

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**  
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ

(19) **ВУ** (11) **6030**

(13) **С1**

(51)<sup>7</sup> **С 23С 14/28**



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ  
АЛМАЗОПОДОБНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК**

(21) Номер заявки: а 20000688

(22) 2000.07.18

(46) 2004.03.30

(71) Заявитель: Республиканское алмазо-  
обрабатывающее унитарное предпри-  
ятие "Гомельское ПО "Кристалл"  
(ВУ)

(72) Авторы: Старовойтов Александр Семе-  
нович; Зайцев Валентин Алексеевич;  
Шершнев Евгений Борисович; Шалу-  
паев Сергей Викентьевич; Федосенко  
Николай Николаевич; Шолох Влади-  
мир Федорович; Никитюк Юрий Ва-  
лерьевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Республиканское  
алмазообрабатывающее унитарное пред-  
приятие "Гомельское ПО "Кристалл"  
(ВУ)

(57)

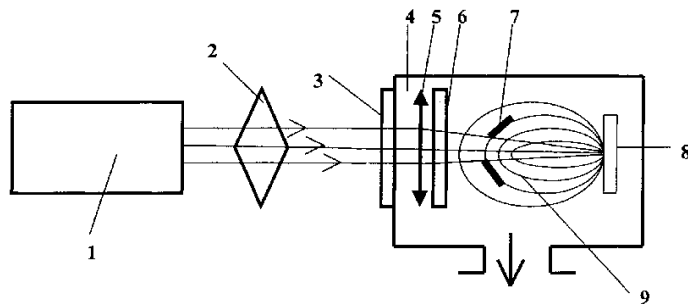
Способ получения алмазоподобных углеродных пленок путем воздействия лазерным излучением на графитовую мишень в условиях высокого вакуума и осаждения испаряемого материала мишени, **отличающийся** тем, что лазерное излучение формируют в цуг сверхкоротких импульсов-пиков с регулярным временным распределением интенсивности, а осаждение испаряемого материала мишени производят на предварительно нанесенный на подложку слой вольфрама, молибдена или титана.

(56)

JP 11229124 A, 1999.

JP 60194067 A, 1985.

EP 0406871 A2, 1991.



# ВУ 6030 С1

Изобретение относится к технологии получения тонких алмазоподобных углеродных пленок путем лазерного испарения графита в высоком вакууме и может быть использовано для получения упрочняющих и защитно-декоративных покрытий, обладающих высокой механической твердостью и износостойкостью.

Известен способ выращивания алмазных пленок, включающий воздействие светового излучения определенной длины волны на исходные вещества и подложку. При этом исходные вещества в условиях высокого вакуума направляют на подложку в виде молекулярных пучков, облучение которых осуществляют на расстоянии от поверхности подложки не превышающем длины свободного пробега молекул исходных веществ (см. патент РФ 2023325, м.кл. Н 01L 21/268, опубл. 15.11.94, бюл. № 21.)

Данный способ обеспечивает получение алмазоподобных углеродных пленок с заданным составом, необходимой последовательностью и толщиной слоев с разным типом проводимости и резкой границей между слоями.

Однако этот способ не пригоден для получения однородных алмазоподобных углеродных пленок на крупных деталях, имеющих линейные размеры более 10 см.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому является способ получения алмазоподобных углеродных пленок путем воздействия лазерным излучением на графитовую мишень в условиях высокого вакуума и осаждения испаряемого материала мишени (см. заявка ЕПВ № 0406871, м.кл. С 23С 14/28, опубл. РЖ ИСМ 1992, вып. 49, № 1, с. 10.) В известном способе на мишень воздействуют импульсным лазерным излучением с частотой следования импульсов  $f = 25$  Гц и длительностью импульса  $\tau = 16$  нс. Характерной чертой использованного излучения является нерегулярность структуры импульсов во времени по величине относительной интенсивности в пиках импульсов. При этом пучок испаренного материала, образующего эрозионный факел, ограничивают в пределах заданного телесного угла с помощью специальной защитной пластины, позволяющей проводить сепарацию ионов лазерного эрозионного факела по энергиям. На поверхности подложки возникают лишь локальные участки осаждаемого материала, что значительно сужает область применения способа, так как не позволяет наносить покрытия на детали больших типоразмеров в едином технологическом цикле.

Техническая задача, решаемая заявляемым изобретением, заключается в получении защитных алмазоподобных углеродных пленок, отличающихся:

повышенным содержанием алмазоподобной фазы (~ 85 %);

равномерным распределением покрытия на большой площади поверхности подложки; высокой адгезионной прочностью соединения пленки с материалом подложки.

Техническим результатом, достигаемым заявляемым способом, является:

значительное (на несколько порядков выше обычного) увеличение значения плотности мощности лазерного излучения;

обеспечение высокой прочности адгезионного соединения в системе алмазоподобная пленка

подложка за счет образования устойчивых химических связей углерода и вещества подложки.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе получения алмазоподобных углеродных пленок путем воздействия лазерным излучением на графитовую мишень в условиях высокого вакуума и осаждения испаряемого материала мишени, согласно изобретению, лазерное излучение формируют в цуг сверхкоротких импульсов - пачек с регулярным временным распределением интенсивности, кроме того, осаждение испаряемого материала мишени производят на предварительно нанесенный на подложку слой вольфрама, молибдена или титана.

Сущность изобретения заключается в следующем.

