

8. Коррозионное разрушение металла НКТ и промысловых трубопроводов в условиях эксплуатации и при лабораторных испытаниях / С. С. Петров [и др.] // Инженер. практика. – 2020. – № 5/6. – С. 32–46.
9. Завьялов, В. В. Проблемы эксплуатационной надежности трубопроводов на поздней стадии разработки месторождений / В. В. Завьялов. – М. : ВНИИОЭНГ, 2005. – 332 с.
10. Kermani, B. Depiction of metallurgical parameters as governing CO₂ corrosion / B. Kermani // Mechanism of CO₂ corrosion. – Houston : NACE International, 2017. – P. 205–226.
11. Dugstad, A. Effect of steel microstructure on corrosion rate and protective iron carbonate film formation / A. Dugstad, H. Hemmer, M. Seiersten // Mechanism of CO₂ corrosion. – Houston : NACE International, 2017. – P. 126–135.

ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПОКРЫТИЯ. СИНТЕЗ И СВОЙСТВА

Н. Е. Демиденко

Учреждение образования «Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины», Республика Беларусь

Научный руководитель В. В. Васькевич

В работе с использованием золь-гель метода разработаны режимы нанесения и установлены температурно-временные интервалы получения гидрофильных покрытий на основе соединений кремния, титана и циркония. Проведены исследования топографии поверхности пленок методом атомно-силовой микроскопии. С помощью метода сидячей капли проведены исследования краевого угла смачивания полученных гидрофильных пленок.

Ключевые слова: покрытия, золь-гель, механическая прочность, метод сидячей капли.

Тонкие пленки с гидрофильными свойствами в последнее время приобрели исключительное значение в самых разнообразных областях их применения как современной науки и техники, так и в быту [1]. Наибольший интерес представляют гидрофильные материалы с самоочищающимися и защитными свойствами. Такие покрытия используются для предохранения поверхности стекол зданий, транспорта от загрязнения, а также для предотвращения запотевания внутренних стекол зданий, сухопутного, воздушного и водного транспорта, зеркал.

Существует два основных метода получения покрытий: вакуумное осаждение из газовой фазы и химическое осаждение из растворов. Вакуумная технология имеет ряд недостатков, основными из которых являются дорогостоящее оборудование и большие энергозатраты. В последние годы метод химического осаждения из растворов стал широко использоваться в современной микроэлектронике, что обусловлено возможностью создания материалов сложного химического состава и структуры, получение которых методом газофазного осаждения затруднено или невозможно. В связи с этим метод химического осаждения из растворов представляется наиболее выгодным для получения покрытий.

Одним из прогрессивных методов получения гидрофильных покрытий является золь-гель метод, позволяющий синтезировать различные виды материалов при невысоких температурах. Этот метод обладает такими преимуществами, как простота используемого оборудования, экономичность, экологичность, гибкость технологии [2].

В ходе проведения исследований была подготовлена серия покрытий на основе соединений титана, циркония и кремния.

В качестве основных компонент пленкообразующих растворов использовали следующие металлоорганические соединения: тетраэтилортосиликат (ТЭОС), три-

этокси(октил)силан, пропоксид титана, этоксид титана и пропоксида циркония. В качестве растворителя использовали изопропиловый спирт. Для стабилизации растворов использовали азотную кислоту. Для созревания растворов их выдерживали при температуре окружающей среды (22 ± 2) °С в течение 2–3 дней. После созревания полученные пленкообразующие растворы наносили на подложки из стекла.

Для получения пленок требуемой толщины и хорошей однородности установлена корреляция между параметрами коллоидного раствора и скоростью вращения центрифуги. Установлено, что для получения покрытий толщиной ≈ 500 нм скорость вращений центрифуги составляет 1500 об/мин.

После нанесения все покрытия подвергали термообработке в два этапа: на первом этапе сушили при 200 °С в течение 20 минут для полного удаления физически адсорбированной воды и остатков органического растворителя; на втором этапе отжигали при температуре от 300 до 400 °С в течение 60 минут для окончательного формирования оксида.

Механическая прочность полученных тонких золь-гель пленок, нанесенных на стекло, может быть охарактеризована сопротивляемостью к истиранию. При этом пленка постепенно стирается, утончается и, наконец, снимается совсем. Если адгезия незначительная и плотность небольшая, то пленка снимается при малейшем прикосновении истирающего материала. По результатам исследования механических свойств установлено, что полученные покрытия обладают высокой механической стойкостью (> 5000 циклов).

Методом атомно-силовой микроскопии была исследована топография поверхности полученных пленок (рис. 1).

