

ГИДРОФОБНЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ПЕРФТОРДОДЕЦИЛТРИХЛОРСИЛАНА

Покрытия на основе фторсодержащих органогалогенсиланов позволяют снижать коэффициент трения (k_f) и гидрофобизировать обработанные поверхности материалов различного функционального назначения и прецизионных узлов трения микроэлектромеханических устройств [1–4].

Цель работы – получение гидрофобных покрытий на основе перфтордодецилтрихлорсилана (ПЕДС) для увеличения гидрофобности и износостойчивости кремниевых поверхностей.

Гидролиз ПЕДС (Sigma-Aldrich, степень чистоты $\geq 97,0\%$) проводили в изопропиловом спирте с добавлением соляной кислоты. Продукт гидролиза сушили при давлении 10 мм рт. ст. в течение 36 ч.

Методами динамического и статического центрифугирования «spin coating» формировали покрытия из олигомеров ПЕДС (γ -ПЕДС) на кремниевых пластинах размером 1,0x1,5 см при вращении подложек со скоростью 1500 и 3000 об/мин на высокоскоростной центрифуге ЦС01 (НПО «Центр», Беларусь), используя растворы γ -ПЕДС в гексафторбензоле (Sigma Aldrich, чистота $\geq 99,0\%$) концентрацией 50 мг/мл. Покрытие ПЕДС также получали самоорганизацией вещества на кремнии из раствора в жидкости NovocTM 7200 (3М, Китай) концентрацией 1 мМ [4]. Морфологию и шероховатость (R_a) покрытий исследовали методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на микроскопе Nanoscope IIIA (Veeco Instrument, США). Условия сканирования: скорость – 3–5 Гц; стандартный кремниевый кантилевер с жесткостью 0,12 Н/м. Разрешение получаемых изображений составляло 512×512 точек. Толщину покрытий оценивали через дефект в их структуре, искусственно созданный кантилевером микроскопа.

Краевой угол смачивания (КУС) сформированных покрытий измеряли методом «неподвижной» капли дистиллированной воды объемом 3 мкл на приборе DSA100E (Kruss, Германия). Износостойкость покрытий изучали на трибометре возвратно-поступательного типа (ИММС им. В.А. Белого НАН Беларуси). Условия трибоиспытаний: приложенная нагрузка – 1,0 Н, индентор – стальной шарик диаметром 3,0 мм (сталь 95Х18), длина хода индентора – 3,0 мм, его ли-

нейная скорость – 4,0 мм/с. Тестирование образцов прекращали при достижении значений $k_f \sim 0,4$ [4].

Значение КУС водой кремниевой подложки после гидрофилизации составляет $5,0^\circ$ [5], после её обработки ПЕДС значение КУС увеличивается до $107,7^\circ \pm 3,3^\circ$. Покрытие из ПЕДС ($R_a \sim 8,6$ нм), полученное методом самоорганизации, представляет собой слой вещества, на котором располагаются частицы высотой от 77,0 до 98,0 нм самопроизвольно гидролизованного ПЕДС (рис. 1а), что свидетельствует об отсутствии образования однородного по толщине мономолекулярного слоя из ПЕДС. Наличие на кремниевой поверхности покрытия из г-ПЕДС, полученного центрифугированием (рис. 1б), позволяет достичь максимального значения КУС водой $\sim 110,3^\circ \pm 2,1^\circ$ (таблица 1).

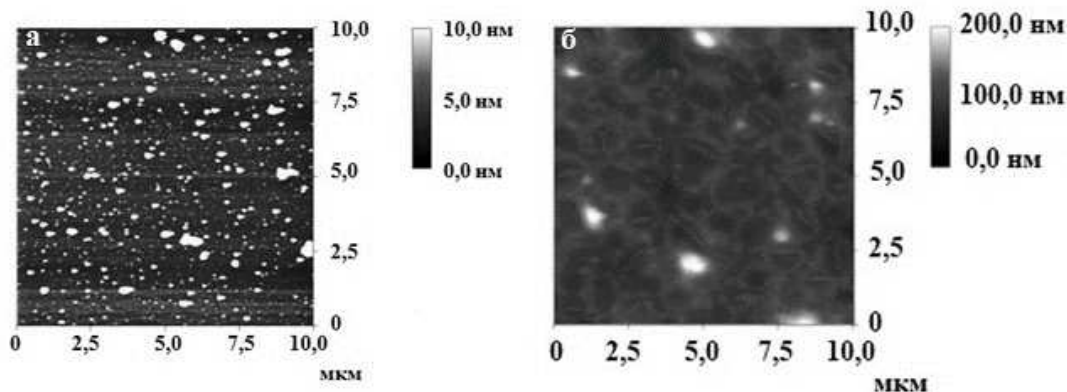


Рисунок 1 – АСМ-изображение покрытий на основе ПЕДС (а) и г-ПЕДС (б), полученных на кремнии методами самоорганизации и центрифугирования соответственно