Действие лазерного излучения на мишень приводит к образованию на ее поверхности эрозионного факела, состоящего из частиц испаренного материала мишени. Эрозионный

# ВУ 6030 С1

факел, взаимодействуя с подложкой, приводит к образованию термолизованной области, внутри которой формируются зародыши конденсации алмазоподобной фазы и реализуются условия перенасыщения, необходимые для эффективного формирования пленки. Структура и время существования термолизованной области, а также энергетическое распределение испаренных частиц мишени, из которых состоит эрозионный факел, напрямую зависят от параметров лазерного излучения: профиля импульса, плотности мощности энергии в импульсе, длительности импульса. При воздействии на мишень импульсом лазерного излучения состав эрозионного факела неоднородный. Он включает парогазовую фазу материала мишени и "кластеры", наличие которых обусловлено "брызговым эффектом", т.е. выносом крупных осколков материала мишени в зону эрозионного факела. Присутствие кластеров приводит к разрушению ими поверхности образующейся алмазоподобной углеродной пленки. В таком режиме испарения происходит лишь частичная ионизация вещества мишени, не приводящая к эффективному образованию алмазоподобной фазы в составе покрытия.

Кроме того, при воздействии импульсом лазерного излучения время существования образовавшейся термолизованной области оказывается существенно меньше длительности импульса, что приводит к ее быстрому разрушению и как следствие к снижению эффективности пленкообразования и ухудшению прочности адгезии с подложкой.

Воздействие лазерным излучением, сформированным в цуг сверхкоротких импульсов - пиков с равномерным временным распределением интенсивности, приводящим к существенному росту плотности мощности лазерного излучения, способствует повышению однородности состава плазмы эрозионного факела и приводит к подавлению "брызгового эффекта". Кроме того, регулярное периодическое воздействие отдельных импульсов увеличивает время существования термолизованной области, которое в этом случае определяется длительностью сформированного цуга. Высокая энергия ионов испаренного вещества мишени и увеличение времени существования термолизованной области приводит к росту времени эффективного взаимодействия плазмы эрозионного факела с материалом слоя, предварительно нанесенного на подложку. При этом сам процесс взаимодействия условно может быть разбит на два этапа. На первом этапе происходит имплантация отдельных атомов углерода мишени и атомов вещества слоя, предварительно нанесенного на подложку, внутрь материала подложки, что обуславливает повышение прочности адгезионного соединения образующегося покрытия. На втором этапе взаимодействие плазмы эрозионного факела приводит к росту концентрации атомов углерода по всей толщине материала слоя, предварительно нанесенного на подложку, по мере удаления от подложки. На этом этапе использование вольфрама, молибдена или титана в качестве материала слоя, предварительно нанесенного на подложку, позволяет реализовать на поверхности слоя наиболее благоприятные условия для образования устойчивых химических С-С связей, способствующих дальнейшему росту совершенной пленки с повышенным процентным содержанием алмазоподобной фазы.

Заявляемое изобретение направлено на получение алмазоподобных упрочняющих и защитно-декоративных покрытий, обладающих высокой адгезией с материалом подложки.

Заявляемый способ реализуется на установке, приведенной на чертеже, которая включает лазер 1, акустооптический затвор 2, оптический ввод 3, вакуумную камеру 4, формирующий объектив 5, защитное стекло 6, служащее для предохранения оптического ввода от напыления продуктами испаряемого вещества.

Способ получения алмазоподобных углеродных пленок осуществляется следующим образом.

Подложки 7 из выбранного материала (сталь, латунь, медь, кремний, германий, ситалл, кварц, баллас) и графитовую мишень 8 размещают в вакуумной камере 4 и производят откачку давления. Затем на материал подложки наносят слой, например, вольфрама, молибдена или титана. Формируют лазерное излучение в цуг сверхкоротких импульсов -

# ВУ 6030 С1

пичков с регулярным временным распределением интенсивности и воздействуют им на материал мишени. Испаряемый материал 9 мишени осаждают на поверхность подложки со стороны предварительно нанесенного слоя вольфрама, молибдена или титана.

Пример осуществления способа.

Мишень из графита марки ОС-4-7-4 и подложку из ситалла помещали в вакуумную камеру промышленной установки УВН-73 П-2. Расстояние мишень-подложка составляло 15-18 см от мишени. Производили откачку вакуумной камеры до предельного остаточного давления  $P = 5 \cdot 10^{-4}$  Па. На ситалловую подложку известным способом наносили слой титана толщиной 100÷120 нм. Излучение лазера Г-Ои-8-1 с длиной волны  $\lambda = 1,06$  мкм, средней выходной мощностью  $W = 8$  Вт, частотой следования лазерных импульсов  $f = 30$  кГц, формировали затвором акустооптическим МЗ-302 в цуг сверхкоротких импульсов - пичков длительностью  $\tau = 200 \div 300$  нс и воздействовали им на мишень в течение 20-30 мин. Испаренный материал мишени осаждали на поверхность слоя титана на подложке. Все перечисленные операции проводили в едином технологическом цикле без нарушения вакуумирования. При толщине пленки 1200-1300 Å<sup>0</sup> время осаждения составляло 30 мин. Полученные при этом пленки имели следующие характеристики :

содержание алмазоподобной фазы - 85-87 %,

коэффициент трения (пара трения : пленка - сталь ШХ - 15)  $\mu = 0,18 : 0,19$

показатель преломления на длине волны  $\lambda = 6930$  Å,  $n = 2,85 - 2,90$ .