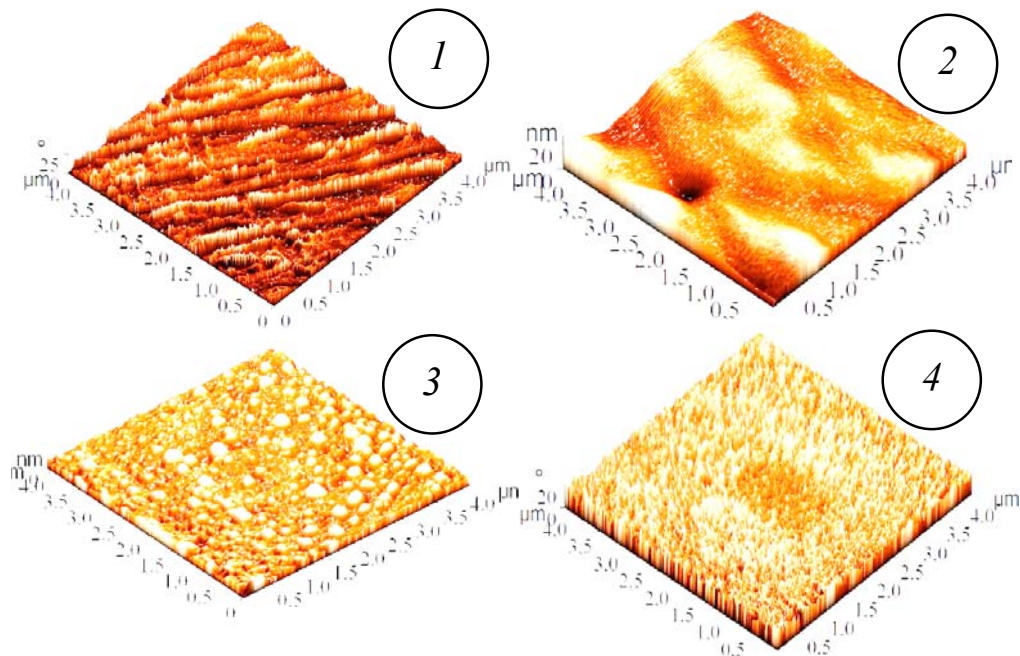


Рис. 1. Топография поверхности полученных покрытий:
1 – на основе пропоксида циркония; 2 – на основе ТЭОСа;
3 – на основе триэтокси(октил)силана; 4 – на основе этоксида титана

Результаты исследования топографии поверхности указывают на наличие глобул в покрытиях на основе триэтокси(октил)силана размером 700–800 нм, а высотой 60–80 нм. На поверхности образцов на основе соединений циркония образуются упорядоченные игольчатые структуры высотой 25–30 мкм.

На поверхности образцов на основе соединений этиоксида титана нет ярко выраженных изменений. Данные покрытия отличаются гладкостью. В образцах на основе пропоксида титана встречаются поры диаметром 6 нм в интервалах 400–500 нм.

Методом сидячей капли проведены исследования краевого угла смачивания полученных покрытий. С помощью дозатора на образцы наносили капли глицерина и воды по 0,5 мкл. Затем рассматривали капли под увеличительными микроскопами и фотографировали их в окуляре. Результаты исследования представлены в таблице.

Расчет краевого угла смачивания для капель воды

Номер образца	Основа золь	Рассчитанный угол θ для воды, градус	Рассчитанный угол θ для глицерина, градус
1	Без покрытия	63,7	76,4
2	ТЭОС	50,0	73,3
3	Этоксид титана	46,1	55,7
4	Пропоксид титана	34,1	46,4
5	Пропоксид циркония	31,9	43,3
6	Триэтокси(октил)силан + ТЭОС	43,2	59,5

По результатам исследования можно сделать вывод, что оптимальными гидрофильными свойствами (наименьшим углом смачивания) обладают покрытия на основе пропоксида циркония, прошедшие термообработку при температуре 300 °С в течение 60 минут.

В процессе проведенной работы была подготовлена серия образцов гидрофильных покрытий, определены оптимальные режимы нанесения и термообработки получаемых гидрофильных покрытий. Покрытия обладают высокой механической стойкостью (> 5000 циклов). Результаты исследования топографии поверхности методом АСМ указывают на наличие глобул, пор и игольчатых структур в полученных покрытиях.

Результаты исследования гидрофильных свойств показывают, что покрытия на основе пропоксида циркония имеют наименьший краевой угол смачивания ($\approx 32^\circ$). Покрытия на основе кремния не обладают должными гидрофильными свойствами, но их краевой угол меньше краевого угла капли находящейся на стекле без покрытия.

Литература

1. Золь-гель технологии в микро- и нанoeлектронике. – Режим доступа: <https://docplayer.com/210683701-Zol-gel-tehnologii-v-mikro-i-nanoelektronike.html>. – Дата доступа: 16.05.2022.
2. Синтез и исследование силикатных золь-гель-покрытий для микро- и нанoeлектронике. – Режим доступа: <https://docplayer.com/28910342-Sintez-i-issledovanie-silikatnyh-zol-gel-pokrytiy-dlya-mikro-i-nanoelektroniki.html>. – Дата доступа: 16.05.2022.