

UDC 669:187.526.001.5

SCOPUS CODE 2501

DOI: <https://doi.org/10.36073/1512-0996-2019-3-98-110>

## სპილენძის ფუბეშრეზე ნიობიუმის და ტანტალის დანაფარების მიღების ტექნოლოგია

- ხატია ანანიაშვილი** მეტალურგის, მასალათმცოდნეობისა და ლითონების დამუშავების დეპარტამენტი, საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი, საქართველო, 0160, თბილისი, მ. კოსტავას 69  
E-mail: kh.ananiashvili@gtu.ge
- მიხეილ ოქროსაშვილი** მეტალურგის, მასალათმცოდნეობისა და ლითონების დამუშავების დეპარტამენტი, საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი, საქართველო, 0160, თბილისი, მ. კოსტავას 69  
E-mail: m.okrosashvili@gtu.ge
- თამარ ლოლაძე** მეტალურგის, მასალათმცოდნეობისა და ლითონების დამუშავების დეპარტამენტი, საქართველოს ტექნიკური უნივერსიტეტი, საქართველო, 0160, თბილისი, მ. კოსტავას 69  
E-mail: t.loladze@gtu.ge

### რეცენზენტები:

**დ. ნოზაძე**, სტუ-ის ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგის ფაკულტეტის პროფესორი

E-mail: d.nozadze@gtu.ge

**ვ. გორდელაძე**, სტუ-ის ქიმიური ტექნოლოგიისა და მეტალურგის ფაკულტეტის ასოცირებული პროფესორი

E-mail: v.gordeladze@gtu.ge

*კვლევა განხორციელდა შოთა რუსთაველის საქართველოს ეროვნული სამეცნიერო ფონდის (SRNSFG) ფინანსური მხარდაჭერით [PHDF-18-736, სპეციალური დანიშნულების ფუბეშრეზე ფუნქციონალური დანაფარების მიღების ტექნოლოგიის შემუშავება]*

**ანოტაცია.** თანამედროვე ეპოქაში აქტუალურია ახალი მასალების შექმნის აუცილებლობის საკითხი. ამ მხრივ საინტერესოა სპილენძის ფუბეშრეზე მნელდნობადი ლითონების – ნიობიუმისა და ტან-ტალის დანაფარების მიღების ტექნოლოგიის შემუშავება საწყისი მასალის ელექტრონული სხივით აორთქლებისა და ორთქლის ნაკადის შემდგომი კონდენსაციის გზით. შევისწავლეთ გრადიენტულ ფუბეშრეზე ფორმირებული დანაფარების მაკრო-

სტრუქტურა, განივი კვეთის მიკროსტრუქტურა, ფაზური შედგენილობა და ფუძემშრესა და კონდენსატის შორის შეჭიდულობის ხარისხი. დადგენილია ფუძემშრის ოპტიმალური ტემპერატურული დიაპაზონები, რომელიც უზრუნველყოფს სპილენძის ფუძემშრესთან დანაფარების საუკეთესო შეჭიდულობას. ნიობიუმის კონდენსატისათვის იგი შეადგენს 300-500°C, ხოლო ტანტალის კონდენსატისათვის – 600-750°C. გამოთვლილია სპილენძის, ნიობიუმისა და ტანტალის კრისტალური მესრების შეუსაბამობის ხარისხი, რის საფუძველზეც გაკეთებულია დასკვნა, რომ სპილენძის ფუძემშრეზე ნიობიუმისა და ტანტალის კონდენსაციის პროცესში ფაზურ შედგენილობაზე, აგრეთვე ფუძემშრესა და დანაფარს შორის ადჰეზიის ხარისხზე არსებით გავლენას ახდენს როგორც კონდენსაციის ტემპერატურა, ისე ფუძემშრისა და კონდენსირებული ფაზების სტრუქტურული და გეომეტრიული ფაქტორები.

**საკვანძო სიტყვები:** აორთქლება და კონდენსაცია; დანაფარი; ელექტრონული სხივი; სპილენძის ფუძემშრე.

## შესავალი

თანამედროვე ეპოქაში ტექნიკური პროგრესისა და, ზოგადად, მანქანათმშენებლობის განვითარების ტემპი მთელი აქტუალურობით აყენებს საკითხს ახალი მასალებისა და ტექნოლოგიების შექმნის აუცილებლობის შესახებ. ხშირად ამ მოთხოვნების დასაკმაყოფილებლად საჭირო ხდება თვისებრივად ახალი თაობის მასალების შექმნა ან არსებულის თვისებების მკვეთრად გაუმჯობესება ერთდროულ-

ლად კონსტრუქციების გეომეტრიის, ფორმის თუ ზედაპირული სტრუქტურისა და თვისებების რადიკალურად შეცვლის გზით, რაც ტრადიციული ტექნოლოგიების გამოყენებით პრაქტიკულად შეუძლებელია.

მანქანა-დანადგარებში, საფრენ აპარატებსა თუ ძრავებში ნაკეთობის ზედაპირს ყველაზე რთულ პირობებში უწევს მუშაობა, რადგან იგი ექსპლუატაციის ადრეულ სტადიაში განიცდის სამუშაო გარემოსა და მასთან კონტაქტში მყოფი დეტალების ზემოქმედებას. ამიტომ მათი მუშაობისუნარიანობის, საიმედოობისა და ხანმედგობის გასაზრდელად აუცილებელი ხდება ზედაპირის საექსპლუატაციო მახასიათებლების გაზრდა. ამ პირობის რეალიზაციის ერთ-ერთი ხერხი ნაკეთობის ზედაპირზე ისეთი სპეციალური დანაფარის დატანაა, რომელიც შედგენილობით, სტრუქტურითა და თვისებებით განსხვავებული იქნება ძირითადი ლითონისაგან.

