

# Нанесение полислоев тонких металлических пленок на обе поверхности полимерных пленок

УДК 539.23



**В. А. Тупик**, профессор, проректор по научной работе<sup>1</sup>, заведующий кафедрой микрорадиоэлектроники и технологии радиоаппаратуры<sup>1</sup>, докт. техн. наук



**В. И. Марголин**, профессор кафедры микрорадиоэлектроники и технологии радиоаппаратуры<sup>1</sup>, академик Академии инженерных наук им. А. М. Прохорова, докт. техн. наук, эл. почта: V.Margolin@mail.ru



**Д. К. Кострин**, доцент, заместитель заведующего кафедрой электронных приборов и устройств<sup>1</sup>, канд. техн. наук



**Б. В. Фармаковский**, доцент, ученый секретарь<sup>2</sup>, канд. техн. наук

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ», (СПбГЭТУ «ЛЭТИ»), Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> НИЦ «Курчатовский институт», ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей» им. И. В. Горынина, Санкт-Петербург, Россия

## Введение

Метод магнетронного распыления сегодня является одним из самых прецизионных и высокопроизводительных методов получения тонких пленок, особенно металлических, в частности пленок титана, серебра, никеля и меди [1–4]. Магнетронное распыление с использованием тлеющего газового разряда в скрещенных полях неприменимо при нанесении тонких наноразмерных пленок на поверхность подложек из легкодеформируемых под действием повышенной температуры материалов, таких как большинство полимеров и полимерных пленок. Особенно осложняется задача в случае необходимости нанесения легкоразлагаемых или меняющих свой состав под действием температуры покрытий на подобные подложки, как, например, при синтезе сегнетоэлектрических пленок на различных подложках или их обработке [5–8]. Нанесение на подложки материалов типа сплава Вуда также представляет

Метод магнетронного распыления в настоящее время является одним из самых высокопроизводительных и прецизионных методов получения наноразмерных пленок, особенно металлических, в частности пленок титана, серебра, никеля и меди. Обычно такие процессы реализуют при высоком вакууме, что позволяет получать чистые и высококачественные пленки практически без примесей. Трудности возникают, если необходимо получить тонкие пленки на подложки из материалов, исключая значительный нагрев в процессе нанесения пленок. К таким подложкам относятся, например, полимерные пленки. Также крайне нежелателен нагрев подложек из сегнетоэлектрических материалов. Часто появляется потребность в напылении многослойных наноразмерных композиций на такие подложки за один технологический цикл. При использовании в качестве подложки полимерной или пьезопленки возникает ряд технологических проблем, обусловленных особенностями таких пленок, которые весьма чувствительны к внешним воздействиям, т. е. необходимо соблюдать температурный режим и исключить при нанесении покрытий повышение температуры более чем на 3–5 °С. Поэтому в рамках одного цикла нанесения материала в соответствии с требованиями температурного режима приходится выполнять напыление покрытия послойно и при обработке каждого слоя соблюдать установленные технологические регламенты. Разработанное устройство содержит вакуумную камеру с механизмом ввода – вращения типа «карусель» с размещенными на ней подложкодержателями, обеспечивающими многократное прохождение подложек через зону напыления, причем процесс напыления на обе стороны подложки осуществляется в одном технологическом цикле. Подложкодержатель выполнен в виде двух металлических немагнитных рамок-масок, между которыми установлена напыляемая пленка.

**Ключевые слова:** наноразмерные пленки, двустороннее покрытие, многослойные покрытия, магнетронное распыление, полимерные пленки, единый технологический цикл.

**DOI:** 10.17580/tsm.2023.08.05

собой неординарную задачу. Значительные технические и технологические трудности возникают при покрытии тонкими наноразмерными пленками обеих сторон подложки из полимерного или нестойкого в плане тепловых воздействий материала.

