

Лекція 3

МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ КРИСТАЛІВ



Типи методів досліджень

Характеризація сполук – невід'ємна частина всіх досліджень в хімії

Розрізняють такі методи дослідження (умовно):

- **Хімічні** (хімічний аналіз, реакційна здатність)
- **Фізичні** (ідентифікація індивідуальних сполук та вимірювання їх властивостей)
- **Фізико-хімічні** (отримання діаграм «склад-властивість» у системах сполук)



Основна інформація

1. **Склад сполуки**
2. **Ідентифікація сполуки і фазовий аналіз**
3. **Будова молекул**
4. **Кристалічна структура сполук**
5. **Будова електронни оболонок і енергія електронів**
6. **Розподіл зарядів у молекулі і кристалі**
7. **Особливості хімічного зв'язку в молекулі та твердому тілі**
8. **Динаміка атомів і молекул у сполуці**
9. **Термодинамічні характеристики сполуки**
10. **Реакційна здатність сполуки**
11. **Кінетика утворення та розпаду сполук**

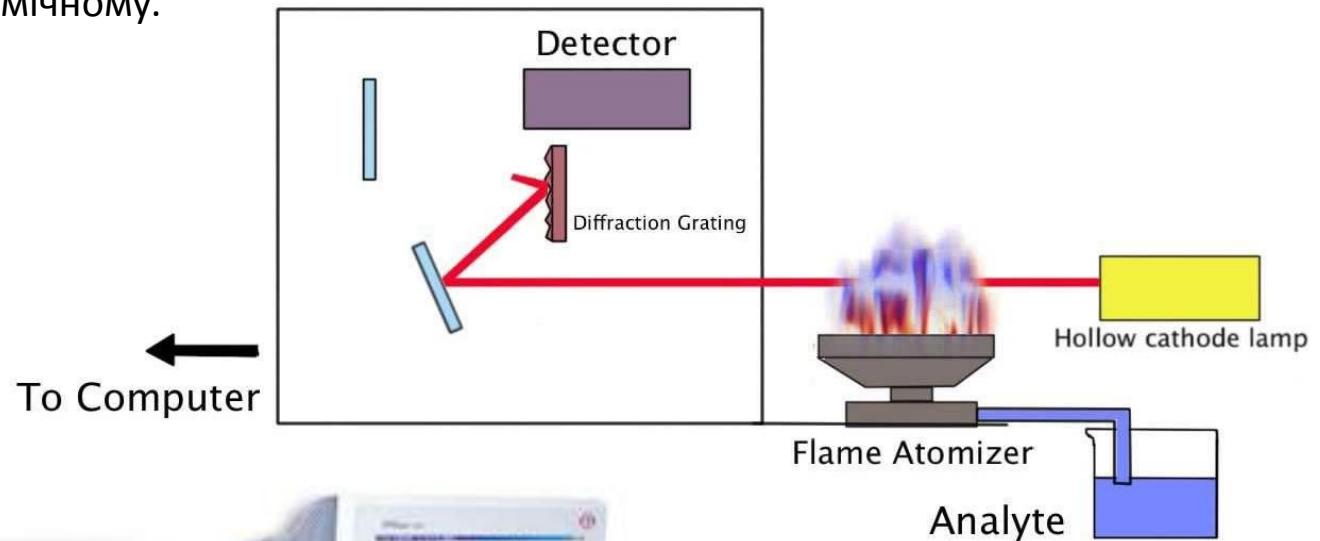
Основні групи методів

1. Хімічний аналіз

- атомно-адсорбційна спектроскопія (AAS)
- енергодисперсійна X-променева спектроскопія (EDX чи EDS)
- X-променевий флуоресцентний аналіз (XRF)

Атомно-адсорбційна спектроскопія (AAS)

AAS — метод кількісного визначення елементного складу речовини, що досліджується за атомними спектрами поглинання. Ґрунтується на здатності атомів вибірково поглинати електромагнітне випромінювання в різних ділянках спектра. Проводять на спец. приладах — абсорбц. спектрофотометрах. Атомно-абсорбційний метод відомий в двох варіантах: полум'яному та електротермічному.



