

Проведено дослідження особливостей формування текстури електроосаджуваних металів при силовому впливі протилежно осі текстури. Встановлено ефект стримування процесу текстуроутворення електроосаджуваних металів аж до повного розупорядкування кристалічних решіток зерен під дією відцентрової сили у напрямку, протилежному осі текстури. Одержаний результат доводить достовірність явища фазоутворення електроосаджуваних металевих матеріалів через стадію рідкого стану

Ключові слова: текстура, електроосаджуваний метал, відцентрова сила

Проведено исследование особенностей формирования текстуры электроосаждаемых металлов при силовом влиянии противоположно оси текстуры. Установлен эффект подавления процесса текстурообразования электроосаждаемых металлов вплоть до полного разупорядочения кристаллических решеток зерен под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры. Полученный результат доказывает достоверность явления фазообразования электроосаждаемых металлических материалов через стадию жидкого состояния

Ключевые слова: текстура, электроосаждаемый металл, центробежная сила

ПОДАВЛЕННЯ ТЕКСТУРООБРАЗОВАНИЯ ЕЛЕКТРООСАЖДАЕМЫХ МЕТАЛЛОВ ПРИ СИЛОВОМ ВЛИЯНИИ ПРОТИВОПОЛОЖНО ОСИ ТЕКСТУРЫ

О. Б. Гирин

Доктор технических наук, профессор
проректор по научной работе, заведующий кафедрой
Кафедра материаловедения
Украинский государственный
химико-технологический университет
пр. Гагарина, 8, г. Днепропетровск, Украина 49005
Контактный тел.: (0562) 46-13-21
E-mail: girin@ua.fm

1. Введение

В работе [1] установлены закономерные изменения характеристик точечных, линейных и поверхностных дефектов кристаллического строения металлов с увеличением степени переохлаждения при их электроосаждении. Полученные результаты подтверждают достоверность явления фазообразования электроосаждаемых металлических материалов через стадию жидкого состояния.

Цель данной работы состояла в дальнейшей экспериментальной проверке достоверности открытого явления.

2. Идея работы

Известно, что текстурообразование металла при его затвердевании происходит путем ориентированной кристаллизации в направлении, перпендикулярном фронту кристаллизации [2]. С другой стороны известно, что кристаллографическая текстура электроосажденного металла является аксиальной текстурой роста с осью, перпендикулярной поверхности электроосадка

[3]. Если допустить, что кристаллографическая текстура электроосаждаемого металла возникает в результате ориентированной кристаллизации постоянно обновляемой металлической жидкости, то действие центробежной силы, направленной перпендикулярно фронту кристаллизации и противоположно оси текстуры, будет препятствовать формированию текстуры.

В результате такого действия центробежной силы будет кристаллизоваться металл с более рассеянной текстурой, а дальнейшее увеличение значений центробежной силы может привести даже к хаотичной ориентировке зерен электроосаждаемого металла. В этой связи доказательством достоверности обсуждаемого явления будет служить подавление процесса текстурообразования электроосаждаемых металлов под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры.

3. Материал и методика исследования

Исследование особенностей формирования ориентированной структуры электроосаждаемых металлов в поле центробежной силы проводили на образцах

меди и никеля с использованием установки, схема которой описана в работе [4]. Установка обеспечивала влияние на процесс электрокристаллизации металлов центробежной силы, пропорциональной нормальному ускорению kg , где k – коэффициент перегрузки. Значения центробежной силы изменяли ступенчато, варьируя число оборотов ротора центрифуги в минуту от 0 до 3000 об/мин через каждые 500 об/мин, что соответствовало нормальному ускорению величиной $1g$, $35g$, $140g$, $314g$, $558g$, $872g$ и $1256g$.

