

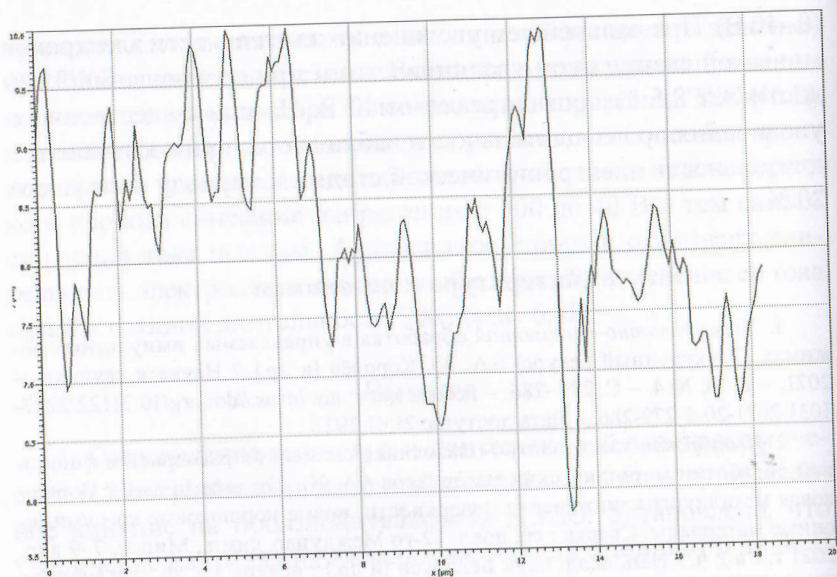
МЕТОД НЕСТАЦИОНАРНОГО ЭЛЕКТРОЛИЗА ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ СОСТАВОМ ПОЛИКОМПОЗИЦИОННЫХ НИКЕЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ

И. И. Кузьмар, Л. К. Кушнер, Д. Ю. Гульпа

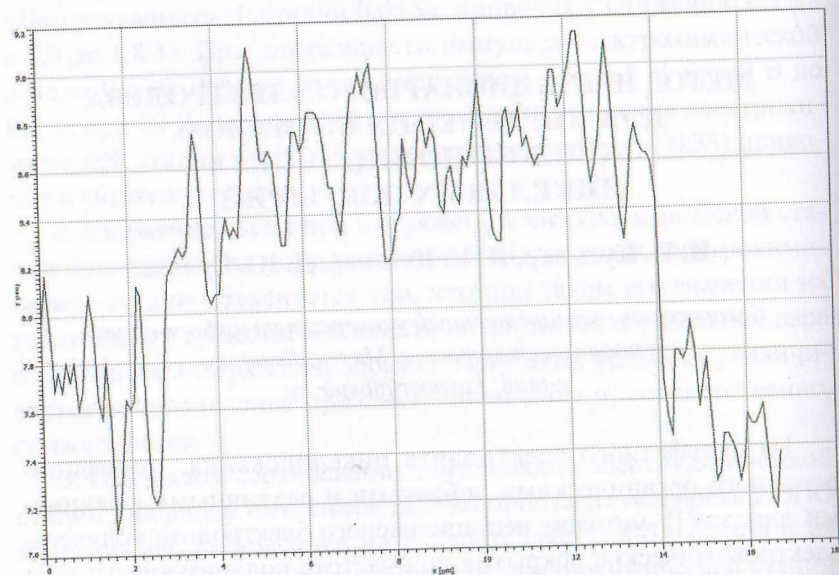
*Белорусский государственный университет информатики
и радиоэлектроники, г. Минск, Беларусь,
e-mail: kushner@bsuir.by*

Из сульфатного электролита никелирования, модифицированного органическими добавками и различными фракциями алмаза [1], методом нестационарного электролиза получены электрохимические покрытия при частоте поляризующего тока $f = 1-100$ Гц и различных значениях длительности прямого и обратного импульсов $\tau_{\text{имп}} = 20-200$ мс и $\tau = 80-800$ мс для

