

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА
ФОРМИРОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК АЛЮМИНИЯ
МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ОКСИДИРОВАНИЯ**

Актуальность исследований эффектов и явлений в наноструктурированных материалах обусловлена, с одной стороны, значительным вниманием мирового научного сообщества к данной тематике, а, с другой стороны, общими мировыми тенденциями в развитии современных технологий. Сегодня практически все индустриально развитые страны мира активно осваивают 6-й технологический уклад, в котором нанотехнологии играют основную роль [1]. Его основу составляют нанотехнологии и наноматериалы разработкой и использованием которых занимаются все страны, претендующие на позиции мировых лидеров. Поэтому сейчас бурно развиваются такие новые перспективные направления знаний, как оптоэлектроника, наноэлектроника, нанофотоника, спинтроника и др.

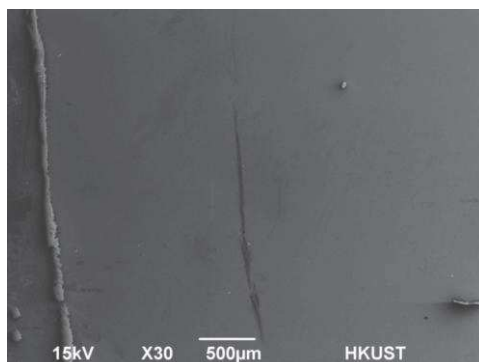


Рисунок 1 – Микрофотография поверхности пленки алюминия

К настоящему времени разработано и исследовано достаточно большое количество структур, приборов и устройств на основе наноматериалов, в частности, анодного оксида алюминия или кремния, полученных методом электрохимического оксидирования без использования литографических процессов. В то же время вопросы формирования этими же методами металлических наноструктур с уникальным набором электрооптических свойств остаются недостаточно изученными. Так, например, в настоящее время наблюдается высокий интерес к оптически прозрачным электропроводящим покрытиям, широко применяемым в

разнообразной портативной электронной аппаратуре, дисплеях всех типов, «умных окнах», солнечных элементах и, с недавних пор, в элементах и устройствах оптоэлектроники и нанофотоники. Сферы промышленного использования таких материалов продолжают стремительно расширяться и включают в себя крупноформатные телевизоры и системы типа “hometheatre” высокого разрешения на основе жидкокристаллических, плазменных или OLED-технологий. На основе этих же материалов и технологий производится огромное количество разнообразных портативных и мобильных электронных устройств, включая компьютеры планшетного типа iPOD, iPAD, GPS-навигаторы, мобильные телефоны и др. Наблюдается также увеличение спроса на электрохромные стекла с низким тепловым излучением и низким энергопотреблением с контролируемым уровнем пропускания солнечного света [2].

Нами достигнуто получение однородных пленок алюминия с толщинами от 50 до 1500 нм на стеклянных подложках размером 60x48 мм. Для этого использовали метод магнетронного распыления алюминиевой мишени чистотой 99,99% с рабочим давлением в камере $3 \cdot 10^{-3}$ Па, при этом скорость осаждения составляла $1,5 \text{ нм} \cdot \text{с}^{-1}$. Поверхность осажденной пленки алюминия анализировали по микрофотографиям, полученным методом электронной микроскопии. Оценить однородность поверхности можно по микрофотографии, приведенной на рисунке 1. Наличие на поверхности различных включений свидетельствует о некачественной подготовке и отмывке стекол или нахождении примесных частиц в процессе напыления. Это является критичным для последующего процесса получения однородных по площади наносетчатых пленок, поэтому подготовка стекол и процесс напыления алюминия является исключительно важным. В соответствии с описанными режимами осаждения алюминиевой пленки на стеклянную подложку нами получены пленки алюминия с размерами зерен 114 - 210 нм (рис. 2).

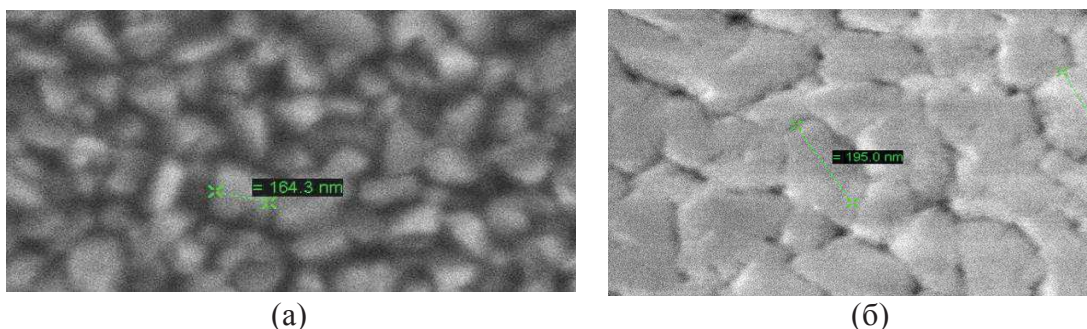
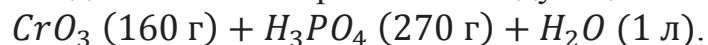


Рисунок 2 – Микрофотография поверхности пленки алюминия размером зерен 114 – 160 нм (а) и 150 – 200 нм (б)

Как видно из рисунка 2, размер зерна достаточно однороден при выбранных условиях напыления и может варьироваться от 114 нм до 200 нм.

