

Studium změn velikosti částic oxidu železitého

M. Vůjtek, R. Zbořil, L. Machala, M. Mašláň, R. Kubínek
Katedra experimentální fyziky
Univerzita Palackého Olomouc

Nanočástice oxidu železitého

- široké spektrum aplikací (pigmenty, plynové sensory, magnetické záznamové média, abrasiva, lékařské aplikace)
- vědecky zajímavé vlastnosti – několik fázových modifikací
- nenáročné metody přípravy:
 - syntézy na mokré cestě
 - tepelný rozklad
- možnost ovlivnění výsledného produktu parametry syntézy

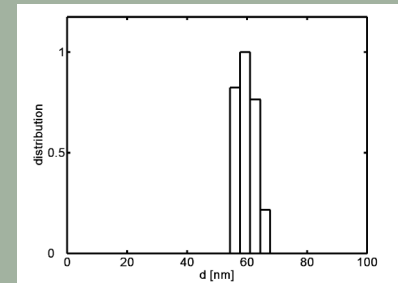
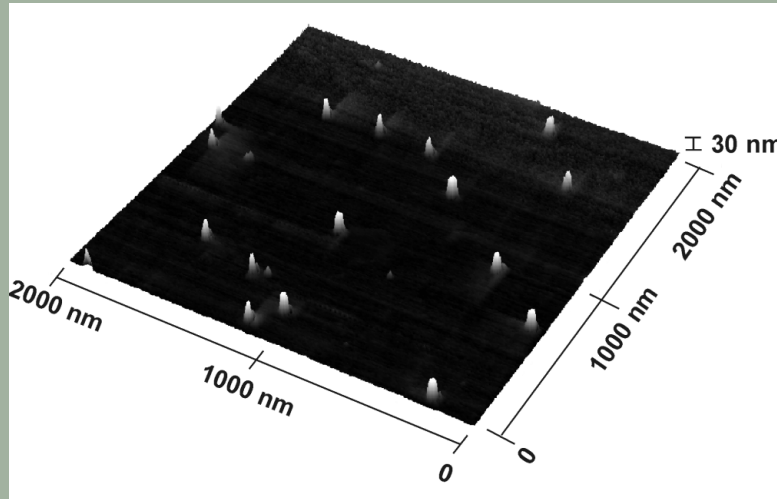
Měření velikosti částic

- problémy definice velikosti a srovnání mezi různými metodami
- nelze všechny tři rozměry
- AFM: analýza laterálních a vertikálních rozměrů, ovlivnění hustotou a uspořádáním částic, konvoluce
- elektronová mikroskopie
- dynamický rozptyl světla
- Mössbauerova spektroskopie
- rentgenová difrakce
- BET absorpce plynu
- vliv přípravy, rozdíl v prostředí

Rozklad berlínské modři

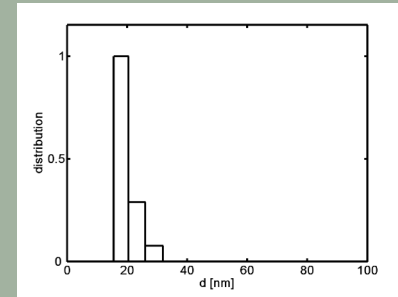
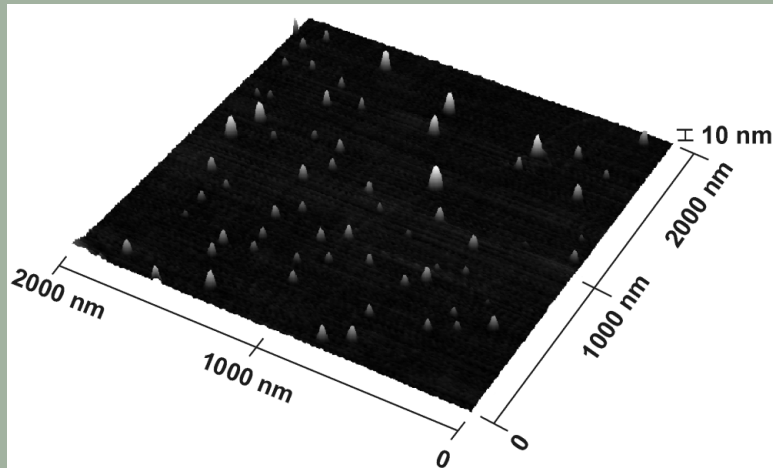
- aplikace AFM ke sledování vlivu prekursoru na výsledný oxid
- příprava berlínské modři dvěma rozdílnými způsoby
 - vzorek S tepelným rozkladem ferokyanidu amonného (160°C, 3 hod)
 - vzorek W přidáním ferokyanidu draselného do roztoku chloridu železitého
- následný tepelný rozklad na oxid železitý (250°C, 2 hod)
- rtg a MS analýza:
 - čisté krystalické fáze prekursorů
 - amorfnní Fe_2O_3

