

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУР ГАЛЬВАНИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Л. К. Кушнер¹, А. А. Хмыль¹, В. М. Полевиков², С. А. Чижик³

¹ Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Беларусь

² Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, Гомель, Беларусь

³ Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь

Электрохимические металлические покрытия используются в контактных соприкосновениях электротехнических устройств. Оптимизация поверхности покрытий, если исходить из критериев минимизации электрического контактного сопротивления, а также минимизации износа и силы трения рабочих поверхностей, ставит новые задачи подбора технологических факторов и режимов для управления качеством покрытий.

Проведены исследования методом сканирующей зондовой микроскопии (АСМ НТ-206, ОДО «Микротестмашины») поверхностей электролитически осажденного никеля на латунную подложку на постоянном, импульсном и реверсированном токе, а также с включением в покрытие ультрадисперсных частиц (нанодIAMAZOV). Для импульсного тока варьировалась скважность импульса q (отношение периода к длительности импульса) при средней плотности тока 5 А/дм^2 . В случае реверсированного тока регулирующим параметром являлось соотношение длительностей прямого и обратного импульса.

В процессе измерений регистрировались изображения топографии и изображения контрастов: изображение латеральных сил в контактном режиме сканирования и изображение сдвига фазы в динамическом режиме сканирования.

Первичный анализ результатов измерений показывает, что изображения топографии не позволяют обнаружить структуру материала покрытия. Топография поверхностей покрытий образуется неровностями подложки, агломерацией кластеров роста, а также размерами и формой самих кластеров. Размеры элементов топографии намного больше размеров элементов ростовой структуры и элементов кристаллизации. Изображения латеральных сил и/или фазового контраста позволяют отразить границы зерен и дают дополнительную информацию, на основании которой можно характеризовать структуру и кластеры роста покрытий. Поэтому для иллюстрации результатов используются смешанные изображения, которые представляют сумму изображений, полученных на исследуемом участке поверхности: 3D топография + латеральные силы или топография+фазовый контраст.

На рис. 1 представлены результаты исследования поверхности покрытий, сформированных при измерении параметров электрического тока.