Таблица 1 – Гидрофобные и трибологические свойства покрытий на основе г-ПЕДС

Скорость вращения подложки, об/мин	Способ получения покрытия	Значение R_a для поверхности с покрытием, нм	Толщина покрытия, нм	КУС, °	Число циклов скольжения, до достижения граничных условий эксперимента
1500	Динамический	11,4	$129,0 \pm 17,0$	$105,7 \pm 2,0$	$28,0 \pm 12,0$
3000	Динамический	8,0	$102,0 \pm 10,0$	$108,5 \pm 0,8$	$33,0 \pm 4,0$
3000	Статический	16,4	$185,0 \pm 35,0$	$110,3 \pm 2,1$	$83,0 \pm 26,0$

Наличие на кремниевой подложке покрытия из ПЕДС, полученного самоорганизацией, уменьшает значение k_f поверхности до $0,15$, материал покрытия удаляется из зоны контакта поверхностей после $10,0 \pm 1,0$ циклов скольжения (рис. 2). Обработка подложки г-ПЕДС позволяет уменьшить значение k_f до $0,09$ (рис. 2, кривая 5).

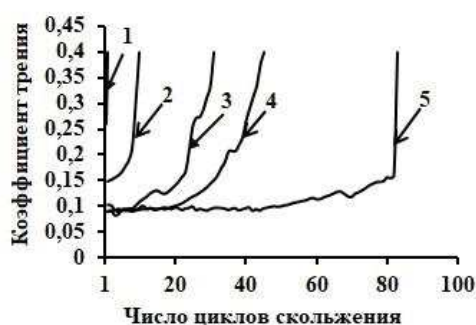


Рисунок 2 – Зависимость коэффициента трения от числа циклов скольжения: кремниевая поверхность (1); покрытие из ПЕДС, полученное самоорганизацией (2); покрытия на основе г-ПЕДС, сформированные динамическим (3, 4) и статическим центрифугированием (5)

Покрытие из г-ПЕДС, полученное статическим центрифугированием, обладает лучшими гидрофобными и трибологическими свойствами по сравнению со слоем ПЕДС, полученным самоорганизацией. Возможно, это связано с тем, что в процессе центрифугирования г-ПЕДС на подложке образуется более однородный по толщине слой олигомеров ПЕДС, нежели в процессе самоорганизации вещества, частично подвергшегося гидролизу [3].

Таким образом, методом центрифугирования на кремниевых поверхностях сформированы гидрофобные покрытия на основе олигомеров перфтордодecilтрихлорсилана, которые могут быть использованы в качестве защитных материалов в узлах трения микроэлектромеханических устройств.

ЛИТЕРАТУРА

1. Çakır, M. Investigation of Coating Performance of UV-Curable Hybrid Polymers Containing 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilane Coated on Aluminum Substrates / M. Çakır // *Coatings*. – 2017. – Vol. 7, № 3. – P. 1–12.
2. One-pot synthesis and self-assembly of anti-wear octadecyltrichlorosilane/silica nanoparticles composite films on silicon / M. Li [et. al.] // *Applied Surface Science*. – 2020. – Vol. 508. – P. 1–8.
3. Hydrophobic monolayer preparation by Langmuir–Blodgett and chemical adsorption techniques / K. Paso [et al.] // *Journal of Colloid and Interface Science*. – 2008. – Vol. 325, № 1. – P. 228–235.
4. Akulova, V.M. Formation and tribological properties of octacosanoic acid monomolecular Langmuir–Blodgett films / V.M. Akulova, A.E. Salamianski, I.G. Chishankov, V.E. Agabekov // *Soft Materials*. – 2021. – P. 1–18.
5. Preparation and tribological properties of self-assembled tetraethoxysilane/octadecyltrichlorosilane bilayer films / M. Li [et. al.] // *Surface Topography: Metrology and Properties*. – 2019. – Vol. 7. – P. 1–17.