

Сравнительный анализ методик определения размеров частиц порошкового образца для учебного эксперимента

В работе обсуждается вопрос о методических аспектах подачи учебного материала по актуальному вопросу оценки размеров микро- и наночастиц. Представлены результаты рентгенографического и электронно-микроскопического исследования, а также анализ размеров частиц ферритового образца, проведенный с целью выбора эталона для использования в лабораторном практикуме по физике твердого тела.

Ключевые слова: нанопорошок, феррит, рентгенограмма, размеры частиц порошка.

Большое количество исследований, посвященных объектам с размерами 10^{-9} м, а также основанная на их уникальных свойствах область нанотехнологий обеспечивают прорыв в новую «нанореальность». В связи с актуальностью данной тематики на физическом факультете открыты специальности «Магнетизм наноразмерных систем», «Физика нанокристаллов и наносистем», «Физика биоматериалов и медицинское материаловедение», ведется подготовка специалистов по твердотельным нанообъектам и их применению.

В нанометровом диапазоне размеров меняются многие физические свойства материалов. Переход от макроскопических объектов к наноструктурам сопровождается существенно более весомым вкладом поверхности в свойства наносистем. Для оценки относительного влияния поверхностных и объемных эффектов на свойства наноматериалов необходимым оказывается знание размера частиц. При сравнении свойств таких объектов с макроаналогами необходима четкая паспортизация образцов с указанием размеров частиц. Получение надежных числовых значений размеров зерен отнюдь не является простой задачей из-за многочисленных факторов, возникающих при измерениях, начиная с выбора метода, тщательной обработки и интерпретации результатов – и заканчивая оценкой погрешности. Владение соответствующими навыками необходимо, чтобы научиться получать из совокупности измерений результаты, наиболее близкие к истине.

В нашем случае задачи учебного эксперимента состоят в том, чтобы:

- 1) дать будущему специалисту необходимую для соответствующей квалификации информацию;
- 2) ознакомить обучающегося с методами ее получения;
- 3) научить студента обращению с используемым экспериментальным оборудованием.

При решении задачи, рассмотренной в настоящей работе, подчеркнут еще один важный методический аспект, а именно – получение экспериментальной информации разными способами (дифракционный и электронно-оптический, а также сравнительный анализ данных).

Как известно, оптический микроскоп позволяет определять размеры, не меньше 300–500 нм, поэтому в нанобласти приходится прибегать к электронно-оптическому методу. Электронный микроскоп позволяет получать изображение объектов с максимальным увеличением до миллиона (10^6) раз благодаря использованию, в отличие от оптического микроскопа, вместо светового потока пучка электронов с энергиями 200 эВ – 400 кэВ (длина волны – до 1 ангстрема). Еще одним методом оценки размеров частиц может служить рентгеновская дифракция. Полуширина и профиль дифракционной линии рентгенограммы поликристалла зависят от величины кристалликов (рассеивающих областей). Однако при уменьшении размера частицы интенсивность дифракционного пика уменьшается, а сам он «расплывается», то есть существенно уширяется. К уширению пиков также приводят микродеформации, исключение влияния которых требует существенной экспериментальной и математической доработки.

Для демонстрации данных положений и знакомства с ними студентов-физиков в лабораторном практикуме необходимо иметь образцы с надежно установленными параметрами. Ниже приведены результаты рентгенографического и электронно-микроскопического исследования ферритового порошкового образца $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ (гексаферрит стронция), которое было проведено с целью выбора эталона для использования в лабораторном практикуме по физике твердого тела.

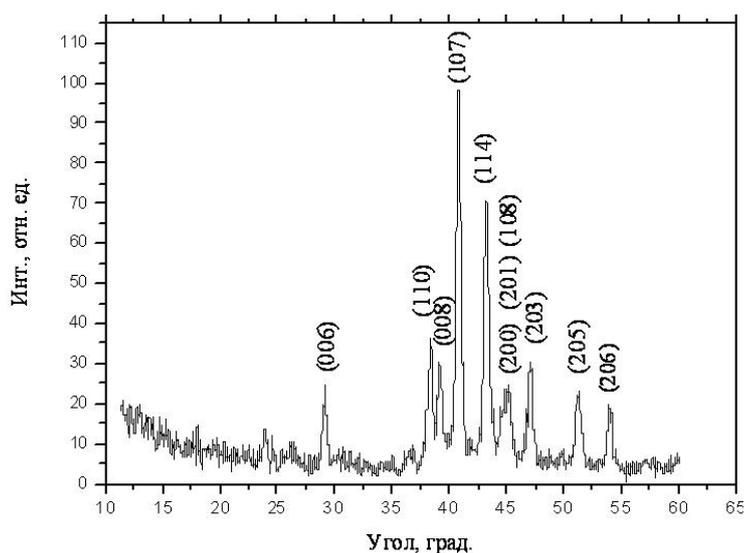


Рис. 1

возможность проводить качественный фазовый анализ, идентификацию химических элементов и соединений, исследования преимущественной ориентации в кристаллах, оценку размеров зерен.

Полученная дифрактограмма приведена на рис. 1.

