

平面模具表面制作微纳米结构的实验研究

李兴瑞
(鹤壁能源化工职业学院 河南 鹤壁 458030)

摘要：1909 年，在法国物理学家佩兰 (J.Perrin) 发现了亚微米粒子的有序化排列以来，周期性排列的胶体晶体被应用于光子晶体、催化剂和生物医学等领域。近些年来，研究者发现周期排列的胶体晶体是一种很好的微结构加工辅助工具，借助其周期性，可以加工出与胶体晶体周期性相对应的周期性微纳米结构阵列。本文研究采用胶体晶体掩膜辅助电沉积工艺在平面模具表面制作微纳米结构。

关键词：胶体晶体掩膜电沉积工艺；微纳米结构；平面模具

1 实验材料及仪器

本文中胶体晶体掩膜电沉积制作微纳米结构所采用的实验材料如表 1 所示。采用 30mm×30mm×1mm 规格的镜面抛光不锈钢基底作为平面模具。由于本文中胶体晶体作为掩膜的角色，因此胶体粒子掩膜必须为绝缘材料，本文中选用绝缘性良好的聚苯乙烯胶体粒子制作的胶体晶体掩膜，其粒径分别为 10 μm 和 1 μm。

由于镍材料具有良好的化学稳定性，毒性低、强度好、内应力低，具有良好的加工性能，因此被广泛应用于各种领域。本文中采用氨基磺酸镍基础电镀液进行电沉积制作镍沉积层。其成分及电沉积条件如表 2 所示，氨基磺酸镍作为电镀液中的主盐，氯化镍作为辅盐以提高电镀液的导电性能和分散能力，硼酸用以维持电镀液稳定在 pH3.5 ~ 4.5。此外，镍阳极可以补充溶液中的镍离子，以维持镍离子的浓度在稳定的范围。

为了对所制作的胶体晶体和微纳米结构的形貌进行观察，本章中采用扫描电子显微镜 (SEM) 对其进行观察。所采用的扫描电子显微镜为场发射扫描电子显微镜，型号

Carl Zeiss NTS GmbH Merlin Compact，该扫描电镜可对物体表面形貌进行观测，分辨率可达 0.8nm，且可对表面成分和晶体取向进行分析。

2 实验流程

本章中采用 10 μm 粒径的胶体晶体掩膜进行一次电沉积制作带有微米结构的一级沉积层，采用 1 μm 粒径的胶体晶体掩膜进行二次电沉积在带有微米结构的一级沉积层上制作带有微纳米结构的二级沉积层，具体实验流程如下：

- (1) 采用绝缘电镀胶带对模具表面边缘区域进行处理，经处理后在中部 20mm×20mm 的区域内进行实验；
- (2) 采用无水乙醇对模具表面进行清洗，去除表面油污等杂质，然后用蒸馏水对模具表面进行冲洗，并烘干；
- (3) 取少量十二烷基硫酸钠溶液涂覆在实验区域，对基底表面进行活化处理。将少量 10 μm 粒径的胶体粒子悬浮液滴涂在模具表面的十二烷基硫酸钠溶液中，在 30℃ 的温度下干燥 2h，使胶体粒子自组装成一级胶体晶体掩膜；

表 1 实验材料

材料	规格	产地
镜面抛光不锈钢	30mm×30mm×1mm	上海浩程钢材有限公司
聚苯乙烯胶体粒子悬浮液	粒径 $D=1.10\mu\text{m}$ 浓度: 25mg/mL 粒径分散度 5%	天津大鹅科技有限公司
无水乙醇	97%	山西同杰化学试剂有限公司
十二烷基硫酸钠溶液	20g/L	郑州盛泰化工有限公司

表 2 电镀液成分与电沉积条件

成分	含量 /(g/L)	实验条件	取值	单位
氨基磺酸镍 $[\text{Ni}(\text{SO}_3\text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$	360	沉积时间	10 ~ 50	min
硼酸 (H_3BO_3)	40	电流密度	0.2 ~ 0.5	A/dm^2
氯化镍 $(\text{NiCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$	10	温度	55	$^{\circ}\text{C}$

(4) 以粒径 $10\mu\text{m}$ 的一级胶体晶体掩膜, 在 55°C 的温度下, 采用 $0.2\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度, 进行 $10 \sim 50\text{min}$ 的一次电沉积制作带有微米结构的一级沉积层;

(5) 采用无水乙醇对一级沉积层进行 5min 超声清洗, 以去除一级胶体晶体掩膜, 得到带有微米结构的一级沉积层;

