

УДК 621.357.7; 544.653.23; 544.654.2

А.М. Гиро, в.н.с., канд. физ.-мат. наук,
Л.К. Кушнер, ст. научн. сотр.,
И.И. Кузьмар, ст. научн. сотр., канд. техн. наук
БГУИР, Минск

ПРОГРАММНО АППАРАТНЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ТЕМПЛАТНО АССИСТИРОВАННОГО СИНТЕЗА МАГНИТНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

В настоящее время большое внимание уделяется поиску новых методов формирования композиционных материалов, в том числе созданию пространственно-упорядоченных магнитных наноструктур со строго определенными геометрией, химическим составом и функциональными свойствами. Электрохимическое заполнение пор в темплатах на основе пористого кремния или пористого оксида алюминия металлами группы железа (Fe, Ni, Co) или их сплавами является одним из наиболее перспективных методов получения магнитных наноконкомпозитов [1].

Условия массопереноса при заполнении пор существенно отличаются от имеющих место при электроосаждении на плоскую поверхность. При осаждении на постоянном токе концентрация солей осаждаемого металла быстро уменьшается в глубине поры и металл начинает осаждаться в приповерхностной области. В результате не удается достичь равномерного осаждения металла по глубине поры. Никакие методы перемешивания электролита не позволяют улучшить подвод ионов осаждаемого металла в глубину поры.

Использование нестационарных режимов электролиза позволяет за счет соответствующего выбора длительностей катодных и анодных импульсов тока, введения пауз между ними, а также формы и амплитуды токов добиться существенного улучшения массопереноса в порах и, как следствие, равномерного осаждения металла от дна к поверхности поры. В паузах и анодных импульсах, за счет диффузии, происходит выравнивание концентрации электролита в глубине пор. Освоение такой технологии позволяет обеспечить разработанный программно аппаратный технологический комплекс (рисунок 1).

Программно аппаратный технологический комплекс работает как непосредственно под управлением персонального компьютера (связь с компьютером осуществляется по каналу USB), так и в автономном режиме по ранее заданной программе, сохраненной в энергонезависимой памяти.



Рисунок 1 – Программно аппаратный технологический комплекс для темплатно ассистированного синтеза магнитных нанокompозитов

Программно аппаратный технологический комплекс (ПАТК) имеет следующие характеристики:

- питание от сети переменного тока 230 В, 50 Гц;
- режимы работы – гальваностатический, потенциостатический;
- выходной ток (напряжение) – последовательности прямоугольных импульсов стабилизированного тока (напряжения) с амплитудой, регулируемой в пределах от минус 2 А до плюс 2 А при напряжении до ± 35 В;
- дискретность задания амплитуды тока (напряжения) - не более 1% от максимальной амплитуды;
- нестабильность мгновенного значения тока (напряжения) – не более $\pm 1\%$;
- длительности импульсов и пауз могут быть заданы в диапазоне от 100 микросекунд до 999 секунд с дискретностью 10 микросекунд;
- индикация напряжения и тока осуществляется при помощи внешних измерительных приборов, подключаемых к гнездам «Контроль напряжения» и «Контроль тока»;
- окончание технологического процесса сопровождается звуковым сигналом;
- входные и выходные цепи источника импульсного тока гальванически изолированы от сети и от корпуса;
- обеспечена защита от короткого замыкания и перегрева.

ПАТК позволяет производить независимую регулировку длительности пауз, а также длительностей и амплитуд тока (напряжения) катодного и анодного циклов, что дает широкие возможности при исследовании электрохимических процессов. В качестве примера, на рисунке 2 показаны две последовательности выходного рабочего тока (напряжения), обеспечиваемого программно аппаратным технологическим комплексом.

