

УДК 620.1, 538.95

РАССЕЯНИЕ ИК-ИЗЛУЧЕНИЯ ОПТИЧЕСКИ НЕОДНОРОДНЫМИ ПЛЕНКАМИ НАНОПОРИСТОГО АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

© 2018 г. Е. Н. Муратова^{1,*}, Л. Б. Матюшкин¹, В. А. Мошников¹, К. В. Чернякова², И. А. Врублевский²

¹Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет ЛЭТИ им. В.И. Ульянова (Ленина), Россия, 197376 Санкт-Петербург, ул. проф. Попова, 5

²Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Беларусь, 220013 Минск, ул. П.Бровки, 6

*e-mail: SokolovaEkNik@yandex.ru

Поступила в редакцию 06.07.2017 г.

В работе представлены результаты ИК-термографических исследований нанопористых пленок оксида алюминия с различными геометрическими параметрами пористого слоя (толщиной, средним диаметром пор), подвергавшихся воздействию теплового излучения. Показано, что такие пленки экранируют тепловое излучение. Полученные результаты свидетельствуют о том, что мембраны из нанопористого оксида алюминия могут быть использованы в качестве теплозащитных экранов для ослабления теплового контраста в ИК-диапазоне от объекта и окружающего фона.

Ключевые слова: нанопористые пленки, оксид алюминия, тепловое излучение, теплозащитный экран

DOI: 10.7868/S0002337X18060076

ВВЕДЕНИЕ

Исследование оптических свойств наноматериалов представляет важную задачу современной физики твердого тела. Это связано с тем, что нанокompозитные среды являются основой для разработки и создания новых материалов с заданными физическими и оптическими свойствами, параметры которых определяются размерами, формой и плотностью наноразмерных объектов.

Важное значение имеют исследования свойств нанопористых диэлектрических материалов, например нанопористого анодного оксида алюминия, структура которого формируется путем создания в объемном материале сетки равномерно распределенных наноразмерных каналов. Физические и оптические свойства нанопористых материалов могут сильно отличаться от свойств цельного материала. В случае нанопористого анодного оксида алюминия простота получения и возможность изменения свойств пористой структуры за счет выбора режимов формирования [1, 2] делает этот материал очень удобным объектом для изучения физических явлений в наноструктурах. Особенно следует отметить, что по сравнению с объемным оксидом алюминия пористый анодный оксид алюминия имеет меньшие показатели преломления и диэлектрическую проницаемость, а также упорядоченную структуру наноразмерных пор.

В работах [3–5] приведены результаты изучения спектров пропускания мембран анодного оксида алюминия в широком диапазоне длин волн и анализа разных участков спектров, характеризующих свойства и параметры мембран. Показано, что мембраны пористого оксида алюминия существенно уменьшают пропускание ИК-излучения в диапазоне длин волн от 8 до 14 мкм, в котором находится максимум теплового излучения ($\lambda \approx 10$ мкм) биообъектов.

Цель настоящей работы – исследование процессов экранирования теплового потока пленками нанопористого анодного оксида алюминия с помощью тепловизионных измерений.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исследуемого материала использовали пленки нанопористого оксида алюминия разной толщины: 2, 5, 10 и 60 мкм, полученные электрохимическим анодированием алюминевой фольги (99.99%) толщиной 100 мкм. Нанопористый анодный оксид алюминия с высокоупорядоченной пористой структурой получали в процессе двухстадийного анодирования. На первой стадии алюминий анодировали в 0,3 М водном растворе щавелевой кислоты в двухэлектродной ячейке с Pt-катодом ($15,0 \pm 0,1$ °C).

Напряжение анодирования линейно повышалось от 0 до 40 В со скоростью 0.5 В/с, а затем процесс анодирования осуществлялся в потенциостатическом режиме. Далее оксидный слой подвергали химическому травлению в растворах фосфорной и хромовой кислот. На второй стадии алюминий анодировали при 40 В. Для получения пленок различной толщины (2–60 мкм) изменяли длительность процесса. После анодирования образцы промывали и сушили в потоке горячего воздуха. На завершающей стадии получения пленок с противоположной стороны образцов пористого анодного оксида избирательно вытравливали алюминий. После полного растворения металла образовывалась непроницаемая мембрана пористого анодного оксида алюминия. В результате были получены мембраны из анодного оксида алюминия с упорядоченной пористой структурой.

