

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ КОЛЛОИДНЫХ ПЛЁНОК ПОЛИСТИРОЛА

И.О. Азарнин, А.Р. Ибрагимов, Е.В. Панфилова, Л.Л. Колесник

АННОТАЦИЯ

В статье рассмотрена термообработка коллоидных плёнок полистирола. Получены и проанализированы образцы фотонных кристаллов после термической обработки. Продемонстрирована возможность укрепления полистирольных плёнок спеканием с образованием «мостиков». Предложены режимы для термообработки коллоидных плёнок полистирола диаметрами 300 и 500 нм.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

ТЕРМООБРАБОТКА, ФОТОННЫЕ КРИСТАЛЛЫ, КОЛЛОИДНЫЕ ПЛЁНКИ ПОЛИСТИРОЛА

STUDY OF THE PROCESS OF HEAT TREATMENT OF COLLOIDAL POLYSTYRENE FILMS

I.O. Azarnin, A.R. Ibragimov, E.V Panfilova, L.L. Kolesnik

ABSTRACT

The article discusses the heat treatment of colloidal polystyrene films. Samples of photonic crystals after heat treatment were obtained and analyzed. Conclusions are drawn about the possibility of strengthening polystyrene films by sintering with the formation of "bridges". Modes for heat treatment of colloidal polystyrene films with diameters of 300 and 500 nm are proposed.

KEYWORDS

HEAT TREATMENT, PHOTONIC CRYSTALS, COLLOIDAL POLYSTYRENE FILMS

ВВЕДЕНИЕ

Коллоидные плёнки полистирола представляют собой массив полимерных частиц, зачастую называемый фотонным кристаллом. Такие структуры крайне перспективны благодаря наличию фотонной запрещенной зоны – аналога запрещенной зоны в полупроводниках. Возможность контролировать с их помощью световой поток (пропускать или поглощать определенные спектры света) открывает большие возможности в оптике. Фотонные кристаллы могут быть использованы для создания световых каналов с большими изгибами, сортировки и разделения несколько световых потоков. Волноводы на основе фотонных кристаллов применяют для создания информационных сетей с высокой пропускной способностью.

Двумерные кристаллы (плёнки) на основе коллоидных пленок полистирола имеют выраженную фотонную запрещенную зону, однако, при этом обладают и существенным недостатком – прочность получаемых плёнок невысока, что приводит к появлению трещин, сколов и прочих повреждений при хранении или механическом воздействии. В данной работе нами предложен и исследован метод укрепления коллоидных плёнок полистирола с помощью термической обработки.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Для последующей термообработки были получены образцы плёнок полистирола на основе частиц полистирола 300 нм и 500 нм. В качестве подложек был использован кремний, заранее очищенный ультразвуковой ванне «Водолей» в три этапа: в ацетоне, в спирте и в деионизированной воде. Пленки были получены методом spin-coating в центрифуге ELMi CM-6M (рис. 1, 2). Он основан на формировании массива частиц из небольшого количества раствора под действием горизонтально действующей центробежной силы на подложке, расположенной на оси центрифуги.

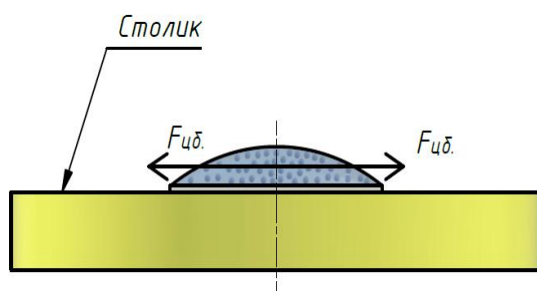


Рис. 1. Схема получения плёнки полистирола



Рис. 2. Центрифуга ELMi CM-6M

Создание коллоидных плёнок полистирола было ступенчатым – в три этапа. Первый этап был необходим для равномерного распределения раствора по площади подложки. Это позволило уменьшить угол смачивания и избежать смывание раствора с поверхности подложки на столик. Второй этап – формирование плёнки полистирола под действием центробежной силы - являлся основным. Третий этап представлял собой сушку участков с повышенной концентрацией раствора, которые не были высушены во время предыдущего этапа. Режимы центрифуги приведены в следующей таблице:

Режимы spin-coating Таблица 1.

| Диаметр частиц | Распределение раствора | Формирование ФК | Сушка ФК |
|----------------|------------------------|-----------------|-------------|
| 300 нм | 200~400 об/мин | 500 об/мин | 1000 об/мин |
| 500 нм | 300~500 об/мин | 800 об/мин | 1300 об/мин |

Для термообработки использовалась установка, разработанная на кафедре МТ11 МГТУ им. Н.Э. Баумана. Принципиальная вакуумная схема и общий вид установки приведены на рисунке 3.

