

УДК 537.533.9

А.В. Казаков, А.С. Смаилов, В.А. Бурдовицин, А.В. Медовник, Е.М. Окс

Структура поверхности полипропилена при облучении импульсным электронным пучком в форвакуумном диапазоне давлений

Представлены экспериментальные исследования по модификации поверхности полипропилена импульсным электронным пучком в форвакуумном диапазоне давлений. Установлено, что под действием пучка электронов на поверхности образцов образуются одинаково ориентированные холмы и впадины. Степень изменения поверхности и ее структуры зависят от вводимой в образец энергии. Измерения смачиваемости поверхности продемонстрировали, что капля жидкости растекается преимущественно вдоль холмов и впадин.

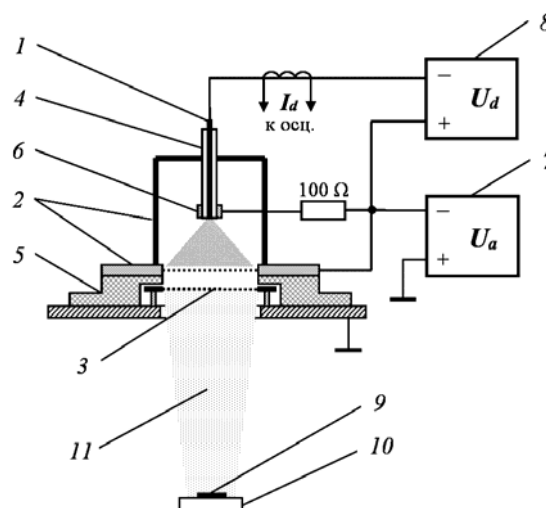
Ключевые слова: плазменный источник электронов, форвакуумный диапазон давлений, облучение полимеров, полипропилен.

Электронные пучки с энергией в несколько мегаэлектронвольт успешно применяются для улучшения прочностных характеристик полиэтилена и полипропилена [1]. Длина свободного пробега электронов с такими энергиями составляет несколько миллиметров, что позволяет модифицировать объемные свойства труб, листовых материалов, оболочек кабелей. Не менее привлекательной представляется модификация приповерхностных слоев, что может быть обеспечено использованием пучков с энергией в единицы и десятки килоэлектронвольт. При этом, однако, возникает проблема неконтролируемого накопления заряда на поверхности диэлектрика. К сожалению, в существующих работах по электронной модификации полимеров [2] эта проблема не обсуждается. В то же время в наших работах показано, что при облучении диэлектрика в высоком вакууме его потенциал достигает значений, сравнимых с ускоряющим напряжением электронного источника. Это не может не сказаться на характере взаимодействия электронов с полимером. Проблема зарядки поверхности диэлектрика успешно решается применением так называемых форвакуумных электронных источников [3], способных формировать электронный пучок при давлениях в единицы и десятки паскалей [4]. В этом случае плазма, образуемая электронным пучком на пути его распространения, обеспечивает стекание заряда на заземленные стенки вакуумной камеры. Цель настоящей работы состояла в исследовании возможности применения форвакуумного электронного источника для поверхностной модификации полимеров на примере полипропилена.

Описание экспериментальной установки и методики эксперимента. Эксперименты по облучению полипропилена электронным пучком проводились на установке, схема которой представлена на рис. 1. Более подробно устройство и принцип работы плазменного источника электронов описаны в [5]. Конструкция плазменного источника электронов на основе дугового разряда включает в себя стержневой катод 1, полый анод 2, в основании которого выполнено эмиссионное окно, и экстрактор 3. Электрическая изоляция катода осуществляется с помощью керамического изолятора 4, а капролоновый изолятор 5 обеспечивает разделение электродов ускоряющего промежутка (анода и экстрактора). Зажигание дуги осуществлялось вспомогательным разрядом по поверхности керамики между катодом 1 и поджигающим электродом 6. Источник работал при постоянном напряжении на ускоряющем промежутке, подача которого обеспечивалась блоком питания 7. Для зажигания в разрядной области дуги с катодным пятном использовался импульсный генератор 8, вырабатывающий одиночные импульсы тока амплитудой до 60 А. Длительность импульса тока изменялась в диапазоне от 100 до 350 мкс. Ток эмиссии, амплитуда которого достигала 30 А, оценивался по сигналу с импульсного трансформатора тока в цепи питания ускоряющего промежутка. Ускоряющее напряжение во всех экспериментах составляло 8 кВ. Облучаемый материал был подготовлен в виде пластин ориентированного полипропилена марки ПП 21030-16N толщиной 1 мм и размером 10×15 мм². Образцы полимера 9 размещались на держателе 10, прикрываемом заслонкой, которая была необходима для предотвращения попадания электронного пучка 11 в процессе «тренировки» и выхода источника на необходимую мощность. Облучение образцов проводилось одиночными им-