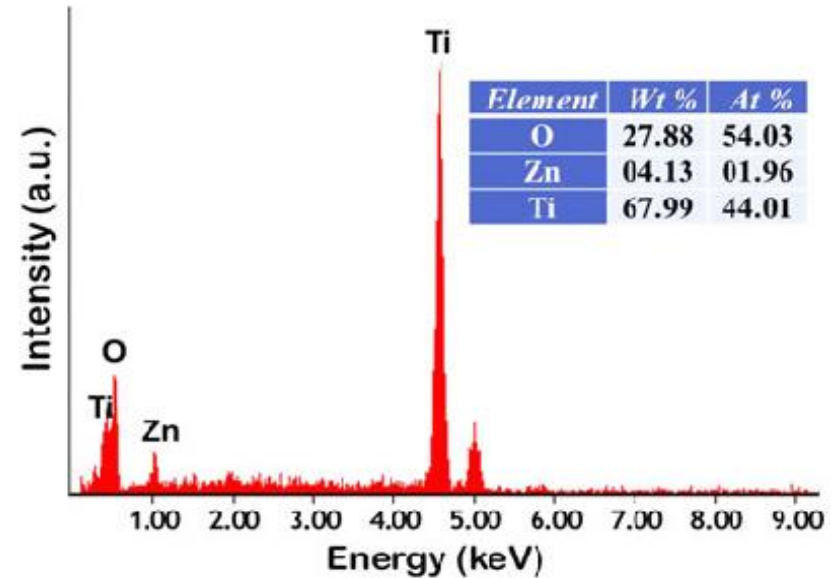
використовується для аналізу понад 60 елементів при концентраціях на рівні або нижче рівня мкг/л.

Енергодисперсійна X-променева спектроскопія (EDX або EDS)

Метод енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії (англ. Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDX, EDRS чи EDS) — аналітична методика елементного аналізу твердої речовини, що базується на аналізі енергії емісії її X-променевого спектру.



SEM-EDS у Ягелонському університеті (м.Краків, Польща)



EDS analysis data of ZnO-coated TiO



Х-променевий флуоресцентний аналіз (XRF)

Х-променевий флуоресцентний аналіз (англ. X-ray fluorescence spectroscopy, XRF) — метод спектрального аналізу спектрів флюоресценції елементів, випромінених при адсорбції високоенергетичного випромінювання.



LAB CENTER XRF-1800. Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer (Shimadzu)



X-met 7000 Series X-ray Fluorescence (XRF) Analyzer (ПОРТАТИВНИЙ)