Катод закрепляли на дне ячейки перпендикулярно ее оси, поэтому при вращении ячейки катод располагался перпендикулярно радиусу ротора. Так как центробежная сила при вращении направлена по радиусу ротора от центра окружности, а ось текстуры осадка ориентирована вдоль нормали к его поверхности в направлении роста от катода к внешним слоям, то при таком расположении катода обеспечивалось силовое воздействие на электроосаждаемый металл противоположно оси текстуры.

Состав электролитов меднения и никелирования, а также режимы и условия осаждения металлов в поле центробежной силы представлены в работе [4]. Вследствие выхода металлов по току 99,5-100 % и невозможности движения электролита относительно катода в ячейке в процессе электроосаждения [4] было полностью исключено влияние выделения водорода и движения электролита на текстуру осаждаемых образцов.

Рентгенотекстурный анализ образцов электроосажденных металлов выполняли согласно способу [5] на автоматизированном и модернизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН-2. Текстуру электроосадков определяли методом комбинации прямых полюсных фигур [6]. Для количественной оценки степени текстурованности электроосадков использовали средний угол рассеяния аксиального компонента текстуры.

4. Результаты исследования

В результате проведенных исследований установили, что текстура никеля, электроосажденного при $1g$, описывается следующими компонентами: основной аксиальный компонент [210], вспомогательный аксиальный компонент [221] и неупорядоченный компонент. При этом оси [210] и [221] аксиальных компонентов текстуры никеля ориентированы перпендикулярно поверхности электроосадков в направлении роста от катода к внешним слоям.

Действительно, наличие текстурного максимума аксиальной ориентировки с осью [210] под углом $39,2^\circ$ и текстурных максимумов аксиальной ориентировки с осью [221] под углами $15,8$ и $54,7^\circ$ на полюсной фигуре (111) электроосажденного никеля (рис. 1, а) позволили сделать этот вывод. А наличие текстурного максимума аксиальной ориентировки с осью [210] под углом $26,6^\circ$ и текстурного максимума аксиальной ориентировки с осью [221] под углом $48,2^\circ$ на полюсной фигуре (100) (рис. 1, б) – подтвердили его.

Полученный результат согласуется с данными работы [7], в которой аксиальный компонент [210] был установлен как основной компонент текстуры никеля, электроосажденного в аналогичных условиях.

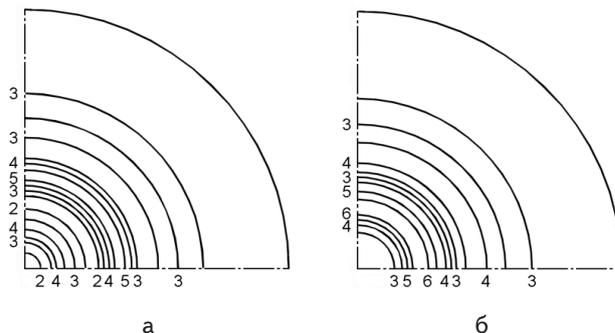


Рис. 1. Полюсные фигуры (111) (а) и (100) (б) никеля, электроосажденного при $1g$ (исходное состояние): 2-6 – уровни одинаковой интенсивности дифракционных рентгеновских лучей

Из сравнения текстурных кривых никеля, электроосажденного под действием центробежной силы, направленной противоположно оси текстуры, следует, что с увеличением силового воздействия происходит разупорядочение текстуры (рис. 2) и при перегрузке $1256g$ формируются никелевые электроосадки с хаотичной ориентировкой зерен. Этот факт свидетельствует о том, что под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры, происходит подавление процесса текстурообразования электроосаждаемого никеля.

