al проявляется зёрненная структура. Вдоль границ зерен наблюдается эвтектические образования (см. рис. 5). Увеличенный фрагмент зёрненной структуры показан на рис. 6. Примерный размер зерен 41,3 мкм.

Рис. 5. Фотография зернистой структуры на пленке Cu/Al , $\times 540$.

Рис. 6. Фотография зернистой структуры на пленке Cu/Al , $\times 1950$.

4. Заключение

В данной работе изучена морфология поверхности двухслойной пленки Cu/Al при контактном плавлении, с использованием растровой электронной и атомно-силовой микроскопии. Обнаружены эвтектики и интерметаллиды кубической формы $AlCu_4$ на поверхности бинарных пленок $Cu-Al$, которые подтверждаются рентгенофазовым анализом.

Библиографический список:

1. **Ахкубеков, А.А.** Контактное плавление металлов и наноструктур на их основе / А.А. Ахкубеков, Т.А. Орквасов, В.А. Созаев. – М.: Физматлит, 2008. – 152 с.
2. **Лайпанов, М.З.** Микроструктура контактных прослоек, образовавшихся при контактном плавлении меди с алюминием / М.З. Лайпанов, П.К. Коротков, А.Р. Манукянц, М.Х. Понежев, В.А. Созаев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2014. – № 7. – С. 109-112.
3. **Темукуев, И.М.** Контактное плавление в системах медь-алюминий и медь-титан / И.М. Темукуев // Вестник Кабардино-Балкарского государственного университета. Серия Физические науки. – 2000. – Вып. 5. – С. 21-24.
4. **Сомов, А.И.** Эвтектические композиции / А.И. Сомов, М.А. Тихоновский. – М.: Металлургия, 1975. – 304 с.
5. **Eivani, A.R.** Interface proper-ties and shear bond strength of Al/Cu bimetallic rods produced by equal channel angular pressing / A.R. Eivani, H.R. Mirzakouchakshirazi, Sh. Kheirandish / XV International conference on intergranular and interphase boundaries in materials, Moscow, 23-27 May 2016: book of abstracts. – Moscow: NUST «MIS&S», 2016. – P. 23.
6. **Ролдугин, В.И.** Физикохимия поверхности / В.И. Ролдугин. – Долгопрудный: Интеллект, 2008. – 568 с.
7. **Кадирсизова, А.А.** Образование интерметаллических слоев при контактном плавлении / А.А. Кадирсизова, Х.Р. Хаздаев, Р.Б. Верменичев, Д.У. Смагулов // Вестник Казахского национального технического университета. – 2015. – № 2. – С. 420-427.
8. **Шморгун, В.Г.** Механизм контактного плавления в системе $Al-Cu$ / В.Г. Шморгун, В.П. Кулевич, В.В. Савченко // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2016. – № 2 (181). – С. 21-24.
9. **Трыков, Ю.П.** Сложные композиты на основе алюминия и его сплавов / Ю.П. Трыков, Л.М. Гуревич, В.Г. Шморгун. – М.: Металлургиздат, 2004. – 232 с.
10. **Трыков, Ю.П.** Кинетика роста диффузионных прослоек в биметалле медь-алюминий, полученном по комплексной технологии / Ю.П. Трыков, В.Г. Шморгун, О.В. Слаутин // Перспективные материалы. – 2013. – № 3. – С. 83-88.
11. Powder Diffraction File JCPDS-ICDD PDF-2 (2004).