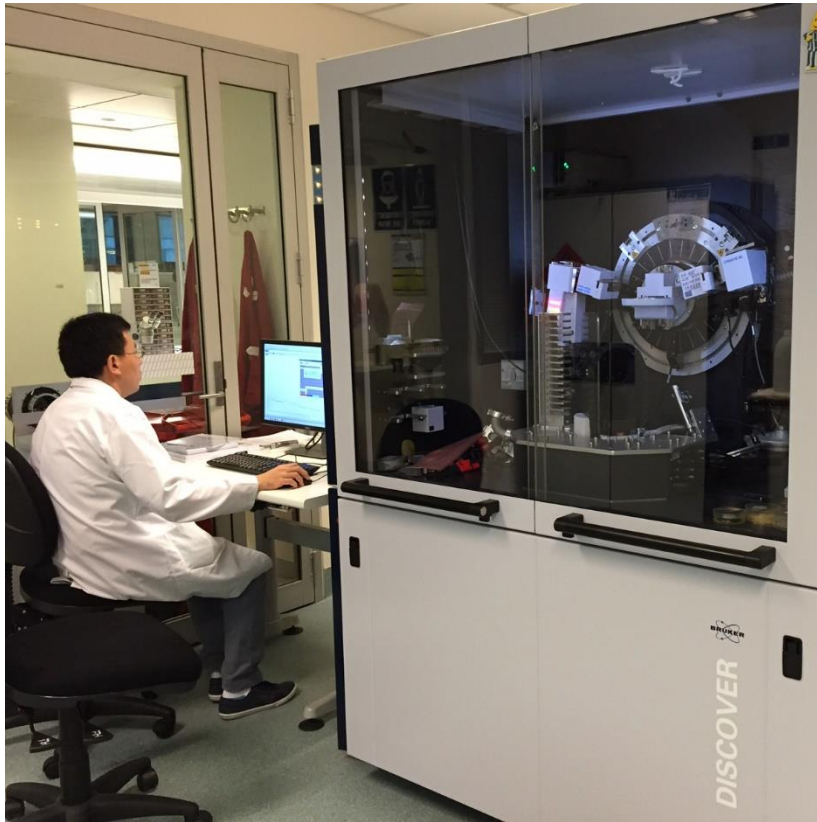
Основні групи методів

2. Дифракційні методи

- X-променевий аналіз (XRD)
- нейтронографія
- електроннографія

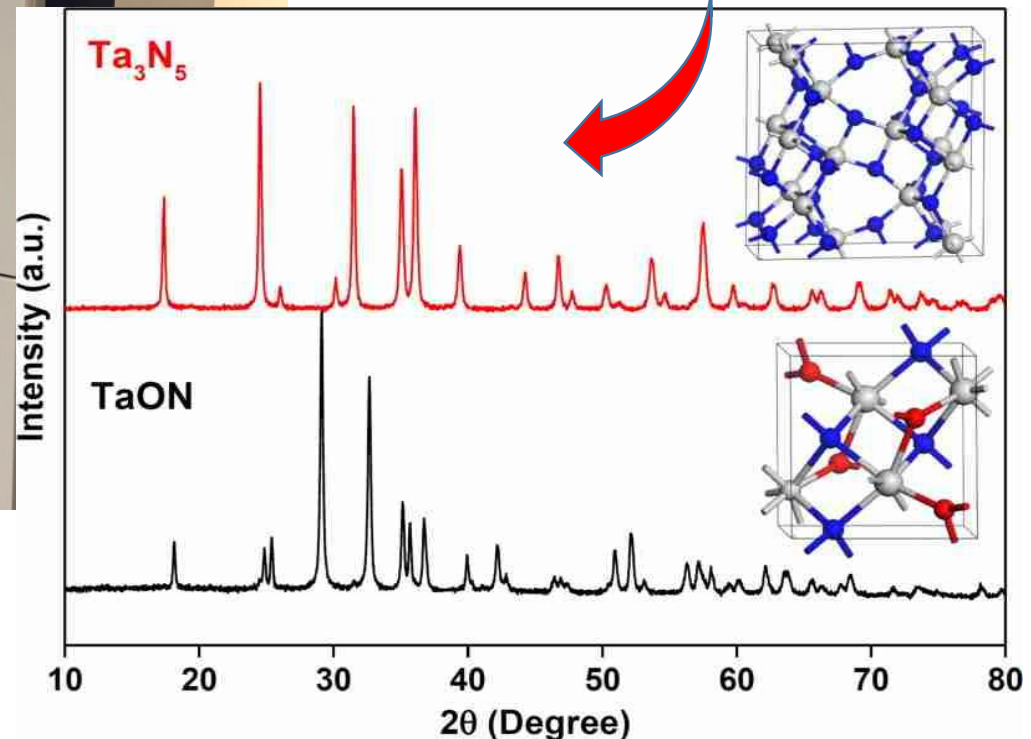
X-променевий дифракційний аналіз (XRD)

X-променевий аналіз — метод дослідження структури речовини, в основі якого лежить явище дифракції X-променів на тривимірних кристалічних ґратках.



