

MODERNÍ NÁSTROJ ANALÝZY NANOMATERIÁLŮ

Moderní materiálový výzkum a technologie směřuje k „nano“ s ohledem na možnosti dramatických změn vlastností materiálů díky implementaci nanostruktur do materiálů. To platí pro libovolný typ materiálu nezávisle na tom, zda je anorganické nebo organické povahy anebo se jedná o kompozit.

Strukturní formace na úrovni nanočástic je naprosto zásadní v mnohých biologických a metabolických procesech. Tato skutečnost inspičuje moderní vědu ve stále se zvyšující míře a nabízí obrovský potenciál k produkci materiálů „na míru“ a možnosti ovlivňování přírodních a technických procesů. Stále hlubší znalosti vztahu struktury materiálů a jejich fyzikálních, chemických a biologických vlastností jsou z hlediska jejich perspektivy naprosto klíčové.

SAXSess je ideálním nástrojem pro analýzu a studium nanostruktur nacházejících se v odlišných typech vzorků, a to počínaje kapalinami (např. koloidní roztoky, roztoky proteinů) až k pevným látkám (např. polymerní vrstvy, nanokompozity). Použití této techniky přináší přesnost do výzkumu a spolehlivost do průmyslové analýzy.

Aplikace SAXSess

Moderní materiálový výzkum se díky různým disciplínám zaměřuje na nanostruktury přírodních i syntetických materiálů. Správné porozumění vnitřního uspořádání supermolekulární struktury v rozsahu 1 až 100 nm umožňuje objasnění vlastností materiálů v makroskopickém měřítku.

Metoda SAXS (Small Angle X ray Scattering) umožňuje získat informace o morfologii velké skupiny materiálů od proteinů, živin a farmaceutických látek až po polymery, vlákna, nátěry a katalyzátory.

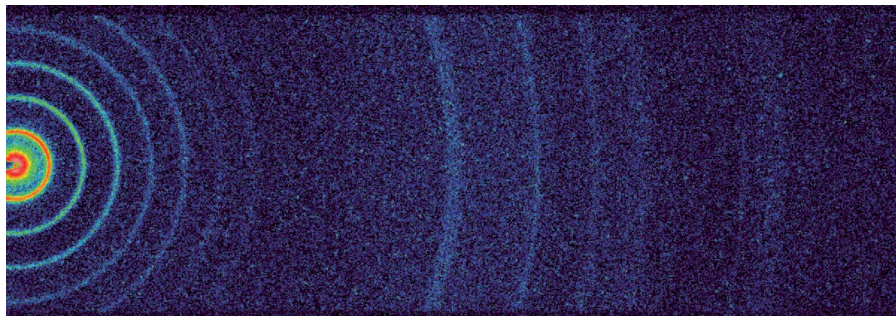
Obr. 1 – Přístroj SAXSess mc²



Surfaktanty

Povrchově aktivní látky jsou molekuly sestávající ze dvou částí, ze kterých jedna

Obr. 2 – Příklad spektra SAXS



vykazuje hydrofilní a druhá hydrofobní vlastnosti. Po kontaktu s vodou (anebo olejem) se tyto molekuly zorientují a zformují se do struktur (micely anebo vezikuly) sférického, cylindrického anebo lamelového tvaru. Typickými reprezentanty takových látek jsou detergenty, potravinová aditiva a živiny, farmaceutika a produkty osobní hygieny. Pomocí přístroje SAXSess lze určit velikost a tvar micel, fázové vlastnosti a vnitřní strukturu stěn vezikul.

Biologické materiály

Informace týkající se struktury proteinů, enzymů, alergenů a bio-membrán jsou nezbytnou součástí studia jejich funkce v biologických procesech. SAXS je volitelná metoda pro biomateriálový výzkum vzhledem k tomu, že studium těchto látek může probíhat v roztoku v biologických podmínkách a strukturální změny lze sledovat in vitro.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o velikosti a tvaru proteinů v roztoku, vnitřní struktuře, stupni agregace a molekulové hmotnosti.

Disperze

Disperze jsou směsi částic s kapalinami (pigmenty v barvách, inkousty a protisluneční clony, kovové disperze, krevní buňky). Jednotlivé částice jsou stabilizovány povrchovými náboji nebo molekulami surfaktantů. U nestabilních disperzí dochází díky agregaci částic a jejich následné separaci z kapaliny k flokulaci. Z toho důvodu lze stanovením distribuce velikosti částic velmi jednoduše sledovat stabilitu samotné disperze.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o tvaru a distribuci dispergovaných částic, stabilitě disperze, stupni agregace a nukleaci částic.

Vlákna

Mechanické, optické anebo termální vlastnosti přírodních a umělých vláken (polymery, kompozity) lze ovlivnit v průběhu jejich výrobního procesu. SAXSess pomáhá získat informaci o struktuře vláken, která je zodpovědná za jejich vlastnosti. Tímto způsobem lze tedy výrobu a zpracování vláken sledovat a optimalizovat.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o interní struktuře, krystalinitě, specifickém povrchu, orientaci a distribuci orientace.

Katalyzátory

Heterogenní katalyzátory sestávají z malých částic kovu (zlato, platina, atd) na keramické matrici s velkým specifickým povrchem. Tyto materiály jsou velmi důležité v širokém spektru průmyslových aplikací (např. petrochemický průmysl, polymerizace, čištění plynů, palivové nádrže). Jejich schopnost podpory chemické reakce silně závisí na velikosti aktivního povrchu, který je možné stanovit metodou SAXS.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o specifickém povrchu (porozitě), velikosti částic, krystalinitě a distribuci velikosti.

