

УДК 539.23

## ГИДРОФИЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ ОКСИДОВ, НИТРИДОВ ТАНТАЛА И АЛЮМИНИЯ

Петровская А.С.<sup>1</sup>, Мельникова Г.Б.<sup>1</sup>, Кузнецова Т.А.<sup>1,2</sup>, Лапицкая В.А.<sup>1,2</sup>, Чижик С.А.<sup>1,2</sup>, Зыкова А.В.<sup>3</sup>, Сафонов В.И.<sup>3</sup>, Трухан Р.Э.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ГНУ «Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси» Минск

<sup>2</sup>Белорусский национальный технический университет

Минск, Республика Беларусь

<sup>3</sup>Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина

Харьков, Украина

**Аннотация.** Исследован гидрофильно–гидрофобный баланс одно- и двухслойных наноструктурированных покрытий оксидов и нитридов тантала (V) и алюминия методами неподвижной капли и атомно-силовой микроскопии. Установлено, что наименьшие значения краевого угла смачивания  $92,6^\circ$  и удельной поверхностной энергией  $\gamma_1 0,17$  мДж/м<sup>2</sup> зафиксированы у пленки Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Для покрытий на основе алюминия характерны более высокие гидрофобные свойства. Так, краевой угол смачивания AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> составил  $100,9^\circ$ .

**Ключевые слова:** алюминий, гидрофильно-гидрофобный баланс, наноструктурированные покрытия, сила адгезии, тантал.

## HYDROPHILIC PROPERTIES OF NANOSTRUCTURED COATINGS OF OXIDES AND NITRIDES OF TANTALUM AND ALUMINUM

Petrovskaya A.<sup>1</sup>, Melnikova G.<sup>1</sup>, Kuznetsova T.<sup>1,2</sup>, Lapitskaya V.<sup>1,2</sup>, Chizhik S.<sup>1,2</sup>, Zykova A.<sup>3</sup>, Safonov V.<sup>3</sup>, Trukhan R.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of NAS of Belarus

<sup>2</sup>Belarusian National Technical University

Minsk, Republic of Belarus

<sup>3</sup>V.N. Karazin Kharkiv National University

Kharkov, Ukraine

**Abstract.** The hydrophilic – hydrophobic balance of one- and two-layer nanostructured coatings of oxides and nitrides of tantalum (V) and aluminum was studied using atomic force microscopy and sessile drop method. It was found that the smallest values of the contact angle  $92.6^\circ$  and specific surface energy  $\gamma_1 0.17$  mJ/m<sup>2</sup> were recorded for the Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> film. Aluminum-based coatings are characterized by higher hydrophobic properties. Thus, the AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contact angle was  $100.9^\circ$ .

**Key words:** adhesion force, aluminum, hydrophilic-hydrophobic balance, nanostructured coatings, tantalum.

Адрес для переписки: Петровская А.С., ул. П. Бровки, 15, г. Минск 220072, Республика Беларусь

e-mail: agata.petrovskaya@gmail.com

**Введение.** Разработка и создание новых технологий и функциональных покрытий с уникальными свойствами микронной толщины для имплантатов нового поколения является актуальной задачей не только медицины, но и материаловедения [1]. За счет улучшения биосовместимости, биоактивности и антибактерицидности имплантанта можно эффективно решить проблемы остеоинтеграции [2]. Однако формирование покрытий на поверхности имплантатов приводит к изменению поверхностных и структурных свойств материала, в том числе гидрофильно-гидрофобного баланса [3]. Поэтому исследование данных свойств на наноуровне является определенно важным этапом при разработке новых биоматериалов.

**Материалы и методы исследования.** Нанесение однослойных (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TaN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, AlN) и двухслойных (TaN/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и AlN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) нано-

структурированных покрытий осуществлялось методом магнетронного распыления. В качестве подложек использовали предварительно очищенные образцы полированной нержавеющей стали марки AISI 316L.