X-променевий дифрактометр

Приклад дифрактограм



X-променевий дифракційний аналіз (XRD)

ICDD: The International Centre for Diffraction Data

Postal Address

International Centre for Diffraction Data
12 Campus Boulevard
Newtown Square, PA 19073-3273 U.S.A.

www.icdd.com/index.php/pdfsearch/

12 Campus Blvd, Newtown Square, PA 19073, USA (610) 325-9814 (610) 325-9823 info@icdd.com

ICDD: Products Education Conferences Research Tools Data Submission Philanthropy About

Powder Diffraction File™ (PDF®) Search

The Powder Diffraction File™ (PDF®) Search allows you to search using chemical name, formula, and elements to suggest which ICDD database product is right for you.*

Material Name (e.g. Aluminum Oxide) Only

Chemical Elements (e.g. Cl Li Na O) Yes: Only

Empirical Formula (e.g. Cl₂N₄O₂) Only

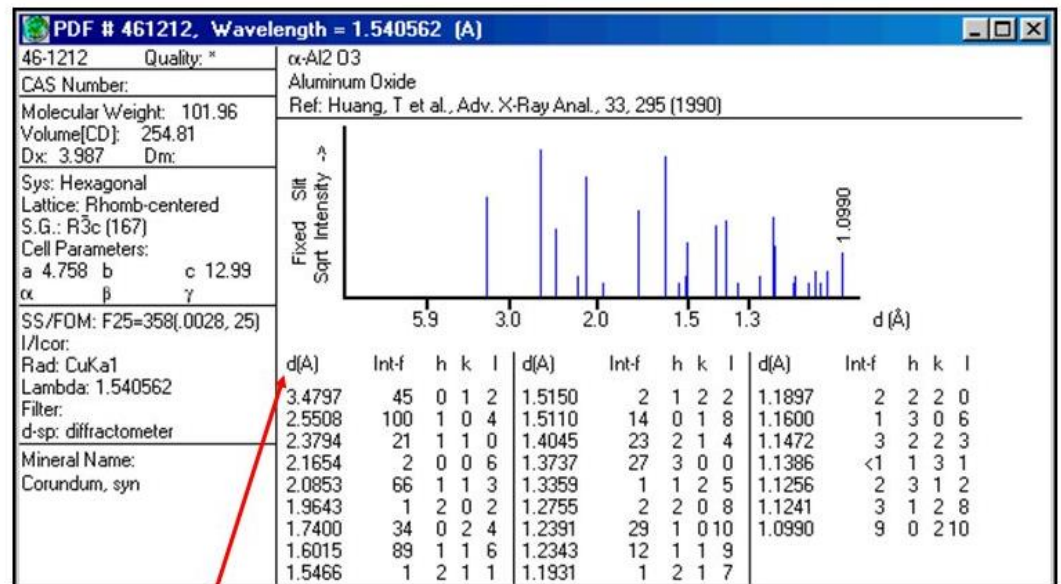
Maybe:

No:

Show Periodic Table

Chemical Elements Yes Only Maybe No

Example



www.crystallography.net/cod/

Crystallography Open Database

Open-access collection of crystal structures of organic, inorganic, metal-organics compounds and
Including data and software from *CrystalEye*, developed by Nick Day at the *department of Chemistry*, the *University of Cambridge*, and *Peter Murray-Rust*.

All data on this site have been placed in the public domain by the contributors.
Currently there are **404165** entries in the COD.
Latest deposited structure: **3500022** on 2019-03-10 at 14:34:07 UTC