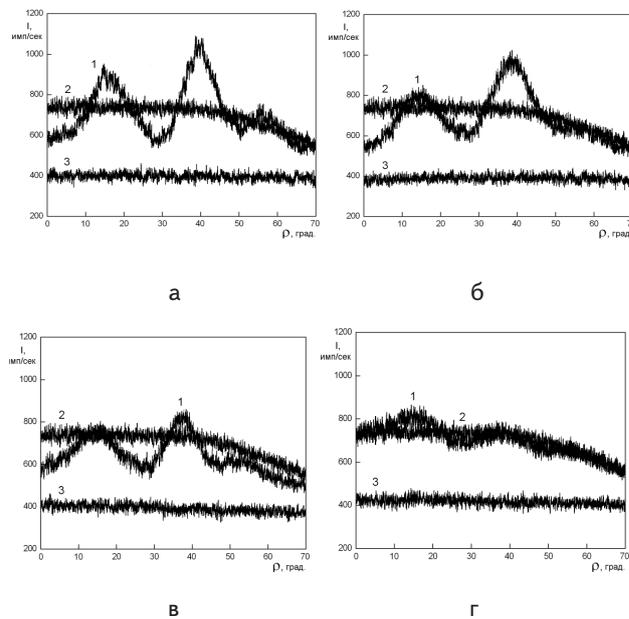


Рис. 2. Текстурные кривые никелевых электроосадков, демонстрирующие подавление процесса текстурообразования электроосаждаемого никеля под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры: 1 и 2 – кривые текстурной записи интерференции (111) образца и эталона соответственно, 3 – линия фона; а – сила пропорциональна ускорению $1g$ (исходное состояние), б – $35g$, в – $314g$ и г – $872g$

Сравнение значений среднего угла рассеяния аксиальных ориентировок зерен никеля, электроосажденного при различных перегрузках (рис. 3), под-

тверждает сделанный вывод. Так, из рис. 3 видно, что увеличение коэффициента перегрузки при действии центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры, приводит к возрастанию степени рассеяния аксиальных ориентировок с осями [210] и [221]. Причем характер влияния перегрузки на аксиальные компоненты текстуры никеля одинаков: сначала значительное увеличение угла α (примерно в два раза при увеличении коэффициента k от 1 до 314), а затем постепенный его рост в пределах нескольких процентов (при дальнейшем увеличении значений k до 872).

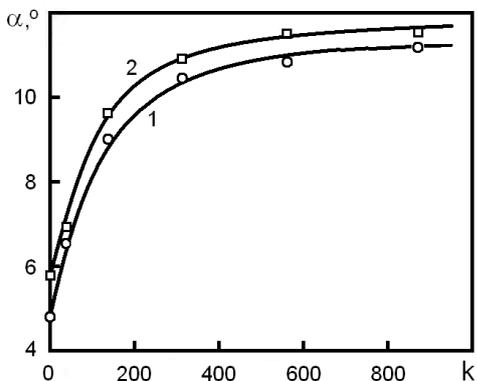


Рис. 3. Изменение среднего угла рассеяния α аксиальных компонентов [210] (кривая 1) и [221] (кривая 2) текстуры никелевых электроосадков в зависимости от коэффициента перегрузки k при действии центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры

Особенно интенсивное рассеяние текстуры электроосажденного никеля обнаружено при небольших перегрузках (до $k = 140$). При этом даже незначительное увеличение значений k (от 1 до 35) сопровождается существенным ростом значений угла α (примерно на полтора градуса) (рис. 3).

Установленный эффект подавления процесса текстурообразования электроосаждаемых металлов под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры, наглядно подтверждается экспериментальными данными по исследованию формирования текстуры меди, электроосаждаемой в силовом поле. Так, при обычных условиях электроосаждения (т.е. при $1g$) в медном покрытии образуется аксиальная текстура с осью [110], перпендикулярной его поверхности (рис. 4,а), и средний угол рассеяния этой текстуры составляет $9,8^\circ$.

Если же воздействовать центробежной силой на формирующийся медный осадок, то уже незначительная перегрузка ($35g$) в направлении, противоположном оси текстуры, приведет к практически полному подавлению преимущественной ориентации кристаллических решеток зерен в направлении [110]. Как видно из рис. 4,б, в результате такого воздействия формируется слабо текстурованное покрытие, очень близкое к эталону, т.е. образцу с хаотичной ориентировкой зерен. Дальнейшее увеличение перегрузки в направлении, противоположном оси текстуры, приводит к электроосаждению медных образцов с хаотичной ориентировкой зерен.

