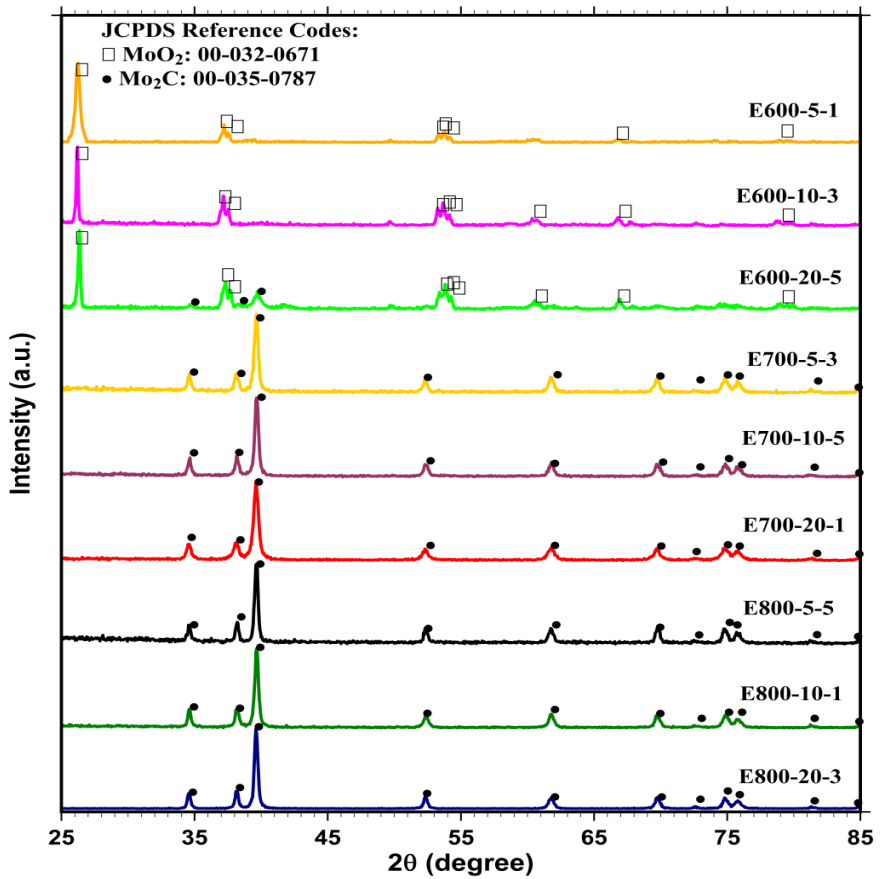
مشخصه یابی جاذب ها

X-Ray Diffraction

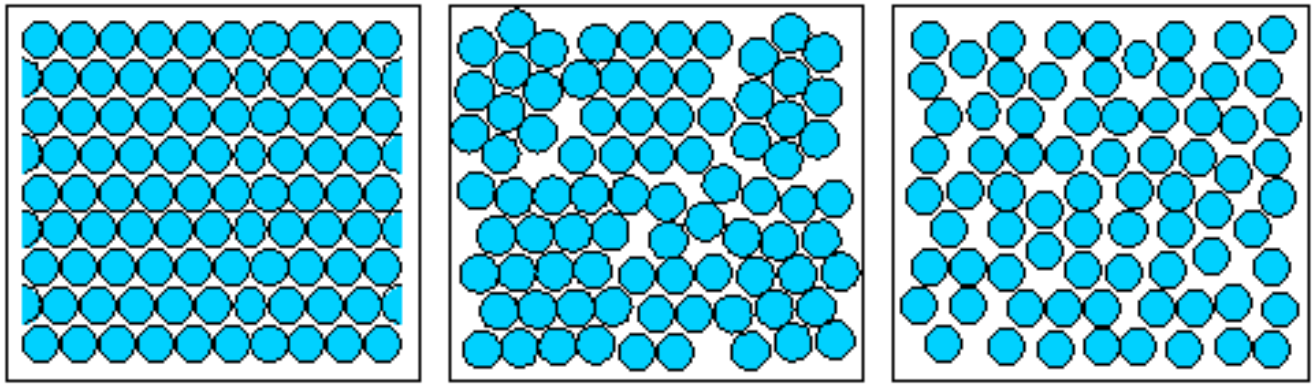
پراش پرتو X



پراش پرتو X روش مستقیمی برای تعیین نوع فازها و ساختار بلوری مواد است؛ درواقع پیشرفت هفتاد سال اخیر شناسایی و مطالعه ی فازها و کریستالوگرافی در گرو کشف XRD است.

