

Textilní nanomateriály

Charakterizace nanomateriálů

Elektronová mikroskopie

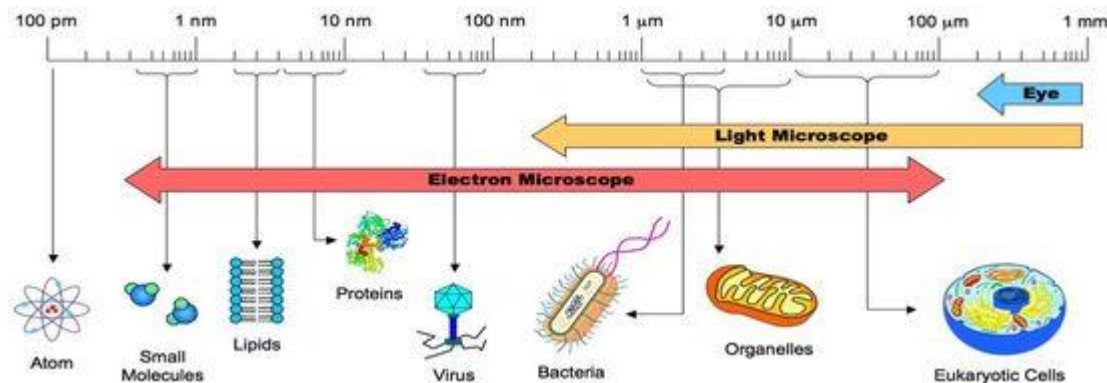
- Pracuje s proudem elektronů ve vakuu
- Nepřímé pozorování elektronového paprsku:

