DOI: 10.17117/na.2015.06.120

Поступило в редакцию: 06.05.2015

<http://ucom.ru/doc/na.2015.06.120.pdf>

Денисова А.Г., Грызунова Н.Н. Альтернативный способ получения вискерных структур меди

Denisova A.G., Gryzunova N.N.
An alternative method of producing whisker structures copper

Экспериментально показано, что при добавлении в стандартный сернокислый электролит азотнокислого цинка, можно получать методом электроосаждения развитую медную поверхность с вискерными структурами

It was shown experimentally that the addition of nitric zinc standard sulfuric electrolyte can be prepared by electrodeposition of copper surface designed with whisker structures

Ключевые слова: электроосаждение, микроструктуры меди, медные вискеры

Key words: electrodeposition, the microstructure of copper, copper whiskers

Денисова Алёна Геннадьевна
Магистрант
Тольяттинский государственный университет
г. Тольятти, ул. Белорусская, 14

Denisova Alyona Gennadevna
Undergraduate
Togliatti State University
Togliatti, Belorusskaya st., 14

Грызунова Наталья Николаевна
Кандидат физико-математических наук, доцент
Тольяттинский государственный университет
г. Тольятти, ул. Белорусская, 14

Gryzunova Natalya Nikolaevna
Candidate of Physico-mathematical Sciences,
Associate Professor
Togliatti State University
Togliatti, Belorusskaya st., 14

Работа выполнена при поддержке гранта Министерства образования и науки Российской Федерации, постановление № 220, в ФГБОУ ВПО "Тольяттинский государственный университет", договор № 14.B25.31.0011

Введение

В настоящее время не ослабевает научный интерес к меди, как к материалу, имеющему огромное функционально значение. Проводятся научные исследования свойств наноструктурированной меди, медных нано- и микрообъектов, вискерных оксида меди и пористых покрытий. Ведутся поиски расширения возможностей использования меди в качестве катализаторов для различных химических процессов [1].

Так в работах [2, 3] показано, что получение нановискеров на поверхности медных частиц можно используя процесс термической обработки. Согласно проведенным исследованиям [4, 5] нановискеры формируются на икосаэдрических малых частицах (ИМЧ) меди во время отжига на воздухе при определенных температурных режимах. Авторы [6] показали, что вискеры, полученные термической обработкой меди, состоят из ее оксида (CuO). В статье [7] экспериментально проанализировано влияние скорости диффузии ионов меди на рост микроструктур при перемешивании электролита во время электроосаждения.

В данной работе предлагается получать медные вискерные структуры на поверхности медных микроструктур непосредственно в процессе электроосаждения.

Методика проведения исследований

Электроосаждение медных микроструктур с вискерами на поверхности проводилось в сернокислом электролите меднения, который готовился на бидистиллате из химически чистых компонентов и содержащий 250 г/л $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и 90 г/л H_2SO_4 . После приготовления медного сернокислого электролита в него добавлялся цинк азотнокислый 6-водный марки «ХЧ» в соотношении: 540 г/л. Электроосаждение осуществлялось при температуре (20 – 25)°C, в трехэлектродной ячейке с помощью потенциостата-гальваностата «Эллинс», в потенциостатическом режиме при значении перенапряжения 700 мВ и времени осаждения 8-10 минут. В качестве анода использовалась пластина из электролитически чистой меди (99,99 %), а в качестве катода и одновременно подложки – сетчатый носитель, представляющий собой никелевую микросетку с размером ячейки 30...40 мкм и диаметром проволоки 30 мкм.

Для исследования морфологии поверхности медных структур использовали сканирующую электронную микроскопию (Carl Zeiss Sigma и JEOL JCM 6000). Рентгеноспектральный анализ (РСА) проводился на оборудовании TEAMEDS фирмы EDAX. Рентгенофазовый анализ проводился на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000.

Результаты и их обсуждение

В результате проведенных экспериментов по осаждению медных структур на никелевую сетку – катод, была получена развитая медная поверхность (рис. 1 а, б). При детальном рассмотрении в электронном микроскопе на поверхности меди были обнаружены вискеры (рис. 1 в, г), длиной порядка 400-700 нм и толщиной 35-70 нм.

