

LABORATORIUM SYNTEZY NANOMATERIAŁÓW

Ćwiczenie 6 – Wyznaczanie właściwości strukturalnych nanokryształów (v 2.1)

1. Wstęp

Pomiary strukturalne nanokryształów w postaci zdjęć z transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM) oraz widm dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) umożliwiają wnioskowanie m.in. o fazie krystalicznej, rozmiarze, kształcie, jednorodności zsyntezowanych nanokryształów.

2. Układ pomiarowy

- a) Transmisyjny mikroskop elektronowy (TEM) -
FEI Tecnai G2 20 X-TWIN wyposażony w układ do pomiarów widm EDX
- b) Dyfraktometr rentgenowski (XRD) -
Philips Materials Research Diffractometers

3. Oprogramowanie i bazy danych

- a. ImageJ – darmowy program do naukowej analizy obrazów
<http://imagej.nih.gov/ij/>
- b. Diamond – demonstracyjna wersja oprogramowania do obrazowania i analizy struktury krystalicznej
<http://www.crystalimpact.com/diamond/>
- c. Crystallography Open Database – otwarta baza danych struktur krystalicznych
<http://www.crystallography.net>

4. Dane do analizy

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczenia należy zgłosić się do prowadzącego w celu odebrania plików potrzebnych do wykonania analizy.

5. Przebieg pomiarów

- a) Wyznaczenie rozmiaru nanokryształów
Używając oprogramowania ImageJ otworzyć zdjęcia TEM nanokryształów.
Zaobserwować cechy charakterystyczne uzyskanego obrazu (czy widoczne są płaszczyzny krystalograficzne)

Zmierzyć średnice ~100 nanokryształów, a następnie skonstruować wykres przedstawiający dystrybucję rozmiarów nanokryształów. Wyliczyć wartość średnią i poszerzenie dystrybucji.

Użyteczne funkcje:

- Streight
- Analyze/SetScale
- Klawisz „m” – dodaj do pamięci mierzoną długość

Tabele z rozmiarami nanokryształów otrzymaną w ImageJ należy importować do np. Excel, Origin i tam przygotować końcowy wykres (wykres standardowo generowany przez ImageJ jest słabej jakości)

- b) Wyznaczenie rozmiaru nanokryształów wspomagane komputerową analizą obrazu

Podobnie jak w podpunkcie (a) wyznaczyć rozmiary wszystkich nanokryształów ze zdjęcia TEM korzystając z opisu procedury:

http://www.dunesciences.com/files/Particle_Size_Analysis_SOP.pdf

c) Struktura krystaliczna nanokryształów

Korzystając z bazy *Crystallography Open Database* wyszukać struktury krystaliczne w których mogą krystalizować zsyntezowane nanokryształy. Pobrać pliki CIF (*Crystallography information file*).

Korzystając z oprogramowania Diamond zaimportować wybrane pliki CIF i narysować komórkę elementarną kryształu.

Zbudować cieć krystaliczną nanokryształu o średnicy ~ 3 nm. W tym celu można wykorzystać funkcję: *Fill Coordination Spheres Directly* (Shift+Ctrl+S). Obracając uzyskanym modelem zarejestrować obraz nanokryształu wzdłuż kilku charakterystycznych kierunków krystalograficznych.

Korzystając z oprogramowania Diamond przygotować wzorzec rentgenowskiego widma dyfrakcyjnego (XRD) dla struktury krystalicznej nanokryształów i długości fali wiązki pomiarowej 1,657950 Å (Ni-K α_1). Wyeksportować otrzymany wzorzec.

Utworzyć wspólny wykres porównujący widmo dyfrakcyjne zsyntezowanych nanokryształów ze wzorcem.

6. Opracowanie wyników – zadania

1. Porównać wyliczoną na podstawie zdjęcia TEM średnicę nanokryształów z rozmiarem wyznaczonym na podstawie położeniem pików absorpcji. Omówić znaczenie poszerzenia pików absorpcji.
2. Dla narysowanej komórki elementarnej nanokryształu i wypisać jej parametry (m.in. układ, wymiary, występujące atomy i ich ilość w komórce).
3. Porównać wysoko rozdzielcze zdjęcie TEM ukazujące płaszczyzny krystalograficzne nanokryształu z obrazami płaszczyzn dla modelu. Czy na podstawie zdjęcia TEM można określić, która płaszczyzna jest widoczna?
4. Wskazać fazę krystaliczną zsyntezowanych nanokryształów na podstawie porównania widma XRD ze wzorcem otrzymanym z obliczeń.
5. Używając równania Scherrer'a dokonać przybliżonego szacowania rozmiaru nanokryształu.
6. Czy i jak na podstawie widm XRD i/lub zdjęć TEM można wnioskować o kształcie nanokryształów?

7. Referencje

1. http://serc.carleton.edu/research_education/crystallography/xldatabases.html

Opracował: dr inż. Mateusz Bański, 2017.02.22