(6) 采用十二烷基硫酸钠对一级沉积层进行活化处理, 并在一级沉积层上滴涂 $1\mu\text{m}$ 粒径的胶体粒子悬浮液, 在 30°C 的温度下干燥 2h , 使胶体粒子自组装成二级胶体晶体掩膜;

(7) 以粒径 $1\mu\text{m}$ 的二级胶体晶体掩膜, 在 55°C 的温度下, 采用 $0.1\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度, 进行 $10 \sim 20\text{min}$ 的二次电沉积在带有微米结构的一级沉积层上制作带有微纳米结构二级沉积层;

(8) 采用无水乙醇对一级沉积层进行 5min 超声清洗, 以去除二级胶体晶体掩膜, 得到带有微纳米结构的二级沉积层。

3 实验结果

采用扫描电镜对实验中所制作的一级胶体晶体掩膜、微米结构、二级胶体晶体掩膜和微纳米结构进行观察, 并对其结果进行分析讨论。

3.1 一级胶体粒子掩膜

采用滴涂法制作的一级胶体晶体的宏观光学图像如图 1 (a) 中所示, 实验区域的不锈钢模具基底被胶体晶体掩膜覆盖, 胶体晶体掩膜呈现白色和灰色两种不同的颜色, 采用扫描电镜对两种区域进行观察, 所得到的 SEM 图如图 1 (b) 和 (c) 所示, 灰色区域的胶体晶体为单层胶体晶体, 而白色的区域的胶体晶体掩膜为双层胶体晶体。且两区域的胶体晶体掩膜均为六方紧密排列结构, 这是由于在胶体粒子悬浮液滴涂到基底上之后, 随着溶剂的挥发, 胶体粒子在毛细吸引力的作用下进行自组装排列, 从而形

成稳定的紧密六方排列结构。相关文献表明, 当粒子层厚度不大于 3 时, 粒子层厚度对电沉积结果的影响较小, 因此本文中采用滴涂法制作的双层的胶体晶体掩膜可以用于电沉积实验。

3.2 一级沉积层

采用 $10\mu\text{m}$ 粒径的一级胶体晶体掩膜在 $0.2\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度下进行 $10 \sim 50\text{min}$ 的一次电沉积之后, 采用无水乙醇对一级沉积层表面进行清洗, 以去除一级胶体晶体掩膜, 然后采用扫描电镜对沉积层表面进行观察。图 2 (a)