TEM – transmisní elektronová mikroskopie

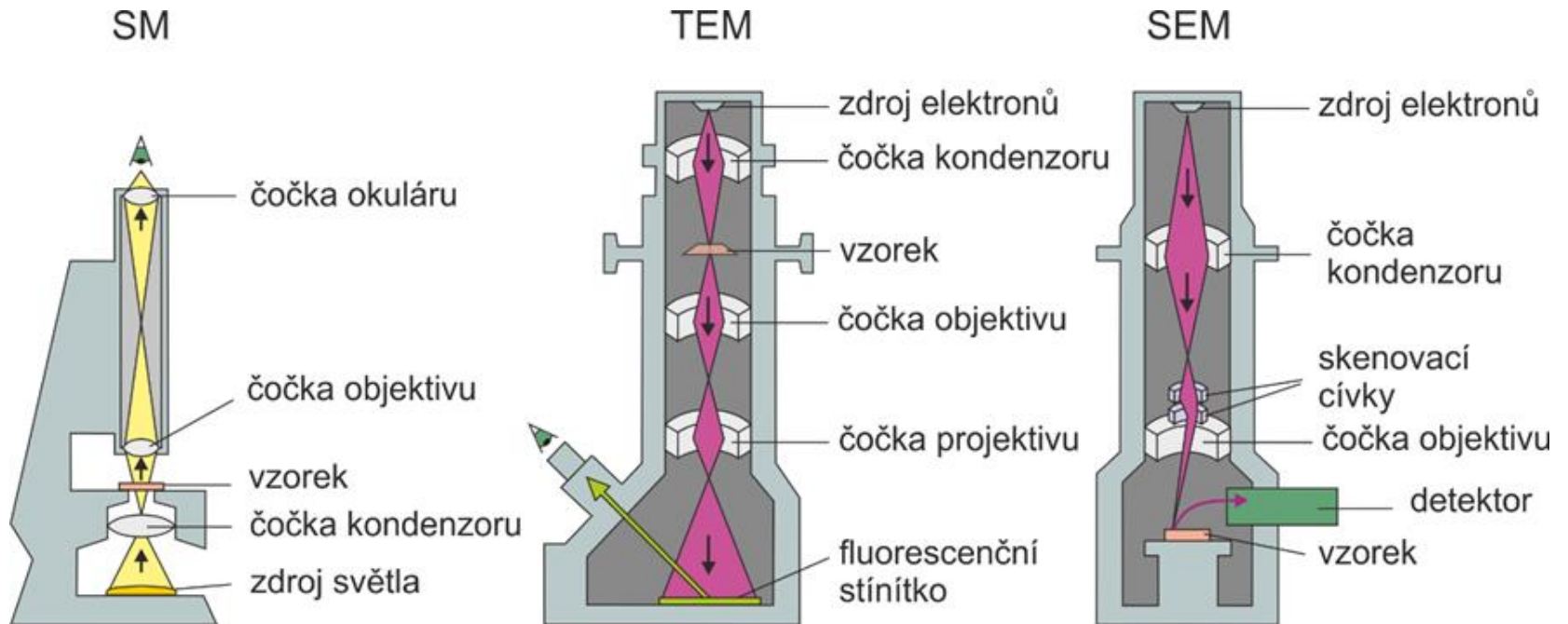
v prošlém “světle“

SEM – skenovací elektronová mikroskopie

v odraženém “světle“



Rozdíl mezi světelnou a elektronovou mikroskopií

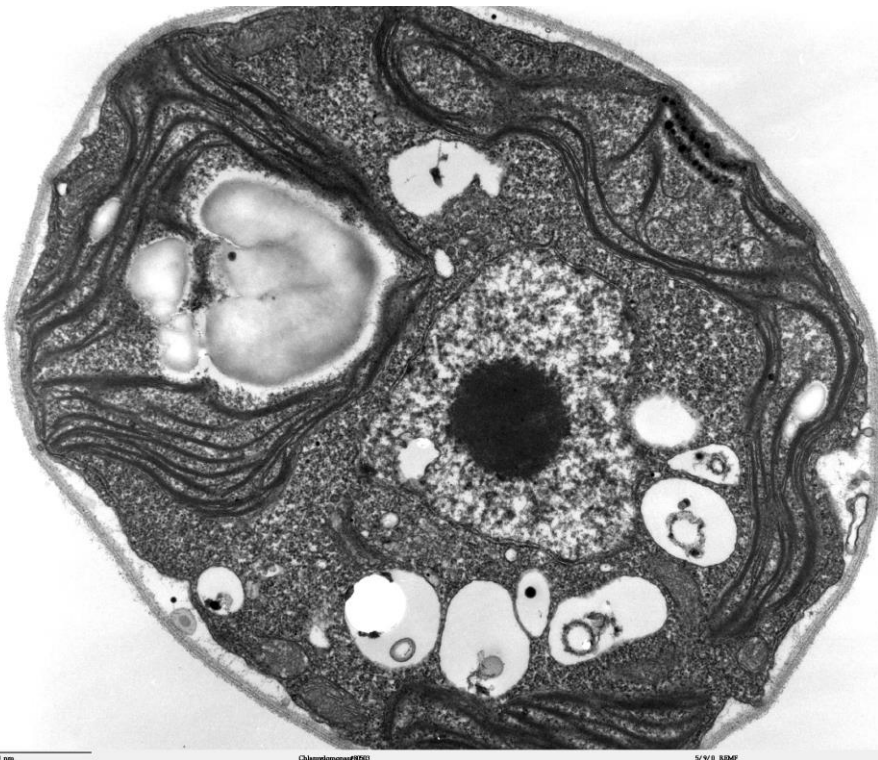
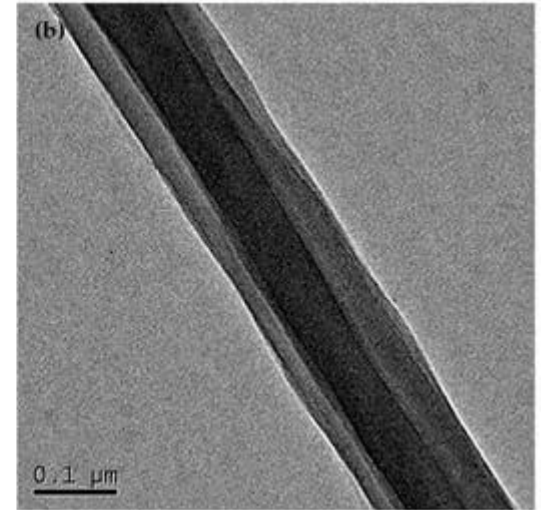
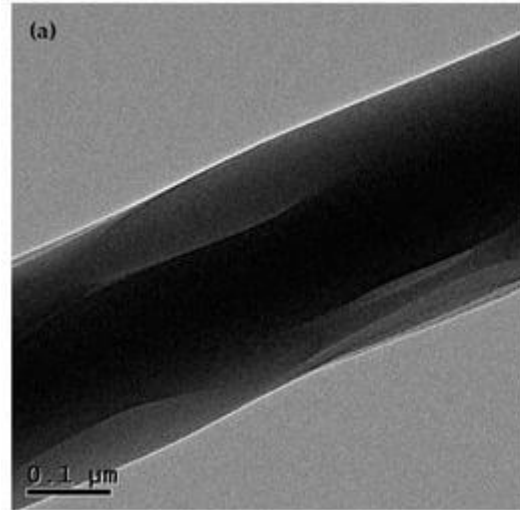


