NGHIÊN CỨU NÂNG CAO CHẤT LƯỢNG MÀNG MỎNG POLYPYROMELLITIMIDE XỐP, GIẤY BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ PHẢN XẠ TOÀN PHẦN BÊN TRONG VỚI SỰ TRỢ GIÚP CỦA LỚP TIẾP XÚC QUANG HỌC

Nguyễn Thị Thu Thủy

Trường Đại học Cần Thơ

Dương Ái Phương - Nguyễn Văn Đến

Trường Đại học Khoa học Tự nhiên

R. K. Mamedov- B. M. Zolatarov

Trường cơ khí chính xác và quang học -Saint Peterburg- CHLB Nga

(Bài nhận ngày 29/08/2000)

TÓM TẮT: *Chất lượng của màng mỏng polypyromellitimide xốp, giấy bằng phổ phản xạ toàn phần bên trong với sự trợ giúp của lớp tiếp xúc quang học được ghi nhận qua việc so sánh với kết quả ghi phổ bằng phương pháp quang phổ Raman.*

1. PHƯƠNG PHÁP PHẢN XẠ TOÀN PHẦN BÊN TRONG VÀ CÁC YÊU CẦU CỦA LỚP TIẾP XÚC QUANG HỌC:

Hiện tượng phản xạ toàn phần bên trong xảy ra khi góc tới θ của ánh sáng đến mặt phân cách giữa hai môi trường bản phản xạ (1) và mẫu nghiên cứu (2) thỏa mãn điều kiện sau đây[7] :

$$\theta \geq \theta_{th}$$

$$\sin\theta_{th} = \frac{n_2}{n_1} = n_{21}$$

trong đó n_1 và n_2 là chiết suất của môi trường làm bản phản xạ và mẫu nghiên cứu.

Năng lượng ánh sáng tới bản phản xạ, đi vào mẫu nghiên cứu với một độ sâu nào đó và một phần năng lượng sẽ bị mất mát vì hấp thụ. Ghi nhận hệ số phản xạ là tỉ số cường độ của ánh sáng trước khi đến mẫu nghiên cứu và sau khi qua mẫu nghiên cứu, ta sẽ có được phổ phản xạ toàn phần bên trong đặc trưng cho đặc điểm và tính chất mẫu nghiên cứu.

Bản phản xạ là một dụng cụ đặc biệt trong việc ghi phổ bằng phương pháp phản xạ toàn phần bên trong. Thông thường, bản phản xạ là những tinh thể có độ truyền qua cao trong vùng phổ nghiên cứu, có chiết suất lớn.Đối với từng

loại mẫu nghiên cứu, ta có bản phản xạ với tính chất phù hợp như vật liệu, chiết suất, số lần phản xạ.

Để đảm bảo chất lượng ghi phổ tốt thì cần phải đảm bảo bản phản xạ và mẫu nghiên cứu phải được tiếp xúc thật tốt. Chúng ta có thể sử dụng thêm môi trường thứ ba nằm giữa bản phản xạ và mẫu nghiên cứu. Môi trường này gọi là lớp tiếp xúc quang học.

Chất lượng ghi phổ phụ thuộc vào chất lượng lớp tiêp xúc quang học. Lớp tiếp xúc quang học làm gia tăng chât lượng ghi phổ [5], [6].

Lớp tiếp xúc quang học, theo tài liệu [5] cần đạt các yêu cầu sau đây: có độ truyền qua cao trong vùng phổ nghiên cứu; chiết suất khá lớn và sự đồng nhất quang học cao. Lớp tiếp xúc quang học giúp ta khắc phục những hạn chế như sau:

+ Việc nén mẫu lên bề mặt bản phản xạ làm xuất hiện khe không khí giữa bản phản xạ và mẫu, làm phổ thu được có những đậm riêng trong kết quả.

+ Khi sử dụng miếng đế bên trên có miếng kim loại nén chặt, phương pháp này làm phổ thu được có lẫn phổ của lớp cao su dùng làm đế.

