



**POLITECHNIKA ŚLĄSKA**  
**Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii**  
**KATEDRA NAUKI O MATERIAŁACH**

**ul. Krasińskiego 8 40-019 KATOWICE**  
Tel/fax (+48 32) 603 4400

---

**RAPORT Z WYNIKÓW BADAŃ**

***OCENA MIKROSTRUKTURY NANOCZĄSTEK PRZY UŻYCIU MIKROSKOPU  
SKANINGOWO-TRANSMISYJNEGO STEM***

Opracował: dr inż. Joanna Michalska  
dr inż. Iwona Bednarczyk  
mgr inż. Marek Staszewski



KATOWICE, Czerwiec 2013

# 1. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

## 1.1. Metodyka badań

Badania strukturalne nanocząstek wykonano przy użyciu mikroskopu skaningowo-transmisyjnego STEM HD-2300A o napięciu przyspieszającym 200kV z działem typu FEG z emiterym Schotkiego, który łączy w sobie cechy mikroskopu skaningowego oraz mikroskopu transmisyjnego. Wykorzystanie mikroskopu skaningowo-transmisyjnego STEM umożliwia pełny opis struktury, za pomocą detektorów: SE, EDS, HAADF, TE. Do obserwacji struktury nanocząstek wykorzystano detektor TE w trybie pracy NORMAL i HREM.

### PARAMETRY MIKROSKOPU:

- Działo FEG (emiter Schotkiego)
- Napięcie przyspieszające – 120kV, 200kV
- Zdolność rozdzielcza 0.204 nm (dla polikrystalicznego złota)

Powiększenia w zależności od trybu pracy: **NORMAL** – 1 500 x (Low Mag) i 1 000 000 x (Normal Mag) **HREM** – 2 000 000 x, **UHREM** – 5 000 000 x.

### **Metodyka wykonywania obliczeń stereologicznych:**

Pomiarów wielkości nanocząstek w badanych próbkach dokonano przy pomocy komercyjnych programów AnalySIS oraz Metllo. Detekcji nanocząstek dokonano wykorzystując przekształcenia morfologiczne obrazu, w wyniku czego uzyskano ich binarny obraz. Zastosowana zautomatyzowana procedura pomiaru gwarantuje wyeliminowanie subiektywnego wpływu pracy człowieka na otrzymany wynik. Za miarę wielkości nanocząstek przyjęto: pole powierzchni płaskiego ich przekroju A oraz średnicę D.

## 1.2. Materiał do badań

Do badań strukturalnych wykorzystano nanocząstki w postaci zawiesin:

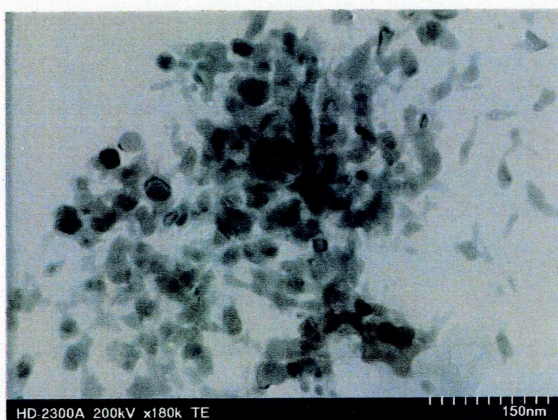
- Ag - próbki o stężeniu nanocząstek 250ppm oraz 1000ppm,
- Ag/SiO<sub>2</sub> – próbka o stężeniu nanocząstek 25ppm,
- Ag/ZnO – próbka o stężeniu nanocząstek 25ppm,
- Au – próbka o stężeniu nanocząstek 25ppm,
- Au/Ag – próbka o stężeniu 25ppm/50ppm.

## 2. WYNIKI BADAŃ

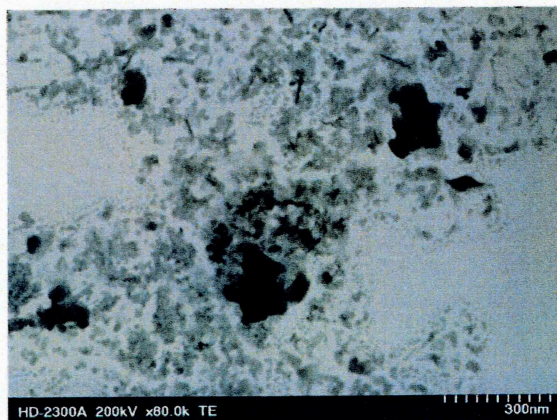
### 2.1. Badania mikrostruktury (STEM)

Na rysunkach od 1 do 5 przedstawiono mikrostruktury badanych nanoproszków. Badania przeprowadzono przy użyciu mikroskopu skaningowo-transmisyjnego STEM przy użyciu detektora TE w trybie pracy NORMAL i HREM. Przeprowadzona analiza mikrostruktury badanych próbek pozwoliła na ujawnienie nanocząstek o różnej wielkości i morfologii (rys.1-5).

