

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2647132

Способ изготовления нанокompозитов в стекле

Патентообладатель: *федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики" (Университет ИТМО) (RU)*

Авторы: *Сидоров Александр Иванович (RU), Пшенова Алиса Сергеевна (RU), Клюкин Дмитрий Александрович (RU)*

Заявка № 2016149977

Приоритет изобретения 19 декабря 2016 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 14 марта 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 19 декабря 2036 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C03C 17/10 (2006.01); C03C 23/0095 (2006.01); B82B 3/0042 (2006.01); B82B 3/0066 (2006.01); H01M 4/00 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016149977, 19.12.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
19.12.2016

Дата регистрации:
14.03.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 19.12.2016

(45) Опубликовано: 14.03.2018 Бюл. № 8

Адрес для переписки:

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49,
Университет ИТМО, ОИС и НТИ

(72) Автор(ы):

Сидоров Александр Иванович (RU),
Пшенова Алиса Сергеевна (RU),
Клюкин Дмитрий Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский
национальный исследовательский
университет информационных технологий,
механики и оптики" (Университет ИТМО)
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: A.DOI et al. Dendrites creating in
silver metaphosphate glass treated by direct
current of high density. 2001. v.36, p. 3897-3901.
RU 2394001 C1, 10.07.2010. RU 2429210 C1,
20.09.2011. RU 2594183 C1, 10.08.2016. US
20150211142 A1, 30.07.2015. EP 2056133 A1,
06.05.2009.

(54) Способ изготовления нанокompозитов в стекле

(57) Реферат:

Изобретение относится к изготовлению нанопористых электродов для батарей, аккумуляторов и солнечных элементов, катализаторов и др. Способ изготовления металл-стеклянных и полупроводник-стеклянных нанокompозитов заключается в приложении электрического поля к нанопористому силикатному стеклу, сквозные поры которого заполнены раствором соли металла, и проведении электролиза при напряжении электрического поля 1.5-5 В. При этом в порах стекла формируются

наноразмерные металлические нити. После проведения электролиза нанопористое стекло помещают в жидкий или газообразный реагент, обеспечивающий химическую реакцию с переходом металла в полупроводниковое химическое соединение. После электролиза стекло термообработывают при температуре 900-950°C в воздушной или инертной атмосфере. Технический результат – упрощение технологии изготовления нанокompозита. 2 з.п. ф-лы, 8 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C03C 17/10 (2006.01); *C03C 23/0095* (2006.01); *B82B 3/0042* (2006.01); *B82B 3/0066* (2006.01); *H01M 4/00* (2006.01)

(21)(22) Application: **2016149977, 19.12.2016**

(24) Effective date for property rights:
19.12.2016

Registration date:
14.03.2018

Priority:

(22) Date of filing: **19.12.2016**(45) Date of publication: **14.03.2018** Bull. № 8

Mail address:

**197101, Sankt-Peterburg, Kronverkskij pr., 49,
Universitet ITMO, OIS i NTI**

(72) Inventor(s):

**Sidorov Aleksandr Ivanovich (RU),
Pshenova Alisa Sergeevna (RU),
Klyukin Dmitrij Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij natsionalnyj
issledovatel'skij universitet informacionnykh
tekhnologij, mekhaniki i optiki" (Universitet
ITMO) (RU)**

(54) **METHOD FOR MANUFACTURING NANOCOMPOSITES IN GLASS**

(57) Abstract:

FIELD: manufacturing procedure.

SUBSTANCE: invention relates to manufacturing nanoporous electrodes for batteries, accumulators and solar cells, catalysts, etc. Method of manufacturing metal-glass and semiconductor-glass nanocomposites comprises applying an electric field to the nanoporous silicate glass, pores of which are filled with a metal salt solution, and electrolysis at an electric field voltage of 1.5–5 V. Nanosized metallic filaments are formed in

the pores of the glass. After electrolysis, the nanoporous glass is placed in a liquid or gaseous reactant, providing a chemical reaction with transition of the metal into a semiconductor chemical compound. After electrolysis, the glass is heated at a temperature of 900–950 °C in an air or inert atmosphere.