Во время лабораторного практикума студентам предлагается выполнить идентификацию предложенного образца и качественный фазовый анализ. Анализ дифрактограмм и сравнение экспериментальных данных с эталонными («1996 JCPDS – International Centre for Diffraction Data. All rights reserved») позволили провести полный цикл рентгеновского исследования модельного ферритового образца, которое необходимо для приобретения соответствующей профессиональной компетентности студентами соответствующих специализаций.

Как отмечалось выше, оценить размеры частиц можно по уширению дифракционных линий на рентгенограммах, используя известную формулу Селякова–Шеррера:

$$D = nd = \frac{\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1),$$

где β – полуширина линии; λ – длина волны; θ – угол дифракции;

D – размер кристаллита; n – число межплоскостных расстояний d_{hkl} .

Кристаллиты порошка могут иметь блочную структуру (рис. 2), поэтому на основании результата, полученного с помощью данной формулы, корректно говорить об оценке области когерентного рассеяния (ОКР), но не о физическом размере частиц порошка.

Оценка размера ОКР по измеренным полуширинам линий с использованием формулы (1) дает величину около $D = 20$ нм. Поскольку технология получения данного порошка не предусматривала формирования частиц наноразмеров, можно предположить, что действительный размер зерна существенно от нее отличается. Для проверки этого предположения были получены снимки (рис. 3) исследованного образца в растровом электронном микроскопе JEOL JSM-840.

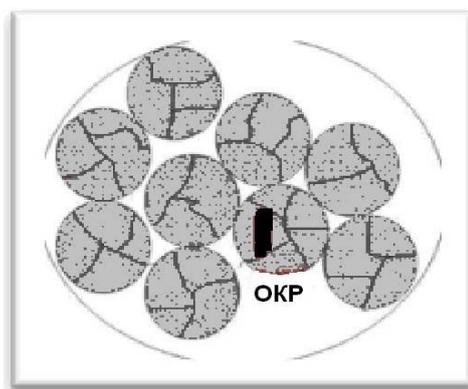


Рис. 2

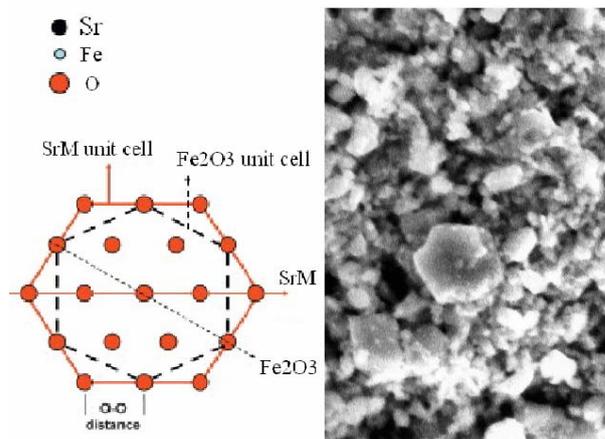


Рис. 3

Обработка электронно-микроскопических снимков с помощью специально разработанного программного обеспечения позволила получить распределение частиц по площадям, представленное на рис. 4.

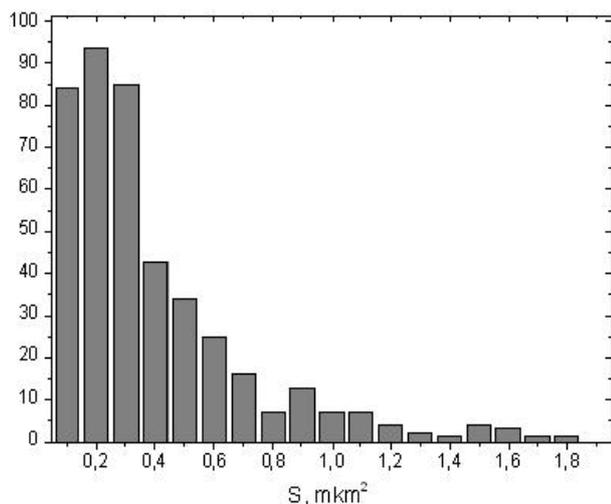


Рис. 4

нии вопроса о корректной оценке размеров частиц мелкодисперсных порошков и макроаналогов.

В заключение выражаем благодарность доц. Сухову В. Н., в. н. с. Дукарову С. В. и м. н. с. Петрушенко С. И. за возможность проведения электронно-микроскопической съемки образца.

Литература

1. Тейлор А. Рентгеновская металлография : Пер. с англ. / А. Тейлор. – М. : Металлургия, 1965. – 665 с.
2. Современная кристаллография : в 4 тт. Т. 1. : Симметрия кристаллов. Методы структурной кристаллографии / Б. К. Вайнштейн. – М. : Наука, 1979. – 384 с.
3. Качанов Н. Н., Миркин Л. И. Рентгеноструктурный анализ : практ. рук-во / Н. Н. Качанов, Л. И. Миркин. – М. : Машгиз, 1960. – 215 с.
4. Гусев А. И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии : 2-е изд., испр. / А. И. Гусев. – М. : ФИЗМАТЛИТ, 2009. – 416 с.