пульсами. Морфология поверхности изучалась методами растровой электронной микроскопии на приборе «Hitachi TM-1000» и атомно-силовой микроскопии на приборе «Solver HV». Гидрофобные свойства поверхности оценивались по измерению краевого угла методом растекающейся капли.

Рис. 1. Схема экспериментальной установки:
 1 – катод; 2 – анод; 3 – экстрактор; 4 – керамический изолятор; 5 – капролоновый изолятор;
 6 – поджигающий электрод; 7 – блок питания ускоряющего напряжения; 8 – блок питания разряда; 9 – образец; 10 – держатель;
 11 – электронный пучок



Результаты. Экспериментально установлено, что существует порог энергии импульса тока, ниже которого поверхность не испытывает заметных изменений. По мере увеличения вводимой энергии поверхность полипропилена все более преобразуется, и при достижении $2,0 \text{ Дж/см}^2$ на ней проявляются одинаково ориентированные протяженные холмы, разделенные впадинами (рис. 2, а). Изображения, полученные с помощью атомно-силового микроскопа (рис. 2, б), позволили оценить перепад высот между холмами и впадинами. Перепад возрастает от $1\text{--}2 \text{ мкм}$ при плотности энергии пучка $2,0 \text{ Дж/см}^2$ до 5 мкм и более при энергии импульса свыше $4,8 \text{ Дж/см}^2$. Кроме того, энергия импульса влияет на изменение расстояния между соседними холмами. При увеличении плотности энергии пучка с $4,8$ до $7,0 \text{ Дж/см}^2$ расстояние изменяется с $10\text{--}12 \text{ мкм}$ (рис. 2, а) до $25\text{--}30 \text{ мкм}$ (рис. 3, а) соответственно. В то же время уноса вещества в пределах точности измерений (1 мг) обнаружено не было.

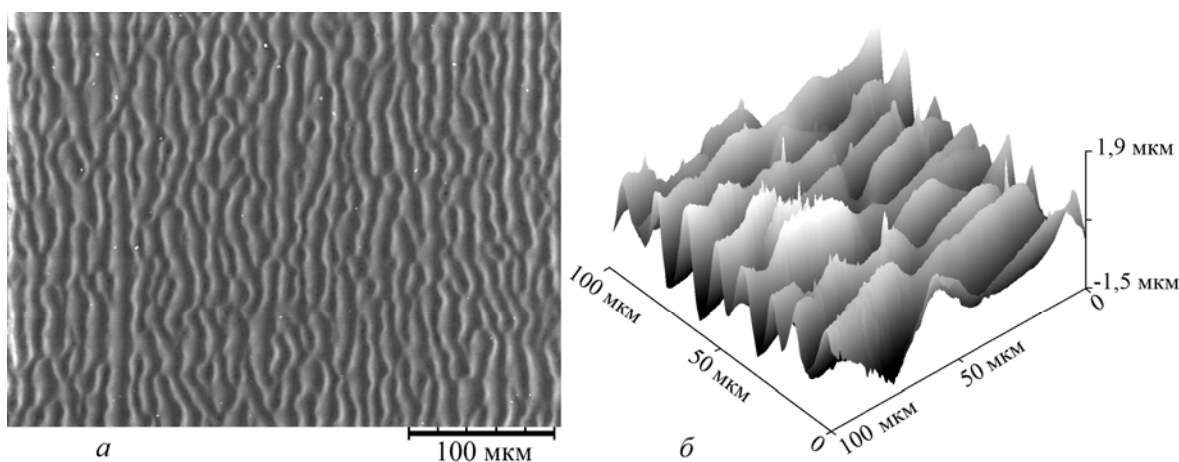


Рис. 2. Микрофотография (а) и трехмерный вид (б) поверхности облученного полимера ($4,8 \text{ Дж/см}^2$)