Немаловажной характеристикой поверхности материала является сила адгезии. Силу адгезии определяли методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на приборе Dimension FastScan в режиме PeakForce QNM (Quantitative Nano Mechanics – количественное наномеханическое картирование). Использовали стандартные кремниевые кантилеверы CSG10\_SS (TipsNano, РФ), с радиусом кривизны острия зонда  $R = 10,38$  нм и константой жесткости консоли  $k = 0,51$  Н/м. Силу адгезии определяли по полученным АСМ-изображениям на области сканирования  $1 \times 1$  мкм с использованием программного обеспечения NanoScopeAnalysis. Величину удельной поверх-

ностной энергии  $\gamma_1$  на границе раздела зонд – образец рассчитывали, учитывая площадь контакта [4]. Методом неподвижной капли определяли краевой угол смачивания ( $\theta^\circ$ ) на приборе DSA 100 E (KRUSS, Германия). Для расчета удельной поверхностной энергии  $\gamma_2$  по значениям  $\theta^\circ$  на поверхность образца наносили две тестовые жидкости – воду и дийодметан. Поверхностную энергию рассчитывали по модели ОБПК (Оунса, Вендта, Рабеля и Кьельбле). В данной модели поверхностное натяжение рассматривается с точки зрения полярной  $\gamma^p$  и дисперсной  $\gamma^d$  составляющих [5].

**Результаты и их обсуждение.** Установлено, что  $Ta_2O_5$  и  $Al_2O_3$  обладают наименьшими значениями силы адгезии ( $F_{adh}$ ) по сравнению с нитридными и двухслойными покрытиями: для  $Ta_2O_5$   $F_{adh}$  составила 8,37 нН, а для  $Al_2O_3$  – 10,99 нН. Данное обстоятельство, вероятно, связано со структурными особенностями пленок: покрытия  $Ta_2O_5$  и  $Al_2O_3$  являются более однородными и обладают самыми низкими значениями среднеквадратичной шероховатости  $R_q$  8,49 нм и 6,75 нм, соответственно.

Согласно данным, полученным методом неподвижной капли, наименьший краевой угол смачивания (табл. 1) характерен для пленки  $Ta_2O_5$  и составляет  $92,6^\circ$ . Значения удельной поверхностной энергии  $\gamma_1$  и  $\gamma_2$  для данной пленки составили  $0,17$  мДж/м<sup>2</sup> и  $36,59$  мДж/м<sup>2</sup>. Различие в значениях поверхностной энергии связано с методологическими особенностями методов – значения силы адгезии, измеренные методом АСМ, оценивают локальные характеристики материала в точке контакта кантилевера с поверхностью образца. В случае определения краевого угла смачивания мы получаем интегральную характеристику поверхности, усредняющую свойства материала в области исследуемой поверхности.

Таблица 1. Значения краевого угла смачивания  $\theta^\circ$  и удельной поверхностной энергии наноструктурированных пленок на AISI 316L методами АСМ ( $\gamma_1$ ) и неподвижной капли ( $\gamma_2$ )

Образец	$\gamma_1$ , мДж/м <sup>2</sup>	$\theta^\circ$	$\gamma_2$ , мДж/м <sup>2</sup>	$\gamma^p$ , мДж/м <sup>2</sup>
$Ta_2O_5$	0,17	92,6	36,59	0,92
TaN	0,20	95,9	33,27	0,71
TaN/ $Ta_2O_5$	0,38	95,1	34,41	0,72
$Al_2O_3$	0,22	100,3	30,56	0,35
AlN	0,32	95,1	46,94	0,03
AlN/ $Al_2O_3$	0,39	100,9	31,92	0,20

Пленки TaN и TaN/ $Ta_2O_5$  на AISI 316L обладают схожими гидрофобными свойствами: значения краевых углов смачивания и удельных поверхностных энергий  $\gamma_2$  различаются незначительно, причем изменения значений последней величины происходят за счет изменения ее дис-