В последнее время возросла актуальность проблемы получения двустороннего рисунка на обеих сторонах поверхностей подложки, и одним из сложных моментов является нанесение исходной пленки. Особые трудности связаны с задачей нанесения многослойных металлических пленок на тонкие полимерные пленки или пленки, нагрев которых нежелателен. Даже кратковременный нагрев в течение 10–40 с вызывает необратимые изменения структуры состава и механических характеристик пленки [9–15]. Устройство, разработанное для металлизации ориентированных пьезопленок [16], позволяет наносить металлическое покрытие при помощи алюминиевого цилиндра с расположенной на его

поверхности рулонной пьезопленкой, при этом по завершении процесса напыления алюминия на одну сторону пьезопленку извлекают с поверхности цилиндра и закрепляют на нем противоположной стороной. После этого процесс повторяют. При этом данное устройство не позволяет одновременно наносить покрытие на две стороны за один технологический цикл, также повышается число бракованных изделий по причине проведения лишних технологических операций вне вакуумной камеры. К недостаткам следует отнести и очень малую загрузку пьезопленки, ограниченную в рамках одного технологического цикла геометрическими размерами цилиндра. Еще одним недостатком является необходимость вносить конструктивные изменения в случае формирования рисунка напыляемой пьезопленки определенной конфигурации.

### Нанесение металлических тонких пленок на обе стороны полимерной подложки

Практический интерес представляет устройство Магна ТМ Р [17, 18] для нанесения многослойных металлических тонких пленок на рулонный материал методом магнетронного распыления. Это устройство действует следующим образом: пленку 1, используемую в качестве подложки, загружают в вакуумную камеру 2 с системой откачки 3 в виде рулона; в вакуумной камере расположены два держателя рулона 4, два нагревателя пленки 5, два магнетронных источника распыления 6, устройство перемещения пленки (ленточно-протяжный механизм) 7, обеспечивающее перематку пленки с одного держателя рулона на другой и обратно (рис. 1).

Рулон с пленкой помещают в вакуумную камеру на устройстве вращения и перемещения, которое перемещает пленку через зоны нагрева (если нагрев необходим), напыления, затем через вторую зону напыления (зону нагрева). По достижении рабочего давления ( $\sim 2,6 \cdot 10^{-3}$  Па) вакуумную камеру заполняют рабочим газом и включают систему перемещения пленки с одного рулонодержателя на другой посредством устройства вращения, затем запускают первый источник магнетронного распыления для металлизации пленки с одной стороны. При необходимости можно использовать второй источник магнетронного распыления для металлизации пленки другим материалом. Когда первый процесс завершен, второй рулонодержатель с пленкой извлекают и меняют местами с первым. Затем процесс повторяют и выполняют напыление на чистую сторону пленки. После второго процесса пленка металлизирована с двух сторон.

Достоинство этого устройства в том, что напыление металла производится на большую площадь пленки-подложки, которая может достигать 0,2 м в ширину и десятки метров в длину; недостаток: в качестве подложки может выступать только тонкая пленка в виде рулона, при этом происходит сплошное запыление поверхностей. Затем из полученной металлизирован-

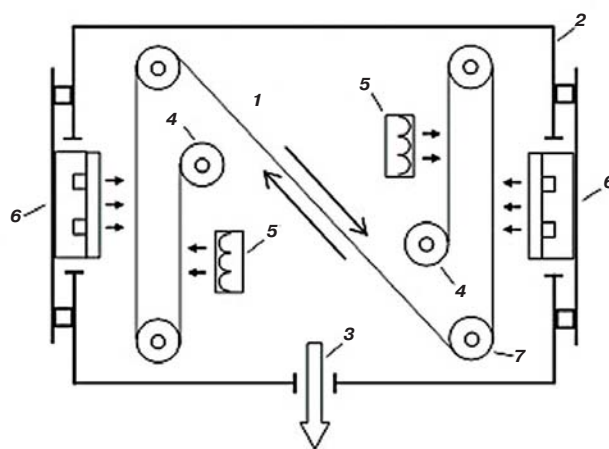


Рис. 1. Схема устройства для нанесения металлического покрытия на ленточную подложку-пленку

ной пленки необходимо вырезать требуемые для дальнейшей работы фрагменты (пластины) и сформировать на металлических поверхностях необходимый рисунок. Например, по периметру вырезанной из рулона пластины удалить нанесенное с двух сторон металлическое покрытие или выполнить рисунок требуемой конфигурации.

При использовании тонкой нестабилизированной полимерной пленки или пьезопленки возникает ряд технологических проблем, вызванных особенностями таких пленок, весьма чувствительных к внешним воздействиям в силу своего внутренне неравновесного напряженного нестабилизированного состояния [19–21]. Поэтому необходимо исключить в процессе нанесения покрытий повышение температуры более чем на 3–5 °С.

