

infrared radiation thermometry (Doctoral thesis, National University "Lviv Polytechnic", Lviv, Ukraine).

7. Svet D. Ya. (1982). *Optical methods for measuring the true temperature*. Moscow: Nauka (in Rus.).

Summary. *V.V. Savina, N.V. Storozhuk. High-speed optical pyrometer calibration.* The paper presents an experiment and a computer model for the high-speed optical pyrometer calibration and describes in detail the method of the experiment. The issue of high-speed pyrometer calibration was high lighted. The calibration curves for the two lamps (spiral lamp 17 V - 170 W and photometric SIRSH 6-40) were obtained as well. The article shows the brightness distribution along the spiral length of one and a tape of other lamp. The etalon calibration by using an optical pyrometer with a disappearing filament has been also done. Moreover, the authors describe the way how to make a computer model, and compare it with the experiment results. According to the experiment results and the computer model data, it can be concluded that the spiral lamp can be used as a standard for the high-speed optical pyrometer calibration by following calibration procedure.

Keywords: optical pyrometry, radiation detectors, photodiode, calibration, spiral lamp.

Одержано редакцією 29.08.2016

Прийнято до друку 28.09.2016

УДК 621.762:669.715.29

PACS 66.30.-h:, 81.05.bx:, 68.35.fx, 64.70.kd,
82.40.ck, 66.30.Ny

С. І. Дерев'янюк, В. М. Тютенко, Я. Д. Король, Ю. О. Ляшенко

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ПОВЕРХНЕВОЇ МЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ ТЕРТЯМ ЗА ТЕХНОЛОГІЄЮ SMAT НА ВЛАСТИВОСТІ ЕЛЕКТРООСАДЖЕНИХ ПРОШАРКІВ МІДІ

В роботі описано технологію поверхневої механічної обробки тертям (SMAT – технологію) та конструктивні особливості створеного пристрою для її здійснення на експериментальних зразках. SMAT – технологія обробки поверхні матеріалів полягає у швидкісному бомбардуванні поверхні металів та сплавів кульками малих розмірів. Така обробка призводить до подрібнення приповерхневих зерен до нанорозмірів, що істотно впливає на властивості поверхневого шару матеріалу, а саме зміну його структурного та фазового складу. В роботі проведено експериментальне дослідження релаксації поверхневих прошарків електролітично осаджених прошарків міді на мідних підкладах з аналізом структурного стану оброблених за технологією SMAT поверхонь засобами рентгенівського дифракційного аналізу. Проведено вимірювання мікротвердості поверхневих прошарків, що характеризують вплив SMAT обробки на стан мідних полікристалічних прокатаних пластин та електроосаджених прошарків.

Ключові слова: наноструктурні матеріали, інтенсивна пластична деформація, поверхнева механічна обробка тертям, електролітично осаджені прошарки міді, твердофазні реакції.

Вступ

Наноструктурні матеріали характеризуються особливим структурно-фазовим складом, що визначає їх нові технологічні властивості порівняно з полікристалічними матеріалами. Останнім часом розроблено методи отримання наноструктурних матеріалів шляхом інтенсивної пластичної деформації (ІПД) [1, 2]. Промислове використання матеріалів, отриманих методами ІПД, не завжди виправдане через низьку ефективність процесу, обмежену кількість отриманого матеріалу і неоднорідність його структури [2]. Отримання наноструктурованих поверхневих прошарків можливе за застосування ультразвукової ударної обробки бійками [3] або за методом поверхневої механічної обробки тертям (технології SMAT – Surface Mechanical Attrition Treatment) [4-7]. Оброблені за технологією SMAT металеві матеріали мають підвищені механічні та трибологічні характеристики. Технологія SMAT заключається у швидкісному бомбардуванні поверхні металів та сплавів металевими кульками (~3мм). Така обробка призводить до подрібнення приповерхневих зерен до нанорозмірів, що істотно впливає на структурно-фазовий склад матеріалу. Після поверхневої механічної обробки за технологією SMAT спостерігається збільшення твердості (у 2-3 рази), еластичності (у 6 разів), зносостійкості (на 21%) зразків.

Метою роботи є відпрацювання методики SMAT для механічної обробки поверхні електроосадженої міді та дослідження впливу SMAT на мікроструктуру поверхневих прошарків міді.

