

ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО АНОДНОГО АЛЮМИНИЯ В ИК ОБЛАСТИ

К. В. Чернякова¹, И.А. Врублевский¹, Е. Н. Муратова², В.А.Мошников²

¹Учреждение образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», ул. П.Бровки 6, 220013, Минск, Республика Беларусь, vrublevsky@bsuir.edu.by

²Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» имени В.И. Ульянова (Ленина), ул. проф. Попова, 5, 197376, Санкт-Петербург, Россия, Sokolovaeknik@yandex.ru

В работе описана технология формирования поликристаллического оксида алюминия путем высокотемпературного отжига нанопористого анодного оксида алюминия (АОА). Исследованы оптические свойства в инфракрасном (ИК) диапазоне спектра. Установлено, что нанопористая керамика на основе поликристаллического АОА имеет более широкую полосу пропускания и выше прозрачность, чем корундовая керамика поликор. Анализ различных фаз АОА в ИК диапазоне спектра показал, что с увеличением температуры отжига окно прозрачности уширяется и сдвигается в длинноволновую часть спектра: от 5,5 мкм для аморфного АОА, до 8 мкм для поликристаллического АОА.

Ключевые слова: оптическая керамика; поликристаллический анодный алюминия; поликор; высокотемпературный отжиг; спектры пропускания

OPTICAL PROPERTIES OF NANOPOROUS CERAMICS BASED ON POLYCRYSTALLINE ANODIC ALUMINUM IN THE IR REGION

K V Chernyakova¹, I A Vrublevsky¹, E N Muratova², V A Moshnikov²

¹1Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, 6 P.Brovki Street, 220013, Minsk, Belarus,

²2Saint Petersburg Electrotechnical University "LETI", ul. Prof. Popova, 5, 197376, Saint Petersburg, Russia

The technology of polycrystalline aluminum oxide formation by high-temperature annealing of nanoporous anodic alumina (AAO) is described. Optical properties in the infrared (IR) spectral range are investigated. It has been established that nanoporous ceramics based on polycrystalline AAO has a wider bandwidth and higher transparency than corundum ceramic polycor. Analysis of various phases of AAO in the IR range showed that the transparency window widens with the increasing annealing temperature and shifts to the long-wave part of the spectrum: from 5.5 μm for amorphous AAO to 8 μm for polycrystalline AAO.

Keywords: optical ceramics; polycrystalline anodic aluminum; polycor; high-temperature annealing; transmission spectra

ВВЕДЕНИЕ

Поликристаллические оптические материалы характеризуются высокой прозрачностью, по величине близкой к прозрачности монокристаллов, и лучшими конструкционными свойствами. По сравнению с другими видами керамики оптические среды на основе оксидных соединений имеют относительно узкие полосы пропускания в ИК области. Они характеризуются высокой механической прочностью, химической стойкостью и стабильностью физико-химических параметров в условиях внешних воздействий. В настоящее время из оптической керамики изготавливают окна приемников излучения, основы интерференционных светофильтров и фоторезисторов, линзы, кюветы для работы в агрессивных средах и др.

Простота получения таких материалов и возможность контроля и управления свойствами за счет условий формирования открывают таким материалам большие перспективы для использования в

оптике [1, 2]. Поэтому для получения керамики с заданными свойствами требуется дальнейшее развитие химических методов подготовки к спеканию порошков, методов их прессования в керамические изделия, а также поиска беспорошковых методов получения керамических материалов.

В данной работе представлены результаты исследований оптических свойств нанопористой оксидной керамики, полученной беспорошковым методом, – поликристаллического анодного оксида алюминия. В этом случае путем термической обработки исходного материала осуществляют переход от аморфной фазы к поликристаллической фазе.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для изготовления образцов АОА использовалась алюминиевая фольга толщиной 100 мкм (Alfa Easar, 99,99%). Предварительно проводилась термическая обработка алюминиевой фольги для изменения ее аморфной или мелкозернистой структуры к крупнозернистой [3]. Сквозное пористое анодное окисление алюминия проводилось в 0,3 М водном растворе щавелевой кислоты при напряжении 60 В в двухэлектродной ячейке. В качестве анода использовалась сетка из платиновой проволоки. Полученный пористый анодный оксид алюминия имел толщину 140 мкм и характеризовался нанопористой структурой с диаметром пор около 40 нм и межпористым расстоянием 150 нм.

Важную роль в технологии формирования керамического поликристаллического АОА играет высокотемпературный отжиг. В данной работе трансформацию аморфной структуры анодного оксида в кристаллическую структуру осуществляли за счет кристаллизации во время высокотемпературной обработки. Для этого использовался следующий режим обработки: температура постепенно возрастала от комнатной температуре до 800 °С, а затем от 800 до 1400 °С со скоростью нагрева около 100 °С в час для предотвращения термического крекинга и скручивания образцов. Термообработка образцов анодного оксида алюминия при температуре 1400 °С позволяла получить наноструктурированную алюмооксидную керамику с требуемыми оптическими характеристиками.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные образцы керамики исследовались с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ). Как показали исследования, отжиг анодного оксида алюминия при температуре 1400 °С не приводил к исчезновению нанопористой структуры.

Для сравнения оптических свойств нанопористой керамики на основе поликристаллического анодного АОА использовалась беспористая прозрачная корундовая керамика поликор (99,9% Al_2O_3). В отличие от АОА, который модифицируется в поликристалл из однородной аморфной структуры путем высокотемпературного отжига, корундовая керамика поликор формируется спеканием глинозема. На рис.1 приведены ИК-спектры пропускания корундовой керамики поликор (толщина 0,5 мм) и поликристаллического АОА, отожженного при 1400 °С (толщина 0,14 мм).

