

УДК 621.9.047.7-621.385.833
МНРТИ 29.19.22

НАНОКЕУЕКТІ АЛЮМИНИЙ ОКСИДІ МЕМБРАНАСЫН АЛУ МАҚСАТЫНДА АЛЮМИНИЙ ФОЛЬГАСЫНЫҢ БЕТ-БЕДЕРІН ЖОҒАРЫ ЖИІЛІКТІ ПЛАЗМА АРҚЫЛЫ ӨНДЕУ

ӘМІРБЕКОВА Г.С.^{1,2}, АЛПЫСБАЕВА Б.Е.^{1,2}, ЕРЛАНҰЛЫ Е.^{1,2},
ГАБДУЛЛИН М.Т.^{1,2}, СМЕРНОВ В.Ю.³

¹әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық университеті

²ҚазҰУ-дың инженерлік бейіндегі зертханасы, Қазақстан Республикасы, Алматы

³Юлих зерттеу орталығы, Германия

Аңдатпа: Бұл жұмыс тазалығы 99,999% алюминий фольгасының бет-бедерін жоғары жиілікті разрядта, белгіленген параметрлерді қолдана отырып, плазмамен өңдеуге, осы өңделген алюминий фольгасының бетінде электрохимиялық анодтау процесінің көмегімен алюминий оксидінің реттелген нанокеуекті мембранасын қалыптастыруға және зерттеу кезінде алынған нәтижелердің эксперимент параметрлеріне қаншалықты тәуелді екенін анықтауға негізделген. Негізгі параметр ретінде жоғары жиілікті разрядтың қуат шамасы қолданылған. Қалыңдығы бірдей 50 микрон шамасындағы таза алюминий фольгасының беті үш түрлі қуат шамасымен өңделген. Зерттеу барысында қуат шамасының әртүрлі 20 Вт, 50 Вт және 70 Вт болуына байланысты беттік кедір-бұдырлықтардың өзгеше болып келетіні байқалды. Эксперименттің бірінші сатысына сай таза алюминий фольгасының беті жоғары жиілікті разрядта плазмамен өңделіп, нәтижесінде туындаған өзгерістер зерттеулер арқылы анықталған. Зерттеу нәтижесінде алюминий фольгасының бетін плазмамен өңдеу барысында тректер туындайтындығы сканирлеуші электрондық микроскоп көмегімен белгілі болып, олардың ерекшеліктері айқындалған. Бұл туындайтын өзгерістер плазмамен өңдеу кезінде жоғары жиілікті разрядты қуат мөлшерінің шамасына байланысты болатыны анықталды. Плазмамен өңделген алюминий фольгасының беті және электрохимиялық анодтаудан кейін қалыптасқан алюминий оксидінің нанокеуекті мембраналары сканирлеуші электрондық микроскоп көмегімен зерттеліп, қуат шамасының мөлшері тректер мөлшеріне және электрохимиялық анодтау процесінен кейін қалыптасқан кеуектердің тығыз немесе алашақ қалыптасуына әсер беретіні белгілі болды. Жалпылама бұл жұмыс нанокеуекті алюминий оксиді мембранасын алу мақсатында алюминий фольгасының бет-бедерін жоғары жиілікті плазма арқылы өңдеуге негізделген.

Түйінді сөздер: мембрана, алюминий фольгасы, плазма, жоғары жиілікті разряд, электрохимиялық анодтау

ETCHING THE SURFACE OF ALUMINUM FOIL USING HIGH-FREQUENCY PLASMA TO PRODUCE A NANOPOROUS ALUMINUM OXIDE MEMBRANE

Abstract: This work is based on processing the surface of aluminum foil with a purity of 99.999% in a high-frequency plasma discharge using the established parameters, forming an ordered membrane of nanoporous aluminum oxide using an electrochemical anodizing process on the surface of this treated aluminum foil, and determining how much the results obtained in the study depend on the parameters of the experiment. As the main parameter, the value of the power of the high-frequency

