

# СТРОЕНИЕ АНОДНЫХ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ ПО ДАННЫМ МЕТОДА АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

А.В. Вихарев, С.Г. Иванов, А.А. Вихарев

*В работе представлены снимки (сканы) анодных оксидов алюминия, полученных в серной и щавелевой кислотах на постоянном и переменном токах. Отмечено значительное структурное различие пленок.*

*Ключевые слова: анодный оксид алюминия, анодирование, структурные анионы, атомно-силовая микроскопия.*

## ВВЕДЕНИЕ

В предыдущих работах по изучению анодного оксида алюминия (АОА) показано [1, 2], что состав и свойства формируемых пленок значительно отличаются друг от друга в зависимости от условий получения, это дает возможность модифицировать их под заказ потребителя. Выявление особенностей формирования определенных структур в АОА позволит более тонко и целенаправленно управлять процессом их получения с более четко обозначенными требуемыми свойствами. Кроме того, данное исследование было предпринято с целью впрямую установить, каким образом располагаются в анодной пленке структурные анионы. Напомним, что в АОА, полученных в серной кислоте на постоянном токе их содержание доходит до 10-12% от массы и удаления их при нагреве сопровождается четко выраженными следующими друг за другом эндо- и экзо- эффектами [3].

Содержание структурных анионов в пленках полученных в серной кислоте на переменном токе в два раза меньше (в пленках из щавелевой кислоты на переменном токе они отсутствуют) и их удаление не сопровождается термоэффектами [4].

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Все использованные в работе анодные оксидные пленки (АОП) сформированы методом сквозного анодирования, либо в виде тонкой пленки на поверхности фольги. Исследование проводили на приборе FEMTOSKAN FBM 9-30, режимы исследования: контактная силовая микроскопия и бесконтактная резонансная атомно-силовая микроскопия. Сканирование проводили, начиная с максимально возможного поля равного 10x10 мкм до минимально возможного 100x100 нм. В режиме контактной атомно-силовой микроскопии исследовали топографию поверхности и латеральные силы трения на поверхности образцов. В режиме бес-

контактной атомно-силовой микроскопии исследовали топографию поверхности с высоким разрешением.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

На ниже представленных рисунках сквозного анодного оксида алюминия, полученного в серной кислоте на постоянном токе четко видны сформировавшиеся конгломераты тесно прижатые друг к другу: на рисунке 1 при разрешениях 10000 нм; на рисунке 2 при разрешениях 2000 нм и 800 нм.

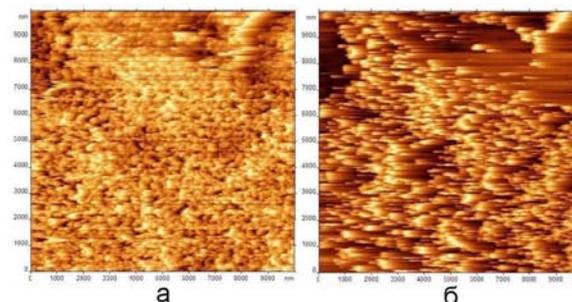


Рисунок 1. Сканы поверхности АОА сформированного в серной кислоте на постоянном токе при угле съемки 4,289 (а) и 3,598 (б).

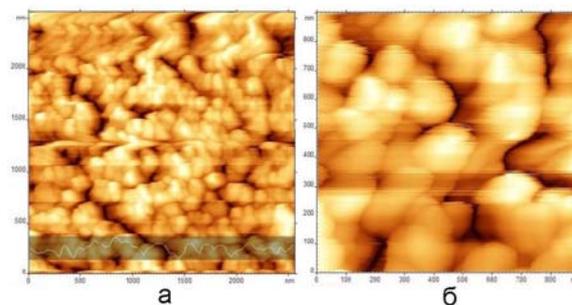


Рисунок 2. Образец рисунка 1а при других разрешениях.

На рисунке 3а представлено трехмерное изображение этого же оксида и несквозная пленка на металле – рисунок 3б, принципиально не отличающаяся от сквозных пленок. Четко виден участок (в верхней части скана), на котором сформировался анодный оксид.

Внизу скана можно наблюдать металл, на котором зарождаются отдельные гранулы анодного оксида. Образования, связанные со структурными анионами на скане не видны. Можно предположить [5, 6], что они скрыты внутри гранул анодного оксида алюминия.

