

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**  
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **15500**

(13) **С1**

(46) **2012.02.28**

(51) МПК

**C 09G 1/02** (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АБРАЗИВНОГО ПОРОШКА-КОМПОЗИТА**

(21) Номер заявки: а 20090763

(22) 2009.05.27

(43) 2010.12.30

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Ковалевский Виктор Николаевич; Григорьев Сергей Владимирович; Жук Андрей Евгеньевич; Ковалевская Анна Викторовна; Корзун Александр Евгеньевич; Шелег Валерий Константинович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) ВУ 10563 С1, 2008.

ВУ а 20070712, 2009.

ВУ 2210 С1, 1998.

ВУ 7136 С1, 2005.

RU 2213118 С1, 2003.

RU 2200771 С2, 2003.

(57)

Способ получения абразивного порошка-композиата, при котором на поверхность частиц высокохромистого железного порошка наносят слой никеля толщиной до 20 нм, смешивают полученный порошок с алмазными кристаллами в высокоэнергетическом агрегате, активируют полученную смесь порошков в плазме тлеющего разряда, наносят на поверхность частиц покрытие из смеси кремния и углерода толщиной 100-160 нм, а затем из алюминия толщиной до 20 нм и осуществляют термообработку порошка-композиата при температуре 850-900 °С.

Изобретение относится к области получения абразивного порошка, обладающего магнитными свойствами, для магнитно-абразивной чистовой обработки (полирования) поверхностей хрупких и твердых материалов (полупроводникового кремния для микроэлектроники и стекол для оптики).

Известен способ получения абразивных зерен [1], который включает дробление композиционного материала, состоящего из отдельных алмазных кристаллов, размещенных в матрице, образованной SiC и Si, до величины зерен не менее 40 мкм с последующей классификацией по размерам. Полученные зерна обладают повышенной статической и динамической прочностью.

Недостаток способа - отсутствие магнитных свойств в абразивных зернах, что неприемлемо для магнитно-абразивной обработки.

Прототипом является способ получения абразивного порошка-композиата, описанного в способе получения абразивного изделия [2], включающем приготовление шихты, содержащей смесь алмазных кристаллов различного размера и высокохромистый железный порошок в количестве 20-60 % от общей массы компонентов шихты, предварительное активирование поверхности частиц в плазме тлеющего разряда, нанесение на частицы покрытия из смеси кремния и углерода толщиной 100-160 нм, формование заготовки и последующую ее термообработку при температуре 650-800 °С.

# ВУ 15500 С1 2012.02.28

К недостаткам способа относятся низкий уровень прочности между ферромагнитными частицами и алмазными кристаллами на этапе формирования пористой заготовки и возможность контакта с железом обрабатываемой поверхности.

Задачей изобретения является получение абразивного порошка-композита с повышенной прочностью между компонентами, в состав которого входят кристаллы алмаза, ферромагнитный материал и никелевая прослойка, позволяющая устранить контакт железа с обрабатываемой поверхностью.

Поставленная задача достигается тем, что на поверхность частиц высокохромистого железного порошка наносят слой никеля толщиной до 20 нм, смешивают полученный порошок с алмазными кристаллами в высокоэнергетическом агрегате, активируют полученную смесь порошков в плазме тлеющего разряда, наносят на поверхность частиц покрытие из смеси кремния и углерода толщиной 100-160 нм, а затем из алюминия толщиной до 20 нм и осуществляют термообработку порошка-композита при температуре 850-900 °С.