1. Отримання пластично деформованих за SMAT технологією поверхонь електроосадженої міді

Підготовка та дослідження зразків: шліфування та полірування пластинок полікристалічної прокатоної міді, електроосадження міді, термічний відпал зразків, для аналіз зразків застосовувались: рентгенівський дифрактометр ДРОН-2, вакуумний пост ВУП-4, мікротвердомір ПМТ-3. В роботі проведено опис розробленої експериментальної установки для поверхневої механічної обробки тертям (SMAT – технології), принципова схема якої зображена на Рис.1 а.

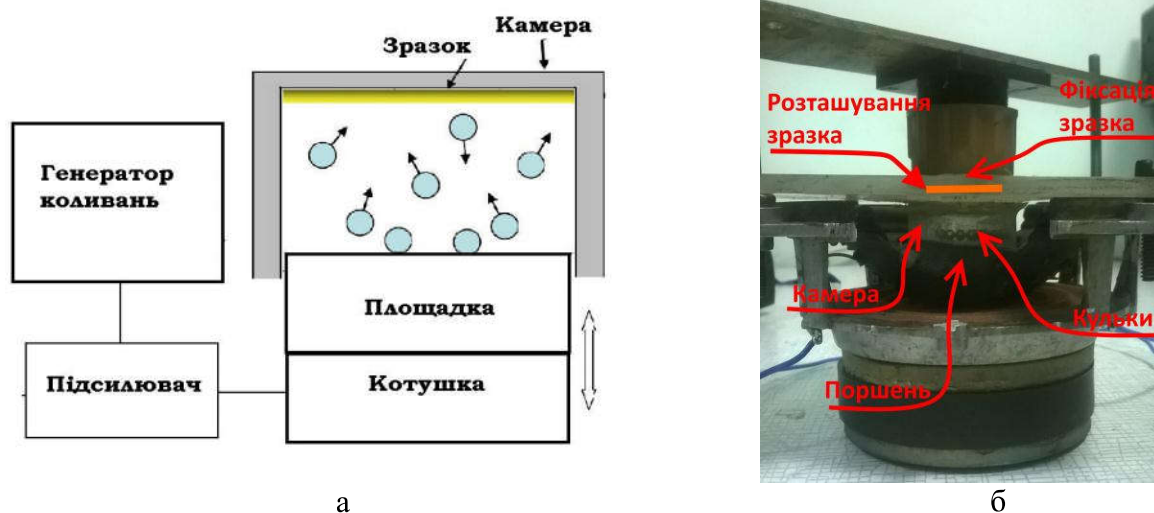


Рис. 1. а – принципова схема пристрою для SMAT обробки поверхні;
б – зображення виконуючого пристрою.

В ролі генератора коливань нами використано електромеханічний коливальний механізм рупорного гучномовця потужністю 10 Вт (Рис. 1 б). Частота коливань задається генератором звукових коливань (в діапазоні частот сигналу 30-20000 Гц) через підсилювач потужності з низьким вихідним опором. В центрі діафрагми

закріплено поршень діаметром 24 мм. Камера виконана з тонкостінної трубки. В пристрої для SMAT обробки в ролі робочого тіла використовуються кульки з нержавіючої, немагнітної сталі, з гладкою поверхнею стандарту AISI 304L та діаметром 3.175 мм. Камера, зразок, магніт під час обробки нерухомі, лише котушка разом з закріпленою на ній площадкою коливаються вздовж вертикальної осі. Пристрій для SMAT обробки має невеликі розміри, що дозволяє розміщувати його під ковпаком вакуумного посту для проведення обробки у вакуумі, аргоні тощо.

2. Результати дослідження зразків міді після SMAT обробки

Перед осадженням міді на мідні пластинки розмірами 13*13 мм останні були відшліфовані та відполіровані. Після цього пластинки було підготовлено для електроосадження за наступним алгоритмом (Табл. 1)

Таблиця 1

Етапи обробки зразків підкладок

№	Операція	Матеріал	C, г/100мл	t, °C	t, хв
1	Знежирювання	H ₂ SO ₄	4	50	2-4
2	Промивання	Водна ванна		50	1-5
3	Підтравлювання	H ₂ SO ₄	2	40	0,3-1
4	Каскадна промивка	Проточна вода		20	1-5
5	Активація	H ₂ SO ₄	10	25	0,3-1