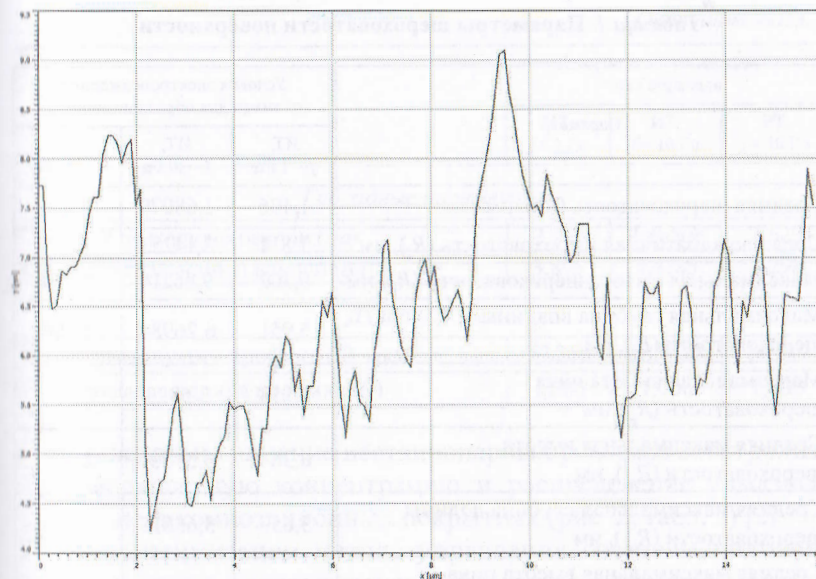
паузы



a



b



в

Рис. 1. Профили поверхности композиционных никелевых покрытий, полученных с использованием униполярного импульсного тока частотой 10 Гц (a), 1 Гц (б) и реверсированного тока (в)

униполярного импульсного тока и импульсов $\tau_{пр} = 0,6-600$ мс и $\tau_{обр} = 0,2-200$ мс для реверсированного тока. Рассчитанные по линиям профилей (рис. 1) амплитудные, пространственные и гибридные характеристики шероховатости поверхности образцов представлены в табл. 1. При увеличении частоты униполярного импульсного тока шероховатость поверхностей Ra увеличивается от 1,41 до 1,68 нм, коэффициент асимметрии R_{sk} уменьшается, но остается отрицательным, что может свидетельствовать об уменьшении количества впадин, мера эксцесса R_{ku} уменьшается до 3, что свидетельствует о повышении равномерности поверхности. При осаждении на реверсированном токе при прохождении обратного импульса происходит преимущественное растворение выступов и сглаживание структуры. Снижаются средняя шероховатость, значения максимальных высот, пиков и впадин.

Таблица 1. Параметры шероховатости поверхности

Параметр	Условия электроосаждения для образцов		
	ИТ, $f = 1$ Гц	ИТ, $f = 10$ Гц	РТ, $f = 10$ Гц
Средняя шероховатость (R_a), нм	1,406	1,68079	0,677
Среднеквадратичная шероховатость (R_q), нм	1,814	2,14253	0,878
Максимальная высота шероховатости (R_p), нм	9,769	9,86214	4,954
Максимальная глубина впадины шероховатости (R_v), нм	5,951	6,26984	1,994
Максимальная высота пика шероховатости (R_{pm}), нм	3,818	3,5923	2,960
Средняя максимальная высота шероховатости (R_{tm}), нм	6,384	6,57001	2,375
Средняя максимальная глубина долины шероховатости (R_{vm}), нм	3,659	3,68815	1,095
Средняя максимальная высота пика шероховатости (R_{pm}), нм	2,726	2,88186	1,280
Среднее отношение высоты третьего по высоте пика к глубине третьей по глубине впадины (R_{3z}), нм	5,952	8,10718	2,850
Среднее отношение высоты третьего по высоте пика к глубине третьей по глубине впадины (R_{3z} ISO), нм	2,708	5,34101	1,264
Средняя максимальная высота профиля (R_z), нм:	6,878	8,40713	3,399
Средняя максимальная высота шероховатости (R_z ISO), нм	6,384	6,57001	2,374
Максимальная шероховатость от пика до впадины ($R_v = R_{max}$), нм	8,907	9,85511	3,302
Коэффициент асимметрии (R_{sk})	-0,450	-0,626813	0,229
Экссесс (R_{ku})	3,330	3,00104	3,360
<i>Пространственные параметры</i>			
Среднее расстояние между неровностями профиля (S_m), мкм	3,019	3,45539	1,098
Средняя длина волны профиля (λ_a), мкм:	3,199	3,68602	1,619
Среднеквадратичная длина волны профиля (λ_q), мкм	2,942	2,8173	1,673