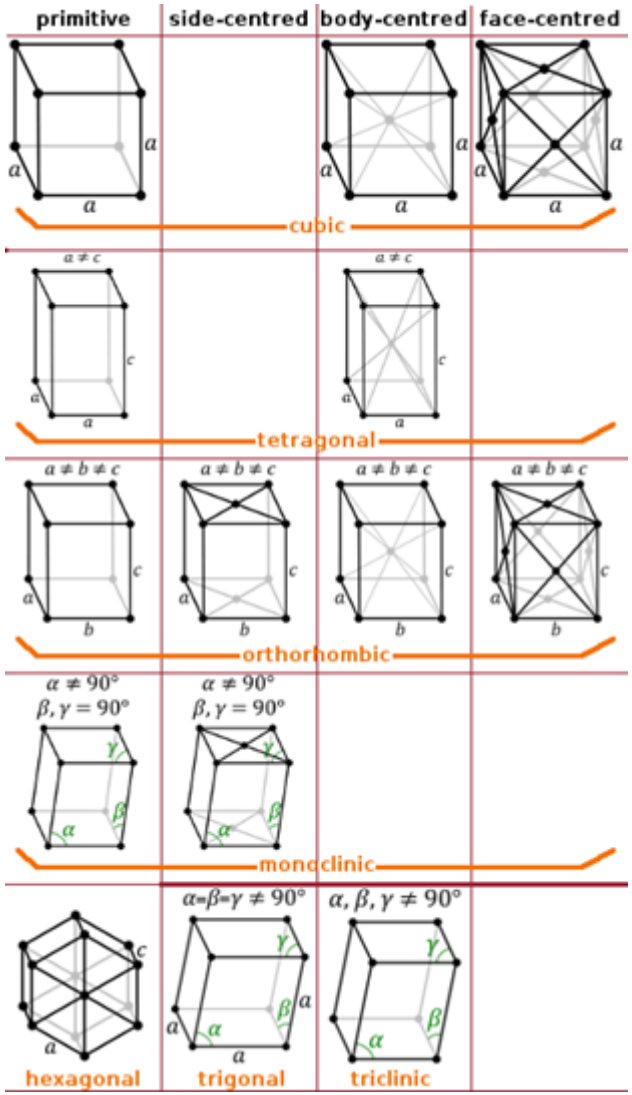
مشخصه یابی جاذب ها

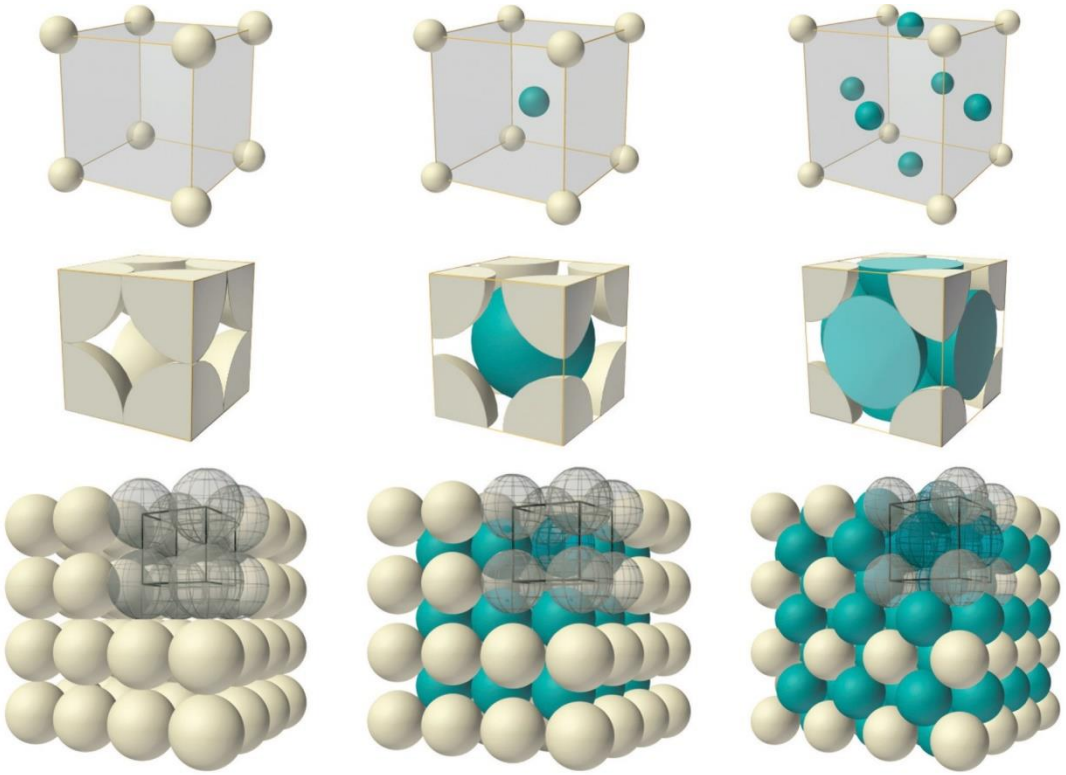
تفاوت ساختار کریستالی و آمورف



جامد آمورف　　پلی کریستال　　تک کریستال ایده آل

مشخصه یابی جاذب ها





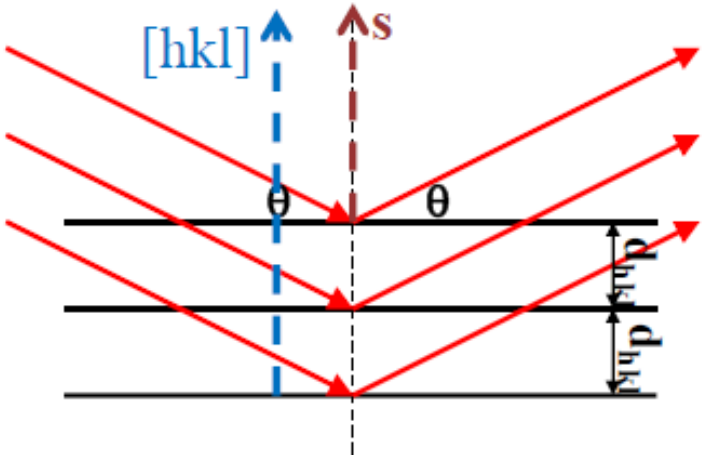
(a) Simple cubic (b) Body-centered cubic (c) Face-centered cubic

مشخصه یابی جاذب ها

شرایط دیفراکسیون پرتو ایکس

پرتو ایکس زمانی از ماده بازتابش می یابد که شرایط براگ فراهم باشد:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \Theta_B$$



