

O PRZEDMIOCIE

Celem przedmiotu jest opanowanie teoretycznych podstaw technik dyfrakcyjnych, spektroskopowych, termicznych i mikroskopii elektronowej oraz AFM jako metod badań składu fazowego, chemicznego i struktury.

Zajęcia laboratoryjne pozwalają zapoznać się z aparaturą badawczą najnowszej generacji i wykonać samodzielnie badania różnego typu materiałów a także interpretować ich wyniki. Wybrane zaawansowane metody badawcze znajdują swoje zastosowanie w pracach magisterskich oraz doktorskich.

Po zdefiniowaniu pojęć związanych z opisem szeroko rozumianego pojęcia struktury (np. ciało krystaliczne, ciało amorficzne, faza, itp.) zostaną krótko opisane poszczególne metody badawcze w odniesieniu do różnych parametrów wynikających z charakterystyki struktury. Metody te będą szerzej omówione i wykorzystywane do badań materiałów w ramach poszczególnych bloków tematycznych, z wykorzystaniem odpowiedniej aparatury.

Dyfrakcja rentgenowska, wykorzystująca ugięcie fali elektromagnetycznej, jaką jest promieniowanie X, na sieci krystalicznej umożliwi badania materiałów charakteryzujących się uporządkowaniem dalekiego zasięgu w zakresie ich składu fazowego (zarówno w aspekcie jakościowym, jak i ilościowym) jak i przeprowadzenie podstawowych obliczeń strukturalnych (wyznaczenie wielkości i kształtu komórki) czy oszacowanie wielkości krystalitów. Zastosowane zostaną różne techniki pomiarowe, w tym także konfiguracja GID.

Metody spektroskopowe można traktować jako komplementarne w stosunku do metod dyfrakcyjnych ponieważ pozwalają na badania, oprócz ciał krystalicznych, również ciał amorficznych, charakteryzujących się występowaniem wyłącznie uporządkowania bliskiego zasięgu. Interpretacja otrzymanych widm FTIR, poprzez przypisanie pasmom drgań określonych połączeń pozwala określić najbliższe sąsiedztwo danego atomu w niewielkich jednostkach strukturalnych, zarówno w ciałach wyłącznie amorficznych jak i krystalicznych. Faza amorficzna może także stanowić podstawę, w której pojawiają się obszary o uporządkowanej w dalekim zasięgu budowie wewnętrznej. Uzupełnienie informacji wynikających z widm FTIR dają pomiary i interpretacja widm Ramana.

Metody badawcze zaliczane do analizy termicznej oznaczają między innymi analizę zmian właściwości badanych próbek w wyniku narzuconego reżimu temperaturowego, ale również pomiar ilości wydzielanego lub pochłanianego ciepła. Analiza termiczna związana jest więc z całością procesu doświadczalnego, który obejmuje zarówno pomiar, metodykę postępowania, jak i sposób interpretacji uzyskanego wyniku. Należy podkreślić również możliwości wyznaczania, przy wykorzystaniu metod analizy termicznej, różnych właściwości termodynamicznych, właściwości materiałowych, jak również składu chemicznego i struktury badanych materiałów. Pozwalają one na uzyskanie informacji jakościowych, jak również ilościowych np. zmiany masy (TG), zmiany temperatury (DTA) czy zmiany wartości efektów cieplnych (DSC). Dodatkowo metody termiczne można traktować jako komplementarne na przykład w stosunku do metod dyfrakcyjnych, gdyż dodatkowo identyfikują ciała amorficzne na podstawie ich przemian termicznych (DTA, TG). Natomiast nowoczesne metody termiczne (tj. DSC, LFA) pozwalają na wyznaczanie szeregu właściwości termofizycznych materiałów tj. dyfuzyjność cieplną, przewodnictwo cieplne, pojemność cieplna czy ciepło właściwe.

Zastosowanie mikroskopii elektronowej daje możliwość obserwacji morfologii próbki a także określenia jej składu chemicznego. W celu obserwacji morfologii próbki stosowane są metody skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) gdzie obraz uzyskiwany jest w wyniku bombardowania próbki skupioną wiązką elektronów oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) gdzie rejestrowane są elektrony przechodzące przez próbkę. Analizę składu chemicznego umożliwiają metody EDX (EDS) oraz WDS.

Mikroskopia AFM pozwala obrazować powierzchnie szerokiej grupy materiałów z rozdzielczością nanometryczną, z uwzględnieniem wszystkich trzech wymiarów XYZ. Mikroskop sił atomowych zaliczany jest do mikroskopów ze skanującą sondą i wymaga bardzo czystych badanych powierzchni. Oprócz obrazowania topografii powierzchni, w zależności od rodzaju użytych sond można badać także potencjał powierzchniowy, pole magnetyczne lub moduł Younga w wybranych obszarach. Mikroskop AFM, w zależności od rodzaju badanej powierzchni, może pracować w kilku trybach: kontaktowym, półkontaktowym (tapping) oraz w trybie bezkontaktowym.