TEM

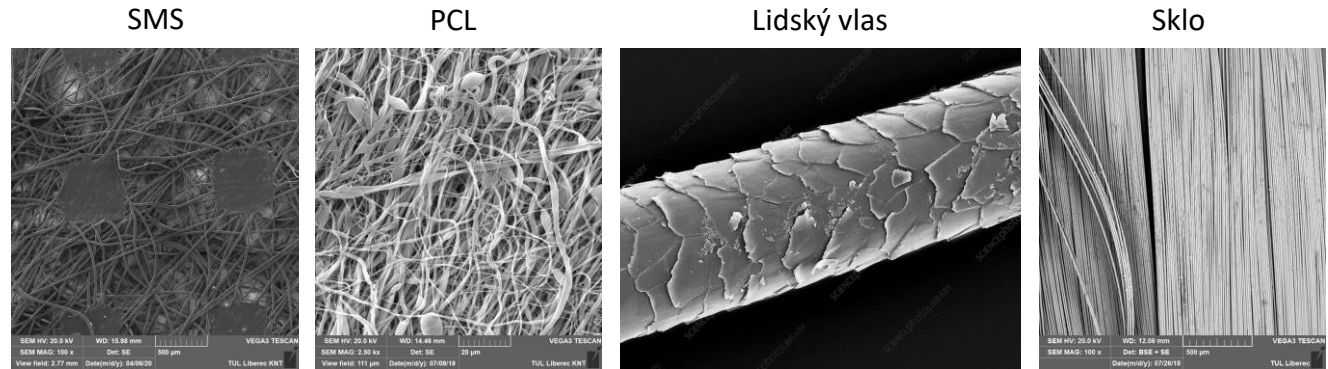
- Pozorování preparátů do tloušťky 100 nm při vysokém zvětšení a s velkou rozlišovací schopností
- Využívá stacionární elektronový paprsek
- Detekce elektronů procházejících vzorkem

- Pro získání:
 - Laterální velikosti objektů
 - Morfologie
 - Vizualizace povrchových vrstev a modifikací
 - Určení fázového složení
 - Potvrzení krystalického / amorfního charakteru

TEM



SEM



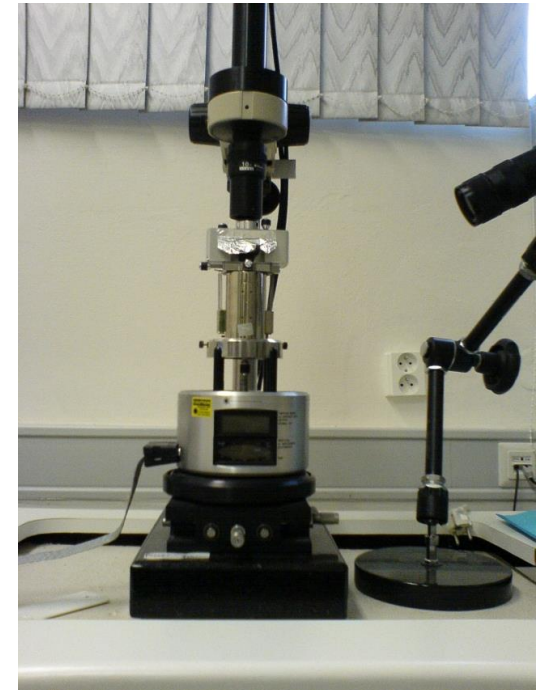
- Určeno pro pozorování povrchu vzorku
- Využívá pohybující se elektronový paprsek
- Zobrazení povrchu vzorku pomocí odražených sekundárních elektronů
- Výhoda: při interakci urychlených elektronů s hmotou preparátu vzniká kromě sekundárního signálu např. rentgenové záření, Augerovy elektrony, katodoluminiscence – nesou další informace o preparátu (prvkové složení, lze stanovit i kvantitativní zastoupení jednotlivých prvků)

Porovnání TEM a SEM

- Základním rozdílem mezi SEM a TEM je umístění a vlastnosti preparátu (“Masivní” – SEM, “Tenký” – TEM)
- SEM - elektrony se primárně odrážejí zpět od preparátu
- TEM - elektrony primárně procházejí preparátem

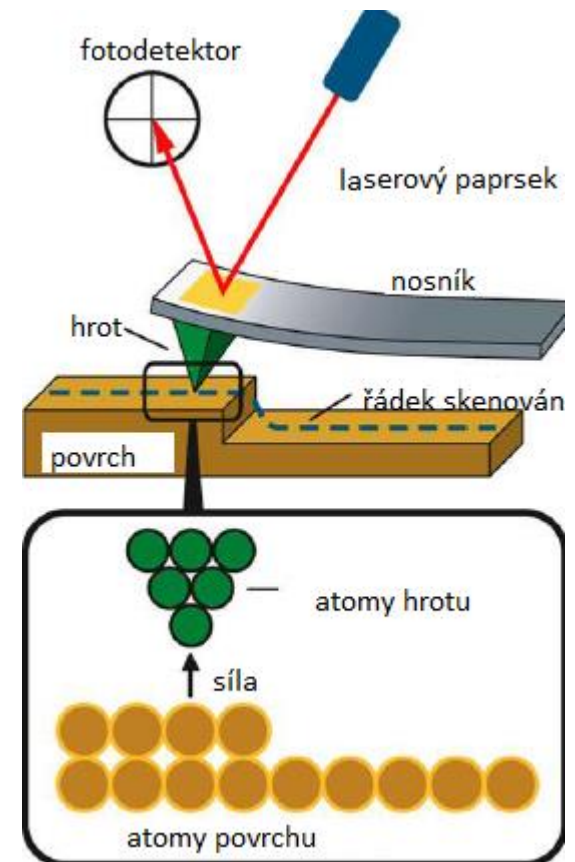
Mikroskopie atomárních sil - AFM

- Trojrozměrné zobrazování povrchů
- Velmi vysoké rozlišení (stovky mikrometrů až nanometry)
- Použití:
 - zobrazování
 - tvorba struktur
 - zpracování povrchů v nanometrové oblasti