Качественный эксперимент по сравнению воздействия электронного пучка на металл (алюминий) и полимер показал, что формируемые под действием пучка структуры на поверхностях данных материалов имеют существенные отличия (рис. 3). Так, предварительно отполированная до зеркального состояния поверхность алюминия после воздействия пучка приобретает «чешуйчатую» структуру, а на поверхности полимера, как уже говорилось ранее, проявляются одинаково ориентированные протяженные холмы и впадины. Поскольку основной эффект воздействия электронных пучков средних энергий на материалы состоит в их нагреве [6], то наиболее вероятной причиной наблюдаемого изменения морфологии поверхности представляется расплавление приповерхностного слоя с последующим затвердеванием за времена, сопоставимые с длительностью импульса.

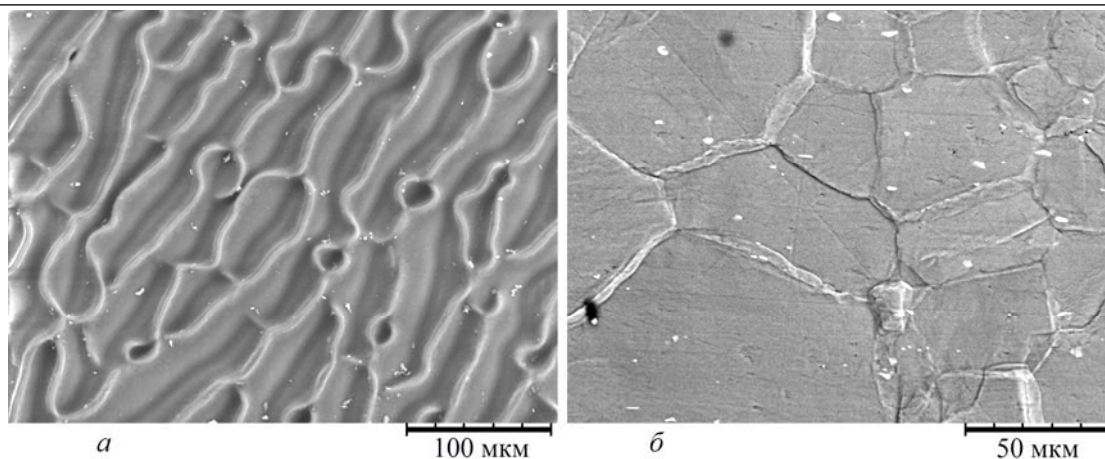


Рис. 3. Микрофотографии облученных поверхностей полимера ($7,0 \text{ Дж/см}^2$) (а) и алюминия (б)

Измерение краевых углов θ смачивания поверхности методом растекающейся капли показало, что динамика изменения угла зависит от ориентации холмов и впадин на поверхности полимера. В таблице представлены динамика изменения ширины d и высоты h капли воды, а также изменение краевых углов θ в течение 5 мин. Было выявлено, что капля воды преимущественно растекалась вдоль ориентации впадин, о чем свидетельствует увеличение основания (ширины) вдоль впадин с течением времени, в то время как ширина капли поперек впадин оставалась практически неизменной. Вдоль холмов и впадин краевые углы заметно уменьшаются в среднем в 1,2 раза, в то же время поперек холмов угол также уменьшается, однако данное изменение, главным образом, связано с уменьшением высоты капли h за счет продольного растекания при неизменной ширине.