მრეწველობაში დამცავი დანაფარების დატანის არაერთი მეთოდი გამოიყენება [1-3]. ენერჯის კონცენტრირებულ ნაკადებთან მუშაობის სამეცნიერო და ტექნოლოგიურმა გამოცდილებამ აჩვენა, რომ მასალების დამუშავებისა თუ დანაფარების წარმოებისას განსაკუთრებით ეფექტური ენერჯის წყაროა ელექტრონული სხივი. ელექტრონულ სხივში ენერჯის სიმძლავრისა და კონცენტრაციის დიაპაზონები მნიშვნელოვნად მაღალია – 1 მგვტ და მეტი, რის მიღწავაც შეუძლებელია ლაზერისა და პლაზმის გამოყენების შემთხვევაში. ამასთან, კონდენსატის დასმა შეიძლება პრაქტიკულად ნებისმიერ მასალაზე ფუძემშრესთან საუკეთესო შეჭიდულობისა და რეგულირებადი სტრუქტურისა და თვისებების უზრუნველყოფით. აქედან გამომდინარე,

სპეციალური ფუძემდებლის, მათ შორის სპილენძის ზედაპირზე ელექტრონულ-სხივური ტექნოლოგიით ძნელდნობადი ლითონების – ტანტალისა და ნიობიუმის ფუნქციური, ყოველმხრივი დანაფარების მიღების ტექნოლოგიის შემუშავება, რასაც წარმოდგენილი სამუშაო ისახავს მიზნად, მეტად აქტუალურ საკითხთა რიცხვს მიეკუთვნება.

სპილენძის ფუძემდებლის მისი სპეციალური დანიშნულებით გამოყენების ფართო დიაპაზონის გამო შეირჩა. სპილენძი და მისი შენადნობები ფართო გამოყენებას პოულობს მრეწველობაში, დენგამტარ კონსტრუქციებსა და თბომომოცვლის ელემენტებში, ასევე თანამედროვე ინტეგრირებული მიკროსქემების მაკავშირებელ კონსტრუქციებში [4-6]. სპილენძის უარყოფითი მხარეა ჟანგვისადმი მიდრეკილება გაზრდილ ტემპერატურაზე და წყალბადის გარემოში, რაც შეიძლება გამოსწორდეს სხვადასხვა დამცავი, მათ შორის ძნელდნობადი ლითონის დანაფარებით.

მხურვალმდე და ანტირადიაციულ დანაფარებად ჩვენ შევარჩიეთ ძნელდნობადი ლითონები – ტანტალი (დნობის ტემპერატურა 2996°C) და ნიობიუმი (2500°C). ტანტალი ხასიათდება ნეიტრონების შთანთქმის ძლიერი უნარით, დიდი წინააღმდეგობით მჟავას ზემოქმედების მიმართ, კარგი თბოგამტარობით და პლასტიკურობით, დაბალი ტემპერატურული გაფართოების კოეფიციენტით. ტანტალი ბირთვული რეაქტორების წარმოებაში გამოყენებული საკონსტრუქციო მასალის ერთ-ერთი ძირითადი კომპონენტია. ის ერთ-ერთი უნიკალური მასალაა იმ მცირერიცხოვან ლითონებს შორის, რომლებიც ხასიათდება მაღალი მდგრადობით ცოცხალი ორგანიზმის ქიმიური ნივთიერებების ზემოქმედების

მიმართ და კარგი თავსებადობით ანუ ქსოვილთან შეზრდის უნარით. ამიტომ მისი დანაფარების გამოიყენება პერსპექტიულია ძვლის და პლასტიკურ ქირურგიაში. თვისებებით ტანტალთან ახლოს დგას ნიობიუმი, რომელიც დამატებით გამოირჩევა განსაკუთრებული მდგრადობით არაორგანულ ძლიერ მჟავა არეებში. ნიობიუმი წარმატებით გამოიყენება ელექტრონიკაში ელექტროლიტური კონდენსატორების დასამზადებლად. იგი გამოიყენება აგრეთვე მძლავრი მაგნიტის დასამზადებლად განკუთვნილი ზეგამტარი შენადნობების (ტიტანის, ცირკონიუმისა და სხვა ლითონების დამატებით) მისაღებად, რომლებიც ძირითადად გამოიყენება სამედიცინო-დიაგნოსტიკურ მოწყობილობებში, ბუნებრივი მინერალების მაგნიტურ სეპარატორებში. ასევე უკვე შექმნილია მაგნიტურ ბალიშზე მოძრავი მატარებლების მაგისტრალები და ძალიან პერსპექტიულია პლაზმის მაგნიტური იზოლაციის სისტემის შექმნა თერმობირთვული სინთეზის დანადგარებში. როგორც ტანტალი, ისე ნიობიუმი ფართოდ გამოიყენება ქიმიურ მანქანათმშენებლობაში ცალკეული კვანძების ზედაპირის დასაფარად, აგრეთვე ატომურ ენერგეტიკაში თბომომოცვლის ელემენტების დამცავი გარსაცმის დასამზადებლად [7-9].

ყოველივე ზემოთქმულის გათვალისწინებით კვლევის მოცემულ მიმართულებას აქვს როგორც თეორიული, ისე პრაქტიკული ღირებულება.

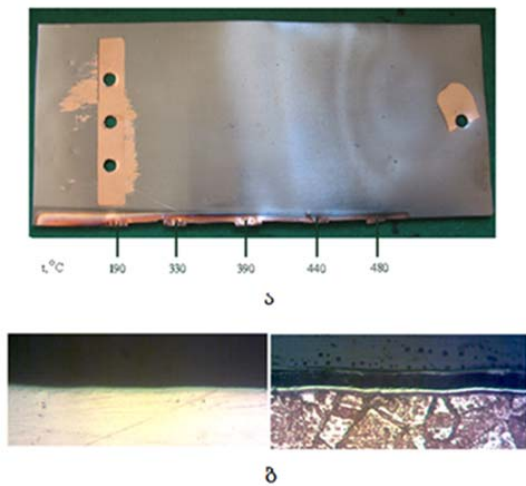
### ძირითადი ნაწილი

სამუშაოს მიზანია სპილენძის ფუძემდებზე ძნელდნობადი ლითონების – ნიობიუმისა და ტანტალის დანაფარების მიღების ტექნოლოგიის შემუშავება ელექტრონული სხივით ლითონის აორთქლებისა

და ორთქლის ნაკადის შემდგომი კონდენსაციის გზით. დანაფარების მიღება და მათი თვისებების შესწავლა ხორციელდებოდა [10] ნაშრომში მოცემული მეთოდით.

