

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники

УДК 669.018.6

Казимиров
Никита Андреевич

Электрические свойства оксидных плёнок вентильных металлов, полученных
методом электрохимического анодирования

АВТОРЕФЕРАТ

на соискание степени магистра
по специальности 1-41 80 03 «Нанотехнологии и наноматериалы»

Научный руководитель
докт. физ.-матем. наук, профессор
Лазарук С.К.

Минск 2023

Работа выполнена на кафедре микро- и наноэлектроники учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники»

Научный руководитель: **Лазарук Сергей Константинович**,
доктор физико-математических наук,
профессор кафедры микро- и
наноэлектроники учреждения образования
«Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники»

Рецензент: **Голосов Дмитрий Анатольевич**,
кандидат технических наук, доцент кафедры
электронной техники и технологии
учреждения образования «Белорусский
государственный университет информатики
и радиоэлектроники»

Защита диссертации состоится «24» января 2023 года в 9⁰⁰ часов на заседании Государственной комиссии по защите магистерских диссертаций в учреждении образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники» по адресу: 220013, г.Минск, ул. П.Бровки, 6, 1 уч. корп., ауд. 114, тел.: 293-89-26, e-mail: kafme@bsuir.by.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке учреждения образования «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники».

ВВЕДЕНИЕ

В медицинской промышленности вентильные металлы такие как титан и его сплавы считаются лучшими биоинженерными материалами для изготовления имплантатов, в том числе различных эндопротезов и деталей остеосинтеза. Их высокая биосовместимость определяется прежде всего наличием поверхностной оксидной пленки, инертной в физиологической среде организма. К сожалению, тонкие, прозрачные естественные оксидные пленки не всегда могут представить надежную защиту от коррозии. Особенно это актуально для сплавов, стойкость которых уменьшается с ростом количества легирующих элементов.

Для повышения коррозионной стойкости применяют оксидные покрытия, получаемые на поверхности металла химическим или электрохимическим методами. Сформированные пленки характеризуются определенной толщиной, однородностью химического состава, плотностью и относительной беспористостью оксидного слоя, что обеспечивает им сравнительно высокие защитные свойства.

Применительно к объектам медицины целесообразность анодирования титана обусловлена двумя аспектами: во-первых, необходимостью повышения их коррозионной стойкости и электрохимической инертности в условиях длительной эксплуатации в организме человека, во-вторых – рациональностью использования цветного анодирования с целью маркировки изделий остеосинтеза, которые имеют похожие конструкции, но различное назначение или изготовлены из разных материалов.

Целью данной работы является исследование влияния режимов электрохимического анодирования титана, а также состава электролита на зарядовые свойства образующихся оксидных пленок с целью применения последних в качестве электретных покрытий на медицинских имплантатах, используемых в стоматологии и ортопедии.

Дипломный проект выполнен самостоятельно, проверен в системе «Антиплагиат». Процент оригинальности составляет 75 %. Цитирования обозначены ссылками на публикации, указанные в «Списке использованных источников». Результат проверки дипломного проекта на оригинальность приведен в приложении А.

По результатам научно-исследовательской деятельности, проведенной в ходе выполнения диссертационной работы, составлен акт внедрения в учебный процесс.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы магистерской диссертации.

Актуальность предлагаемой работы заключается в том, что формирование анодных оксидов вентильных металлов широко используется в микроэлектронике и медицине, а уменьшение стоимости производства защитных покрытий позволит увеличить доступность конечных изделий.

Цель и задачи исследования.

Получение защитных покрытий для медицинских имплантатов, на основе оксидов вентильных металлов. Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- получить однородные образцы оксида титана и оксида алюминия;
- изучить электретные свойства полученных образцов;
- подобрать оптимальные условия формирования оксида с заданными свойствами.

Объект и предмет исследования. Объектом исследования являются оксиды вентильных металлов, таких как титан и алюминий. Предметом исследования являются зависимости изменения электретных свойств от условий формирования оксида.

Область исследования. Содержание диссертационной работы соответствует образовательному стандарту высшего образования второй ступени (магистратуры) специальности 1-41 80 03 «Нанотехнологии и наноматериалы».

Теоретическая и методологическая основа исследования

В результате выполнения аналитических исследований было установлено, что сфера применения оксидов вентильных металлов достаточно разнообразна. Их используют как в микроэлектронике (анодированные алюминиевые основания, системы многоуровневых межсоединений, алюминиевые корпуса для БИС и ГИМС), так и в хирургии (в качестве защитных покрытий на имплантатах). Эти оксиды также успешно используются для создания прецизионных мембран, световых экранов, светодиодных устройств, биомолекулярных структур, микрополяризаторов, микроканальных электронных умножителей, шаблонов, солнечных элементов и др.

На данный момент в мире уже существуют подобные покрытия, однако улучшение необходимых свойств и удешевление позволит продлить срок эксплуатации и доступность изделий.

Существует много методик, которые бы позволяли получать оксиды вентильных металлов разных структурных форм. Однако наиболее

оптимальным является метод электрохимического оксидирования (анодирования), который позволяет получать структуру с достаточной однородностью и заданными электретными свойствами. Именно данный метод и был взят за основу для получения оксида титана и оксида алюминия, используемых в качестве защитных покрытий.

Информационная база исследования заключается в определении режима электрохимического анодирования, при котором будет получена оптимальная однородная структура с заданными электретными свойствами, которая в последующем будет использована в качестве защитного покрытия имплантатов.

Научная новизна диссертационной работы заключается в получении оксидов вентильных металлов с заданными электретными свойствами, полученного методом электрохимического анодирования.