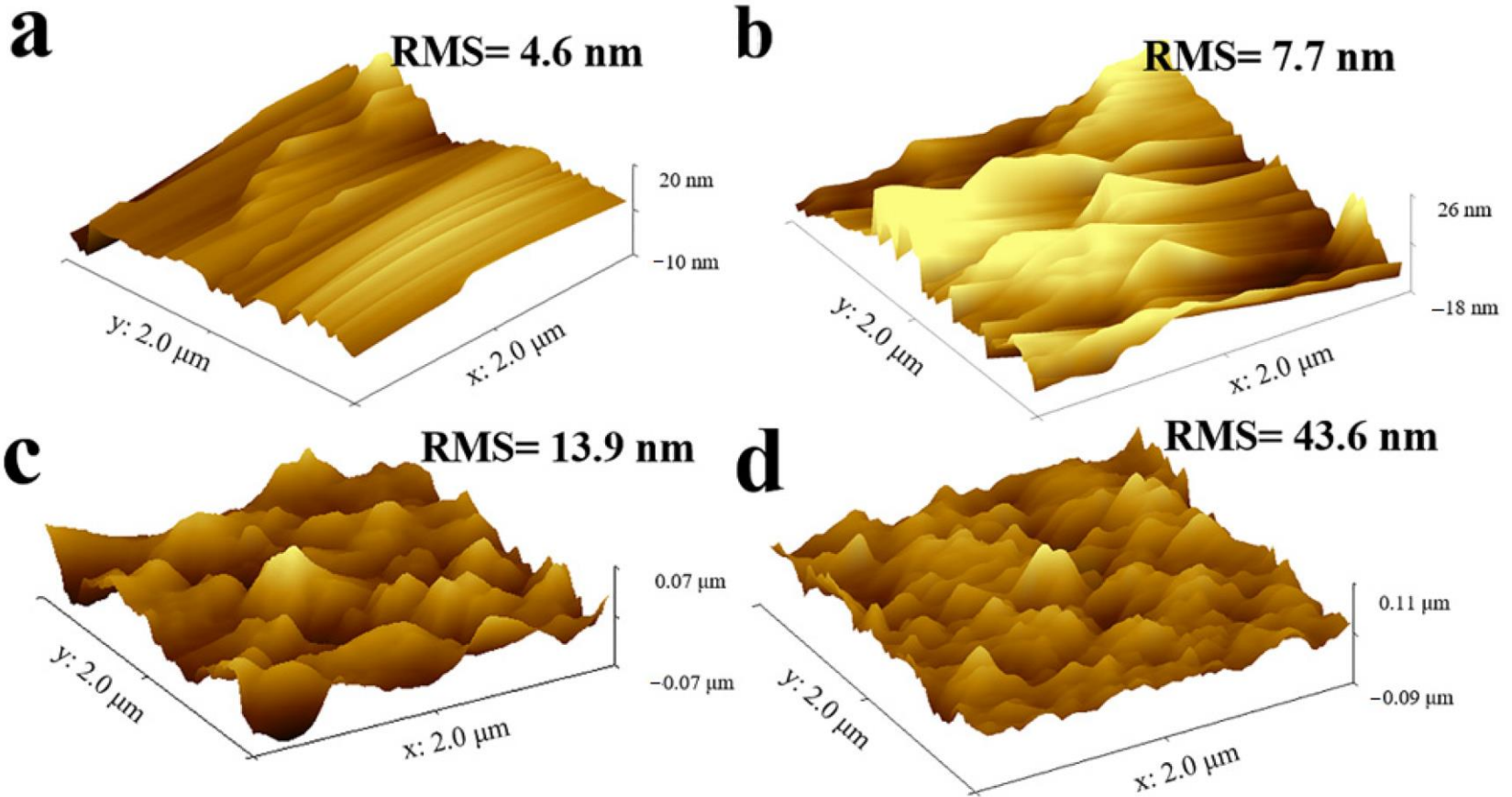


Princip AFM

- Detekce pohybu zkoumacího hrotu při průchodu nad vzorkem
- Mapuje rozložení atomárních sil na povrchu vzorku
- Síly jsou vyvolány těsným přiblížením hrotu k povrchu → vznik přitažlivé / odpuzivé síly → způsobí ohyb raménka s hrotem
- Výkyvy raménka jsou sledovány laserem
- Laserový paprsek dopadá na fotodetektor (změna úhlu nosníku = změna úhlu dopadu paprsku)
- Výhoda – možnost studovat vodivé i nevodivé preparáty



AFM



Atomic force microscopy (AFM) images of the fabrics: (a) pristine fabric, (b) PDMS-coated fabric, (c) PDMS/STA-coated fabric, and (d) PDMS/STA/SiO₂-coated fabric.