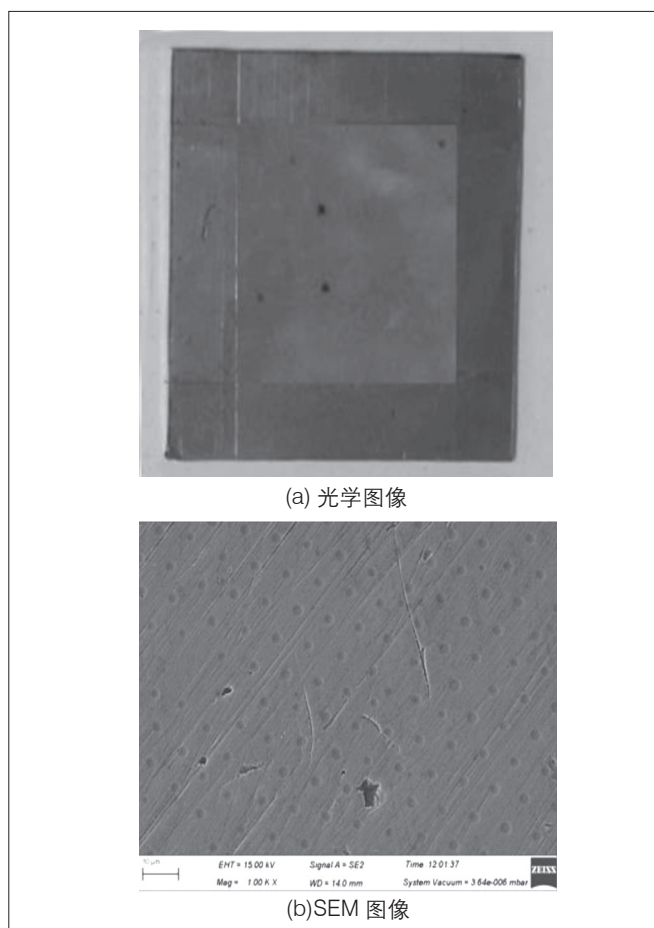


图 2 采用一级胶体晶体掩膜电沉积 20min 得到的一级沉积层

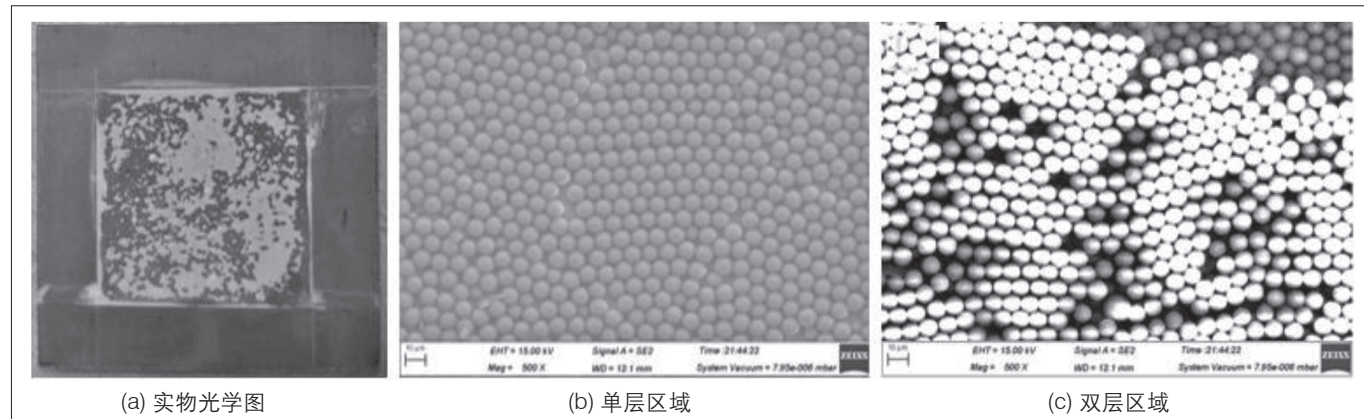


图 1 采用旋涂法制作的胶体晶体掩膜

为一级沉积层的光学图像,平面不锈钢模具表面被一级沉积层覆盖,图 2 (b) 为一级沉积层的 SEM 图像,可以看出,一级沉积层表面上得到了排列方式与胶体晶体排列方式对应的微米坑状结构,单个为微米坑的直径约为 $1.8 \mu\text{m}$,且相邻微米坑之间的间距等于胶体粒子的直径 $D=10 \mu\text{m}$ 。且微坑的深度 h 等于沉积层的厚度 H ,两者可通过公式 (1) 进行计算:

$$H = h = \frac{D}{2} - \sqrt{\left(\frac{D}{2}\right)^2 - \left(\frac{d}{2}\right)^2} \quad (1)$$

3.3 二级胶体晶体掩膜

在制作完成带有微米级微坑的一级沉积层后,采用滴涂法将粒径 $1 \mu\text{m}$ 的胶体粒子悬浮液滴涂在一级沉积层表面,制作二级胶体晶体掩膜。图 3 所示为采用滴涂法在电沉积 50min 的一级沉积层表面制作的二级胶体晶体掩膜,胶体粒子在一级沉积层表面发生自组装,在沉积层表面和微坑内部均有胶体晶体掩膜。但由于受到一级沉积层表面的微坑的影响,导致二级胶体晶体掩膜的胶体粒子排列比较无序,并导致少量区域未被胶体晶体掩膜覆盖,由于其数量较少,对实验结果的影响可忽略。

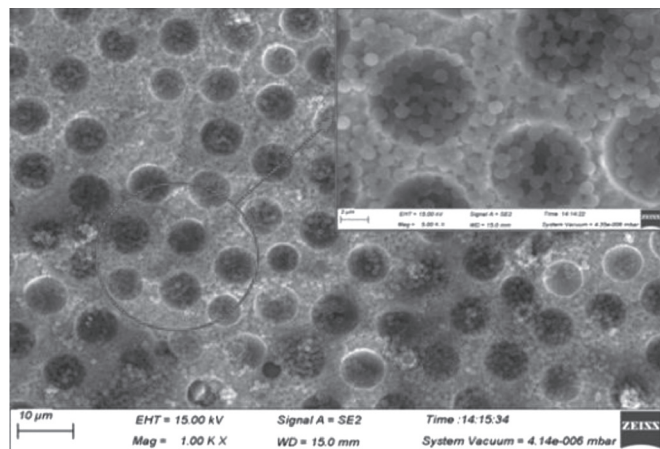
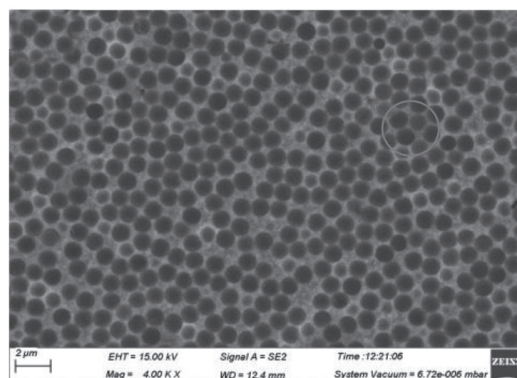


