

УДК 544.6.5: 544.4:661

В.В. Жилинский, канд. хим. наук, доц.;

А.А. Черник, канд. хим. наук, доц.;

В.С. Безбородов, д-р хим. наук;

С.Г. Михаленок, канд. хим. наук, доц.

(БГТУ, г. Минск);

Г.В. Козак, директор; С.В. Данилович, зам. директора

(УП «Дисплей», г. Минск)

О ВЛИЯНИИ СРЕДЫ И ТЕМПЕРАТУРЫ НА ФОРМИРОВАНИЕ ПОРИСТЫХ АНОДНО-ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ

В настоящее время наблюдается чрезвычайно высокий интерес к прозрачным электропроводящим материалам, который можно объяснить значительным увеличением объемов выпуска и повсеместным применением жидкокристаллических (ЖК) дисплеев, солнечных элементов, сенсорных панелей и др. Пленки смешанного оксида системы $\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$ с содержанием второго оксида около 10 %, характеризующиеся коэффициентом оптического пропускания на уровне 80 - 85% и поверхностным сопротивлением менее 50 Ом/кВ, обеспечивают наилучшее сочетание электропроводности, оптического пропускания и технологичности обработки с помощью физико-химических методов травления. Однако, учитывая высокую вероятность возникновения в ближайшем будущем дефицита индия и связанные с этим проблемы, представляло интерес провести поиск новых альтернативных материалов с высокими эксплуатационными, технологическими и экономическими характеристиками.

Одним из перспективных подобных материалов является прозрачный структурированный слой алюминия, который может быть получен на поверхностях стеклянных подложек с использованием технологии формирования анодного нанопористого оксида алюминия [1].

В продолжение исследований электрохимических методов создания структурированных слоев оксида алюминия в различных кислотных электролитах (электролитах на основе щавелевой, молочной, лимонной и др. кислот) и температурных режимах [2] мы изучили процесс электрохимического формирования и роста пористого оксида алюминия в щавелевокислых электролитах в температурной области от 20°C до 40°C.

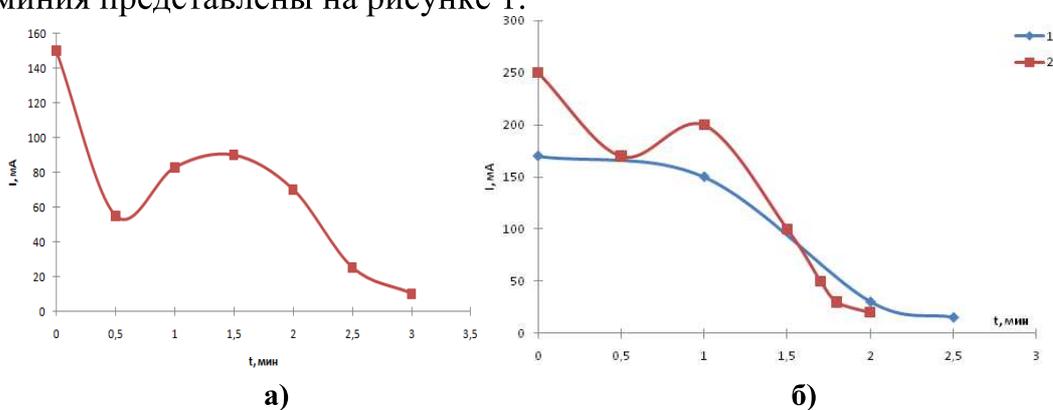
Нанопористый слой оксида алюминия формировали на тонких пленках чистого алюминия, напыленных магнетронным методом на стеклянные пластины. Подготовка стеклянных подложек с напыленным слоем алюминия осуществлялась согласно методике [3]: трафа-

ретное нанесение химически стойкого лака по контуру пластины шириной 2 мм и на расстоянии 3 мм от верхнего края пластины; сушка лака под вытяжкой продолжительностью 30 мин; обезжиривание в этиловом спирте продолжительностью 0,5 мин.

Подготовка алюминия перед процессом анодирования осуществлялась в несколько этапов: травление в 30 масс. % KOH при температуре 60°C продолжительностью 30 с; промывка в деионизированной воде при температуре 20°C в течение 1 мин; осветление 30 масс. % HNO₃ при температуре 20°C продолжительностью 30 с; промывка в деионизированной воде при температуре 20°C продолжительностью 1 мин.

Процесс формирования пористого оксида алюминия осуществлялся в электрохимической установке с использованием источника напряжения МНИПИ Б5-7817, амперметра, цифровая регистрация хроноамперограмм проводилась с помощью мультиметра АРРА. В качестве противоэлектрода выступал сетчатый титан. В качестве электролита использовали 0,6 М раствор щавелевой кислоты и 0,6 М раствор H₂C₂O₄ с добавлением гидрохлорида 3-N,N-диметил-4-(*транс*-4-пропилциклогексил)пропиофенона (ГХ).

Хроноамперограммы анодирования алюминия в щавелевой кислоте при температуре 40°C для образцов с различной толщиной алюминия представлены на рисунке 1.



а) толщина алюминия 800 нм; б) толщина алюминия 1000 нм

Рисунок 1 – Хроноамперограмма анодирования алюминия при U=50,5В в 0,6 М растворе щавелевой кислоты при 40°C

Следует отметить, что сразу после включения напряжения происходил рост барьерного анодного слоя, создающего значительное сопротивление, что приводило к падению плотности тока впервые секунды анодирования. С увеличением толщины барьерного слоя увеличивалась температура электролита в приэлектродном слое, что способствовало повышению растворимости анодной пленки. Это приводило к тому, что сформированный барьерный слой начинал не-

сколько растворяться, что сопровождалось уменьшением сопротивления и некоторым увеличением плотности тока. Падение тока приводило к частичному растворению оксида с образованием пор, а последующие скачки тока к увеличению их диаметра.

