

В.Ф. Гологан,\* Ж.И. Бобанова,\* С.Х. Ивашку,\* В.А. Мазур,\*\* Б. Пушкашу\*\*

## ОСОБЕННОСТИ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ИНДУКТИВНО-ЕМКОСТНОГО УСТРОЙСТВА НА ПРОЦЕСС НИКЕЛИРОВАНИЯ

*\*Институт прикладной физики АНМ,  
ул. Академией, 5, Кишинев, MD-2028, Республика Молдова  
\*\*ЦАМ АНМ,  
ул. Академией, 3, Кишинев, MD-2028, Республика Молдова*

Гальванические покрытия никеля широко применяются благодаря их коррозионной стойкости и механическим свойствам [1]. В результате многочисленных исследований были предложены для промышленного применения составы электролитов и условия электролиза, удовлетворяющие современным требованиям. Однако актуальными остаются работы, направленные на изыскания возможности повышения производительности осаждения и качества покрытий. Как было отмечено в предыдущих работах, для решения указанных задач можно использовать специальные индуктивно-емкостные устройства, встроенные или последовательно подключенные к примененным в гальванических производствах выпрямителях, изменением параметров которых можно оказывать существенное влияние как на кинетику электрохимического процесса, так и на физико-механические свойства покрытий [2]. Поэтому цель настоящей работы – исследования влияния параметров индуктивно-емкостного контура на процесс никелирования.

### **Методика проведения исследований**

В настоящей работе использован однофазный источник питания, состоявший из трансформатора мощностью 40 Вт, блока выпрямления и последовательного подключенного параллельного индуктивно-емкостного контура (аналогичный использованному в [3]). Индуктивность формировалась соединением дросселей, которые позволяли изменять ее значение в пределах 2,5–30 Гн. Емкость включала в себя параллельно соединенные конденсаторы и изменялась в пределах 2200–35200 мкФ. Этот источник питания использовался при снятии поляризационных кривых, а также для нанесения покрытий на образцы для других видов испытания.

Осаждение покрытий проводилось в электролите, содержащем  $\text{NiSO}_4$  – 320 г/л,  $\text{NiCl}_2$  – 60 г/л,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  – 40 г/л, при следующих условиях электролиза: температура электролита – 40°C, pH 4,5, плотность тока изменялась от 1 до 10 А/дм<sup>2</sup>.

Потенциал катода регистрировался при осаждении никеля на платиновую пластинку с площадью 1 см<sup>2</sup> и ступенчатым регулированием тока с выдержкой при каждом значении 20 сек, необходимой для стабилизации потенциала [4]. Величина тока устанавливалась при помощи магазина сопротивлений и измерялась вольтамперметром модели M209. Электродом сравнения служил насыщенный каломельный электрод сравнения. Измерение потенциала катода осуществлялось вольтметром модели В7-27А/1. Форму тока регистрировали с помощью осциллографа марки С1-55.

Переменные составляющие тока в цепи источник питания–ванна [5] изучали с применением частотного анализатора СК4-56.

Покрытия толщиной 0,1 мм, осажденные на образцы, с поверхностью 0,04 дм<sup>2</sup> использовались для изучения их морфологии и структуры при помощи сканирующего электронного микроскопа модели TESLA BS-340. Микрошлифы приготавливались на торцевой поверхности образца.

### **Результаты и обсуждения**

Проведенные исследования показали, что изменение параметров индуктивно-емкостного устройства ( $L$ ,  $C$ ) оказывало существенное влияние на поляризацию катода. На рис. 1, а, б, в, на

основе снятых поляризационных кривых показаны разность отклонения потенциалов катода  $\Delta\phi$  для плотности тока  $10 \text{ A/дм}^2$  при подключении индуктивности (рис. 1,а),  $L_{\text{оп}}$  и емкости (рис. 1,б),  $C_{\text{оп}}$  и  $L$  (рис. 1,в) и потенциал катода при этой же плотности тока для случая без подключения элементов контура ( $L, C$ ). На рис. 1,г приведены поляризационные кривые при подключении выпрямителя без контура (кривая 1), выпрямителя и  $L_{\text{оп}}$  (кривая 2), выпрямителя и  $L_{\text{оп}}, C_{\text{оп}}$  (кривая 3).  $L_{\text{оп}}, C_{\text{оп}}$  соответствуют значениям  $L, C$ , при которых получены наибольшие отклонения  $\Delta\phi$ .