На процес електролітичного осадження мідного прошарку суттєвий вплив спричиняють хімічний склад електроліту, кислотність електролітичної ванни, густина електричного струму, температура підкладки та інше. Для проведення електроосадження міді на мідні пластинки було підготовлено електроліт наступного складу: 80% масової частки складала дистильована вода, 16% масової частки – мідний купорос та 4% масової частки – сірчана кислота. В якості катоду використовувалась мідна пластина, на аноді закріплювався необхідний зразок. Відстань між катодом і анодом була фіксована – 3 см. Електроліт мав температуру 20 °C. Під час електроосадження використовувались такі параметри електричного джерела: напруга 1,5 В, сила струму 0,04 А, що дозволяло отримати густину струму 0,0247 А/см².

Для експерименту виготовлено зразки чотирьох типів: 1 - полірована пластина Cu; 2 - полірована пластина Cu, що оброблена за технологією SMAT; 3 - полірована пластина Cu з шаром електроосадженого Cu; 4 - полірована пластина Cu з шаром електроосадженого Cu, оброблена за технологією SMAT.

Дослідження мікротвердості поверхневих прошарків міді (див. Рис. 2) проводилось за допомогою мікротвердоміра ПМТ-3 за таких значень навантажень індентора: 50, 100 та 200 грам. Було встановлено, що максимальну мікротвердість має зразок 1, що визначається фізичними характеристиками прокатоної полікристалічної міді та її попередньою поверхневою обробкою (див. Табл. 1). Зразок 2 має дещо нижчі значення мікротвердості оскільки обробка за SMAT технологією пластично деформує поверхню пластини міді. Найменші значення мікротвердості були отримані в зразку 3, оскільки при електроосадженні ми отримуємо прошарок міді менш щільний ніж полірована пластина зразка 1, який виготовлено прокатним способом. Зразок 4 має значення поверхневої мікротвердості більше ніж у зразка 3 і в деяких випадках досягає значень у зразка 1, що можна пояснити особливостями обробки за SMAT технологією,

що включає биття кульками та локальні пластичні деформації. Також спостерігається збільшення значень величини мікротвердості при збільшенні навантаження індентора, що обумовлено, на нашу думку, впливом підкладки – прокатої пластинки міді.

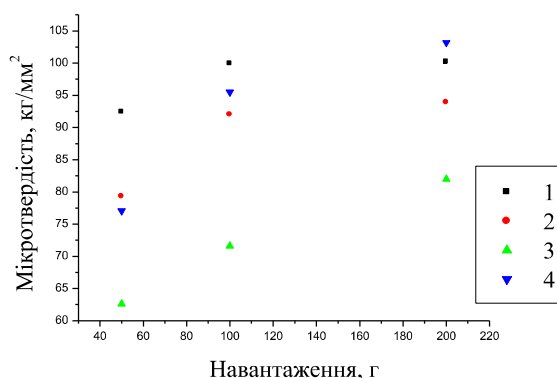


Рис. 2. Значення мікротвердості для чотирьох типів зразків (пояснення в тексті).

Зразки прокатої мідної пластини as received, пластини з механічно обробленою методом SMAT поверхнею, електролітично нанесеним прошарком міді та такі ж зі SMAT – обробкою були досліджені методом рентгеноструктурного аналізу на рентгендифрактометрі ДРОН-2.0 у монохроматичному FeK_α -випромінюванні. На Рис. 3 представлено дифрактограми вихідної мідної пластини (№1) та мідної пластини, обробленої методом SMAT (№2) у порівнянні з дифрактограмою відпаленого порошку міді у якості еталону (зразок №3). Видно, що характерна аксіальна текстура прокатки $\langle 220 \rangle$ вихідного зразка зникає після SMAT-обробки і дифрактограма стає подібною до дифракційного розподілу полікристалічної міді. При цьому слід зазначити, що дифракційну картину формує приповерхневий прошарок товщиною кілька мікрон, тому розподіл текстур по товщині зразку потребує окремого дослідження. На даному етапі встановлено, що зворотній бік пластини товщиною 1мм зберігає вихідний структурний стан.

