

AFM analýza částic oxidu železitého

M. Vůjtek, R. Zbořil, M. Mašláň, M. Heřmánek

*Katedra experimentální fyziky, Univerzita Palackého
Katedra anorganické a fyzikální chemie, Univerzita Palackého*

1. Oxidy železa, vlastnosti
2. Metody přípravy
3. Barevná kvalita
4. Amorfni oxid
5. Rozklad sideritu

Oxid železitý

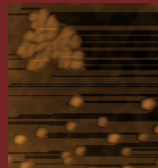
- vědecké i průmyslové využití (pigmenty, záznamová média, katalyzátory)
- polymorfní charakter (α , β , γ , ε), výskyt minerálů
- vliv metody a podmínek přípravy na vnitřní strukturu, morfologii a velikost částic
- vlastnosti (magnetické, optické, elektrické) výrazně závisí na uvedených parametrech
- nanočástice Fe_2O_3 výhodných vlastností
- chemická odolnost, stálost vlastností

Metody studia

- tvorba nanočástic termickým rozkladem
- strukturní a magnetické — rtg difrakce, Mössbaureova spektroskopie, IR, magnetická měření
- velikost a morfologie — AFM, dynamický rozptyl světla, TEM

Příprava vzorků a AFM měření

- disperze částic ve vodě a rozrušení aglomerátů (homogenizátory, UZ)
- odběr mikropipetou
- nanesení na sloupnutou předeřátou slídu
- vysušení při 80 °C, 15–20 min



Způsob měření a vyhodnocování

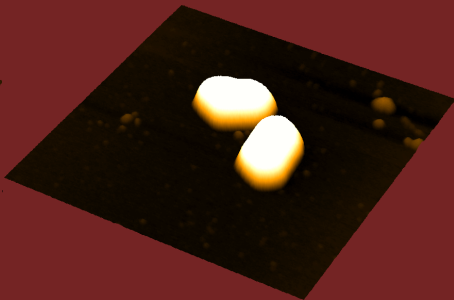
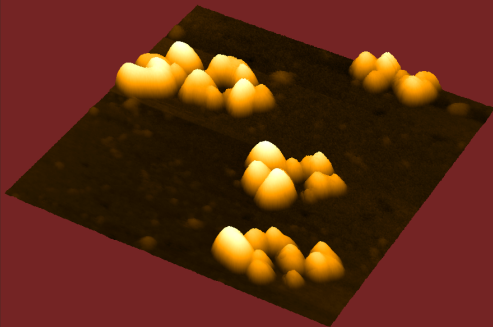
- bezkontaktní režim ($f \sim 270$ kHz), poloměr hrotu ~ 10 nm
- rozsahy 2 μm –250 nm
- zpracování — prokládání, pozadí
- ohodnocení morfologie úpravou histogramu

Barevná kvalita pigmentů

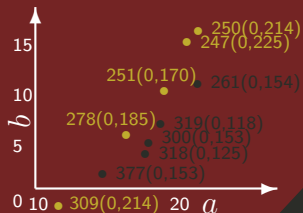
- srovnávací studie vlivu přípravy pigmentu na barevnou kvalitu
- dvě metody přípravy vzorku:
 - termický rozklad $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (I)
 - reakce železnaté soli s redukovatelnou aromatickou nitrosloučeninou (II)
- měření velikostí pomocí DLS:
 - výrazný rozdíl velikosti polydisperzity
 - pro srovnatelné hodnoty pološířky tendence vyšších hodnot střední velikosti pro vzorky (II)

Vzorek	Stř. velikost [nm]	Polydisp.	Vzorek	Stř. velikost [nm]	Polydisp.
I/A	278	0,185	II/A	300	0,153
I/D	309	0,214	II/D	319	0,118
I/E	251	0,170	II/E	318	0,125