EFFECT: technical result is simplified technology of producing nanocomposites.

2 cl, 8 dwg

1 C
2 647 132
RU

RU
2 647 132
C1

Изобретение относится к нанотехнологиям и может быть использовано при изготовлении нанопористых электродов для батарей, аккумуляторов и солнечных элементов, катализаторов, сенсоров, элементов электроники и оптоэлектроники и оптических поглотителей.

5 Известен способ формирования металлических нанокластеров в стекле (Патент РФ №2394001, МПК C03C 17/06, B82B 3/00, дата приоритета от 05.11.2008. опубликован 10.07.2010). Способ заключается в облучении электронным пучком стекла, содержащего ионы серебра, и последующей термообработке стекла. При облучении стекла электронами под поверхностью стекла формируется область отрицательного объемного
10 заряда. Возникающее при этом электрическое поле вызывает полевой дрейф подвижных положительных ионов серебра из объема стекла в эту область, где происходит восстановление ионов термализованными электронами. При последующей термообработке из атомов серебра формируются наночастицы серебра. Данный процесс является твердофазным аналогом электролиза. Недостатком способа является то, что
15 металл-стеклянный нанокompозит может быть изготовлен только в тонком приповерхностном слое стекла. Недостатком является необходимость использования сложного оборудования - электронного микроскопа. Недостатком является то, нанокompозит может быть изготовлен из металлов, ионы которых имеют высокую подвижность в стекле, например, из серебра или меди. Недостатком также является
20 отсутствие возможности изготовления данным способом нанокompозита с полупроводниковыми наночастицами.

Известен способ изготовления нанокompозитов в стекле на основе стекол, содержащих ионы серебра (П.Н. Брунков, А.А. Липовский, В.Г. Мелехин, А.В. Редьков, В.В. Стаценко. // Журнал технической физики, 2015, Т. 85, В. 2, с. 112-117). Способ
25 заключается в том, что на поверхность стекла накладывают электроды, причем положительный электрод изготовлен из серебра. Затем стекло нагревают до температуры 250°C, а к электродам прикладывают электрическое напряжение 250 В. При этом происходит твердофазный электролиз, и ионы серебра дрейфуют от положительного электрода к отрицательному. В результате вблизи отрицательного
30 электрода в приповерхностном слое стекла и на его поверхности возникают микродендриты серебра. Недостатком способа является то, что металл-стеклянный нанокompозит может быть изготовлен только в тонком приповерхностном слое стекла. Недостатком является то, что нанокompозит может быть изготовлен из металлов, ионы которых имеют высокую подвижность в стекле, например из серебра или меди.
35 Недостатком также является необходимость использования высокой температуры и напряжения, что усложняет технологию изготовления нанокompозита, а также отсутствие возможности изготовления данным способом нанокompозита с полупроводниковыми наночастицами.

Известен способ изготовления нанокompозитов в стекле на основе фосфатных стекол, содержащих ионы серебра (A. Doi, N. Asakura. // Journal of Material Science. 2001, V. 36, P. 3897-3901), выбранный в качестве прототипа. Способ заключается в том, что на
40 противоположные поверхности стекла накладывают электроды, причем положительный электрод изготовлен из серебра. Затем стекло нагревают до температуры 148°C в вакууме, а к электродам прикладывают электрическое напряжение 50 В. При этом происходит твердофазный электролиз, и ионы серебра дрейфуют от положительного электрода к отрицательному. В результате вблизи отрицательного электрода в объеме
45 стекла и на его поверхности возникают микродендриты серебра. Недостатком является то, что нанокompозит может быть изготовлен из металлов, ионы которых имеют

высокую подвижность в стекле, например из серебра или меди. Недостатком также является необходимость использования высокой температуры и напряжения и вакуумирования, что усложняет технологию изготовления нанокompозита, а также отсутствие возможности изготовления данным способом нанокompозита с

полупроводниковыми наночастицами. Изобретение решает задачи упрощения технологии изготовления металл-стеклянных и полупроводник-стеклянных нанокompозитов, а также нанокompозитов смешанного типа, содержащих металл и полупроводник, и расширения номенклатуры материалов, из которых могут быть изготовлены нанокompозиты.