Vzorek W



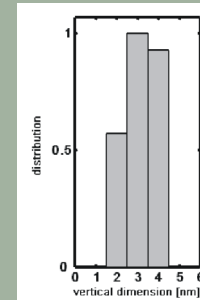
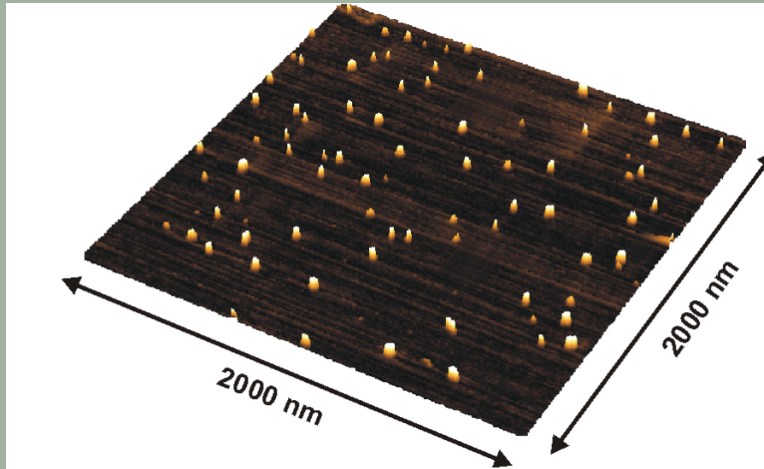
- úzká distribuce velikosti částic
- rozdíl v metodách AFM a DLS asi dvojnásobek

Vzorek S



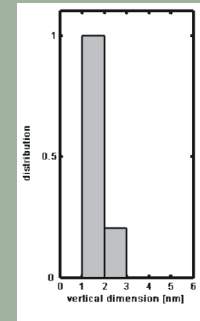
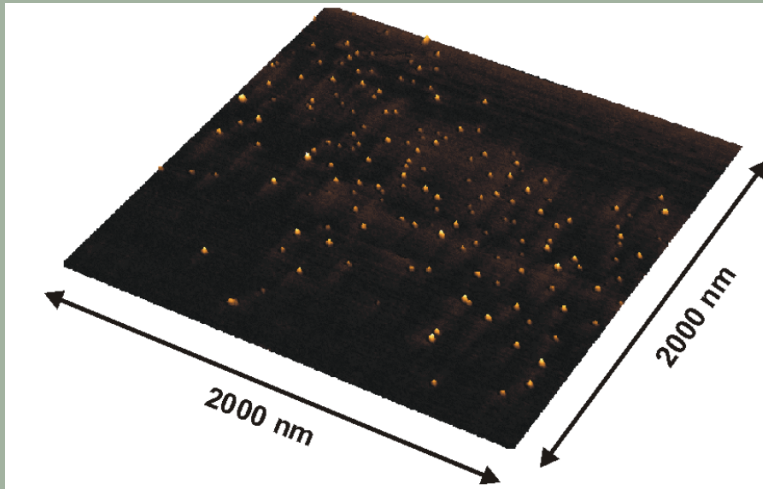
- distribuce velikostí širší, ale stále úzká
- rozdílné DLS a AFM výsledky

Vzorek W250



- střední velikost 3 nm
- BET měření 210 m²/g
- shoda s výsledky DLS

Vzorek S250



- střední velikost 1–2 nm
- BET měření 415 m²/g
- DLS měření v podobném rozsahu

Srovnání vzorků W a S

- oba prekurzory vykazují úzké distribuce
- velikost částic vzorku W je větší než u vzorku S
- u obou se dvojnásobně liší AFM a DLS
- dle rtg i MS jsou strukturně shodné
- po tepelném zpracování se u obou metody shodují
- velikost oxidu závisí na velikosti prekurzoru

Zhodnocení

- analýza výsledků AFM a DLS:
 - dvojnásobek odpovídá aglomerátům
 - testování na latexových částicích a koloidech zlata
- shoda mezi AFM a BET výsledky
- potvrzení možnosti studia vlivu velikosti

Studium izochemické konverze

- rozklad šťavelanu
- studium izochemické konverze
 - $\gamma \rightarrow \gamma + \alpha \rightarrow \alpha$
 - γ výsledky HRTEM
 - $\gamma + \alpha$ dva různé typy částic