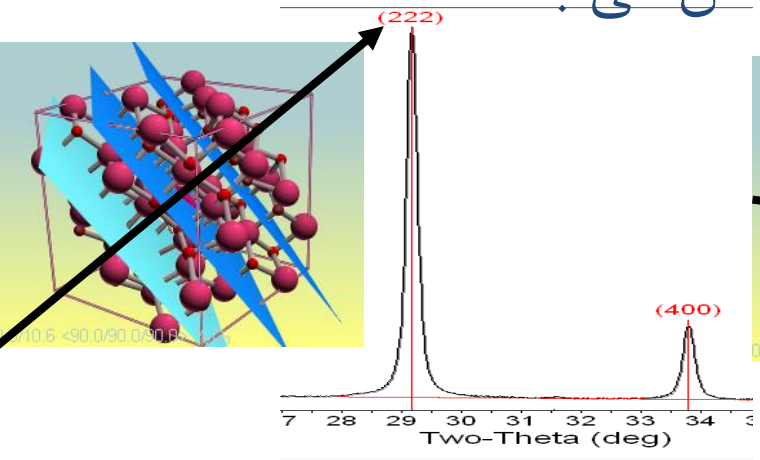
بنابراین مشاهده می شود که روش XRD مبتنی بر هندسه ی بلوری ماده می باشد؛

از اطلاعات بدست آمده از الگوی پراش علاوه بر تشخیص فازهای کریستالی می توان

مقادیری چون فاصله ی صفحات و نوع شبکه بلوری را بدست آورد.

مشخصه یابی جاذب ها

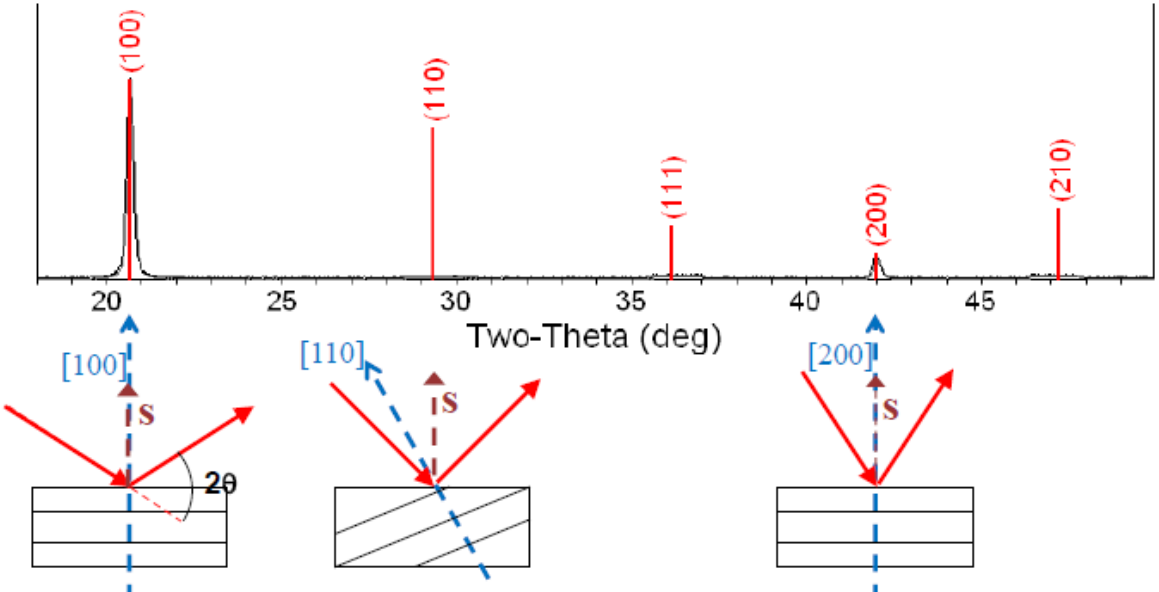
هرپیک حاصل بازتابش پرتو ایکس از صفحه ای خاص می باشد:



