



УКРАЇНА

(19) UA (11) 47216 (13) U  
(51) МПК (2009)  
H01G 9/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

**(54) ЕЛЕКТРОХІМІЧНИЙ МЕТОД КОНТРОЛЮ ДІЕЛЕКТРИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ОКСИДНИХ ПЛІВОК, ЯКІ УТВОРЮЮТЬСЯ НА АЛЮМІНІЇ**

1

2

(21) u200906810

(22) 30.06.2009

(24) 25.01.2010

(46) 25.01.2010, Бюл.№ 2, 2010 р.

(72) СТРЕМЕЦЬКИЙ ОЛЕКСАНДР ІВАНОВИЧ,  
ФАТЄЄВ ЮРІЙ ФЕДОРОВИЧ

(73) ХМЕЛЬНИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕР-  
СИТЕТ

(57) Електрохімічний метод контролю діелектрич-  
них властивостей оксидних плівок, які утворюють-  
ся на алюмінії, оснований на використанні цикліч-

ної вольтамперометрії, який **відрізняється** тим, що анодна поляризація при кожному повторному отриманні циклограми проводиться до потенціалів більш позитивних, ніж потенціал закінчення попереднього циклу, на визначену величину, що дозволяє зробити оцінку діелектричних характеристик по величині граничного струму, зміні його величини від циклу до циклу та різниці потенціалів закінчення попереднього й початку наступного циклу.

Корисна модель відноситься до технології виробництва алюмінієвих електролітичних конденсаторів, а саме технології отримання анодних оксидних плівок з високими діелектричними властивостями.

Формування на поверхні алюмінію захисних і діелектричних анодних оксидних плівок використовується в багатьох областях науки і техніки. Властивості цих плівок мають вирішальне значення для підвищення надійності промислових виробів.

Існуючі методи контролю процесів формування плівок із заданими властивостями і оцінки їх властивостей дозволяють в більшості випадків отримати інформацію на якісному рівні або потребують використання складного обладнання. У теперішній час найбільш часто використовують фізичні методи, такі, як інфрачервона і рентгеноелектронна спектроскопія, Оже-спектроскопія, спектроскопія зворотного резерфордівського розсіювання, дифракція повільних електронів [1-3]. Істотним недоліком більшості цих методів є необхідність попередньої підготовки зразків і використання вакууму, що може призвести до зміни складу анодних плівок.

Існуючі методи вивчення властивостей анодних плівок можуть бути доповнені електрохімічними методами. Ці методи не вимагають попередньої підготовки зразків і складної експериментальної техніки, не змінюють властивостей анодних плівок.

Найбільш близьким до заявленого способу є метод циклічної вольтамперометрії (ЦВА), який використовуються для досліджень механізмів і кінетики розчинення, і відновлення металів і органічних сполук на рідких і твердих електродах. Метод ЦВА можна застосовувати для випадків утворення продуктів при протіканні електродних реакцій у розчині, чи продуктів, що накопичуються на поверхні електрода при катодній чи анодній поляризації, які розчиняються при зміні напрямку поляризації. При цьому, звичайно, циклічні вольтамперограми отримують в строго визначеному діапазоні потенціалів [4-5].

В основу корисної моделі поставлено завдання отримання методу контролю діелектричних властивостей оксидних плівок в момент їх утворення з використанням електрохімічних методів. Ці методи не вимагають попередньої підготовки зразків і складної експериментальної техніки, не змінюють властивостей анодних плівок.

Поставлене завдання вирішується тим, що електрохімічний метод контролю діелектричних властивостей оксидних плівок, які утворюються на алюмінії оснований на використанні циклічної вольтамперометрії згідно запропонованого винаходу застосовується так, що анодна поляризація при кожному повторному отриманні циклограми, проводиться до потенціалів більш позитивних, чим потенціал закінчення попереднього циклу на визначену величину, що дозволяє зробити оцінку діелектричних характеристик по величині гранич-

(19) UA (11) 47216 (13) U

ного струму, зміні його величини від циклу до циклу та різниці потенціалів закінчення попереднього й початку наступного циклу. Низьке значення граничного струму, його незмінність у всіх циклах та збільшення поляризації початку нового циклу в порівнянні з закінченням попереднього свідчать про високі діелектричні характеристики анодних оксидних плівок, які утворюються на алюмінії.