Динамика изменения параметров капли (плотность энергии импульса $6,0 \text{ Дж/см}^2$)

t , мин	Вдоль холмов и впадин			Поперек холмов и впадин		
	d , усл. ед.	h , усл. ед.	θ , град	d , усл. ед.	h , усл. ед.	θ , град
0	6,1	2,5	78,68	5,0	2,5	90,00
1	6,2	2,5	77,77	5,0	2,5	90,00
3	6,4	2,3	71,41	5,0	2,3	85,23
5	6,8	2,2	65,81	5,0	2,2	82,70

Закключение. Экспериментальные исследования показали, что облучение полипропилена импульсным электронным пучком в форвакуумном диапазоне давлений позволяет изменять структуру его поверхности. Под действием электронного пучка на поверхности образуются вытянутые холмы и впадины. Установлено, что смачиваемость поверхности зависит от направления холмов и впадин, и капля жидкости преимущественно растекается вдоль впадин.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 13-08-98087 и гранта Президента РФ МК-2253.2014.8.

Литература

- Гордиенко В.П. Радиационное модифицирование композиционных материалов на основе полиолефинов. – Киев: Наук. думка, 1986. – 176 с.
- XPS and AFM surface study of PMMA irradiated by electron beam / R. Nathawat, A. Kumar, N.K. Acharya, Y.K. Vijay // Surface & Coatings Technology. – 2009. – Vol. 203, No. 17. – P. 2600–2604.
- Потенциал диэлектрической мишени при ее облучении импульсным электронным пучком в форвакуумном диапазоне давлений / В.А. Бурдовицин, А.В. Медовник, Е.М. Окс, Е.В. Скробов, Ю.Г. Юшков // Журнал технической физики. – 2012. – Т. 82, вып. 10. – С. 103–108.
- Климов А.С. Особенности функционирования плазменного электронного источника при повышенных давлениях / А.С. Климов, А.С. Жигалкина, В.А. Бурдовицин // Доклады ТУСУРа. – 2011. – № 2 (24), ч. 2. – С. 157–160.
- Форвакуумный импульсный плазменный источник электронов на основе дугового разряда / А.В. Казаков, В.А. Бурдовицин, А.В. Медовник, Е.М. Окс // Приборы и техника эксперимента. – 2013. – Вып. 6. – С. 50–53.

6. Электронно-лучевая обработка материалов / В.Н. Алехнович, А.В. Алифанов, А.И. Гордиенко, И.Л. Поболь. – Минск: Белорусская наука, 2006. – 319 с.

Казаков Андрей Викторович

Аспирант каф. физики ТУСУРа

Тел.: 8-923-413-39-95

Эл. почта: kazakov89@sibmail.com

Смаилов Алмас Серикович

Студент каф. электронных приборов ТУСУРа

Тел.: 8-952-896-79-99

Эл. почта: postulatcz@mail.ru

Бурдовицин Виктор Алексеевич

Д-р техн. наук, профессор каф. физики ТУСУРа

Тел.: (382-2) 41-33-69

Эл. почта: burdov@fet.tusur.ru

Медовник Александр Владимирович

Канд. техн. наук., доцент каф. физики ТУСУРа

Тел.: 8-913-802-94-86

Эл. почта: medovnikav@mail.ru

Окс Ефим Михайлович

Д-р техн. наук, профессор, заведующий каф. физики ТУСУРа

Тел.: (382-2) 41-47-12

Эл. почта: oks@fet.tusur.ru

Kazakov A.V., Smailov A.S., Burdovitsin V.A., Medovnik A.V., Oks E.M.

The surface structure of polypropylene irradiated by pulsed electron beam in the fore-vacuum pressure range

The results of experimental study of polypropylene surface modification by pulsed electron beam in the fore-vacuum pressure range are presented. It is found out that under the irradiation by electron beam similarly oriented knolls and valleys are formed on the polypropylene surface. The degree of surface modification and its structure depend on the input power into the sample. Measurement of the surface wettability showed that the liquid droplet spreads mainly along the knolls and valleys.

Keywords: plasma electron source, fore-vacuum pressure range, modification of polymers, polypropylene.