Diferenční skenovací kalorimetrie - DSC

- Základní metoda termické analýzy
- Zkoumání teplotních vlastností materiálu
- Využívá se pro určování teploty tání, skelných přechodů a krystalizace
- Tepelné procesy jsou studovány v závislosti na čase nebo teplotě během definovaného teplotního procesu
- Standardní teplotní rozsah přístroje: -100 – 600 °C



Princip DSC

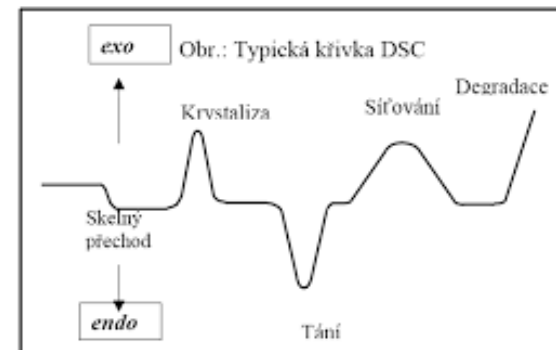
- DSC s kompenzací příkonu

- Zachování nulového teplotního rozdílu mezi měřeným a srovnávacím vzorkem
- 2 oddělené měřicí cely a 2 tepelné zdroje
- Měříme elektrický příkon potřebný k udržení konstantní teploty obou vzorků

- DSC s tepelným tokem

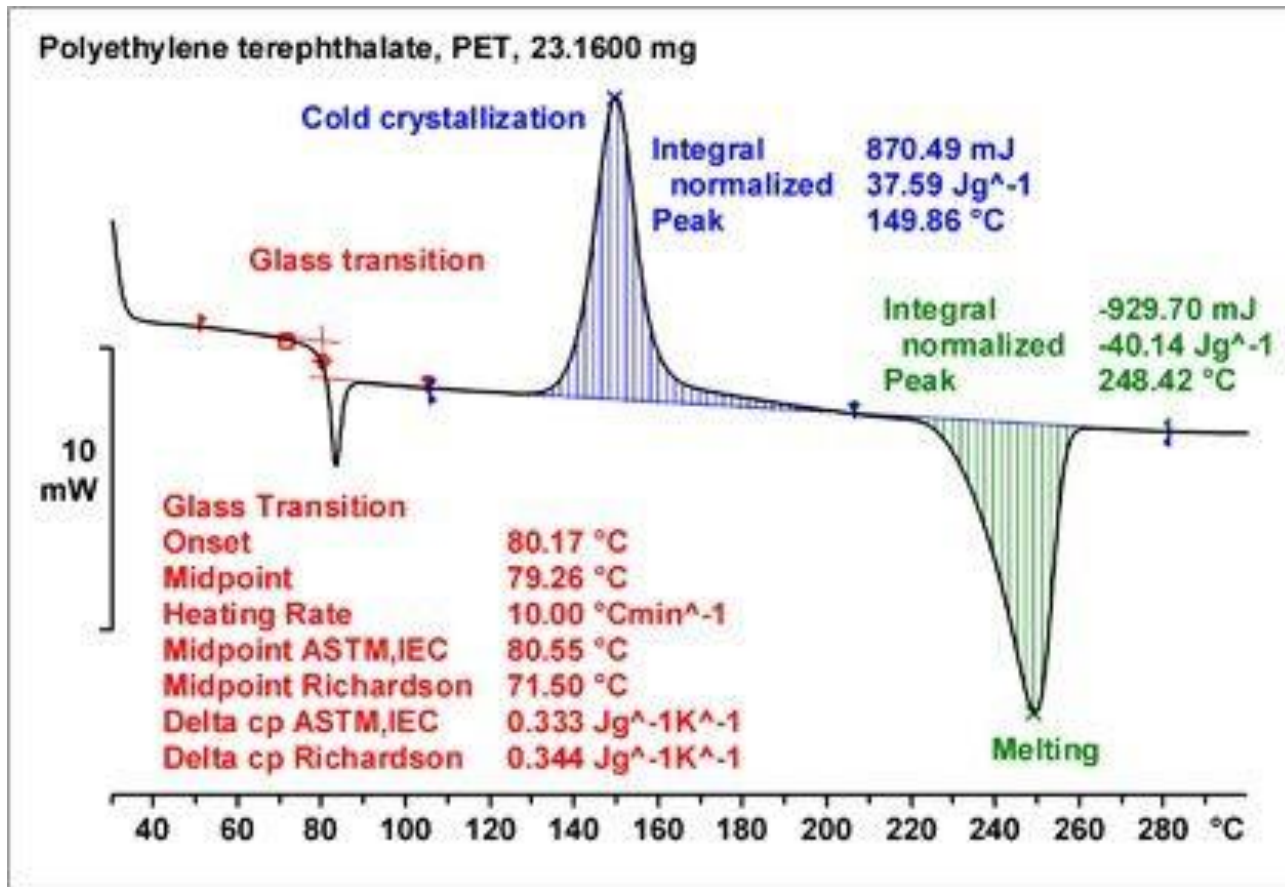
- Měříme rozdíl teplot měřeného a srovnávacího vzorku
- Oba vzorky jsou ve společné cele a jsou spojeny tepelným mostem
- Pokud známe tepelný odpor mezi pecí, měřeným vzorkem a srovnávacím vzorkem → tepelný tok od vzorku nebo ke vzorku je úměrný rozdílu teplot