از روی تفاوت صفحات مختلف و نیز تفاوت

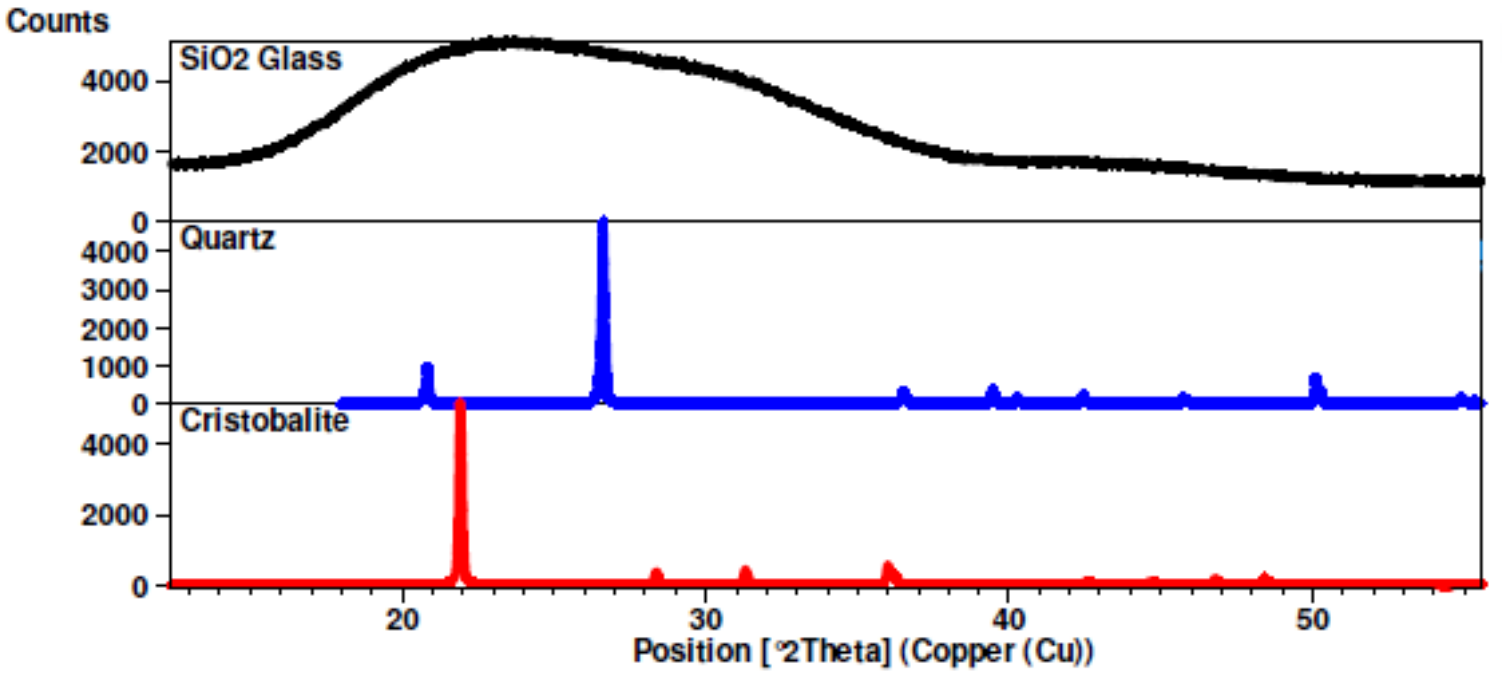
فاصله ی صفحات مختلف می توان نوع

یا فاز را مشخص نمود.



مشخصه یابی جاذب ها

بدست آمدن الگوی پراش از روی صفحات بلوری



شیشه ی آمورف

کوارتز

کریستوبالیت

فازهای آمورف به صورت کوهانی در XRD ظاهر می شوند.کوهان به عنوان پیک فرض نمی شود.

مشخصه یابی جاذب ها

Scanning Electron Microscopy

میکروسکوپ الکترونی روبشی

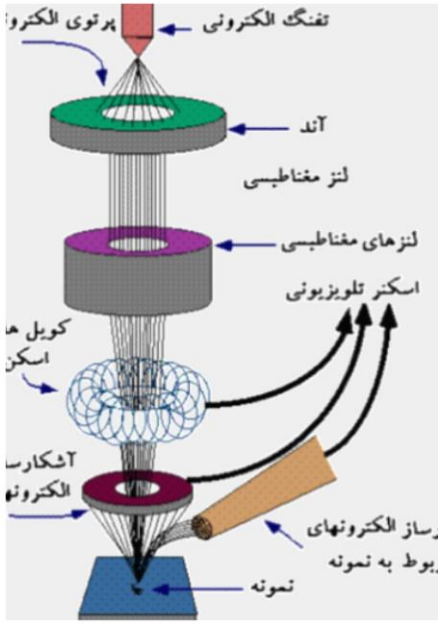
- ✓ این میکروسکوپ با استفاده از بمباران الکترونی تصاویر اجسامی به کوچکی ۱۰ نانومتر را برای مطالعه تهیه می‌کند.
- ✓ SEM اطلاعات زیر را در خصوص نمونه در اختیار می‌گذارد:

- توپوگرافی نمونه: خصوصیات سطوح
- مورفولوژی: شکل، اندازه و نحوه قرارگیری ذرات در سطح جسم

مشخصه یابی جاذب ها

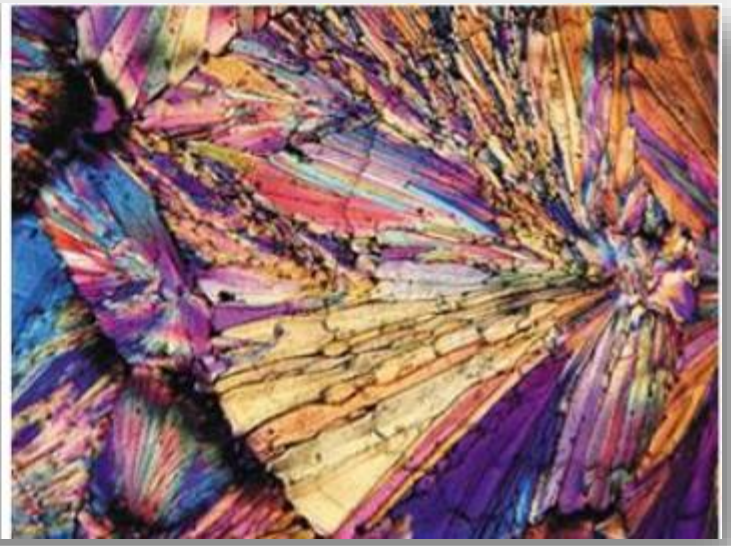
تفاوت میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی

میکروسکوپ‌های الکترونی	میکروسکوپ‌های نوری
عدسی‌ها از مواد فرو مغناطیسی و یک سیم پیچ مسی ساخته‌شده‌اند و با تغییر جریان در سیم پیچ، فاصله کانونی آنها تغییر می‌کند.	عدسی‌ها از شیشه ساخته شده‌اند و فاصله کانونی آنها ثابت است.
بزرگ‌نمایی با تغییر فاصله کانونی عدسی‌ها انجام می‌شود.	بزرگ‌نمایی با تغییر نوع عدسی که بر صفحه گردان نصب شده، انجام می‌شود.
منبع تشعشع روی آنها قرار دارد.	منبع تابش زیر آنها قرار دارد.
برای تصویرسازی از الکترون استفاده می‌کنند.	برای تصویرسازی از نور مرئی استفاده می‌کنند.
در خلاء کار می‌کنند (چرا که مسیر آزاد الکترون‌ها در هوا بسیار کم است)	در هر سیالی عمل می‌کنند.
به‌خاطر وجود خلاء موجودات زیستی در زیر میکروسکوپ می‌میرند.	انتخاب شی مورد آزمایش آزاد است.
بزرگ‌نمایی بهتری دارند.	قیمت کمتری دارند.