+ Khi sử dụng chât lỏng bay hơi nhanh để nhúng hay ngâm mẫu nghiên cứu dẫn đến tình trạng chúng để lại trên bản phản xạ những thành phần khác đã hòa tan của mẫu và bản phản xa. Phổ ghi đuọc có cả những thành phần còn lại này.

Trong nghiên cứu màng mỏng polypyromellitimide, chúng tôi dùng bản phản xạ là KRS-5, lớp tiếp xúc quang học là thủy tinh dẻo nhiệt IKS- 35. Trong nghiên cứu giấy, chúng tôi dùng bản phản xạ là ZnSe, lớp tiếp xúc quang học là vaselin.

Thủy tinh dẻo nhiệt IKS- 35 có công thức $As_{0,11}Se_{0,55}I_{0,28}$ $Te_{0,04}$ $Sb_{0,01}$ và một số tính chất sau:

+ Vùng phổ truyền qua 1-18μm

+ Chiết suất 2,4.

+ Độ sai lệch chiết suất là 0,03.

Vaselin có môt số tinh chất sau:

+ Vùng phổ truyền qua 1-18μm

+ Chiết suất là 1,5.

+ Độ sai lệch chiêt suất là 0,03.

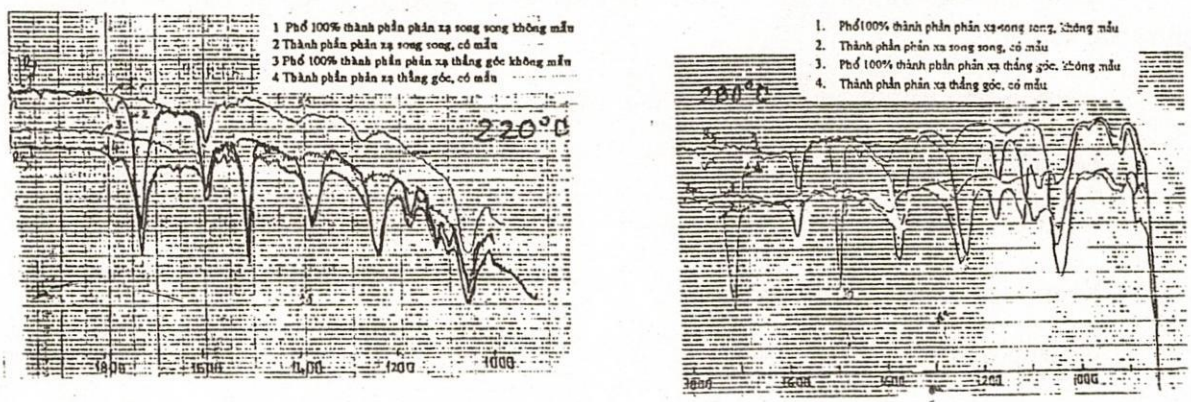
2. NGHIÊN CỨU NÂNG CAO CHẤT LƯỢNG MÀNG MỎNG POLYPYROMELLITIMIDE XỐP VÀ GIẤY VỚI SỰ TRỢ GIÚP CỦA LỚP TIẾP XÚC QUANG HỌC:

2.1. Nghiên cứu màng mỏng polymellitimide xốp bằng phương pháp phản xạ toàn phần bên trong và phương pháp quang phổ Raman:

Màng polypyromellitimide xốp được nhận được từ hỗn hợp polyamidoacid-diacetate cellulose 30% đã được sấy khô ở 80^{0}C và qua quá trình đốt nóng ở nhiệt độ 220^{0}C, 280^{0}C bằng phương pháp phản xạ toàn phần bên trong với sự có mặt của lớp tiếp xúc quang học là thủy tinh IKS- 35 (hình 1a, 1b) được so sánh với kết quả ghi phổ bằng phương pháp quang phổ Raman (hình 1c, 1d).