Princip měření DSC



- Měřený vzorek v kelímku je umístěn na termočlánek v kalorimetrické cele společně se srovnávacím vzorkem, který je umístěný na jiném termočlátku
- Volíme: navážku (hm. vzorku), teplotní program, pecní atmosféru (N, H, Ar, O,...)
- Exotermický děj - zpomalí se zahřívání měřeného vzorku
- Endotermický děj - zrychlí se zahřívání studovaného vzorku
- **Vyšší rychlost ohřevu zvyšuje citlivost, ale snižuje možnost rozlišení dějů**

DSC



Termogravimetrická analýza - TGA

- Základní metoda termické analýzy - dynamická analytická metoda
- Studuje změny hmotnosti v závislosti na teplotě
- Určení materiálového složení



Princip měření TGA



- Vzorek v kelímku je umístěn na termováhy v pícce termického analyzátoru
- Volíme: navážku vzorku, teplotní program, pecní atmosféra a průtok
- Termogravimetrická křivka:

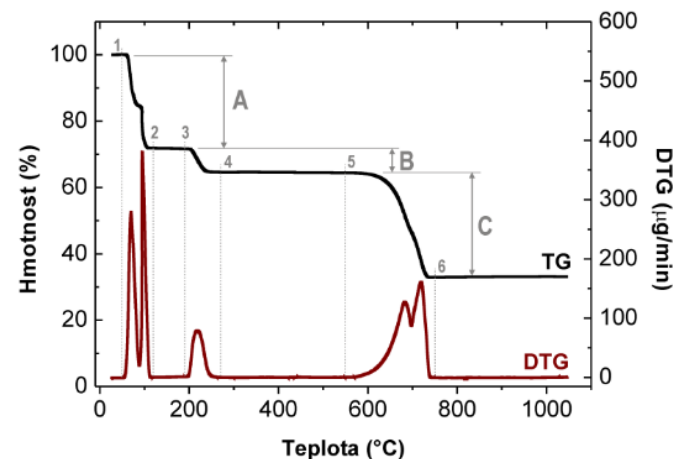
Určení dílčích a celkového úbytku hmotnosti termického rozkladu

Určení teploty rozkladu látek

Studium reakční kinetiky jednotlivých dějů teplotního rozkladu

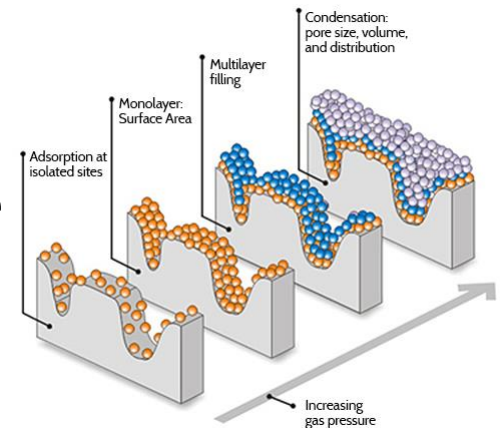
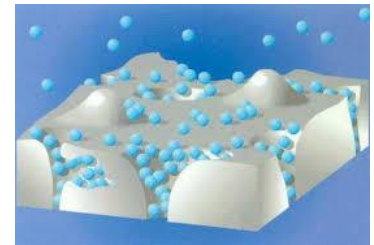
Děje pozorované na TG křivce

- Ztráta krystalově vázaných molekul vody a jiných rozpouštědel
- Sublimace
- Sušení
- Vypařování těkavých složek
- Desorpce a absorpce plynů
- Oxidace kovů
- Termický rozklad v inertní atmosféře
- Heterogenní chemická reakce



Stanovení měrného povrchu metodou BET

- Adsorpce - hromadění částic (atomů, molekul) plynu, kapaliny nebo pevné látky na povrchu (fázové rozhraní) účinkem mezipovrchových přitažlivých sil
- Fyzisorpce - molekuly plynu nebo kapaliny jsou vázány k povrchu pevné látky fyzikálními silami (van der Walsovými)
- Teorie BET je rozšíření Langmuirovy teorie popisující molekulární pokrytí vnitřního povrchu sorbentu – vícevrstvá adsorpce