Сущность заключается в том, что нанопористое силикатное стекло со сквозными порами заполняют раствором соли металла и проводят электролиз при напряжении электрического поля 1.5-5 В. После чего нанопористое стекло промывают и высушивают. Сущность заключается также в том, что после проведения электролиза нанопористое стекло помещают в жидкий или газообразный реагент. Сущность заключается также в том, что после проведения электролиза нанопористое стекло термообработывают при температуре 900-950°C в воздушной или инертной атмосфере. Цель достигается также тем, что после электролиза и проведения химической реакции нанопористое стекло термообработывают при температуре 900-950°C в воздушной или инертной атмосфере.

Нанопористые силикатные стекла (НПСС) содержат сквозные сообщающиеся поры, размер которых может варьироваться от 3 до 2000 нм. Выбор технологических режимов изготовления НПСС позволяет получать стекла с малым разбросом размеров пор. Объемная концентрация пор может варьироваться от 20 до 60%. Каркас НПСС на 90-95% состоит из SiO_2 . При нагреве НПСС до $T=900-950^\circ\text{C}$ поры НПСС схлопываются, и образуется сплошное кварцoidное стекло. В ряде стран НПСС производятся в промышленных масштабах (например, стекло Vikor фирмы Corning). Наши эксперименты показали, что при заполнении НПСС водным раствором соли металла и проведении электролиза с положительным электродом, изготовленным из металла, входящего в состав соли, в порах стекла формируются металлические нити, поперечный размер которых не превышает поперечный размер пор стекла, рост металлических нитей происходит от отрицательного электрода, и в процессе электролиза они заполняют весь объем пор стекла между электродами. Процесс происходит при комнатной температуре, электрическом напряжении между электродами 1.5-5 В, а его продолжительность составляет от десятков секунд до нескольких минут. После завершения электролиза, промывки и высушивания НПСС представляет собой металл-стеклянный нанокompозит, состоящий из стекла с наноразмерными металлическими нитями в объеме. Металлические нити, входящие в состав нанокompозита, могут быть изготовлены из любого металла, для которого возможно проведение электролиза, например из Ag, Au, Pd, Cu, Fe, Ni, Cr, Sn, Pb, Zn и др., а также из сплавов металлов. При использовании электродов малого поперечного сечения нанокompозит может быть изготовлен локально, на небольшом участке НПСС. При последующей обработке нанокompозита в жидком или газообразном реагенте, при необходимости, включающей в себя термообработку, металл, из которого состоят нити, может быть преобразован в полупроводниковое химическое соединение, например оксид, галогенид или халькогенид. Таким образом, предлагаемый способ позволяет изготавливать металл-стеклянные и полупроводник-стеклянные нанокompозиты, состоящие из НПСС, объем которых заполнен наноразмерными металлическими или полупроводниковыми нитями. При дополнительной термообработке при $T=900-950^\circ\text{C}$ происходит схлопывание пор

НПСС, в результате чего формируется сплошной нанокомпозит, состоящий из кварцойдного стекла, содержащего наноразмерные металлические или полупроводниковые нити в объеме.