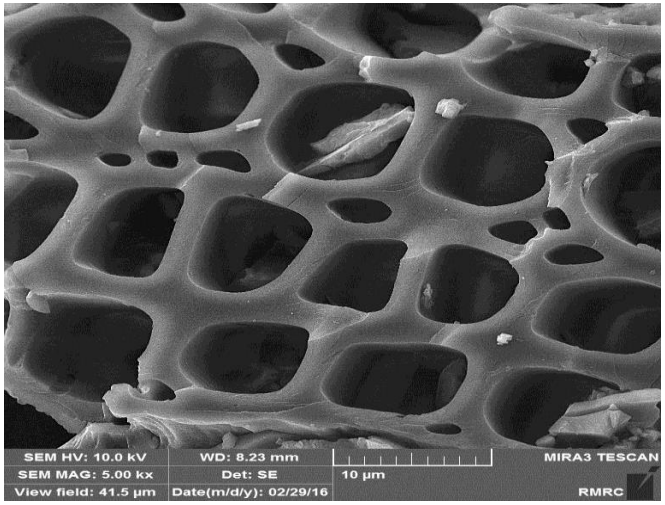
مشخصه یابی جاذب ها

حبه قند و ساختار آن زیر یک میکروسکوپ

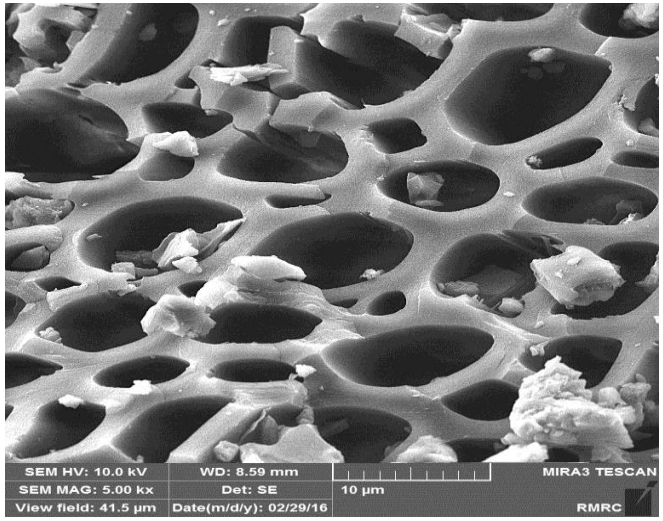


مشخصه یابی جاذب ها

تصاویر میکروسکوپ الکترونی گرانول کربن بیولوژیکی تهیه شده از درخت *C. erectus*



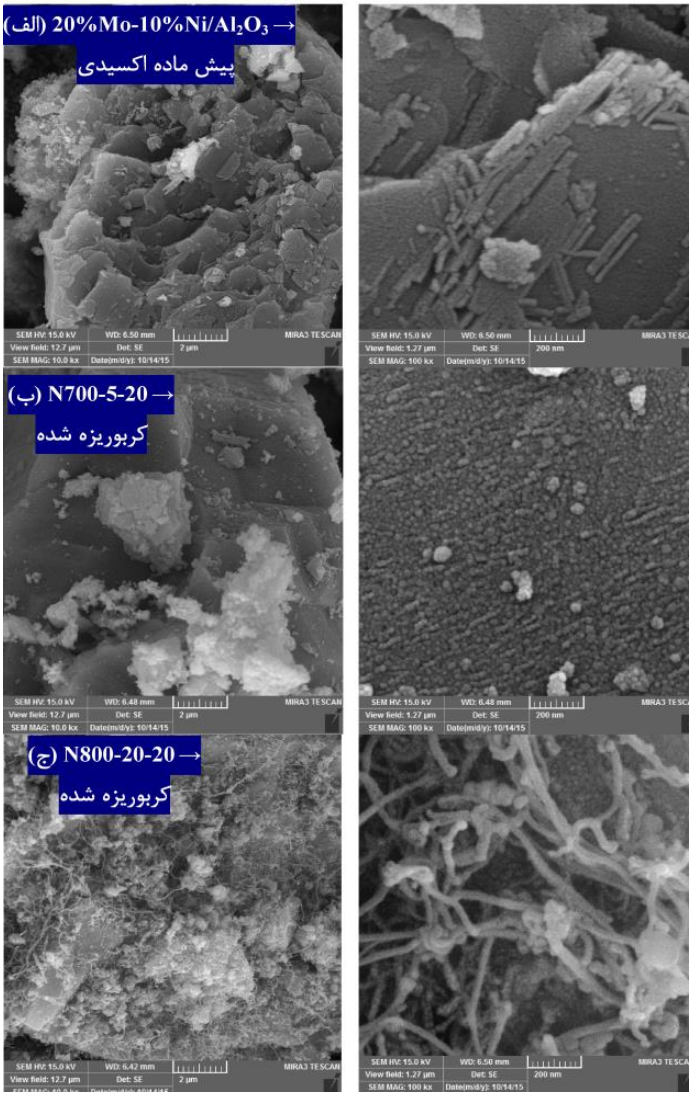
قبل از جذب فلوراید

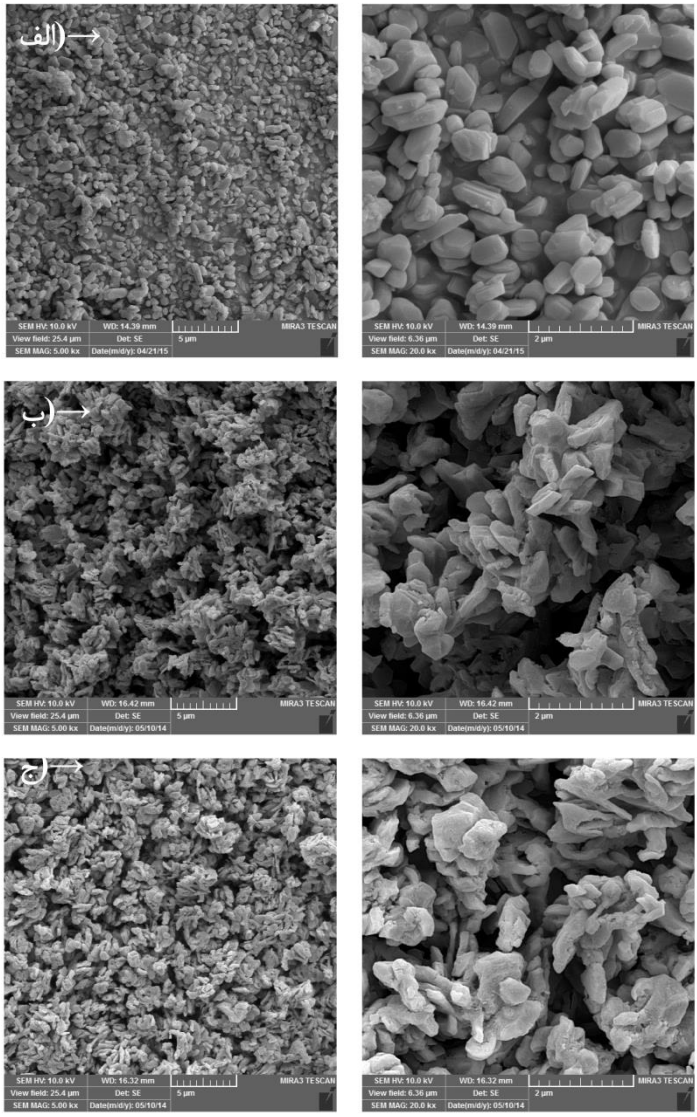


بعد از جذب فلوراید

مشخصه یابی جاذب ها

تصاویر SEM
الف) تری اکسیدمولیبدن (MoO_3) بعنوان ماده اولیه،