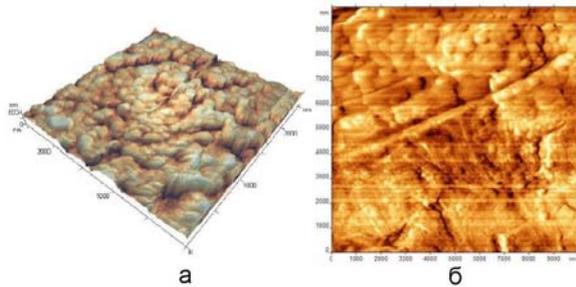


Рисунок 3. Трехмерное изображение (а) образца с рис. 1а; плоскостной скан такого же образца на металле (б).

Ранее было проведено сравнение АОП, полученных на постоянном и переменном токах и выявлены глубокие различия по их составу и свойствам [4]. Представляло интерес выяснить, в чем различия тех и других по данным атомно-силовой микроскопии.

Рельеф поверхности пленок, полученных в серной кислоте на переменном токе, приведены на рисунок 4. Сравнение с пленками, полученными на постоянном токе (рисунок 1-3) показывает резкое отличие. В пленках, сформированных на переменном токе, формируется мелкозернистая достаточно однородная структура без конгломератов. Безусловно, сказываются пульсации переменного тока, не позволяющие расти АОП в стационарных условиях, как это происходит на постоянном токе.

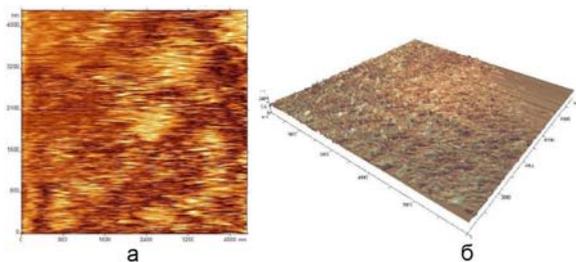


Рисунок 4. Рельеф поверхности пленки, полученный на переменном токе в серной кислоте: а – плоскостное изображение, б – трехмерное.

На рисунке 5 показаны снимки пленок полученных в серной и щавелевой кислотах.

Как видно морфология поверхности и микроструктура различны. Так, например, максимальная шероховатость образца на рисунке 5а не превышает 300 нм, в то время как шероховатость образца на рисунке 5б дости-

гает 500 нм, что говорит о большей химической активности данного образца. Косвенно данный факт подтверждает и образец на рисунке 5в – на нем процесс оксидирования представлен в самом начале, когда оксидная пленка еще только начинает формироваться. Шероховатость в этом случае находится на уровне  $30 \pm 10$  нм. Однако, как видно из снимка, процесс анодирования начинается местно, а не по всей поверхности образца.

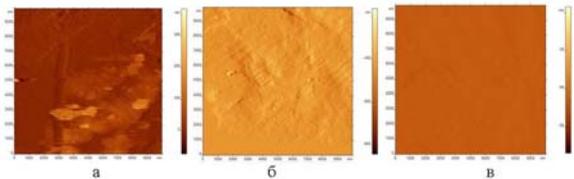


Рисунок 5. а – сквозная АОП из серной кислоты, б – сквозная АОП из щавелевой кислоты, в – АОП из щавелевой кислоты на металле.

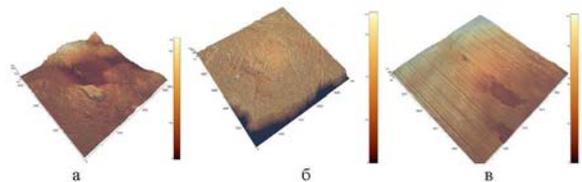


Рисунок 6. Трехмерные восстановленные снимки поверхностей тех же образцов, что и на рисунке 5.

В случае образца показанного на рис. 6а анодирование начинается преимущественно по границам зерна. В случае с образцом 6б анодирование идет также максимально по границам зерна, однако само зерно растворяется в электролите более равномерно в силу чего рельеф, на данном образце однороден.

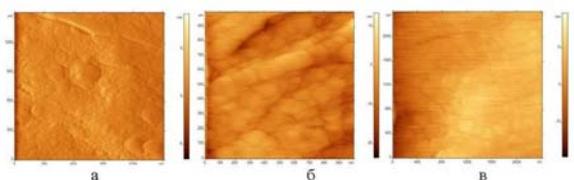


Рисунок 7. Субзеренная структура тех же образцов, что и на рисунке 5.