Соблюдение этих условий приводит к тому, что времени выполнения одного цикла нанесения материала недостаточно для получения полноценного покрытия требуемой толщины, следовательно, приходится проводить напыление покрытия послойно и при нанесении каждого слоя соблюдать требуемые технологические регламенты.

Если требуется нанести покрытие с рисунком различной конфигурации на разные стороны поверхности пьезопленки, следует применять соответствующие маски для каждой стороны пленки, чтобы исключить необходимость последующих технологических литографических операций по формированию требуемого рисунка.

Использование подложки в виде тонкой и, возможно, внутренне напряженной полимерной пленки требует исключения механических воздействий, вызывающих коробление пленок-подложек и возникновение механических напряжений в процессе напыления металлических покрытий [22].

Разработанное устройство [23] содержит вакуумную камеру с механизмом ввода – вращения типа «карусель», где размещены подложкодержатели, обеспечивающие многократное прохождение подложек

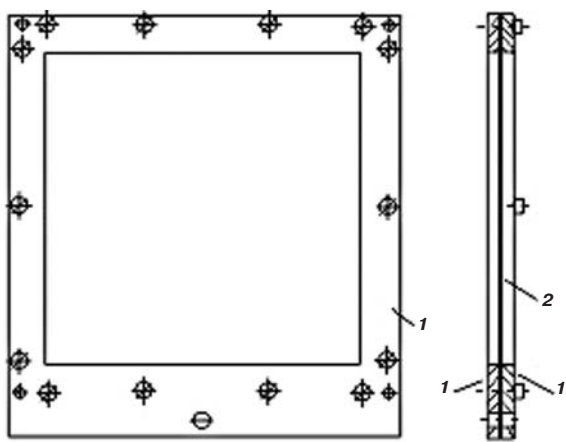


Рис. 2. Схема рамки-маски

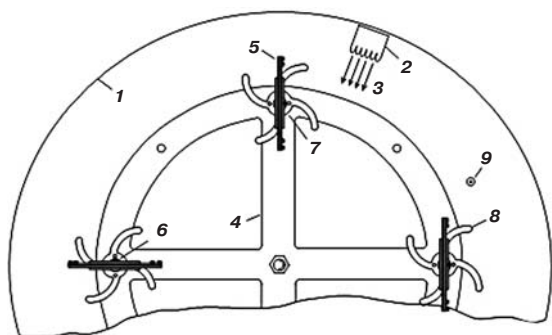


Рис. 3. Механизм поворотного устройства («карусели»)

через зону напыления. Механизм позволяет наносить покрытие на обе стороны подложки за один технологический цикл. Подложкодержатель *1* выполнен в виде двух металлических немагнитных рамок-масок, между которыми размещена напыляемая пленка *2*, как это показано на **рис. 2**, а плоскостность рамок-масок, контактирующих с пленкой-подложкой, должна обеспечивать плотный прижим пленки по всему периметру маски.

Такая конструкция не позволяет пленке-подложке смещаться или изменять свою геометрию как в процессе очистки ионами тлеющего разряда, так и в процессе нанесения металлического покрытия. Подложкодержатель расположен на стержне устройства ввода – вращения.

На самом устройстве ввода – вращения (стержень с расположенным за стенками вакуумной камеры снаружи электродвигателем) размещено приспособление, позволяющее поворачивать рамку-маску с пленкой-подложкой на  $180^\circ$  после каждого прохождения рамки-маски зоны напыления ионно-плазменного источника. Причем сама рамка имеет вид, обеспечивающий требуемый рисунок напыленного материала на поверхности пленки-подложки. В зависимости от требований к напыляемому рисунку он может быть выполнен в виде простого прямоугольника, квадрата, окружности или многосекционным.