ب) نمونه کربوریزه شده،
ج) نمونه کربوریزه شده





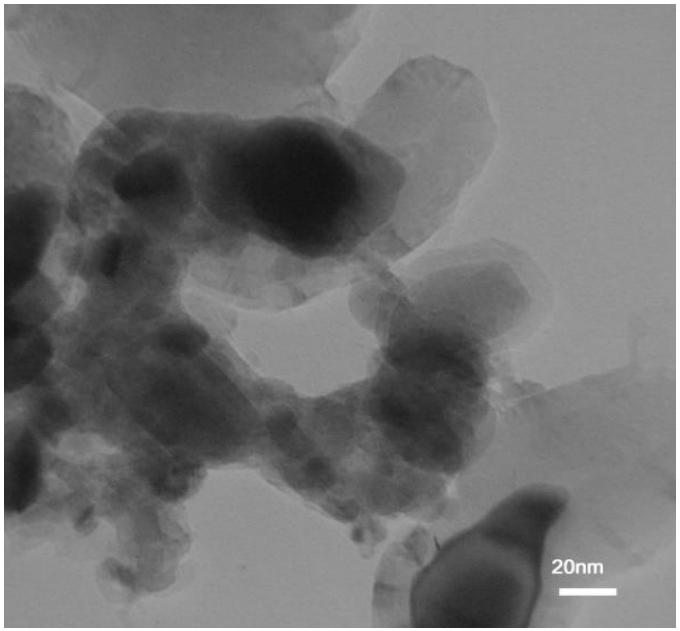
مشخصه یابی جاذب ها

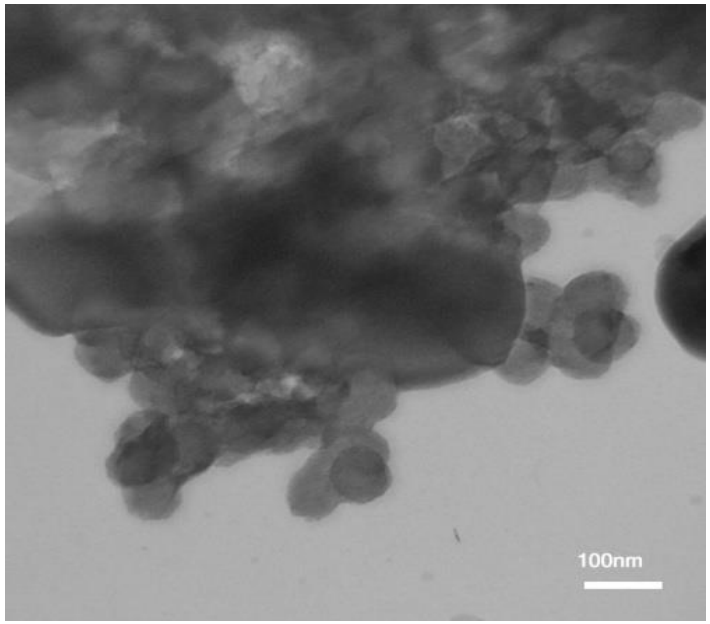
Transmission Electron Microscopy

میکروسکوپ الکترونی عبوری

- ✓ اساس عملکرد: استفاده از پرتوی الکترونی به جای پرتوی نور
- ✓ وضوح تصویر در TEM چند هزار برابر بیشتر از یک میکروسکوپ نوری است.
- ✓ استفاده جهت تحلیل و آنالیز ریخت‌شناسی، اندازه و ساختار بلوری و ترکیب نمونه‌ها