Оценку морфологии и размера пор в полученных пленках проводили методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на электронном микроскопе LEO 1550 VP (Германия) с последующим статистическим анализом изображений с помощью программы ImageJ.

По снимкам поверхности пористого анодного оксида алюминия, полученным с помощью СЭМ (рис. 1а), диаметр главных пор ($d_{\text{пор}}$) определяли аппроксимацией кривой распределения пор по размерам функцией Гаусса (рис. 1б). При проведении анализа принимали, что исходное распределение пор по размерам содержало как поры малого диаметра, так и главные поры большего диаметра. Поскольку практическое значение имеют только данные о главных порах, при аппроксимации часть пор с малым диаметром не учитывали. Максимум на кривой Гаусса соответствовал $d_{\text{пор}}$.

Для визуализации теплового изображения объектов используют два типа тепловизоров: охлаждаемые, работающие в коротковолновом диапазоне (3–5 мкм), и неохлаждаемые – в средневолновом диапазоне (8–14 мкм). Для обнаружения и идентификации тепловых объектов, например человека, спектральная длина волны теплового излучения которого составляет 9.3 мкм, применяют неохлаждаемые тепловизоры. В данной работе термографические исследования мембран проводили с использованием двух тепловизоров: RGK TL-160 (температурный диапазон –20...+350 °С) и MobIR M4 (температурный диапазон –20...+250 °С).

Источником теплового излучения служила ладонь человека. В качестве теплового экрана использовали пластину фторопласта толщиной 5 мм с двумя отверстиями диаметром 14 мм: одно – для размещения образцов; второе, в котором тепловое излучение проходило без препятствий, служило для оценки результатов теплового экранирования. Пластина фторопласта (тепловой экран) размещалась над ладонью человека (тепловой источник),

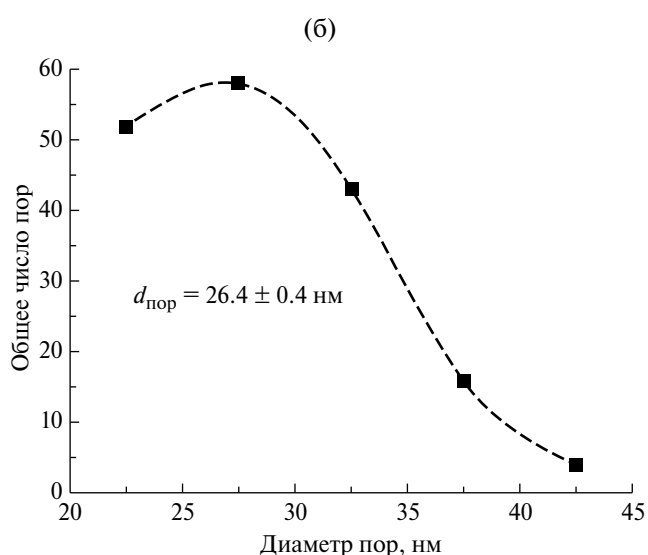
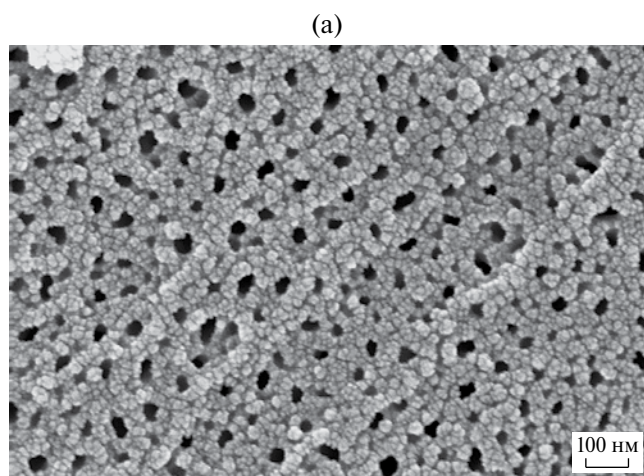


Рис. 1. СЭМ-изображение поверхности (а) и результаты обработки изображения в программе ImageJ (б) пленки пористого оксида алюминия, полученной в растворе шавелевой кислоты.