Окончание табл. 1

Параметр	Условия электроосаждения для образцов		
	ИТ, $f = 1$ Гц	ИТ, $f = 10$ Гц	РТ, $f = 10$ Гц
<i>Гибридные параметры</i>			
Средний по модулю наклон (Δa)	2,762	2,86508	2,629
Среднеквадратичный наклон (Δq)	3,873	4,7783	3,298
<i>Длина (L), мкм</i>			
Длина растянутого профиля (L), мкм	57,360	58,7423	14,279
Относительная длина профиля (lr)	1,000	1,000	1,000

Исследовано влияние нестационарных режимов электролиза на поверхностную концентрацию и распределение алмазных зерен в поликомпозиционных покрытиях (рис. 2, табл. 2) [2].

Для оптимизации метода управления составом поликомпозиционных никелевых покрытий использован метод полного факторного эксперимента. Для описания возможной связи между составом покрытий и условиями электроосаждения построена математическая модель (1) в виде уравнения регрессии с учетом линейных эффектов и факторов взаимодействия. В качестве воздействующих факторов использована амплитудная плотность тока X_1 , частота X_2 , длительность обратного импульса X_3 . Постоянный ток соответствует начальным условиям, где $X_1 = A$ ($A = i_{ампл}^{cp} = 2,5$ А/дм²), X_2 – нижний уровень, X_3 – нижний уровень. Для импульсного тока начальные условия $X_1 = AAA$ ($AAA = i_{ампл}^{cp} = 8,33$ А/дм²), X_2 – верхний уровень, X_3 – нижний уровень. Для реверсированного тока начальные условия $X_1 = AA$ ($AA = i_{ампл}^{cp} = 5,0$ А/дм²), X_2 – основной и верхний уровень, X_3 – основной и верхний уровень.

$$Y = 59,17 + 6,53X_1 - 13,172X_2 + 0,365X_3 - 25,297X_1X_2 + 2,657X_1X_3 + 0,365X_2X_3 + 2,657X_1X_2X_3.$$

Как следует из полученной модели, наиболее сильное влияние на состав покрытий оказывает совместное воздействие частоты и амплитудной плотности тока. Так как коэффициенты при X_1

