



(51) МПК
C01B 33/14 (2006.01)
C01B 33/18 (2006.01)
B82B 1/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008152549/15, 29.12.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 29.12.2008

(45) Опубликовано: 20.09.2010 Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: КАЛИНИН Д.В. и др. Фотонные гетероструктуры на основе монокристаллических пленок опала. Доклады Академии Наук, 2007, т.413, №3, с.329-331. КАЛИНИН Д.В. и др. Нанокристаллизация монокристаллических пленок опала и спектральная характеристика их фотонных свойств. Доклады Академии Наук, 2006, т.411, №2, с.178-181. КАМВАРА К. et al., Larger (см. прод.)

Адрес для переписки:
 630090, г.Новосибирск, пр-кт Академика
 Коптюга, 3, ИГМ СО РАН

(72) Автор(ы):

Калинин Дмитрий Валентинович (RU),
 Сердобинцева Валентина Васильевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Учреждение Российской академии наук
 Институт геологии и минералогии им.В.С.
 Соболева Сибирского отделения РАН
 (Институт геологии и минералогии СО РАН,
 ИГМ СО РАН) (RU)

(54) СПОСОБ УПРОЧНЕНИЯ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ МОНОДИСПЕРСНЫХ СФЕРИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ КРЕМНЕЗЕМА

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в химической и электронной промышленности. Фотонно-кристаллические пленки (ФК) на основе монодисперсных сферических частиц кремнезема упрочняют погружением готовых пленок в спиртовой нанозоль кремнезема на короткое время и затем сушат. Нанозоль готовят смешиванием тетраэтоксисилана с водным раствором HCl с pH 1,5 и этиловым спиртом в соотношении 3,5:1:2,5. Смесь

выдерживают при температуре 65-75°C в течение 1-2 часов, затем добавляют цетилтриметиламмония хлорид в количестве 200 мг на 3 мл золя. Перед погружением подложки с ФК пленкой золь разбавляют этиловым спиртом в отношении 1:10. Изобретение позволяет получать ФК пленки с твердостью 3,5-4 по шкале Мооса и механической прочностью, сравнимой с прочностью стеклоподобного силикагеля. 1 з.п. ф-лы.

(56) (продолжение):

Scale Synthesis of Surfactant-Templated Nanoporous Silica Spherical Particles by Stober Method, Journal of the Ceramic Society of Japan, 2007, 115[5], p.315-318. GULIANTS V.V. et al., Ordered mesoporous and macroporous inorganic films and membranes, Journal of Membrane Science, 2004, 235, p.53-72.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
C01B 33/14 (2006.01)
C01B 33/18 (2006.01)
B82B 1/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2008152549/15, 29.12.2008**

(24) Effective date for property rights:
29.12.2008

(45) Date of publication: **20.09.2010 Bull. 26**

Mail address:
**630090, g.Novosibirsk, pr-kt Akademika Koptjuga,
3, IGM SO RAN**

(72) Inventor(s):

**Kalinin Dmitrij Valentinovich (RU),
Serdobintseva Valentina Vasil'evna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk Institut
geologii i mineralogii im.V.S. Soboleva
Sibirskogo otdelenija RAN (Institut geologii i
mineralogii SO RAN, IGM SO RAN) (RU)**

(54) METHOD OF REINFORCING PHOTONIC-CRYSTALLINE FILMS BASED ON MONODISPersed SPHERICAL SILICA PARTICLES

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used in chemical and electronic industries. Photonic-crystalline films based on monodispersed spherical silica particles are reinforced by immersing ready films into an alcohol nanosol of silica for a short period of time and then drying. The nanosol is prepared by mixing tetraethoxysilane with an aqueous solution of HCl at pH 1.5 and ethanol in ratio of 3.5:1:2.5. The mixture

is held at 65-75°C for 1-2 hours. Cetyltrimethylammonium chloride is then added in amount of 200 mg per 3 ml of the sol. Before immersing the substrate with the photonic-crystalline film, the sol is diluted with ethanol in ratio of 1:10.

EFFECT: invention enables to obtain a photonic-crystalline film with Moh's hardness of 3,5-4 and mechanical strength comparable with strength of glass-like silica gel.

2 cl, 1 ex

Область техники

Изобретение относится к области получения фотонно-кристаллических (ФК) материалов, в частности фотонно-кристаллических пленок из монодисперсных сферических частиц кремнезема (МСЧК).

Уровень техники

Известен способ нанокристаллизации монокристаллических ФК опаловых пленок из лиофобных спиртовых суспензий в области подвижного мениска на плоские стеклянные подложки (Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., Плеханов А.И., академик Шабанов В.Ф. // ДАН. 2006. Т.411. №2. С.178-181 /1/; Калинин Д.В., Плеханов А.И., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. // ДАН. 2007. Т.413. №3. С.329-331 /2/; Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. // ДАН. 2008. Т.420. №2. С.179-181 /3/).

Известен также метод получения монокристаллических ФК опаловых пленок из лиофильных суспензий в диметилсульфоксиде (ДМСО) путем гравитационной укладки МСЧК в регулярную структуру (Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. // ДАН. 2007. Т.416. №5. С.610-615 /4/; Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. // ДАН. 2008. Т.419. №5. С.609-611 /5/).

Фотонно-кристаллические пленки, получаемые этими методами, не имеют механической прочности, поскольку МСЧК в пленке не связаны друг с другом химической связью и не имеют связи со стеклом подложки. Поэтому они легко могут быть стерты со стекла даже при случайном прикосновении. Такие пленки пригодны лишь для научных исследований.