блокируя основное тепловое излучение и пропускающая его только через отверстия. При исследованиях пластина фторопласта располагалась на расстоянии 3–5 мм от источника теплового излучения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Согласно данным СЭМ, в пленках нанопористого анодного оксида алюминия размер пор составляет приблизительно 26 нм, а расстояние между центрами пор – 84 нм. Поры обладают одинаковой цилиндрической формой, ориентированы параллельно друг другу и расположены перпендикулярно поверхности пленки (рис. 2).

Были получены термограммы исследуемых пленок при воздействии источника теплового

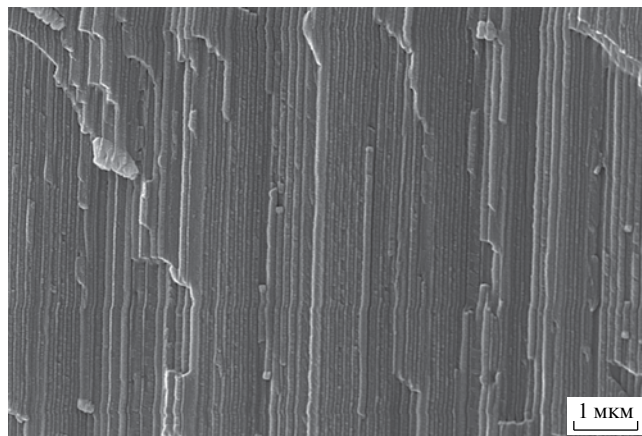


Рис. 2. СЭМ-изображение поперечного сечения пленки пористого оксида алюминия, полученной в растворе щавелевой кислоты.

излучения (рис. 3) и построен их температурный профиль (рис. 4).

Кроме того, была установлена зависимость изменения температуры теплового источника от толщины пленки нанопористого оксида алюминия (рис. 5). Степень защиты от теплового излучения (D) для пленки анодного оксида алюминия толщиной 10 мкм достигла 56%. Для вычисления степени экранирования использовали следующее уравнение:

$$D = \frac{T_s - T_m}{T_s - T_{sh}} \times 100\%,$$

где T_s – температура источника тепла, T_m – температура мембраны, T_{sh} – температура теплозащитного экрана.

Данные результаты можно объяснить диффузионным рассеянием теплового излучения оптически неоднородной средой [1], в которой источниками неоднородности являются как поры малого диаметра, так и различные дефекты.

Применение пленок пористого анодного оксида алюминия значительно снижало интенсивность теплового излучения, проходящего от источников тепла: понижало температуру теплового пятна, излучаемого биообъектом (ладонь человека), от 37,1 до 32,0 °С (рис. 3 и 4). Проведенные исследования позволили получить температурные профили биообъекта без маски и при наличии маски – пленки пористого анодного оксида алюминия.

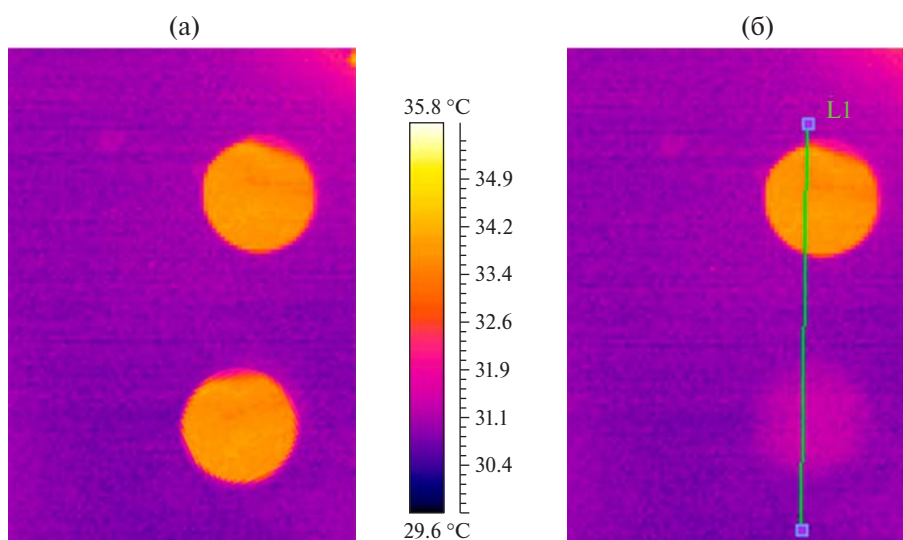


Рис. 3. Результаты термографических исследований: вид на биообъект через объектив камеры тепловизора для случая (а) прохождения теплового потока через контрольное и рабочее отверстие и (б) маскирования рабочего отверстия нанопористым анодным оксидом алюминия.