საწყის ასაორთქლებელ მასალებად გამოიყენებოდა ნიობიუმის (Product №41MR-0001, Lot № IAM5240Nb, Grain Size 5 μm) და ტანტალის (Product № 73MR-0001, Lot № IAM1283TAM, Grain Size 5 μm) ფხვნილები, რომლებიც იწნებოდა 50 მმ-იანი დიამეტრის მქონე ცილინდრული ბრიკეტების სახით. ბრიკეტების სიმაღლე იყო 30 მმ და აორთქლების წინ ხდებოდა მათი გადადნობა ვაკუუმში ელექტრონული სხივით. ფუძემდებ გამოიყენებოდა ბრტყელი სპილენძის (M2, 99,7%Cu) ფირფიტები, რომელთა ზომები იყო 120x280 მმ. სისქე კი – 2მმ.

ვაკუუმური კონდენსატების სტრუქტურისა და თვისებების კვლევისათვის ფუძემდრის ტემპერატურაზე დამოკიდებულებით, ორთქლის ნაკადის კონდენსაცია წარმოებდა ტემპერატურული გრადიენტის მქონე (100–დან 600°C–მდე) ფუძემდრეზე.



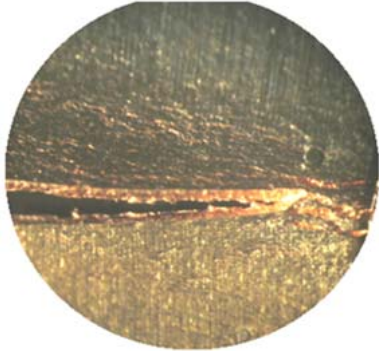
სურ. 1. სპილენძის ფუძემდრეზე ნიობიუმის კონდენსატის მაკრო- (ა) და განვივი კვეთის მიკროსტრუქტურა (ბ), x360. კონდენსატის სისქეა 5-6 მკმ

პირველ სურათზე მოცემულია ტემპერატურული გრადიენტის მქონე სპილენძის ფუძემდრეზე კონდენსირებული ნიობიუმის დანაფარის მაკრო-(ა) და მიკროსტრუქტურა (ბ). როგორც მაკროსტრუქტურის ხასიათიდან გამომდინარეობს, 250-300°C-ის ქვემოთ შეინიშნება კონდენსატის თავისთავადი აშრევა ფუძემდრიდან. აღნიშნული ტემპერატურის ზემოთ კონდენსატი ხასიათდება ერთგვაროვანი აგებულებით, არ მყდვანდება აგრეთვე რაიმე სახის დეფექტების არსებობა. აქედან გამომდინარე, ფუძემდრესა და კონდენსირებული ნიობიუმის დანაფარს შორის შეჭიდულობის ხარისხის შესაფასებლად ნიმუშები ამოჭრილია 250-300°C-ზე მაღალი ტემპერატურული ზონებიდან.

250-310°C ტემპერატურულ დიაპაზონში კონდენსირებულ 5-8 მკმ სისქის კონდენსატებში შენატყლეფი წარმოიქმნება პირველივე ნიშანცვლადი ( $\pm 180^\circ$ ) გადაღუნვისას. ბზარწარმოქმნა კონდენსატში ფიქსირდება 12-13 გადაღუნვის შემდეგ, ხოლო მე-17 გადაღუნვაზე ნიმუშის მთლიანობა ირღვევა. შედარებით მაღალ ტემპერატურაზე კონდენსირებულ დანაფარში ფუძემდრესა და კონდენსატს შორის შეჭიდულობის ხარისხი პრაქტიკულად უცვლელად არის შენარჩუნებული.

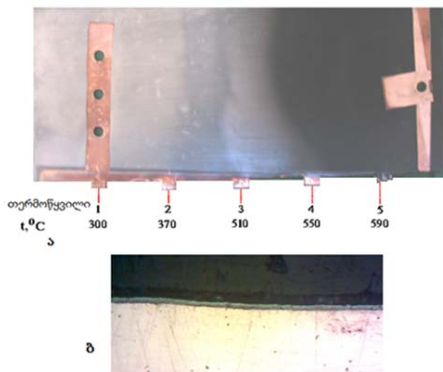
კონდენსატის სისქის გაზრდით 20-25 მკმ-მდე (კონდენსაციის ტემპერატურა 300-440°C) ნიმუში მთლიანობას ინარჩუნებს 12-13 ნიშანცვლად გადაღუნვამდე. კონდენსაციის ტემპერატურის გაზრდით 500°C-ის ზემოთ გადაღუნვების რიცხვი მცირდება 7-9-მდე. არც ერთ შემთხვევაში არ შეინიშნება კონდენსატის აშრევა ფუძემდრიდან ნიმუშის მთლიანობის დარღვევის შემდეგაც კი (სურ. 2), რაც ფუძემდრესა და დანაფარს შორის მაღალი ხარისხის შეჭიდულობაზე მიუთითებს.

ამრიგად, სპილენძის ფუძეშრეზე ნიობიუმის კონდენსაციის ოპტიმალური ტემპერატურული დიაპაზონი შეადგენს 300-500°C.



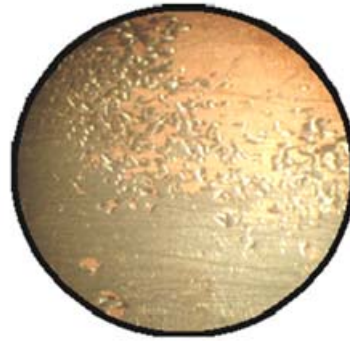
სურ. 2. სპილენძის ფუძეშრეზე კონდენსირებული ნიობიუმის დანაფარი თხუთმეტჯერადი ნიშანცვლადი გადაღუნების შემდეგ. x16

გრადიენტული ტემპერატურის მქონე სპილენძის ფუძეშრეზე კონდენსირებული ტანტალის დანაფარის მაკროსტრუქტურული ანალიზით ვლინდება შეფერილობით განსხვავებული ორი სტრუქტურული ზონის არსებობა (სურ. 3, ა). პირველ, დაბალტემპერატურულ ზონაში (კონდენსაციის ტემპერატურა <math>< 370^{\circ}\text{C}</math>), კონდენსატის შეფერილობა მოვერცხლისფროა. კონდენსაციის ტემპერატურის გაზრდასთან ერთად იგი თანდათან მუქ შეფერილობაში გადადის და  $\sim 530^{\circ}\text{C}$ -ის ზემოთ შავით იცვლება.