Princip BET

- Stanovení závislosti adsorbovaného množství plynu na rovnovážném tlaku
- Vzorek musí být zbaven nečistot
- Po zahřátí ve vakuu jsou postupně přidávány malé dávky plynu
- Měří se množství plynu adsorbovaného na povrchu
- Při vytvoření molekulární monovrstvy lze vypočítat měrný povrch - znalost plochy kterou zaujímá jedna molekula a z počtu adsorbovaných molekul
- Další adsorpce - tvorba multivrstev
- Po úplném zaplnění pórů lze stanovit celkový objem pórů (znalost hustoty adsorbátu)
- Vyhodnocení hystereze - stanovení tvaru pórů

Rentgenová fotoelektronová spektroskopie XPS

- Zkoumá chemické složení a stav povrchu pevných látek
- Relativně jednoduchá technika se snadným vyhodnocováním výsledků
- Metoda je nedestruktivní (vzorek lze použít opakovaně)

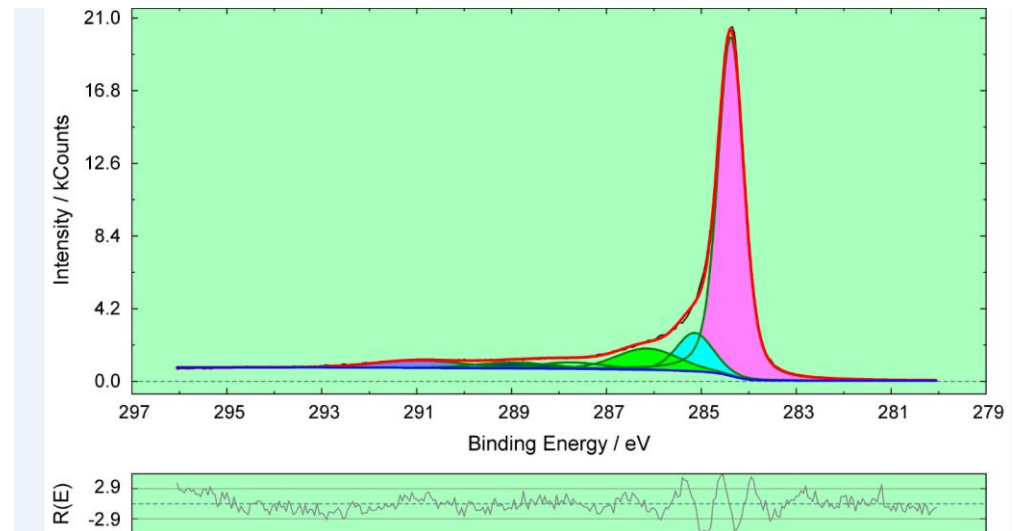
XPS - princip



- Zkoumaný vzorek je ozařován rentgenovým zářením
→ způsobí emitování fotoelektronů z povrchu vzorku
- Fotoelektrony podstupují pružné i nepružné srážky s atomy ve vzorku
 - nepružná srážka - fotoelektron pokračuje v letu původním směrem, ale ztrácí svoji energii
 - Pružná srážka - energie se nemění, změní se směr letu
- Fotoelektrony které opustí vzorek jsou detekovány v příslušném směru analyzátozem – měří intenzitu fotoelektronů v závislosti na jejich kinetické energii

XPS

- Výsledkem je fotoelektronové spektrum – závislost intenzity na energii (kinetická / vazebná)
- Spektrální čáry (píky) – identifikace prvků ve vzorku
- Kvantitativní analýza – relativní koncentrace prvků a sloučenin ve vzorku

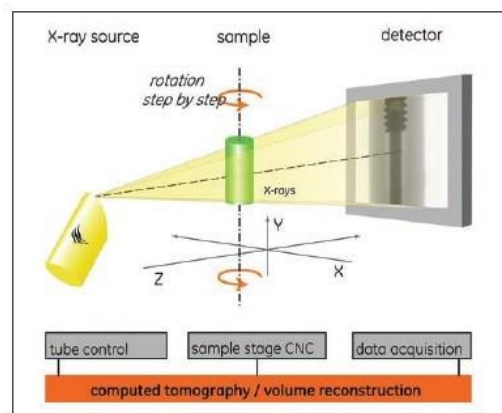


XPS

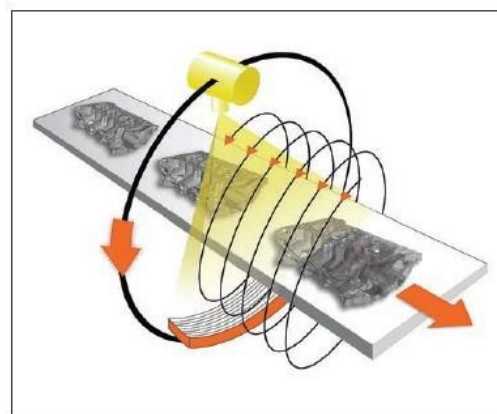
- Lze měřit všechny prvky kromě H a He
- Fotoelektrony se uvolňují pouze pokud jsou vyraženy v hloubce do cca 10 nm
- Problém při měření nevodivých vzorků - nabíjení
- Průmyslové aplikace – modifikace povrchu polymeru, katalýza, koroze, adheze, ...