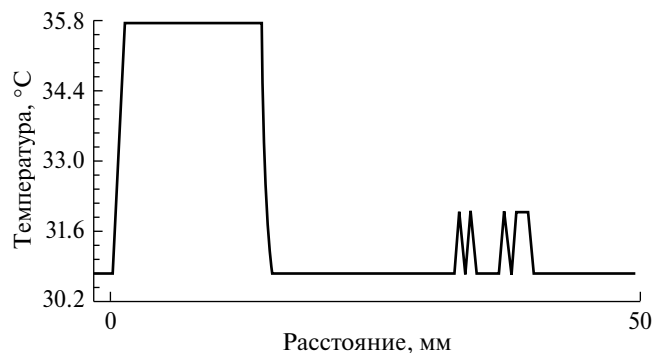


Рис. 4. Температурный профиль для линии, проходящей через контрольное и рабочее отверстия.

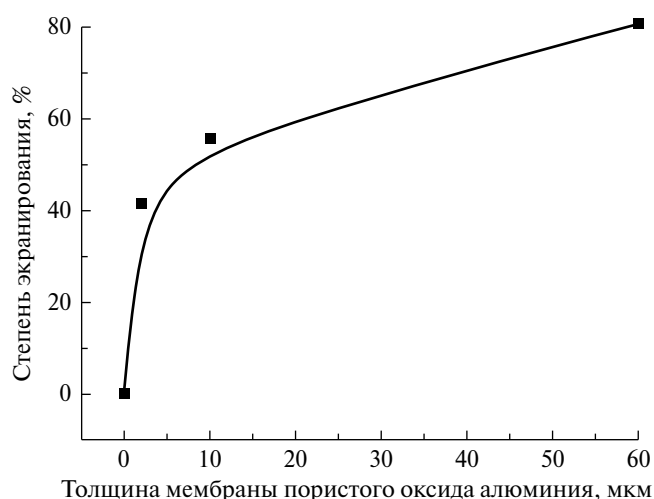


Рис. 5. Зависимость экранирования теплового излучения от толщины слоя нанопористого анодного оксида алюминия.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлено, что пленки нанопористого анодного оксида алюминия существенно уменьшают пропускание ИК-излучения в диапазоне длин волн

8–14 мкм, а их свойствами в ИК-диапазоне можно управлять путем выбора соответствующих геометрических параметров пленки. Полученные результаты свидетельствуют о том, что такие мембраны могут быть использованы в качестве теплозащитных экранов для уменьшения теплового контраста от объекта и окружающего фона в ИК-диапазоне.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-38-60110 мол_а_дк.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Luchinin V.V., Moshnikov V.A., Muratova E.N., Samigullin R.Sh. Formation of Ordered Nanoscale Capillary Membranes Based on Anodic Alumina // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2015. V. 586. P. 012008.
2. Врублевский И.А., Дик С.К., Терех А.С., Смирнов А.В., Чернякова К.В. Структура пленок пористого оксида алюминия, формируемых в электролитах на основе органических кислот // *Проблемы физики, математики и техники.* 2012. № 12(3). С. 101–105.
3. Matyushkin L.B., Muratova E.N., Panov M.F. Determination of the Alumina Membrane Geometrical Parameters Using Its Optical Spectra // *Micro Nano Lett.* 2017. V. 12. № 2. P. 100–103.
4. Matyushkin L.B., Muratova E.N., Spivak Yu.M., Shimanova V.V., Korlyakova S.A., Moshnikov V.A. Optical Transmission Spectra of Porous Alumina Membranes with Different Pore Size // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2014. V. 572. P. 012031.
5. Vrublevsky I., Chernyakova K., Ispas A., Bund A., Gaponik N. Photoluminescence Properties of Heat-Treated Porous Alumina Films Formed in Oxalic Acid // *J. Luminescence.* 2011. T. 131. № 5. P. 938–942.