

# ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ ОКСИДИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕВОЙ ФОЛЬГИ, ПРИМЕНЯЕМОЙ ДЛЯ ВЫСОКОВОЛЬТНЫХ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ КОНДЕНСАТОРОВ

Пермский Государственный Национальный Исследовательский Университет:

**Валерия Викторовна Осипова**, кафедра физической химии

**Сергей Павлович Шавкунов**, к.х.н, доцент кафедры физической химии

*В статье представлено решение актуальной проблемы получения качественного анодного оксида на алюминиевой фольге, используемой в конденсаторах систем автоматического управления (САУ) различных двигателей. Обобщенный в статье материал будет интересен разработчикам и производителям газотурбинных двигателей промышленного назначения.*

*The article presents a solution to the urgent problem of producing high-quality anodic oxide on aluminum foil used in capacitors of automatic control systems (ACS) of different engines. Generalized material in the article will be of interest to designers and manufacturers of gas turbine engines for industrial use.*

**Ключевые слова:** *алюминиевый оксидно-электролитический конденсатор, высоковольтное оксидирование, сканирующая электронная микроскопия, САУ газотурбинных двигателей.*

**Keywords:** *aluminum oxide electrolytic capacitor, high-oxidizing, scanning electron microscopy, ACS of gas turbine engines.*

Алюминиевые оксидно-электролитические конденсаторы являются обязательным элементом любых электронных схем. В производстве электролитических конденсаторов существует ряд проблем, которые требуют своих технологических решений. Актуальным является решение проблемы получения анодного оксида алюминия, рассчитанное на высокое напряжение, с наименьшей дефектностью и обладающим высокими электроизоляционными свойствами. Барьерный оксид алюминия формируют при анодной поляризации фольги в электролитах на основе органических кислот при температурах от 70 до 90 °С [1]. В связи с существующей на сегодняшний день проблемой получения качественного анодного оксида алюминия, нашей задачей стала оптимизация технологического процесса по нескольким ключевым параметрам: температура, плотность тока и качество полученного оксида.

В качестве рабочего электрода была использована японская алюминиевая фольга марки SG-S толщиной 116 мкм; содержание алюминия составляет 99,99 %. Оксидирование проводили в электролите, в состав которого входят:  $C_6H_8O_7$  ( $C = 0,85$  моль/л),  $H_2O_2$  ( $C = 0,4$  моль/л);  $pH = 5,17$ ; удельная электропроводность составляет  $\kappa = 3,914 \cdot 10^{-3}$  Ом<sup>-1</sup>·см<sup>-1</sup>. Оксидирование проводили с помощью источника питания постоянного тока фирмы GW INSTEK модели GPR-100H05D, рассчитанного на выходные параметры:  $E = 1000$  В,  $I = 0,5$  А. Барьерные пленки оксида алюминия были исследованы электрохимической импедансной спектроскопией (ЭИС) в 10 % растворе адипината аммония при температуре  $23 \pm 2$  °С. Морфологию получаемого оксидного слоя на алюминиевой фольге изучали с помощью электронного сканирующего микроскопа HITACHI модель S3400N с приставкой микрорентгеноспектрального анализа Bruker Quantax модель 200. Для количественной оценки образующегося оксида на алюминии был использован метод гравиметрии.

Методика высоковольтного оксидирования основывалась на двухрежимном процессе. Это позволяет более точно определять скорость оксидирования и падение плотности тока до тока утечки с помощью графиков, представленных на рис. 1.

В табл. 1 приведены основные условия проведенных экспериментов и значения главных параметров, по которым можно оценить качество сформированного оксида.

Из приведенных данных можно сделать выводы,

что с ростом температуры в условиях постоянства плотности тока наблюдается падение скорости оксидирования. При возрастании плотности тока растет скорость оксидирования в условиях, когда температура постоянна. При  $t = 75$  °С наблюдаем падение скорости оксидирования и возрастание тока утечки. Ранее нами было установлено, что  $t = 75$  °С является критической для коррозионной устойчивости, и выше данной температуры на поверхности начинаются необратимые процессы коррозионного растрескивания [2].

