



INVESTIGATION OF POLYMER NANOCOMPOSITES WITH DIFFERENT CARBON FILLERS
UNDER THE ACTION OF AN ELECTRON BEAM

Е.А. Воробьева^{1,3}, Д.О. Пешнина^{1,2}, А.А. Татаринцев^{1,2},
А.П. Евсеев^{1,2}, А.А. Шемухин^{1,2}

¹НИИЯФ МГУ, Москва, Россия

²Физический факультет МГУ, Москва, Россия

³Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

Abstract

Многостенные углеродные нанотрубки были получены методом пиролитического газофазного осаждения, после чего были синтезированы композиты с эпоксидной смолой. Спектры комбинационного рассеяния демонстрируют характерные пики углеродных нанотрубок на образцах композитов с эпоксидной смолой. Зарядовые характеристики полученных образцов исследовали с помощью электронно-зондового измерительного комплекса. В образцах композитов на основе ориентированных нанотрубок с эпоксидной смолой зарядка под электронным пучком наблюдалась в значительно меньшей степени. Полученные данные демонстрируют возможность использования полимерного композита с ориентированными нанотрубками в качестве антидинаatronного покрытия.

Эксперимент

Вертикально ориентированные углеродные нанотрубки (ВО УНТ) были получены методом пиролитического газофазного осаждения. Синтез осуществлялся в течении 1,5 часов при температуре 860 °C на кремниевой подложке.

Были синтезированы образцы нанокompозитов на основе эпоксидной смолы пониженной вязкости (менее 20 Па·с) с включением углеродной сажи (с концентрацией 0.9% и 2.7%), неориентированных многостенных углеродных нанотрубок (с концентрацией 0.9% и 2.7%) и вертикально ориентированных УНТ. Высота массива ориентированных углеродных нанотрубок достигает 1,2 мм, что позволяет синтезировать образцы композитов. Массив упорядоченно ориентированных УНТ пропитывался полимером с избытком; после полимеризации верхний слой, не содержащий УНТ, удаляли. Высота слоя леса измерялась с помощью опции на сканирующем электронном микроскопе, при шлифовании толщина образца контролировалась микрометром.

Образцы были исследованы при помощи спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) на базе АСМ фирмы НТ-МДТ «Зондовая НаноЛаборатория ИНТЕГРА Спектра» (НИИЯФ МГУ), который имеет приставку КРС. Использовался He-Ne лазер (633 нм) с максимальной эффективной мощностью – 6,8 мВт, диаметр лазерного пятна на образце порядка 2 мкм.

Эксперименты по зарядке образцов проводились при помощи электронно-зондового измерительного комплекса на базе электронного микроскопа LEO 145VP при токе первичного пучка 10 пА на площадку облучения 100x100 мкм. Поверхностный потенциал V_s измерялся по сдвигу спектров вторичных электронов при помощи тороидального электростатического спектрометра. Ток эмиссии I_s измерялся при помощи полусферического коллектора электронов при помощи наноамперметра Keithley 6485. Сумма тока смещения (аккумулированного заряда) и тока утечки I_{L+D} измерялась с подложки, на которой устанавливался образец.

Результаты

На рисунке 1 представлены полученные спектры комбинационного рассеяния света от образцов чистой полимерной матрицы, углеродных нанотрубок, композитов с вертикально ориентированными углеродными нанотрубками, композитов с углеродными нанотрубками с концентрацией 2,7%, композитов с сажей с концентрацией 2,7%. Спектр эпоксидной смолы имеет достаточно большое количество пиков, которые накладываются на достаточно сложный спектр углеродных нанотрубок, что затрудняет его анализ. Однако стоит отметить, что характерные D- и G-пики, которые видны от непосредственно УНТ, отчетливо видны только в спектре от образца композита с вертикально ориентированными углеродными нанотрубками, что говорит о присутствии нанотрубок на поверхности образца. D-пик стал значительно выше G-пика в образце с ВО УНТ по сравнению с КР- спектром УНТ, что говорит об увеличении количества дефектов в структуре, т.е. наличию связей в композите.