图 3 二级胶体晶体掩膜

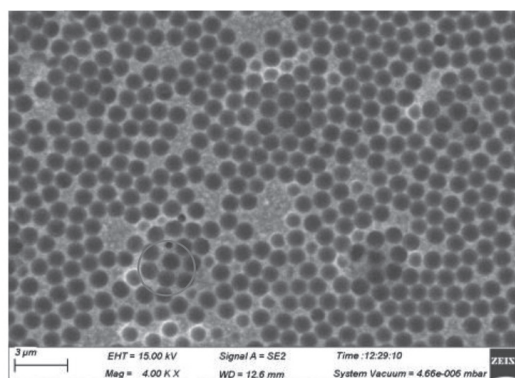
3.4 二级沉积层

为了研究微米级微坑对二次电沉积结果的影响,分别在经不同一次电沉积时间得到的带有微米级微坑的一级沉积层表面制作二级胶体晶体掩膜,并采用 $0.1\text{A}/\text{dm}^2$ 的电流密度在一级沉积层表面进行 $10 \sim 20\text{min}$ 的二次电沉积。电沉积后采用乙醇进行 5min 超声清洗去除二级胶体晶体掩膜后,采用扫描电镜对二级沉积层进行观察。

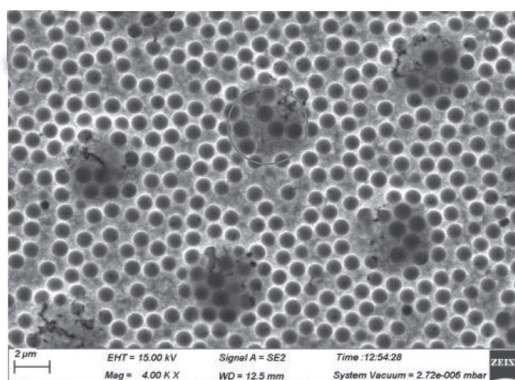
经过 10min 的二次电沉积后,所得到的结果如图 4 (a) ~ (e) 所示。一级沉积层表面的微米级微坑被复制到二级沉积层表面。此外,受到二级胶体晶体掩膜的影响



