

A WITec CRM-AFM készülék. K+F és Vevőszolgálati alkalmazások

Kazup Dezső és Kosiczki Árpádné

BorsodChem Rt., Vinil Üzletág, Polimer Kutatási Osztály

Társaságunk a PVC-alapú mikro-és nanokompozitok kifejlesztésére és szerkezet-vizsgálatára támogatást nyert a Baross Gábor Regionális Pályázaton. Ehhez a projekthez kapcsolódóan vásároltuk a WITec gyártmányú Confocal Raman- Atomi Erő Mikroszkópot (CRM-AFM alpha300). **(1. kép)** A készülék modul-rendszerű, még a pásztázó közelterű optikai mikroszkóp-résszel (SNOM) bővíthető. Nagy előnye, hogy a minta elmozdítása nélkül ugyanazon minta-felületről készíthető AFM felvétel (tapping (AC)- és/vagy contact-módban) valamint üzemmód-váltás és a cantilever eltávolítása után Raman-kép (a vizsgálandó komponens jellemző Raman-sávja(i) alapján).

A pásztázás (felület vagy vonal) a tárgyasztal mozgatásával ($x, y < 4 \text{ nm}$, $z < 1 \text{ nm}$ -es lépésközzel) mindkét üzemmódban, a mélységi- (depth) és a mélységi-réteg (stack) Raman-scan a mikroszkóp z-irányú mozgatásával (10 nm-es lépésközzel) történik. A CRM vizsgálatokhoz két lézer-forrás áll rendelkezésünkre (HeNe, 633 nm, 35 mW és frekvencia-kétszerezett Nd:YAG, 532 nm, 20mW).

A nagy teljesítményű és érzékenységu UHTS 300 Raman-spektrométer milliszekundumos integrálási időket tesz lehetővé, spektrális felbontása $< 0,02 \text{ cm}^{-1}$ (1024x127 CCD-detektor, $-55 \text{ }^\circ\text{C}$ -on Peltier-hűtővel, 2 rács 600 és 1800 l/mm).

A teljes optikai rendszer (mikroszkóp és spektrométer) transzmissziója $> 70 \%$

A készülékről további információk, valamint letölthető cikkek a www.witec.de oldalon található.

K+F alkalmazások:

A PVC-szemcsékbe nano méretű, kezeletlen kalcium-karbonátot és organofilizált bentonitot vittünk be in-situ polimerizációval 1-3 % mennyiségben.

Kalcium-karbonát esetén a polimerizációt két módszerrel végeztük, a vizes és a vinil-klorid fázisba történő beadagolással, az organofilizált bentonitot csak a vizes fázisba adagoltuk a polimerizáció megkezdése előtt.

Az így előállított PVC-ből kemény feldolgozási receptúrával próbatesteket készítettünk és ezek üveg, majd gyémánt késsel metszett felületeit vizsgáltuk.

A bentonitos mintákat AFM-AC, a kalcium-karbonátos mintákat AFM-AC- és CRM-módszerrel. A kalcium-karbonát jellemző Raman-sávjai átfedésben vannak a PVC széles sávjaival, a Raman-képet az $1079\text{-}1093 \text{ cm}^{-1}$ sáv alapján készítettük.

A bentonitos minta AFM-Fázis képen jól láthatóak a 80-100 nm-es rétegek. **(2. és 3. a-b képek)** A kalcium-karbonáttal készített minták AFM-Fázis- és a Raman-képei alapján megállapítható, hogy a vinil-kloridba bevitt adalékanyag szemcséi nem **(4. a-b. képek)**, vagy sokkal kisebb mértékben agglomerálódtak, mint a vizes fázisba bevitt szemcsék **(5. kép)**.