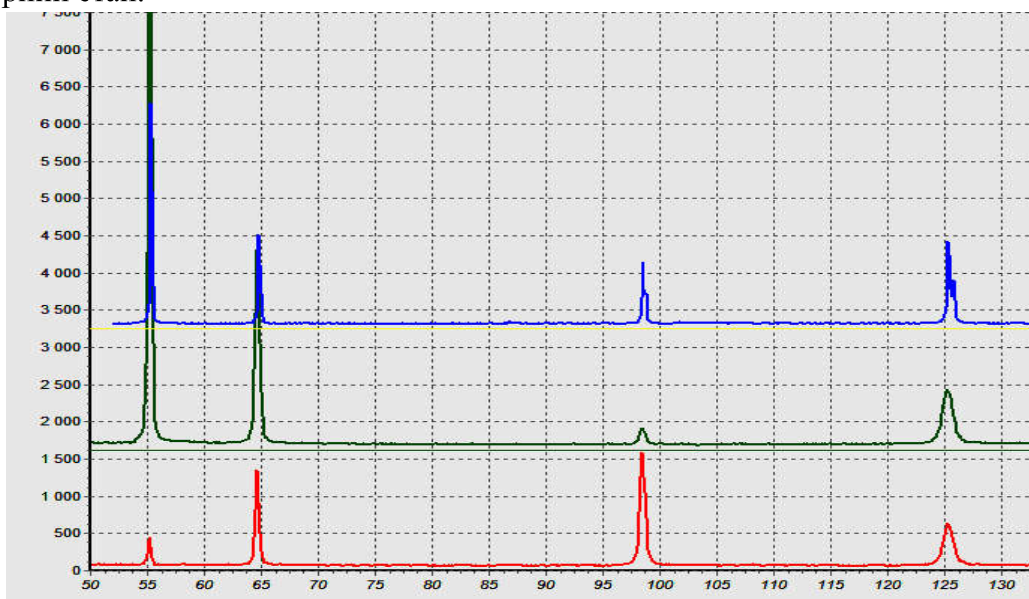


Рис. 3. Дифрактограми зразків №1, №2 (знизу до верху) у порівнянні з дифрактограмою порошку міді №3. По горизонтальній осі – кут дифракції 2θ , по вертикальній – інтенсивність I , с^{-1} .

Далі, із застосуванням електролітичного осадження за постійної напруги, на поверхню зразку мідної пластини був нанесений прошарок міді товщиною 70мкм. Як видно з дифрактограм на Рис. 4, електролітично осаджений прошарок міді складають мікрокристали з переважною орієнтацією атомних площин (220) паралельно поверхні зразка (див. дифрактограму №2 на Рис. 4). Після механічної SMAT-обробки отриманого електролітично осадженого прошарку міді за методикою SMAT аксіальна текстура <220> зникає і приповерхневий шар переходить у полікристалічний стан.