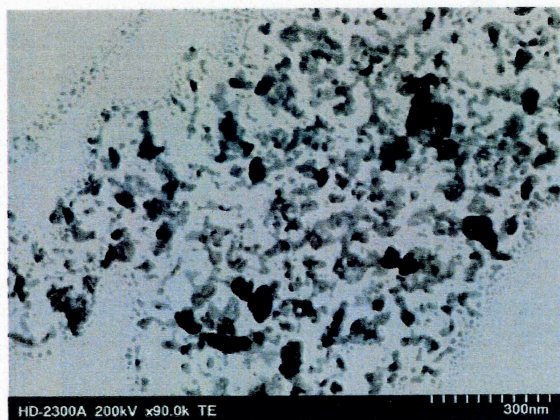
#### 1. Nanocząstki Ag



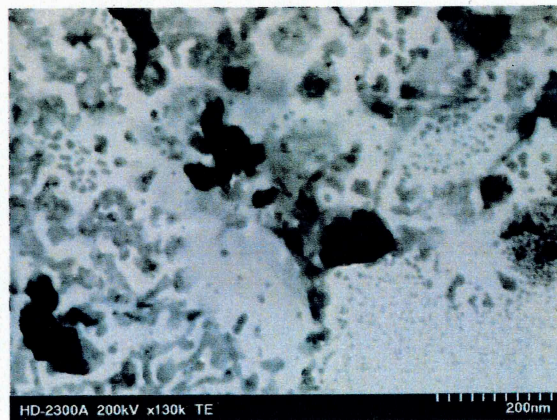
a)



b)



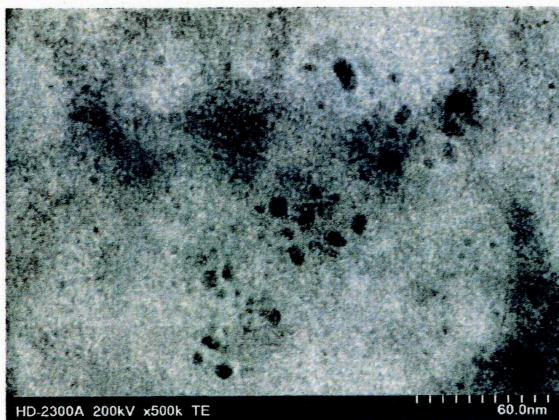
c)



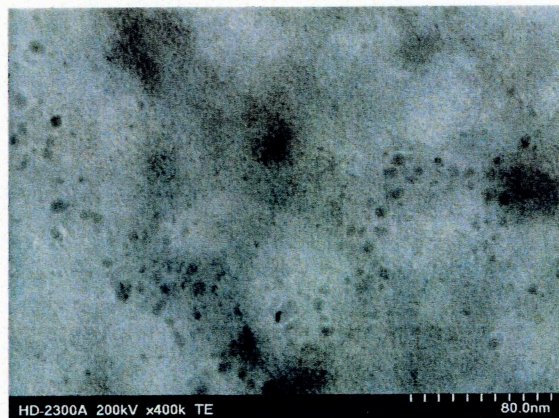
d)

Rys. 1. Mikrostruktura Nanocząstek Ag

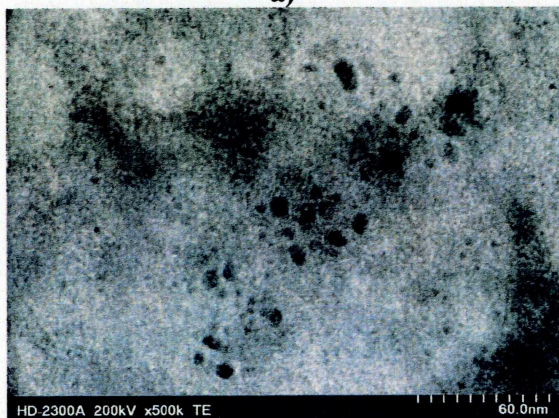
## 2. Nanocząstki Ag/Zn0



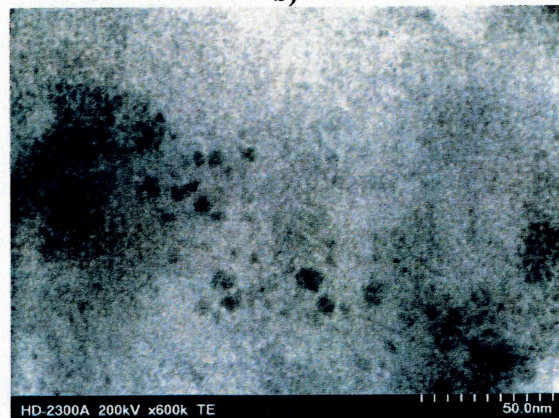
a)