Дані, наведені на рисі й отримані методом ЦВА з наростаючою амплітудою потенціалу, показують, що всі циклограми у вивчених розчинах відрізняються одна від одної. Загальним для цих ЦВА кривих є те, що при повторному циклуванні величина граничного струму в кожному піку у всіх розчинах, крім сульфатної кислоти (рис.1.а), залишається незмінною щодо попереднього циклу. У розчинах сульфатної (рис.1.а) і фосфорної (рис. 1.в) кислот ріст анодного струму спостерігається при більш негативних потенціалах, чим потенціал закінчення попереднього циклу. При цьому в розчині ортофосфорної кислоти величина граничного струму в кожному наступному циклі встановлюється при потенціалах закінчення попереднього циклу, а в сульфатній кислоті граничний струм практично не встановлюється. У розчинах малонові (рис.1.г) і адипінової кислот (рис. 1.б) ріст анодного струму починається при потенціалах, при яких анодний струм попереднього циклу наближається до нуля. При цьому в розчині малонові кислоти (рис.1.г) характер залежності анодного струму від потенціал при зниженні анодної поляризації практично цілком збігається з подібною залежністю наступного циклу при збільшенні поляризації. У той час, як у розчині адипінової кислоти (рис. 1.б) зниження струму при зменшенні анодної поляризації і ріст анодного струму при наступній поляризації спостерігається при різних потенціалах.

Характер даних отриманих за допомогою запропонованого методу зняття ЦВА дозволяє зробити висновок про те, що більш діелектричні плівки формуються в розчині адипінової кислоти, на це вказує появу максимуму і дуже маленька величина анодного струму. Плівки, сформовані в цьому роз-

чині мають більш високі діелектричні характеристики, чим плівки, сформовані в розчинах фосфорної і сульфатної кислоти, тому що на повторних циклограмах ріст анодного струму спостерігається при більш позитивних потенціалах в порівнянні з попередніми циклами. Ріст анодного струму при повторному знятті циклограм в сульфатній і фосфорній кислотах очевидно зв'язаний з тим, що в цих розчинах утворюються пористі плівки і тому процес розчинення металу буде протікати в порах, у яких виникає велика локальна густина струму. Крім того, не виключено, що ріст струму може бути зв'язаний і з виділенням кисню.

Отримані дані показують, що наростаюча ЦВА є чутливим методом у виявленні розбіжностей в процесах формування анодних плівок в розчинах різного складу. Тому метод наростаючої ЦВА можна використовувати для оцінки ефективності процесів формування й оцінки діелектричних властивостей анодних плівок.

Джерела інформації

1. Зудова Л.А., Зудов А.И., Садакова Г.П. Состав, механизм роста и объемный заряд анодных пленок алюминия // Электрохимия. - 1986. - Г 22, №8.-С. 1034.

2. Сурганов В.Ф. Исследование роста анодного оксида на алюминии в щавелевокислом электролите методом спектроскопии резерфордского обратного рассеяния // Электрохимия. - 1994. - Т. 30, №2. - С. 374-377.

3. Сурганов В.Ф. Оже-электронные профили распределения химических элементов в анодном оксиде алюминия // Электрохимия. - 1994. - Т. 30, №6. -С. 817-820.

4. Черненко В.И., Литовченко К.И., Папанова И.И. Прогрессивные импульсные и переменнотокковые режимы электролиза. - К.: Наукова думка. -1986.- 176 с.

5. Новосельский И.М., Менглишева Н.Р. Метод вольтамперометрии в исследовании многостадийного процесса пассивации металлов // Электрохимия. - 1981. - Т. 17, вып. 11. - С. 1621 - 1627.