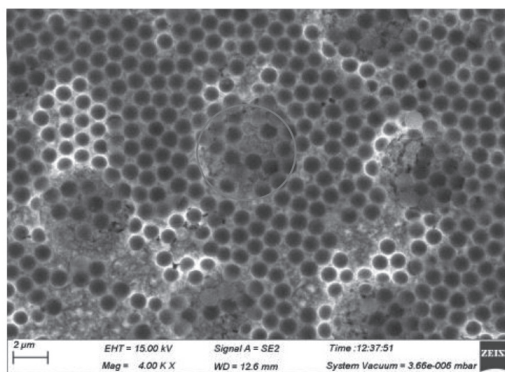
(a) 一次电沉积时间 10min



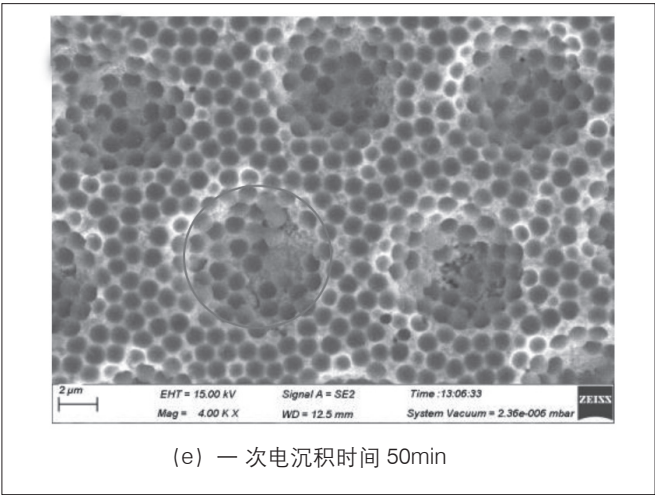
(b) 一次电沉积时间 20min



(c) 一次电沉积时间 30min



(d) 一次电沉积时间 40min



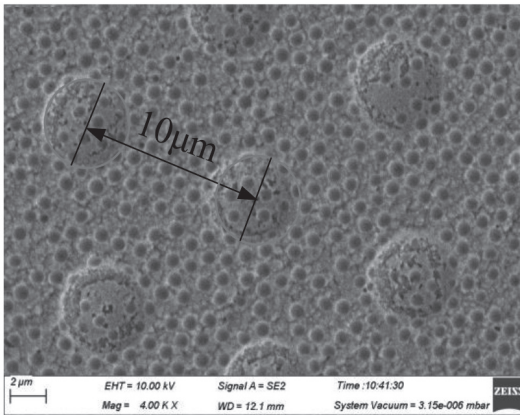
(e) 一次电沉积时间 50min

图 4 二次电沉积 10min 得到的微纳米结构

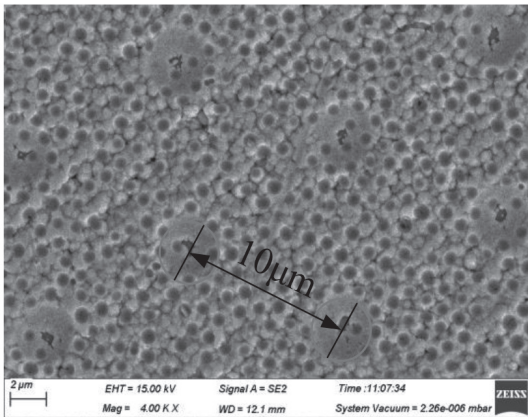
响,经二次电沉积后,二级沉积层表面和微米级微坑内部均得到了纳米级微坑结构,因此形成了微纳米复合结构。

当二次电沉积时间为 20min 时,所得到的带有微纳米结构的一级沉积层的 SEM 图如图 5 所示。从图 5 可以

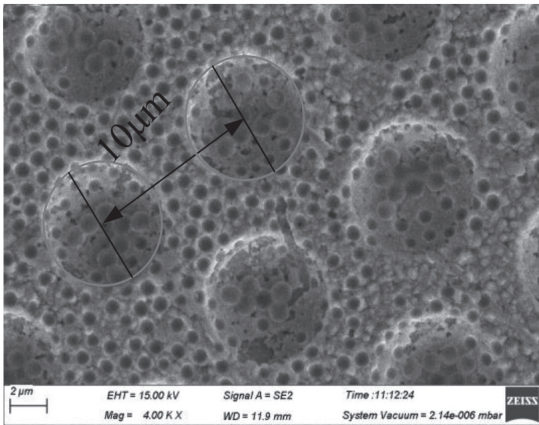
看出,随着二次电沉积时间增大到 20min,纳米级微坑的尺寸有所增大。当微米级微坑尺寸较小(即一次电沉积时间为 10min 和 20min)时,二级沉积层表面被纳米级微坑覆盖,导致微米级微坑的轮廓变得不明显。当微米级微坑的尺寸较大(即一次电沉积时间为 30 ~ 50min)时,由