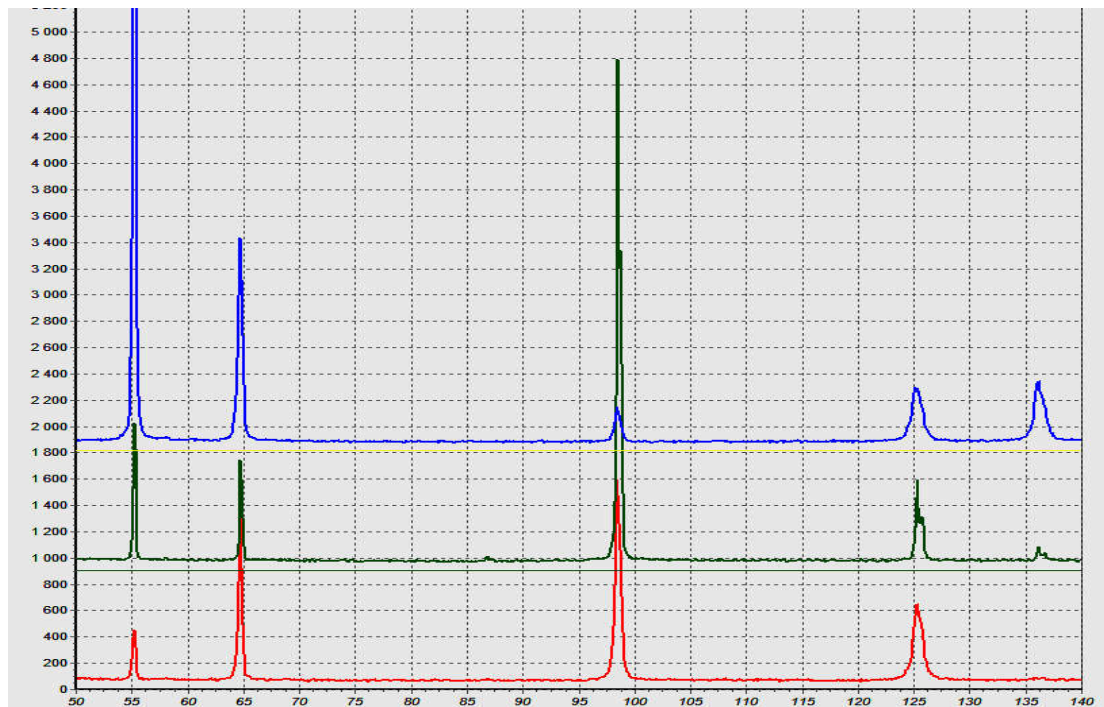


Рис. 4. Дифрактограми (знизу доверху) вихідного зразку міді, електролітичного осаду міді та зразку з прошарком електролітично осадженої міді після SMAT –обробки.

По горизонтальній осі – кут дифракції 2θ ,
по вертикальній осі – інтенсивність I , с^{-1} .

Висновки

В роботі описано створену експериментальну установку для механічної обробки за технологією SMAT поверхонь полікристалічної та електроосадженої міді. Проведено вимірювання мікротвердості поверхневих прошарків, що характеризують вплив SMAT обробки на стан мідних полікристалічних прокатаних пластин та електроосаджених прошарків міді на них.

Також приведено результати рентгенівського дифракційного аналізу оброблених за допомогою технології SMAT поверхневих прошарків міді.

Досліджено дифрактограми вихідної мідної пластини та мідної пластини, обробленої методом SMAT у порівнянні з дифрактограмою відпаленого порошку міді у якості еталону. Показано, що характерна для приповерхневого прошарку міді аксіальна текстура прокатки <220> вихідного зразка зникає після SMAT-обробки і дифрактограма стає подібною до дифракційного розподілу полікристалічної міді.

Також із застосуванням електролітичного осадження за постійної напруги, на поверхню зразку мідної пластини був нанесений прошарок міді товщиною 70мкм. Встановлено, що електролітично осаджений прошарок міді складають мікрокристали з

переважною орієнтацією атомних площин (220) паралельно поверхні зразка. Після механічної SMAT-обробки отриманого електролітично осадженого прошарку міді за методикою SMAT аксіальна текстура <220> зникає і приповерхневий шар переходить у полікристалічний стан.

Актуальним є дослідження не лише утворення поверхневого модифікованого прошарку електроосадженої міді при застосуванні технології SMAT, а й вивчення процесів фазоутворення та дифузійної релаксації фаз за дифузійної взаємодії в системі мідь – олово.

Подяки

Робота виконана в рамках держбюджетної теми МОН України.

Список використаної літератури:

1. Мазилкин А. А. Структурные изменения в алюминиевых сплавах при интенсивной пластической деформации / А. А. Мазилкин, Б. Б. Страумал, С. Г. Протасова // ФТТ, – 2007. – Т. 49. – С. 824-829.
2. Wang, J. T. Heterogeneity and anisotropy in properties of copper processed by equal channel angular pressing / J. T. Wang, Z. Z. Du, F. Kang, G. Chen // Materials Science Forum, – 2006. – Vol. 503-504. – P. 663-668.
3. Прокопенко Г. І. Зміна мікротвердості алюмінієвого сплаву Д16 після ультразвукової ударної обробки / Г. І. Прокопенко, С. М. Волошко, І. Є. Котенко, А. П. Бурмак // Наукові вісті НТУУ "КПІ", – 2009. – № 3. – С. 42-46.
4. Lu K. Surface nanocrystallization (SNC) of metallic materials-presentation of the concept behind a new approach / K. Lu, J. J. Lu // Mater. Sci. Technol, – 1999. – Vol. 15, № 3. – P. 193-197.
5. Lu K. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment / K. Lu, J. Lu // Materials Science and Engineering: A, – 2004. – Vol. 375-377. – P. 38-45
6. Zhang Y. S. Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of pure copper / Y. S. Zhang, Z. Han, K. Wang, K. Lu // Wear, – 2006. – Vol. 260, P. 942-948
7. Chan H. Development of surface mechanical attrition treatment (SMAT) and electrodeposition process for generating nanostructured materials and study of their tensile properties / H. Chan // The Hong Kong Polytechnic University, – 2010. – 21. – p. 190.
8. Blonde R. Evolution of texture and microstructure in pulsed electro-deposited Cu treated by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) / R. Blonde, H. Chan, N. Allain-Bonasso, B. Bolle, T. Grosdidier, J. Lu // Journal of Alloys and Compounds, – 2010. – Vol. 504. – P. 410-413
9. Chen C. Vertical interconnects of microbumps in 3D integration / C. Chen, D. Yu, K. N. Chen // MRS Bulletin, – 2015. – Vol. 40 (3), – P. 257-263.
10. Li J. F Interfacial reaction in Cu/Sn/Cu system during the transient liquid phase soldering process / J. F. Li, P. A. Agyakwa, C. M. Johnson // Acta Materialia, – 2011. – Vol. 59(3). – P. 1198-1211.