Анализ экспериментальных результатов позволяет выявить зависимость между размером ячейки наносетчатой алюминиевой пленки и напряжением анодирования U . Размер ячеек наносетчатых алюминиевых пленок пропорционален приложенному напряжению с коэффициентом пропорциональности k , равном приблизительно 2,5 [3]. Нами проведен процесс анодирования на пленке алюминия толщиной 1500 нм, нанесенной на стеклянную подложку, в 2%-ом водном растворе винной кислоты $(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$. Площадь образца, на котором формируется пористый оксид, составляла $3,45 \text{ см}^2$. Выбор раствора данной органической кислоты в качестве электролита определяется ее низкой коррозионной способностью, которая позволяет проводить анодирование при высоких значениях напряжения и малых токах для получения большого диаметра пор наносетчатых алюминиевых пленок. Для проведения анодирования электролит охлаждали до $4\text{--}6^\circ\text{C}$, помещая стакан с электролитом в ванночку со льдом. Процесс анодирования проводили в комбинированном режиме, значение тока к моменту формирования наносетчатой алюминиевой пленки составляло 11 мА, напряжения – 240 В. Поверхность образца предварительно обезжиривали и промывали дистиллированной водой. Держатель с закрепленным на нем образцом погружали в охлажденный раствор винной кислоты. Первую стадию анодирования проводили в гальваностатическом режиме, при этом максимальное значение тока ограничивали на уровне 8 мА. Достигнув значения напряжения 200 В, процесс прерывали. За это время (приблизительно 500 с) на образце образовывался слой плотного оксида алюминия толщиной примерно 200 нм. Затем образец промывали дистиллированной водой, высушивали и наносили лак по периметру образца, который погружается в раствор. Лак тщательно высушивали. На второй стадии анодирования значение тока увеличивали с 8 мА до 11 мА. Напряжение возрастало с 200 В до 240 В, затем устанавливали потенциостатический режим, ограничивая дальнейший рост напряжения. Длительность процесса формирования наносетчатой алюминиевой пленки составила 300 с, что является достаточным для контролируемого момента завершения процесса. Процесс анодного окисления проводили при интенсивном перемешивании электролита для обеспечения дополнительного транспорта продуктов реакции к поверхности образца, что приводит к более равномерному

анодированию по всей поверхности. После промывки в дистиллированной воде и удаления лака с поверхности образца, травливали оксид алюминия в травителе следующего состава:



Процесс травления проводили в вытяжном шкафу. Травитель нагревали до температуры 60–65°C в стеклянной емкости и травили в течение 4–5 мин. После травления образец несколько раз промывали в дистиллированной воде в ультразвуковой ванне, затем образец просушивали в термопечи.

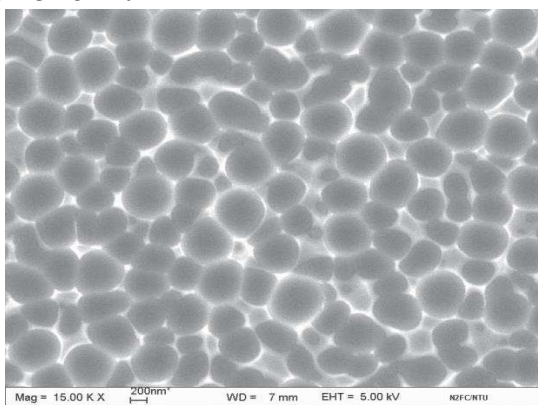


Рисунок 3 – Микрофотография наносетчатой алюминиевой пленки с максимальным размером ячеек 600 нм

Полученная нами наносетчатая алюминиевая пленка с максимальным размером ячеек 600 нм (рис. 3), отличается от структур с меньшим размером ячеек разбросом их размеров и относительной упорядоченностью. Возможно, для большей упорядоченности таких структур требуется либо увеличить толщину исходной пленки алюминия, либо использовать дополнительные методы структурирования поверхности исходной пленки алюминия.

ЛИТЕРАТУРА

1 Авербух, В.М. Шестой технологический уклад и перспективы России (краткий обзор)/ В.М. Авербух // Вестник Ставропольского государственного университета. – 2010. – Т.70. – С. 159 – 166.

2 Nanosized metal and anodic oxide films with improved optical features for displays and photonic devices / A. Smirnov, A. Stsiapanau, A. Mohammed, Y. Mukha, A. Hadi, M. Dohah, // Physics, Chemistry and Application of Nanostructures, World Press, Singapore, 2011, P. 519-522.

3 Степанов, А.А. Структура, морфология и электрофизические свойства прозрачных наносетчатых пленок алюминия / А.А. Степанов, А.Г. Смирнов // Доклады БГУИР. – 2012. - Т.5 (67), с. 21–27.