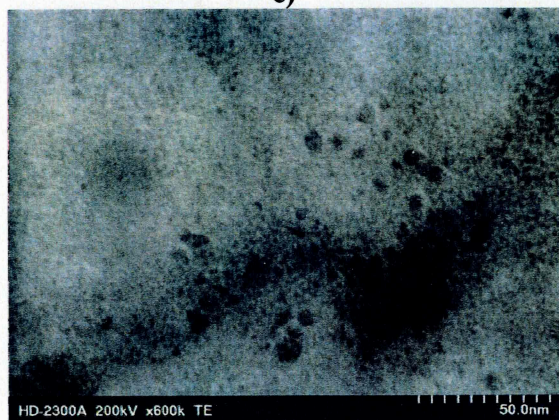
b)



c)



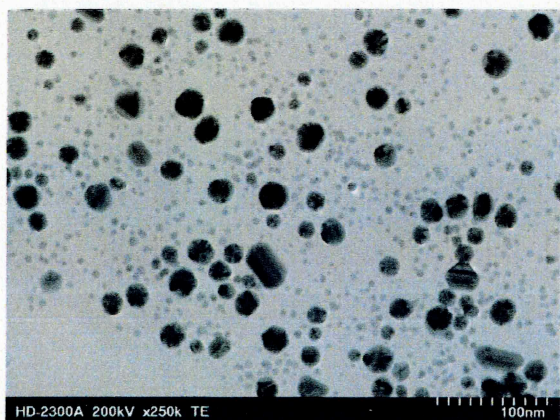
d)



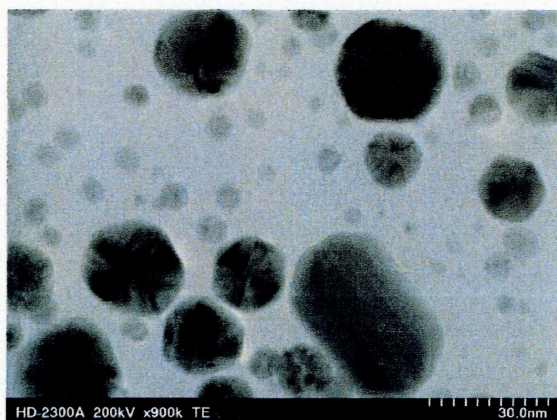
e)

**Rys. 2. Mikrostruktura Nanocząstek Ag/Zn0**

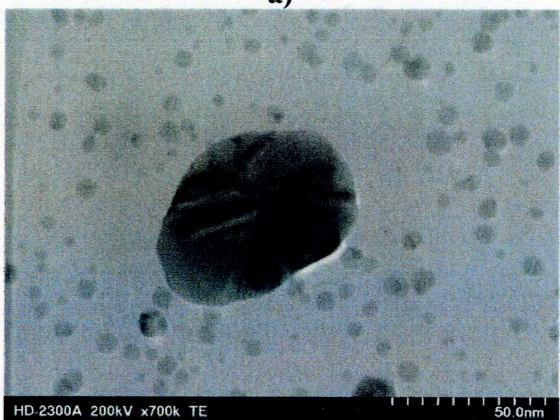
### 3. Nanocząstki Au/Ag



a)



b)



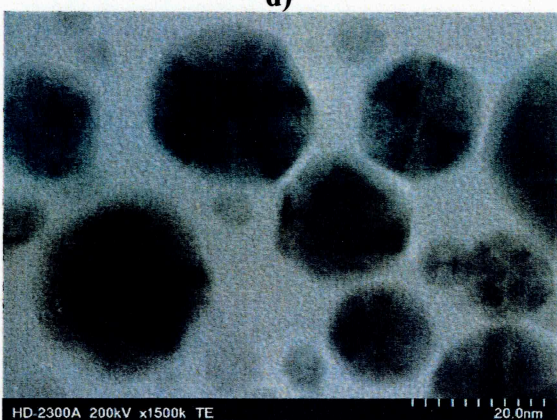
c)



d)



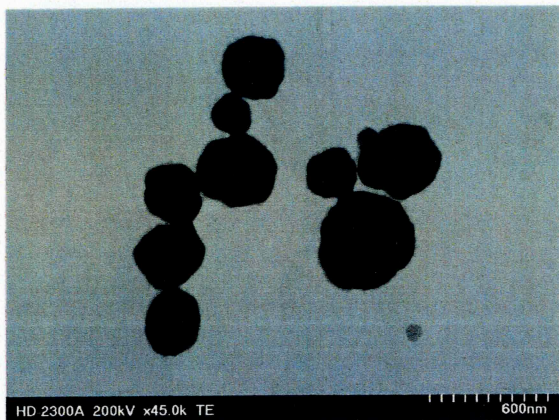
e)



