

ДИАГНОСТИКА СВОЙСТВ КОНДЕНСАТОРНОЙ ФОЛЬГИ С РАЗВИТОЙ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ

А. А. Писарев¹, В. И. Бурлака¹, Г. В. Крашевская¹, А. А. Русинов¹,
Г. В. Ходаченко¹, Л. В. Мисожников², И. Н. Юркевич²

В работе описаны результаты исследований наноструктурированного титанового покрытия, используемого для производства катодных фольг электролитических конденсаторов с лучшими в мире эксплуатационными характеристиками. Покрытие получается нанесением слоя титана в атмосфере азота методом электронно-лучевого испарения на алюминиевую подложку. Исследования проводились методами растровой электронной микроскопии, атомной силовой микроскопии, рентгеновского фотоэлектронного анализа и термодесорбционной спектроскопии.

Ключевые слова: катодная фольга, электролитический конденсатор, ОКБ ТИТАН.

В последнее время наметилось повышение спроса на электролитические конденсаторы с повышенными техническими характеристиками и повышенной долговечностью и надежностью, свойства которых в значительной степени определяются свойствами конденсаторной фольги. В настоящее время по данным экспертизы, проведенной японской компанией JSS, лучшими в мире в своем классе катодными фольгами являются фольги производства ЗАО “ОКБ ТИТАН” [1], получаемые нанесением слоя титана в атмосфере азота методом электронно-лучевого испарения на алюминиевую подложку [2, 3]. Целью данной работы является исследование физических свойств промышленной катодной фольги ЗАО “ОКБ ТИТАН” [4] в целях дальнейшего улучшения ее эксплуатационных характеристик. Исследования проводились методами растровой электронной микроскопии (РЭМ), атомной силовой микроскопии (АСМ), рентгеновского фотоэлектронного анализа (РФЭС) и термодесорбционной спектроскопии (ТДС). В работе приведены результаты для катодной фольги WFC 320 (удельная электроемкость данной

¹ Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, 115409, г. Москва, Каширское ш., 31; e-mail: pisarev@plasma.mephi.ru.

² ЗАО “ОКБ ТИТАН”.

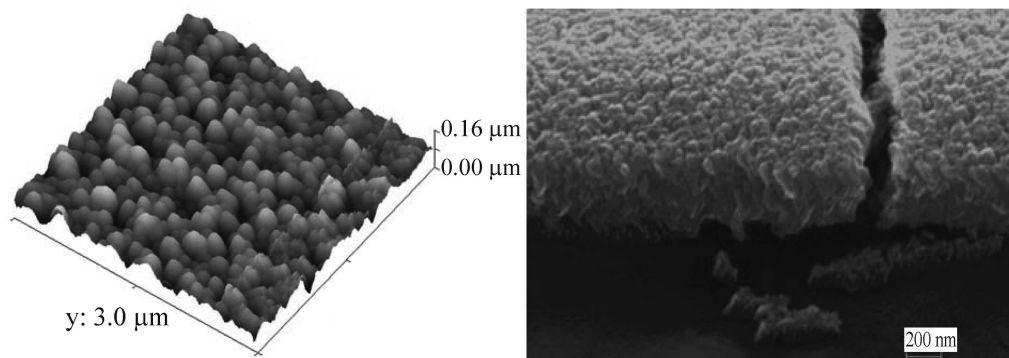


Рис. 1: АСМ. Структура поверхности напыленной пленки.

Рис. 2: РЭМ. Пленка на алюминиевой поверхности: поперечное сечение разрыва.

фольги 2000 мкФ/см^2). Фольга представляет собой слой титана (толщиной 0.4 мкм), нанесенного электронно-лучевым испарением в атмосфере азота на алюминиевую подложку (толщина 30 мкм).

На рис. 1 представлена поверхность титановой пленки, напыленной на алюминиевую фольгу, наблюдаемая в АСМ в контактном режиме. АСМ фиксирует систему холмов с размерами $50\text{--}150 \text{ нм}$, которые состоят из более мелких образований с размерами порядка 20 нм .

На рис. 2 показана структура пленки после разрыва фольги, наблюдаемая в РЭМ. Пленка имеет толщину порядка 400 нм и состоит из извилистых волокон диаметром порядка $50\text{--}100 \text{ нм}$, между которыми различимы поры.

По всей видимости, АСМ различает лишь окончания нановолокон, наблюдаемых в РЭМ, и не дает полной картины о характере и структуре рельефа. Исходя из результатов РЭМ, можно говорить о том, что напыляемая пленка представляет собой сильно развитую пористую структуру, в которой велико отношение полной площади поверхности к геометрической площади фольги. Это, в свою очередь, может служить основной причиной высокой электроемкости.