discharge was used. The surface of pure aluminum foil in the same 50 micron thickness is treated with three different power values. In the course of the study, it was noted that surface roughness depends on different power values of 20 W, 50 W and 70 W. In accordance with the first part of the experiment, the surface of pure aluminum foil is treated with plasma in a high-frequency discharge, as a result of which changes were detected during the research. As a result of the study, it was found that the plasma treatment of the surface of aluminum foil formed tracks that were installed using a scanning electron microscope and determined their features. It was found that these changes depend on the amount of power of the high-frequency discharge during plasma processing. The surface of aluminum foil treated with plasma and nanoporous aluminum oxide membranes formed after electrochemical anodizing were studied using a scanning electron microscope, and it became known that the power value affects the location of tracks and how densely or remotely the porous structures formed after the electrochemical anodizing process are formed. In General, this work is based on processing the surface of aluminum foil using high-frequency plasma to produce an aluminum oxide membrane.

Key words: membrane, aluminum foil, plasma, high-frequency discharge, electrochemical anodizing

ТРАВЛЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЕВОЙ ФОЛЬГИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВЫСОКОЧАСТОТНОЙ ПЛАЗМЫ С ЦЕЛЬЮ ПОЛУЧЕНИЯ МЕМБРАНЫ НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Аннотация: Эта работа основана на обработке поверхности алюминиевой фольги с чистотой 99,999% в высокочастотном разряде плазмой с применением установленных параметров, формировании упорядоченной мембраны нанопористого оксида алюминия с помощью процесса электрохимического анодирования на поверхности этой обработанной алюминиевой фольги и определение того, насколько результаты, полученные при исследовании, зависят от параметров эксперимента. В качестве основного параметра использовалась величина мощности высокочастотного разряда. Поверхность чистой алюминиевой фольги в одинаковой 50-микронной толщине обработана тремя различными величинами мощности. В ходе исследования было отмечено, что поверхностные шероховатости зависят от различных величин мощности 20 Вт, 50 Вт и 70 Вт. В соответствии с первой частью эксперимента поверхность чистой алюминиевой фольги обрабатывается плазмой в высокочастотном разряде, в результате которых были выявлены изменения в ходе исследований. В результате исследования установлено, что при плазменной обработке поверхности алюминиевой фольги образуются треки, которые были установлены с помощью сканирующего электронного микроскопа и определены их особенности. Установлено, что эти изменения зависят от величины количества мощности высокочастотного разряда при плазменной обработке. Поверхность алюминиевой фольги, обработанной плазмой, и мембраны нанопористого оксида алюминия, сформированные после электрохимического анодирования, были исследованы с помощью сканирующего электронного микроскопа. Стало известно, что величина мощности влияет на расположение треков и как плотно или удаленно образованы пористые структуры, сформированные после процесса электрохимического анодирования. В целом эта работа основана на обработке поверхности алюминиевой фольги с использованием высокочастотной плазмы с целью получения мембраны оксида алюминия.

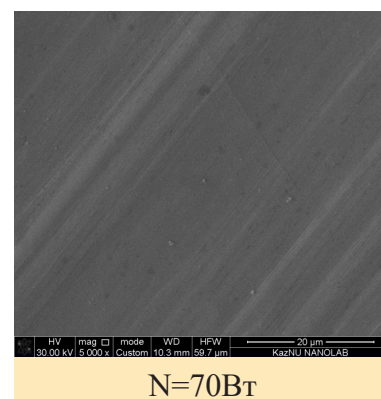
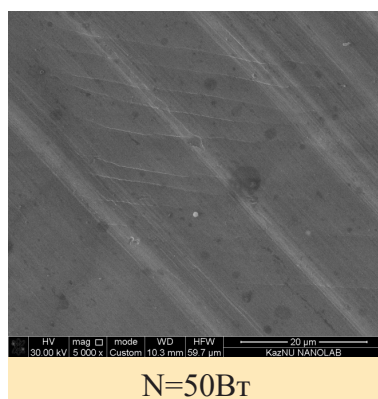
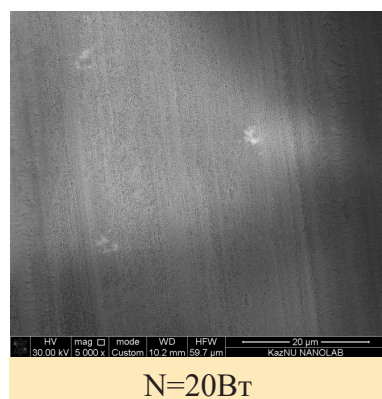
Ключевые слова: мембрана, алюминиевая фольга, плазма, высокочастотный разряд, электрохимическое анодирование