На рисунке 7 представлены снимки субзеренной структуры указанных образцов. На 7а можно различить поры, имеющие размер от 10 до 30 нм, глубину этих пор оценить не удалось в силу ограничений, накладываемых прибором. Материал, показанный на рисунке 7б, представляет собой конгломерат напоминающий нановолокна диаметром 80-110 нм и длиной от 600 до 1200 нм. Причем данные нановолокна расположены преимущественно

## СТРОЕНИЕ АНОДНЫХ ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ ПО ДАННЫМ МЕТОДА АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

под углом к плоскости снимка, либо перпендикулярно ей.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Впервые методом атомно-силовой микроскопии исследованы анодные оксиды алюминия. Установлено значительное различие в структуре получаемых образцов в зависимости от электролита и тока анодирования.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Компанеец Е.Ю., Вихарев А.В. Влияние условий наполнения анодного оксида алюминия на характер его связи с водой. // Защита металлов. - 1978. - №4. - С. 441-444.
2. Вихарев А.А., Вихарев А.В., Вагина Э.А., Макаренко Л.Ю. Исследования анодного оксида алюминия, полученного в щелочном электролите. // УДК 66.074:66.084.08

Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология. - 2004. - т. 47. - №7. - С. 75-78.

3. Черных М.А., Вихарев А.В., Овсянникова Н.Г. О влиянии структурных анионов на процесс кристаллизации анодных оксидов алюминия при нагреве. // Журнал прикладной химии. - 1981. - №10 - С. 2301-2303.

4. Вихарев А.В., Верещагин В.И., Вихарев А.А., Заезжаева И.Н., Макаренко Л.Ю. Состав и строение анодных оксидов алюминия. // Ползуновский вестник. - Барнаул, 2004. - №4. - С. 104-107.

5. Вихарев А.В., Компанеец Е.Ю. Особенности структуры анодного оксида алюминия и место в ней анионов. // Труды АлтГТУ, 1995. - вып. 4. - С. 284-291.

6. Компанеец Е.Ю., Вихарев А.В. О катратной природе пористых анодных окисных пленок. // Тезисы докладов Всесоюзной научно-практической конференции. Теория и практика электрохимических процессов. - Барнаул, 1990. - С. 136.

## ИССЛЕДОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ КОАГУЛЯЦИИ АЭРОЗОЛЯ, ПЕРЕНОСИМОГО ПОТОКОМ ВОЗДУХА

В.Н. Хмелёв, А.В. Шалунов, К.В. Шалунова, Р.Н. Голых

*В статье представлены результаты исследований процесса акустической коагуляции аэрозоля при различных параметрах акустического воздействия (частота, уровень звукового давления) и наличии воздушных потоков. Показано, что акустическую коагуляцию можно использовать как в виде самостоятельного способа очистки, так и в составе пылеуловителей различного типа.*

*Ключевые слова: акустическое воздействие, аэрозоль, коагуляция.*

### ВВЕДЕНИЕ

Современная деятельность промышленных предприятий приводит к значительному загрязнению окружающей среды, что является одной из важнейших экологических проблем. В связи с этим, возросло значение газоочистки, то есть извлечения из газовых выбросов вредных веществ, улавливания и возвращения готового продукта в производственный цикл, технологическая подготовка газов.

Существующие способы газоочистки (электростатические, инерционные, гравитационные и др.) и устройства, их реализующие, в ряде случаев не обеспечивают требуемую степень очистки от аэрозоля с размером частиц менее 10 мкм. В связи с этим перспективным методом удаления примесей

из газообразных сред является процесс акустической коагуляции.

Однако, до настоящего времени, несмотря на интерес к такому процессу очистки (Н.А. Фукс, Е.П. Медников, Х. Грин, Л.Д. Розенберг и др.) [1-4], не существует рекомендаций по оптимальным параметрам акустического воздействия. Кроме того, еще одним фактором, сдерживающим промышленное использование акустической коагуляции, является то, что большинство экспериментальных исследований процесса коагуляции были проведены в замкнутом объеме без наличия воздушного потока. Это не позволяет оценить возможность и перспективность промышленного применения акустической коагуляции.

В связи с этим, возникает необходимость в проведении экспериментов, направленных на исследование параметров акустического воздействия и возможности коагуля-