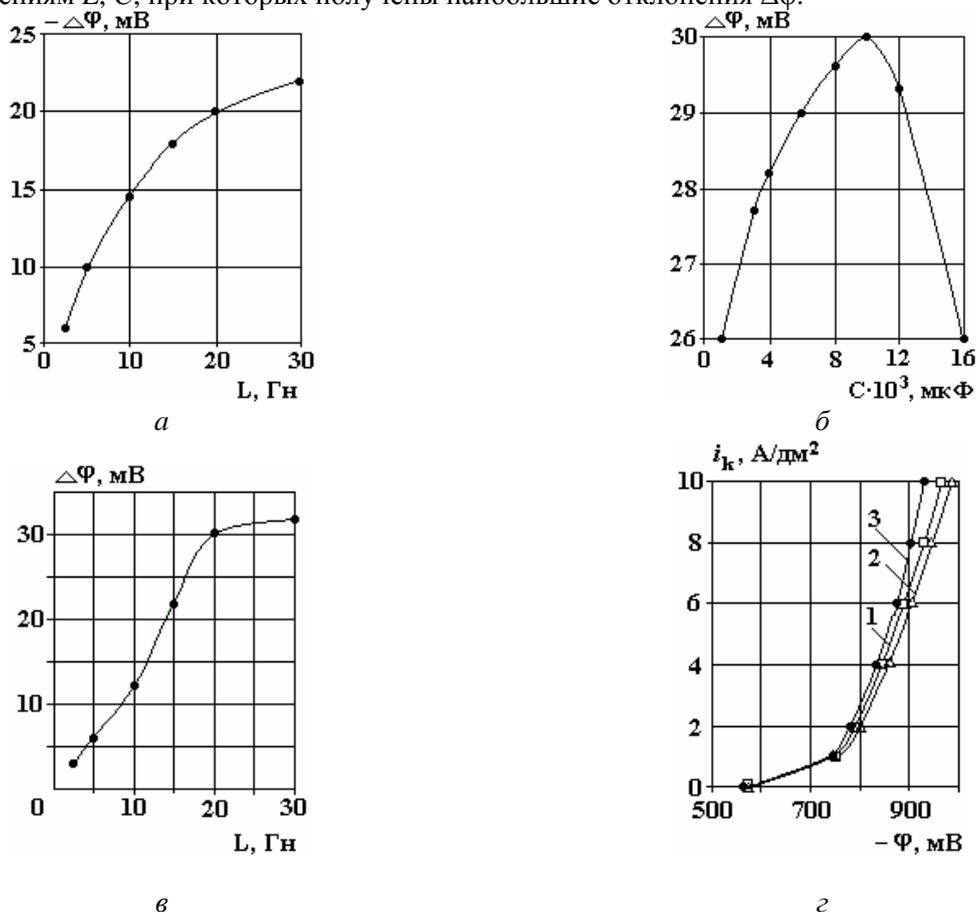


Рис. 1. Влияние параметров индуктивно-емкостного устройства  $L$  и  $C$  на поляризацию катода: а – влияние индуктивности ( $L$ ) на отклонения потенциала электрода  $\Delta\phi$  от значения потенциала катода для случая отсутствия контура при плотности тока  $10 \text{ A/дм}^2$ ; б – влияние емкости на  $\Delta\phi$  при подключении оптимальной индуктивности ( $L_{\text{оп}} = 20 \text{ Гн}$ ) при  $i_k = 10 \text{ A/дм}^2$ ; в – влияние индуктивности на  $\Delta\phi$  при подключении оптимальной емкости ( $C_{\text{оп}} = 2200 \text{ мкФ}$ ) при  $i_k = 10 \text{ A/дм}^2$ ; г – поляризационные кривые: 1 – без контура; 2 – при  $L_{\text{оп}}$ ; 3 – при  $C_{\text{оп}}, L_{\text{оп}}$