სურ. 3. სპილენძის ფუძეშრეზე ტანტალის კონდენსატის მაკრო- (ა) და ნიბუმის განივი კვეთის მიკროსტრუქტურა (ბ, x360) კონდენსირებული შრის სისქე

პირველ ზონაში კონდენსირებული დანაფარი ფუძეშრეს ფხვნილის სახით სცილდება (სურ. 4), ამიტომ საცდელი ნიმუშები იჭრებოდა  $300^{\circ}\text{C}$ -ის ზემოთ ფორმირებული კონდენსატებიდან.



სურ. 4. ტანტალის დანაფარი სპილენძის ფუძეშრეზე ნიმუშის ამოჭრის შემდეგ. კონდენსაციის ტემპერატურაა  $250-300^{\circ}\text{C}$

$300-520^{\circ}\text{C}$  ტემპერატურულ ინტერვალში ფორმირებულ დანაფარებში კონდენსატის აშრეება 1-2 ნიშანცვლადი გადაღუნვისას შეინიშნება. კონდენსაციის ტემპერატურის გაზრდასთან ერთად გადაღუნვების რიცხვი მატულობს და მეორე ზონაში,  $550^{\circ}\text{C}$ -ის ზემოთ, სადაც დანაფარი შავ შეფერილობას ღებულობს, ათზე მეტ გადაღუნვას უძლებს. მაკროსტრუქტურული ანალიზი თვალნათლივ ცხადყოფს კონდენსაციის ტემპერატურის არსებით გავლენას სპილენძის ფუძეშრესთან ტანტალის შეჭიდულობის ხარისხზე: ტემპერატურის გაზრდასთან ერთად  $400$ -დან  $750^{\circ}\text{C}$ -მდე ნიშანცვლადი გადაღუნვების რიცხვი კონდენსატში პირველი ბზარის ჩასახვამდე ექვსიდან თოთხმეტამდე მატულობს.

ამრიგად, სპილენძის ფუძეშრეზე დამაკმაყოფილებელი შეჭიდულობის უზრუნველყოფით ტანტალის დანაფარის მისაღებად ოპტიმალურ ტემპერატურულ დიაპაზონს  $600-750^{\circ}\text{C}$  წარმოადგენს.

ერთ-ერთი უმთავრესი ფაქტორი, რომელიც დანაფარის გამოყენების პირობებს და მისი მიღების ტექნოლოგიის სწორად შერჩევას განაპირობებს, არის ნაკეთობაში ნარჩენი ძაბვების სიდიდე. მაკროდაძაბულობამ (I გვარის ძაბვებია) შეიძლება არსებითად შეცვალოს კომპოზიტის ფორმა და ფუძემშრესა და დანაფარს შორის ადჰეზიის პირობები. ნარჩენი ძაბვების წარმოქმნის ძირითადი მიზეზია ფუძემშრისა და დანაფარის მოცულობით ცვლილებებს შორის სხვაობა, რაც განპირობებული შეიძლება იყოს ტემპერატურის არათანაბარი განაწილებით სისტემაში „ფუძემშრე-დანაფარი“, თერმული გაფართოების კოეფიციენტებსა და კრისტალური მესრის პარამეტრებს შორის განსხვავებით, ფაზური და სტრუქტურული გარდაქმნებით ფუძემშრეში, დანაფარსა და მათ შორის გარდამავალ ზონაში, აგრეთვე დანაფარში რაიმე ჩანართების არსებობით [11]. ფუძემშრესთან კონდენსირებადი ფაზის შეზრდისათვის უმთავრესი განმსაზღვრელი ფაქტორი მაინც სტრუქტურულ-გეომეტრიული ფაქტორი – კრისტალური მესრების ტიპები და მათი პერიოდების შესაბამისობის ხარისხია  $\{\Delta=(a_1-a_2)/a_1$ , სადაც  $a_1$  არის ფუძემშრის მასალის კრისტალური მესრის, ხოლო  $a_2$  – კონდენსირებადი ფაზის კრისტალური მესრის პერიოდი} [12, 17].

სპილენძის გრადიენტულ ფუძემშრეზე კონდენსირებული მოვერცხლისფრო და შავი შეფერილობის ტანტალის დანაფარების რენტგენოფაზური ანალიზით ორივე ზონაში ფიქსირდება ტანტალისა (დანაფარი) და სპილენძის (ფუძემშრე) შესაბამისი მაქსიმუმები (სურ. 5), თუმცა  $2\theta=91-124$  კუთხეების დიაპაზონში ჩამოყალიბებული გალოები კონდენსირებულ ფირში რენტგენოსტრუქტურულად ამო-

რფული, წვრილდისპერსიული შემდგენის არსებობაზეც მიუთითებს.