персионной составляющей (табл. 1). Можно сделать вывод о том, что нижний слой (TaN) оказывает влияние на гидрофобные свойства поверхности двухслойной пленки. Значения удельной поверхностной энергии  $\gamma_1$  пленок различаются в 2 раза, что связано с возрастанием  $F_{adh}$  двухслойной пленки по сравнению с однослойным покрытием TaN. Следует отметить, что значение шероховатости поверхности  $R_q$  двухслойной пленки выше по сравнению с однослойной и составляет 16,2 нм, что в свою очередь могло оказать влияние на силу адгезии и, следовательно, поверхностную энергию. Следует отметить, что для танталовых покрытий характерны наиболее высокие значения  $\gamma^p$  по сравнению с алюминиевыми, что свидетельствует о более гидрофильных свойствах поверхности покрытий Ta.

В случае алюминиевых пленок было установлено, что наивысшие значения краевого угла смачивания характерны для  $Al_2O_3$  ( $100,3^\circ$ ) и AlN/ $Al_2O_3$  ( $100,9^\circ$ ), а значения удельной поверхностной энергии пленок изменяются в пределах экспериментальной ошибки. В данном типе покрытий наибольшее влияние на гидрофильно-гидрофобный баланс поверхности двухслойной пленки оказывает верхний слой ( $Al_2O_3$ ). Методом АСМ было зафиксировано изменение поверхностной энергии:  $\gamma_1$  для AlN/ $Al_2O_3$  составило 0,39, что в 1,8 раз больше  $\gamma_1$  для  $Al_2O_3$ . Для пленки AlN характерен более низкий краевой угол смачивания равный  $95,1^\circ$ . Кроме того, пленка AlN обладает максимальным значением поверхностной энергии  $\gamma_2 = 46,94$  мДж/м<sup>2</sup>.

**Заключение.** В результате проведенных исследований было установлено, что наименьшим краевым углом смачивания обладает пленка  $Ta_2O_5$ . Кроме того, напыление  $Ta_2O_5$  в качестве верхнего слоя двухслойной пленки снижает краевой угол смачивания TaN/ $Ta_2O_5$  до  $95,1^\circ$ . В случае покрытий на основе алюминия наблюдается увеличение гидрофобных свойств по сравнению с танталовыми покрытиями. Двухслойное покрытие AlN/ $Al_2O_3$  продемонстрировало наибольшее значение краевого угла смачивания равное  $100,9^\circ$ , а пленка AlN – максимальное значение поверхностной энергии  $\gamma_2 = 46,94$  мДж/м<sup>2</sup>.

**Благодарности.** Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского фонда фундаментальных исследований № T20УКА-030.

#### Литература

1. Механические и триботехнические свойства нитридных и оксинитридных покрытий на основе хрома и циркония, полученных электродуговым испарением / Вархолински Б. [и др.] // Трение и износ. – 2019. – Т. 40, № 2. – С. 209–217.
2. Новиков, С. В. Тонкопленочные покрытия для дентальных имплантатов с минимальной шероховатостью / С. В. Новиков, А. П. Тополянский, П. А. Тополянский // Материалы 18 Международной научно-

практической конференции. – СПб. : Изд-во Политехн. ун-та, 2016. – С. 331–345.

3. Fabrication of tantalum oxide layers onto titanium substrates for improved corrosion resistance and cytocompatibility / G. Xu [et al.] // *Surface & Coatings Technology*. – 2015. – Vol. 272. – P. 58–65.

4. Свириденко, А. И. Механика дискретного фрикционного контакта / А. И. Свириденко, С. А. Чижик, М. И. Петроковец. – Мн. : Наука и техника, 1990. – 272 с.