CIFFs Donators

Випуск 2016 PDF містить 848 000+ кристалічних структур

Основні групи методів

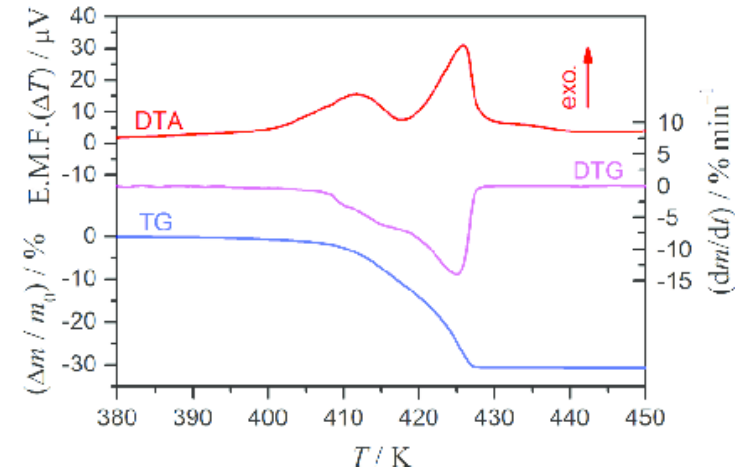
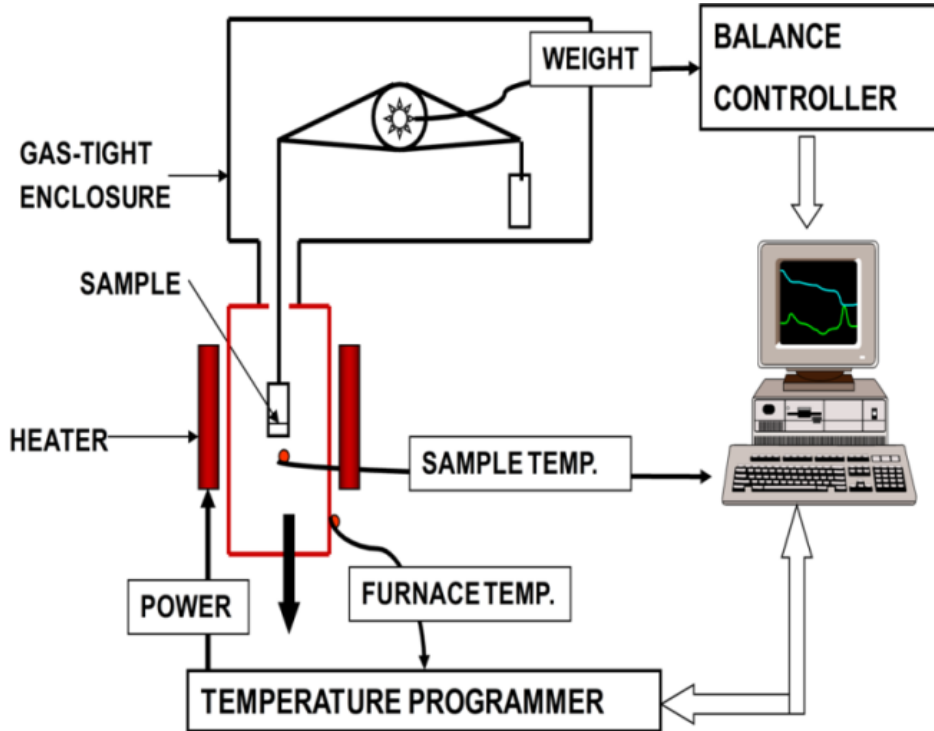
3. Спектральні методи

- **Коливальна спектроскопія**
 - ❖ інфрачервона спектроскопія (ІЧ)
 - ❖ спектроскопія комбінаційного розсіювання (КР)
- **Резонансна спектроскопія**
 - ❖ Спектроскопія ядерного магнітного резонансу (ЯМР)
 - ❖ Спектроскопія ядерного квадрупольного резонансу (ЯКР)
 - ❖ Спектроскопія електронного парамагнітного резонансу (ЕПР)
 - ❖ Спектроскопія ядерного гамма-резонансу (ЯГР)
- **Електронна спектроскопія**
 - ❖ УФ-видима спектроскопія (UV-vis)
 - ❖ фотоелектронна спектроскопія (XRF)
 - ❖ X-променева електронна спектроскопія (XPS)
 - ❖ Оже-спектроскопія

Основні групи методів

4. Термічні методи

- термографія (ДТА, ДТГ)
- калориметрія (ДСК)