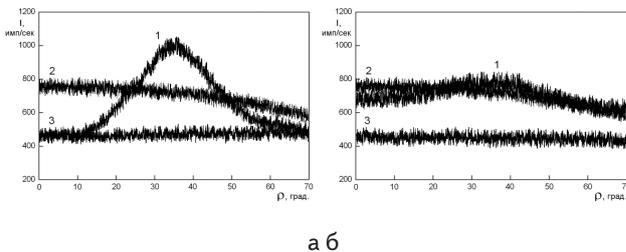


Рис. 4. Текстуры кривые медных электроосадков, иллюстрирующие подавление процесса формирования текстуры электроосаждаемой меди под влиянием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры: 1 и 2 – кривые текстурной записи интерференции {111} образца и эталона соответственно, 3 – линия фона; а – сила пропорциональна ускорению $1g$ (исходное состояние) и б – $35g$

Известно, что для разориентировки зерен текстурованных материалов требуются существенные деформации, необходимые для протекания пластического скольжения в различно ориентированных кристаллографических плоскостях [8]. Если предположить, что фазообразование электроосаждаемого металла происходит без участия металлической жидкости, то действие центробежной силы должно обеспечить возникновение в металле напряжения сжатия, достаточного для протекания такой пластической деформации. Напряжение, необходимое для начала пластической деформации материала, оценивается как условный предел текучести [9].

Определим величину напряжения сжатия σ , которое испытывает медный осадок в процессе электроосаждения под действием центробежной силы, приводящей к разупорядочению кристаллических решеток зерен. В результате несложных преобразований получим:

$$\sigma = \gamma \cdot h \cdot k \cdot g, \tag{1}$$

где γ – плотность электролита меднения, kg/m^3 ; h – высота столба электролита над осадком, м; k – коэффициент перегрузки, g – ускорение свободного падения, равное $9,81 m/c^2$.

Значения γ , h и k равны соответственно $1,165 \cdot 10^3 kg/m^3$, $0,06$ м и 35 . Подставляя найденные значения в соотношение (1), получим $\sigma = 0,02$ МПа. Это значение напряжения несоизмеримо по величине с пределом текучести меди, равным 62 МПа [10]. Даже, если принять максимальное значение коэффициента перегрузки, достигнутое в поставленных экспериментах ($k = 1256$), то напряжение, создаваемое центробежной силой в электроосаждаемом медном осадке, составит всего лишь $0,86$ МПа, что явно недостаточно для начала пластической деформации твердого медного электроосадка.

Величина напряжения сжатия в электроосаждаемом никеле, которое создается центробежной силой максимальной величины (при $k = 1256$), также не превышает 1 МПа (для сравнения предел текучести никеля составляет 83 МПа [10]). Следовательно, разупорядочение в преимущественной ориентировке кристаллических решеток зерен металлов, электроо-

саждаемых при влиянии центробежной силы, направленной против оси текстуры, не может быть объяснено пластическим деформированием металлов, находящихся в твердом состоянии.

Чтобы убедиться в справедливости выдвигаемой концепции прохождения электроосаждаемыми металлами стадии жидкого состояния, провели следующие модельные эксперименты. Образцы меди и никеля электроосаждали в обычных условиях (т.е. при перегрузке 1g). Затем эти образцы помещали в ячейку с электролитом и подвергали воздействию центробежной силы максимальной величины (при перегрузке 1256g) без включения тока осаждения. В этих случаях центробежная сила воздействовала на твердый медный или никелевый осадок уже после процесса электроосаждения. Сравнение исходных и подвергнутых силовому воздействию образцов не выявило различий.