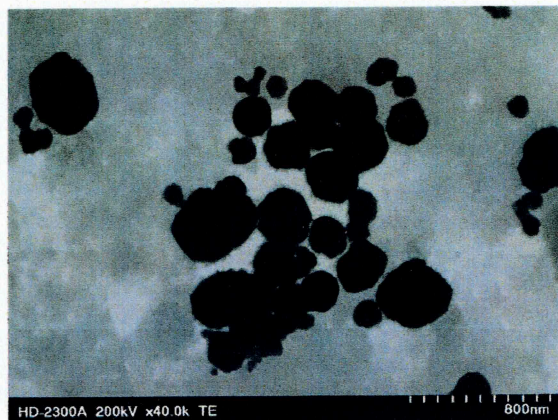
f)

Rys. 3. Mikrostruktura Nanocząstek Au/Ag

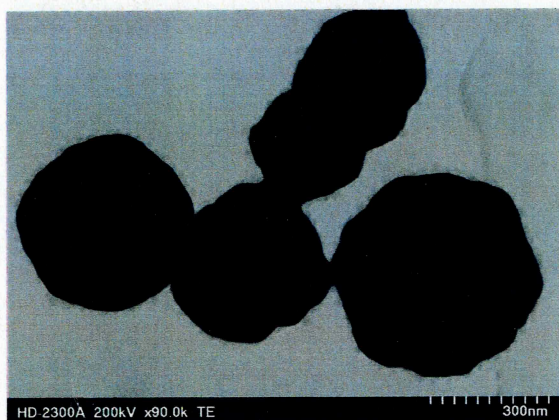
#### 4. Nanocząstki Ag/SiO<sub>2</sub>



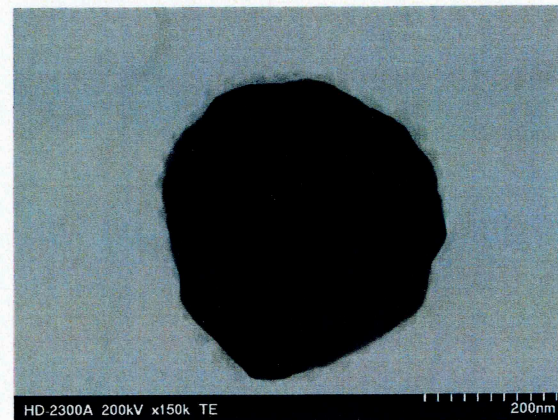
a)



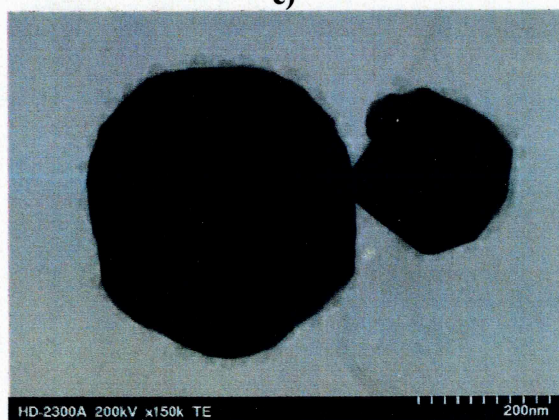
b)



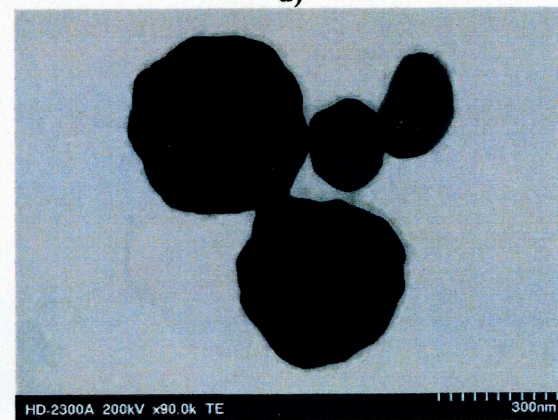
c)



d)



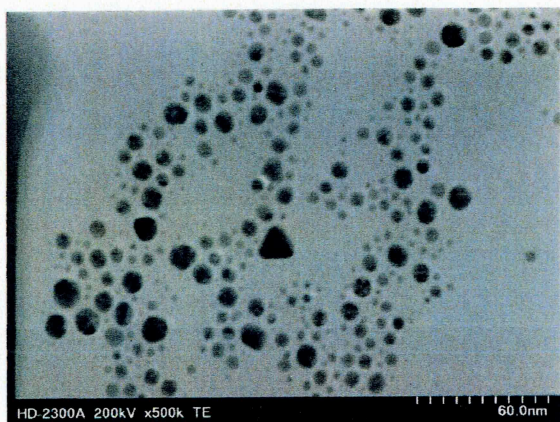
e)



