



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2009118665/05, 18.05.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 18.05.2009

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 18.05.2009

(43) Дата публикации заявки: 27.11.2010 Бюл. № 33

(45) Опубликовано: 10.08.2011 Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: JP 2003257344 A, 12.09.2003. SU 398060 A1, 01.01.1973. SU 1101021 A1, 10.10.1998. RU 2024901 C1, 15.12.1994. RU 2118840 C1, 10.09.1998. GB 503092 A, 26.03.1939. CA 2049226 A1, 11.03.1992.

Адрес для переписки:  
 185680, г.Петрозаводск, ул. Пушкинская, 17,  
 ГОУ ВПО "Карельская государственная  
 педагогическая академия"

(72) Автор(ы):

Кокатев Александр Николаевич (RU),  
 Чупахина Елена Ананьевна (RU),  
 Яковлева Наталья Михайловна (RU),  
 Яковлев Александр Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное  
 учреждение высшего профессионального  
 образования "Карельская государственная  
 педагогическая академия" (ГОУ ВПО  
 "КГПА") (RU)

## (54) СПОСОБ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОКОМПОЗИТНОГО ПОКРЫТИЯ НА ПОРИСТОМ СЛОЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химии и может быть использовано для формирования нанокомпозитного покрытия на пористом слое оксида алюминия. Пористый слой оксида алюминия толщиной 20-30 мкм формируют анодированием в водных растворах кислот алюминия или его сплавов, пропитывают его водным раствором соли серебра с концентрацией  $10^{-4}$ - $10^{-2}$  М/л, сушат, обрабатывают водным раствором бромистого

калия или натрия, сушат, обрабатывают ультрафиолетовым излучением, а затем гидрохиноновым проявителем для формирования в порах оксида алюминия частиц серебра, размеры которых не превышают 20-70 нм и которые не превышают диаметр пор оксида алюминия. Концентрация раствора бромистого калия составляет  $10^{-2}$ - $10^{-1}$  М/л. Изобретение позволяет создать нанокомпозитное покрытие на пористом оксиде алюминия. 1 з.п. ф-лы, 1 табл., 1 ил.

R U 2 4 2 5 8 0 2 C 2

R U 2 4 2 5 8 0 2 C 2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

## (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2009118665/05, 18.05.2009

(24) Effective date for property rights:  
18.05.2009

Priority:

(22) Date of filing: 18.05.2009

(43) Application published: 27.11.2010 Bull. 33

(45) Date of publication: 10.08.2011 Bull. 22

Mail address:

185680, g.Petrozavodsk, ul. Pushkinskaja, 17,  
GOU VPO "Karel'skaja gosudarstvennaja  
pedagogicheskaja akademija"

(72) Inventor(s):

Kokatev Aleksandr Nikolaevich (RU),  
Chupakhina Elena Anan'evna (RU),  
Jakovleva Natal'ja Mikhajlovna (RU),  
Jakovlev Aleksandr Nikolaevich (RU)

(73) Proprietor(s):

Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie  
vysshego professional'nogo obrazovaniya  
"Karel'skaja gosudarstvennaja pedagogicheskaja  
akademija" (GOU VPO "KGPA") (RU)

## (54) METHOD OF FORMING NANOCOMPOSITE COATING ON POROUS ALUMINIUM OXIDE LAYER

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: porous aluminium oxide layer with thickness of 20-30  $\mu$ m is formed via anodic treatment in aqueous solutions of acids of aluminium or alloys thereof, saturated with aqueous solution of a silver salt with concentration of  $10^{-4}$ - $10^{-2}$  M/l, dried, treated with aqueous solution of potassium or sodium bromide, dried, treated with ultraviolet

radiation and then with hydroquinone developer in order to form in the aluminium oxide pores silver particles whose dimensions do not exceed 20-70 nm and which do not exceed the diameter of aluminium oxide pores. Concentration of potassium bromide is equal to  $10^{-2}$ - $10^{-1}$  M/l.

EFFECT: invention enables to produce a nanocomposite coating on porous aluminium oxide.

2 cl, 2 dwg, 1 tbl, 1 ex

R U 2 4 2 5 8 0 2 C 2

R U 2 4 2 5 8 0 2 C 2

Изобретение относится к формированию сложных покрытий на основе пористого слоя анодного оксида на алюминии и его сплавах и может быть использовано для создания устройств различной функциональности на их основе.

Известны способы создания покрытий на алюминии и его сплавах анодным оксидированием металла в электролитах, позволяющих сформировать пористые оксидные покрытия различной толщины. В зависимости от назначения изделия, пористый слой пропитывается растворами солей, маслами или другими органическими наполнителями [Е.Е.Аверьянов. Справочник по анодированию. - М.: Машиностроение. 1988 г.].