Достоинством предлагаемого способа является то, что он позволяет изготавливать нанокомпозиты при комнатной температуре, с использованием низкого электрического напряжения. Это упрощает технологию изготовления нанокомпозита. Достоинством является также то, что наноразмерные нити, входящие в состав нанокомпозита, могут быть изготовлены из любого металла, для которого возможно проведение электролиза, сплавов металлов, а также из полупроводниковых соединений металла. Совокупность признаков, изложенных формуле, характеризует способ изготовления нанокомпозитов в стекле, заключающийся в проведении электролиза в нанопористом силикатном стекле, содержащем раствор соли металла. Это позволяет формировать в объеме стекла наноразмерные металлические нити. Способ позволяет трансформировать металл, из которого состоят нити, в его полупроводниковое химическое соединение. Это позволяет формировать в объеме стекла наноразмерные полупроводниковые нити. Предлагаемый способ позволяет также изготавливать сплошной нанокомпозит, состоящий из кварцойдного стекла, содержащего наноразмерные металлические или полупроводниковые нити в объеме.

Изобретение иллюстрируется следующими чертежами, где на:

фиг. 1 показаны схемы электролиза для изготовления нанокомпозита во всем объеме НПСС: а - электроды расположены на противоположных поверхностях пластины НПСС; б - электроды расположены на противоположных торцах пластины НПСС. 1 - пластина НПСС, заполненная раствором соли металла; 2 - отрицательный электрод; 3 - положительный электрод;

фиг. 2 показаны: а - схема электролиза для локального изготовления нанокомпозита в объеме пластины НПСС; б - схема электролиза для локального изготовления нанокомпозита в приповерхностном слое пластины НПСС. 1 - пластина НПСС, заполненная раствором соли металла; 2 - отрицательный электрод; 3 - положительный электрод;

фиг. 3 показана фотография, сделанная с помощью оптического микроскопа, участка НПСС с наноразмерными нитями серебра, изготовленными при использовании схемы, показанной на фиг. 2, а. 4 - участок НПСС без нанокомпозита; 5 - участок НПСС с нанокомпозитом. Масштаб 100 мкм.

фиг. 4 показано изображение, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа, торца скола НПСС с микродендритом из серебра. Масштаб 200 нм.

фиг. 5 показана фотография, сделанная с помощью оптического микроскопа, торца скола НПСС с наноразмерными нитями серебра после частичного йодирования. 6 - Ag, 7 - AgI. Масштаб 500 мкм.

фиг. 6 показан спектр поглощения нанокомпозита на основе НПСС с полупроводниковым йодидом серебра.

фиг. 7 показана фотография, сделанная с помощью оптического микроскопа, участка НПСС с микродендритами меди, изготовленными при использовании схемы, показанной на фиг. 2, а.

фиг. 8 показана фотография, сделанная с помощью оптического микроскопа, участка НПСС наноразмерными нитями железа, изготовленными при использовании схемы, показанной на фиг. 2, а. Масштаб 50 мкм.

Сущность изобретения раскрывается на примерах, которые не должны рассматриваться экспертом как ограничивающие притязания изобретения.

Сведения, подтверждающие возможность осуществления изобретения.

Пример 1

На фиг. 1 и фиг. 2 показаны схемы проведения электролиза при изготовлении нанокompозита. 1 - пластина НПСС, заполненная раствором соли металла, 2 - отрицательный электрод, 3 - положительный электрод, изготовленный из металла, входящего в состав соли. Схемы, показанные на фиг. 1, используются для формирования нанокompозита во всем объеме НПСС. Схема, показанная на фиг. 2, а, используется для формирования нанокompозита локально по всей толщине пластины НПСС. Схема, показанная на фиг. 2, б, используется для формирования нанокompозита локально в приповерхностном слое пластины НПСС. Пластину НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 25 нм и объемной концентрацией пор 57% помещают в водный раствор AgNO_3 (концентрация 20 г/л) с добавлением 10% HNO_3 . После заполнения пор раствором пластину помещают между электродами по схеме, показанной на фиг. 2, а.