Характер кривой (более резкий) в коротковолновой области ИК-спектра обусловлен особенностями получения поликристаллического анодного оксида алюминия, в то время как уширение в длинноволновой части связано с его регулярно упорядоченной пористой структурой. Из-за оптически неоднородной структуры, полученные образцы нанопористой керамики на основе поликристаллического АОА имели более широкую полосу пропускания и выше прозрачность, чем корундовая керамика поликор. ИК-окно прозрачности для поликристаллического АОА лежало в диапазоне 3,9–8,0 мкм.

В работе проводились исследования оптических свойств в ИК диапазоне различных фаз АОА, полученных путем термического отжига при температурах 700, 900 и 1400 °С. Спектры пропускания таких образцов представлены на рис.2.

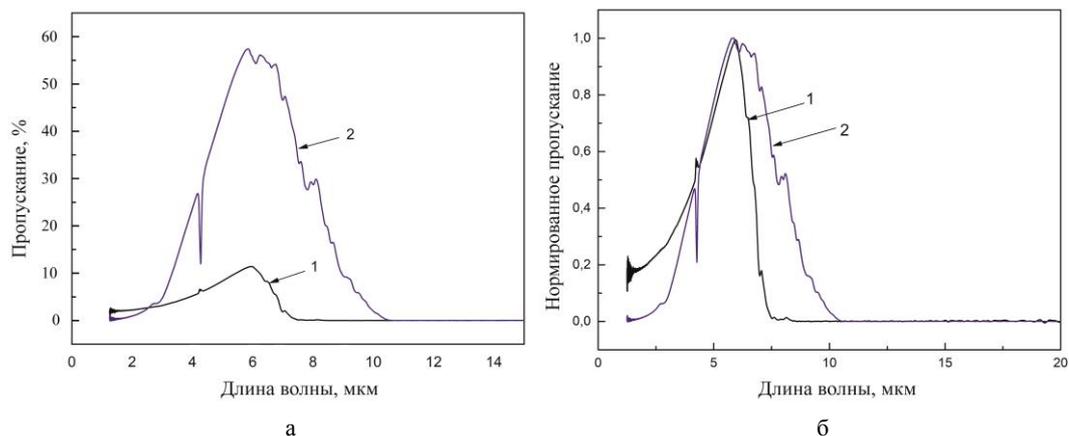


Рис. 1. Ненормированный (а) и нормированный (б) ИК-спектр пропускания корундовой керамики поликор (1), поликристаллического анодного Al_2O_3 , полученного в щавелевой кислоте (2)

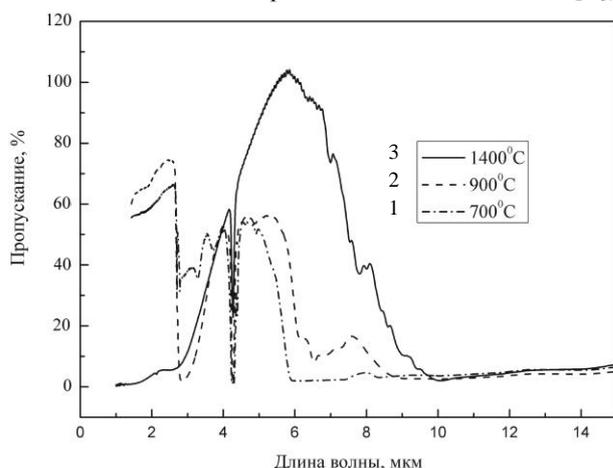


Рис.2. Пропускание различных фаз АОА в ИК диапазоне спектра:

1- аморфный, 2-поликристаллический гамма оксид алюминия, 3 – поликристаллический альфа оксид алюминия

Из рисунка 2 видно, что с увеличением температуры отжига окно прозрачности в ИК области уширяется и сдвигается в длинноволновую часть спектра: от 5,5 мкм для аморфного АОА, полученного при $T=700\text{ }^\circ\text{C}$, до 8 мкм для поликристаллического АОА, полученного при $T=1400\text{ }^\circ\text{C}$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлено, что строение исходной подложки кристаллическое или аморфное оказывает определяющее влияние на структуру и оптические свойства оксидной керамики. Нанопористая керамика на основе поликристаллического АОА за счет неоднородной структуры имела более широкую полосу пропускания и выше прозрачность, чем корундовая керамика поликор. Окно прозрачности для такой нанопористой керамики лежало в диапазоне 3,9–8,0 мкм. Показано, что высокотемпературный отжиг сдвигал диапазон прозрачности в длинноволновую часть спектра: от 5,5 мкм при $T=700\text{ }^\circ\text{C}$ до 8 мкм при $T=1400\text{ }^\circ\text{C}$.

ЛИТЕРАТУРА

1. Thermal radiation shielding by nanoporous membranes based on anodic alumina // E.N. Muratova [et al.] // IOP Conf. Series. 2017. V.872. P. 012020.
2. Рассеяние ИК излучения оптически неоднородными пленками нанопористого анодного оксида алюминия / Е.Н. Муратова [и др.] // Неорг. матер. 2018. Т. 54, № 6. С. 593–596.
3. Особенности формирования свободных наноразмерных пористых мембран оксида алюминия из фольги и новые области применения / Е.Н. Муратова [и др.] // ФХС. 2017. Т.43, №2. С. 207215.