Vevőszolgálati alkalmazások:

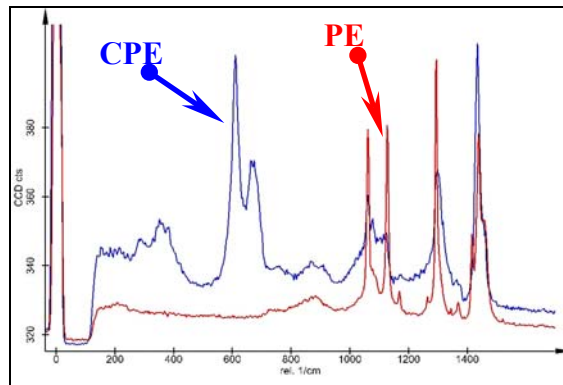
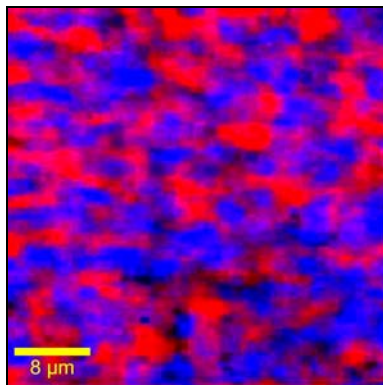
Egyik kemény PVC-fóliát gyártó vevőnknel évek óta visszatérő probléma a fólia felületén megjelenő, 80-100 μm -es „szemcsézettség”, amely vásárolt daralék adagolásakor jelentkezik. CRM vizsgálattal megállapítottuk, hogy a szemcsék anyaga polietilén-tereftalát (PET) **(6. a-c képek)**.

Másik vevőnk által gyártott kemény fólián a receptúra módosítása után opálos szemcsék jelentek meg. A szemcsék metszetének Raman-spektrumában intenzív, kumulált és konjugált kettőskötésre jellemző sávok voltak **(7. a-b képek)**.

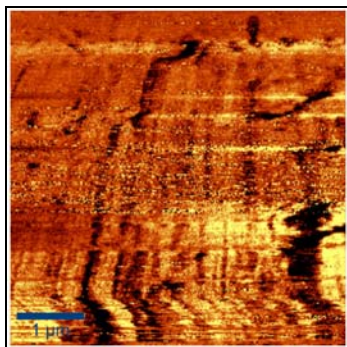
Az alkalmazott adalékanyagokat (polimereket) a feldolgozási hőmérsékleten hőkezeltük, majd vizsgáltuk. A CRM vizsgálat alapján megállapítottuk, hogy a szemcsék anyaga a folyásjavítóként adagolt, „beégett” VC/VAC (vinil-klorid/vinil-acetát 90%/10%) kopolimer. Az új receptúrában ezt az anyagot közel 20% mennyiségben alkalmazták (az önköltség csökkentése céljából) a szokásos 6-8% helyett.



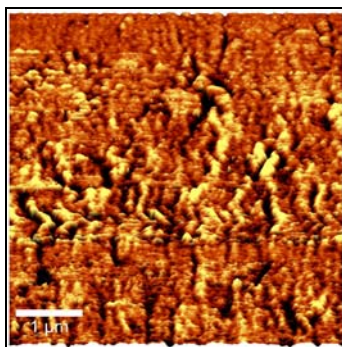
1. kép



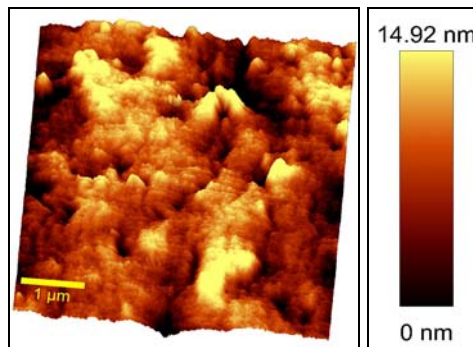
Raman-kép és spektrumok (Polietilén(PE) - Klórozott polietilén (CPE))