Положительный электрод 3 на фиг. 2, а изготовлен из серебра. Диаметр электродов равен 1 мм. К электродам прикладывают постоянное напряжение, равное 3 В. Электролиз проводят при комнатной температуре в течение 30 с при плотности тока 2 А/дм^2 . После проведения электролиза пластину НПСС помещают в дистиллированную воду на 30 мин для удаления остатков раствора AgNO_3 , после чего пластину высушивают на воздухе при комнатной атмосфере. На фиг. 3 показана фотография участка пластины НПСС после локального изготовления нанокompозита серебро-стекло. Исходно бесцветное и прозрачное стекло на фиг. 3 (область 4) приобрело темно-коричневую окраску под электродами и вблизи электродов на фиг. 3 (область 5). Из фиг. 3 видно, что серебро заполнило объем пор стекла в виде микродендритов и серебра. На фиг. 4 показано изображение, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа, торца скола НПСС с микродендритом из серебра на поверхности скола. Из фиг. 4 видно, что микродендрит состоит из наноразмерных нитей серебра толщиной 20-25 нм. Удельное сопротивление исходного НПСС превышает 200 МОм/см. В области формирования нанокompозита удельное сопротивление НПСС равно 1.4 МОм/см.

Пример 2

В пластине НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 25 нм и объемной концентрацией пор 57% изготавливают нанокompозит с серебром способом, описанным в примере 1. После этого пластину НПСС при комнатной температуре помещают в воздушную атмосферу с насыщенным давлением паров йода и выдерживают в течение 1 ч. При этом в результате химической реакции серебра с йодом серебро преобразуется в полупроводниковое соединение йодид серебра (AgI). В результате этого нанокompозит изменяет окраску с черной на желтую. На фиг. 5 показан торец скола НПСС после частичного йодирования. Из фиг. 5 видно, что в приповерхностных слоях стекла серебро трансформировалось в йодид серебра (6 на фиг. 5), а в глубине стекла серебро осталось в металлическом виде (7 на фиг. 5). Таким образом, предложенный способ позволяет изготавливать нанокompозиты смешанного типа, содержащие как металл, так и полупроводник. После полного йодирования на спектре поглощения нанокompозита на длине волны 410 нм появляется экситонная полоса поглощения, характерная для кристаллического йодида серебра (фиг. 6).

Пример 3

Пластину НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 3.5 нм и объемной концентрацией пор 22% помещают в водный раствор CuSO_4 (концентрация 15 г/л) с добавлением 10% H_2SO_4 . После заполнения пор раствором пластину помещают между

электродами по схеме, показанной на фиг. 2, б. Положительный электрод 3 на фиг. 2, б изготовлен из меди. Диаметр электродов равен 1 мм. Расстояние между электродами 3 мм. К электродам прикладывают постоянное напряжение, равное 3.5 В. Электролиз проводят при комнатной температуре в течение 10 мин при плотности тока 3 А/дм².

После проведения электролиза пластину НПСС помещают в дистиллированную воду на 30 мин для удаления остатков раствора CuSO₄, после чего пластину высушивают на воздухе при комнатной атмосфере. На фиг. 7 показана фотография участка пластины НПСС на начальной стадии электролиза (через 2 мин после начала электролиза) при локальном изготовлении нанокompозита медь-стекло. Из фиг. 7 видно, что на поверхности и в приповерхностном слое НПСС вблизи отрицательного электрода формируются микродендриты из меди, состоящие из групп наноразмерных нитей и имеющие коричневую окраску. На концах микродендритов, соответствующих начальной стадии роста микродендритов, окраска переходит в желтую. При проведении полного цикла электролиза НПСС между электродами приобретает коричневую окраску из-за полного заполнения пространства микродендритами. В области формирования нанокompозита удельное сопротивление НПСС равно 5 МОм/см.

Пример 4

В пластине НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 3.5 нм и объемной концентрацией пор 22% изготавливают нанокompозит с медью способом, описанным в примере 3. После этого пластину НПСС нагревают в воздушной атмосфере при температуре 400°C в течение 30 мин. При этом в результате химической реакции меди с кислородом воздуха медь преобразуется в полупроводниковое соединение оксид меди (CuO). В результате этого нанокompозит изменяет окраску с коричневой на черную.

