

луширины.

Электронно-микроскопическое исследование показало, что при осаждении никеля из растворов, содержащих только соль Ni(II), получаются мелкодисперсные порошки, первичные частицы которых имеют размер 50-100 нм и объединены в крупные агрегаты неправильной, близкой к сферической, формы, размеры которых могут достигать 800-900 нм и более. Уменьшению средних размеров частиц способствует введение лигандов в раствор.

Таким образом, в процессе химического осаждения Ni(II) в объеме раствора с использованием борогидрида натрия в качестве восстановителя в зависимости от состава раствора, pH и температуры проведения реакции образуется высокодисперсный никель, содержащий от 11 до 43 ат.% бора, причем, как показал эксперимент, для синтеза индивидуального высокодисперсного вещества в большей степени приемлем процесс формирования никель-бор в щелочной среде (pH 9-12) при избытке восстановителя. Характер кристаллизационных процессов, протекающих при прогреве порошков Ni-B и приводящих к выделению кристаллического никеля и боридов Ni₃B и Ni₂B, существенно зависит от содержания в них бора.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИ ОСАЖДЕННЫХ НИКЕЛЬ-БОР ПОКРЫТИЙ - ПУТЬ К ЭКОНОМИИ ДРАГМЕТАЛЛОВ

Цыбульская Л.С., Новоторцева И.Г., Гаевская Т.В.

НИИ физико-химических проблем Белгосуниверситета, г. Минск

В производстве интегральных схем, печатных плат, корпусов микросборок с целью экономии драгметаллов (золото, палладий, серебро) используется химически осажденное никель-бор (Ni-B) покрытие. Однако процесс химического осаждения Ni-B на каталитическую поверхность протекает при высокой температуре (82+2°C), малой скорости (5-6 мкм/ч), плотности загрузки раствора не более 0,5-1,0 дм²/л и максимальной степени эксплуатации раствора с корректировкой по убывшим компонентам не более 5. Более технологичным является процесс получения покрытий никель-бор электрохимическим способом в диапазоне температур от комнатной до 50°C, скорости осаждения 20-40 мкм/ч и выходу по

току 95 - 98 %. Для соосаждения бора с никелем в электролит никелирования вводится тетрагидроборат натрия, гидрозинборан, диметиламиноборан, дикарбоундекаборан и декагидроборат натрия, причем при непрерывной фильтрации, постоянной коррекции и периодической селективной очистке электролит эксплуатируется более года.

Цель данной работы состояла в получении покрытий никель-бор электрохимическим способом с регулируемыми физико-механическими и электрическими свойствами.

Осаждение покрытий проводили на поверхности меди или стали при температуре 20-60°C, из слабокислого раствора никелирования ($\text{pH}=4,2\pm 0,3$) с декагидроборатом натрия в качестве борсодержащей добавки. Количество никеля и бора в покрытиях определяли с помощью атомно-абсорбционного спектрометра Plasma - 100. Микроструктуру Ni-B изучали рентгенодифракционным методом. Съемку рентгенограмм проводили на дифрактометре HZG 4A с $\text{Cu}_{\text{K}\alpha}$ -излучением. Расчет параметров кристаллической решетки, размеров ОКР выполнен для кристаллографического направления Ni(111) с использованием аппроксимирующей функции Коши. Морфологию поверхности Ni-B исследовали на сканирующем микроскопе фирмы JEOL JSM- 35C. Микротвердость покрытий при их толщине не менее 20 мкм, осажденных на сталь, измеряли на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке на индентор 50 г. Износостойкость оценивали по удельному объемному износу покрытия при вращении истирающего диска из стали 18-ГТ со скоростью 460 об/мин. Переходное электрическое сопротивление определяли при постоянном токе в цепи 50 мА и нагрузке 40 г. Ультразвуковую сварку алюминиевых проволочных выводов диаметром 35 мкм с покрытиями Ni-B осуществляли на автомате ЭВ-4020Б. Паяемость покрытий оценивали по отношению площади растекания нормированной дозы припоя ПОС-61 (0,1г) по поверхности Ni-B к площади растекания этой же дозы припоя по поверхности меди при температуре пайки 235 ± 5 °C. Для улучшения смачиваемости поверхности покрытий Ni-B использовали малоактивные флюсы на основе этилового спирта, триэтаноламина и слабой органической кислоты (салициловая, янтарная или бензойная).