Обнаруженный эффект подавления процесса текстурообразования электроосаждаемых металлов под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры, может быть объяснен на основании установленного явления фазообразования электроосаждаемых металлических материалов через стадию жидкого состояния [11, 12]. Это жидкое состояние электроосаждаемого металлического материала обусловлено очень быстрым (взрывным) характером его выделения вследствие цепной реакции электрохимического образования атомов [11]. При этом в течение одного акта взрывного роста образуется в среднем 40-60 атомов.

В связи с очень быстрым протеканием акта взрывного роста (примерно 10^{-7} с) атомы не успевают сформировать структуру с дальним порядком в их расположении [11]. Множество таких кластеров атомов, выделяющихся лавинообразно в различных местах на поверхности катода или растущего осадка, и в дальнейшем объединяющихся в более крупные образования, представляют собой жидкую фазу электроосаждаемого металлического материала.

Поскольку жидкая фаза обладает очень малой сдвиговой прочностью [13], то затвердевание жидких

кластеров атомов, деформированных центробежной силой, приведет к разориентировке кристаллических решеток формирующихся зерен электроосадка. Формирование преимущественной ориентации кристаллических решеток зерен электроосаждаемого металла будет подавляться тем больше, чем больше значение центробежной силы, действующей в направлении, противоположном оси текстуры. Поэтому центробежная сила, действующая на формирующийся электроосадок против оси текстуры, будет препятствовать процессу текстурообразования, что и наблюдали экспериментально.

Возможно, для металлов, которые осаждаются при небольших степенях переохлаждения, действие центробежной силы может не только подавить образование текстуры, которая возникает при обычных условиях, но и способствовать формированию новой текстуры.

Таким образом, установленный эффект подавления процесса текстурообразования электроосаждаемых металлов вплоть до полного разупорядочения кристаллических решеток зерен под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры, доказывает достоверность обсуждаемого явления.

5. Выводы

1. На основании модельных экспериментов установлен эффект подавления процесса текстурообразования электроосаждаемых металлов вплоть до полного разупорядочения кристаллических решеток зерен под действием центробежной силы в направлении, противоположном оси текстуры.
2. Полученный результат доказывает достоверность явления фазообразования электроосаждаемых металлических материалов через стадию жидкого состояния.

Литература

1. Гирин, О. Б. Особенности образования дефектов кристаллического строения электроосаждаемых металлов [Текст] / О. Б. Гирин, И. М. Ковенский // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2012. – № 2/5. – С. 44-47.
2. Вассерман, Г. Текстуры металлических материалов [Текст] : монография / Г. Вассерман, И. Гревен ; пер. с нем. В. Я. Агароника. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Металлургия, 1969. – 654 с.
3. Кочергин, С. М. Образование текстур при электрокристаллизации металлов [Текст] : монография / С. М. Кочергин, А. В. Леонтьев – М. : Металлургия, 1974. – 184 с.
4. Гирин, О. Б. Увеличение плотности электроосаждаемых металлов под действием центробежной силы [Текст] / О. Б. Гирин, И. Д. Захаров // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2011. – № 5/5. – С. 4-7.
5. Способ рентгеновского дифрактометрического анализа текстурованных материалов [Текст] : пат. 1629828 Рос. Федерация: МКИ5 G 01 N 23/20 / Гирин О. Б., Воробьев Г. М., ; заявитель и патентообладатель Днепропетровский металлург. ин-т. – №4618592/25 ; заявл. 12.12.88 ; опубл. 23.02.91, Бюл. № 7. – 2 с.
6. Girin, O. B. Nonconventional X-ray Diffraction Techniques for Coating Characterization [Text] / O. B. Girin // Solidification 1998. – Warrendale : The Minerals, Metals & Materials Society, 1998. – P.161-169.
7. Гирин, О. Б. Текстура и анизотропия тонкой структуры в электроосажденном никеле [Текст] / О. Б. Гирин // Металлы. – 1990. – № 5. – С. 113-119.
8. Вишняков, Я. Д. Теория образования текстур в металлах и сплавах [Текст] : монография / Я. Д. Вишняков, А. А. Бабарэко, С. А. Владимиров, И. В. Эгиз ; под ред. Н. В. Агеева. – М. : Наука, 1979. – 343 с.