Пример 5

Пластины НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 3.5 нм и объемной концентрацией пор 22% помещают в водный раствор FeCl₂ (концентрация 20 г/л) с добавлением 10% HCl. После заполнения пор раствором пластину помещают между электродами по схеме, показанной на фиг. 2, а. Положительный электрод 3 на фиг. 2, б изготовлен из железа. Диаметр электродов равен 0.5 мм. К электродам прикладывают постоянное напряжение, равное 3.5 В. Электролиз проводят при комнатной температуре в течение 10 мин при плотности тока 5 А/дм². После проведения электролиза пластину НПСС помещают в дистиллированную воду на 30 мин для удаления остатков раствора FeCl₂, после чего пластину высушивают на воздухе при комнатной атмосфере. На фиг. 8 показана фотография участка пластины НПСС после электролиза в области нанокompозита железо-стекло. Из фиг. 8 видно, что в объеме НПСС формируются наноразмерные нити из железа, создающие темно-коричневую окраску. В области формирования нанокompозита удельное сопротивление НПСС равно 7 МОм/см. Нанокompозит с железом обладает магнитными свойствами.

Пример 6

В пластине НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 3.5 нм и объемной концентрацией пор 22% изготавливают нанокompозит с железом способом, описанным в примере 5. После этого пластину НПСС при комнатной температуре помещают в водный раствор Na₂S на 30 мин. При этом в результате химической реакции железа с Na₂S железо преобразуется в полупроводниковое соединение сульфид железа (FeS). В результате этого нанокompозит изменяет окраску с коричневой на черную. После этого НПСС промывают в дистиллированной воде и высушивают.

Пример 7

В пластине НПСС толщиной 1 мм со средним размером пор 3.5 нм и объемной концентрацией пор 22% изготавливают нанокompозит с сульфидом железа способом, описанным в примере 6. После этого пластину НПСС подвергают термообработке в воздушной атмосфере при температуре 950°C в течение 30 мин. При этом происходит схлопывание пор НПСС, в результате чего формируется сплошной нанокompозит, состоящий из кварцеидного стекла, содержащего наноразмерные полупроводниковые нити из сульфида железа в объеме.

Промышленная применимость изобретения

Предложенный способ позволяет изготавливать нанопористые электроды для батарей, аккумуляторов и солнечных элементов, прозрачные и непрозрачные проводящие электроды, катализаторы, среды с усилением рамановского рассеяния, оптические поглотители, элементы электроники и оптоэлектроники, чувствительные элементы химических сенсоров и биосенсоров. Метод позволяет также изготавливать магнитные стекла, при использовании в нанокompозите переходных и редкоземельных металлов, а также поглотители и накопители водорода при использовании в нанокompозите никеля, палладия или ванадия.

Таким образом, предлагаемое техническое решение позволяет решить задачу упрощения технологии изготовления металл-стеклянных и полупроводник-стеклянных нанокompозитов, а также нанокompозитов смешанного типа, и расширения номенклатуры материалов, из которых могут быть изготовлены нанокompозиты. Достоинством предлагаемого способа является то, что он позволяет изготавливать нанокompозиты при комнатной температуре, с использованием низкого электрического напряжения. Это упрощает технологию изготовления нанокompозита. Достоинством является также то, что наноразмерные нити, входящие в состав нанокompозита, могут быть изготовлены из любого металла, для которого возможно проведение электролиза, сплавов металлов, а также из полупроводниковых соединений металла.