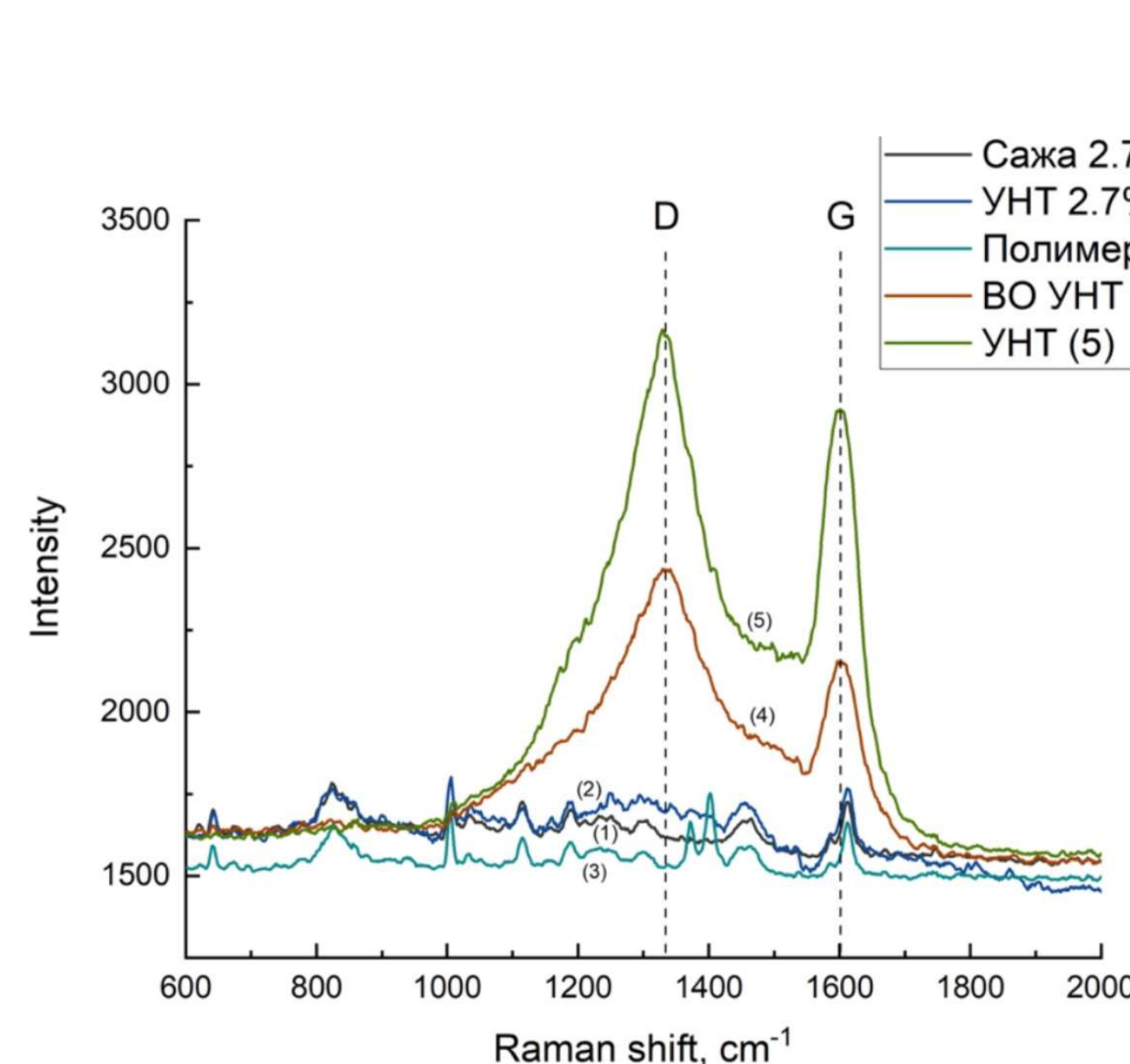


Рисунок 1. КР-спектр композитов

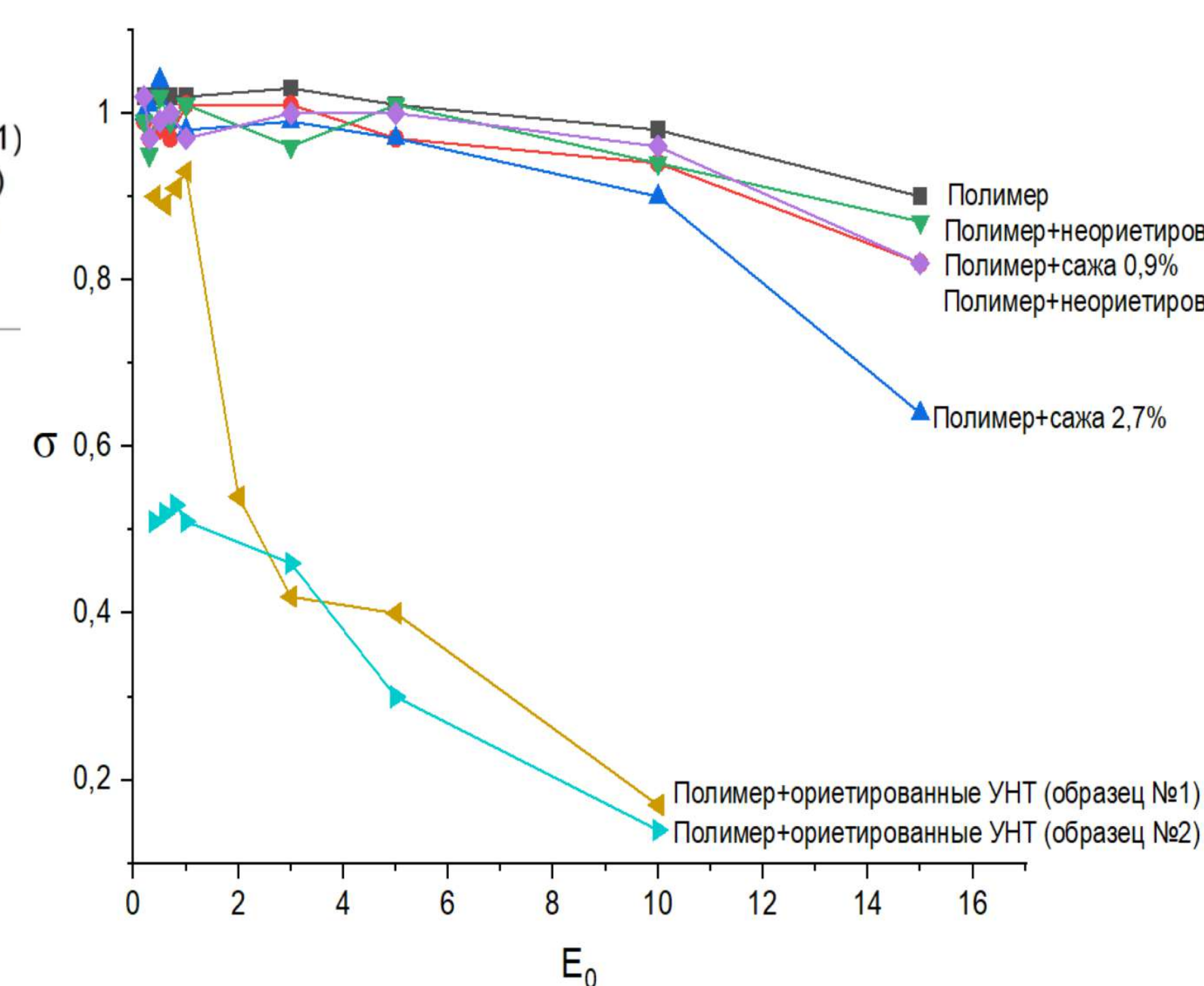


Рисунок 2. Зависимость коэффициента вторичной электронной эмиссии от энергии падающего пучка электронов для композитов

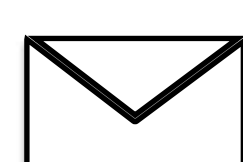
При добавлении неориентированных УНТ или сажи в полимер наблюдается слабовыраженный антидинаatronный эффект, при энергии 15 кэВ для полимера ток ВЭЭ равен 83 пА, для композита с неориентированными УНТ 2,7% - 73 пА, для композита с сажей 2,7% - 70 пА. При этом максимум коэффициента ВЭЭ наблюдается в районе 800 эВ для полимера и композита с УНТ, а для сажи в районе 10 кэВ.

Однако, при добавлении ориентированных УНТ к смоле зарядки не происходит: спектр вторичных электронов ведет себя аналогичным образом как на металлических образцах – смещения спектра нет. При этом регистрируется ток с подложки близкий к 90% от тока падающего пучка.

Контакты

Пешнина Дария Олеговна

peshnina.do16@physics.msu.ru



МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия / MSU

Заключение

Изготовлены и исследованы методами электронной микроскопии и комбинационного рассеяния света полимерные композиты на основе эпоксидных смол с ориентированными и неориентированными многостенными углеродными нанотрубками. При добавлении неориентированных УНТ или сажи к полимерной матрице практически не наблюдается антидинаatronный эффект, однако, при добавлении ориентированных УНТ к эпоксидной смоле ток с подложки составляет уже около 60% от первичного. Таким образом в работе показано, что полимерный композит с ориентированными УНТ имеет наилучший потенциал для использования в качестве антидинаatronного покрытия.