Авторами экспериментально установлено, что активация плазмой тлеющего разряда поверхности частиц порошка (~20 мкм) феррохромового сплава ПХ30 в вакуумной магнетронной системе с последующим нанесением слоя Ni толщиной до 20 нм повышает пластичность приповерхностных слоев, предотвращает взаимодействие между железом и SiC. Выявлено, что покрытия 10-20 нм обеспечивают стабильное покрытие по всей поверхности частиц. Смешивание покрытых никелем порошков ПХ30 с порошками алмаза марки АСМ 1/0,1 в смесителе вакуумной камеры магнетрона способствует уносу из камеры сверхтонкого порошка алмаза. Поэтому смешивание осуществляли в футерованном полиуретаном высокоэнергетическом агрегате, например активаторе, аттриторе или вибрационной мельнице, что приводит к взаимодействию по типу механического легирования путем внедрения в пластичную прослойку никеля пластинок - кристаллов алмаза. Полученные частицы-композиты обрабатывают в плазме тлеющего разряда и наносят покрытие в виде конденсата из кремния и углерода толщиной 100-160 нм путем распыления композиционного катода из кремния и графита или последовательным нанесением чередующихся слоев углерода и кремния. Объемная доля кремния и углерода в покрытии должна соответствовать объему элементарных ячеек Si + C и = SiC. Известно, что для получения SiC необходимо, чтобы  $Si = 1,37C$ . На полученное покрытие наносят защитный слой алюминия, контакт которого с воздухом приводит к образованию  $Al_2O_3$  толщиной 4 нм. Последующий отжиг при температуре 850-900 °С приводит к реакционному спеканию в покрытии в твердой фазе с образованием  $Si + C = SiC$ , что сопровождается уменьшением объема покрытия, возникновением сжимающих остаточных напряжений, которые релаксируются в слое Ni. Алюминиевый слой при температуре 850-900 °С разрушает за счет термического расширения при нагреве слой  $Al_2O_3$  и частично испаряется с поверхности слоя SiC, и частично растворяется в SiC, повышая вязкость разрушения покрытия.

Заявляемый способ обеспечивает получение на частицах ПХ30 с внедренными частицами алмаза слоистого нанопокрyтия Ni-SiC, что формирует порошки-композиты для магнитно-абразивной обработки.

Примеры реализации.

## Пример 1

На магнетронном распылительном устройстве осуществляли активацию поверхности высокохромистого железного порошка ПХ30 с размером до 20 мкм путем обработки в плазме тлеющего разряда (плазмирующий газ - аргон) в режимах:  $U = 1250$  В,  $I = 0,15$  А, время 300 с. На активированную поверхность частиц наносили слой никеля толщиной до 20 нм в режимах:  $U = 700$  В,  $I = 1,15$  А, давление  $P = 0,30$  Па, время 1800 с. Покрытые никелем частицы порошка ПХ30 смешивали с алмазными кристаллами марки АСМ 1/0,1 (ГОСТ 9206-80) со средним размером частиц 0,5 мкм в высокоэнергетическом агрегате (активаторе) в течение 3 часов. Полученную смесь порошков активировали в плазме тле-

# BY 15500 C1 2012.02.28

ющего разряда и наносили покрытие из смеси атомов кремния и углерода толщиной 100-160 нм распылением комбинированного катода (кольцевой катод из кремния с наружным диаметром 116 мм, внутренним - 70 мм, катод из графита - диаметром 70 мм) в режимах:  $U = 650$  В,  $I = 0,6$  А, давление  $P = 0,3$  Па и расстояние от катода  $L = 150$  мм. Для защиты от окисления порошков-композитов в процессе длительного хранения и транспортировки наносили слой оксида алюминия толщиной 20 нм в режимах:  $U = 700$  В,  $I = 0,95$  А, давление  $P = 0,30$  Па (рабочий газ - кислород), время 600 с. Полученный абразивный порошок-композит отжигали в вакууме при температуре 850 °С. Конечное изделие (абразивный порошок-композит) состояло из частиц высокохромистого железного порошка, покрытого слоем никеля, с внедренными кристаллами алмаза, со слоистым покрытием на основе карбида кремния ( $\alpha$ -SiC), обладающего высокими абразивными свойствами.

## Пример 2.

Изготавливали порошок-композит аналогично примеру 1, только наносили слой алюминия толщиной 80 нм с рабочим газом аргоном при давлении  $P = 0,5$  Па, а для формирования карбида кремния последовательно наносили слои углерод-кремний-углерод с толщиной слоев, обеспечивающих соотношение  $Si = 1,37C$  исходя из объемного соотношения элементарных ячеек кремния, углерода и карбида кремния. Термообработку осуществляли при температуре 900 °С.

Экспериментальные исследования по использованию полученных порошков-композитов в установке для магнитно-абразивной обработки поверхности полупроводникового кремния показали, что величина микронеровностей на обрабатываемой поверхности не превышает 10 нм.

Заявляемые абразивные порошки-композиты могут найти широкое применение при обработке изделий из полупроводникового кремния на заводе "Камертон" ОАО "Интеграл".

Источники информации:

1. Патент РФ 9711518, МПК В 24В 18/00, 1999.
2. Патент BY 10563, МПК В 24В 17/00, 2005.