References

1. Mazilkin A. A., Straumal B. B., Protasova S. G. (2007) *Strukturnyie izmeneniya v alyuminiyevyih splavah pri intensivnoy plasticheskoy deformatsii*. FTT, 49. 824-829 (in Rus).
2. Wang J. T., Du Z. Z., Kang F., Chen G. (2006) Heterogeneity and anisotropy in properties of Copper processed by equal channel angular pressing. *Materials Science Forum*, 503-504, 663-668.

3. Prokopenko G. I., Voloshko S. M., Kotenko I. E., Burmak A. P. (2009) *Zmina mikrotverdosti alyuminievogo splavu D16 pislya ultrazvukovoyi udarnoyi obrobki*. Naukovi visti NTUU "KPI", 3, 42-46.
4. Lu K., Lu J. (1999). Surface nanocrystallization (SNC) of metallic materials- presentation of the concept behind a new approach. *J Mater Sci Technol*, 15, 193.
5. Lu K., Lu J. (2004) Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment. *Mat. Sci. Eng.: A*, 375-377, 38-45.
6. Zhang Y. S., Han Z., Wang K., Lu K. (2006) Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of pure copper. *Wear* 260, 942-948.
7. Chan H. (2009) Development of SMAT and electrodeposition process for generating nanostructured materials and study of their tensile properties. *The Hong Kong Polytechnic University*. 21, 190.
8. Blonde R., Chan H., Allain-Bonasso N., Bolle B., Grosdidier T., Lu J. (2010) Evolution of texture and microstructure in pulsed electro-deposited Cu treated by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Journal of Alloys and Compounds*. 504, 410-413
9. Chen C., Yu D., Chen K. N. (2015). Vertical interconnects of microbumps in 3D integration. *MRS Bulletin*, 40(03), 257-263
10. Li J. F., Agyakwa P. A., Johnson C. M. (2011). Interfacial reaction in Cu/Sn/Cu system during the transient liquid phase soldering process. *Acta Materialia*, 59(3), 1198-1211.

Summary *S. I. Derevyanko, V. M. Tyutenko, Ya. D. Korol, Yu. O. Lyashenko* **The influence of friction surface machining technology SMAT on properties of electrodeposited copper layers.** This paper describes an experimental setup for SMAT treatment of surfaces of polycrystalline and electrodeposited copper. The impact of the SMAT treatment on the surface condition of the cold-rolled copper plates and electrodeposited Cu films was demonstrated by the micro hardness measurements. The XRD measurements of the elaborated surfaces was also performed.

Diffraction patterns of the initial cold-rolled copper and the same copper plate processed by SMAT were compared with diffraction patterns of the annealed copper powder. It was shown that the axial $\langle 220 \rangle$ texture, which is characteristic for the surface layer of the rolled copper disappears after SMAT-processing and diffraction pattern becomes similar to the diffraction pattern of the polycrystalline copper.

The same phenomena was observed for the SMAT-processed electroplated copper layers with a thickness of 70 μm . It was found that electroplated copper layer consists of microcrystals with principal (220) orientation of the atomic planes parallel to the sample surface. This axial texture disappears after SMAT-processing and electroplated surface layer demonstrates properties of polycrystalline copper.

Keywords: Nanostructure metals, intensive plastic deformation, surface mechanical attrition treatment (SMAT), electroplated copper, solid phase reactions.

Одержано редакцією 18.08.2016

Прийнято до друку 20.09.2016