

■ Polymeranalytik

TAS-AN-T2D

Die Einsatzmöglichkeiten von Kunststoffprodukten werden vornehmlich durch die chemischen und physikalischen Eigenschaften des verwendeten Ausgangspolymers bestimmt. Durch den Zusatz weiterer Substanzen, sogenannter Additive oder Zuschlagstoffe, können diese Eigenarten in einem weiten Bereich gezielt modifiziert werden. In der Praxis finden daher meist komplexe Polymer-Additiv-Mischungen Verwendung. Typische Rezepturen enthalten oft bis zu 10 Additive mit Konzentrationen im Bereich von 100 ppm bis hin zu einigen Gewichtsprozent. Durch Unverträglichkeiten einzelner Additive untereinander oder Reaktionen der Zuschlagstoffe mit dem Basispolymer kann es jedoch zu unbeabsichtigten Modifizierung der ursprünglich eingestellten Kunststoff-eigenschaften kommen. Als Folge kann es neben Änderungen des äußeren Erscheinungsbildes (Verfärbungen, Geruchsbildung, ...) auch zu einem völligen Verlust der chemischen und physikalischen Eigenschaften (UV-Stabilität, Härte, Schlagfestigkeit, ...) und damit zum Ausfall des Werkstückes kommen.

Zur Klärung solcher „Materialfehler“, zur Entwicklung neuer Additivrezepturen aber auch zur Untersuchung von Konkurrenzprodukten finden in der Polymeranalytik verschiedene Verfahren (z.B. GCMS, HPLC, IR, XPS, MALDI)¹ sowie nasschemische Methoden Verwendung. Keine dieser Techniken erlaubt einen schnellen, empfindlichen und lokalisierten Nachweis der molekularen Zusammensetzung einer Oberfläche, deren Beschaffenheit Festkörpereigenschaften wie Adhäsion oder Farbe bestimmt.

Derartige Fragestellungen können mit Hilfe derToF-SIMS² untersucht werden. Diese Analyse-methode liefert Informationen über die atomare und molekulare Zusammensetzung der obersten Monolagen eines Festkörpers und kann auf leitenden wie isolierenden Oberflächen durchgeführt werden. Mit Empfindlichkeiten im ppm-Bereich können auch geringe Spuren molekularer Substanzen empfindlich registriert werden. Rastert man den zur Anregung verwendeten Primärionenstrahl über die Probenoberfläche kann auch die Lateralverteilung der untersuchten Substanzen erfasst werden. Im Falle der Polymeranalytik ist durch eine geeignete Präparation (Mikrotomieren, ggf. Kratzen, ...) auch eine Ermittlung der Additivzusammensetzung im Festkörpervolumen möglich.

Anhand der folgenden Beispiele sollen die Einsatzmöglichkeiten der ToF-SIMS in der Polymeranalytik veranschaulicht werden:

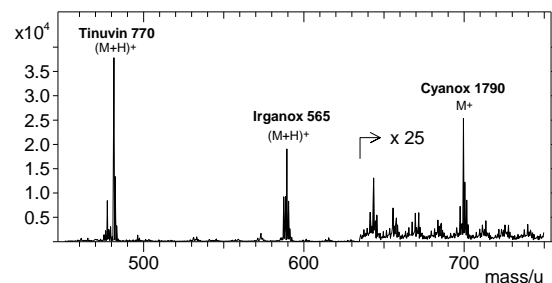


Abbildung 1: Ausschnitt aus einem Spektrum positiv geladener Sekundärionen eines technischen Low Density Polyethylens (LDPE).

