

VISUALISIERUNG VON NANOSTRUKTUREN IN POLYMERKOMPOSITEN

BMWi INNO-KOM-Ost VF 130042 | Laufzeit: 02.2014 – 05.2016 | Kristin Trommer, FILK Freiberg

Categories: Methods/Processes Material Characterization

PROJEKTZIEL

Ziel des Forschungsvorhabens war es, die Möglichkeiten der Rasterkraftmikroskopie (AFM) speziell für die Visualisierung von Nanopartikeln, die in realen Polymermassen eingebettet sind, zu nutzen und zu optimieren.

LÖSUNGSWEG

Es wurde eine geeignete Probenpräparation für die Polymere als pastöse sowie verfestigte Masse erarbeitet, die eine Visualisierung der real vorliegenden Strukturen ermöglicht. Pastöse Massen können optimal durch Ausstreichen auf einem ebenen, festen Träger präpariert werden. Das Spin-Coating-Verfahren ist hingegen nicht geeignet. Verfestigte Polymere können sowohl mittels Mikrotom- als auch Gefriermikrotomschnitt präpariert werden. Voraussetzung für qualitativ hochwertige AFM-Aufnahmen sind dünne Schnitte bis 10 µm Schichtdicke.

ERGEBNISSE

Durch Kombination unterschiedlicher Messmodi wurden folgende Erkenntnisse erhalten:

- Proben mit stark blockender Oberfläche (z. B. bei Silicon) sind mit der AFM-Technik nicht messbar, da der Cantilever an der Oberfläche anhaftet.
Nanopartikel sind eindeutig in der Polymermatrix identifizierbar. Für elektrisch leitfähige Strukturen können sichere Aussagen zur Struktur und Verteilung der Partikel durch Auswertung der Phasenverschiebung zwischen Anregungsfrequenz und tatsächlicher Cantileverbewegung (Phasenbild) in Kombination mit dem Conductive Mode getroffen werden. Für magnetische Partikel ist die Kombination von Phasenverschiebung mit Magnetic Force Measurements (MFM) optimal.
- Es konnte nachgewiesen werden, dass die CNT durch die Aufbereitung der Massen in einem kleinen Walzenspalt aus den Agglomeraten exfoliert und partiell ausgerichtet werden. Je höher die Kraftein-

wirkung im Walzenspalt, umso stärker werden die langgestreckten Strukturen zerteilt. Makroskopisch äußert sich das in einer Verringerung der elektrischen Leitfähigkeit des Materials. Es wurden Wechselwirkungen zwischen fadenförmigen CNT-Strukturen und näherungsweise sphärischen Rußpartikeln nachgewiesen. Derartige synergistische Effekte führen zu einer signifikanten Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit.

- Die Größen der Partikelagglomerate sowie der Primärpartikel sind messbar.
- Eine Beurteilung der Homogenität der Partikelverteilung in Abhängigkeit von der Rezeptur oder der Masseaufbereitung ist möglich.

Bei wässrigen PU-Dispersionen wurden in Abhängigkeit vom Dispergieradditiv verschiedene Polymerstrukturen beobachtet. Aufgrund dieser Beobachtung kann davon ausgegangen werden, dass AFM-Aufnahmen auch zur Untersuchung der Koaleszenz der Polymerpartikel in Dispersionen geeignet sind. Im Rahmen des Projektes wurden die Grundlagen erarbeitet, um mit einem vergleichbar geringen Aufwand nanopartikuläre Strukturen in Polymermatrizes sichtbar zu machen. Bisher wurden dafür TEM-Aufnahmen herangezogen, die eine sehr aufwändige Probenpräparation sowie Aufnahmetechnik erfordern. Durch den Einsatz der AFM können sowohl der Zeitaufwand als auch die Kosten für derartige Untersuchungen deutlich reduziert werden.

Bericht anfragen



DANKSAGUNG

Das Forschungsvorhaben „Visualisierung von Nanostrukturen in Polymerkompositen“, Reg.-Nr.: VF130042 wurde anteilig vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages innerhalb des Förderprogramms „FuE-Förderung gemeinnütziger externer Industrieforschungseinrichtungen in Ostdeutschland – Modul Vorlaufforschung (VF)“ über den Projektträger EuroNorm GmbH gefördert. Wir bedanken uns für die gewährte Unterstützung.

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