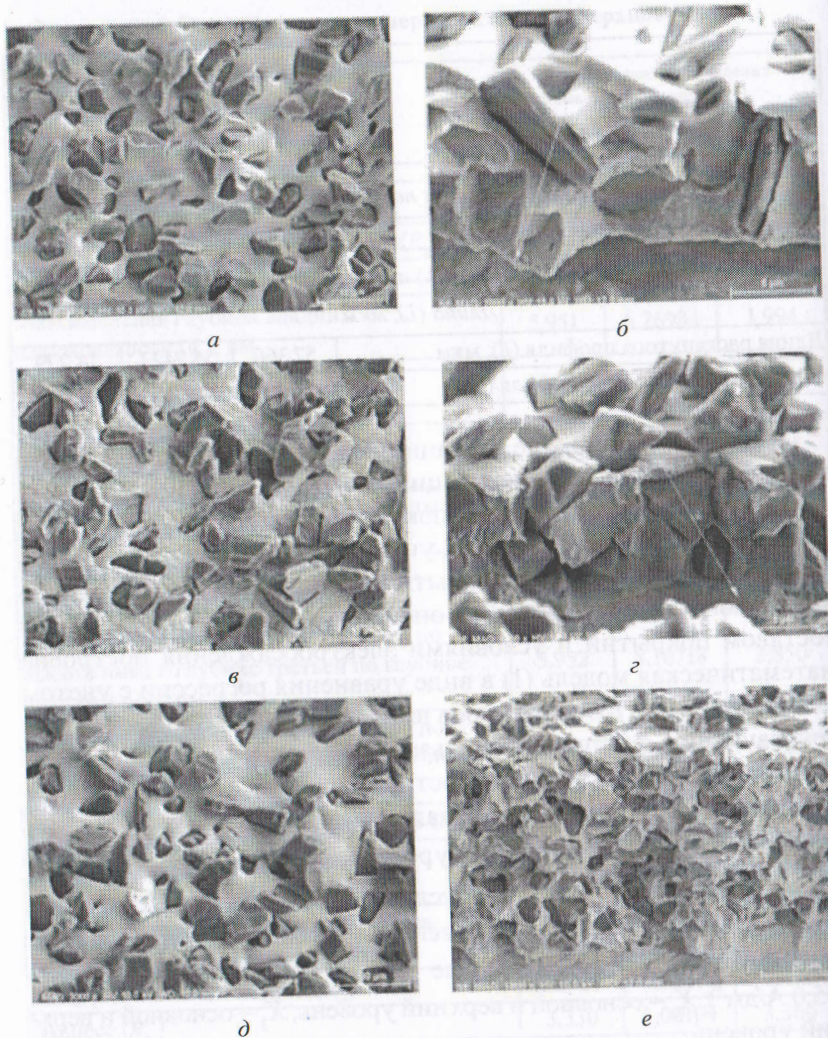


Рис. 2. Поверхность (а, в, д) и поперечный срез (б, г, е) поликомпозиционных никелевых покрытий, полученных при различных условиях электроосаждения (а, б – постоянный ток; в, г – реверсированный ток с отношением длительностей прямого и обратного импульсов 60 : 30 мс; д, е – программируемый режим электролиза (циклическое чередование по 1 мин постоянного и импульсного токов с отношением длительности импульса и паузы 30 : 70 мс))

и X_3 положительные, с увеличением плотности тока содержание агрегатов углерода в покрытии увеличивается. Такой же характер зависимости существует и для фактора длительности обратного импульса, однако в гораздо меньшей степени. При X_2 коэффициент отрицательный, поэтому с увеличением частоты тока уменьшается отклик, т. е. содержание дисперсной фазы уменьшается.

Таблица 2. Влияние условий электроосаждения на состав покрытий

Параметр электроосаждения	Поверхностное содержание компонентов в покрытии, мас.%		
	C	Ni	O
Постоянный ток	67,75	30,47	1,78
Импульсный ток:			
300 : 700 мс	51,43	46,63	1,95
30 : 70 мс	42,12	55,23	2,66
3 : 7 мс	48,42	49,28	2,30
(Постоянный ток + импульсный ток 3 : 7 мс) чередование	64,11	29,95	5,95

Примечание: для всех режимов $i_{cp} = 2,5 \text{ А/дм}^2$.

Установленные закономерности позволили предложить метод, основанный на программировании параметров нестационарного тока, для управления составом поликомпозиционных покрытий с варьируемым количеством дисперсной фазы. В частности, комбинирование условий электроосаждения – постоянного тока с катодной плотностью $2,5 \text{ А/дм}^2$, реверсированного тока с частотой от 2,5 до 11,1–12,5 Гц, импульсного тока с частотой от 1 до 100 Гц – позволило получить электрохимические покрытия с содержанием дисперсной фазы в диапазоне от 22,87 до 92,66 мас.%.

Литература и источники

1. Использование реверсированного тока для электроосаждения композиционного покрытия на диски алмазные режущие / И. И. Кузьмар [и др.] // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – 2017. – Т. 17, № 2. – С. 433–436.

2. *Гульпа, Д. Ю.* Влияние частиц ультрадисперсного алмаза на структуру поликомпозиционных покрытий [Электронный ресурс] / Д. Ю. Гульпа, П. С. Зубаревич, И. И. Кузьмар // Электронные системы и технологии : сб. материалов 58-й науч. конф. аспирантов, магистрантов и студентов БГУИР, Минск, 18–22 апр. 2022 г. / редкол.: Д. В. Лихачевский [и др.]. – Минск : БГУИР, 2022. – С. 376–379.