На рис. 3 представлен характерный обзорный РФЭС спектр фольги. В ней, помимо титана и азота, имеется значительное количество кислорода и углерода. Детальный анализ пиков титана, азота и кислорода показал, что пленка по всей толщине представляет собой сложный конгломерат нитридов, окислов, оксинитридов титана и небольшого количества карбида титана. Несвязанного титана в нанесенных пленках не обнаружено,

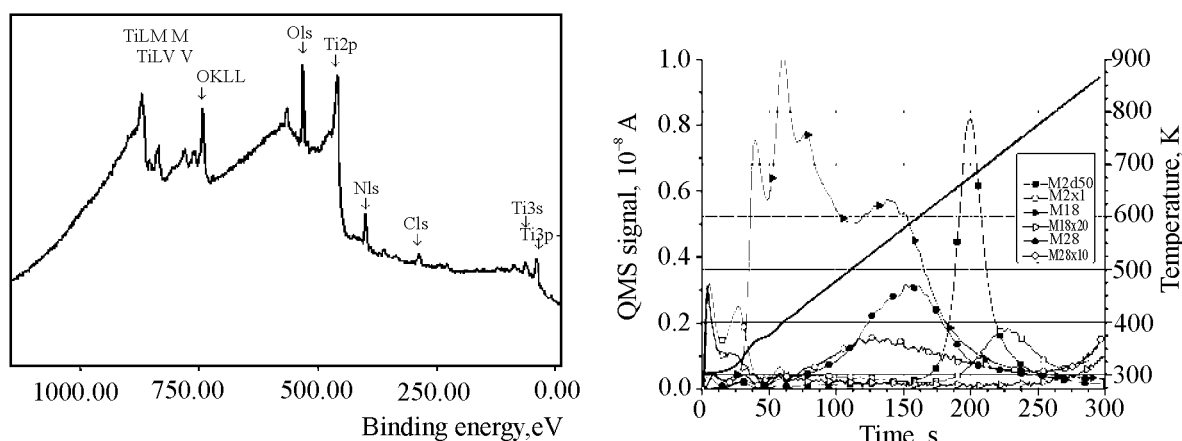


Рис. 3: Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС). Обзорный спектр.

Рис. 4: Термодесорбционный анализ (ТДС). Водород, вода и азот.

что объясняется его химической активностью. Содержание кислорода больше, чем содержание азота.

На рис. 4 показаны результаты ТДС анализа. Образец прогревался два раза, в обоих случаях регистрировались спектры водорода (M2), азота (M28) и воды (M18). Выход водорода оказался больше, чем выход азота, то есть в пленке присутствует еще и большое количество водорода. Десорбция кислорода незначительна, то есть он сильно связан в оксидах. Десорбция азота наблюдается, но она существенно меньше, чем водорода; то есть свободного азота в пленке тоже мало.

При повторном прогреве (без выноса на атмосферу) сигнал водорода, азота и воды значительно снижался (индекс d50 означает, что реальный сигнал в 50 раз выше, чем на графике; индекс $\times 20$ означает, что реальный сигнал в 20 раз ниже, чем представленный на графике).

Наличие в пленке большого количества водорода и кислорода, которые отсутствуют в технологическом процессе, вероятно связано с адсорбцией воды из атмосферы после изготовления пленки, что обуславливается высокой активностью титана.

Адсорбция воды из атмосферы приводит к уменьшению удельной электрической емкости данной фольги, что наблюдается при измерениях емкости в течение некоторого времени после изготовления. Для улучшения стабильности параметров фольги можно рекомендовать принятие мер по предотвращению адсорбции активных газов.

Исследования показали некоторую неоднородность свойств фольги по площади, что указывает на необходимость более тщательного контроля за параметрами технологического процесса.

Повышенное содержание кислорода в пленке при определенных условиях можно использовать при намеренном оксидировании пленок в рамках существующей технологии получения анодных фольг.

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] <http://okbtitan.ru>
- [2] С. Н. Рязанцев, ЭЛЕКТРОНИКА: Наука, Технология, Бизнес. N 1, 62 (2001); http://www.electronics.ru/pdf/1_2001/14.pdf.
- [3] И. Н. Юркевич, В. Ф. Кошелевский, Л. В. Мисожников, Ю. Н. Гевал, Патент РФ 2313843 от 18.05.06.
- [4] L. V. Misozhnikov, E. I. Sharipov, Ti vacuum deposition onto Al substrate to produce cathode foil for oxide-electrolytic capacitors. Report at the CARTS Europe 2007 Conference, Barcelona, Spain.
(http://ecadigitallibrary.com/pdf/CARTSEUROPE07/5_4-Misozhnikov-OKBTitan_a.pdf; http://www.ecaus.org/CARTSEurope/2007_symposium.htm).

По материалам 3 Всероссийской молодежной школы-семинара “Инновационные аспекты фундаментальных исследований по актуальным проблемам физики”, Москва, ФИАН, октябрь 2009 г.

Поступила в редакцию 10 декабря 2009 г.