

СИНТЕЗ МЕМБРАН НАНОПОРИСТОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ МЕТОДОМ АНОДИРОВАНИЯ

Петренёв И.А., Камалов Р.В., Вохминцев А.С.,
Мартемьянов Н.А., Вайнштейн И.А.

НОЦ НАНОТЕХ, Уральский федеральный университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

*E-mail: ilyapetrenyov@mail.ru

SYNTHESIS OF NANOPOROUS MEMBRANES OF ZIRCONIA BY ANODIZATION

Petrenyov I.A., Kamalov R.V., Vokhmintsev A.S., Martemyanov N.A., Weinstein I.A.

Nanotech Center, Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

An effective method of rapid growth of zirconia nanotubes by anodization was developed. The idea is based on temperature gradient between the Zr-anode backside and electrolyte to enhancing electrochemical reaction and ion mobility at the barrier layer. Nanotubular layer of zirconia with a thickness of $20 \pm 1 \mu\text{m}$ were synthesized by anodic oxidation for 2 h in the electrolyte based on ethylene glycol with small amount of water and ammonium fluoride.

Нанопористые и нанотубулярные структуры диоксида циркония (ZrO_2) представляют интерес в науке и технологии благодаря ценным химическим, оптическим, диэлектрическим и механическим свойствам. Такие структуры получают методом анодирования металлического Zr в органических электролитах, содержащих фтор-ионы [1]. Скорость роста наноструктур ZrO_2 определяется кинетикой процессов окисления металла и растворения продуктов реакции. Нанопористые слои толщиной до 30 мкм были получены в течение 5 ч анодирования [2]. Идея настоящей работы заключается в увеличении скорости роста оксидного слоя за счет ускорения процесса диффузии ионов кислорода и замедления процесса растворения оксида путем создания градиента температур на границе металл-раствор. Поэтому целью работы является ускоренный синтез наноструктурного оксида циркония методом анодирования в условиях разности температур анода и электролита.

Синтез наноструктурного диоксида циркония осуществлялся в специальной двухэлектродной ячейке с двумя контурами термостатирования в потенциостатическом режиме при напряжении 60 В. Анодом служила Zr-фольга (99.9 %) толщиной 120 мкм, катодом – пластина из нержавеющей стали. Температура анода и электролита поддерживались постоянными на уровне 50 и 33 °С, соответственно.

Образец предварительно обрабатывался в смеси кислот $\text{HF} : \text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 6 : 20$, промывался дистиллированной водой и сушился на воздухе. Первый этап анодирования проводился в электролите на основе эти-

ленгликоля с добавками фторида аммония и воды (NH_4F 1 мас. %, H_2O 5 мас. %) в течение 2 ч. После удаления первичного оксидного слоя проводилось вторичное анодирование в том же электролите в течение 2 ч. Затем анодированный образец помещался в насыщенный раствор CuCl_2 для отделения оксидного слоя от металла на 6 ч. Полученная оксидная пленка тщательно промывалась дистиллированной водой и сушилась на воздухе. Морфологические параметры синтезированного наноструктурного ZrO_2 изучались на оптическом конфокальном микроскопе Axio CSM 700 и растровом электронном микроскопе SIGMA VP компании Carl Zeiss.

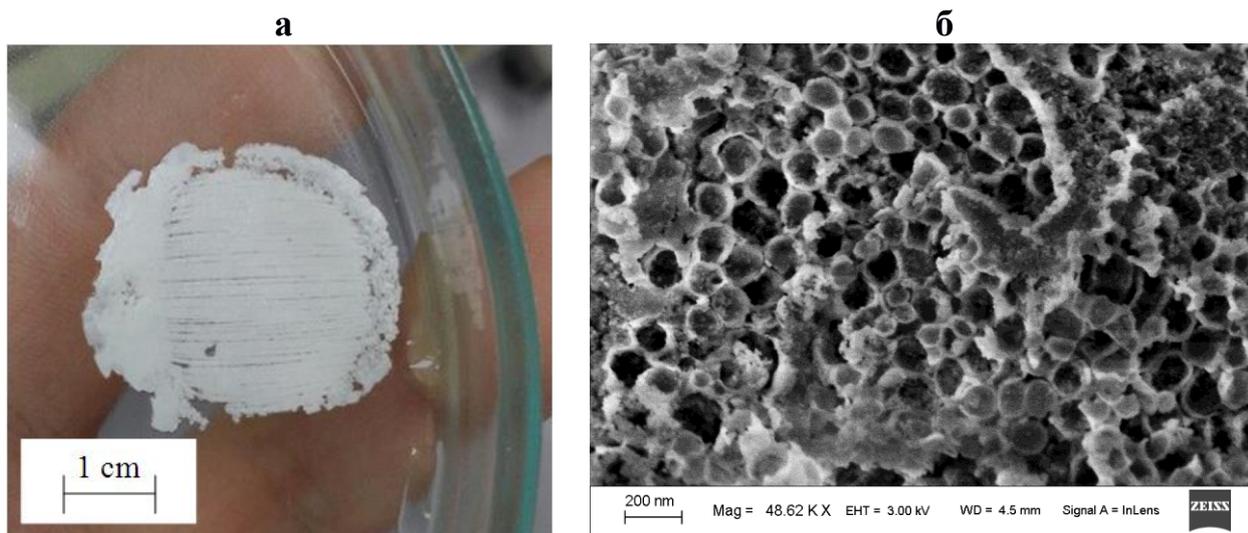


Рис. 1. (а) Фотография оксидной пленки ZrO_2 , (б) РЭМ-изображение поверхности синтезированного ZrO_2 .

На рис. 1 представлены изображения синтезированного образца предложенным в работе способом. Поверхность ZrO_2 представляет собой пористую структуру с диаметром пор 100-150 нм. Толщина слоя составляет 20 ± 1 мкм, усредненная скорость роста, таким образом, равна 10 мкм/ч. В результате создания повышенной температуры на аноде относительно электролита существенно повышена скорость роста оксидной пленки.

1. Kozhevina A., Vokhmintsev A., Kamalov R. et al., Journal of Physics: Conf. Series, 917, 6 (2017)
2. Tsuchiya H., Schmuki P., Electrochem. Comm. 6 (2004)