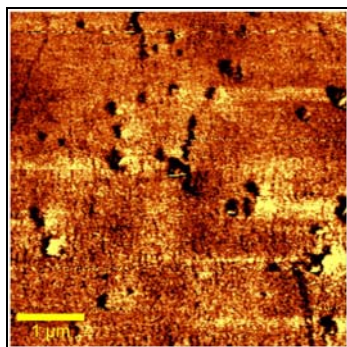
2. kép AFM-Fázis



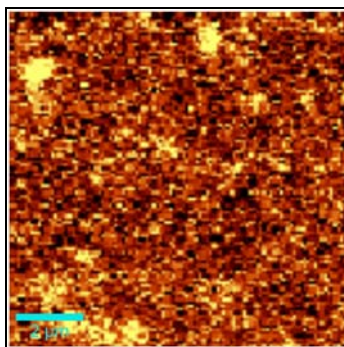
3. a kép AFM-Fázis



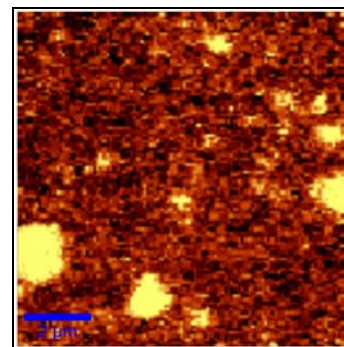
3. b AFM-Topográfia



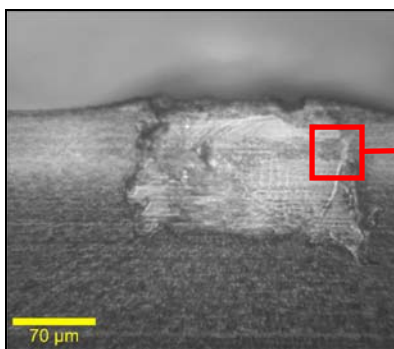
4. a kép AFM-Fázis



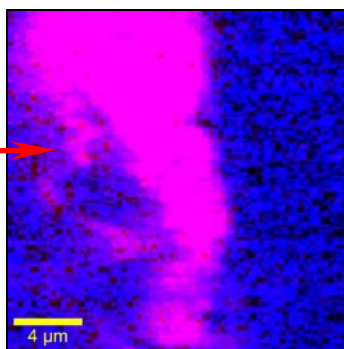
4. b kép Raman-kép



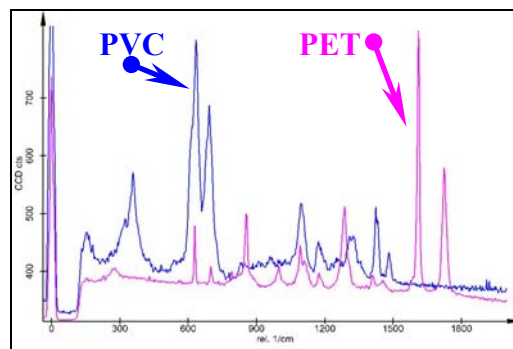
5. kép Raman-kép



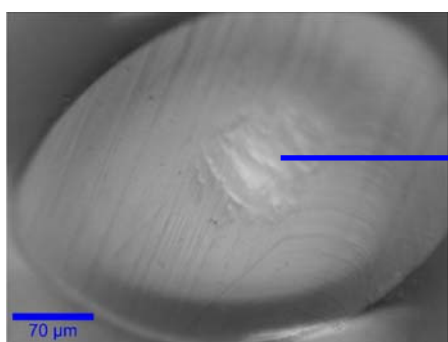
6. a kép



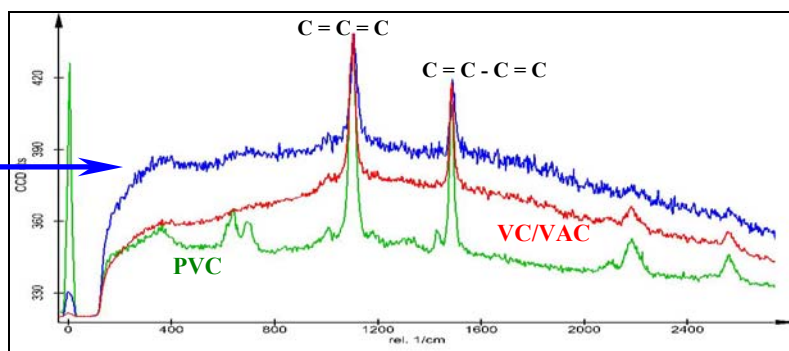
6. b kép



6. c kép



7. a kép



7. b kép