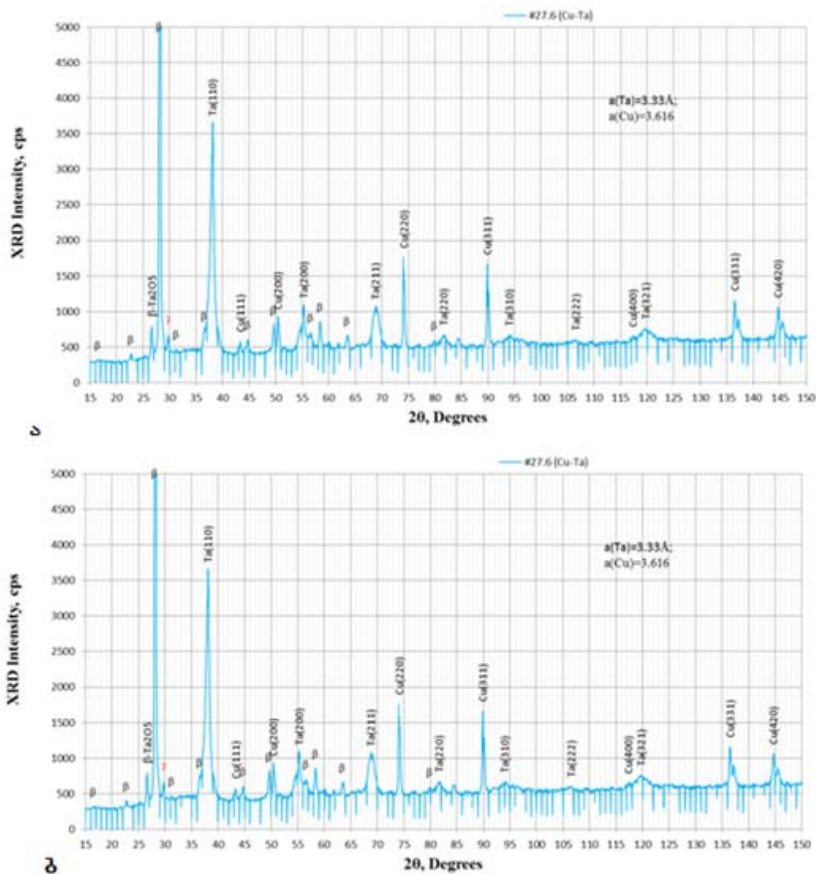
ლიტერატურული წყაროების მიმოხილვიდან ცხადი ხდება, რომ ფერთა ცვლილება მოსალოდნელია არა მარტო სუფთა ლითონის, არამედ ქიმიური ნაერთების კონდენსატებშიც. შეფერილობის შეცვლა უნდა დავაკავშიროთ ორთქლის ფაზიდან ფირთა მიღების ტექნოლოგიის თავისებურებებთან, რაც არაწონასწორული მდგომარეობის დაფიქსირებას უწყობს ხელს დეფექტების გაზრდილი კონცენტრაციით. თუ გავითვალისწინებთ, რომ კრისტალების ზრდის სიჩქარე მეტად მგრძობიარე ფაქტორია დეფექტური სტრუქტურის მიმართ [13], ხოლო ზრდის ზედაპირი ვაკუუმური კონდენსაციის პირობებში დამატებითი ვაკანსიების ნაკადის გენერატორია [14], აორთქლებისა და კონდენსაციის დიდი სიჩქარე ხელს შეუწყობს არაწონასწორული სტრუქტურის ჩამოყალიბებას წყობის დეფექტებისა და ვაკანსიების მაღალი კონცენტრაციით, რაც, თავის მხრივ, კონდენსატის მუქ შეფერილობას განაპირობებს. ცხადია, რაც უფრო მეტად არის გადახრილი კრისტალების ზრდის პირობები წონასწოროლისაგან, მით უფრო მეტი დეფექტი წარმოიქმნება [15].

ამრიგად, მაღალ ტემპერატურულ პირობებში სპილენძის ფუძემშრეზე კონდენსირებული ტანტალის დანაფარის მუქი შეფერილობა უნდა დავაკავშიროთ წყობის საკუთარი დეფექტების არსებობასთან.

Cu-Nb და Cu-Ta სისტემების მდგომარეობის დიაგრამებიდან გამომდინარე [16], როგორც სპილენძისა და ნიობიუმის, ისე სპილენძისა და ტანტალის ურთიერთხსნადობა უმნიშვნელოა, მათ შორის არ წარმოიქმნება არც რაიმე შუალედური ნა-

ერთი. ამიტომ „ფუძემრე-კონდენსატი“ ფაზათა გამყოფ საზღვარზე არ უნდა ველოდეთ ფართო არის მქონე მყარი ხსნარების ან შუალედური ლითონთშორისი ფაზების წარმოქმნას, რამაც შეიძ-

ლება გარდამავალი შრის როლი შეასრულოს ფუძე-შრესა და დანაფარს შორის დამაკმაყოფილებელი ადჰეზიის ხარისხის უზრუნველყოფით.



სურ. 5. სპლენძის ფუძემრეზე ტანტალის დანაფარის დიფრაქციული სურათი. კონდენსაციის ტემპერატურა: ა –  $\sim 370^{\circ}\text{C}$  (მოვერცხლისფრო); ბ –  $530^{\circ}\text{C}$  (შავი)

აქედან გამომდინარე, სპილენძის ფუძემრესა და ნიობიუმისა და ტანტალის დანაფარებს შორის დამაკმაყოფილებელი ადჰეზიის უზრუნველყოფის თვალსაზრისით უმთავრეს როლს უნდა ასრულებდეს კრისტალური მესრების სტრუქტურულ-გეომეტრიული შესაბამისობა, რაც, უპირველეს ყოვლისა, გულისხმობს იმ სიბრტყეების გეომეტრიულ მსგავსებას, რომელთა შეზრდაც მიმდინარეობს, ხოლო მათი პერიოდების ფარდობითი განსხვავება

არ უნდა აღემატებოდეს 15%-ს. თუმცა არაერთ შემთხვევაში ურთიერთშესაუღლებელი ფაზების მესრის პერიოდებს შორის სხვაობა შეიძლება აღემატებოდეს კიდევ 15%-ს [17]. ჩვენი გამოკვლევების თანახმად, ნიობიუმის კონდენსაციის ტემპერატურაზე ( $500^{\circ}\text{C}$ ) მესრის პერიოდების შეუსაბამობის ხარისხი  $\Delta_{\text{Cu-Nb}}=0,0907$ , ხოლო ტანტალის კონდენსაციის ტემპერატურაზე ( $700^{\circ}\text{C}$ ) –  $\Delta_{\text{Cu-Ta}}=0,0936$ . იგივე მახასიათებლები ოთახის ტემპერატურაზე ტოლია:

$\Delta_{Cu-Nb}=0,0875$ ,  $\Delta_{Cu-Ta}=0,0865$ . როგორც ამ მონაცემებიდან გამომდინარეობს, კონდენსაციის პროცესის დამთავრების შემდეგ, ოთახის ტემპერატურამდე გაცივებისას, კრისტალური მესრების შეუსაბამობის ხარისხი კიდევ უფრო მცირდება, რაც გამორიცხავს მნიშვნელოვანი ნარჩენი ძაბვების დაგროვებას და დამაბული მდგომარეობის დაფიქსირებას ოთახის ტემპერატურაზე.

სტრუქტურულ-გეომეტრიული შესაბამისობის პრინციპის თანახმად, ზედაპირული ფსევდომორფიზმის შემთხვევაში ფუძემშრის კრისტალურ ველში დრეკად დეფორმაციას ზრდადი სტრუქტურა განიცდის, რის შედეგადაც ფაზათა გამყოფ საზღვარზე წარმოქმნილი ფსევდომორფული შრე დრეკადი (კოჰერენტული) დეფორმაციის ხარჯზე მესრების ურთიერთმისადაგებას შეუწყობს ხელს და ფუძემშრესთან ეპიტაქსიურ შეზრდას განაპირობებს. ფსევდომორფულ შრეში ატომთშორისი მანძილი ცვალებადია: იგი მერყეობს ფუძემშრის მახასიათებლებიდან ზრდადი ფენის ატომთშორისი მანძილის საზღვრებში, შრის სისქეს კი შესაუღლებელი ფაზების ბუნება განსაზღვრავს [17].