Из графика видно, что увеличение толщины слоя алюминия сопровождается уменьшением времени анодирования. Наличие второго максимума на хроноамперограммах анодирования пленочных алюминиевых образцов, может быть связано с интенсификацией процессов разрастания пор в анодном оксиде в условиях достаточно интенсивного локального разогрева истонченного алюминиевого проводника на поверхности стеклянной подложки. Хроноамперограмма сквозного анодирования в щавелевокислом электролите с добавлением анизотропной добавки (ГХ) представлена на рисунке 2.

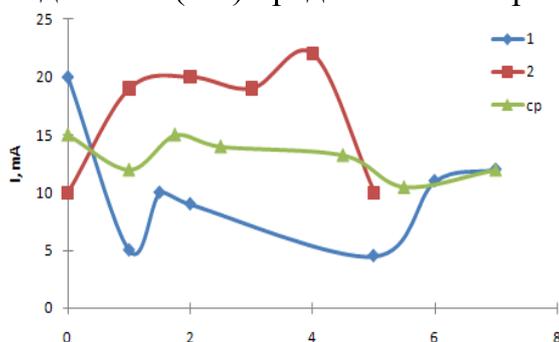


Рисунок 2 – Хроноамперограммы анодирования алюминия при $U=50,5V$ для электролита $0,6 M$ щавелевой кислоты и $0,333 g$ анизотропной добавки (ГХ)

Наращивание пористой пленки производилось при комнатной температуре. При дальнейшем увеличении температуры при подаче напряжения анодирования происходила электрохимическая деструкция органических молекул, о чем свидетельствуют темные пленки на поверхности подложки. Предположительно, замедление процесса сквозного анодирования

связано с физической блокировкой поверхности алюминия молекулами жидких кристаллов [4]. На рисунке 3 представлены микрофотографии, выполненные на приборе AFFRI-MVDM8, поверхности анодированного алюминия в различных электролитах при комнатной температуре.

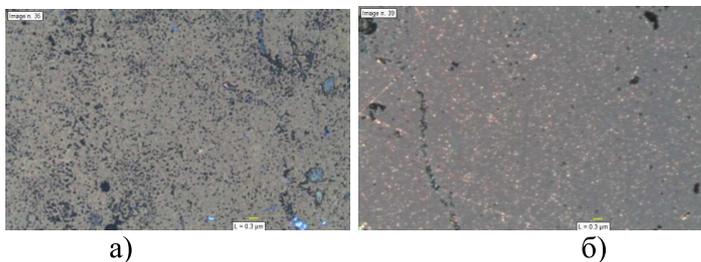


Рисунок 3 – Микрофотографии поверхности анодированного алюминия (а) в $0,6 M$ щавелевокислом электролите и (б) в $0,6 M$ щавелевокислом электролите с добавлением $0,333 g$ анизотропной добавки (ГХ) при комнатной температуре

Таким образом, проведенные исследования показали, что электрохимическое анодирование алюминия в кислотных электролитах с успехом может быть использовано для получения электропроводящих структурированных (упорядоченных) слоев алюминия, которые могут найти применение при производстве жидкокристаллических устройств. При этом, меняя состав электролита и температурные режимы анодирования, можно контролировать размер пор и их упорядоченность.

ЛИТЕРАТУРА

1. Tony Fu-Lai Yu, 5 Technological catching-up in East Asia / Tony Fu-Lai Yu, Yuen Wai-Kee, Diana S. Kwan // International Economic Development: Leading Issues and Challenges. – 2014.

2. Smirnov, A. Self-organized nanostructured anodic oxides for display applications / A. Smirnov, P. Jaguiro, A. Stsiapanau, Y. Mukha // Semiconductor Physics, Quantum Electronic and Optoelectronics. – 2010. – Vol.13, №3 – P.305-308.

3. Ресурсосберегающий метод формирования ориентирующих структур для жидкокристаллических приборов / Богомазова Н.В., Жилинский В.В., Черник А.А., Волынец О.С. Безбородов В.С., Жарский И.М. // Ресурсо- и энергосберегающие технологии и оборудование, экологически безопасные технологии: материалы Междунар. науч.-техн. конф., Минск, 26-28 ноября 2014 г.: в 2 ч. – Минск : БГТУ, 2014. – Ч. 2. – С. 241–245.

4. Design and application of anisotropic nanostructured conductive and alignment coatings / A. Chernik, V. Zhylynski, I. Zharski, V. Bezborodov, S. Mikhalyonok, A. Smirnov, A. Stsiapanau, I. // 25th International Liquid Crystal Conference. - Dublin. - 2014. - P1. - P.125.

УДК 53

В.В. Жилинский, канд. хим. наук, доц.;
А.А. Черник, канд. хим. наук, доц.; В.С. Безбородов, д-р хим. наук;
С.Г. Михаленок, канд. хим. наук, доц.;
Н.М. Кузьменок, канд. хим. наук, доц. (БГТУ, г. Минск)
Г.В. Козак, директор; С.В. Данилович, зам. директора
(УП «Дисплей», г. Минск)

АНИЗОТРОПНЫЕ ДОБАВКИ И ФОРМИРОВАНИЕ УПОРЯДОЧЕННЫХ СТРУКТУР ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

Промышленное производство устройств отображения информации на жидких кристаллах (ЖК) с ежегодным объемом выпуска в сот-