5. Johnson, R. E. Contact angle, wettability and adhesion / R.E. Johnson, Jr., R. H. Dettre // *Amer. Chem. Soc.* – 1964. – Vol. 43. – P. 112–135.

УДК 621.373.52

### УСТРОЙСТВО КОНТРОЛЯ ЦИКЛА ФОРМИРОВАНИЯ ПРОВОЛОЧНОГО МЕЖСОЕДИНЕНИЯ В АВТОМАТИЧЕСКИХ УСТАНОВКАХ МИКРОСВАРКИ

Петухов И.Б., Кипарин И.Н.

ОАО «Планар-СО»  
Минск, Республика Беларусь

**Аннотация.** Для повышения надежности работы автоматического оборудования монтажа проволочных выводов предложена методика контроля полного цикла присоединения за счет прозвонки полупроводниковой структуры кристалла биполярным сигналом, подаваемым на присоединяемую проволоку при монтаже методом «шарик-клин». Установлено, что предложенная методика позволяет обнаруживать такие дефекты, как обрывы, неприсоединение проволоки к контактным площадкам кристалла или корпуса.

**Ключевые слова:** катушка с золотой (медной) проволокой, капилляр для микросварки, ультразвуковой преобразователь, термозвуковая микросварка «шарик-клин», зажим проволоки.

### CONTROL UNIT FOR THE WIRE INTERCONNECTION FORMING CYCLE IN AUTOMATIC MICRO-BONDING SYSTEMS

Petuhov I., Kiparin I.

OJSC «Planar-SO»  
Minsk, Belarus

**Abstract.** To increase reliability of automatic equipment for wire bonding the method of control full cycle of wire loop forming by checking conductivity of a semiconductor crystal structure with bipolar signal applied to a bonding wire is offered. It is established, that the offered method allows to detect such defects, as breaks, non-connection of a wire to contact pads of a crystal or the case.

**Key words:** spool with gold (copper) wire, capillary for micro-bonding, ultrasonic transducer, thermosonic micro-bonding “ball-wedge”, wire clamp.

Адрес для переписки: Петухов И.Б., пр.Партизанский 2/6, г. Минск 220033, Республика Беларусь  
e-mail: petuchov@kbtm.by

Проволочный монтаж золотой (медной) проволокой методом «шарик-клин» в микроэлектронике является наиболее используемым ввиду его надежности и высокой производительности [1]. В настоящее время производительность процесса достигнута компанией Kulicke and Soffa до 10–16 выводов в секунду [2].

При монтаже проволочных выводов в автоматическом режиме подразумевается, что контроль за качеством и надежностью техпроцесса полностью возложен на управляющую систему автомата присоединения выводов. Контроль может осуществляться как визуально с помощью встроенной системы машинного зрения после обработки прибора на позиции присоединения, так и с помощью специальных сенсоров или устройств контроля, позволяющих своевременно обнаружить дефект в виде отслоения точки сварки или обрыв проволоки в процессе формирования вывода и выдать сигнал сбоя для остановки работы автомата. Такой контроль необходим для исключения воздействия сварочным капилляром

без проволоки (в случае ее обрыва) на контактные площадки кристалла и 100 % определения наличия вывода в цикле монтажа.

Для решения данной задачи предлагается устройство контроля обрыва перемычки (УКОП), основанное на прозвонке структуры кристалла биполярным сигналом, подаваемым на присоединяемую проволоку, которая, в свою очередь должна быть механически изолирована от корпуса (земли) автомата. Принцип работы устройства контроля поясняется на рис. 1.

Вход устройства контроля присоединен к зажиму проволоки, выполненного из металлических пластинок (губок), за счет чего обеспечивается электрический контакт проволоки с устройством контроля. Присоединяемая проволока сматывается с катушки и пропускается через керамический капилляр, под торцем которого формируется в начале цикла присоединения оплавленный шарик. В цикле образования межсоединения первая точка начинается с присоединения шарика к контактной площадке кристалла,