Шероховатость рабочей поверхности рамок составляет порядка 10 % толщины пленки-подложки, обеспечивает

жесткую фиксацию пленки-подложки в рамке-маске и соответствует технологическому рисунку, который на двух сторонах пленки-подложки может быть разным. На самом устройстве вращения размещен механизм, обеспечивающий поворот на  $180^\circ$  каждой рамки с пленкой-подложкой после каждого прохождения зоны напыления и удаление подложкодержателя из этой зоны на время, необходимое для остывания подложкодержателя. Это позволяет удерживать уровень повышения температуры пленки-подложки при каждом сеансе напыления не более чем на  $3-5^\circ\text{C}$  за счет, например, обработки за один цикл нескольких подложкодержателей. Вид поворотного механизма показан на **рис. 3**.

Устройство для нанесения металлического покрытия состоит из вакуумной камеры *1*, в которой размещен ионно-плазменный источник *2* напыляемого материала *3* и вращающееся основание (типа «карусель») *4*. Вращение основания может быть обеспечено, например, с помощью двигателя. На вращающемся основании установлены рамки-маски *5* с пленкой-подложкой, которые имеют возможность перемещаться с вращением и поворачивать рамку-маску *5* с пленкой-подложкой на  $90^\circ$  после каждого прохождения рамкой-маской зоны напыления ионно-плазменного источника. Причем сама рамка-маска закреплена на стержне *6* вместе с устройством поворота в виде втулки *7*, снабженной в горизонтальной плоскости четырьмя стержнями *8* параболической формы, длина которых превышает как размер половины рамки-маски, так и расстояние от параболического стержня *8* до расположенного в камере фиксирующего стержня *9*. Рамка-маска имеет конфигурацию, обеспечивающую получение требуемого рисунка на поверхности пьезопленки.

В подавляющем большинстве вакуумных установок как лабораторного (ВУП, ВУП-4, -5, -6), так и промышленно-лабораторного типа вакуумная камера представляет собой колпак, имеющий в основании окружность и выполненный или из специального стекла, или из металлов и сплавов. Поэтому на **рис. 3** вакуумная камера представлена в виде части окружности *1*.

Полимерные пленки закрепляют в рамках-масках требуемой конфигурации и размещают на вращающемся основании («карусели») с помощью втулок. В вакуумной камере включается магнетронное распылительное устройство. Длительность прохождения маски-рамки с пленкой-подложкой через область напыления соответствует требуемому температурному режиму, при этом на пленку осаждается слой металла заданной толщины. Это обеспечивает очень слабый и контролируемый нагрев пленки, которая после выхода из зоны напыления сразу начинает остывать. Вращение «карусели» и поворот втулки после каждого прохождения фиксирующего стержня вызывает поворот маски-рамки на  $90^\circ$ ; после двух полных оборотов «карусели» в зону напыления попадает другая сторона пленки и происходит ее металлизация. Процесс продолжается до тех пор, пока

не образуется требуемая толщина наносимого материала. Проведенные эксперименты показывают, что параметры пленки не изменяются после формирования покрытия подобным способом.

При вращении основания ближайший к фиксирующему стержню параболический стержень втулки полужает сцепление с фиксирующим стержнем и после взаимодействия с фиксирующим стержнем проворачивает втулку на  $90^\circ$ . Для каждой экспериментальной установки длину, форму параболического стержня и расположение фиксирующего стержня подбирают эмпирическим путем. Выявлено, что наилучшей формой является отрезок параболы от центра стержня до фиксирующего стержня. Применение прямого стержня иногда приводило к жесткому сцеплению его с фиксирующим стержнем и остановке карусели.

Следующий штырь доворачивает рамку-маску до требуемых  $180^\circ$ , и она поступает в зону напыления. Потом процесс повторяется, и рамка-маска входит в зону напыления уже другой стороной.

Различные методы металлизации материалов и создания композитов из разнородных веществ востребованы не только в электронике, но и для решения актуальных задач производства в минерально-сырьевом секторе страны [24–26], поэтому выполняемые авторами разработки вызывают интерес у специалистов из горных университетов [3, 4, 14]. Приведенные исследования дополняют и развивают инновационные методы

и оборудование для модифицирования поверхности материалов, используя физические (энергетические) воздействия на вещество [27–29].