Emulze

Emulze jsou směsi dvou nemísitelných kapalin jako např. olej s vodou. Minoritní komponent tvoří v majoritním malé částice (sférické, cylindrické, lamely) v majoritní, které jsou stabilní pouze v případě, že molekuly surfaktantu pokrývají jejich rozhraní. Typickým příkladem jsou potraviny, systémy nosičů léků, mikroemulze a kosmetické produkty.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o tvaru a vnitřní struktuře, distribuci velikosti kapiček, stabilitě emulze při různých teplotách, kinetice transferu zapouzdřených ágens.

Polymery a nanokompozity

Moderní polymerní výzkum a technologie se zaměřují na cílený vývoj zcela nových polymerních materiálů a inovaci existujících produktů. Metoda SAXS může sloužit ke studiu jejich struktury a zdokonalení vlastností. Skupina vzorků polymerů, které lze testovat, je velmi rozsáhlá a zahrnuje širokou skupinu počínaje semi-krystalickými polymery i blokové kopolymery, směsné polymery, mikroemulze a syntetická vlákna až po nanokompozity.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o tvaru a vnitřní struktuře, krystalinitě, periodických nanostrukturách a orientaci.

Kapalné krystaly

Kapalné krystaly jsou látky, které vykazují vlastnosti na rozhraní konvenčních kapalin a pevných krystalů. Syntetické kapalné krystaly nacházejí široké uplatnění v technologii LCD. Biologické kapalné krystalické nanostruktury (buněčné membrány) se hojně vyskytují v živých systémech. Mnohé běžné kapaliny, jako například mýdlo, jsou v podstatě kapalné krystaly a tvoří mnoho LC fází v závislosti na jejich koncentraci ve vodě.

Pomocí přístroje SAXSess lze získat informace o velikosti (distribuci) a tvaru, krystalinitě, uspořádání agregátů a orientaci.

SAXS je velmi dobře etablovaná analytická metoda určená ke studiu a analýze nanostruktur. Je rozšířená na poli materiálového výzkumu a rutinní charakterizace materiálů v průběhu jejich výroby anebo zpracování.

K analýze se používají vzorky materiálů v kapalné i pevné fázi obsahující části jiných materiálů v pevné, kapalné anebo plynné fázi a velikosti 1nm až 100 nm.

Prochází-li rentgenové záření takovým materiálem, dochází k jeho rozptylu na rozhraní nanostruktur za vzniku specifického otisku.

Metoda SAXS je přesná, ekonomická, nedestruktivní a většinou s minimálními nároky na přípravu vzorku. Navíc umožňuje studium molekulových interakcí v reálném čase. Tyto interakce jsou spojeny se schopností hmoty se organizovat a vedou k větším strukturálním změnám, ke kterým se vážou vlastnosti materiálů anebo biologických procesů.

Aplikace pokrývají široké spektrum od emulzí, kapalných krystalů a makromolekul až po porézní materiály a slitiny kovů a lze je vystopovat jak ve výzkumu tak v oblasti kontroly kvality.

SAXS a WAXS

Nano částice a domény se vyznačují rozptylem v malých úhlech. SAXS otisk přináší informaci o celkové velikosti a tvaru těchto částic. Slouží tedy k určení nanostruktury vzorku včetně informace o orientaci nanodomén.

Atomy a meziatomární vzdálenosti se vyznačují rozptylem v velkých úhlech. WAXS (Wide Angle Xray Scattering) otisk vypovídá o fázových stavech, krystalové symetrii a molekulové struktuře.

Funkce TrueSWAXS™

Unikátní funkce TrueSWAXS™ přístroje SAXSess umožňuje simultánní a kontinuální měření od malých po velké úhly (až po $2\theta = 40^\circ$) s trvale vysokým rozlišením a bez nutnosti změny nastavení přístroje.

Z toho důvodu podává funkce TrueSWAXS™ v jednom cyklu kompletní informaci o nanostruktuře vzorku a jeho fázovém stavu, tj. zda se jedná o krystalickou či amorfni látku.

Kompaktní design systému SAXSess zajišťuje detekci signálu s vysokou intenzitou a tím i krátkou dobu měření. Díky rozlišení umožňuje měření struktur s velikostí 0,2 nm až 150 nm. Nespornou výhodou je možnost měření v módu s čárovou kolimací pro rychlé získání dat izotropických vzorků a s bodovou kolimací pro studium orientovaných vzorků v jednom přístroji. Navíc

lze díky SmartSAXS™ provádět simultánní měření pomocí dvou systémů s použitím pouze jednoho RTG zdroje a detektoru.

Obr. 3 – Teplotní kontrolní jednotka



Mezi mnoho dalších výhod patří bezpochyby vedle standardních kapilár pro testování kapalných a pevných vzorků i možnost volby dalších speciálních cel, jako například rotační cely eliminující sedimentaci/flotaci v disperzích a zlepšující distribuci orientace reflexu krystalů, mikro-cely pro vyšetřování velmi drahých vzorků (proteiny), cely pro měření prášků, vysoce viskózních a gelovitých látek, či vzorků vyžadujících ochrannou atmosféru a průtokové cely určené k automatickému měření kapalných vzorků anebo sledování průběhu reakce.

Ing. Martina VILIMOVSKÁ,
Ing. Karel VOLDŘICH,

Anton Paar GmbH, www.anton-paar.com
(LABOREXPO 2009 vystavovatel)

Dokončení na další straně