კრისტალური მესრის დრეკადი დეფორმაცია შეზღუდულია. ამიტომ, მიუხედავად სტრუქტურულ-გეომეტრიული შესაბამისობის მაღალი ხარისხისა, ფუძემშრისა და დანაფარის თბოფიზიკურ მახასიათებლებს შორის განსხვავების გამო (ტანტალისათვის წრფივი გაფართოების კოეფიციენტი  $20-1500^{\circ}\text{C}$  დიაპაზონში შეადგენს  $8 \cdot 10^{-6}$  1/გრად [16], ნიობიუმისათვის  $20-600^{\circ}\text{C}$  დიაპაზონში –  $7,33 \cdot 10^{-6}$  1/გრად. [17], ხოლო სპილენძისათვის  $0-100^{\circ}\text{C}$  დიაპაზონში –  $16,5 \cdot 10^{-6}$  1/გრად [18]) კონდენსატის სისქის განუხრელი ზრდის პირობებში ფაზათა შორის სა-

ზღვარზე დამაბულობამ შეიძლება რაღაც ზღვრულ მნიშვნელობას მიაღწიოს. ამიტომ განსახილველ შემთხვევაში მიზანშეწონილია ვან დერ მერვეს მოდელის გათვალისწინებაც [19]. აქედან გამომდინარე, კონდენსირებული ფირის რაღაც კრიტიკულ სიდიდემდე გაზრდის შემთხვევაში თუ არსებობს დისლოკაციის წყარო, ფსევდომორფულ შრესა და ფუძემშრეს შორის, ზრდად ფაზაში, შეიძლება ჩამოყალიბდეს შეუსაბამობის დისლოკაცია, რაც ენერგეტიკულად უფრო მომგებიანია და ხელს შეუწყობს დრეკადი დეფორმაციის დონისა და ფაზათა გამყოფ ზედაპირზე ენერჯის შემდგომ შემცირებას. შეუსაბამობის დისლოკაციის სიმკვრივე დამოკიდებულია ურთიერთშეზრდილი ფაზების მესრების პერიოდების შეუსაბამობის ხარისხზე. რაც უფრო მეტია შეუსაბამობის ხარისხი, მით უფრო მეტია შეუსაბამობის დისლოკაციის სიმკვრივე.

ზემოთ განხილული საკითხების ანალიზი შესაძლებლობას იძლევა დავასკვნათ, რომ  $300-500^{\circ}\text{C}$  ინტერვალში ნიობიუმისა და  $600-750^{\circ}\text{C}$  ინტერვალში ტანტალის კონდენსაციის პირობებში ექსპერიმენტულად დადგენილი დადებითი ეფექტი განპირობებული უნდა იყოს „ფუძემშრე-კონდენსატი“ ფაზათა გამყოფ ზედაპირზე ფუძემშრესა და კონდენსირებულ ფაზას შორის კოჰერენტული ან ნახევრად კოჰერენტული სასაზღვრო ზონის ჩამოყალიბებით, რაც ოთახის ტემპერატურამდეა შენარჩუნებული. ფუძემშრესა და დანაფარს შორის შეჭიდულობის მაღალ ხარისხს უდავოდ ხელს შეუწყობს ის ფაქტიც, რომ არც ფუძემშრესა და არც კონდენსირებულ ფირებში გაცივების პროცესში არ მიმდინარეობს ფაზური და სტრუქტურული გარდაქმნები.



ჩვენ შევეცადეთ აგვეხსნა სპილენძის ფუძე-შრეზე ძნელდნობადი ლითონების – ნიობიუმისა და ტანტალის ორთქლის ნაკადების კონდენსაციის პროცესში დანაფარის ფორმირების თავისებურებანი. ორთქლის ნაკადის კონდენსაციის პროცესში „ფუძეშრე-კონდენსირებული ფირი“ ფაზათა გამყოფ საზღვარზე რეალური მდგომარეობა ზემოთ აღწერილთან შედარებით ბევრად უფრო რთული შეიძლება აღმოჩნდეს. სურათს, უპირველეს ყოვლისა, ის გარემოება ართულებს, რომ ორთქლის ფაზიდან კონდენსაციის პროცესის არაწონასწორული პირობები განაპირობებს ფაზათა წარმოქმნის ტემპერატურის დაწევას, მრავალ სისტემაში მყარი ხსნარების არსებობის უბნების გაფართოებას, კვაზიეკვტეტოიდების არის და არაპროგნოზირებადი გარდამავალი სტრუქტურების ჩამოყალიბებას, რომლებიც კონტროლს არ ექვემდებარება ან ისეთი შუალედური ფაზების სინთეზს, რომლებიც მოცემულ სისტემაში წონასწორულ პირობებში საერთოდ არ არსებობს [20-22].

„ფუძეშრე-ორთქლის ნაკადი“ ფაზათა გამყოფ ზედაპირზე სიტუაცია მუდმივად იცვლება ტექნოლოგიური პარამეტრებისა და კონდენსირებადი ფირის სისქის ცვლილების შესაბამისად. გასათვალისწინებელია ის ფაქტიც, რომ ორთქლის ფაზიდან ფუძეშრეზე ატომების ადსორბცია თერმული აკომოდაციით მიმდინარეობს [13], რაც პროცესის ევოლუციურ ხასიათს განაპირობებს. ამიტომ განსახილველ შემთხვევაში ერთ-ერთი უმნიშვნელოვანესი ფაქტორი მზარდ ფირში კონდენსაციის ფარული სიბოჭს დაგროვებაა, რაც ცვლის ფაზათა წარმოქმნის ტემპერატურულ პირობებს და პროცესს კიდევ უფრო ართულებს.

ჩატარებული ექსპერიმენტების ერთ-ერთი ძირითადი შედეგი ისაა, რომ სპილენძის ფუძეშრეზე ძნელდნობადი ლითონების – ნიობიუმისა და ტანტალის კონდენსაციის პროცესში ფაზათა ფორმირებასა და ფუძეშრესა და დანაფარს შორის ადჰეზიის ხარისხზე არსებით გავლენას ახდენს ფუძეშრისა და კონდენსირებული ფაზების სტრუქტურული და გეომეტრიული ფაქტორები, აგრეთვე კონდენსაციის ტემპერატურა, რომლის ოპტიმალური მნიშვნელობა საკმაოდ ვიწრო დიაპაზონით არის შემოსაზღვრული.

