



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

262 041

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 06 87
(21) PV 4868-87.R

(51) Int. Cl.

C 09 D 3/82,
C 08 F 2/50,
C 08 J 3/28

(40) Zveřejněno 15 07 88
(45) Vydáno 2.1.1990

(75)
Autor vynálezu

POLA JOSEF RNDr. CSc.,
CHVALOVSKÝ VÁCLAV dr. ing. DrSc., člen korespondent ČSAV, PRAHA,
VOLNINA ELVIRA A. ing. CSc.,
GUSELNIKOV LEONID E. DrSc., MOSKVA (SU)

(54)

Způsob nanášení organokřemičitého polymeru laserem indukovaným
rozkladem 1-metyl-1-silacyklobutanu z plynné fáze

Způsob depozice organokřemičitého polymeru na pevné povrchy z plynné fáze spočívající v tom, že depozice polymeru se uskutečňuje v důsledku rozkladu 1-metyl-1-silacyklobutanu iniciovaného zářením kontinuálního CO₂ laseru v přítomnosti fluoridu sírového jako senzibilizátoru. Způsob je významný především tím, že umožňuje provádět tepelně iniciovanou polymerizaci v plynné fázi ve studených reakčních nádobách a že může být využit pro přípravu tenkých vrstev na površích z tepelně nestabilních materiálů, při přípravě komponent pro mikroelektroniku a pro přípravu membrán pro separační procesy.

282 041

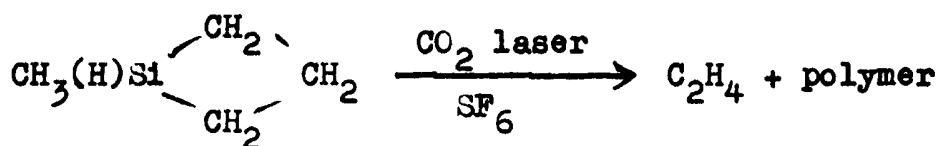
Vynález se týká nanášení organokřemičitého polymeru laserem indukovaným rozkladem 1-metyl-1-silacyklobutanu z plynné fáze.

Je známo, že tenké (0,1 až 1 μm) vrstvy polymerů mohou sloužit při přípravě mikroelektronických komponent a nacházejí též velmi široké uplatnění v membránových separačních procesech (Chem. Eng. 5, 329 (1982); Chem. Eng. Process 1986, 23; Chem. Eng. 1984, 64; J. Membrane Sci. 8, 233 (1981)).

Dosavadní, tradiční techniky přípravy tenkých vrstev polymerů spočívají v provedení polymerizačních reakcí v tenké vrstvě kapalného monomeru. Pro iniciaci těchto polymerizací se používá katalyzátorů, tepelné energie nebo UV či γ -záření.

Potenciálním zdrojem inertních polymerů jsou i silacykloalkany. Z nich byly dosud nejvíce studovány silacyklobutany, které účinkem tepla a UV záření podléhají primárnímu rozkladu na etylen a silaetylen (Chem. Rev. 79, 524, 1979; Organometallics 3, 918, 1984) a následné di-, oligo- či polymerizaci silaetylenů (J. Organometal. Chem. 201, 363 (1980); J. Am. Chem. Soc. 97, 1957 (1975); J. Phys. Chem. 82, 1203 (1978)). Polymerizační reakce probíhají i při rozkladu silacyklobutanů iniciovaném zářením, i.č. laserů (J. Chem. Soc., Chem. Commun. 1981, 915). V dosud uvedených případech však představují minoritní reakci silaetylenů, které podléhají převážně cyklodimerizaci. Vysoké konverze na polymer bylo dosaženo pouze v případě tepelného rozkladu silacyklobutanu (J. Am. Chem. Soc. 97, 1957 (1975)). Během tepelně iniciovaných rozkladů však dochází k nanášení polymeru na horký povrch reaktoru.

Způsob přípravy tenkých vrstev organokřemičitého polymeru podle vynálezu využívá skutečnosti, že tepelný rozklad 1-metyl-1-silacyklobutanu indukovaný kontinuálním CO_2 laserem v přítomnosti senzibilizátoru (SF_6) probíhá při vhodné intenzitě záření a vhodných koncentracích výše uvedených sloučenin výhradně podle



a pevný polymer se přitom deponuje na studené stěny reakční nádoby.

Typický laser poskytující uspokojivé výsledky je kontinuální $\text{CO}_2\text{-N}_2\text{-He}$ laser o výkonu vyšším než 5 W pracující na vlnové délce 9,8 až 10,8 μm , jehož záření je fokusováno. 1-Metyl-1-silacyklobutan lze ozařovat ve vhodné kovové nebo skleněné nádobě, opatřené vstupním okénkem z materiálu propouštějícího záření (NaCl, KBr, Ge a pod.).

Pevný bílý polymer vznikající tímto laserem indukovaným rozkladem 1-metyl-1-silacyklobutanu je inertní vůči organickým rozpouštědlům a nerozpouští se v nich. Je též stabilní na vzduchu. Ve vakuu se nerozkládá do teploty přinejmenším 300°C. Jeho infračervená spektra (absorpční pásy 2900 až 2950, 2100, 1240, 1020 a 820 cm^{-1}) nasvědčují, že obsahuje Si-CH_3 , $\text{Si-CH}_2\text{-Si}$ a Si-H uskupení. Struktura polymeru je určována přednostně probíhající isomerizací



Obě tyto species byly dokázány záchytem 1,3-butadienem jako 1,1-dimetyl-1-silacyklopentenem a 1-metyl-1-silacyklohexen-(3) hmotnostní spektroskopií.

Uvedený způsob přípravy organokřemičitého polymeru umožňuje deposici polymeru na studené povrchy a je významný především tím, že může najít uplatnění při přípravě komponent pro mikroelektroniku a při přípravě membrán (zvláště asymetrických) pro separační procesy.

Příklad 1

Nádoba válcového tvaru o délce 10 cm a vnitřním průměru 4 cm, opatřená dvěma NaCl okénky propustnými pro záření CO_2 laseru a ventilem, je napuštěna směsí 1-metyl-1-silacyklobutanu (2,67 kPa) a fluoridu sírového (0,67 kPa) a ozařena fokusovaným laserovým svazkem (linie P(20) 10,6 μm přechodu) po dobu 2 minut. Po několikanásobném opakování tohoto postupu lze pozorovat deposici polymeru na stěnách reaktoru, přičemž tloušťku jeho vrstvy lze odhadnout po jediném ozaření na 0,7 μm .

Příklad 2

282 041

Do reaktoru uvedeném v příkladu 1 bylo umístěno 5 kovových povrchů (1 cm^2). Za podmínek uvedených v příkladu 1 dochází k deposici polymeru na těchto površích.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob nanášení organokřemičitého polymeru laserem indukovaným rozkladem 1-metyl-1-silacyklobutanu z plynné fáze, vyznačený tím, že se polymer vytváří rozkladem 1-metyl-1-silacyklobutanu iniciovaným zářením kontinuálního CO_2 laseru v přítomnosti fluoridu sírového jako senzibilátoru.