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению является способ осаждения металлов в поры анодного оксида на поверхности алюминия для изготовления дисплея [Патент Японии №2003-257344, 12.09.2003. Display, and manufacturing method therefor]. В известном способе на слое напыленного на подложку алюминия методом анодного оксидирования формируют пористый оксид алюминия, затем в поры оксида последовательно встраивают никель, затем золото. Предложенный способ формирования композитного слоя сложен, поскольку для формирования слоистых многокомпонентных структур требуется создание сложной конфигурации пористого слоя оксида.

Целью изобретения является создание композитного покрытия на пористом оксиде алюминия, сформированном на алюминии или его сплавах, содержащего наноразмерные частицы серебра.

Поставленная цель достигается тем, что на поверхности алюминия или его сплава формируют пористый оксид в водных растворах кислот, пропитывают водным раствором соли серебра, высушивают, обрабатывают водным раствором бромистого калия или бромистого натрия, высушивают, облучают УФ излучением, затем обрабатывают гидрохиноновым проявителем. В результате в нанопорах анодного оксида оседают частицы серебра.

При обработке пористой матрицы оксида алюминия раствором соли серебра в них формируются частицы серебра, размеры которых не превышают диаметра пор. Разделение выпавшего в порах металла стенками пористой матрицы предотвращает агрегацию наночастиц серебра.

Предлагаемое техническое решение поясняется примером.

#### Пример 1

На образцах алюминия марки А99 и АМг анодированием в водном растворе шавелевой кислоты формируют пористый слой оксида толщиной 20-30 мкм. Диаметр пор составляет ~70 нм (1 партия). Анодированием алюминия в водном растворе серной кислоты формируют пористый оксид с диаметром пор ~20 нм (2 партия). Образцы промывают, высушивают и пропитывают в водном растворе  $10^{-4}$ - $10^{-2}$  М/л азотнокислого серебра в течение 5-10 мин. Образцы высушивают при  $T=80$ - $90^{\circ}\text{C}$ .

Затем образцы пропитывают в растворе KBr с концентрацией  $10^{-2}$ - $10^{-1}$  М/л, высушивают и промывают. После сушки образцы облучают ультрафиолетовым излучением и обрабатывают гидрохиноновым проявителем. Непрореагировавшую часть реагентов смывают водой, образцы высушивают. Варианты нанесения серебра приведены в табл.1.

Таблица 1							
	Электролиты: водный р-р кислот	Металл	$D_{\text{пор}}$ , нм	$\delta$ , мкм	$C_{\text{AgNO}_3}$ , М/л	$C_{\text{KBr}}$ , М/л	УФ
1	3%-ная шавел.к-та	A99	70	20	$10^{-4}$	$10^{-2}$	+

2	3%-ная щавел.к-та	A99	70	30	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-1</sup>	+
3	3%-ная щавел.к-та	AMг	70	20	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-2</sup>	+
4	3%-ная щавел.к-та	A99	70	30	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-1</sup>	+
5	20%-ная серная к-та	AMг	20	20	10 <sup>-2</sup>	10 <sup>-2</sup>	+

5

Рентгенографическое исследование полученных образцов показало, что при всех вариантах нанесения на конечной стадии формируется серебро.

10

Таким образом, условиями формирования композитного покрытия на поверхности алюминия или его сплава являются следующие:

10

Анодирование алюминия или сплава в водном растворе щавелевой кислоты или водном растворе серной кислоты, промывка, сушка, пропитка в течение 5-10 мин полученной пористой матрицы в 10<sup>-4</sup>-10<sup>-2</sup>М/л растворе азотнокислого серебра AgNO<sub>3</sub>, сушка, обработка 5-10 мин в 10<sup>-2</sup>-10<sup>-1</sup>М/л растворе бромистого калия KBr, промывка, сушка, облучение УФ, обработка гидрохиноновым проявителем, промывка, сушка.

15

На чертеже показаны электронно-микроскопические изображения поперечных сломов пористого слоя анодного оксида на алюминии до (а) и после осаждения серебра (б).

20

Электронно-микроскопические изображения сломов образцов подтвердили наличие в порах оксидной матрицы частиц серебра, размеры которых не превышают размеров пор.

#### Формула изобретения

25

1. Способ формирования нанокомпозитного покрытия на пористом слое оксида алюминия, отличающийся тем, что пористый слой оксида алюминия толщиной 20-30 мкм формируют анодированием в водных растворах кислот алюминия или его сплавов, пропитывают водным раствором соли серебра с концентрацией 10<sup>-4</sup>-10<sup>-2</sup> М/л, сушат, обрабатывают водным раствором бромистого калия или натрия, сушат, обрабатывают ультрафиолетовым излучением, а затем - гидрохиноновым проявителем для формирования в порах оксида алюминия частиц серебра, размеры которых не превышают 20-70 нм и которые не превышают диаметр пор оксида алюминия.

30

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что концентрация раствора бромистого калия составляет 10<sup>-2</sup>-10<sup>-1</sup> М/л.

40

45

50