Қазіргі таңда нанокеуекті алюминий оксиді мембраналары перспективті материал болып табылады [1]. Себебі бұл материалдар нанотехнология, микробиология және ядролық физикада сұранысқа ие, оған бірден-бір себеп құрылымдық өлшемдерінің нано деңгейде болуы, бұл олардың микро- және макро- деңгейдегі материалдардан өзгеше физика-химиялық қасиеттерге ие болуына әсер етеді. Олар, атап айтқанда механикалық беріктікке, термиялық және химиялық тұрақтылыққа ие [2-4]. Сол себепті нанокеуекті алюминий оксидінің мембранасы өзінің ерекше қасиеттеріне орай көптеген бағыттарда, наносенсорлар, сезгіш датчиктер, ерітінділерді сүзгіш құрылғылар, наноэлектроника элементтері ретінде қолдануға ыңғайлы. Бұл нанокеуекті алюминий оксиді сондай-ақ жарық экрандары, жарық диодты құрылғылар, микрополяризаторлар, микрофльтрация, ультрафльтрация, диализ, электролиз, газдармен сұйықтарды бөлу салаларында маңызды орын алады [5-9]. Бұған қоса телекоммуникация және оптикалық сенсорлар, микрооптикалық элементтер аса қарқынмен зерттелу үстінде, сондықтан алюминий мен никельден анодтау және электрлік отырғызу әдістері негізінде микрополяризаторлар жасалуда. Олар изоляторлар және өшіріп қосқыш қызметін атқара алады. Сол себепті нанокеуекті алюминий оксиді мембраналарының қалыптасу технологиясы және қасиеттері кеңінен зерттелу үстінде [10-11]. Анодталған алюминий оксиді мембранасы көптеген салаларда қолданыс таба алады, сондықтан бұл материалдың қасиеттерін зерттеп алу технологиясын жетілдіру

қазіргі ғалымдардың негізгі мақсаты болып отыр [12-15]. Бұл жұмыс та осы мақсаттарға негізделіп жасалынған. Осы ғылыми зерттеу жұмысында таза алюминий фольгасының бетін қандай параметрлермен плазмада өңделгені және өңдеу барысында туындаған өзгерістері көрсетілген. Осы өңделген алюминий фольгасына электрохимиялық анодтау процесі жүргізіліп, соның негізінде нанокеуекті алюминий оксидінің қалыптасқан бейнесі СЭМ микроскопы арқылы зерттеліп талдау жұмыстары жүргізілген.