Подключения только индуктивностей к выпрямителю вызвало отклонение потенциала катода в более отрицательную область. Наибольшее отклонение – при плотности тока  $10 \text{ A/дм}^2$ , и наблюдалось оно при индуктивности  $L = 20 \text{ Гн}$  ( $L_{\text{оп}}$ ). Дальнейшее ее увеличение не вызывало существенных изменений потенциала катода (рис. 1,а). В опытах с  $L_{\text{оп}} = 20 \text{ Гн}$  и различными емкостями было установлено, что величина емкости не оказывает большого влияния на потенциал катода. При выбранных значения  $C$  потенциал катода изменялся всего на  $4 \text{ мВ}$  (рис. 1,б). Наибольшее отклонение потенциала в положительную область наблюдалось при  $C = 22000 \text{ мкФ}$  ( $C_{\text{оп}}$ ). В случае изменения значения индуктивности при  $C_{\text{оп}}$  потенциал катода смещался в положительную область, и наибольшее отклонение установлено при  $L = L_{\text{оп}}$ . Дальнейшее увеличение индуктивности не оказывало значительного влияния на поляризацию катода (рис. 1,в). Полученные поляризационные кривые свидетельствуют о том, что при подключении только  $L_{\text{оп}}$  потенциал катода сдвигался в отрицательную область по сравнению со значениями, полученными в опытах без контура, и при плотности тока  $10 \text{ A/дм}^2$  отклоняется на  $20 \text{ мВ}$ . В случае подключения  $L_{\text{оп}}$  и  $C_{\text{оп}}$  поляризационная кривая сдвигалась в более положительную область относительно кривой, полученной от источника без подключения контура, и максимальное отклонение потенциала составило  $30 \text{ мВ}$  при плотности тока  $10 \text{ A/дм}^2$  (рис. 1,г). Таким образом, изменением параметров индуктивно-емкостного устройства  $L$  и  $C$  можно оказывать существен-

ное влияние на поляризацию электрода, следовательно, на структуру и физико-механические свойства никелевых покрытий.

Изучением спектров переменных составляющих в цепи источник питания – ванна установлено, что они заметно отличаются. При осаждении покрытий без контура при токе 80 мА (плотность тока – 2 А/дм<sup>2</sup>) максимальная частота переменных составляющих была 3,3 кГц (рис. 2,а).