مشخصه یابی جاذب ها





تصاویر TEM

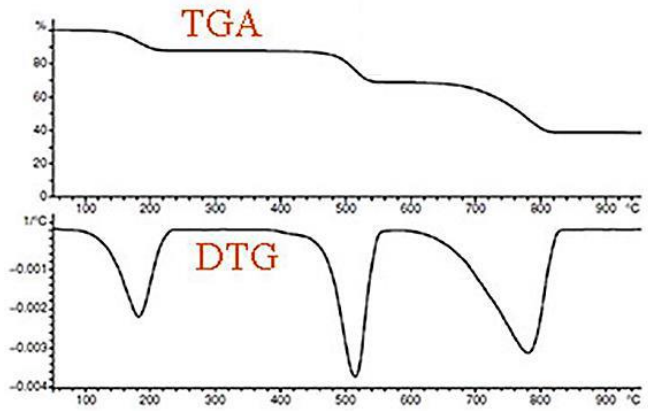
تری اکسیدمولیبدن (MoO_3)

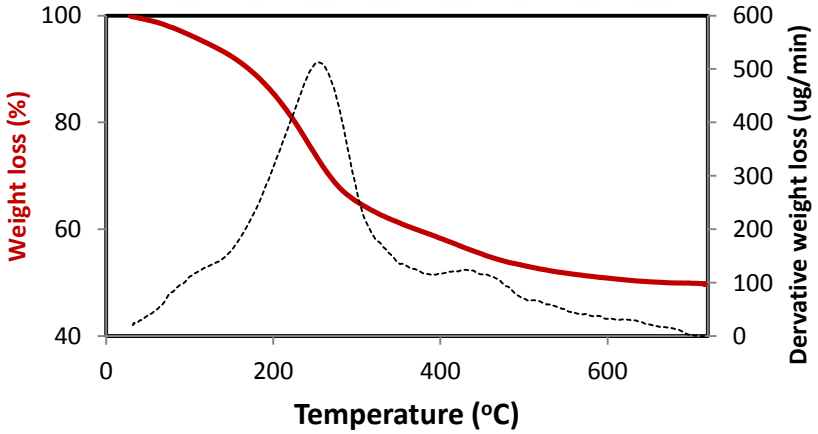
نمونه کربوریزه شده

مشخصه یابی جاذب ها

Thermo-Gravimetry Analysis

آنالیز توزین حرارتی

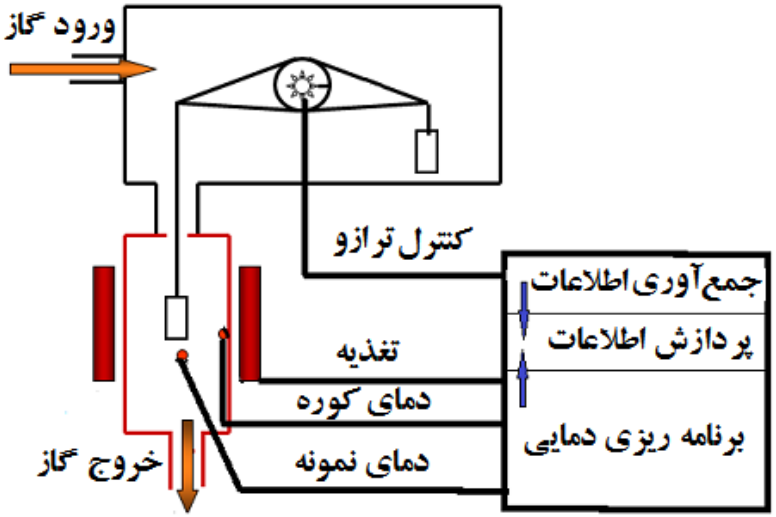




- تکنیک توزین حرارتی تکنیکی است که در آن تغییرات جرم ثبت می‌شود.
- از این منحنی به دو شکل می‌توان استفاده کرد:
  - ✓ تعیین دمای آغاز و پایان رویدادهای حرارتی
  - ✓ تعیین مقدار تغییر جرم برای هر مرحله
- در مطالعات توزین حرارتی، تغییرات جرم به دو صورت کلی نشان داده می‌شود:
  - ✓ منحنی‌های تغییرات جرم نسبت به زمان یا دما
  - ✓ منحنی‌های سرعت تغییرات جرم نسبت به دما (مشتق توزین حرارتی)

مشخصه یابی جاذب ها

- اندازه‌گیری تغیرات جرم نمونه در اثر حرارت، با استفاده از ترازوی حرارتی یا ترموبالانس (Thermo-Balance) انجام می‌شود.
- ترازو باید به‌گونه‌ای در یک فضای محفوظ قرار بگیرد که اتمسفر آن قابل کنترل باشد.



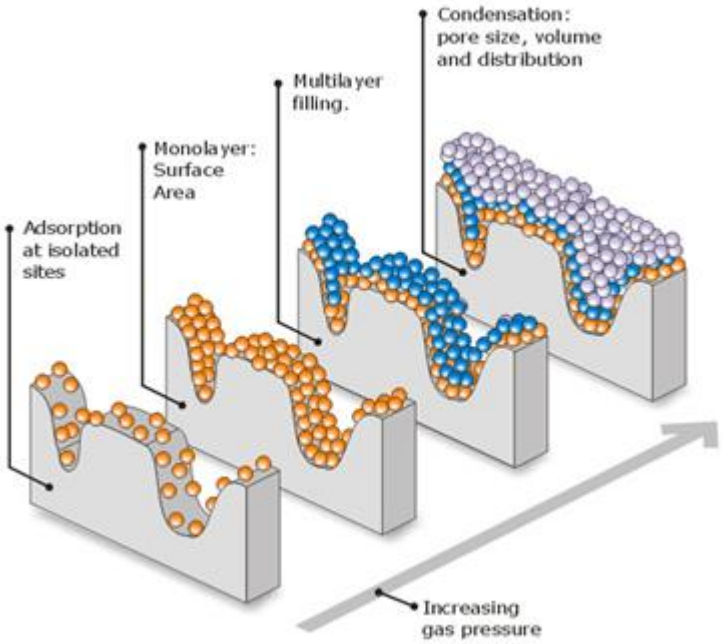
خواص و مولفه‌های مختلفی که از طریق روش‌های آنالیز حرارتی اندازه‌گیری می‌شوند، عبارتند از:

- تغییرات ساختار شامل انتقال شیشه‌ای، پدیده ذوب، جوش تصعید و انتقالات فاز جامد.
- خواص مکانیکی شامل انبساط و انقباض و... ثابت‌های گرمایی همچون ظرفیت گرمایی
- فعالیت‌های شیمیایی شامل واکنش‌های جامد- جامد، جامد-گاز، حذف آب، پایداری حرارتی مواد در اتمسفرهای گازی مختلف و واکنش‌های تجزیهٔ گرمایی.