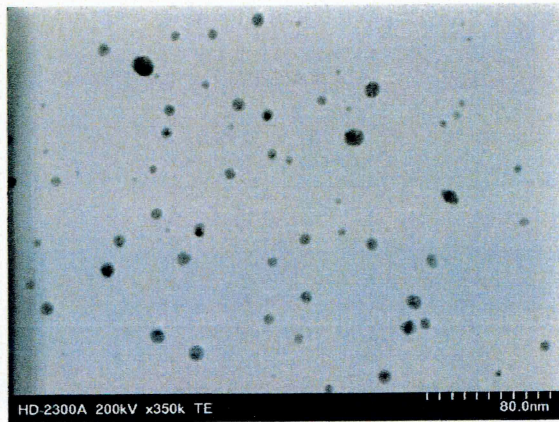
f)

Rys. 4. Mikrostruktura Nanocząstek Ag/SiO<sub>2</sub>

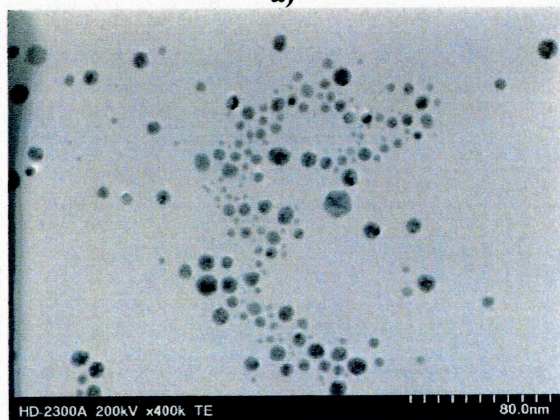
## 5. Nanocząstki Au



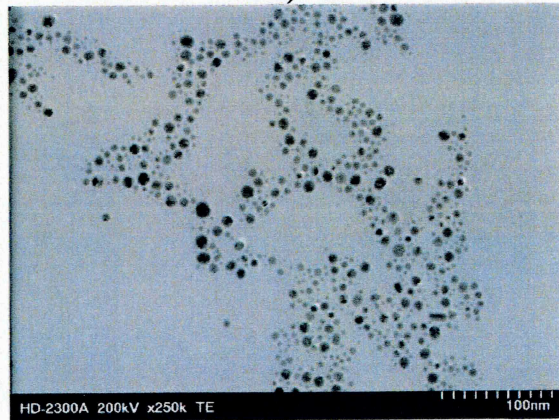
a)



b)



c)