Bảng 1: Các tần số dao động của polypyromellitimide nung ở 220^{0}C và 280^{0}C

Đám phổ PXTPBT (cm^{-1})	Đám phổ FT-Raman (cm^{-1})	Đặc tính
1720	1725	Dao động của C=O **ở polyimide và diacetate cellulose**
1600	1610	Dao động của nhân thơm
1500	1502, 1514	Dao động của nhân thơm ở polyimide
1450	1460	Dao động của nhân thơm và dị nguyên tử của polyimide
1430		Dao động của CH_2 diacetate cellulose
1370	1374	Dao động của C-N polyimide và dao động của CH_3 của diacetate cellulose
1240	1237	Dao động của C- O- C
1170	1172	Dao động của C-O của pôlyimide và dao động CH_2 của diacetate cellulose
1115	1108, 1115	Dao động của CH

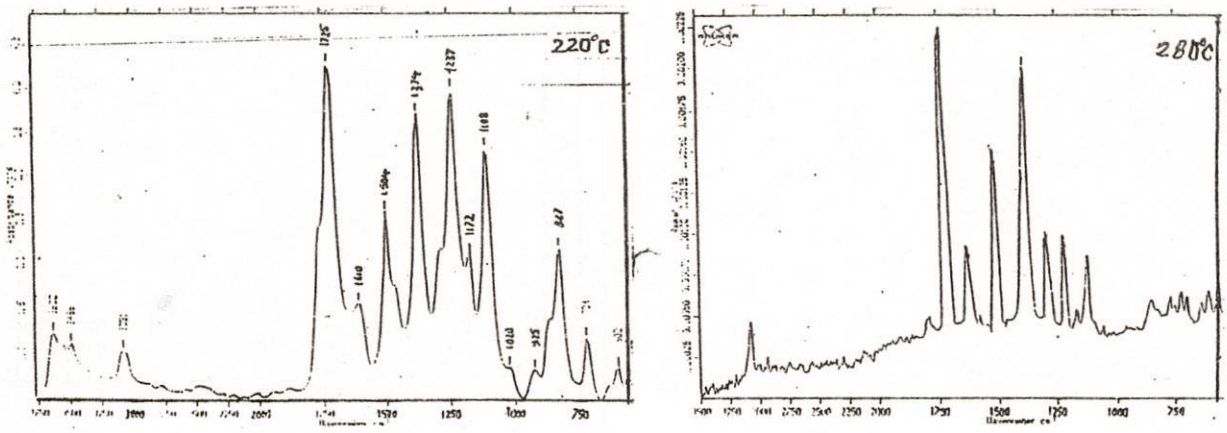


1a) 1b)

Hình 1: Phổ của màng mỏng polypyromellitimide xốp nung ở 220^{0}C và 280^{0}C

1a và 1b: bằng phương pháp phổ phản xạ toàn phần bên trong

1c và 1d: bằng phương pháp phổ Raman



1c) 1d)

2.2. Nghiên cứu giấy bằng phương pháp phản xạ toàn phần bên trong và phương pháp quang phổ Raman:

Nghiên cứu giấy với bản phản xạ là ZnSe và lớp tiếp xúc quang học là vaselin

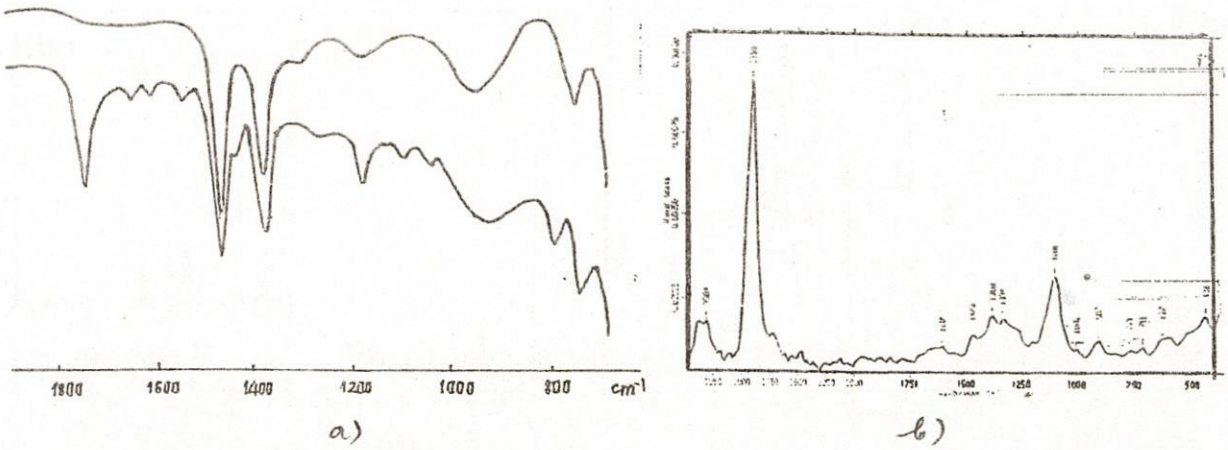
2.2.1. Nghiên cứu giấy cal:

Phổ phản xạ toàn phần bên trong của giấy cal ghi ở hình 2a.

Phổ Raman của giấy cal ghi ở hình 2b.

Bảng 2: Các tần số dao động của một loại giấy cal

Đám phổ PXTPBT (cm^{-1})	Đám phổ FT-Raman (cm^{-1})	Đặc tính
1740	1730	Dao động của nhóm C= O
1660		Đặc trưng OH hoặc chất kết nối cazein
1600	1609	Lignin
1520	1530	Chất kết nối cazein
1470	1473	Dao động hóa trị của nhóm CH_2
1390	1380	Dao động hóa trị của CH_3
1340	1334	Dao động hóa trị của CH
1225		Đặc trưng cho chất tẩy trắng quang học
1170		Dao động của nhóm C-OH hoặc CH_2
		Hoặc dao động hóa trị C-O hoặc C-C
1100	1101	Dao động hóa trị của CH
1040	1002	Si có trong chất độn $Mg_3H_2(SiO_3)_4$
810		Đặc trưng cho một hợp chất gluco từ xenlulo lá kim
780		Đặc trưng cho chất tẩy trắng quang học
	711	Chất độn TiO_2



Hình 2: Phổ của một loại giấy cal

a) Bằng phương pháp phản xạ toàn phần bên trong

b) Bằng phương pháp quang phổ Raman

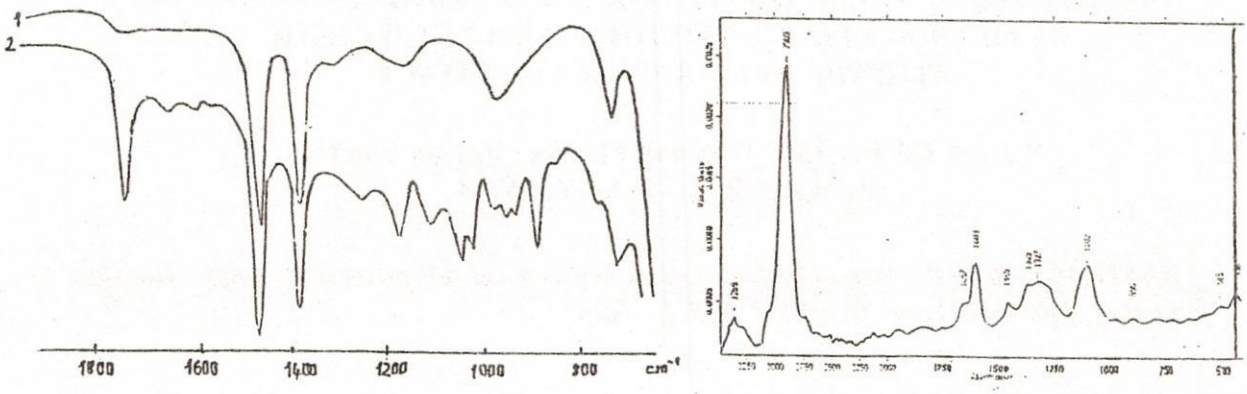
2.2.2. Nghiên cứu giấy vụn

Phổ phản xạ toàn phần bên trong của giây vuụn ghi ở hình 3a.

Phổ Raman của giấy vụn ghi ở hình 3b.