Netzsch STA 449 F1 Jupiter

Основні групи методів

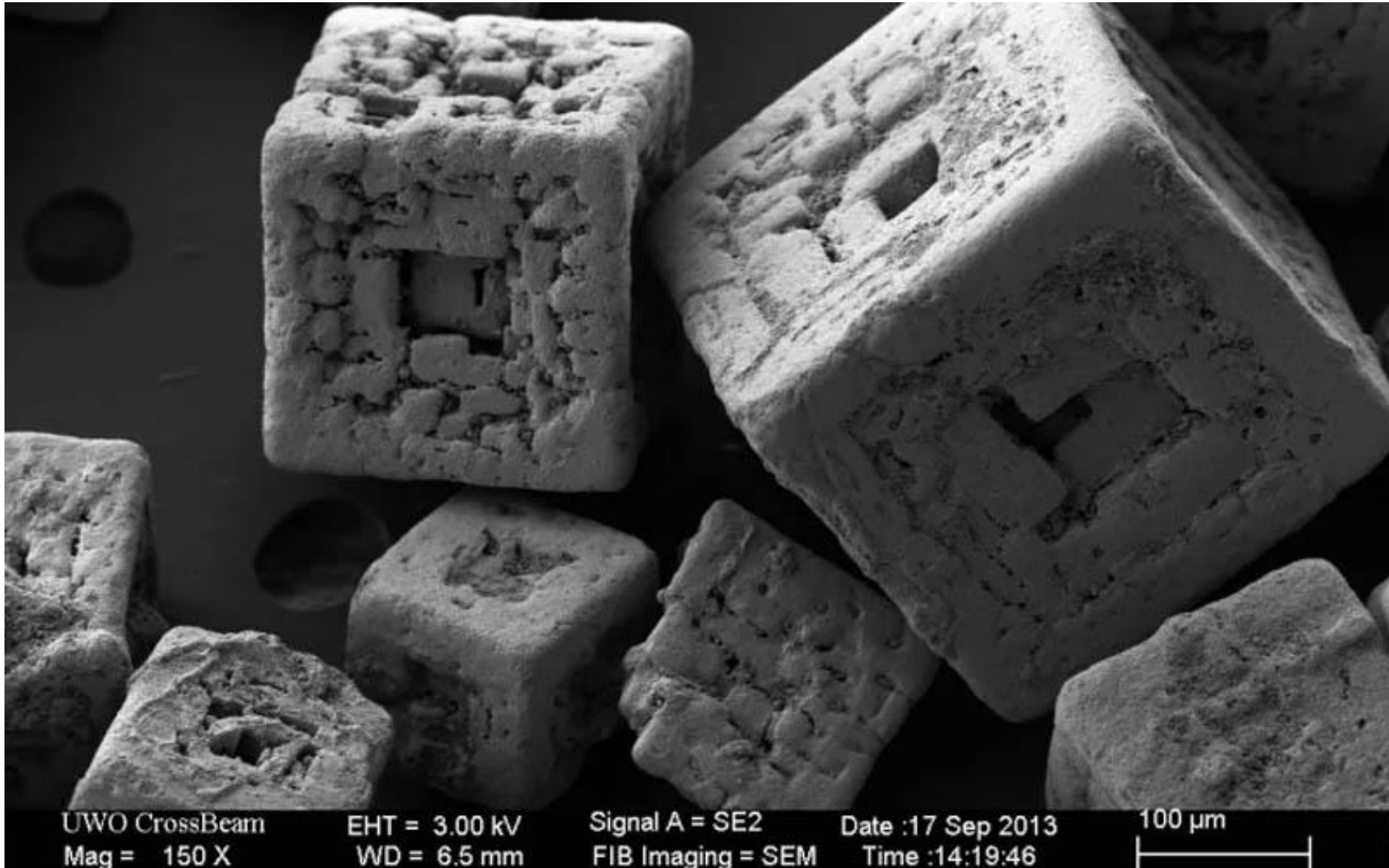
5. Мікроскопія

- **електронна мікроскопія**
 - ❖ трансмісійна (просвічувальна) електронна мікроскопія (ТЕМ)
 - ❖ атомно-силова мікроскопія (АСМ)
 - ❖ скануюча (растрова) електронна мікроскопія (СЕМ)
- **оптична мікроскопія**

