

УДК: 621.357.74-022.532:669.056.91

**ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ АНОДИРОВАНИЕМ
ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ ПРИ НИЗКОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ**

Хуан Цзинжуй

Научный руководитель: доцент Г.А. Воронова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: voronova@tpu.ru

**OBTAINING NANOSTRUCTURED POROUS MATERIALS BY ANODIZING THE SURFACE
OF METALS AT LOW TEMPERATURE**

Huang Jingrui

Scientific Supervisor: Assoc. Prof. G.A. Voronova

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: voronova@tpu.ru

***Abstract.** This article briefly discusses the anodic oxide film of aluminum at low temperature and the film-forming principle at the nanoscale.*

Введение. Анодный оксид алюминия (ААО) является хорошо известным шаблоном для нанопроизводства. Структурные особенности ААО, такие как диаметр пор, расстояние между порами, пористость, плотность пор, могут полностью контролироваться условиями эксплуатации анодирования. Как правило, самоорганизующееся двухступенчатое анодирование проводится при низкой температуре (ниже комнатной температуры) и является трудоемким процессом. В этой статье будет исследован механизм формирования мембраны в условиях низких температур.

В последнее время в 2007 году Sulka и Parkola исследованы размеры наноструктуры и закономерности гексагонального расположения нанопор, образующихся при самоорганизованном анодировании алюминия в 20 мас.% серной кислоте при различных потенциалах и температурах ячейки. Получен наилучший результат при 25 В и температуре 1 °С [1]. В 2011 году Stepniowski и Wojar представлено увеличение диаметра пора с потенциалом, температурой и временем анодирования, в то время как межпоровое расстояние зависит исключительно от потенциала. Изменения температуры и времени не влияют на межпоровое расстояние. На пористость также влияют потенциал, температура и продолжительность анодирования [2].

Экспериментальная часть. В качестве исходного материала для формирования пористых оксидных пленок в работе использовали высокочистый металлический алюминий в различных формах:

Отожженная алюминиевая фольга высокой чистоты толщиной 0,25 мм (99,9995%). Образцы были электрополированы в смеси H_2SO_4 и CrO_2 . Температура электрополировки составляла 60°C, а продолжительность - 3 минуты. Подготовленные таким образом алюминиевые купоны были изолированы сзади и по краям парафином для получения образцов с рабочей площадью 1 см².

Нанопористый оксид алюминия был получен путем двухступенчатого самоорганизующегося анодирования при постоянном напряжении ячейки при 40 В и 60,0 В в 0,3 М растворе щавелевой кислоты при температуре около 5 °С на час.

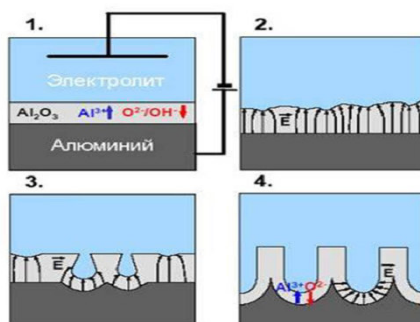


Рис. 1. Схема процесса формирования пленки из нанопористого анодированного алюминия [3]

Результаты. Переходный процесс по току, зарегистрированный в течение первых 15 мин второй стадии анодирования, выполненной в 0,3 М щавелевой кислоте при 5°С, показан на рис. 2.

В эксперименте используется постоянное напряжение. При этом условии кинетическая зависимость образования оксидной пленки показана на рис 2, где а представляет быстрое линейное уменьшение тока, что означает, что на начальной стадии образуется блокирующий оксидный слой, который экспоненциально уменьшается по мере увеличения толщины диэлектрической пленки.