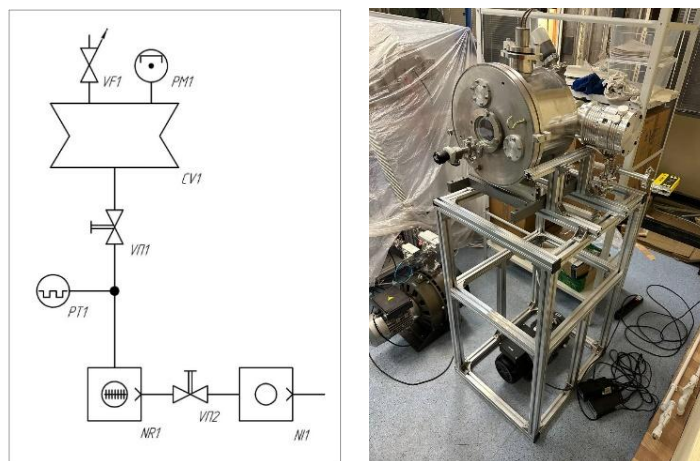


Рис. 3. Принципиальная вакуумная схема и общий вид установки

После термообработки был проведен анализ влияния входных параметров эксперимента на величину фотонной запрещенной зоны по спектрам отражения, полученным на спектрофотометре до и после нагрева. Помимо температуры, времени нагрева и диаметра частиц, было изучено влияние рабочего давления и способа нагрева подложки (вместе с подложкодержателем или на заранее прогретом подложкодержателе). По результатам анализа спектров значимыми факторами были обозначены температура, время и диаметр частиц. Для дальнейшего исследования был проведён дополнительный эксперимент: были получены новые образцы и их снимки СЭМ, и спектры отражения. Полученные снимки СЭМ были проанализированы в программном обеспечении ImageJ, в котором был определён характерный размер полученной структуры.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе двух экспериментов были получены 20 образцов (по 10 для каждого эксперимента). Для каждого образца получены спектры отражения до и после термообработки, для образцов 11-20 также были получены и проанализированы СЭМ изображения. Режимы получения образцов представлены в Таблицу 2.

Характеристики образцов Таблица 2.

| Номер образца | Температура | Диаметр частиц | Рабочее давление | Время | Способ нагрева |
|-----------------|-------------|----------------|------------------|---------|------------------------------|
| 1 | 50 °С | 300 нм | Атмосфера | 5 минут | Вместе с п/д ¹ |
| 2 | 50 °С | 500 нм | Атмосфера | 5 минут | Вместе с п/д ¹ |
| 3 | 50 °С | 300 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 4 | 50 °С | 500 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 5 | 75 °С | 300 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 6 | 75 °С | 500 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 7 | 75 °С | 300 нм | Вакуум | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 8 | 75 °С | 500 нм | Вакуум | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 9 | 80 °С | 300 нм | Атмосфера | 5 минут | Вместе с п/д ¹ |
| 10 | 90 °С | 500 нм | Атмосфера | 5 минут | Вместе с п/д ¹ |
| 11 ² | 80 °С | 300 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 12 ² | 90 °С | 500 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |

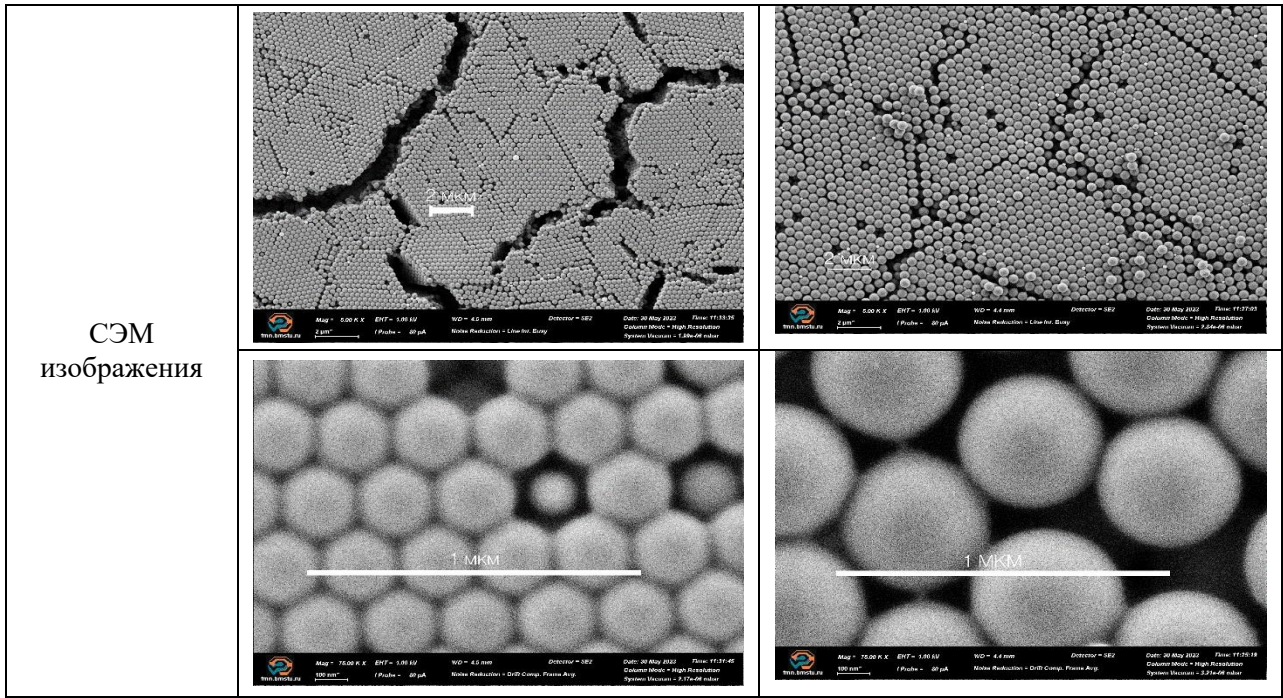
| | | | | | |
|-----------------|--------|--------|-----------|----------|------------------------------|
| 13 ² | 100 °С | 300 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 14 ² | 100 °С | 500 нм | Атмосфера | 5 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 15 ² | 80 °С | 300 нм | Атмосфера | 7 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 16 ² | 80 °С | 300 нм | Атмосфера | 10 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 17 ² | 85 °С | 300 нм | Атмосфера | 7 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 18 ² | 85 °С | 300 нм | Атмосфера | 10 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 19 ² | 90 °С | 300 нм | Атмосфера | 7 минут | Отдельно от п/д ¹ |
| 20 ² | 90 °С | 300 нм | Атмосфера | 10 минут | Отдельно от п/д ¹ |

1 - п/д – подложкодержатель

В таблице 3 приведены некоторые спектры и снимки СЭМ для полученных образцов. После изучения СЭМ изображений образцов второго эксперимента нами были замечены так называемые «мостики» между частицами. Именно эти «мостики», предположительно, играют основную роль при упрочнении полистирольных плёнок. Их ширина увеличивается при увеличении температуры, а также времени термообработки.