Проведенное исследование показало, что химический состав покрытий никель-бор зависит от концентрации декагидробората натрия, а также условий осаждения - температуры и катодной плотности тока. Основным фактором, определяющим содержание бора в сплаве, является концентрация $\text{Na}_2\text{B}_{10}\text{H}_{10}$. С ростом последней от 0,0003 - 0.012 моль/л содер-

жание бора в сплаве возрастает от 0,5 до 28 ат.%. Повышение температуры от 20 до 60°C приводит к увеличению содержания бора в покрытии от 16 до 24 ат.%, а увеличение катодной плотности тока от 0,5 до 5,0 А/дм², наоборот, к его уменьшению от 24 до 12 ат.% для покрытий одинаковой толщины. Следует отметить, что бор, соосаждающийся с никелем, неравномерно распределяется по толщине покрытия. С увеличением последнего от 0,5 до 10 мкм наблюдается уменьшение среднего содержания бора от 32 до 10 ат.%. Данные сканирующей электронной микроскопии свидетельствуют о том, что слои сплава, прилегающие к подложке, характеризуются более высокой дисперсностью. При этом создаются благоприятные условия для сорбции декагидробората из раствора никелирования и последующего каталитического распада его на активных центрах, что, соответственно, и приводит к осаждению сплава с повышенным содержанием бора. По мере роста покрытия происходит сглаживание поверхности рельефа, при этом уменьшается концентрация дефектов на поверхности и наблюдается уменьшение количества легирующего компонента в сплаве.

Согласно данным рентгенофазового анализа, покрытие Ni-B с содержанием бора в сплаве от следовых количеств до 6 ат.% представляют собой поликристаллический твердый раствор бора в никеле, причем чем меньше содержание бора, тем больше выражена степень кристаллическости твердого продукта восстановления. Никелевое покрытие имеют гранцентрированную кубическую решетку с параметром $a=0,3522$ нм и средним размером кристаллитов 112 нм. С увеличением содержания бора в сплаве от 0,5 до 6,0 ат.% параметр решетки практически не изменяется, а размер кристаллитов уменьшается от 140 до 3,5 нм. При содержании бора в сплаве более 20 ат.% покрытие Ni-B рентгеноаморфно. Зависимость полуширины линии Ni (111) от содержания бора в сплаве свидетельствует о том, что не существует отчетливой границы между кристаллической и рентгеноаморфной фазами. Покрытие Ni-B с содержанием бора от 6 до 20 ат.% занимают по своей структуре промежуточное положение между кристаллическим и аморфным состояниями.

Металлографическое исследование поперечного излома покрытий Ni-B показало, что никелевое покрытие и Ni-B кристаллической модификации имеют слоисто-столбчатую структуру, при появлении аморфной составляющей - слоистую. Аморфные покрытия Ni-B представляют собой плотную, высокодисперсную, гомогенную систему.

С ростом неметаллического компонента в покрытии от 1 до 28 ат.%

прочность микросварных соединений и переходное электрическое сопротивление возрастают от 10,5 до 15,5 г и от 2,5 до 28 мОм, соответственно; износостойкость увеличивается в 4,5 раза (объемный износ при этом уменьшается от 3,7 до $0,84 \cdot 10^{-6}$ мм³); паяемость улучшается на 15-20%. Наибольшая микротвердость (8,1 ГПа) для свежесаженных покрытий достигается при малом содержании бора в сплаве (~1 ат.%). При прогреве покрытий микротвердость и износостойкость возрастают в 1,5-2 раза. Связано это со структурно-фазовыми превращениями, происходящими при термообработке покрытий. При 300°C происходит распад твердого раствора бора в никеле с образованием фазы борида никеля (Ni₃B), которая, по-видимому, и обеспечивает улучшение механических свойств покрытия. Переходное электрическое сопротивление с ростом температуры прогрева для поликристаллических покрытий Ni-B увеличивается, а прочность микросварных соединений уменьшается. Связано это, по-видимому, с окислением поверхности покрытий, их рекристаллизацией, приводящей к укрупнению зерна. Для аморфных покрытий Ni-B наблюдается обратная зависимость - уменьшение переходного сопротивления и увеличение прочности сварных соединений с ростом температуры прогрева. Обусловлено это, по-видимому, образованием фаз боридов (Ni₃B и Ni₂B).

Благодаря невысокому переходному сопротивлению покрытий Ni-B, сопоставимому с переходным сопротивлением покрытий из золота и серебра, удовлетворительной паяемости с использованием мягких припоев и малоактивных флюсов и способности к ультразвуковой сварке с алюминиевым проводником (усилие отрыва > 10г) покрытие Ni-B рекомендуется для замены золотых, серебряных, палладиевых покрытий в изделиях приборостроения, радио- и микроэлектроники.

ДВИЖЕНИЕ КАПЛИ ЭЛЕКТРОДНОГО МЕТАЛЛА ПРИ ДУГОВОЙ СВАРКЕ

Белоконь В. М., Старохозяев А. С.

Могилевский машиностроительный институт

Изготовление сварных конструкций с применением дуговых процессов сварки связано с необходимостью последующей зачистки свариваемых поверхностей от капель электродного металла. На это тратится времени, в среднем 1,2-8 минут на 1 м. шва, что составляет до 30% всей трудоемкости изготовления конструкции.