### Заключение

При использовании пленки-подложки больших размеров ее центральная часть будет жестко закреплена в рамке-маске, а края, свисая свободно, будут подвержены короблению. И этот процесс зависит от того, какой материал используют для напыления. Можно отметить, что алюминий дает слабую деформацию пленки, а медь сильную. При этом если напылять медь, то происходит заметный разогрев пленки-подложки, что изменяет внутреннее состояние пленки. Происходит изменение межатомных расстояний, и пленка начинает деформироваться по всей поверхности. Если зажимать пленку плотно в специальном устройстве рамки-маски, то это оно препятствует деформации и способствует сохранению расстояний между атомами в пленке, обеспечивая стабильность всех характеристик напряжений в этой пленке-подложке, и тем самым сохраняет ее характеристики, несмотря на нагрев. В данном случае пленка нагревается слабо, потому что происходит многократное многослойное напыление нанослоями.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

См. англ. блок



*Tsvetnye Metally*. 2023. No. 8. pp. 30–34  
DOI: 10.17580/tsm.2023.08.05

### DEPOSITION OF POLYLAYERS OF THIN METALLIC FILMS ONTO BOTH SURFACES OF POLYMER FILMS

#### Information about authors

V. A. Tupik, Professor, Vice Rector for Research<sup>1</sup>, Head of the Department of Microradioelectronics and Radio Technology<sup>1</sup>, Doctor of Technical Sciences  
V. I. Margolin, Professor at the Department of Microradioelectronics and Radio Technology<sup>1</sup>, Academician at the Prokhorov Academy of Engineering Sciences, Doctor of Technical Sciences, e-mail: V.Margolin@mail.ru  
D. K. Kostin, Associate Professor, Deputy Head of the Department of Electronic Instruments and Devices<sup>1</sup>, Candidate of Technical Sciences  
B. V. Farmakovskiy, Associate Professor, Academic Secretary<sup>2</sup>, Candidate of Technical Sciences

<sup>1</sup>Saint Petersburg Electrotechnical University LETI, Saint Petersburg, Russia.

<sup>2</sup>Kurchatov Institute National Research Centre, Gorynin Central Research Institute of Structural Materials Prometej, Saint Petersburg, Russia.

#### Abstract

Magnetron sputtering is currently one of the techniques that offer most performance and precision when obtaining nanofilms, in particular metallic ones, such as titanium, silver, nickel and copper films. Such processes are normally performed in a high vacuum environment, which results in pure and high-purity films that are almost entirely free of impurities. Difficulty can arise when one needs to obtain thin films on substrates made of materials that cannot be subjected to heat during film deposition. Polymer films can serve as an example of such substrates. Nor should heat be used with substrates made of ferroelectric materials. It is often the case that multi-layer nanosized compositions should be deposited on such substrates in one process cycle. When polymer or piezoelectric films are used as substrates, it creates a number of issues as such films are quite sensitive to external effects. It means that one should ensure an appropriate temperature mode preventing a rise of more than 3 to 5 °C during deposition. That's why one has to go layer by layer when doing one deposition cycle while maintaining the required temperature mode. One should also

observe the established procedures when doing each layer. The developed unit consists of a vacuum chamber with a carousel type gear and substrate holders. The latter ensure multiple passages of substrates through the sputtering zone. And both sides of the substrate are sputtered in one process cycle. A substrate holder looks like two metal nonmagnetic frames with the sputtered film placed in between them.

**Key words:** nanofilms, double-sided coating, multi-layer coatings, magnetron sputtering, polymer films, single process cycle.

