

УДК 661.862'022:669.056.91

РАЗРАБОТКА МЕТОДА ОТДЕЛЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК АНОДНОГО ОКСИДА

АЛЮМИНИЯ ОТ ПОДЛОЖКИ

Цзи Синьюй, Пань Мэнхуа, Цай Дини

Научный руководитель: к.х.н., доцент Г.А. Воронова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E

-

M

E

Scientific Supervisor: PhD in Chemical sciences, Assoc. Prof. G.A. Voronova

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

K

i

Abstract. Fast electrochemical separation of anodic porous alumina (APA) film formed through anodized alumina substrates was achieved. Formed on aluminum surfaces by anodizing the substrate in a 0.3 M oxalic acid solution at 60 V. A reverse voltage is then applied. In the constant current (0.2A) mode, after 2.5 hours of reaction at 30°C, the film and the aluminum substrate appeared to be separated. This may be due to the formation of extremely small via holes at the bottom barrier oxide layer of the APA film, followed by the subsequent dissolution of aluminum from the substrate. APA through-porous membranes can be successfully prepared by subsequent immersion in 5% phosphoric acid solution.

L

Введение. Анодные пленки пористого оксида алюминия (АОА) могут быть сформированы путем электрохимического анодирования алюминиевых подложек в кислых растворах, таких как хромовая кислота, фосфорная кислота, серная кислота и др. Из-за сильной химической связи между анодированным алюминием и алюминием трудно механически отделить пленку от алюминиевой подложки. Поэтому было исследовано несколько химических подходов к разделению тонких пленок [1]. Самый простой метод разделения в лабораторных масштабах состоит в химическом растворении нижележащей алюминиевой подложки раствором хлорида меди по реакции:

a

c

i

Однако этот процесс включает в себя несколько химических стадий и имеет недостатки, например, загрязнение поверхности полученной мембраны АОА выделившейся медью (рис. 1).

В представленной работе мы используем метод подачи обратного напряжения или анодной поляризации. Если процесс получения АОА на аноде протекает в режиме постоянного тока (0,2 А) в 0,3 М растворе щавелевой кислоты, то процесс отделения мы проводили, меняя полярность электродов при 30 °С в течение 2,5 часов, чтобы отделить пленку от алюминиевой подложки.

4

4

3

8

7

0

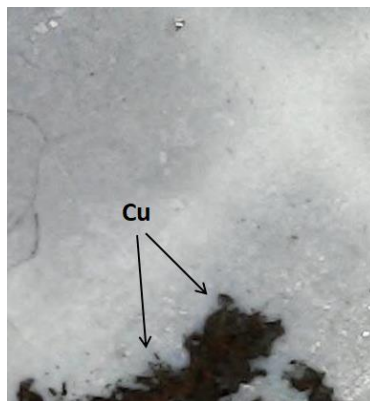


Рис.1. Загрязнение поверхности полученной мембраны АОА выделившейся медью (оптический микроскоп, увеличение x20)

В данной работе изучены электрохимические процессы, связанные с анодной поляризацией и последующим разделением тонких пленок АОА.

Экспериментальная часть. В качестве сырья использовалась фольга алюминия чистотой 99,99 % и толщиной 0,5 мм. Алюминиевую фольгу предварительно отжигали на воздухе при температуре 450–500°C в муфельной печи в течение 4 часов для снятия остаточных напряжений в конструкции металла. Затем образцы подвергали электрополировке в растворе H_3PO_4 (85 об.%) + CrO_3 (92 г/л) при постоянном напряжении 20 В при температуре 60 °С в течение 3 мин. После этого образец анодировали при 40°C и напряжении 60 В в течение 40 минут для получения достаточной толщины пленки АОА. Затем подавали на образец обратное напряжение. В режиме постоянного тока (0,2 А) время 3 часа, температура электролита 30 °С. После подачи обратного напряжения пленка легко отделялась от алюминиевой основы. Наконец, полученную пленку оксида алюминия погружали в 5 % раствор фосфорной кислоты для образования сквозной мембраны, т.е. вскрытия закрытых пор.

Результаты. На рис. 2 показана толстая пленка оксида алюминия, полученная анодированием при 40 °С и 60 В в течение 40 минут.

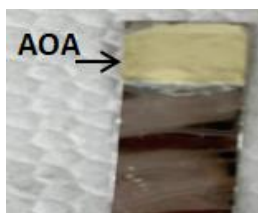


Рис. 2. Пленка АОА, полученная анодированием при 40 °С и 60 В в течение 40 мин (оптический микроскоп, увеличение x20)

На рис. 3 показан результат использования обратного напряжения при 30 °С в течение металлической подложки, при этом пленка АОА полностью повторяет форму поверхности металлической подложки из алюминия.

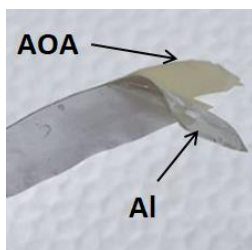
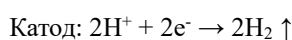


Рис. 3. Пленка АОА отделена от поверхности алюминиевой подложки при использовании обратного напряжения через 2,5 ч реакции при 30 °С в режиме постоянного тока (0,2 А), оптический микроскоп, увеличение x20

Отделение плёнки АОА при использовании обратного напряжения происходит из-за того, что на поверхности алюминиевой подложки начинает выделяться газообразный водород:



Пузырьки водорода постепенно «выталкивают» пленку АОА с поверхности подложки. При этом АОА получается чистой и не имеет посторонних загрязнений.

После отделения пленки ее погружали в 5 % раствор H_3PO_4 на 1 час, при этом цвет пленки менялся на белый (рис. 4), а ее масса уменьшалась с 0,0032 г до 0,0016 г. Уменьшение массы мы связываем с тем, что часть АОА растворяется в растворе H_3PO_4 , причем это именно та часть, которая «закрывает» поры.



Рис. 4. Пленка АОА, полученная после погружения в 5 % раствор H_3PO_4 на 1 ч, (оптический микроскоп, увеличение x20)

Заключение. Анодная пористая пленка АОА, полученная методом анодирования алюминиевой фольги, может быть электрохимически разделена путем приложения обратного напряжения на электроды. Разработаны условия отделения пленки: напряжение, концентрация электролита время и температура процесса.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Rapid electrochemical separation of anodic porous alumina films from aluminum surfaces using a highly safe sodium chloride–ethylene glycol solution // *Electrochimica Acta* – 2022. – Vol. 27. – P.