Субангстремний електронний мікроскоп високої роздільної здатності FEI Titan

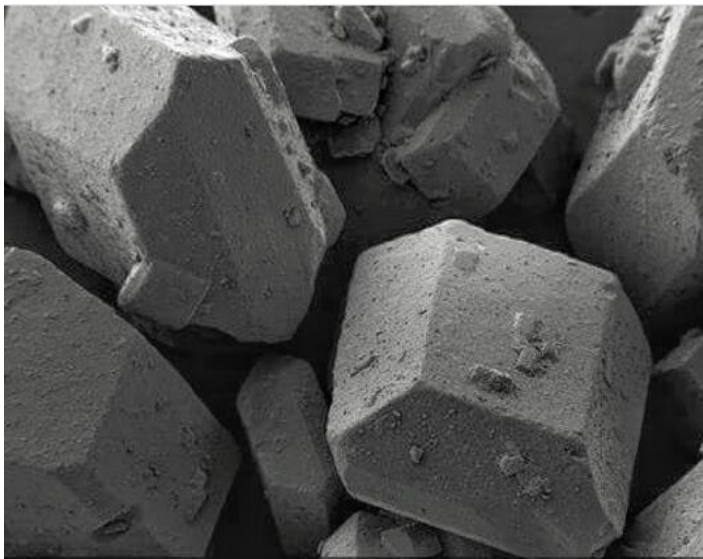


Кухонна сіль NaCl



Кухонна сіль NaCl





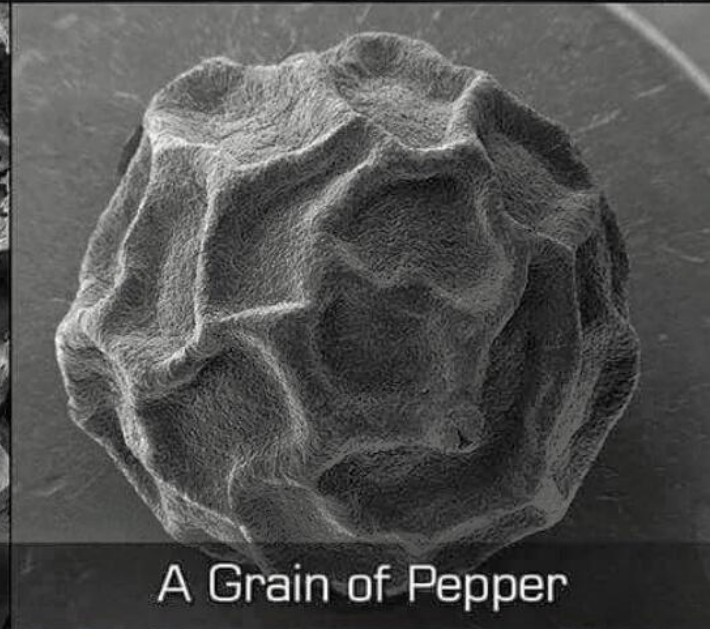
White Sugar



Table Salt



Ground Coffee



A Grain of Pepper

UNDER ELECTRON
MICROSCOPE

Credit: ZEISS Microscopy

BaCO_3 – вітерит (кристалізація)





**Кристали білків розмірами від 0,1 до 1 мм для кристалографії.
Фотографія в поляризованому світлі.**

Основні групи методів

6. Електрофізичні та магнітні методи

- резистивні вимірювання
- вібраційна магнетометрія (VSM)



SQUID - Quantum Design MPMS-3

Шкала масштабів

The Scale of Things – Nanometers and More



Things Natural

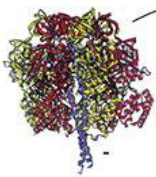
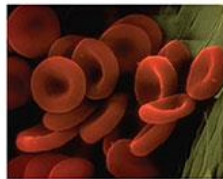