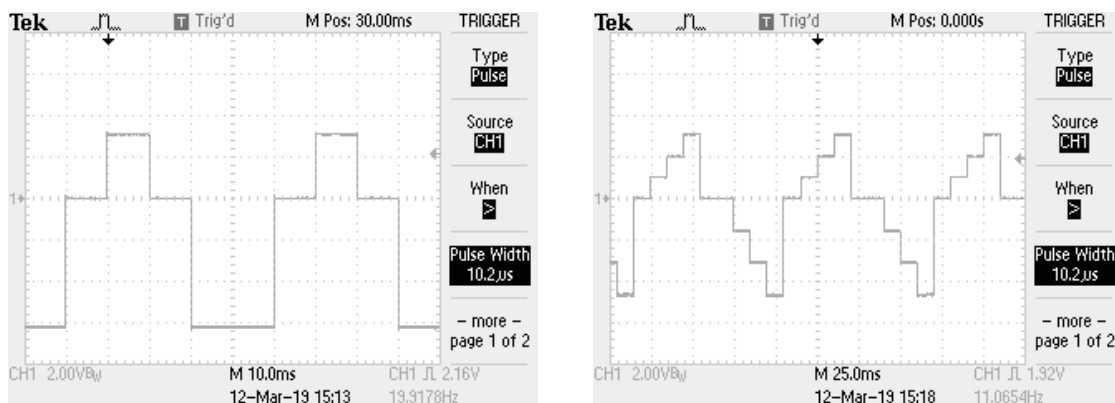


Рисунок 2 – Осциллограммы формы выходного тока (напряжения), иллюстрирующие возможности программно аппаратного технологического комплекса

Для проверки функциональных возможностей ПАТК, проведены работы по синтезу магнитных нанокompозитов путем электрохимического заполнения кобальтом пор в темплатах на основе пористого оксида алюминия без предварительного удаления барьерного слоя. Электрохимическое осаждение кобальта вели в нестационарных режимах с использованием ПАТК. Проведены измерения магнитного момента полученных нанокompозитов в зависимости от величины намагничивающего поля для различной степени заполнения пор (различное время осаждения кобальта) в направлении параллельном и перпендикулярном поверхности пленки.

Измерения показали, что полученные нанокompозиты имеют вертикальную анизотропию – прямоугольность петли гистерезиса в направлении перпендикулярном подложке выше, чем в плоскости подложки, что показано на рисунке 3. С ростом времени заполнения пор растет не только магнитный момент пленки (что вполне объяснимо, так как увеличивается количество металлического кобальта в пленке), но и прямоугольность петли гистерезиса в направлении перпендикулярном к поверхности подложки. Последнее явление мы объяснили тем, что уменьшается эффект саморазмагничивания, поскольку с увеличением количества кобальта

в пленке увеличивается длина нанонитей в нанокompозите, а, значит, увеличивается и соотношение длины нанонитей к их диаметру. Полученные материалы могут быть использованы в качестве сред для хранения больших объемов информации.