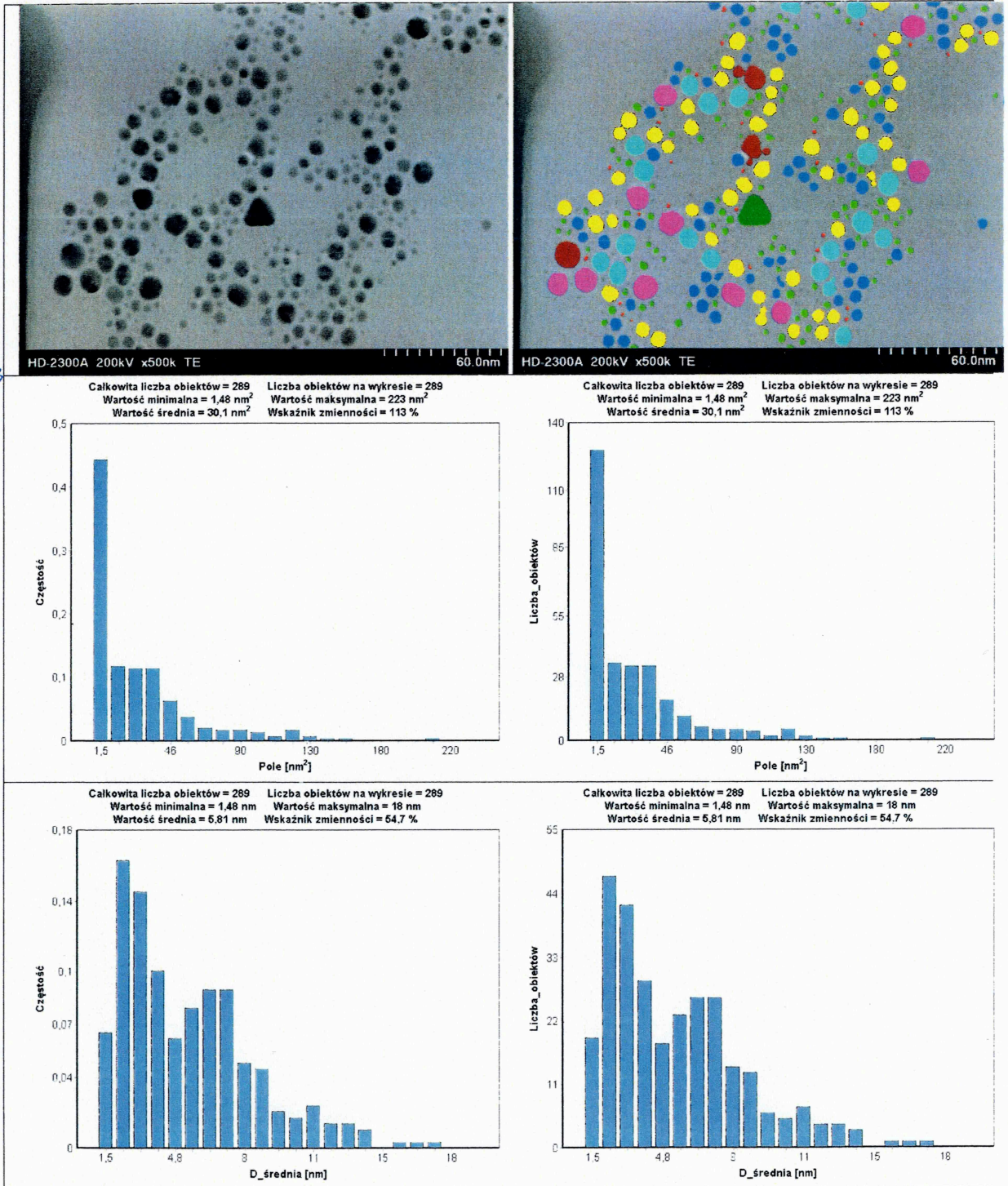


d)

Rys. 5. Mikrostruktura Nanocząstek Au

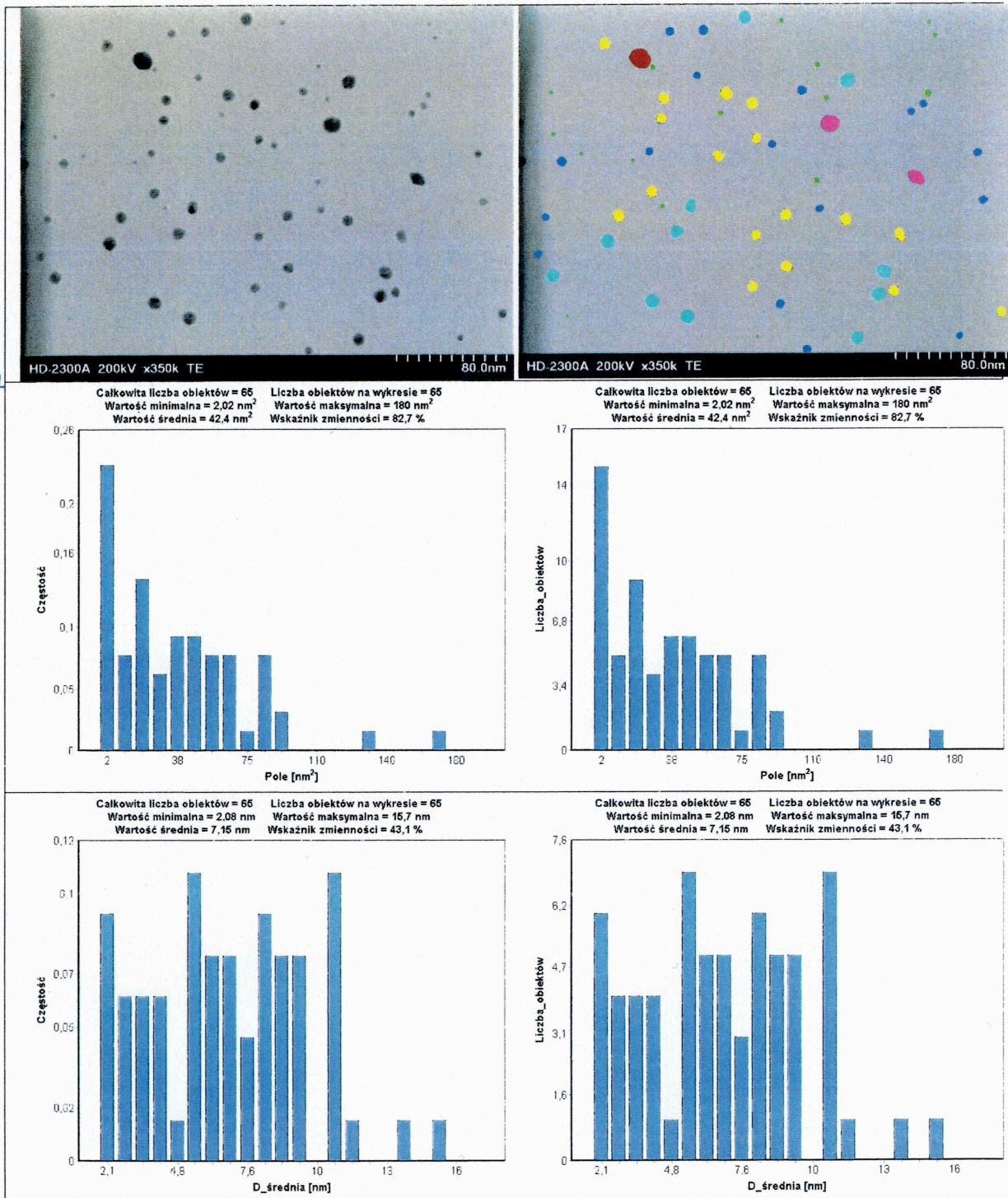
## 2.2. Ilościowa ocena mikrostruktury Nanocząstek