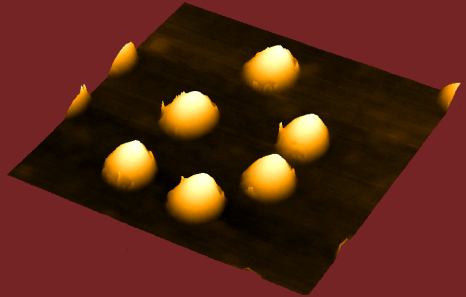
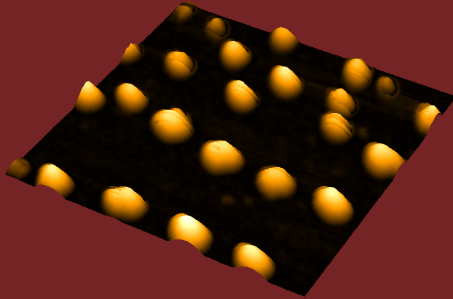
Srovnání morfologie



- rozdíl v morfologii malých částic (pod 100 nm)
- vzorky (I●) více symetrické, $\frac{\text{šířka}}{\text{výška}} \in \langle 5, 11 \rangle$
- vzorky (II●) šupinky, $\frac{\text{šířka}}{\text{výška}} \in \langle 18, 30 \rangle$

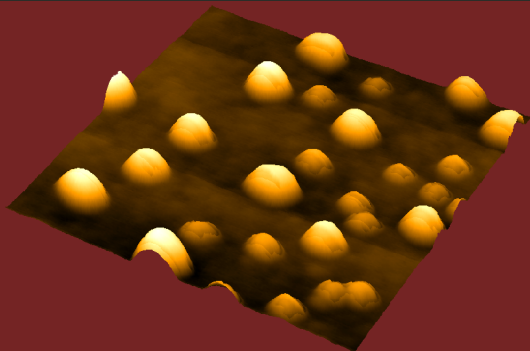


Vliv kationtové substituce

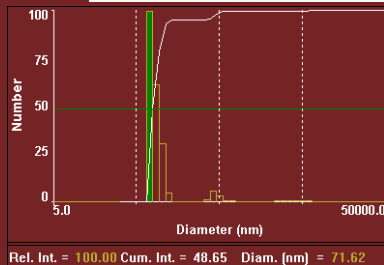


- rozdíl v substituci Mg
- shodná morfologie obou vzorků (poměr $\sim 1 : 10$)
- rozdílná barevná kvalita (vzorek vlevo srovnatelný s (II))
- bez vlivu morfologie $\Rightarrow$ vliv iontových substitucí, na atomární úrovni

Amorfní oxid železitý



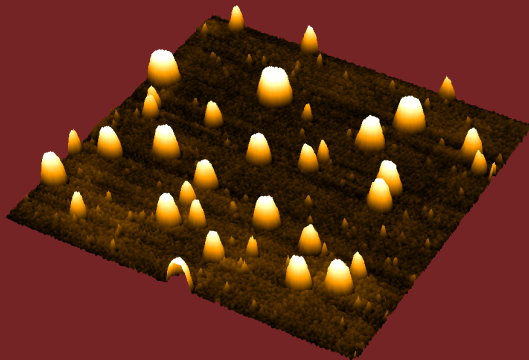
- amorfnní oxid, termickým rozkladem
- velikost 40–150 nm
- při přípravě v roztoku velikost < 10 nm



Termický rozklad sideritu

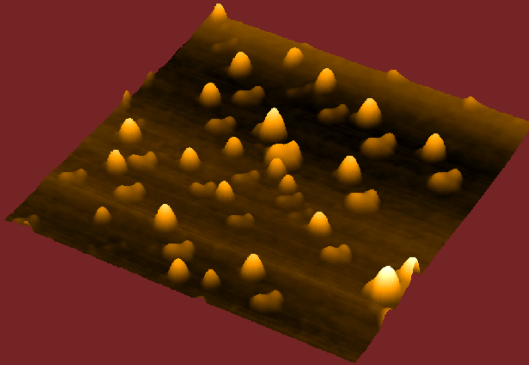
- sledování produktů tepelného rozkladu sideritu
- identifikace vzniku hematitu pomocí rtg difrakce a MS
- náznak superparamagnetické fáze (nanočástice)
- tvorba magneticky uspořádané fáze hematitu (antiiferomag.)
- závislost na teplotě a době kalcinace

AFM analýza



- kalcinace 532 °C, 1 hod.
- existence dvou skupin
 - velké částice 30–80 nm, slabě feromagnetická fáze hematitu
 - velmi malé částice — superparamagnetický hematit

Další fáze



- beta fáze
- gama fáze — problematická, vliv magnetismu?