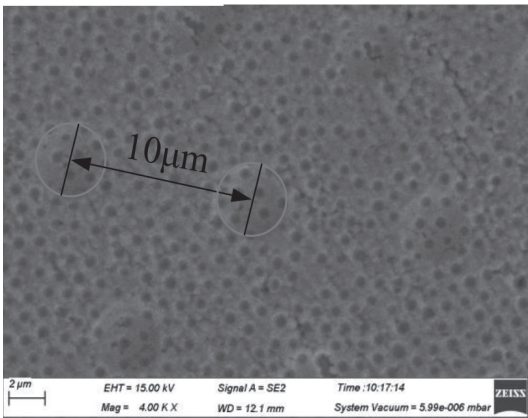
(c) 一次电沉积时间 30min



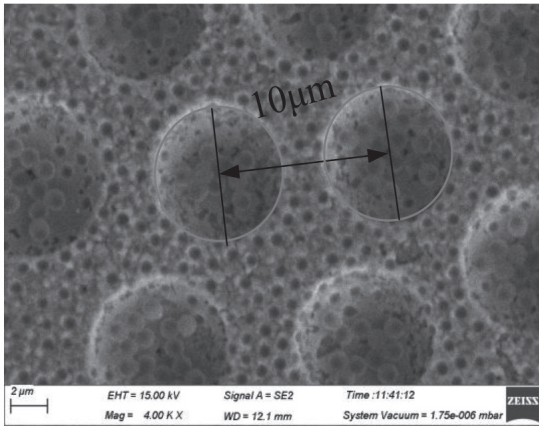
(a) 一次电沉积时间 10min



(d) 一次电沉积时间 40min



(b) 一次电沉积时间 20min



(e) 一次电沉积时间 50min

图 5 二次电沉积 20min 得到的微纳米结构

于微米级微坑的尺寸较大,可以明显看出微米级微坑的轮廓,以及二级沉积层表面纳米结构和微米结构共存的形貌。

综合以上结果可知,采用滴涂法可以在平面模具表面制作均匀的一级胶体晶体掩膜,在一级胶体晶体掩膜的辅助下进行电沉积,可在模具表面得到表面带有微米级微坑的一级沉积层。在一级沉积层表面继续采用滴涂法可制作出二级胶体晶体掩膜,以二级胶体晶体为掩膜进行电沉积可在模具表面得到带有微纳米结构的沉积层。

4 结语

由于本文中所加工的微纳米结构的尺寸较小为微米级和纳米级,对于模具表面的宏观表面没有太大影响。当对模具表面质量要求较高的时候,则可通过调节电沉时间、电流密度和所采用的胶体晶体掩膜的粒子尺寸来调节微纳米结构的尺寸,从而调节模具表面的粗糙度,以满足实际加工生产中对表面质量和加工精度要求较高的模具

加工。

参考文献:

- [1] 陈志明,张海鸥,王桂兰.我国模具工业的现状与发展[J].锻压技术,2004,29(5):1-4.
- [2] 张海鸥.快速模具制造技术的现状及其发展趋势[J].模具技术,2000(6):84-89.
- [3] 阮雪榆,李志刚,武兵书,等.中国模具工业和技术的发展[J].模具技术,2001,1(2):72-74.
- [4] 单宏宇.仿生非光滑耦合模具表面粘附性能研究[D].长春:吉林大学,2009.
- [5] 秦歌,周奎,明平美,等.粒子掩膜电沉积制备微坑阵列研究[C]//特种加工技术智能化与精密化——第17届全国特种加工学术会议论文集,2017.

作者简介:李兴瑞(1982.04-),男,汉族,河南林州人,硕士研究生,高级讲师,研究方向:精密超精密加工技术与装备。

(上接第83页)

要是采用陆路模块化运输的方式,将磨机拆分成相应的模块,将其精准地运输到矿山项目的现场,然后依据预先准备好的设计图纸实施相关的安装工作,让整个项目的运输和安装周期都可以得到一定的缩短。

4 结语

近年来,世界范围的机械产业转移和中国企业到国外发展矿业,为矿用磨机提供了最好的发展时机。但在矿用磨机规格不断增大的影响下,磨机的起吊、运输和安装方面的问题也日益凸显,成为相关人员必须要重点关注的内容。本文主要针对大型磨机的实际情况,对其起吊和运输的方案进行了简要的分析,希望可以为同类工程应用提供参考。

参考文献:

- [1] 周威,赵伟刚,赵汉青.中高压变频器的同步投切系统在矿用磨机上的应用[J].矿山机

械,2022,50(03):16-20.

- [2] 王静婕,刘秀,程波,等.工业设计在矿用磨机上的研究及应用[J].矿山机械,2021,49(06):62-66.
- [3] 贾冠飞,田磊,梁敏,等.矿用磨机大型铸钢齿轮制造技术[J].铸造,2020,69(09):986-990.
- [4] 何康康,裴岩,聂壮壮.矿用磨机减速器三维参数化应用研究[J].矿山机械,2019,47(07):55-57.
- [5] 陈松战,赵魏,魏贵,等.矿用磨机双驱方案的选择及特点分析[J].矿山机械,2019,47(09):45-48.
- [6] 宋亚虎,陈彬,毛宽亮,等.矿用磨机铸钢大齿轮断齿原因分析[J].矿山机械,2019,47(09):48-52.
- [7] 王焕,张振华,孙富强,等.特大型矿用磨机滑履轴承润滑系统解析[J].矿山机械,2018,46(07):35-39.

作者简介:葛萌(1993.11-),男,汉族,辽宁沈阳人,本科,研究方向:重型设备制造工艺流程。