Эксперимент және алынған нәтижелер

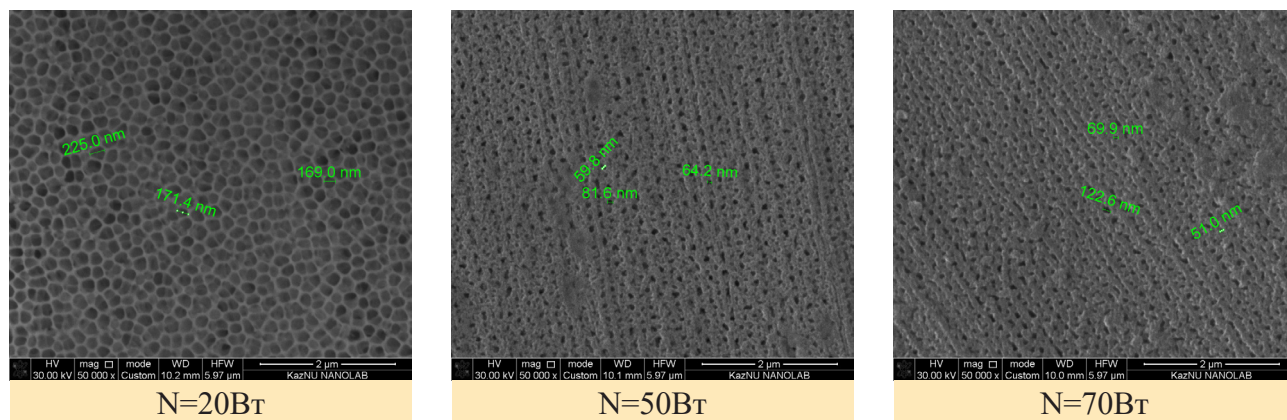
Тәжірибелік жұмыс барысында алғаш рет нанокеуекті алюминий оксиді мембранасы алдын ала алюминий фольгасын плазма арқылы өңдеп алып жасалған болатын. Тазалығы 99,999% алюминий фольгасын жоғары жиілікті разрядта, вакуумдық ортада плазмамен өңдеу және соның нәтижесінде беткі оксидтік қабатты жойып, беттік кедір-бұдырлықтарды қалыптастыру процесі жүзеге асырылды. Эксперимент барысында ВУП-5 қондырғысымен вакуумдық орта алынып, екі электродтар арасында 0,6-0,7 Па қысымда қызғылт түске ие плазма туындады, негізі газ ретінде аргон газы алынды. Бұл эксперименттік жұмыста аргон газының алыну себебі, бұл газ реакцияға тез түскіш және қолжетімді болып табылады. Фольга бетінде қалыптасқан өзгешеліктерді анықтау мақсатында, бірдей үш фольга беті плазманың әртүрлі қуат шамасында өңделді. Ал өңдеу уақыты барлық фольгалар үшін бірдей $t = 15$ минутты құрады.



1-сурет. Плазмамен өңделген алюминий фольгаларының бет бедерлерінің СЭМ бейнесі

1 суретте плазманың әркілі қуат шамасында 20 Вт, 50 Вт және 70 Вт өңделген фольгалардың бет бедерлерінің СЭМ бейнесі көрсетілген. Берілген СЭМ бейнелеріне сәйкес алдын ала дайындалған тегіс алюминий фольгаларының бетінде тректердің пайда болғанын көруге болады. Қуат шамасының әртүрлі болғанына байланысты алюминий фольгалары бет бедерінде плазмамен өңдегеннен кейін сан түрлі өзгерістер орын алды, бірақ барлық үш жағдайда да тректердің пайда болғаны анықталды. Бұл зерттеу жұмысында өңдеу уақыты және өңдеу температурасы өзгеріссіз шамада қалдырылды. Берілген жұмыстар

плазма қуатының алюминий фольгасының бетіне белгілі бір әсер ететіні айқындалды. Эксперименттің келесі сатысы ретінде плазмамен өңделген алюминий фольгаларына электрохимиялық анодтау процесін жүргізілді. Электролит ретінде ортофосфор қышқылы алынды және анодтау процесі 19°C бөлме температурасында іске асырылғанын атап кету керек. Сонымен қатар, анодтау процесі $U=80$ В кернеу шамасында жүзеге асырылған болатын және процесс $t=30$ мин уақыт аралығында іске асырылады. Электрохимиялық анодтау процесі бір сатыда жүргізілген болатын.



2-сурет. Нанокеукті алюминий оксиді мембраналарының СЭМ бейнелері

Алюминий фольгасының бет-бедері жоғары жиілікті плазма өңделіп, сол фольга бетінде электрохимиялық анодтау негізінде нанокеукті алюминий оксиді мембраналары қалыптастырылды. 2 суретте көрсетілгендей плазмамен әртүрлі қуаттар шамасында өңделген алюминий фольгалары негізінде сан түрлі нанокеукті алюминий мембраналы қалыптасқан. Егер 50 Вт және 70 Вт қуат шамаларында плазмамен өңделген алюминий фольгалары негізінде анодтау процесінен кейін кеуктер диаметрлері шамалас болса, 20 Вт қуаты шамасында өңделген алюминий фольгасы бетінде кеуктер диаметрі айтарлықтай үлкен шамаларға ие болғаны анықталды (кеуктер диаметрі: 170-230 нм). Берілген тәжірибе нәтижелері әлі де сарапталып, келесі сатыға өтетін болады, алайда қазір де алдымызға қойылған мақсаттар толықтай жүзеге асырылды деп тұжырымдай аламыз.

