

# **ZAAWANSOWANE METODY BADAŃ MATERIAŁÓW**

## **Zagadnienia do kolokwium zaliczeniowego WIMiC 2018/2019:**

### **Mikroskopia elektronowa**

1. Podstawy mikroskopii optycznej
2. Konstrukcja skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM)
3. Fizyczne podstawy działania skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) – sposoby powstawania obrazu. Zakres zastosowań. Różnice pomiędzy mikroskopią optyczną a elektronową.
4. Preparatyka próbek dla skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM)
5. Analiza EDS – podstawy fizyczne, rodzaje analizy.
6. Transmisyjny mikroskop elektronowy (TEM) – fizyczne zasady działania, sposoby powstawania obrazu, zakres zastosowań.
7. Jonowa mikroskopia polowa (FIM) – fizyczne zasady działania, zakres zastosowań.
8. Mikroskop sił atomowych (AFM) - fizyczne zasady działania, zakres zastosowań.

### **Mikroskopia AFM**

1. Zastosowanie mikroskopów z skanującą sondą.
2. Zasada działania mikroskopu AFM
3. Rozdzielczość metody a wielkość stosowanych sond.
4. Tryby pracy mikroskopu AFM.

### **Metody termiczne**

1. Możliwości pomiarowe zestawu do badań termofizycznych materiałów ceramicznych. Wyznaczanie podstawowych parametrów termodynamicznych wybranego materiału.
  - Ogólna charakterystyka metod wybranych metod analizy termicznej: termicznej analizy różnicowej, różnicowej kalorymetrii skaningowej i termograwimetrii.
  - Na czym polega stało-szybkościowa analiza termiczna CRTA?

- Rodzaj informacji dostarczanych przez wybrane metody analizy termicznej: termiczną analizę różnicową, różnicową kalorymetrię skaningową i termograwimetrię.
- Charakterystyka krzywej termicznej DTA/DSC.
- Charakterystyka substancji odniesienia i substancji wzorcowej.
- Ogólna charakterystyka kalibracji temperaturowej i kalibracji czułości aparatów do DTA i DSC.
- Oznaczanie ciepła właściwego.
- Oznaczanie ciepła reakcji.

## 2. Wyznaczanie przewodnictwa cieplnego wybranych materiałów.

- Ogólna charakterystyka dyzujności cieplnej.
- Ogólna charakterystyka liniowego współczynnika rozszerzalności termicznej.
- Ogólna charakterystyka przewodnictwa cieplnego.
- Podstawowe sposoby przenoszenia energii cieplnej.
- Wpływ podstawowych czynników na przewodnictwo cieplne ciał stałych, ciekłych i gazowych.
- Metody wyznaczania współczynnika przewodzenia ciepła, ze szczególnym uwzględnieniem metody impulsu laserowego.

## Rentgenografia

1. Struktura ciała stałego:
  - ciało stałe amorficzne i krystaliczne,
  - uporządkowanie bliskiego i dalekiego zasięgu
2. Rentgenowskie promieniowanie charakterystyczne:
  - jak powstaje,
  - sposoby monochromatyzacji
  - zjawiska towarzyszące przejściu promieni X przez materię.
3. Warunek dyfrakcji promieni X – równanie Bragga.
4. Natężenie refleksu a czynnik struktury.
5. Podział metod rentgenograficznych w zależności od rodzaju badanego materiału i stosowanego promieniowania.

6. Zasada działania dyfraktometru proszkowego dwukołowego.
7. Dyfraktogram substancji amorficznej i krystalicznej.
8. Opis dyfraktogramu, parametry charakteryzujące refleks.
9. Podstawy rentgenowskiej analizy jakościowej:
  - wyznaczanie położenia refleksów,
  - karty identyfikacyjne substancji
10. Podstawy rentgenowskiej analizy ilościowej:
  - metoda wzorca wewnętrznego
  - przygotowanie próbki
  - sposoby wyznaczania intensywności refleksu
  - czynniki wpływające na niedokładność analizy
11. Obliczenia strukturalne:
  - wyznaczanie parametrów komórki elementarnej – potrzebne wielkości i wzory,
  - badanie składu i zakresu występowania roztworów stałych w oparciu o prawo Vegarda,
  - rodzaje roztworów stałych.
12. Informacje o materiale otrzymane na bazie różnych parametrów refleksu:
  - położenie,
  - intensywność
  - szerokość połówkowa.
13. Możliwości badawcze metod rentgenograficznych.

## **Spektroskopia oscylacyjne w podczerwieni (IR)**

### Teoria IR

- Widmo promieniowania elektromagnetycznego;
- Opis oddziaływania promieniowania z materią wykorzystywany spektroskopii w podczerwieni;
- Dlaczego absorpcja jest selektywna? (główne przyczyny i wzory);
- Funkcje, jednostki i zakresy używane w spektroskopii IR;
- Co to jest interpretacja pochodzenia pasm w kategoriach drgań walencyjnych;
- Drgania normalne (co to są, dlaczego niektóre nie objawiają się pasmami na widmie IR? (co wpływa na pozycję a co na intensywność, co to jest wygaszenie momentu dipolowego);

- Typowa kolejność drgań walencyjnych na widmie w podczerwieni dla zadanego układu trzech atomów ( $\delta_s$ ,  $\rho$ ,  $\omega$ ,  $\nu_{as}$ ,  $\tau$ ,  $\nu_s$ );
- Ruch atomów w prostych drganiach walencyjnych  $\delta_s$ ,  $\rho$ ,  $\omega$ ,  $\nu_{as}$ ,  $\tau$ ,  $\nu_s$ . (umieć narysować, co to jest drganie oddychające).

#### Sprzęt i technika pastylkowa

- Technika pastylkowa (materiały, sprzęt, zasady pomiaru, artefakty związane z ucieraniem, ilość próbki, itd.);
- Opis otrzymanego wykresu (osie, używane jednostki, rozdzielczość, przyczyny nierównej linii podstawy, itd.);
- Budowa i zasada działania spektrometru FT-IR (co to znaczy FT-IR, co to znaczy „jednowiązkowy”, główne części i zasady działania: interferometr, źródło, detektor, zalety próżni, rola komputera itd.);
- Problem stosunku sygnału do szumu (czym się różni szum od zanieczyszczeń i skąd pochodzi, co to jest skan, dlaczego zakres pomiaru nie wpływa na czas pomiaru).

#### Obróbka widma

- Tabele korelacji a bazy danych (czym się różnią, analiza próbki o składzie wielofazowym);
- Określanie ilości i pozycji pasm (dlaczego używa się różnie wygładzonych drugich pochodnych, do czego służy dekompozycja, kiedy rozkład złożonej obwiedni ma sens fizyczny).