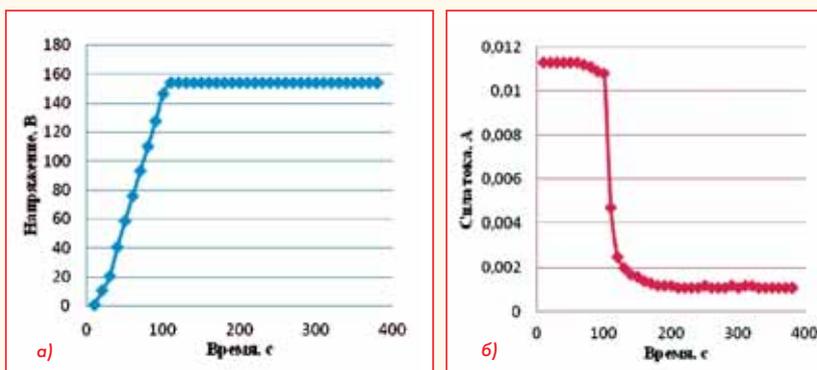


Рис. 1 Зависимость параметров оксидирования от времени:

а) кривая зависимости в гальваностатическом режиме оксидирования;  
б) кривая зависимости в потенциостатическом режиме оксидирования

**Значения основных параметров процесса оксидирования и полученных барьерных пленок на алюминиевой фольге**

$t$ , °С	$i$ , мА/см <sup>2</sup>	$U_{фл}$ , В	$V_{оксид}$ , нм/с	$\tau$ , с	$I_{ут}$ , мА/см <sup>2</sup>	$C_1$ , мкФ/см <sup>2</sup>	$C_2$ , мкФ/см <sup>2</sup>
150±3	3,2424	150±3	3,2424	505	0,43	8,902	0,121
	7,2481		7,2481	395	0,24	8,908	0,081
	6,5732		6,5732	420	0,28	8,867	0,075
150±3	2,9034	150±3	2,9034	405	0,11	8,894	0,262
	4,015		4,015	350	0,09	8,911	0,235
	7,895		7,895	295	0,08	8,901	0,340
150±3	1,519	150±3	1,519	460	0,12	8,891	0,117
	3,655		3,655	405	0,13	8,927	0,150
	4,796		4,796	430	0,22	8,904	0,217

$t$  - температура электролита;  
 $U_{фл}$  - напряжение формовки;  
 $i$  - плотность тока;  
 $V_{оксид}$  - скорость оксидирования, которая вычисляется по формуле:  $V_{оксид} = \text{tg} \alpha \cdot k$ , где  $k$  - коэффициент пропорциональности, равный 1,4 нм/В;  
 $\text{tg} \alpha$  - угол наклона кривой потенциал-время;  
 $\tau$  - время всего процесса оксидирования в потенцио- и гальваностатических режимах;  
 $I_{ут}$  - ток утечки;  
 $C_1, C_2$  - емкость алюминиевой фольги до и после оксидирования, соответственно

Таблица 1

Исходя из полученных результатов, проводить процесс оксидирования при температуре выше 75 °С нецелесообразно. Ток утечки характеризует сплошность и бездефектность получаемого оксидного слоя. Видно, что при увеличении плотности тока при  $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  наблюдаются низкие значения токов утечки, что доказывает высокое качество полученного оксида.

Согласно модели плоского конденсатора, значение емкости описывается уравнением, согласно которому емкость обратно пропорциональна толщине оксидного слоя:

$$C = \frac{S\epsilon\epsilon_0}{d},$$

где  $C$  - емкость плоского конденсатора;

$S$  - площадь обкладок конденсатора;

$\epsilon$  - диэлектрическая проницаемость;

$\epsilon_0$  - постоянная диэлектрической проницаемости;

$d$  - толщина диэлектрика.

Полученные данные указывают на отсутствие линейной зависимости от температуры или плотности тока. Был найден оптимальный режим оксидирования, приводящий к получению необходимой емкости оксидированной фольги, близкой по значениям, получаемых в производственных условиях.

Для оценки качества оксида алюминия с нанесенным барьерным слоем была изучена его морфология поверхности (рис. 2).

Из полученных фотографий видно, что низкие значения плотности тока приводят к растрескиванию образующегося оксида. С ростом температуры и плотности тока происходит "залечивание" образующихся язв и микротрещин. Увеличение температуры до  $t = 75\text{ }^{\circ}\text{C}$  и выше влечет за собой растворение барьерного оксида и алюминиевой подложки, что доказано гравиметрическими методами исследований.

В результате проведенных исследований был предложен оптимальный режим начального оксидирования алюминия:  $t = 50 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $i = 15\text{ mA/cm}^2$ . Такие параметры процесса высоковольтного оксидирования приводят к получению качественного начального барьерного оксида со значением удельной емкости  $0,34\text{ мкФ/см}^2$ . Наличие малого количества незначительных дефектов не влияет на последующие стадии оксидирования и, как следствие, на структуру сформированного оксидного слоя на высокое напряжение. □

### Литература

1. Невский О.И., Гришина Е.П. Барьерные оксидные пленки на алюминии: Монография/ Иван. Гос. Хим. -тех. Ун-т. - Иваново, 2003 г.
2. Шавкунов С.П., Панов И.В., Осипова В.В. "Оценка параметров коррозии токопроводящих алюминиевых жил в нейтральных водных средах"// Журнал "Территория НЕФТЕГАЗ". Выпуск № 5. - Москва, 2014 г., 40 с.