#### References

1. Grachev V. I., Zhabrev V. A., Margolin V. I., Tupik V. A. Synthesis of nanoparticles and nanofilms: Fundamentals. Izhevsk : Udmurtiya, 2014. 480 p.
2. Grachev V. I., Margolin V. I., Tupik V. A. Production of glow discharge radio electronics components: Process fundamentals. *Norwegian Journal of Development of the International Science*. 2017. Vol. 6. pp. 88–91.
3. Pleskunov I. V., Syrkov A. G., Yachmenova L. A., Mustafaev A. S. Innovative methods of processing and analysis of metal-containing raw materials based on adsorption phenomenon. Innovation-Based Development of the Mineral Resources Sector: Challenges and Prospects. London: Taylor and Francis Group. 2019. pp. 341–351.
4. Bezmaternykh A. V., Levine K. L., Syrkov A. G. et al. Application of electrochemical impedance spectroscopy for characterization of nanoporous films. *Nanoscale-Arranged Systems for Nanotechnology*. New York : Nova Science Publishers, 2015. pp. 106–108.
5. Fridkin V. M., Ducharme S. Ferroelectricity at the nanoscale. *Uspekhi fizicheskikh nauk*. 2014. Vol. 184, No. 6. pp. 645–651.
6. Rogov A. V., Kapustin Yu. V., Martynenko Yu. V. Factors determining the efficiency of magnetron sputtering. Optimization criteria. *Zhurnal tekhnicheskoy fiziki*. 2015. Vol. 85, No. 2. pp. 126–134.
7. Melnikov S. N., Golosov D. A., Kundas S. P. Modelling the processes of magnetron deposition of film coatings onto stationary and moving substrates. *Interaction between Radiation and the Solid Body: 9<sup>th</sup> International Conference*. Minsk : Belorusskiy gosudarstvennyi universitet, 20–22 September 2011. pp. 429–431.
8. Gasanov I. S. Plasma and beam technology. Baku : Elm, 2007. 174 p.
9. Al Azzawi H. S. M., Korolev K. G., Makagonov V. A. et al. Structure and electrical properties of multi-layer films made of ferromagnetic-dielectric

- composites. *Vestnik of Voronezh State Technical University*. 2015. Vol. 18, No. 5. pp. 100–107.
10. Zagidullin A. I., Garipov R. M., Khasanov A. I., Efremova A. A. Effect of the multilayer film structure on the barrier properties of a polymer film material. *Vestnik kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta*. 2014. No. 14. pp. 151–153.
11. Syrkov A. G. The tribochemical properties of copper synergetically changing in the presence of quaternary compounds of ammonium on the surface. *Russian Journal of General Chemistry*. 2015. Vol. 85, No. 6. pp. 1043–1045.
12. Syrkov A. G., Taraban V. V., Kabirov V. R., Silivanov M. O. Stabilization of disperse metals by nitrogen-containing tensides with different-sized molecules. *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. Vol. 1313. 012052.
13. Syrkov A. G., Bazhin V. Yu., Mustafaev A. S. U. Nanotechnology and nanomaterials. Aspects of physics and mineral raw materials. St. Petersburg: Politekh-Press, 2019. 244 p.
14. New Materials. Preparation, properties and applications in the aspect of nanotechnology. Ed. A. G. Syrkov, K. L. Levine. New York: Nova Science Publishers, 2020. 248 p.
15. Alekseeva O. K., Fateev V. N. Application of ion magnetron sputtering for the synthesis of nanostructured electrocatalysts (Review). *Alternativnaya energetika i ekologiya*. 2015. No. 7. pp. 14–36.
16. Gorbunova E. K., Tazekov B. A., Boytsov V. G. et al. Method of making film piezoelectric cells. Certificate of authorship, SU 777885. No. 2714101. Applied: 11.12.1978. Published: 07.11.1980. Bulletin No. 41.
17. Official website of the Research Institute of Precision Machine Manufacturing (NIITM). Available at: <http://www.niitm.ru> (Accessed: 31.02.2023).
18. Odinokov V. V., Karakulov R. A., Panin V. V., Kachan N. O. Deposition of multi-layer coatings as part of the process of making energy output elements of microwave devices using vacuum units of the MAGNA TM type. *Vacuum Technology-2022: Conference proceedings*. 21–23 June 2022. St. Petersburg: Izdatelstvo SPbGETU “LETI”, 2022. pp. 244–248.
19. Ivanov A. A. Multi-layer nanocomposite ferroelectric films in microwave devices: Extended abstract of doctoral dissertation. Saint Petersburg, 2018. 30 p.
20. Zinoviev A. V., Piskarev M. S., Skryleva E. A. et al. Effect of plasma processing on the properties and structure of poly(vinyltrimethylsilane) films. *Vacuum Technology-2022: Conference proceedings*. 21–23 June 2022. St. Petersburg: Izdatelstvo SPbGETU “LETI”, 2022. pp. 183–186.
21. Balashov V. M., Mironenko I. G., Ivanov A. A. et al. Technology and dielectric properties of multi-layer nanocomposite ferroelectric films. *Voprosy radioelektroniki*. 2018. No. 1. pp. 62–67.
22. Margolin V. I., Toisev V. N., Tupik V. A. et al. Device for depositing thin film coatings. Patent RF, No. 194223. No. 2019124953. Applied: 05.08.2019. Published: 03.12.2019. Bulletin No. 34.
23. Tupik V. A., Toisev V. N., Starobinets I. M. et al. Device for applying a metal coating on a piezofilm using a vacuum-plasma method. Patent RF, No. 2768679. No. 2021123473. Applied: 06.08.2021. Published: 24.03.2022. Bulletin No. 9.
24. Khrustaleva I. N., Lyubomudrov S. A., Larionova T. A., Brovkina A. Yu. Improved preproduction planning efficiency for the manufacturing of mining equipment components. *Journal of Mining Institute*. 2021. Vol. 249. pp. 417–426.
25. Baake E., Shpenst V. A. Recent scientific research on electrothermal metallurgical processes. *Journal of Mining Institute*. 2019. Vol. 240. pp. 660–668.
26. Konchus D. A., Sivenkov A. V. A Surface structure formation of stainless steel using a laser. *Materials Science Forum*. 2021. Vol. 1022. pp. 126–132.
27. Popova A. N., Klimeikov B. D., Grabovskiy A. K. Mining University's plasma nanotechnology and energy school. *Izvestiya VUZOV. Applied Nonlinear Dynamics*. 2021. Vol. 29, No. 2. pp. 317–336.
28. Pryakhin E. J., Ligachev A. E., Kotobov Y. R. et al. Assessment of the thermal effect on the surface of metal structural materials on the stability of laser — induced code readability. *Materials Science Forum*. 2021. Vol. 1040. pp. 47–54.
29. Popova A. N., Kison V. E., Sukhomlinov V. S., Mustafaev A. S. Development of New Plasma Technology Method in Synthetic Materials. *Materials Science Forum*. 2021. Vol. 1040. pp. 87–93.