Počítačová tomografie - CT

- Měření absorpce rentgenového záření měřeným objektem s použitím mnoha projekcí a počítačového zpracování obrazu
- V průmyslu se převážně používá snímání v kuželovém svazku
- V lékařské praxi – snímání ve šroubovici



Obr. 1 CT – kuželový svazek

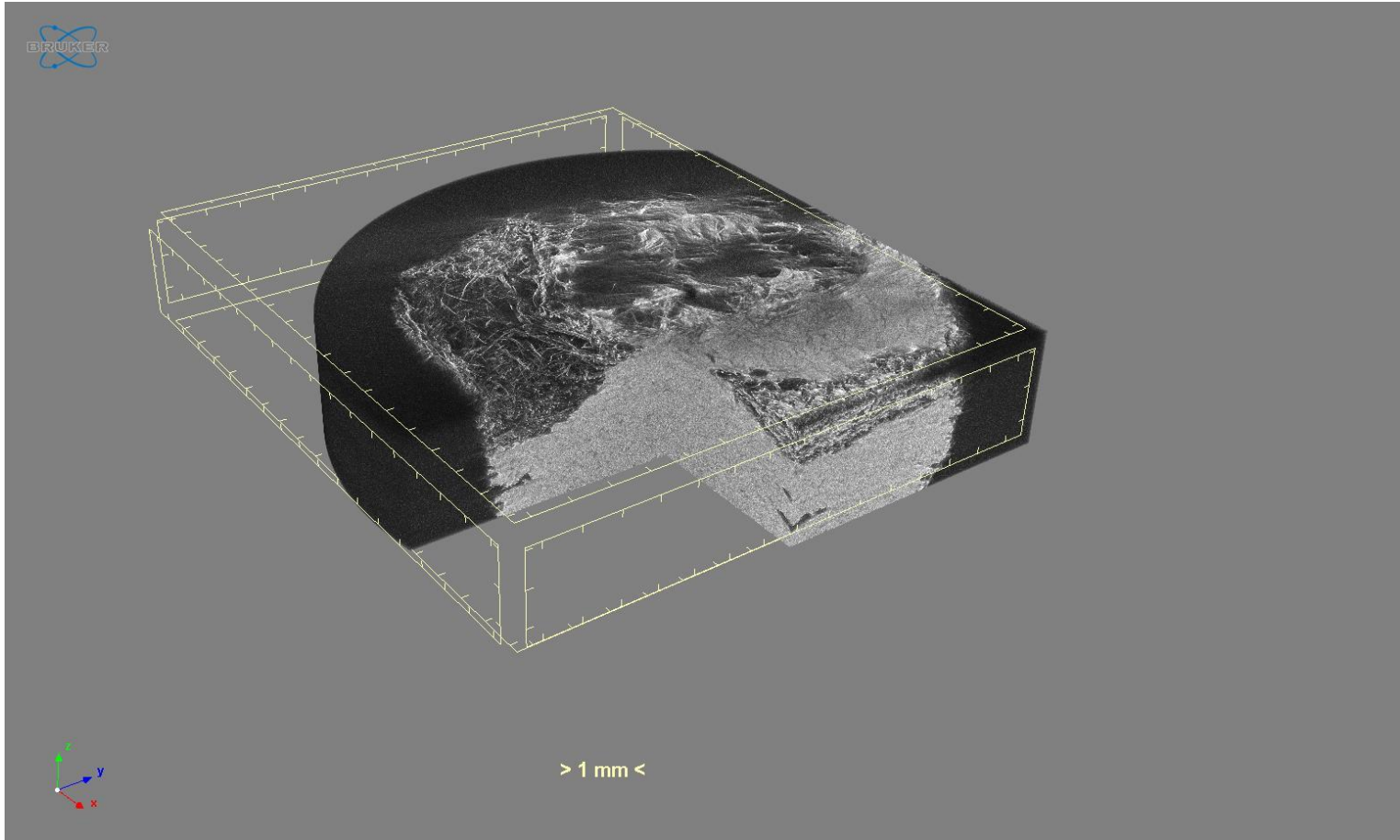


Obr. 2 CT – snímání po šroubovici

CT- princip

- Rentgenka emituje úzce kolimovaný svazek záření ve tvaru vějíře, který prochází vyšetřovaným objektem a je registrován sadou detektorů přeměňujících prošlá kvanta rentgenového záření na elektrický signál, který je digitalizován a dále zpracováván.
- V rámci 1 oběhu (360°) získá systém 400 - 700 projekčních měření absorpce daného objektu z různých úhlů
- Výpočetní tomografie představuje metodu prezentující obraz konkrétní vrstvy vyšetřovaného objektu o předem definované tloušťce, která je dána kolimací primárního svazku záření.

CT



Děkuji za pozornost!

TEST

- Vysvětlete rozdíl mezi skenovací a transmisní elektronovou mikroskopií.
- K čemu slouží mikroskopie atomárních sil (AFM)?
- Nakreslete a popište křivku z měření DSC.
- Popište princip počítačové tomografie (CT)?