

Магистрант Ю. А. Егорова

Науч. рук.: доц., канд. хим. наук А.А. Черник;

проф., канд. хим. наук И. М. Жарский

(кафедра химии, технологии электрохимических производств
и материалов электронной техники, БГТУ)

**ФОРМИРОВАНИЕ ПОРИСТЫХ СТРУКТУР
АНОДИРОВАННОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ
НА ПРОЗРАЧНОЙ ПОДЛОЖКЕ**

Перспективными объектами для опто-, микро- и наноэлектроники, фотокатализаторов, сенсоров, и других объектов являются микропористые матрицы, модифицированные функциональными материалами. При создании матриц на основе алюминия, например, прозрачных электропроводящих алюминиевых наноструктур для жидкокристаллических устройств, используются процессы самоорганизованного роста упорядоченных структур анодного оксида алюминия [1].

Целью настоящей работы является исследование процесса электрохимического формирования пористого оксида алюминия в щавелевокислом электролите.

Пористые структуры анодированного оксида алюминия формировали на стеклянных подложках со слоем чистого алюминия толщиной 1 мкм, напыленного магнетронным методом. Подготовка стеклянных подложек с напыленным слоем алюминия осуществлялась согласно методике [2]: трафаретное нанесение химически стойкого лака по контуру пластины шириной 2 мм и на расстоянии 3 мм от верхнего края пластины; сушка лака продолжительностью 30 мин; обезжиривание в этиловом спирте продолжительностью 0,5 мин.

Подготовка алюминия перед процессом анодирования осуществлялась в несколько этапов: травление – 30 масс. % KOH, 60⁰C, 30 с; промывка в деионизированной воде 20⁰C, 60 с; осветление – 30 масс. % HNO₃, 20⁰C, 30 с; промывка в деионизированной воде 20⁰C, 1 мин.

Для получения анодированных образцов применяли источник постоянного тока марки МНИПИ Б5-78/7. Для контроля значения температуры использовали терморегулятор ВАРТА. Цифровая регистрация хроноамперограмм проводилась с помощью мультиметра APPA. В качестве противоэлектрода использовался титан марки ВТО.

Исследование структуры поверхности анодированных структур оксида алюминия проводилось с помощью растрового электронного микроскопа с системой микроанализа с безазотным энергодисперсионным детектором X-Act ADD + JSM-5900LV (Jeol, Япония), осна-

Секция химической технологии и техники
щенного системой волнодисперсионного микроанализатора, шлюзовой камерой и устройством для подавления электромагнитных помех INCA Energy 250 и INCA Wave500 (Oxford Instruments, Великобритания).

Для формирования пористых структур анодированного оксида алюминия использовали электролит щавелевой кислоты с добавлением структурообразователей, в качестве которых применялись анизотропные ионогенные поверхностно-активные вещества: додецилсульфат натрия (DSN), trimetildodecylammonium bromide (TM) и диметилбензилдодецил-аммоний бромид (DMB).

Кондуктометрическим методом были определены критические концентрации мицеллообразования (ККМ) поверхностно-активных веществ (ПАВ), которые оказывают непосредственное влияние на формирование упорядоченных структур оксида алюминия. ККМ для DSN, TM и DMB при температуре 20 °C составили соответственно, г/л: 0.74, 1.54, 0.55.

В водном растворе на начальной стадии мицеллообразования, в области концентраций вблизи критической концентрации мицеллообразования, образуются сферические мицеллы одинаковых размеров. При достижении ККМ сферические мицеллы начинают взаимодействовать между собой. Это приводит к их деформации и дальнейшей трансформации в цилиндрическую или другую формы [3]. Структура поверхности анодированного оксида алюминия представлена на рисунке.

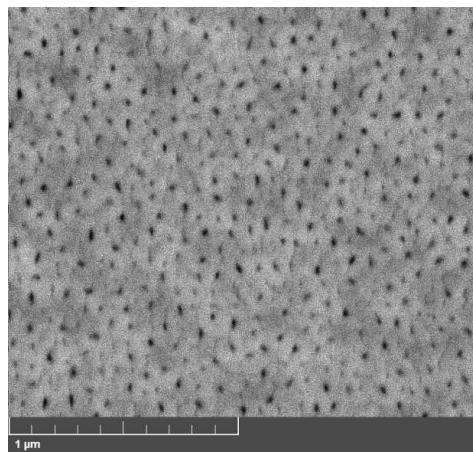


Рисунок – Микрофотография поверхности оксида алюминия, полученного в щавелевой кислоте с применением DSN

На микрофотографии отчетливо наблюдается геометрия пор и упорядоченное расположение ячеек анодированного оксида алюминия.

Секция химической технологии и техники

На основании анализа микрофотографий анодно-оксидного покрытия были определены характеристические параметры. Доля пор на поверхности оксирированного алюминия, полученного с применением DSN, больше и составляет 11 %, по сравнению с долей пор, равной 9 %, полученной при анодировании без добавки. При увеличении температуры электролита доля пор в пленке уменьшается. Такая же зависимость наблюдается и при переходе через критическую концентрацию мицеллообразования. Это свидетельствует о том, что с увеличением концентрации ПАВ и его переходом через ККМ средний диаметр поры увеличивается. Данное явление объясняется явлением полиморфизма мицелл. Средний диаметр пор в анодно-оксидной пленке, полученной при анодировании в щавелевой кислоте, колеблется в диапазоне от 10 до 11 нм, а в присутствии DSN – от 12 до 16 нм в зависимости от концентрации поверхностно-активного вещества. Подобная картина наблюдается и для других видов ПАВ.

Таким образом, введение поверхностно-активных веществ в электролит анодирования позволяет получить более упорядоченные, воспроизводимые и однородные по всей анодируемой площади структуры оксида алюминия. Для изменения соотношения размеров наносетки и пор наносетчатых алюминиевых пленок необходимо варьировать как концентрациями, так и видами поверхностно-активных веществ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Jaguiro P., Stsiapanau A., Hubarevich A., Mukha Y., Smirnov A., Self-organized nanostructured anodic oxides for display applications, Semiconductor Physics, Quantum Electronics and Optoelectronics, V. 13, N 3. P. 305-308,(2010)
2. 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.
3. Мчедлов-Петросян, Н.О., Лебедь А.В., Лебедь В. И. Коллоидные поверхностно-активные вещества: Учебно-методическое пособие. – Х.: ХНУ имени В. Н. Каразина, 2009.