

УДК

Котельникова А.Н., Зубарь Т.И., Панасюк, М.И.,  
Федькин В.А., Канафьев О.Д., Труханов А.В.  
(ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»,  
г. Минск, Беларусь)

## ВЛИЯНИЕ ПОСТОЯННОГО, ИМПУЛЬСНОГО И ИМПУЛЬСНО-РЕВЕРСНОГО РЕЖИМОВ ТОКА НА ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЕ ПЛЁНОК NiFe

**Введение.** Электроосаждённые сплавы NiFe широко применяются в микроэлектронике благодаря своей магнитомягкости. В частности, их применяют для создания магнитных записывающих головок и носителей для жёстких дисков. Главное преимущество метода электроосаждения в возможности нанесения тонких покрытий (как нано- так и микрометровых) на детали любой формы. Применение различных составов электролитов, а также изменения в технологических параметрах осаждения (такие как режим подачи тока, плотность тока и др.) позволяют получить сплавы с различными составами и разной микроструктурой поверхности, что соответственно влияет на магнитные свойства материалов [1-2].

**Материалы и методы.** В данном исследовании были изучены NiFe плёнки, электрохимически осаждённые из электролита следующего состава: NiSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O — 210 г/л, NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O — 20 г/л, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>—30 г/л, MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O — 60 г/л, FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O — 15 г/л, KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>·4H<sub>2</sub>O (сегнетова соль) —30 г/л, аскорбиновая кислота – 2 г/л, сахарин — 2 г/л. Плёнки осаждались на подложки из полированной стали при 35 °С и рН раствора 2,2. Плотность тока составляла 25 мА/см<sup>2</sup>, что в данных условиях соответствует скорости осаждения 25 мкм/час для синтеза при постоянном токе. Осаждение велось в режиме постоянного тока, импульсного тока и импульсно-реверсного тока. Параметры осаждения представлены в Таблице 1.

Таблица 1 — Технологические параметры получения плёнок NiFe при постоянном, импульсном и импульсно-обратном токе.

Образец	Длительность импульса $t_{и}$ , с	Длительность паузы, с	Длительность реверсного тока, с	Общее время осаждения, мин	Эффективное время осаждения, мин
ПТ	-	0	-	60	60
ИТ	0,1	0,1	-	120	60
ИРТ	0,1	0,095	0,005	126	60

Для проведения исследований плёнки NiFe были отделены от стальных подложек. Энергодисперсионный рентгеновский спектрометр AZtecLive Advanced с Ultim Max 40 (Oxford Instruments, Бognor Реджис, Великобритания) использовался для исследования химического состава образцов. Исследование кристаллической структуры проводилось методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре EMPYREAN (PANalytical, Malvern Instruments, Малверн, Великобритания) с использованием излучения Cu-K $\alpha$  в геометрии Брэгга–Брентано, фокусирующемся в диапазоне углов  $2\theta = 40-100^\circ$ . Размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) были оценены с использованием метода Вильямсона–Холла для всех пиков из твердого раствора fcc. Микроструктуру поверхности изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Zeiss EVO 10 (Zeiss, Оберкохен, Германия).

**Результаты и выводы.** Для полученных образцов было обнаружено повышение содержания железа в сплаве при переходе от постоянного тока к импульсному ( $t_{\text{и}}=0.1\text{с}$ ) с 36,4 до 42,2 % (см. Рисунок 1), что связано с увеличением аномального характера осаждения в режиме ИТ. При переходе к импульсно-реверсному режиму содержание железа составило 27,5 %. Уменьшение содержания железа связано с более быстрым растворением железа во время анодных импульсов [3].

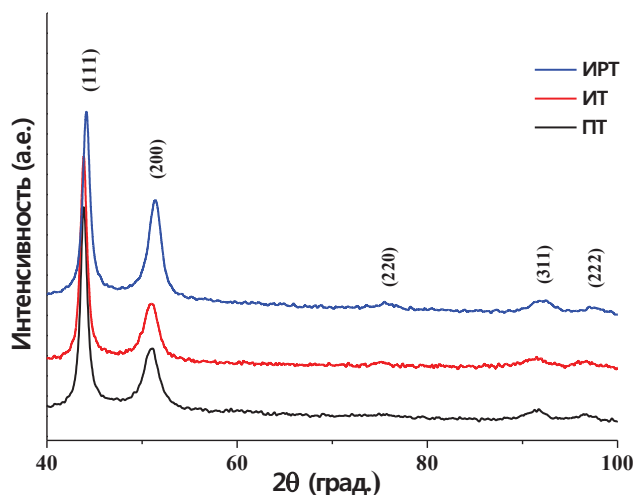


Рисунок 2 – Рентгеноструктурные данные плёнок NiFe.

Согласно рентгеноструктурным исследованиям (см. Рисунок 1) во всех образцах плёнок были сформированы твёрдые растворы Fe в Ni, так как наиболее интенсивные пики дифракции (42-43 и 51  $2\theta,^\circ$ ) и менее интенсивные пики (75-76, 92-93, 97  $^\circ, 2\theta$ ) соответствуют пикам

для кристаллической решётки никеля. Методом Вильямсона-Холла для образцов были рассчитаны ОКР (области когерентного рассеяния) и параметры решёток (см. Таблица 2). ОКР образцов ПТ и ИРТ составили 6 нм, а у образца ИТ – 7 нм. Параметры  $a$  элементарной ячейки составили 3,57-3,577 Å, а для  $V$  – 45,50-45,77 Å<sup>3</sup>.