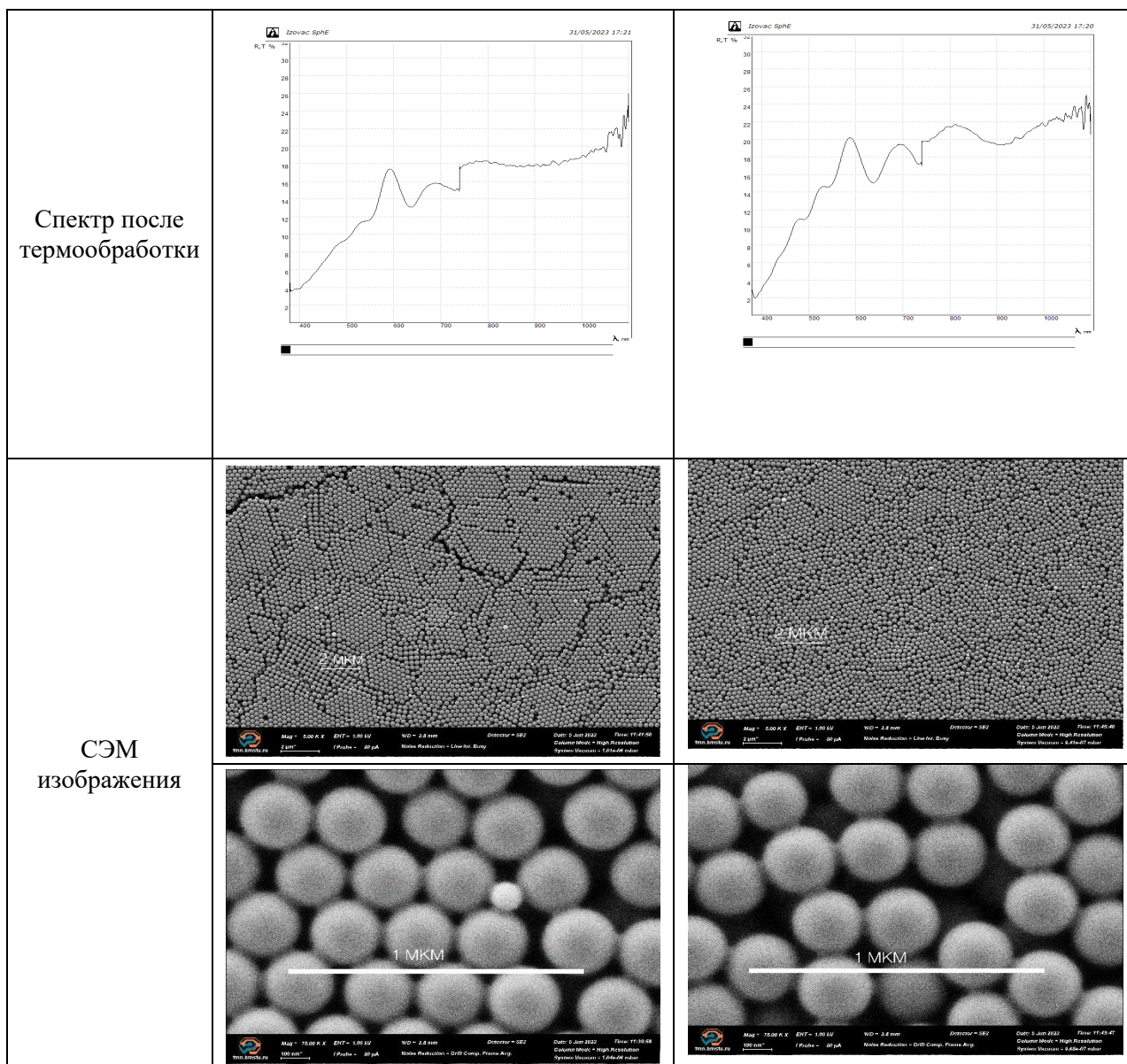
Результаты исследования образцов Таблица 3.

| Номер образца | 13 | 14 |
|-----------------------------|----|----|
| Спектр до термообработки | | |
| Спектр после термообработки | | |



(Продолжение). Результаты исследования образцов Таблица 3

| Номер образца | 17 | 18 |
|--------------------------|----|----|
| Спектр до термообработки | | |



С ростом температуры, растёт и характерный размер частиц в структуре фотонного кристалла, а также меняется форма полистирольных сфер. При достаточно высоких температурах это может привести к «наплыву» частиц друг на друга и формированию шестигранной структуры (как на СЭМ снимке 13 образца, таблица 3). В такой структуре явление дифракции Брэггов-Вульфа не наблюдается, соответственно, отсутствует фотонная запрещенная зона, а следовательно, и существовать фотонная запрещенная зона.