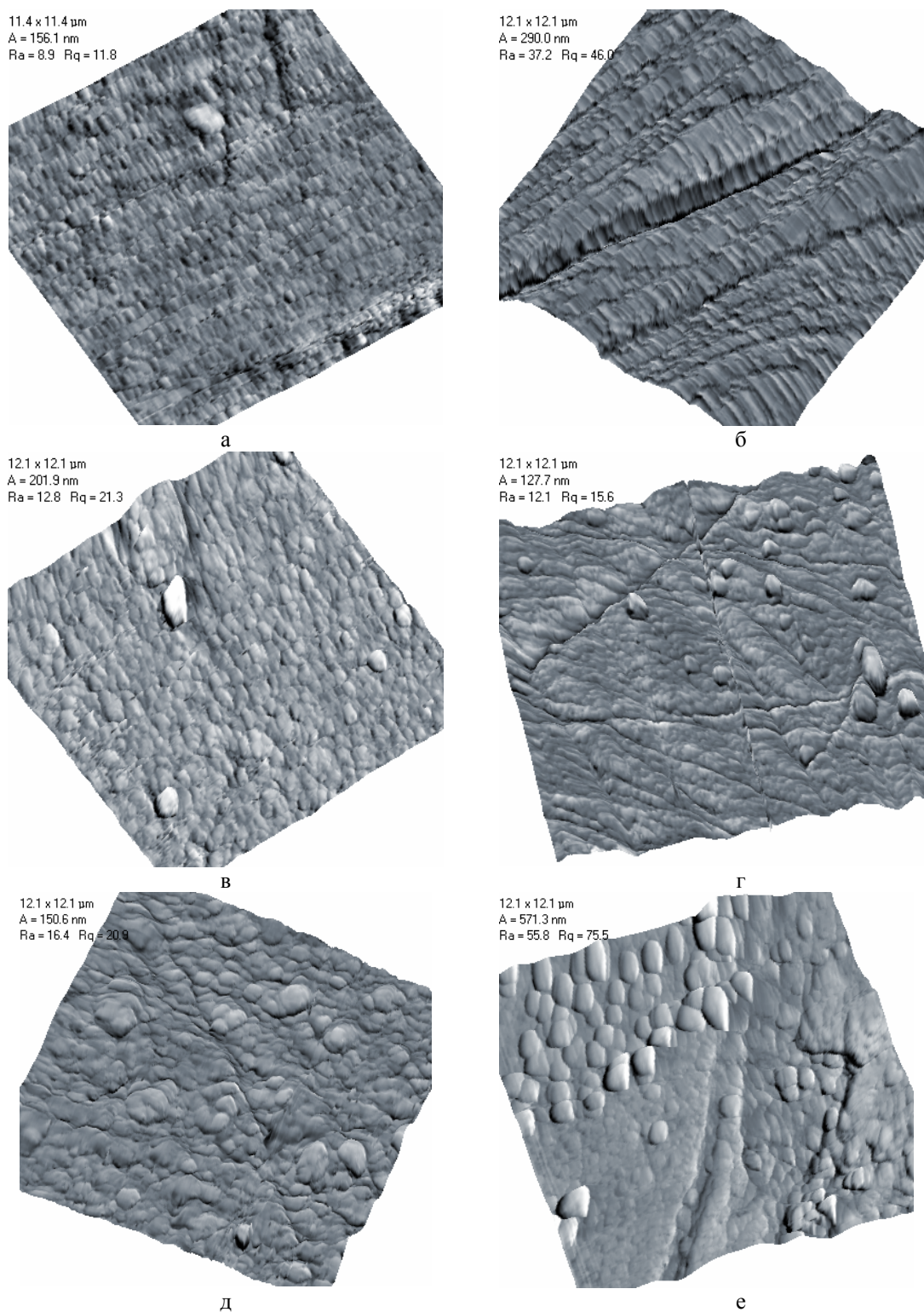


Рис. 1. Смешанные изображения топографии и структуры электрохимических никелевых покрытий, полученных для различных режимов электролиза. Поле сканирования около 12x12 мкм; а – постоянный ток, (Ra=8,9 нм); б – импульсный ток, $q=1,25$ (Ra=37,2 нм); в – импульсный ток $q=2,5$ (Ra=12,8 нм); г – импульсный ток $q=10$ (Ra=12,1 нм); д – реверсированный ток, $\tau_{\text{пр.}}:\tau_{\text{обр.}}=5000:1000$ мс (Ra=16,4 нм); е – реверсированный ток, $\tau_{\text{пр.}}:\tau_{\text{обр.}}=1000:100$ мс (Ra=55,8 нм)

Покрытие, полученное при постоянном токе, образуется структурами с элементами размером около 150x300 нм, которые упорядочены на подложке. Гладкость поверхности достаточно высокая. Осаждение покрытия в режиме импульсного тока с меньшей скважностью (1,25) привело к росту кристаллических структур с формой, близкой к прямоугольной, постоянной ширины (около 200 нм) и чередованию длины кристаллов полосами–волнами от 200 до 1000 нм в пределах каждой волны. Увеличение скважности импульсного тока уменьшает анизотропию в размерах и ориентации кристаллических структур. При скважности 2,5–5 формируется покрытие, упорядоченное из одинаковых кристаллических элементов размером примерно 200x250 нм. При максимальной исследуемой скважности (10) получен блестящий осадок со сглаженной поверхностью, содержащей отдельные микросфероиды. При высокой скважности токов структура покрытия более мелкая и оно достаточно близко повторяет исходный рельеф поверхности подложки. Поэтому на АСМ изображениях таких покрытий обнаруживаются следы шлифования поверхности подложки.

Покрытия, сформированные на реверсированном токе, обладают сглаженным микрорельефом, кристаллиты имеют округлую форму. Наиболее анизотропная блестящая поверхность получена при соотношении $\tau_{\text{пр}}:\tau_{\text{обр}}=5:1$ (1000:200 мс, 100:20 мс). Использование реверсированного тока уменьшению однородности ростовых структур, которая увеличивается с уменьшением времени чередования смены направления тока.

Внесение в материал покрытия никеля ультрадисперсных алмазов (УДА) существенно изменяет структуру покрытий. Образующие зерна становятся более изотропными и существенно уменьшается их характерный размер. Поэтому АСМ-анализ поверхности проводился на меньших полях сканирования (менее 2,0x2,0 мкм). Результаты сканирования приведены на рис. 2. Размер зерен на постоянном токе составляет около 70 нм (рис. 2,а) и существенно не зависит от дополнительного выглаживания латунной подложки полированием (рис. 2,б). Хотя во втором случае отдельные пиковые выступы (кластеры) не наблюдались. Более дисперсный характер зерен в случае присутствия УДА можно объяснить процессами кристаллизации с дополнительным иницированием активными центрами, конторами служат наноалмазы.

Использование импульсных токов малой скважности ($q=1,25$, см. рис. 2,в) приводит к увеличению размера зерен (до 150 нм). С увеличением скважности импульсного тока размер зерен существенно уменьшается, например, для $q=5$ фоновая структура покрытия в своей основе содержит зерна размером около 50 нм (рис. 2,г).

Анализ влияния реверсированных токов показывает, что поверхность приобретает некоторую неоднородность в виде чередования микроразмерных плато с гладкой и более сплошной поверхностью, чем в предыдущих случаях, в пределах каждого плато (рис. 2,д). Как и в случае отсутствия УДА, неоднородность рельефа, а следовательно и шероховатость, увеличивается с уменьшением времени чередования смены направления тока (рис. 2,е).