Связь с автором: [valeriya.osipova2011@yandex.ru](mailto:valeriya.osipova2011@yandex.ru)

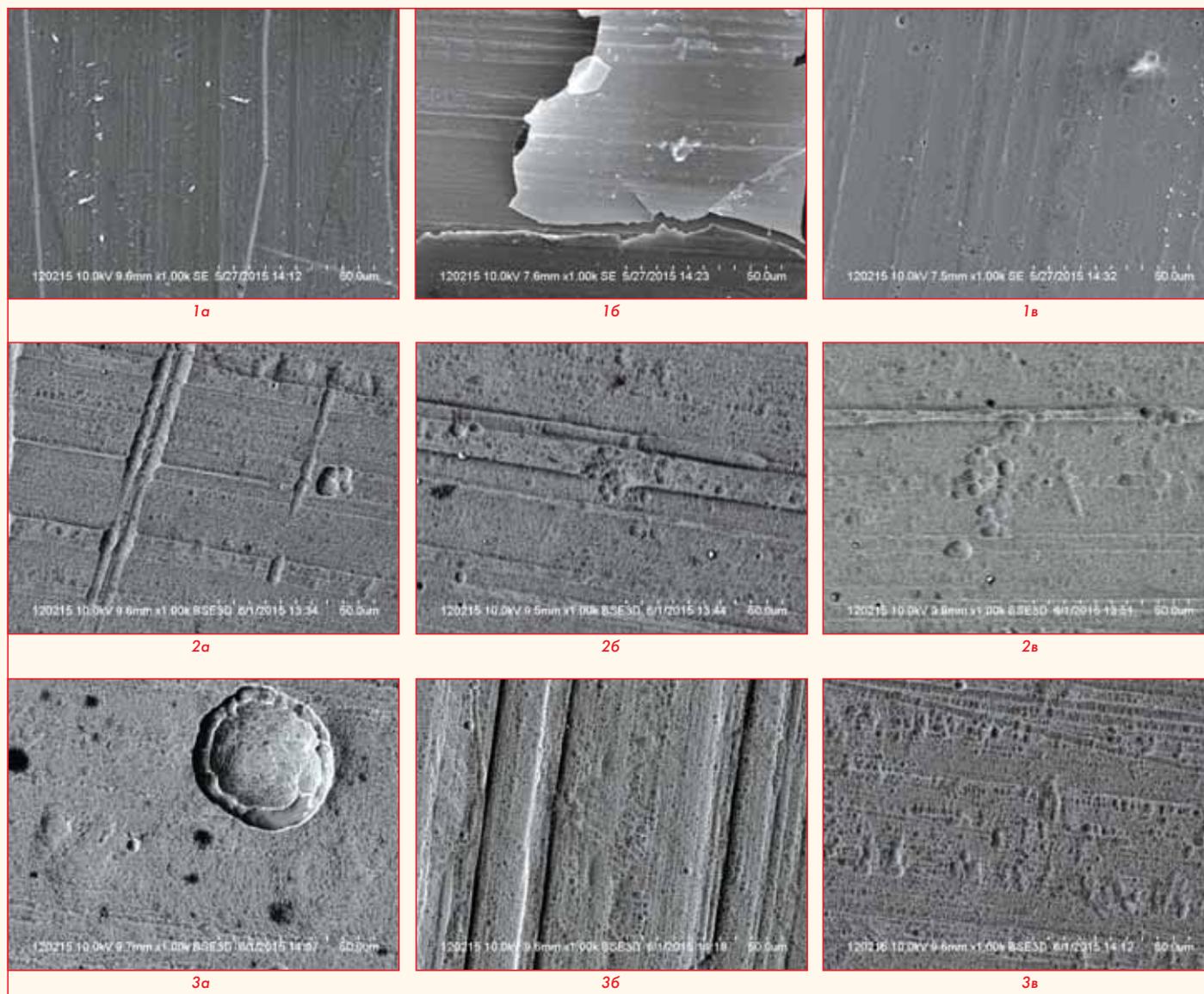


Рис. 2 Морфология поверхности алюминиевой фольги (увеличение в 1000 раз):

1 -  $t = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 2 -  $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 3 -  $t = 75\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

а -  $i = 5\text{ mA/cm}^2$ , б -  $i = 10\text{ mA/cm}^2$ , в -  $i = 15\text{ mA/cm}^2$