

SAXSess mc² – INOVATIVNÍ ZPŮSOB NASTAVENÍ VLASTNOSTÍ NANOKOMPOZITŮ

Moderní polymerní výzkum a technologie se zaměřují na cílený vývoj zcela nových polymerních materiálů a nanokompozitů a inovaci existujících produktů. Metoda SAXS (malouhlový rentgenový rozptyl) může sloužit ke studiu jejich struktury na bázi analýzy tvaru a velikosti jejich částic, orientace částic, stupně krystalinity, molekulové hmotnosti a zdokonalení vlastností. Skupina vzorků polymerů, které lze testovat, je velmi rozsáhlá a zahrnuje mnoho typů počínaje semi-krystalickými polymery i blokové kopolymery, směsné polymery, mikroemulze a syntetická vlákna až po nanokompozity.

Metodu SAXS lze vedle výzkumu polymerů velmi úspěšně aplikovat i při studiu fázových změn materiálů, proteinů, DNA a lipidů, alergenů, mikroemulzí, kinetiky transportních procesů v léčivech, zpracování celulózy, aktivity katalyzátorů a enzymů, stability keramických materiálů, tvorby nanočástic při růstu krystalů zeolitů, morfologie silikátů, bio-nanokompozitů atd.

Obr. 1 – Systém SAXSess mc²



Testování polymerních materiálů

Rentgenový rozptyl je jednou z variantních technik používaných v oblasti fyziky polymerů.

Vedle dalších metod, jakými jsou mikroskopie, NMR, reologie a rozptylu světla, poskytuje rentgenový rozptyl pohled do vnitřní struktury materiálů ve škále nanometrů, na morfologii nanočástic a jejich stupeň disperze, což je zcela zásadní nejen pro hlubší pochopení vlastností materiálů, ale umožňuje velmi specifické nastavení materiálových charakteristik.

Při studiu a vývoji polymerních materiálů a nanokompozitů se čím dál častěji využívá technika malouhlového a širokouhlového rentgenového rozptylu SAXS / WAXS.

Například mechanickou pevnost plastů lze zvýšit přidáním plniv velikosti nanometrů. Stejně tak je možné dle speciálních požadavků modifikovat teplotní stabilitu a optické vlastnosti nanokompozitů.

Široká škála materiálů, které lze testovat, zahrnuje klasické polymerní materiály

jako polystyren, polyamid, atd., stejně jako polymerní disperze a emulze, či speciální materiály na bázi organicko-anorganických hybridů anebo strategicky koncipovaných anorganických nanočástic. Oblasti využití takových materiálů jsou velmi různorodé – výroba chemikálií, plastů, zátěžových materiálů, produktů pro zemědělství, a mnoho dalších.

SAXS se používá k charakterizaci struktur v rozsahu 1 až 150 nm, což zahrnuje například semikrystalické polymery (polyamidy, polyetylen, polyuretan, atd.), mikroemulze (koloidy) a některé anorganické systémy. Získané informace jsou důležité pro cílený vývoj nových produktů a zdokonalování stávajících. Výhodou této metody je nejen studium všeobecných souvislostí mezi strukturou a vlastnostmi materiálu, ale i jejich kvantifikace.

Informace tohoto druhu lze získat i pomocí dalších metod, jako jsou AFM (atomic force microscopy) a TEM (transmission electron microscopy), které ovšem na rozdíl od SAXS vyžadují relativně extenzivní přípravu vzorku, jež ale v mnoha případech může vést k jejich změnám. Další výhodou použití malouhlového rozptylu SAXS je získání průměrné informace z celé plochy vzorku (až do 1 cm²) a díky tomu i reprezentativních dat o testovaném vzorku.

Modulární měřicí systém SAXSess mc²

Díky volitelnému vybavení systému pro měření malouhlového rozptylu SAXSess mc² firmy Anton Paar je možné měřit vzorky ve formě destiček, pěny, tablet, prášku, pasty, vláken nebo kapalných suspenzí.

Obr. 2 – Jednotka kontroly teploty



Typickou aplikací je vývoj polymerních materiálů modifikovaných dispergováním anorganickým plnivem. SAXS je velmi účinná metoda ke stanovení stupně disper-

ze pro dostatečné zlepšení mechanických vlastností materiálu.

Obr. 3 – Systém SAXSess mc² s autosamplerem



Největší výhodou přístroje SAXSess mc² je možnost volitelného použití bodové a čárové kolimace, velmi krátká doba měření (cca 1 minuta) a možnost obdržení dat z malouhlového i širokouhlového rozptylu v jednom měření. Kvalita dat však přitom naprosto není v rozporu s časem, ve kterém jsou získávána. V případě přístroje SAXSess mc² se data zaznamenávají v transmisním módu, který například redukuje efekty textury ve vzorcích krystalických prášků. Je také cenným nástrojem pro výzkum v oblasti WAXS.

Obr. 4 – Průtočná cela



I přesto, že je metoda malouhlového rozptylu pokládána za nástroj vědeckého výzkumu, existují aplikace, při kterých se používá jako technika otisku prstu pro monitoring změn v nanostruktuře materiálu v průběhu zpracování nebo výroby. Použití pro aplikace rutinního charakteru napomáhá krátká doba měření (cca 1 minuta) a jednoduché ovládání přístroje.

Ing. Martina VILIMOVSKÁ,
Ing. Karel VOLDŘICH,
www.anton-paar.com