### დასკვნა

1. შესწავლილია გრადიენტული ტემპერატურის მქონე სპილენძის ფუძეშრეზე კონდენსირებული ნიობიუმისა და ტანტალის დანაფარების ზედაპირის მაკროსტრუქტურა და განივი კვეთის მიკროსტრუქტურები. ტანტალის კონდენსატებში გამომქვანებულია ერთმანეთისგან შეფერილობით განსხვავებული ორი სტრუქტურული ზონა. პირველ, დაბალტემპერატურულ ზონაში, კონდენსატის შეფერილობა მოვერცხლისფროა. კონდენსაციის ტემპერატურის გაზრდასთან ერთად იგი მუქ შეფერილობაში გადადის და ~530°C-ის ზემოთ შავით იცვლება;

2. რენტგენოსტრუქტურული ანალიზით დადგენილია, რომ სპილენძის გრადიენტულ ფუძეშრეზე კონდენსირებული მოვერცხლისფრო და შავი შეფერილობის ტანტალის დანაფარების ფაზური შედგენილობა იდენტურია, თუმცა 2θ=91-124 კუთხეების დიაპაზონში გამომქვანებულია რენტგენოსტრუქტურულად ამორფული, წვრილდისპერსიული სტრუქტურული შემდგენის არსებობაც;

3. ლიტერატურული წყაროების ანალიზის საფუძველზე გამოთქმულია ვარაუდი, რომ ტანტალის კონდენსატის შავი შეფერილობა მეორე სტრუქტურულ ზონაში დაკავშირებულია წყობის საკუთარი დეფექტების არსებობასთან;

4. დადგენილია ორთქლის ნაკადის კონდენსაციის ოპტიმალური ტემპერატურული დიაპაზონები, რომლებიც უზრუნველყოფს სპილენძის ფუძემშრესთან დანაფარების საუკეთესო შეჭიდულობას. ნიობიუმის კონდენსატისათვის იგი შეადგენს 300-500°C, ხოლო ტანტალის კონდენსატისათვის – 600-750°C; დანაფარები უძლებს 13-14 ნიშანცვლად გადალუნვას ±180 გრადუსით პირველი ბზარის წარმოქმნამდე. ნიმუშის მთლიანობის დარღვევის შემდეგ კონდენსატის ამრევება არ შეინიშნება;

5. გამოთვლილია სპილენძის, ნიობიუმისა და ტანტალის კრისტალური მესრების შეუსაბამობის ხარისხი, რომელიც შეადგენს: კონდენსაციის ტემპერატურაზე –  $\Delta_{\text{Cu-Nb}}=0,0907$ ;  $\Delta_{\text{Cu-Ta}}=0,0936$ ; ოთახის ტემპერატურაზე –  $\Delta_{\text{Cu-Nb}}=0,0875$ ,  $\Delta_{\text{Cu-Ta}}=0,0865$ . კრისტალურ მესრებს შორის ასეთი უმნიშვნელო შეუსაბამობის ხარისხი საფუძველს იძლევა დავასკვნათ, რომ სპილენძის ფუძემშრეზე ნიობიუმისა და ტანტალის კონდენსაციის პროცესში ფაზათა ფორმირებისა და ფუძემშრესა და დანაფარს შორის ადპეზიის ხარისხზე არსებით გავლენას ახდენს როგორც კონდენსაციის ტემპერატურა, ისე ფუძემშრისა და კონდენსირებული ფაზების სტრუქტურული და გეომეტრიული ფაქტორები.

### ლიტერატურა

1. Mattox D. M. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) processing. Noyes Publications. 1998, 945 p.
2. Bunshah R. F. Handbook of deposition technologies for films and coatings. Noyes Publications. 1994, 888 p.
3. Arshi N., Lu J., Chan Gyu Lee, Jae Hong Yoon, Bon Heun Koo, Ahmed F. Thickness effect on properties of titanium film deposited by d.c.magnetron sputtering and electron beam evaporation techniques. Bull. Mater. Sci., Vol. 36. No. 5. 2013, 807-812 pp.
4. The Copper advantage. A guide to working with Copper and Copper alloys. URL: [www.antimicrobialcopper.com](http://www.antimicrobialcopper.com)
5. Michel J. Introduction to Copper and Copper alloys. Copper Development Association Inc. 2013.
6. Klaver T.P.C., Thijssse B.J. Molecular dynamics simulations of Cu/Ta and Ta/Cu thin film growth. Journal of computer-aided materials design. 10: 2003, 61-74 pp.
7. Maslov A.A., Ostvald R.V., Shagalov V.V., Maslova E.S., Gorenyuk Yu. S. Chemical technology of Niobium and Tantalum. Isdatelstvo Tomskogo politekhnicheskogo universiteta. 2010, 5-17 pp. (in Russian).
8. "Tantalum coatings. UTL: <https://npozp.ru/razrab/cvdpokr/28-ta> (in Russian)
9. URL: <http://metal-archive.ru/osnovy-metallurgii/1638-niobiy-i-tantal.html> (in Russian).
10. Okrosashvili M.N., Razmadze G.L., Lomaia T.P., Loladze T.O., Peikrishvili A.B. Technology of obtaining Ni, Nb and Ta coatings on Aluminum substrate. Transactions of GTU. #3 (497). Tbilisi. 2015, 161-175 pp. (in Russian).
11. Barvinok V.A. Control of the stress state and properties of Plasma coatings. M.: "Mashinostroenie". 1990, 384 p. (in Russian).
12. Palatnik L.S., Sorokin V.K. Materials science and microelectronics. M.: "Energiya". 1978, 277 p. (in Russian).
13. Strickland-Constable R.F. Kinetic and mechanism of chystallization. Leningrad. "Nedra". 1971, 310 p. (in Russian).