(57) Формула изобретения

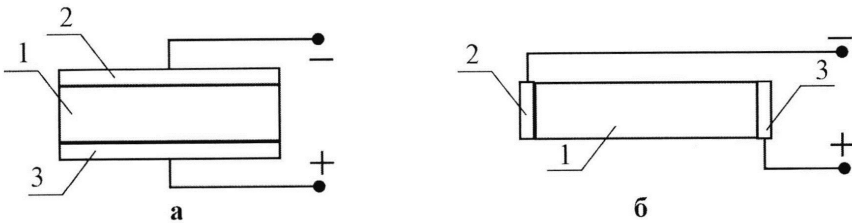
1. Способ изготовления нанокompозитов в стекле заключающийся в том, что на поверхности стекла, которое содержит ионы металла, накладывают электроды и проводят электролиз, отличающийся тем, что используют нанопористое силикатное стекло со сквозными порами, заполненное раствором соли металла, а электролиз проводят при напряжении электрического поля 1.5-5 В, после чего нанопористое стекло промывают и высушивают.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что после электролиза проводят химическую реакцию, помещая нанопористое стекло в жидкий или газообразный реагент.

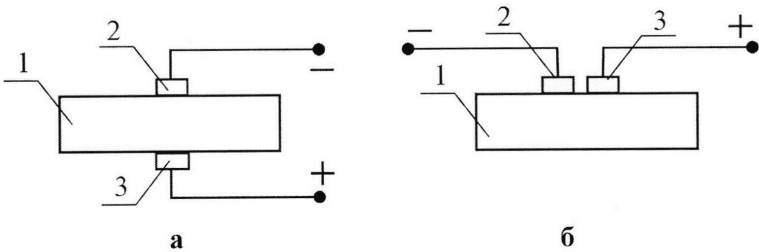
3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что после электролиза стекло термообрабатывают при температуре 900-950°C в воздушной или инертной атмосфере.

1

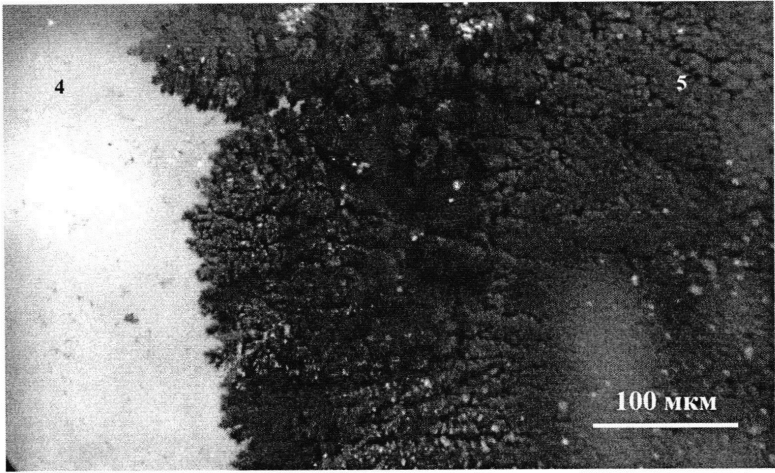
Способ изготовления нанокомпозитов в стекле