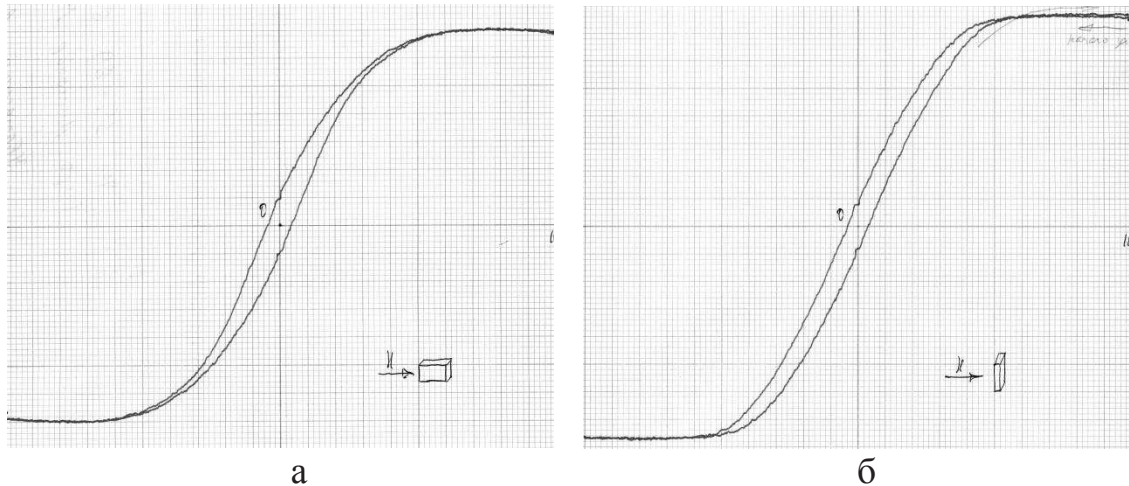


Рисунок 3 – Результаты измерений магнитного момента нанокompозита в зависимости от величины намагничивающего поля в направлении параллельном (а) и перпендикулярном (б) поверхности пленки

Помимо этого, ПАТК продемонстрировал прекрасные результаты при формировании трехмерных токопроводящих межсоединений ИМС с помощью сквозных отверстий в кремниевой пластине (технология TSV - Through Silicon Via). Для заполнения медью глубоких отверстий диаметром 5 мкм (с аспектным отношением более 5), сформированных в кремнии, использовано электроосаждение на реверсированном токе в присутствии выравнивающих добавок. Механизм процесса заключается в том, что выравнивающие добавки, адсорбирующиеся на поверхности катода пропорционально градиенту тока, создают барьерный слой, препятствующий осаждению металла на выступах и острых кромках, способствуя преимущественному осаждению в глубине отверстий, с последующим анодным растворением металла преимущественно на выступающих участках при обратном импульсе тока.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гиро А.М. Композиционные пленки для систем магнитной записи / А.М. Гиро. – Мн.: Бестпринт, 2005. – 226 стр. ISBN 985-6722-98-5.

2. Кушнер, Л.К. Электрохимическое заполнение TSV-отверстий на реверсированном токе / Л.К. Кушнер, Л.И. Степанова, И.И. Кузьмар, А.А. Хмыль, С.К. Лазарук, А.В. Долбик // *Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения*. – 2018, Т. 18, № 1, – С. 179–182.

Р.Р. Каюмов^{1,2,3}, А.П. Радаева⁴, О.В. Бушкова^{1,3}

¹ИПХФ РАН, Черноголовка, ²Центр компетенций НТИ по технологиям новых и мобильных источников энергии при ИПХФ РАН,

³ИХТТ УрО РАН, Екатеринбург, ⁴МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва

kayumov@icp.ac.ru

ВЛИЯНИЕ СМЕСИ ДМСО-СУЛЬФОЛАН НА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛИТИЕВОЙ ФОРМЫ НАФИОНА

Неводные проводящие твердые полимерные электролиты представляют как фундаментальный, так и практический интерес. В апротонных системах носителями заряда в мембранах Нафион часто являются катионы различной природы. Ионы Li^+ , безусловно, являются наиболее распространенным носителем заряда из-за их повсеместного использования в неводных химических источниках энергии, таких как аккумуляторы. Перспективы повышения их безопасности и расширения рабочего диапазона температур связаны с заменой используемых в настоящее время жидких и гелевых электролитов на полимерные.

Наиболее известным представителем этого класса материалов является перфторированная ионообменная мембрана Нафион[®] 115 (фирмы DuPont). Введение в такие мембраны специально подобранных диполярных апротонных растворителей позволяет получить полиэлектролиты с униполярной проводимостью по катиону металла порядка 10^{-5} – 10^{-3} См/см, близких по проводимости к жидким Li^+ -проводящим электролитам.

Растущее использование смешанных растворителей в электрохимических исследованиях побудило провести оценку пластифицирующих смесей с умеренно высокой диэлектрической проницаемостью. В качестве растворителей были выбраны ДМСО и сульфолан. Выбор этих растворителей обусловлен тем, что оба вещества обладают сопоставимой полярностью и высокой проводимостью. Несмотря на то, что оба растворителя имеют высокие температуры плавления ($t_{\text{плав}}(\text{ДМСО}) = 18,5$ °С, $t_{\text{плав}}(\text{сульфолана}) = 27,5$ °С), что затрудняет их использование в области отрицательных температур. По фазовой диаграмме системы ДМСО-сульфолан,