Таблица 2 – Параметры кристаллической решётки плёнок NiFe.

Образец	ОКР, нм	$a$ , Å	$V$ , Å <sup>3</sup>
ПТ	6±1	3,570	45,50
ИТ	7±1	3,571	45,54
ИРТ	6±1	3,577	45,77

Микроструктура поверхности плёнок NiFe, исследованная с помощью СЭМ, представлена на Рисунке 2. Образец ПТ имеет гладкую поверхность с большим количеством пор. Поверхность образца ИТ чуть менее гладкая, однако не содержит поры. Поверхность образца ИРТ плёнок объёмными структурами, имеющими форму «цветной капусты» [4].

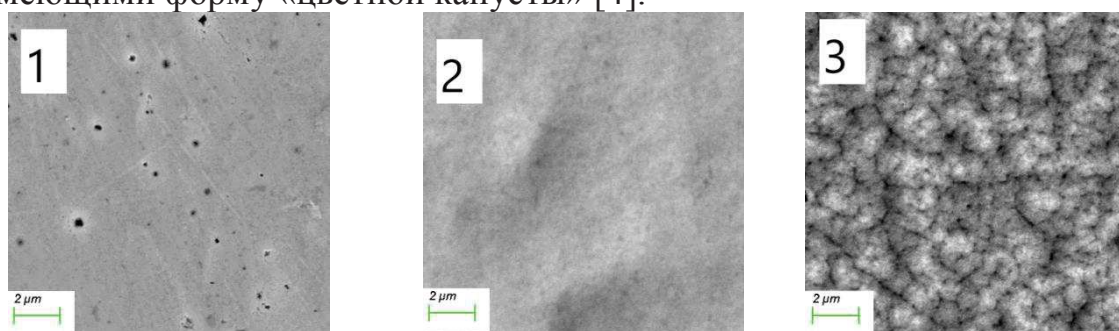


Рисунок 2 – Микроструктура поверхности плёнок NiFe, исследованная с помощью СЭМ: 1 – ПТ, 2 – ИТ, 3 – ИРТ

Столь резкое изменение микроструктуры поверхности обусловлено разницей в адсорбции сахараина при электроосаждении в режимах прямого и переменного тока. В случае осаждения в ПТ или ИТ сахарин хорошо адсорбируется на поверхности образца и ингибирует вертикальный рост зерен. В результате образуется гладкий и яркий осадок. Тогда как при осаждении в режиме ИРТ анодные импульсы приводят к более быстрой десорбции сахараина в объем электролита, что снижает его активность в качестве ингибитора вертикального роста [5]. Вследствие чего, вертикальный рост зерен усиливался и способствовал развитию объёмных микроструктур на поверхности плёнки.

Таким образом в ходе данного исследования была получена серия пленок сплава NiFe с использованием прямого, импульсного и импульсно-реверсного электроосаждения. Образцы имели состав от 27,5 до 42,15 ат. % Fe с различиями, обусловленными сменой режимов тока. Пленка ПТ имеет более высокое содержание Fe (42,15 ат. %), по сравнению с пленкой ИТ (36,40 ат. %), что является результатом более аномального характера соосаждения в режиме ИТ. Содержание Fe в пленках ИРТ, напротив, было ниже, чем в пленках ПТ и ИТ. Причиной этого является более быстрое окисление и растворение Fe во время анодных импульсов. Рентгенофазовые исследования кристаллической структуры показали, что наиболее интенсивные и характерные пики соответствуют атомным плоскостям (fcc) Ni для всех образцов. Параметр элементарной ячейки и ОКР практически одинаковы для всех образцов. Согласно снимкам СЭМ, образцы ПТ и ИТ имели гладкую поверхность, тогда как образец ИРТ имел поверхность, покрытую объемными микроструктурами. Столь радикальное изменение поверхности, вероятно, вызвано как изменением режима подачи тока, так и изменением адсорбции сахарина при катодных и анодных импульсах.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Wasekar N.P. Influence of mode of electrodeposition, current density and saccharin on the microstructure and hardness of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings / N.P. Wasekar, P. Haridoss, S.K. Seshadri, G. Sundararajan // Surf. Coatings Technol. – 2016. – 291. – P. 130–140.
2. Tsay P. Compositional effects on the physical properties of iron-nickel deposits prepared by means of pulse-reverse electroplating / P. Tsay, C.C. Hu, C.K. Wang // Mater. Chem. Phys. – 2005. – 89. – P. 275–282.
3. Flynn D. Influence of pulse reverse plating on the properties of Ni-Fe thin films / D. Flynn, M.P.Y. Desmulliez // IEEE Trans. Magn. – 2010. – 46. – P. 979–985.
4. Dennis J.K. Bright nickel electroplating / J.K. Dennis, T.E. Such // Nickel Chromium Plat. – 1993. – P. 96–131.
5. Kim S.H. Effect of saccharin addition on the microstructure of electrodeposited Fe-36 wt.% Ni alloy / S.H. Kim, H.J. Sohn, Y.C. Joo, Y.W. Kim, T.H. Yim, H.Y. Lee, T. Kang // Surf. Coatings Technol. – 2005. – 199. – P. 43–48.