Фиг. 1



Фиг. 2

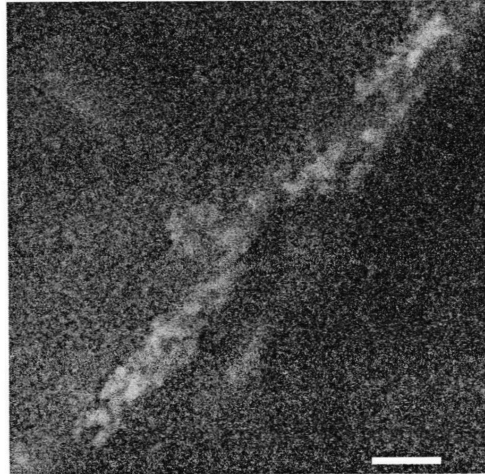


Фиг. 3

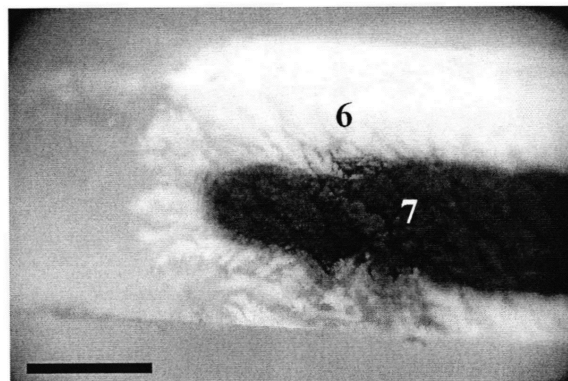
1

2

Способ изготовления нанокомпозитов в стекле

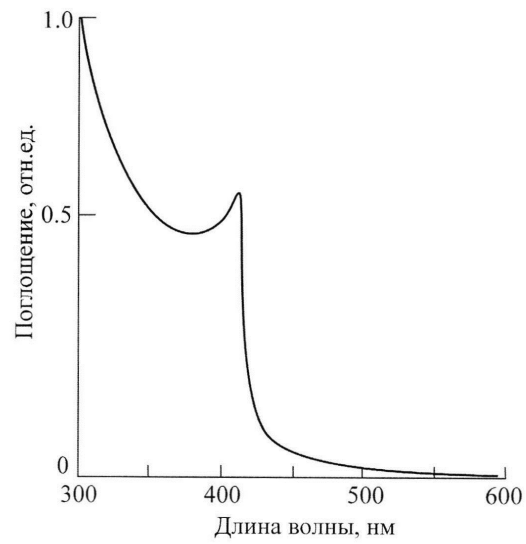


Фиг.4

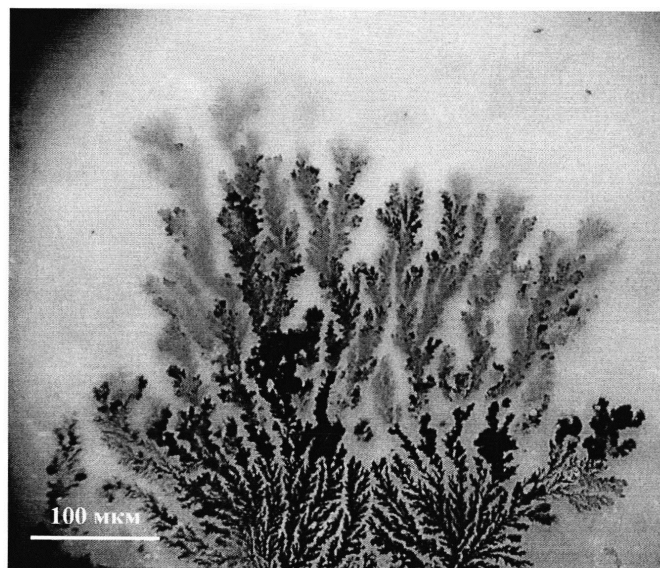


Фиг.5

Способ изготовления нанокомпозитов в стекле

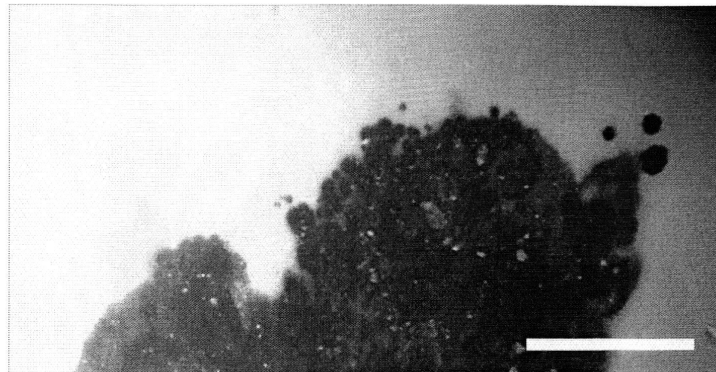


Фиг.6



Фиг.7

Способ изготовления нанокомпозитов в стекле



Фиг.8