Основное положение диссертации, выносимое на защиту. На защиту выносятся следующий основной результат:

Разработана методика получения оксида титана в водном растворе йода различной концентрации. Выбрано оптимальное время анодирования равное 20 минутам, при котором исходный образец травится равномерно по всей площади и при этом получается достичь необходимых электретных свойств, что позволяет использовать данные плёнки в качестве защитных покрытий для медицинских имплантатов.

Теоретическая значимость диссертации заключается в установлении зависимостей изменения электретных свойств от состава электролита у оксидов вентильных металлов.

Практическая значимость заключается в том, что предлагаемые оксиды, обладающие заданными электретными свойствами, могут быть широко использованы в качестве защитных биосовместимых покрытий для хирургических имплантатов.

Личный вклад соискателя. Все основные результаты и выводы получены соискателем самостоятельно. Формирование оксидов титана и алюминия, а также регистрация электретных свойств сделаны соискателем лично. Во время работы над диссертацией соискателем были выявлены зависимости электретных свойств от условий формирования. Анализ результатов эксперимента по обработке проводилась совместно с научным руководителем доктором физика-математических наук Лазаруком С.К.

Публикации. Основные положения работы и результаты диссертации изложены в трёх опубликованных работах общим объемом 4,0 п.л. (авторский объем 4,0 п.л.), представленных в материалах международных научно-практических и научно-технических конференций.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, общей характеристики работы, трех глав, заключения и списка использованных источников, включающего 37 наименований. Общий объем диссертации составляет 52 страницы.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** рассмотрено современное состояние проблемы создания защитных покрытий для имплантатов на основе оксида титана, определены основные направления исследований, а также дается обоснование актуальности темы диссертационной работы.

В общей характеристике работы сформулированы ее цель и задачи, показана связь с научными программами и проектами, даны сведения об объекте исследования и обоснован его выбор, представлены положения, выносимые на защиту, приведены сведения о личном вкладе соискателя, апробации результатов диссертации и их опубликованность, а также, структура и объем диссертации.

В первой главе приведены результаты обзора научно-технической литературы по теме диссертационной работы. В ней рассмотрены основные характеристики материалов, а также описаны способы их получения. Рассмотрен принцип работы конечных изделий. По итогу главы определены основные характеристики материала и методика проведения экспериментов, описанная в следующей главе.

Во второй главе описана методика проведения эксперимента и оценки структурных и электрофизических параметров материала. По итогу главы определены условия формирования такие как: состав электролита, рабочая площадь, время процесса, напряжение и ток формовки, исходные подложки. Рассмотрен принцип действия прибора оценки поверхности и состава.

В третьей главе содержатся результаты проведения измерений электретных свойств сформированных покрытий, изображения с сканирующего электронного микроскопа и энергодисперсионный рентгеновский микроанализ. Сделан вывод о возможности применения выбранного метода для получения покрытий, удовлетворяющих поставленным задачам.

В приложениях приведены проверка на антиплагиат и акт внедрения результатов научно-исследовательской деятельности в учебный процесс.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Электрохимическое анодное окисление титана широко используется в нанотехнологии, так как за счет выбора электрических режимов анодного процесса можно формировать геометрические размеры анодных пленок с точностью до 1 нм. Причем в зависимости от выбора электролита можно получать как плотные, так и пористые пленки. В обоих случаях геометрические размеры формируемых анодных пленок зависят от напряжения формовки. К тому же непосредственно в процессе электрохимического анодирования в получаемых оксидных пленках можно получить встроенный электретенный заряд практически неизменяющийся со временем. Накопление информации в области анодирования металлов и сплавов, а также поиск моделей, адекватно описывающих процессы формирования анодных оксидных пленок и природу появления заряда в них, позволят найти новые применения данным материалам и структурам на их основе.

В настоящей работе рассматриваются свойства пленок оксида титана и способы их получения, описаны материалы и методы, используемые при формировании анодных пленок оксида титана, а также приведены результаты исследования электрофизических свойств полученных оксидных структур и описаны перспективные области их применения.

В данной работе исследовалось влияния режимов электрохимического анодирования титана, а также состава электролита на свойства образующихся оксидных пленок с целью применения последних в качестве электретенных покрытий на медицинских имплантатах, используемых в стоматологии и ортопедии.

Проведенные исследования показали, что в зависимости от режима формовки и состава электролита значение потенциала образовавшихся оксидных пленок может варьироваться. К тому же было установлено, что данный потенциал медленно релаксирует со временем.

СПИСОК СОБСТВЕННЫХ ПУБЛИКАЦИЙ

1 – Конденсаторы повышенной емкости на основе пористого алюминия с использованием водного раствора хлорида натрия в качестве второй обкладки / Лазарук С. К., Казимиров Н. А., Томашевич Л. П. [и др.] // Технические средства защиты информации : тезисы докладов XIX Белорусско-российской научно -технической конференции, Минск, 2021 г. / Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники ; редкол.: Т. В. Борботько [и др.]. – Минск, 2021. – С. 61.

2 – Формирование наноструктурированного алюминия методом электрохимического анодирования в растворе хлорида натрия для использования в микроэлектронике / Казимиров Н. А., Томашевич Л. П. // Радиотехника и электроника: сборник тезисов докладов 58-й научной конференции аспирантов, магистрантов и студентов, Минск, апрель 2022 / Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники. – Минск, 2022. – С. 63.

3 – Формирование пористого алюминия и его анодного оксида для изготовления сенсорных структур / Томашевич Л. П., Казимиров Н. А. [и др.] // Технические средства защиты информации : тезисы докладов XX Белорусско-российской научно-технической конференции, Минск, 2022 г. / Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники ; редкол.: Т. В. Борботько [и др.]. – Минск, 2022. – С. 103.