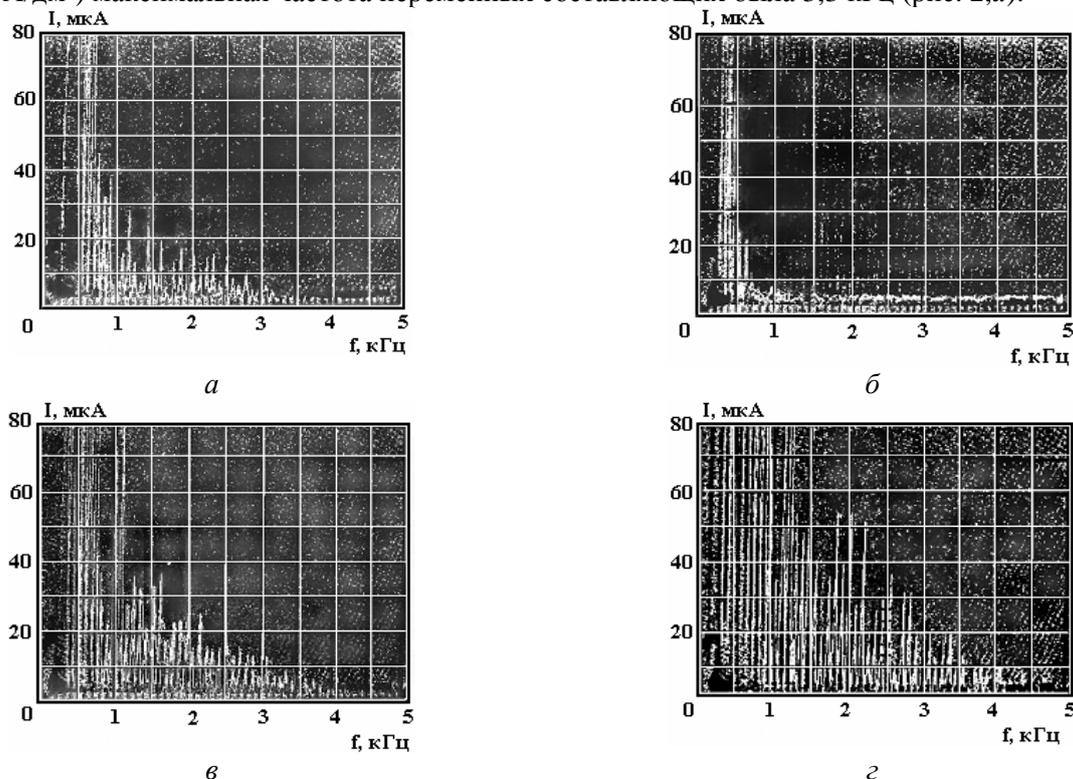


Рис. 2. Спектры переменных составляющих: 1 – без контура и  $i_k = 2 \text{ А/дм}^2$ ; 2 – при  $L_{on}$  и  $i_k = 2 \text{ А/дм}^2$ ; 3 – при  $C_{on}$ ,  $L_{on}$  и  $i_k = 2 \text{ А/дм}^2$ ; 4 – при  $C_{on}$ ,  $L_{on}$  и  $i_k = 4 \text{ А/дм}^2$

Как и в предыдущих исследованиях [2, 3], при подключении индуктивности были зафиксированы только начальные составляющие спектра (рис. 2,б).

Подключение индуктивности и емкости ( $L_{on}$ ,  $C_{on}$ ) способствовало возрастанию как амплитуды, так и частоты составляющих спектра (рис. 2,в).

Такие же изменения происходили и при увеличении плотности тока ( $i_k = 4 \text{ А/дм}^2$ ,  $I = 160 \text{ мА}$ ) при тех же параметрах контура (рис. 2,г).

Изучение морфологии покрытий показало, что у покрытий, полученных при плотности тока 2 А/дм<sup>2</sup> ( $I = 80 \text{ мА}$ ), без подключения индуктивно-емкостного устройства наблюдалась высокая плотность дефектов на поверхности (рис. 3,а). Подключение индуктивности  $L_{on}$  оказывало незначительное влияние на морфологию осадков (рис. 3,в).

При работе с контуром ( $L_{on}$ ,  $C_{on}$ ) количество дефектов на поверхности значительно уменьшалось (рис. 3,д). Увеличение плотности тока до 4 А/дм<sup>2</sup> ( $I = 160 \text{ мА}$ ) привело к отсутствию питтингов и образованию на поверхности наростов круглой формы (рис. 3,ж). Наибольшая шероховатость между поверхностными дефектами установлена у покрытий в случаях осаждения без контура и с подключением только индуктивности (рис. 3,б,г). Более гладкими были покрытия с подключением полного устройства (рис. 3,е,з).

