

Темплатируемое электроосаждение металлических нанопроволок

ФОПФ МФТИ, кафедра Физики и технологии наноструктур,
специализация «Электронные и магнитные наноструктуры»

Практикум «Химические методы получения наноструктур»,

<http://ftn-mipt.itp.ac.ru>

и <http://www.elch.chem.msu.ru/rus/prgmfti.htm>

Работа включает:

- (i) электроосаждение металла в матрицу,
- (ii) микроскопическую характеристику образцов,
- (iii) рентгенографическую характеристику образцов.

Куратор практикума – П.Ю.Барзилович.

Электроосаждение.

Инструктор – Е.А. Астафьев.

Используется электролит Ватса – стандартный электролит никелирования (г/л):

NiSO_4 – 300, NiCl_2 – 90, H_3BO_3 – 45.

Темплатирование производится поликарбонатной мембраной Whatmann со следующими параметрами, заявленными производителем:

диаметр пор – 200 нм,

толщина – 22 мкм,

средняя плотность пор – $2 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$.

Следует иметь в виду, что плотность пор может существенно изменяться вдоль поверхности, и на используемом для осаждения малом участке мембраны может отличаться от номинальной. Это уточняется позднее по данным сканирующей электронной микроскопии.

Осаждение проводят в ячейке с прижимным дном,

Рабочий электрод – углеродная подложка под дном ячейки, с прижатой к ней мембраной.

Рабочая поверхности – круг диаметром 4 мм. Располагать мембрану следует так, чтобы напыленный с одной из ее сторон слой золота (~ 50 нм) контактировал с углеродной подложкой, а свободная поверхность полимера контактировала с раствором.

Электрод сравнения – хлорсеребряный электрод (AgCl/Ag) в растворе 1М KCl .

Потенциал этого электрода в шкале нормального водородного электрода (н.в.э.)

составляет 0.197 В. Электрод сравнения соединяется с ячейкой через **электролитический мостик**, заполненный со стороны основного сосуда рабочим раствором, а со стороны электрода сравнения – насыщенным раствором KCl .

Вспомогательный электрод – платиновая проволока в форме кольца.

Режим осаждения – потенциостатический.

Осаждение никеля из электролита Ватса возможно при потенциалах отрицательнее равновесного потенциала системы Ni^{2+}/Ni . Рассчитайте равновесный потенциал по уравнению Нернста, стандартный потенциал составляет -0.257 В (н.в.э.). Для осаждения с разумной скоростью используйте следующие рабочие потенциалы: -0.9 , -0.95 , -1.00 , -1.05 В .

Осаждение проводится в два этапа:

этап I – заполнение пор *при выбранном рабочем потенциале*,

этап II – нанесение сплошного контактного слоя на поверхность мембраны *при потенциале -1.05 В* .

Порядок работы.

1. Взвешивание мембраны на аналитических весах. Результат записать в рабочий журнал.
2. Сборка и подключение ячейки. Промыть дистиллированной водой ячейку, углеродную подложку и мембрану. Осуществить поджим мембраны. Разместить в ячейке вспомогательный электрод и электрод сравнения, зафиксировав их положение штативами. Подключить ко всем трем электродам провода потенциостата, имеющие маркировку: рабочий – work+comp, сравнения – ref, вспомогательный – counter.
3. Под руководством инструктора установить в измерительной программе управляющие параметры: потенциал осаждения (В), временной интервал (с), диапазон тока (А), скорость регистрации (число точек в минуту). Зафиксировать все параметры в лабораторном журнале. Для регистрации вывести диаграмму $i(t)$.
4. Провести **этап I**. Прервать осаждение сразу как только начнется рост тока после плато на зависимости тока от времени – это признак выхода части проволок из пор за пределы мембраны.
5. Провести расчет заряда, необходимого для нанесения на наружную поверхность мембраны слоя никеля толщиной 10 мкм, полагая выход по току равным 100%. Плотность никеля $8,9 \text{ г/см}^3$. Записать ожидаемую величину заряда.
6. Не разбирая ячейку, провести **этап II**. Прервать осаждение после пропускания расчетного заряда (п.5).
7. Разобрать ячейку, извлечь и промыть мембрану с осадком. Высушить образец в потоке воздуха и взвесить. Затем высушить дополнительно, снова взвесить, сравнить результат.
8. Записать файлы с зависимостями тока от времени.

Обработка данных по осаждению.

1. По закону Фарадея рассчитать массу никеля, отвечающую суммарному заряду, пропущенному на этапах I и II. Атомный вес никеля 58,69 г. Сопоставить с разностью масс мембраны до и после осаждения. Рассчитать выход по току. Уточнить с учетом реального выхода по току толщину слоя на поверхности мембраны.
2. Из величины заряда, пропущенного на **этапе I**, рассчитать с учетом реального выхода по току количество никеля в порах. Сопоставить его с расчетным результатом для случая заполнения всех пор.

Микроскопия.

Инструктор – Н.Н.Дрёмова

1. Подготовить образец для микроскопического исследования, указав:
 - ID образца (в произвольной форме)
 - потенциалы осаждения на этапах I и II;
 - расчетную долю заполненных пор;
 - расчетную толщину наружного слоя металла.
2. Из полученных изображений донной (покрытой золотом) части мембраны оценить реальную плотность пор и уточнить, если требуется, оценку заполнения.
3. Из полученных изображений скола независимо оценить заполнение.
4. Определить реальный диаметр проволок и оценить отклонения от среднего диаметра.

5. Охарактеризовать геометрию в местах соединения проволок со слоем напыленного золота.

Рентгенография.

Инструктор – С.В.Чернов.

1. Передать инструктору маркированные образцы, и на следующем занятии получить от него рентгенограмму образца и информацию об условиях съемки. Съемка - донной частью (на которой напылено золото) вверх.
2. Провести расчет интенсивностей и положения всех отражений никеля и золота.
3. Рассчитать параметр кристаллической решетки электроосажденного никеля, используя отражения золота как эталонные.

В итоговом файле обобщить все полученные сведения об образце. Составить подробное описание образца.