Задачей изобретения является упрочнение готовых пленок до прочности, достаточной для их непосредственного практического применения.

Раскрытие изобретения

Сущность изобретения состоит в том, что ФК пленки на стеклянной подложке, полученные известными методами, например: 1) путем нанокристаллизации МСЧК из лиофобных спиртовых суспензий методом подвижного мениска и 2) методом укладки МСЧК в регулярную структуру в лиофильных суспензиях ДМСО, и не обладающие механической прочностью, погружают в заранее приготовленный спиртовый нанозоль кремнезема на короткое время (5-10 с) и сушат в вертикальном положении подложки в течение не менее 15-20 минут.

Нанозоль готовят путем смешивания тетраэтоксисилана с водным раствором HCl (рН 1,5) и этилового спирта в соотношении 3,5:1:2,5. Смесь выдерживают при температуре 65-75°C в течение 1-2 часов, затем в полученный золь наночастиц кремнезема добавляют цетилтриметиламмония хлорид (ЦТМА, С1) в количестве 200 мг на 3 мл золя, а перед погружением подложки с ФК пленкой золь разбавляют этиловым спиртом в отношении 1:10.

Введенный в золь цетилтриметиламмония хлорид при высыхании золя играет роль стабилизатора и флокулянта.

При высыхании ФК пленки, пропитанной золем, золь, теряя растворитель - спирт, образует на поверхности частиц в местах их соприкосновения вначале пленки концентрированного золя, затем геля кремнезема и, наконец, прозрачные прочные пленки силикагеля, имеющего твердость 3,5-4 по шкале Мооса, скрепляющие МСЧК в прочную ФК структуру с достаточной механической прочностью, сравнимой с прочностью стеклоподобного силикагеля. ФК пленки после такой обработки сохраняют воздушные пустоты между МСЧК, а яркость дифракционной окраски не уменьшается. Но длина волны дифрагированного света сдвигается в длинноволновую

область для ФК пленок, сложенных МСЧК с диаметром 200 нм, на 10-15 нм, а для пленок из МСЧК диаметром 250 нм - на 5-8 нм. Это свидетельствует о том, что при пропитке золей каждая частица окружена пленкой золя, которая при высыхании дает пленки силикагеля вокруг частиц и образует мостики между ними. Т.е. частицы не только несколько увеличиваются в диаметре за счет силикагеля, но и «раздвигаются» мостиками силикагеля, в результате чего увеличивается параметр решетки и возрастает длина волны дифрагированного света.

Пример осуществления способа

Вначале готовят золь наночастиц кремнезема по следующей схеме: 1) смешивают тетраэтоксисилан ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$), водный раствор соляной кислоты с рН 1,5 и этиловый спирт в соотношении 3,5:1:2,5; 2) приготовленную смесь выдерживают при температуре 65-70°C в течение 1-2 часов в закрытом сосуде для созревания золя; 3) в созревший золь для стабилизации золя вводят цетилтриметиламмония хлорид (ЦТМА, Cl) в количестве 200 мг на 3 мл золя и тщательно перемешивают; 5) полученный готовый золь разбавляют этиловым спиртом в объемном отношении 1:10. Затем в разбавленный золь на 5-10 секунд погружают стеклянную подложку с ФК пленкой на ее поверхности, извлекают и сушат в вертикальном положении в течение 10-15 минут, после чего ФК опаловая пленка приобретает механическую прочность и не может быть удалена с поверхности стекла случайными касаниями.

Описанный подход к упрочнению ФК опаловых пленок позволяет получать прочные ФК пленки, что открывает возможность их прямого функционального практического применения в ФК устройствах.

Использованные источники информации

1. Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., Плеханов А.И., академик Шабанов В.Ф. Нанокристаллизация монокристаллических пленок опала и спектральная характеристика их фотонных свойств. // ДАН. 2006. Т.411. №2. С.178-181.

2. Калинин Д.В., Плеханов А.И., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. Фотонные гетероструктуры на основе монокристаллических пленок опала. // ДАН. 2007. Т.413. №3. С.329-331.

3. Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. Послойный ступенчатый механизм роста фотонно-кристаллических опаловых пленок при их выращивании методом подвижного мениска. // ДАН. 2008. Т.420. №2. С.179-181.

4. Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. Рост монокристаллических пленок опала из лиофильных суспензий монодисперсных сферических частиц кремнезема. // ДАН. 2007. Т.416. №5. С.610-615.

5. Калинин Д.В., Сердобинцева В.В., академик Шабанов В.Ф. Механизм укладки монодисперсных сферических частиц кремнезема в фотонно-кристаллическую пленочную структуру из лиофильных суспензий. // ДАН. 2008. Т.419. №5. С.609-611.

Формула изобретения

1. Способ упрочнения фотонно-кристаллических пленок на основе монодисперсных сферических частиц кремнезема путем кратковременного погружения готовых пленок в золь наночастиц кремнезема, приготовленный из смеси тетраэтоксисилана $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, водного раствора соляной кислоты с рН 1,5 и этилового спирта в соотношении 3,5:1:2,5, которую нагревают при температуре 65-75°C в течение 1-2 ч, затем вводят в нее цетилтриметиламмония хлорид (ЦТМА, Cl) в количестве 200 мг на 3 мл смеси, а перед погружением пленок золь разбавляют этиловым спиртом в соотношении 1:10.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что пленки погружают в приготовленный золь на 5-10 с, а затем сушат в течение не менее 10-15 мин.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50