На втором стадии (b), поскольку линия напряженности электрического поля в этом слое барьерного типа неравномерна на поверхности металла и образуется оксидная пленка, возникают различные дефекты, которые не могут быть равномерно распределены. Локализация силовых линий в местах с малой толщиной оксидного слоя приводит к усиленному растворению пленки АОА в данных точках и образованию углублений, которые и являются зародышами пор [4]

Увеличение площади электрически активной поверхности за счет образования полусферических углублений у основания каждого отверстия, значительное увеличение плотности тока (стадия 3)

На заключительном стадии (e), поскольку толщина барьерного слоя остается относительно постоянной, напряжение фактически не изменяется. (рис. 2 д).

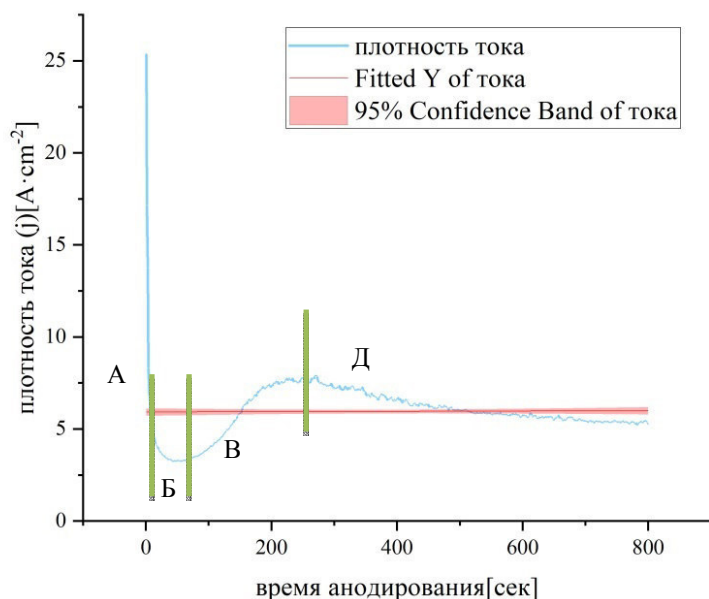


Рис. 2. Зависимость плотности тока от времени анодирования, зарегистрированного в течение первых 15 минут первого этапа анодирования. Анодирование проводили в 0,3 М щавелевой кислоте при 5°C. На вставке показаны первые 800 секунд анодирования

В результате первого анодного окисления образующийся предшественник пор становится предпосылкой для второго окисления, которое обеспечивает окисление пор и стабильный и упорядоченный рост, что приводит к увеличению плотности тока.

Заключение. Сначала, из-за образования оксидного барьерного слоя, плотность тока быстро уменьшается. Затем образуется предшественник пор, что приводит к увеличению плотности тока. Затем реализуется стабильное состояние образования пористого оксида, и значение плотности тока является приблизительно постоянным с течением времени. Хотя в последние годы были разработаны теоретические концепции, нам все еще нужно много предположений и экспериментов, чтобы найти ответы на движущую силу формирования высокоупорядоченной структуры пористого анодированного алюминия.

Данная работа выполнена при поддержке Фонда государственных стипендий, организованного Китайским советом по стипендиям (CSC). В работе применялось оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sulka GD, Parkoła KG. Temperature influence on well-ordered nanopore structures grown by anodization of aluminium in sulphuric acid // *Electrochimica Acta*. – 2007. – V. 52(5). – P. 1880-8.
2. Stępniewski WJ, Bojar Z. Synthesis of anodic aluminum oxide (AAO) at relatively high temperatures. Study of the influence of anodization conditions on the alumina structural features // *Surface and Coatings Technology*. – 2011. – V. 206(2) – P. 265-72.
3. Parkhutik V.P. Theoretical modelling of porous oxide growth on aluminium. // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 1992. – V.25. No.8. – P.1258.
4. Matsui, Y., Nishio, K. and Masuda, H. Highly Ordered Anodic Porous Alumina with 13-nm Hole Intervals Using a 2D Array of Monodisperse Nanoparticles As a Template // *Small*. 2006. – V. 2. – P. 522-525.