Изучение структуры полученных покрытий вышеуказанными способами показало, что подключение только индуктивности  $L_{on}$  способствовало некоторому уменьшению кристаллических агрегатов (рис. 4,а,б). В случае подключения полного контура ( $L_{on}$ ,  $C_{on}$ ) при той же плотности тока 2 А/дм<sup>2</sup> осаждались дисперсные мелкокристаллические покрытия. Увеличение плотности тока (4 А/дм<sup>2</sup>) привело к некоторому укрупнению кристаллических агрегатов.

Вышеприведенные результаты свидетельствуют о существенном влиянии параметров индуктивно-емкостного устройства на кинетику осаждения и структуру никелевых покрытий. Сравнивая эти результаты с данными, полученными при осаждении меди (при тех же условиях экспериментов), можно сделать вывод, что выбор оптимальных параметров индуктивно-емкостного устройства зависит от особенности осаждаемого металла и состава раствора [3]. Для никелирования оптимальны значения индуктивности и емкости от значений, установленных для меднения: индуктивность возросла с

10 до 20 Гн, а емкость – с 17600 до 19800 мкФ. Кроме того, в случае подключения только  $L_{оп}\Delta\phi$  при осаждения никелевых покрытий был равен  $-20$  мВ, а при осаждении меди  $-50$  мВ при плотности тока  $10$  А/дм<sup>2</sup>. В случае подключения  $L_{оп}, C_{оп} \Delta\phi$  при осаждения никелевых покрытий был равен  $+30$  мВ, а для меди  $+50$  мВ при той же плотности тока. Эти данные свидетельствуют о том, что при осаждения никеля потенциал катода изменялся в пределах  $50$  мВ, а при меднении – в пределах  $100$  мВ. Таким образом, оптимальные значения параметров индуктивно-емкостного контура зависят от природы осаждаемого металла и оказывают различное влияние на поляризацию катода [2, 4].