Dust mite
200 μm

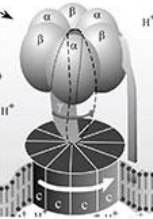


Human hair
~60-120 μm wide

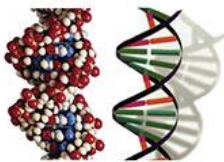
Red blood cells
(~7-8 μm)



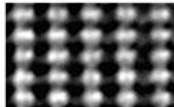
~10 nm diameter



ATP synthase



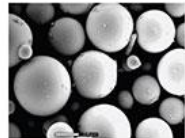
DNA
~2-1/2 nm diameter



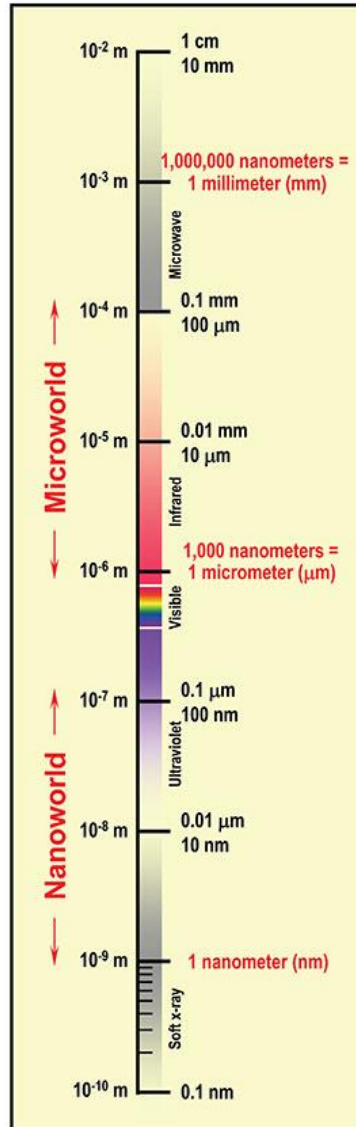
Atoms of silicon
spacing 0.078 nm



Ant
~5 mm



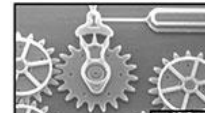
Fly ash
~10-20 μm



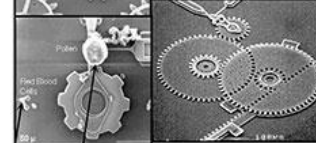
Things Manmade



Head of a pin
1-2 mm

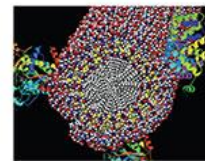
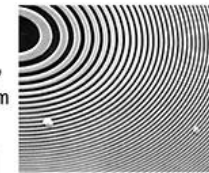


MicroElectroMechanical (MEMS) devices
10-100 μm wide

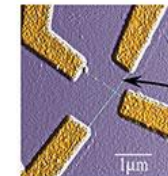


Pollen grain
Red blood cells

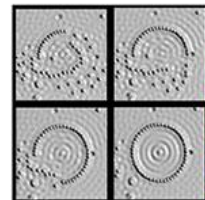
Zone plate x-ray "lens"
Outer ring spacing ~35 nm



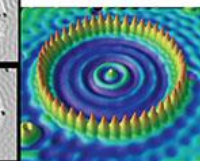
Self-assembled, Nature-inspired structure
Many 10s of nm



Nanotube electrode



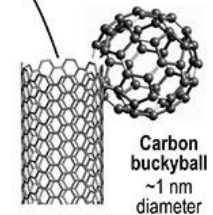
Quantum corral of 48 iron atoms on copper surface
positioned one at a time with an STM tip
Corral diameter 14 nm



Carbon nanotube
~1.3 nm diameter

The Challenge

Fabricate and combine nanoscale building blocks to make useful devices, e.g., a photosynthetic reaction center with integral semiconductor storage.



Carbon buckyball
~1 nm diameter