## Улучшение свойств полимерной эпоксидной матрицы добавками наноксидов алюминия и кремния

УДК [539.61+544.72]:620.3



**В. В. Сызранцев,**  
директор НИЦКП «Нанотехнологии и наноматериалы»,  
канд. физ.-мат. наук,  
эл. почта: [vveliga@mail.ru](mailto:vveliga@mail.ru)

Грозненский государственный нефтяной технический университет  
имени академика М. Д. Миллионщикова,  
Грозный, Россия

Проведено сравнительное исследование упрочнения композитов при внедрении в них наночастиц  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , которые были получены четырьмя разными способами. Анализировали изменения модуля упругости образцов и скорости восстановления дефекта, вызванного вдавливанием четырехугольной алмазной пирамидки по методу Виккерса. Показано, что использование частиц, синтезированных разными методами, при сохранении их химического состава и размера приводит к структурным изменениям в композите.

При допировании в эпоксидную смолу наночастиц  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , полученных разными способами, общая картина упрочнения материала сохраняется, а рост и снижение его модуля упругости происходит при разных их концентрациях.

Анализ процесса восстановления образцов после микровдавливании показал улучшение «залечивания» микродефектов поверхности у модифицированного композита по сравнению с исходным материалом. А при концентрации наночастиц от 0,5 до 2,0 % (в зависимости от метода их синтеза) происходит полное восстановление отпечатка. Кроме того, для восстановления образцов требовалось разное время — от 30 до более 90 с при допировании разными частицами. Описанные структурные изменения композита происходят похожим образом при допировании как наночастиц  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , так и  $\text{SiO}_2$ . Установлено, что наиболее быстрый эффект восстановления обеспечивают наночастицы, полученные пирогенным методом, а замедленный — жидкофазным синтезом. Вероятной причиной такой вариативности упрочняющего эффекта наночастиц является разная активность (сила и состав активных центров) их поверхности, формируемая при разных условиях синтеза. Эта особенность делает затруднительным непосредственное сравнение характеристик композита, вызванных наполнителями, которые получены при разных условиях, хотя и имеют одинаковый химический и структурный состав.

**Ключевые слова:** наноксиды алюминия и кремния, композиты, наночастицы, активные центры поверхности, остаточная деформация, метод Виккерса, структура композита.

**DOI:** 10.17580/tsm.2023.08.06