Қорытынды

Зерттеу жұмысы нәтижесінде вакуумдық ортада, жоғары жиілікті разрядта плазмамен алюминий фольгасының бет бедері өңделіп, электрохимиялық анодтау процесі негізінде нанокеукті алюминий оксидінің мембранасы алынды. Зерттеу барысында қуат шамасының әртүрлі 20 Вт, 50 Вт және 70 Вт болуына байланысты беттік кедір-бұдырлықтардың өзгеше болып келетіні байқалды. Плазмамен өңделген алюминий фольгаларының бет бедерінде белгілі бір өлшемдері бар тректер пайда болды. Осы тректер анодтау процесі кезінде кеуктердің бастамасы ретінде қарастырылды. Бұл тәжірибе жұмысының басты мақсаты плазмамен өңдеу барысында, анодтау процесіне дейін алюминий фольгаларының бет бедерінде белгілі бір өлшемдері мен реттілігі бар тректерді қалыптастыру, ал бұл тректер кейін жаңа кеуктердің негізі

бола алатыны дәлелденді. Анодтау процесі нәтижесінде диаметрлері 50 нм-ден 230 нм-ге дейін жететін нанокеукті алюминий мембраналары алынған еді. Кеуктердің диаметрі алдын ала өңделген плазма қуатының шамасы-

на тәуелді екені анықталды. Берілген зерттеу жұмысында алғаш рет нанокеукті алюминий оксиді алюминий фольгасының бет бедерін алдын ала плазмамен өңдеп, кейін анодтау процесі арқылы қалыптастырылған болатын.

ПАЙДАЛАНҒАН ӘДЕБИЕТТЕР

1. Keller F., Hunter H., Robinson D. // J. Electrochem. Soc. 1953. V. 100. № 9. P. 411.
2. Hunter M.S., Fowle H. // J. Electrochem. Soc. 1954. V. 101. № 9. P. 481.
3. Томашов Н. Д., Заливалов Ф.П. Сб. Коррозия металлов и сплавов – М.: Металлургиздат, 1963. – С. 194.
4. Томашов Н.Д., Заливалов Ф.П. Сб. Коррозия металлов и сплавов. – М.: Металлургиздат, 1963. – С. 194.
5. Кауль А.Р. Химические методы синтеза неорганических веществ и материалов. Ч.2. М.: Московский государственный университет им. Ломоносова М.В., – 2008. – 212 с.
6. Oehrlein G.S., Metzler D., C. Li, Atomic layer etching at the tipping point: an overview, ECS J. Solid State SC 4 (2015) N5042–N5053.
7. Doering R., Nishi Y., Handbook of Semiconductor Manufacturing Technology, CRC Press, New York, 2008, p. 21.
8. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: Физматлит, 2007. – 416 с.
9. Technology of Integrated Circuits, 2000 “5. Etching Technology” pages 169-206
10. Батаронов И.Л., Гусев А.П., Литвинов Ю.В., Харченко Е.Л., Шалимов Ю.Н. // Альтернативная энергетика и экология. – 2007. – № 11. – С. 118-126.
11. Сурганов В. Ф. // Защита металлов. – 1991. – Т. 27. – № 1. – С. 125-126.
12. Kim D.M., Kim K.B., Yoon S.Y., Oh Y.S., Kim H.T., Lee S.M., Effects of artificial pores and purity on the erosion behaviors of polycrystalline Al₂O₃ ceramics under fluorine plasma, J. Ceram. Soc. Jpn. 117 (2009) 863–867.
13. Mardilovich P. P., Govyadinov A. N., Mukhurov N. I., Rzhevskii A. M., Paterson R. // J. Membrane Sci. 1995. V. 98. P. 131—142.
14. Bahats'kyi V.O., Vojtovych I.D., Lebyedyeva T. S., Minov Yu. D., Sutkovyy P. H., Frolov Yu. O., Shpyl'ovyy P. B., Ukraine Patent 100934 Bulletin, No. 3: (2013) (in Ukrainian).
15. Степанова А.Ю., Запороцкова И.В., Белов А.Н.// Нанопористые материалы на основе оксида алюминия: механизм образования и технология получения// Вестник ВолГУ. Серия 10. – Вып. 5. – 2011.