مشخصه یابی جاذب ها

Analysis of Adsorption & Desorption

آنالیز جذب و دفع



اندازه‌گیری دقیق مساحت سطح و تخلخل در بسیاری از کاربردها مانند کاتالیست‌ها، نانو جاذب‌ها، ترکیبات و افزودنی‌ها، مواد دارویی و صنایع غذایی و همچنین در نانوساختارهایی نظیر نانوذرات فلزی، نانولوله‌ها، نانوالیاف و غیره از اهمیت بالایی برخوردار است.

در آنالیز جذب و دفع یک لایه کامل از مولکول‌های ماده جذب‌شونده (معمولاً نیتروژن) روی سطح به وجود می‌آید. با دانستن ضخامت متوسط یک مولکول می‌توان سطحی که یک مولکول اشغال می‌کند را محاسبه کرد و براساس میزان ماده جذب شده، مساحت سطح کل نمونه را اندازه‌گیری کرد.

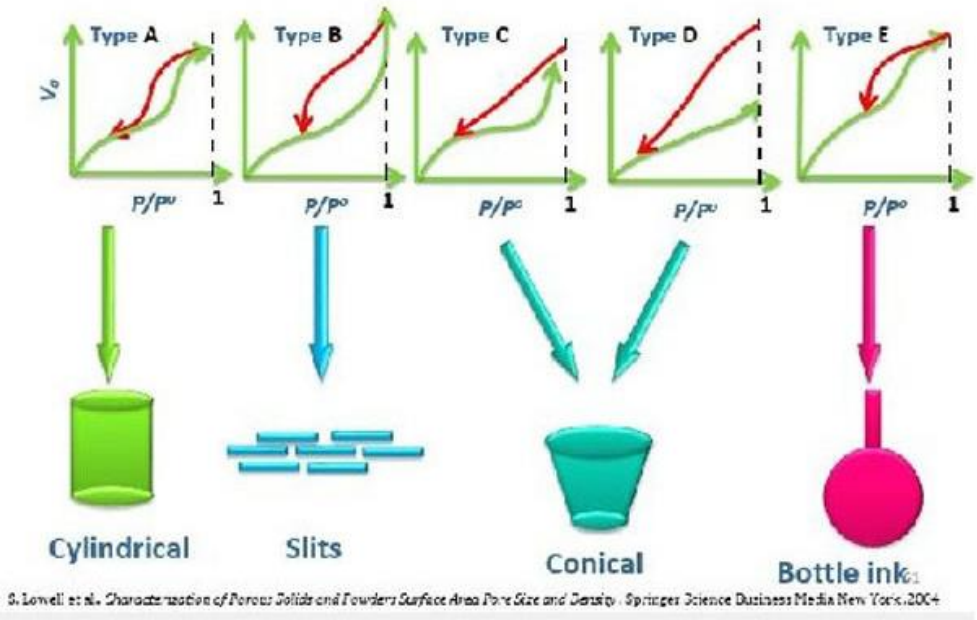
مشخصه یابی جاذب ها

- آنالیز جذب و دفع نیتروژن بر اساس سنجش حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط سطح ماده در دمای ثابت نیتروژن مایع (۷۷ درجه کلوین) کار می‌کند. در این تست، پس از قرار گرفتن سلول حاوی نمونه مورد نظر در مخزن نیتروژن مایع، با افزایش تدریجی فشار گاز نیتروژن در هر مرحله میزان حجم گاز جذب شده توسط ماده محاسبه می‌شود. سپس با کاهش تدریجی فشار گاز میزان واجذب ماده اندازه‌گیری می‌شود و در نهایت نمودار حجم گاز نیتروژن جذب و واجذب شده توسط ماده در دمای ثابت رسم می‌شود.

- این سیستم بر اساس تئوری BET و همچنین مقادیر اندازه‌گیری شده جذب و واجذب ماده می‌تواند سطح ویژه، قطر، حجم و توزیع سایز حفره‌های ماده را محاسبه نماید.

BET: “Brunauer-Emmett-Teller”

مشخصه یابی جاذب ها



نوع A: حفراتی استوانه ای شکل هستند که در دو انتها باز می باشند.

نوع B: حفراتی به شکل شکاف یا فضای بین صفحات موازی می باشند.

نوع C: حفراتی به شکل مخروطی هستند که دو انتهای آن باز می باشند.

نوع D: حفراتی به شکل مخروطی با دهانه باریک هستند که در یک یا دو انتها باز می باشند.

نوع E: حفراتی کروی شکل با حجم مرکزی بزرگ و دهانه ی ستونی شکل باریک می باشند.

محدودیت ها

- نیاز به نمونه های پودری
- زمان بر بودن
- دقت پایین برای سطوح کم

مشخصه یابی جاذب ها

ویژگی	واحد	مقدار	
		پودر کربن بیولوژیکی تهیه شده از درخت *C. erectus*	گرانول کربن بیولوژیکی تهیه شده از درخت *C. erectus*
سطح BET	m^2/g	9.88	5.16
حجم حفره‌ها	cm^3/g	0.376	0.342
قطر متوسط حفره‌ها	nm	1.873	29.13