9. Золоторевский, В. С. Механические свойства металлов [Текст] : учебник / В. С. Золоторевский. – 2-е изд. – М. : Металлургия, 1983. – 352 с.
10. ASM metals reference book [Text] / editor M. Baucio. – 3rd ed. – Materials Park, OH : ASM International, 1997. – 614 p.
11. Girin, O. B. Phenomenon of Precipitation of Metal Being Electrodeposited, Occurring via Formation of an Undercooled Liquid Metal Phase and its Subsequent Solidification. Part 1. Experimental Detection and Theoretical Grounding [Text] / O. B. Girin // Materials Development and Processing. – Weinheim : WILEY-VCH, 2000. – V. 8. – P. 183-188.
12. Girin, O. B. Phenomenon of Precipitation of Metal Being Electrodeposited, Occurring via Formation of an Undercooled Liquid Metal Phase and its Subsequent Solidification. Part 2. Experimental Verification [Text] / O. B. Girin // Materials Development and Processing. – Weinheim : WILEY-VCH, 2000. – V. 8. – P. 189-194.
13. Оно, А. Затвердевание металлов [Текст] / А. Оно ; пер. с англ. Э. В. Захарченко. – М. : Металлургия, 1980. – 152 с.

Abstract

The aim of the work was the experimental verification of the validity of the phenomenon of phase formation through a stage of liquid state in metallic materials being electrodeposited. For that the features of formation of crystallographic texture in metals (copper and nickel) being electrodeposited under the influence of centrifugal force in the direction opposite to the texture axis was investigated. The value of overload was varied stepwise from 1g to 1256g.

Quantitative estimation of the degree of texturing of electrodeposited metals shows that the increase of overload at the influence of centrifugal force in the direction opposite to the texture axis causes the growth of the degree of dispersion of the axial orientations with the axes [210] and [221] in nickel deposits and with the axis [110] in copper deposits. At that, even minor overload (35g) in the direction opposite to the texture axis causes significant disordering in preferred orientation of crystal lattices of metal grains.

The effect of suppression of the process of texture formation in metals being electrodeposited up to the complete disordering of crystal lattices of grains under the influence of centrifugal force in the direction opposite to the texture axis was found. The obtained result proves the validity of the phenomenon of phase formation through a stage of liquid state in metallic materials being electrodeposited

Keywords: *texture, metal being electrodeposited, centrifugal force*

УДК 655.1.011

ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ ВИГОТОВЛЕННЯ ПАКУВАЛЬНОЇ ПРОДУКЦІЇ З ГОФРОКАРТОНУ

У роботі розглядається спосіб виготовлення гофрованого картону, з'ясовуються причини, що можуть впливати на його якість, способи їх усунення, а також подається блок-схема виробництва тришарового гофрокартону і розробляється алгоритм процесу виготовлення з нього пакування

Ключові слова: *гофрований картон, пакувальна продукція, контроль якості*

В работе рассматривается способ изготовления гофрированного картона, выясняются причины, которые могут влиять на его качество, способы их устранения, а также подается блок-схема производства трехслойного гофрокартона и разрабатывается алгоритм процесса изготовления из него упаковки

Ключевые слова: *гофрированный картон, упаковочная продукция, контроль качества*

О. М. Гумен

Доктор технічних наук, професор*

Контактний тел.: 066-744-28-89

E-mail: gumens@ukr.net

С. М. Гумен

Кандидат технічних наук, старший викладач

Кафедра репрографії**

Контактний тел.: 063-490-91-94

П. М. Яблонський

Кандидат технічних наук, доцент*

Контактний тел.: 063-490-91-95

*Кафедра нарисної геометрії, інженерної та

комп'ютерної графіки

**Національний технічний університет України

“Київський політехнічний інститут”

пр. Перемоги, 37, м. Київ, Україна, 03056