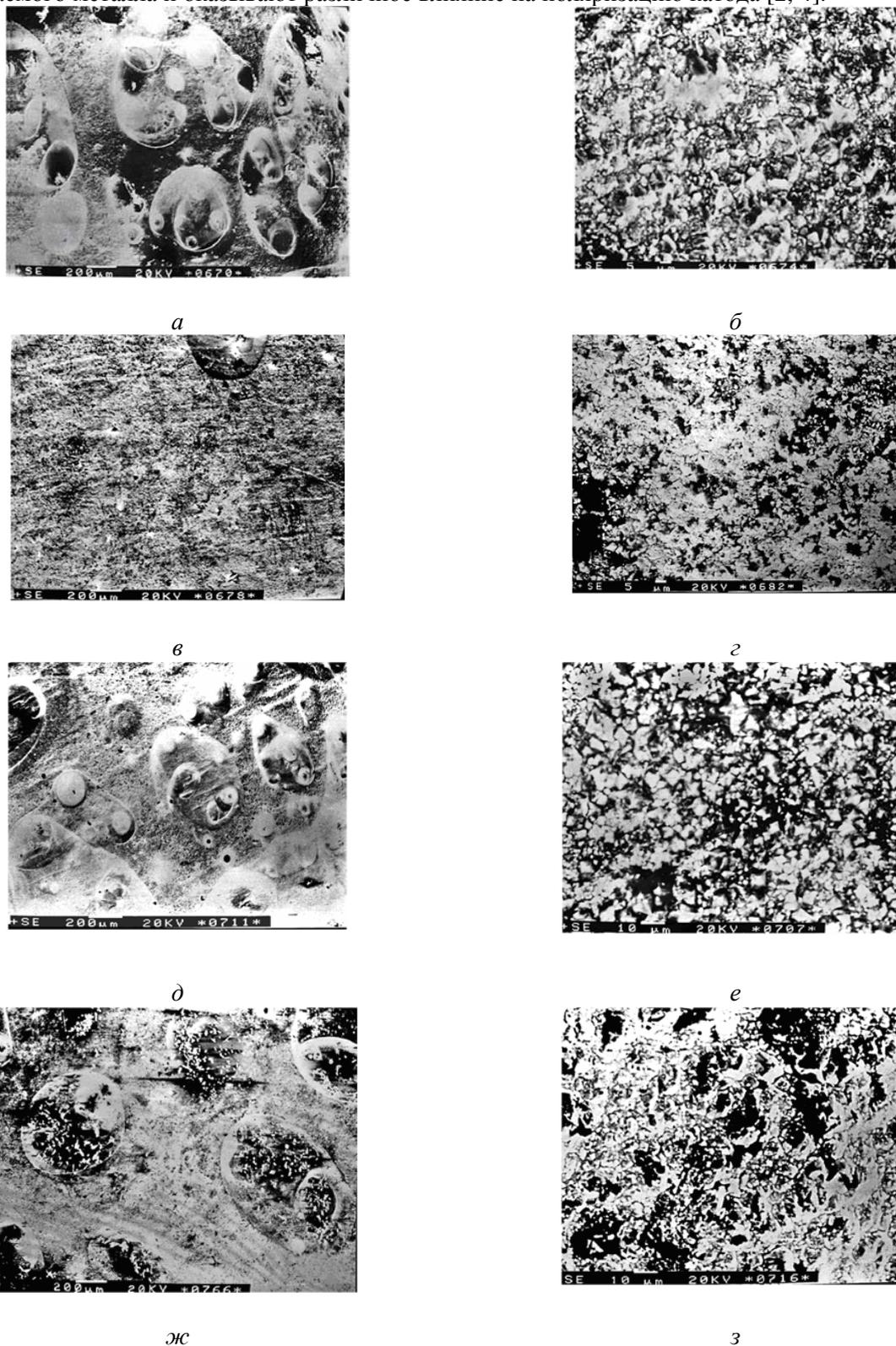


Рис. 3. Морфология покрытий, полученных: а (x100), б (x3000) – без контура и  $i_k = 2$  А/дм<sup>2</sup>; в (x100), г (x3000) – при  $L_{он}$  и  $i_k = 2$  А/дм<sup>2</sup>; д (x100), е (x3000) – при  $C_{он}, L_{он}$  и  $i_k = 2$  А/дм<sup>2</sup>; ж (x100), з (x3000) – при  $C_{он}, L_{он}$  и  $i_k = 4$  А/дм<sup>2</sup>

