



V37 – Rasterkraftmikroskopie Polymerkristallisation

Ort: Labor C60.108 (Professur Chemische Physik)

Betreuer: Dr. M. Zerson

Die 1986 von Gerd Binnig, Calvin Quate und Christoph Gerber eingeführte Rasterkraftmikroskopie (engl. atomic force microscopy, AFM) hat sich zu einer weit verbreiteten Mikroskopietechnik in der Materialwissenschaft entwickelt. Bei der Rasterkraftmikroskopie wird die Probenoberfläche mit einer an einem Biegebalken befestigten Spitze zeilenweise abgetastet. Unter vergleichsweise einfachen experimentellen Bedingungen werden routinemäßig laterale Auflösungen im Bereich von 10 nm und besser erreicht. Im Vakuum gelingt sogar die Abbildung einzelner Atome. Durch die vielen verschiedenen Betriebsarten können mit einem Rasterkraftmikroskop neben der Oberflächenform auch magnetische, elektrische oder mechanische Eigenschaften abgebildet und quantitativ analysiert werden. Dazu sind weder Vakuum wie bei der Transmissionselektronenmikroskopie noch leitfähige Oberflächen wie bei der Rasterelektronenmikroskopie notwendig. Praktische Anwendungen findet die Rasterkraftmikroskopie z.B. bei der Qualitätssicherung in der Halbleiterindustrie und bei der Abbildung nanostrukturierter Materialien.

Während des Praktikums wird die Kristallisation des elastomeren Polypropylens in dünnen Schichten untersucht. Dieses Polymer liegt in teilkristalliner Form vor. Typisch ist die Bildung von Lamellen mit einer charakteristischen Breite aus dicht gepackten Polymerketten, die sich an den Lamellenoberflächen zurückfalten. Dadurch entstehen zwischen den kristallinen Lamellen Bereiche, in denen das Polymer amorph vorliegt. Bei elastomeren Polypropylenen ist der Anteil der kristallinen Bereiche besonders gering (15–25%). Diese beiden Bereiche können mit dem Rasterkraftmikroskop (AFM) aufgrund ihrer unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften gut unterschieden werden.

1. Vergleichen Sie und beschreiben Sie die gebildeten Strukturen der aus Lösung kristallisierten Polypropylenkristallen mit den aus der Schmelze kristallisierten. Bestimmen Sie in beiden Fällen den Kristallisationsgrad.
2. Bestimmen Sie an drei ausgewählten Kristallen die Wachstumsgeschwindigkeit.
3. Bestimmen Sie den Verzweigungswinkel zwischen den Lamellen aus Ihren Messdaten und vergleichen Sie diesen mit den in der Literatur erwähnten Verzweigungswinkel.

Ein detailliertes Arbeitsprogramm für diesen Versuch befindet sich am Ende dieser Anleitung.

Rasterkraftmikroskop, Schwingung, Phasendifferenz bei erzwungener Schwingung, Betriebsmodi eines AFM (insbesondere Kontakt-, Nicht-Kontakt- und intermittierendem Kontaktmodus), teilkristalline Polymere, Modifikationen von Polypropylen, Kristallisation von Polypropylen

1. The NanoWizard®AFM Handbook Version 1.3 (siehe Literaturmappe).
2. G. Binnig, C. F. Quate, C. Gerber: Atomic Force Microscope. Phys. Rev. Lett. 56, 930-933 (1986)
3. S. V. Kalinin; A. Gruber: Scanning Probe Microscopy of Functional Materials (Springer, New York, 2010) DOI: 10.1007/978-1-4419-7167-8.
4. L. H. Sperling: Introduction to Physical Polymer Science (Wiley, New York, 2006).
5. M. Franke, N. Rehse: Three-Dimensional Structure Formation of Polypropylene Revealed by in Situ Scanning Force Microscopy and Nanotomography. Macromolecules 41 163 (2008)
6. B. Lotz, J. C. Wittmann, A. J. Lovinger: Structure and morphology of poly(propylenes): a molecular analysis. Polymer 37, 22, 4979 (1996)
7. H. Schönherr, R. M. Waymouth, C. W. Frank: Nucleation and Crystallization of Low-Crystallinity Polypropylene Followed in Situ by Hot Stage Atomic Force Microscopy. Macromolecules 36, 2412-2418 (2003)

1. Präparieren eines geeigneten Substrats, Reinigen eines Siliziumwafers
2. Herstellung des Polymerfilmes mittels Lackschleudern (spin coating)
3. Untersuchung der entstandenen Strukturen mit dem AFM
4. Temperiern des Polymerfilmes auf einem Heiztisch
5. Beobachtung der Kristallisation
6. Auswertung der gewonnenen Daten mit Mitteln der Bildverarbeitung (z.B. Gwyddion)

Der Betreuer legt innerhalb dieses Versuchsprogramms Schwerpunkte für den jeweiligen Versuchstag fest.

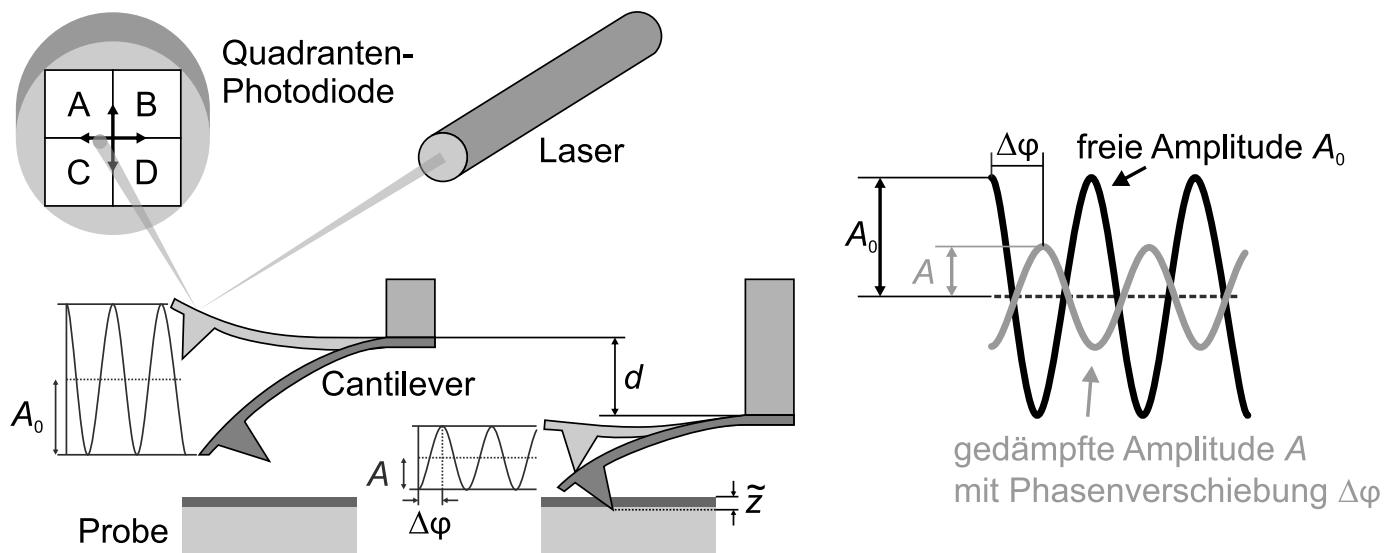


Abbildung 1) Schematische Darstellung des Messprinzips im IC-Modus des AFM. Bildquelle: M. Dehnert, Dissertation, 2018 (TU Chemnitz)