Bảng 3: Các tần số dao động của giấy vụn

Đám phổ PXTPBT (cm^{-1})	Đám phổ FT-Raman (cm^{-1})	Đặc tính
1740	1750	Dao động của nhóm C= O, cellulose lá kim
1660	1657	Đặc trưng OH hoặc chất kết nối cazein
1600	1603	Lignin
1470	1465	Dao động hóa trị của nhóm CH_2
1390	1369	Dao động hóa trị của CH_3
1340	1327	Dao động hóa trị của CH
1170		Dao động của nhóm C-OH hoặc CH_2
		Hoặc dao động hóa trị C-O hoặc C-C
1100÷1000	1102	Dao động hóa trị của CH
950÷920		Tinh bột
870	895	Bột màu trong $CaCO_3$
810		Đặc trưng cho một hợp chất gluco từ cellulose lá kim



Hình 3: Phổ của một loại giấy vụn

a) Bằng phương pháp phản xạ toàn phần bên trong

b) Bằng phương pháp quang phổ Raman

3. BÀN LUẬN KẾT QUẢ:

-Dùng phương pháp quang phổ phản xạ toàn phần bên trong với lớp tiếp xúc quang học thích hợp đã cho kết quả phổ tốt trong nghiên cứu nâng cao chất lượng màng mỏng polypyromellitimide xốp và giấy.

Màng mỏng polypyromellitimide nung ở 220^{0}C, 280^{0}C vẫn còn chứa cellulose (đỉnh phổ ở 1430 cm^{-1} vẫn còn xuất hiện), cần nung màng mỏng ở nhiệt độ cao hơn để loại hết cellulose cho màng polypyromellitimide có chất lượng tốt.

-Vật liệu vaselin là vật liệu có thể dùng làm lớp tiếp xúc quang học vừa cho kết quả tốt vừa giảm chi phí trong nghiên cứu giấy.

-So sánh hai phổ thu được ta thấy hai phương pháp: quang phổ phản xạ toàn phần bên trong và quang phổ Raman hoàn toàn có thể hổ trợ, bổ sung cho nhau. Hai phổ của màng mỏng polymellitimit hầu như tương đương nhau. Riêng ở phổ giấy có khác nhau một ít:

+Những đỉnh phổ nhóm OH xuất hiện yếu trong Raman thì mạnh trong phản xạ toàn phần bên trong.

+Đỉnh phổ TiO_2 (711 cm^{-1}) không xuất hiện trong Raman thì xuất hiện trong phản xạ toàn phần bên trong.

+Đỉnh 1225 cm^{-1} tương ứng chất tẩy trắng quang học thường không xuất hiện hoặc xuất hiện yếu đã xuất hiện trong phổ phản xạ toàn phần bên trong.

STUDYING QUALITY OF THIN FILM OF POLYPYROMELLITIMIDE, PAPER BY METHOD ATTENUATED TOTAL REFLECTION (ATR) WITH THE HELP OF OPTICAL CONTACT

Nguyen Thi Thu Thuy-Duong Ai Phuong - Nguyen Van Den
Mamedov R. K. - Zolatarov V. M.

ABSTRACT: *With the help of optical contact between the cell-prism and sample, studying quality of polymer, paper by method ATR is better*

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Thị Thu Thủy, Dương Ái Phương, Nguyễn Văn Đến, Mamedov R.K., Zolatarov V.I., *Nghiên cứu màng mỏng polymer, giấy, sợi quang học bằng phương pháp quang phổ phản xạ toàn phần bên trong,* Tạp chí phát triển KH & CN- Đại học Quốc gia TP. HCM, năm 2000, Tập 3, số 1, tr. 53-61

2. Nguyễn Thị Thu Thủy, Dương Ái Phương, Nguyễn Văn Đến, Mamedov R.K., Zolatarov V.M., *Phương pháp phản xạ toàn phần bên trong trong nghiên cứu các đối tượng có bề mặt gồ ghề: màng mỏng polymer, sợi quang học,* Tuyển tập các công trình khoa học, Đại học Cần Thơ, 1999,

3. Nortman B. Colthup, Lawrence H. Daly, Stephen E. Wilberley, *Introduction to Infrared and Raman spectroscopy,* Academic Press. Inc., 1990.