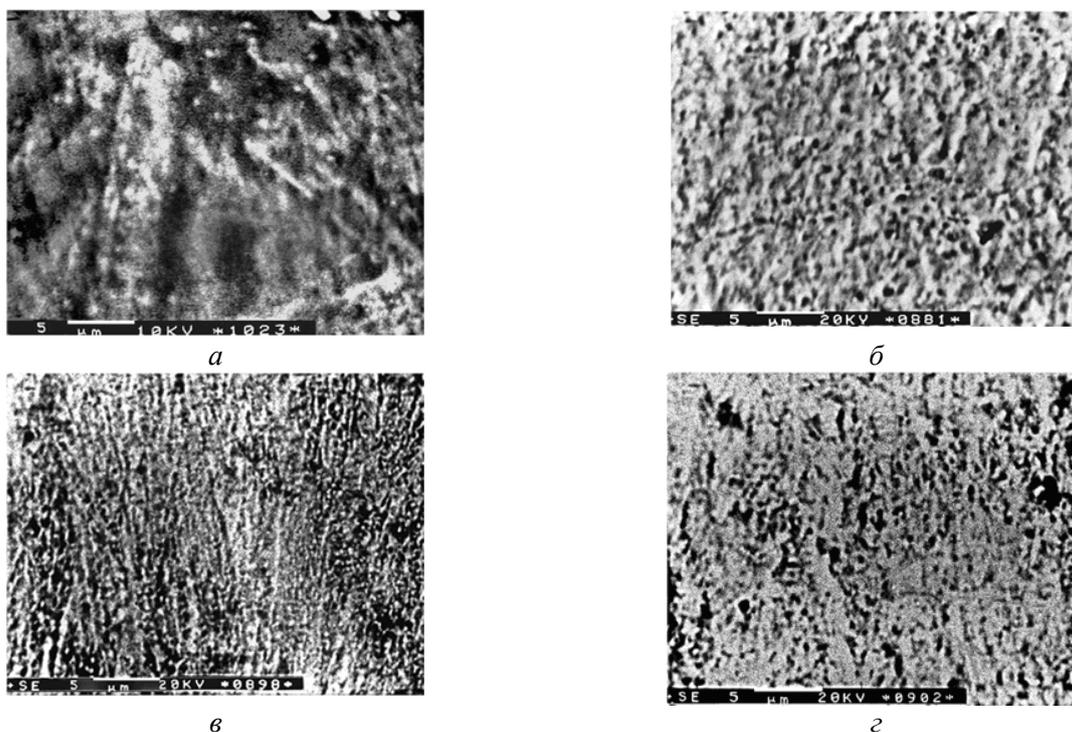


Рис. 4. Структура полученных покрытий ( $\times 3000$ ): а – без контура и  $i_k = 2 \text{ A/дм}^2$ ; б –  $L_{оп}$  и  $i_k = 2 \text{ A/дм}^2$ ; в – при  $C_{оп}$ ,  $L_{оп}$  и  $i_k = 2 \text{ A/дм}^2$ ; г – при  $C_{оп}$ ,  $L_{оп}$  и  $i_k = 4 \text{ A/дм}^2$

Изучение переменных составляющих показало, что частотная ширина спектра и значение ее составляющих (при том же значении тока и плотности тока) коррелируют с потенциалом катода: с ростом их величины и количества в спектре потенциал катода сдвигался в более положительную область. Однако эти показатели спектра зависят от величины тока (рис. 2, в, г). Сравнивая спектры, приведенные в данной работе, с полученными при осаждении меди при тех же условиях электролиза, можно заметить, что при осаждении никеля в экспериментах без контура наибольшая частота переменных составляющих уменьшилась с 5 до 3,3 кГц, а в случае подключения контура с параметрами  $L_{оп}$  и  $C_{оп}$  – с 6 до 4,2 кГц. При этом (при осаждении никеля) уменьшились и значения переменных составляющих.

Изменения кинетики осаждения, спектров переменных составляющих оказали существенное влияние и на структуру покрытий никеля. При оптимальных условиях ( $L_{оп}$ ,  $C_{оп}$ ) была получена более совершенная структура.

Таким образом, настоящие исследования подтверждают ранее полученные результаты [2, 3] о возможности применения индуктивно-емкостных устройств с целью увеличения производительности гальванического процесса и улучшения физико-механических свойств покрытий.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ваграмян А.Т., Петров Ю.Н. Физико-механические свойства электролитических осадков. М., 1960.
2. Гологан В.Ф. Управление электрохимическим процессом индуктивно-емкостными устройствами (обзор) // Электронная обработка материалов. 2005. № 6. С. 39–43.
3. Гологан В.Ф., Бобанова Ж.И., Ивашку С., Попов В. А., Мазур В.А. Особенности процесса осаждения гальванических покрытий в случае применения однофазного источника питания со встроенным индуктивно-емкостным устройством // Электронная обработка материалов. 2007. № 2. С. 12–16.
4. Ваграмян А.Т., Жемагорцяц М. Электроосаждение металлов и ингибирующая адсорбция. М., 1969.
5. Тягай В.А. Шумы электрохимических систем // Электрохимия. 1975. Т. 10. № 1. С. 3–24.

Поступила 13.04.07

## Summary

The experimental data received at various parameters of the inductance-capacitor device are discussed. It is possible to change kinetics electrochemical process and structure of nickel coating by varying inductance  $L$  and capacity  $C$  under other identical conditions of electrolysis.