14. Kosevich V. M., Karpovskiy F.V., Kosmachev S.M., Klimenko V.N. Growth surface as a generator of vacancies under vacuum condensation. Rost Kristallov Proceedings. №19. 1991, 22-39 pp. (in Russian).
15. Ruykorararn R., Sites J.R. Crystallization of Zirconia films by thermal annealing. J. Sci and Technol. A4. №3, Pt.1. 1986, 568-571 pp.
16. Barabash O.M., Koval Yu.N. Structure and properties of metals and alloys. Crystal structure of metals and alloys. Handbook. Kiev. "Naukova Dumka". 1996, 598 p. (in Russian).
17. Maltsev M.V. Metallography of industrial non-ferrous metals and alloys. M.: "Metallurgiya". 1970, 368 p. (in Russian).
18. Van der Merwe J. H. Monocrystalline films. M.: "Mir". 1966, 172 p. (in Russian).
19. Okrosashvili M., Kutelia E., Makharadze T., Topuria M., Peikrishvili A. Phase formation at the condensation of a vapor stream and associated diffusion reaction. Surface engineering. Proceedings of the 5<sup>th</sup> international surface engineering congress. Ohio. 2006, 102-105 pp.
20. Okrosashvili M.N., Kutelia E.R., Kopaleishvili V.P. Study of phase formation processes in condensates of the Ti-Cu system obtained from the vapor state. Fizika metallov i metallovedenie. Vol. 80. #6. Nauka. 1995, 60-66 pp. (in Russian).
21. Palatnik L.S., Sorokin V.K. Fundamentals of semiconductor film materials science. M.: "Energiya". 1973, 294 p. (in Russian).

UDC 669:187.526.001.5

SCOPUS CODE 2501

DOI: <https://doi.org/10.36073/1512-0996-2019-3-98-110>

## Technology for obtaining of Niobium and Tantalum coatings on the copper Substrate

**Khatia Ananiashvili** Department of Metallurgy, Metals Science and Metal Processing, Georgian Technical University, 69 M. Kostava str, 0160 Tbilisi, Georgia  
E-mail: kh.ananiashvili@gtu.ge

**Mikheil Okrosashvili** Department of Metallurgy, Metals Science and Metal Processing, Georgian Technical University, 69 M. Kostava str, 0160 Tbilisi, Georgia  
E-mail: m.okrosashvili@gtu.ge

**Tamar Loladze** Department of Metallurgy, Metals Science and Metal Processing, Georgian Technical University, 69 M. Kostava str, 0160 Tbilisi, Georgia  
E-mail: t.loladze@gtu.ge

### Reviewers:

**D. Nozadze**, Professor, Faculty of Chemical Technology and Metallurgy, GTU  
E-mail: d.nozadze@gtu.ge

**V. Gordeladze**, Associate Professor, Faculty of Chemical Technology and Metallurgy, GTU  
E-mail: v.gordeladze@gtu.ge

The research was supported by Shota Rustaveli National Science Foundation of Georgia (SRNSFG) [PHDF-18-736, Development of the Technology for Obtaining of Functional Coatings on the Special Substrate]

**Abstract.** The work is aimed at the development of technology for obtaining of coatings of refractory metals - Niobium and Tantalum on a Copper substrate, by evaporating the starting material with an electron beam and further condensation of a vapor stream. The macrostructure and the microstructure of the cross section, the phase composition of the coatings, obtained on the gradient substrate, and the degree of adhesion of the condensate to the substrate have been studied. The optimum temperature ranges of the substrate, which provide the best adhesion of coatings to a Copper substrate, are determined. For Niobium condensate it is 300-500°C, and for Tantalum condensate it is 600-750°C. The degree of mismatch between the crystal lattices of Copper, Niobium and Tantalum was calculated. Respectively it was concluded that the condensation temperature, structural and geometric factors of the substrate and condensed phases sufficiently affect the phase composition and degree of adhesion of the condensate to the substrate during the condensation of Niobium and Tantalum on the Copper substrate.

**Key words:** Coating; Copper substrate; electron beam; evaporation and condensation.

UDC 669:187.526.001.5

SCOPUS CODE 2501

DOI: <https://doi.org/10.36073/1512-0996-2019-3-98-110>

## Технология получения ниобиевых и танталовых покрытий на медной подложке

**Хатია Ананиашвили**      Департамент металлургии, материаловедения и обработки металлов, Грузинский технический университет, Грузия, 0160, Тбилиси, ул. М. Костава, 69  
E-mail: kh.ananiashvili@gtu.ge

**Михаил Окросашвили**      Департамент металлургии, материаловедения и обработки металлов, Грузинский технический университет, Грузия, 0160, Тбилиси, ул. М. Костава, 69  
E-mail: m.okrosashvili@gtu.ge

**Тамар Лоладзе**              Департамент металлургии, материаловедения и обработки металлов, Грузинский технический университет, Грузия, 0160, Тбилиси, ул. М. Костава, 69  
E-mail: t.loladze@gtu.ge

### Рецензенты:

**Д. Нозадзе**, профессор факультета химической технологии и металлургии ГТУ  
E-mail: d.nozadze@gtu.ge

**В. Горделадзе**, ассоциированный профессор факультета химической технологии и металлургии ГТУ  
E-mail: v.gordeladze@gtu.ge

„Исследование осуществилось при финансовой поддержке Национального научного фонда Грузии им. Шота Руставели (SRNSFG) [PHDF–18–736, Разработка технологии получения функциональных покрытий на подложке специального назначения]“.

**Аннотация.** Работа посвящена разработке технологии получения покрытий тугоплавких металлов - ниобия и тантала на медной подложке путем испарения исходного материала электронным лучом и последующей конденсацией потока пара. Изучены макроструктура и микроструктура поперечного сечения, фазовый состав покрытий, полученных на градиентной подложке и степень адгезии конденсата с подложкой. Определены оптимальные температурные диапазоны подложки, которые обеспечивают лучшую адгезию покрытий с медной подложкой. Для конденсата ниобия это 300-500°C, а для конденсата тантала - 600-750°C. Вычислена степень несоответствия кристаллических решеток меди, ниобия и тантала, на основе чего сделан вывод, что в процессе конденсации ниобия и тантала на медной подложке на фазовый состав, а также степень адгезии конденсата с подложкой существенно влияет как температура конденсации, так и структурные и геометрические факторы подложки и конденсированных фаз.

**Ключевые слова:** испарение и конденсация; медная подложка; покрытие; электронный луч.

*განხილვის თარიღი 22.04.2019*

*შემოსვლის თარიღი 25.04.2019*

*ხელმოწერილია დასაბეჭდად 24.10.2019*