Стоит отметить, что диаметр частиц сильно влияет на диапазон температур, при которых образуются достаточно широкие для упрочнения «мостики», но при этом не нарушается структура. Для частиц диаметром 300 нм нами был получен оптимальный диапазон температур 80~90 °С при времени нагрева не более 10 минут. Однако, для частиц полистирола диаметром 500 нм, нижний порог нагрева находится выше 100 °С и по результатам эксперимента, он обнаружен не был. Важно упомянуть, что воздействие чрезмерно высоких температур может привести к растрескиванию структуры (рис. 4).

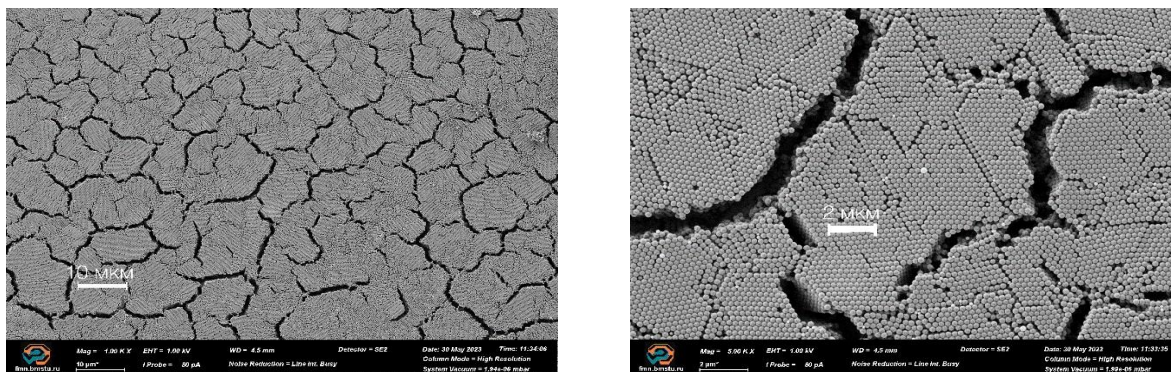


Рис. 4. Повреждённая плёнка полистирола (образец 13)

Проверка на прочность была проведена методом надрезов с помощью пинцета. Повреждения, оставляемые на необработанной структуре, были более объёмные – фрагменты пленки легко отслаивались, образуя хлопья. После термообработки характер повреждений напоминал мелкие царапины, отслаивания не наблюдались.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, нами была предложена технология получения бездефектных коллоидных плёнок на основе полистирола на сантиметровой площади поверхности. Фотонные кристаллы на основе коллоидного полистирола после термообработки имеют лучшие прочностные показатели, чем необработанные структуры.

Такие плёнки могут использоваться при создании как «обычных» фотонных кристаллов, так и фотонно-кристаллических гетероструктур, которые в свою очередь лежат в основе более сложных оптических устройств.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Паршин, А. Смирнов, М. Шмаков Очистка поверхности пластин и подложек // Технологии в электронной промышленности. – 208. – №5 (25). – С.76-80.
2. Е.В. Панфилова, Н.А. Гришаев Отработка и исследование процесса получения фотонно - кристаллических пленок методом центрифугирования // Инженерный журнал: наука и инновации, 2021, №4, С.1-15
3. Медведева О.М., Минько К.Р., Ибрагимов А.Р. и др. Разработка технологии и оснастки для получения фк коллоидных структур методом центрифугирования // Научно-техническая конференция «Перспективные материалы и высокоэффективные процессы обработки». – 2022. – С.156-159.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

И.О.Азарнин, Студент, МГТУ им. Н. Э. Баумана, г. Москва, (ORCID: 0009-0005-6278-3324), azarnin.ilya@mail.ru

А.Р.Ибрагимов, Аспирант, МГТУ им. Н. Э. Баумана, г. Москва, (ORCID: 0000-0001-9689-1837), ibragimovar@bmstu.ru

Л.Л.Колесник, Доцент, кандидат технических наук, МГТУ им. Н. Э. Баумана, г. Москва, kolesnik@bmstu.ru

Е.В.Панфилова, Доцент, кандидат технических наук, МГТУ им. Н. Э. Баумана, г. Москва, (ORCID: 0000-0001-7944-2765), panfilova.e.v@bmstu.ru