Линейный и локальный рентгеноспектральный анализ (РСА) выращенного на никелевой сетке развитого покрытия с вискерными структурами показал, что оно состоит на 100% из меди, цинк в покрытии отсутствовал. Дополнительно были проведены исследования фазового состава медных структур. Результаты представлены на рисунке 2 а. Рентгенофазовый анализ, выявил только медную фазу (рис. 2 б).

Таким образом, можно сделать вывод, что при данном режиме электроосаждения в электролите с добавлением азотнокислого цинка, получается медное покрытие с висцерными структурами, состоящее только из меди.

а

б

в

г

Рис. 1. СЭМ изображение морфологии поверхности меди, полученной из электролита с добавлением азотнокислого цинка: а) общий вид развитой медной поверхности; б, в) микрочастицы с вискерами; г) висцерные структуры

Далее было решено провести электроосаждение при тех же условиях, но в чистом сернокислом электролите (не добавляя азотнокислый цинк). В результате мы получили развитое медное покрытие на поверхности никелевой сетки, однако никаких висцерных структур не наблюдалось (рис. 2 в, г). Поверхность меди представляла собой кластерные образования микронных размеров, состоящих из сферических частиц с гладкой поверхностью (рис. 2 г).

Замечено, что добавление в электролит азотнокислого цинка, позволяет получать не только медные вискеры, но и существенно увеличивать прочность самих структур и их адгезию с никелевой сеткой. Этот экспериментально обнаруженный факт требует дальнейших исследований и научного объяснения.

а

б

в

г

Рис. 2. Результаты рентгеноспектрального (а) и рентгенофазового (б) исследования медных структур с вискерами; СЭМ изображение морфологии поверхности меди полученной из чистого электролита

Заключение

В работе показано, что при добавлении в стандартный сернокислый электролит азотнокислого цинка, можно получать методом электроосаждения развитую медную поверхность с вискерными структурами.

Экспериментально доказано, что в отличие от метода термообработки [2, 3, 6] данные вис커ры состоят из чистой меди. Полученные микроструктуры с висерами могут быть использованы, например для синтеза анилина.

Список литературы:

1. B. Sarkar P. Prajapati R. Tiwari R. Tiwari S. Ghosh S.S. Acharyya C. Pendem R.K. Singha L.N.S. Konathala, J. Kumar, T. Sasaki, R. Bal, *Green Chemistry* 14 (2012) 2600.
2. Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Власенкова Е.Ю. Получение металлических нанобъектов методом термической обработки пентагональных частиц и трубок // *Известия Самарского научного центра РАН*. 2008. № 6. С. 44–49.
3. Викарчук А.А. Нанобъекты, наноматериалы и микроизделия из них полученные методом электроосаждения металла // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2009. №1. С. 7-15.
4. Ясников И.С., Викарчук А.А., Денисова Д.А., Грызунова Н.Н., Цыбускина И.И. Получение наноструктурных объектов с пентагональной симметрией методом электроосаждения // *Журнал технической физики*. 2007. Т. 77. Вып. 10. С. 81-84.
5. Грызунова Н.Н., Викарчук А.А. К вопросу об увеличении удельной поверхности металлических катализаторов и носителей для них // *Новости материаловедения. Наука и техника*. 2015. № 1. С. 6.
6. Abramova A.N., Dorogov M.V., Vlassov S., Kink I., Dorogin L.M., Löhms R., Vikarchuk A.A. Nanowhisker of copper oxide: Fabrication technique, structural features and mechanical properties // *Materials Physics and Mechanics*. №19(1). 2014. Pp. 88-95.
7. Jae Min Lee, Sung Ho Lee, Young Jun Kim, Jong Soo Ko // *International journal of precision engineering and manufacturing* Vol. 14. №11. Pp. 2009-2014.

© 2015, Денисова А.Г., Грызунова Н.Н.
Альтернативный способ получения вискерных
структур меди

© 2015, Denisova A.G., Gryzunova N.N.
An alternative method of producing whisker
structures copper