Таким образом, результаты исследований показали, что регулирование параметров токовых нагрузок, используемых в процессе создания гальванических покрытий, может служить эффективным способом управления размером и формой кристаллических (кластерных) структур покрытий.

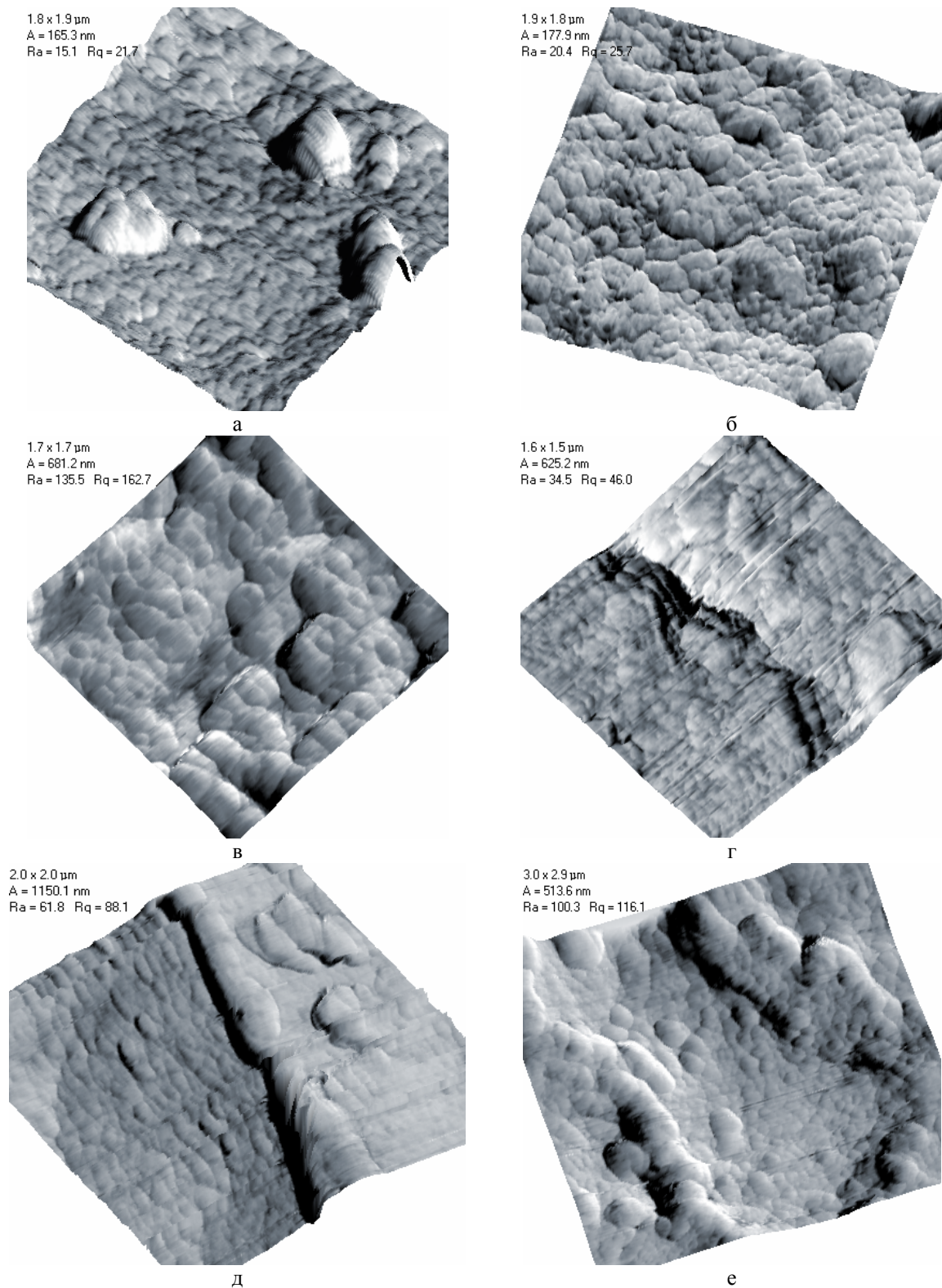


Рис. 2. Смешанные изображения топографии и структуры электрохимических поверхностей гальванического покрытия никеля с добавлением ультрадисперсных частиц наномалмов и полученных для различных токовых режимов. Поле сканирования около 2x2 мкм: а – постоянный ток ($Ra=15,1$ нм); б – постоянный ток после дополнительного полирования подложки ($Ra=20,4$ нм); в – импульсный ток $q=1,25$ ($Ra=135,5$ нм); г – импульсный ток $q=5$ ($Ra=34,5$ нм); д – реверсированный ток 1000:100 мс ($Ra=61,8$ нм); е – реверсированный ток 60:20 мс ($Ra=101,3$ нм)