

Экспериментальные методики исследования полиорганосилоксанов

Зайцев А.А., Ярмоленко М.А.

Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины

Научный руководитель – Ярмоленко М.А., к.т.н., доцент, доцент кафедры радиофизики и электроники Гомельского государственного университета имени Франциска Скорины

В настоящее время кремнийорганические тонкие покрытия широко используются при решении сложных технических и технологических задач. Кремнийорганические покрытия, имеют комплекс высоких физико-механических свойств, поэтому создание на их основе композиционных систем, а также исследование, разработка методов и оптимизация технологических приемов их формирования является в наше время важной задачей. В работе описана методика исследования полиорганосилоксанов.

Ключевые слова: кремнийорганические покрытия, низкоэнергетичный поток, полиэтилен, макромолекулы, ИК - спектроскопия.

1. Введение

Кремнийорганические покрытия, обладают комплексом высоких физико-механических свойств, представляют огромный практический интерес, и разработка методов, оптимизация технологических приемов их формирования, создание на их основе композиционных систем является весьма актуальной задачей [1].

2. Методика подготовки образцов

В исследовании были изучены покрытия на основе кремнийорганической смолы (К42), сформированные диспергированием исходного олигомера низкоэнергетичным потоком электронов в условиях лазерного УФ ассистирующего воздействия.

В качестве материала мишени использовали порошки кремнийорганической смолы (олигометилфенилсилоксан, К42), политетрафторэтилена (ПТФЭ, ГОСТ 10007-80), полиэтилен низкой плотности (ПЭ, средневесовая молекулярная масса $M_w = 261530$, $M_w/M_n = 15,49$; плотность = $0,92 \text{ г/см}^3$), сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ, $M_w = 5 \cdot 10^6$; плотность = $0,93 \text{ г/см}^3$, Foresight Global FZE). Композиционное покрытие формировали воздействием низкоэнергетического потока электронов на механическую смесь кремнийорганического порошка с порошком высокомолекулярного соединения в различных массовых соотношениях 4:1; 2:1; 1:1. Порошки тщательно смешивали с помощью вибротельницы.

3. Технологический процесс и методика проведения эксперимента

Покрытия были осаждены из газовой фазы, формируемой воздействием на мишень низкоэнергетического потока электронов с энергией 800-1600 эВ и плотностью $0,01-0,03 \text{ А/см}^2$. Процесс осаждения покрытий производился в вакуумной камере при начальном давлении остаточных газов $\approx 4 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$. Температура подложек при осаждении тонких слоев соответствовала комнатной температуре. Анализу подвергались покрытия с одинаковой эффективной толщиной, определяемой кварцевым измерителем толщины. Предварительные исследования особенностей диспергирования кремнийорганических покрытий показали

постепенное снижение скорости осаждения тонкого слоя до нуля с увеличением продолжительности электронно-лучевого воздействия.

В работе анализу подвергались кремнийорганические слои, сформированные в начальный и конечный периоды диспергирования смолы. В качестве материала мишени использовался порошок кремнийорганической смолы (олигометилфенилсилоксан, К42), политетрафторэтилена (ПТФЭ, ГОСТ 10007-80), полиэтилен низкой плотности (ПЭ, средневесовая молекулярная масса $M_w = 261530$, $M_w/M_n = 15,49$; плотность = $0,92 \text{ г/см}^3$), сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ, $M_w = 5 \cdot 10^6$; плотность = $0,93 \text{ г/см}^3$, Foresight Global FZE).

Композиционное покрытие было сформировано воздействием низкоэнергетического потока электронов на механическую смесь кремнийорганического порошка с порошком высокомолекулярного соединения в различных массовых соотношениях 4:1; 2:1; 1:1. Порошки тщательно смешивали с помощью вибрмельницы.

Подложками при проведении ИК спектроскопии служили пластины NaCl, атомно-силовых исследований (АСМ) – пластины монокристалла кремния[2].

Термообработка сформированных покрытий осуществлялась в атмосфере воздуха при температуре 100, 200 и 300°C в течение 60 минут. Термообработку порошка исходной кремнийорганической смолы проходила в вакууме при следующих параметрах: давление – 10 Па, температура – 500°C, продолжительность – 60 минут.

ИК - спектроскопические исследования тонких сформированных покрытий, для пространственного микроскопического анализа с возможностями спектроскопического анализа химического состава, осуществлялось с использованием ИК-Фурье спектрофотометра Vertex-70 (Bruker)(рис.1).



Рис. 1. Спектрофотометр Vertex-70 (Bruker)

Оптическая система ИК-Фурье спектрометра VERTEX 70v вакуумирована, за счет чего достигается максимальная чувствительность в ближнем, среднем и дальнем инфракрасном диапазоне. Кроме того, исключено перекрытие слабых сигналов полосами поглощения воды или углекислого газа.

Смачиваемость покрытий оценивается измерением статического краевого угла смачивания их водой. Статические углы смачивания регистрировались при комнатной температуре с использованием Krüss DSA 100 гониометра (рис.2).



Рис. 2. Гониометр Krüss DSA 100

Krüss DSA 100 универсальный прибор для анализа всех типов процессов смачивания и нанесения покрытий. Конфигурируемый от базового устройства до полностью автоматического экспертного инструмента для специализированных решений измерений при высоких давлениях и измерений поверхностной реологии.

Каплю дистиллированной воды (5 мкл) наносится на поверхность покрытия. Для каждого образца проводится измерение не менее 10 капель. Погрешность измерений составляла $\pm 2^\circ$. Истирание модифицированной покрытиями бумаги осуществляли на возвратно - поступательном трибометре. В качестве индентора использовали хлопчатобумажную ткань, свернутую в виде рулона. После истирания на поверхность бумаги наносится капля воды. Краевой угол смачивания измеряется сразу после нанесения и после 15 минут выдержки.

Для нанесения покрытий использовалась вакуумная установка ВУ-2 МП. Установка предназначена для нанесения защитно-декоративных и упрочняющих покрытий на изделия из стекла, пластмассы и металла методом магнетронного распыления (рис. 3).



Рис. 3. Гониометр Krüss DSA 100

Технические характеристики: рабочее давление в вакуумной камере: 10-4 Па, напряжение магнетрона регулируемое: 1000 В, максимальный ток разряда: 1 А, скорость осаждения (не менее): 0.1 мкм/мин.

Список литературы

1. Рыбалко В.П., Использование ИК-спектроскопии для изучения строения полисилоксанов / В.П. Рыбалко, Б.И.Дьяченко, Е.И. Писаренко, В.В. Киреев // Пластические массы. – 2012. – №7. – С. 30 – 34.
2. Silicon-Containing Polymers. The Science and Technology of their Synthesis and Applications / R.G. Jones, W. Ando, J. Chojnowski. – London: Kluwer Academic Publishers, 2000. – 768 p.
© М.А. Ярмоленко, А.А. Зайцев, 2019