Abbildung 1 zeigt das Spektrum positiv geladener Sekundärionen einer technischen Low Density Polyethylen (LDPE)-Oberfläche, deren chemische Zusammensetzung mittels ToF-SIMS bestimmt wurde. Wie man erkennt, sind Moleküli-onen der Additive Tinuvin 770, Irganox 565 und Cyanox 1790 (vgl. Abb. 1) eindeutig nachweisbar. Die Identifizierung dieser Substanzen wird durch den Einsatz einer in der Tascon GmbH entwickelten Datenbank-

¹ GCMS: Gas Chromatography Mass Spectrometry
HPLC: High Performance Liquid Chromatography
IR: Infrared Spectroscopy
XPS: X-Ray Photoelectron Spectroscopy
MALDI: Matrix Assisted Laser Desorption Ionisation

² ToF-SIMS: Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry



tascon GmbH
Analytical Services & Consulting

software wesentlich erleichtert. Obwohl die im Spektrum detektierten Intensitäten nicht direkt auf vorliegende Oberflächenkonzentrationen schließen lassen, können derartige Experimente durch den Vergleich mit geeigneten Referenzmessungen auch quantitative Informationen liefern.

Neben einem schnellen, chemischen Screening anhand von Spektren erlaubt das TOF-SIMS Verfahren auch die Bestimmung der lateralen Verteilung molekularer Komponenten („Imaging“). Als Beispiel für diese Betriebsart soll eine Analyse dienen, bei der der Ursprung einer weißlichen Verfärbungen auf einer schwarzen Polypropylenplatte identifiziert werden sollte. Eine nähere optische Betrachtung der Verfärbungen (vgl. Abb. 2) zeigt, dass an der Polymeroberfläche kristalline Strukturen vorliegen.

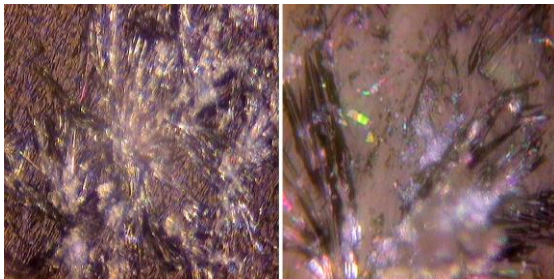


Abbildung 2: Optische Aufnahmen der Additivausblühung auf Polypropylen (PP).

Durch Sekundärionenspektren gelang u.a. ein Nachweis charakteristischer Signale des PP-Substrats sowie verschiedener Polymeradditive. Zur positiven Identifizierung der Ausblühungsbestandteile wurde in einem nachfolgenden Imaging-Experiment die laterale Verteilung der molekularen Komponenten untersucht (vgl. Abb. 3). Erst diese Bilder ermöglichten eine eindeutige Zuordnung des Stabilisators Ultrinox 626 als maßgeblichen Bestandteil der kristallinen Strukturen auf der PP-Oberfläche.

Über reine oberflächenanalytische Applikationen hinaus ist mit dem TOF-SIMS Verfahren durch geeignete Präparationstechniken oder Analysemodi auch die Tiefenverteilung organischer und anorganischer Substanzen bestimmbar. Verteilungen atomarer und kleiner molekularer Spezies können durch die Kombination der Oberflächenanalyse mit einem beschussinduzierten Abtrag (Sputtern) der Probenoberfläche ermittelt werden (Tiefenprofilierung, 3D-Analyse).

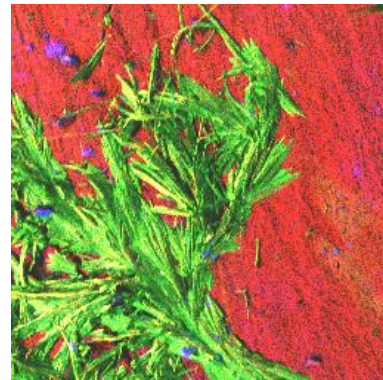


Abbildung 3: Überlagerung der Sekundärionenbilder des PP-Substrats (rot), des Stabilisators Ultrinox 626 (grün) und eines weiteren Additivs (Lithiumstearat, blau).
Gesichtsfeld: 500 x 500 µm²

Verwandte Themengebiete:

- Einfluss von Vorbehandlungen (Plasma, Beflammung, Corona) auf die Polymeroberfläche (XPS)
- chemisches Mapping von Schnitten durch polymere Schichtsysteme (ToF-SIMS)
- Oberflächenrauigkeit (optische Profilometrie)
- Charakterisierung von Endgruppen (ToF-SIMS)
- organische Tiefenprofilierung (ToF-SIMS)