### 2.2.1. Analiza cząstek Nano Złota Au – zdjęcie nr 1



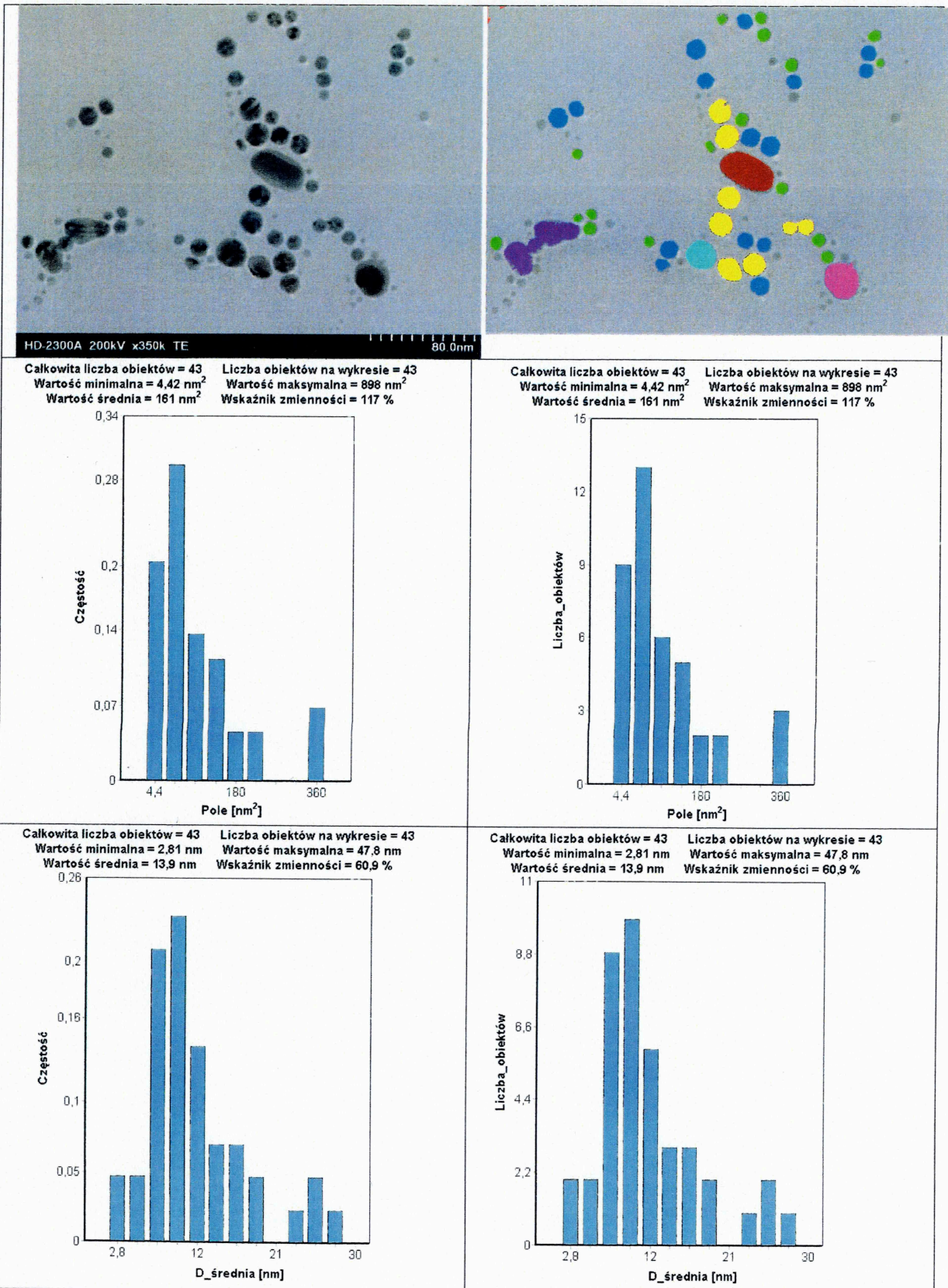


## Analiza cząstek Nano Złota Au – zdjęcie nr 2

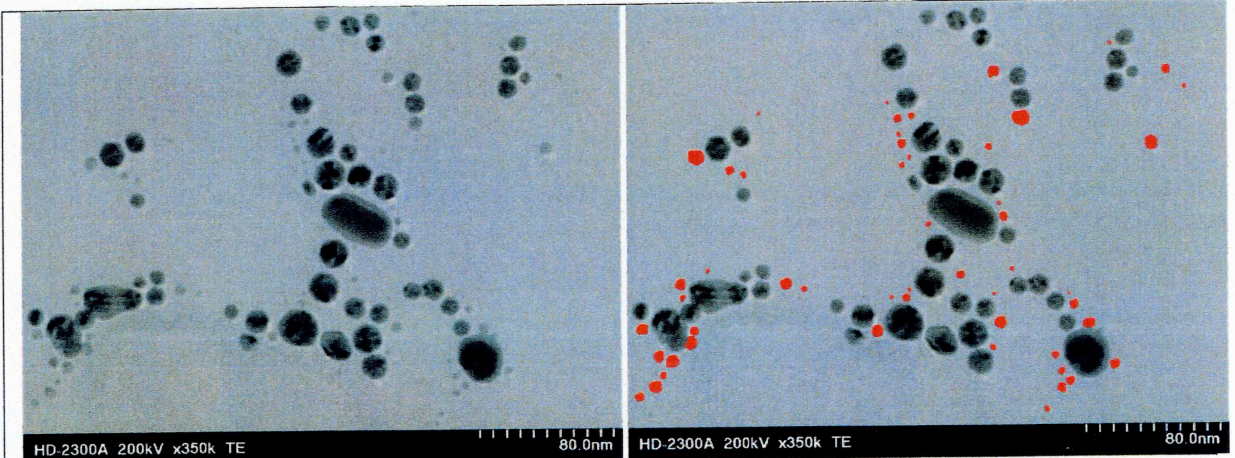


## 2.2.2. Analiza cząstek Nano Złota i Nano Srebra Au/Ag

### Analiza cząstek Nano Złota Au – zdjęcie nr 1

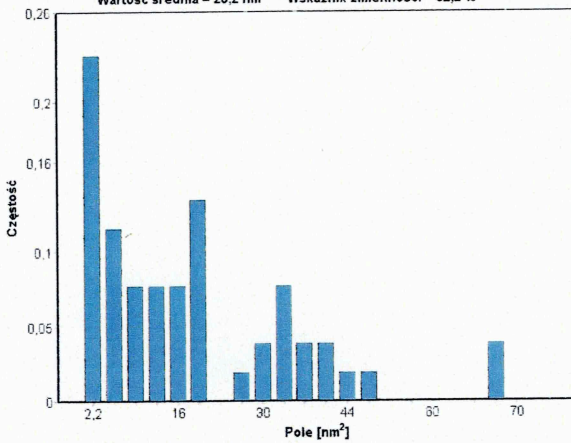


# Analiza cząstek Nano Srebra Ag – zdjęcie nr 1



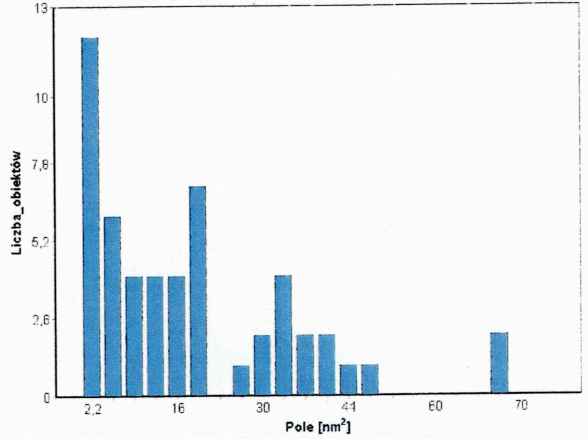
Całkowita liczba obiektów = 52  
Wartość minimalna = 2.21 nm<sup>2</sup>  
Wartość średnia = 20.2 nm<sup>2</sup>

Liczba obiektów na wykresie = 52  
Wartość maksymalna = 72.4 nm<sup>2</sup>  
Wskaźnik zmienności = 82.2 %



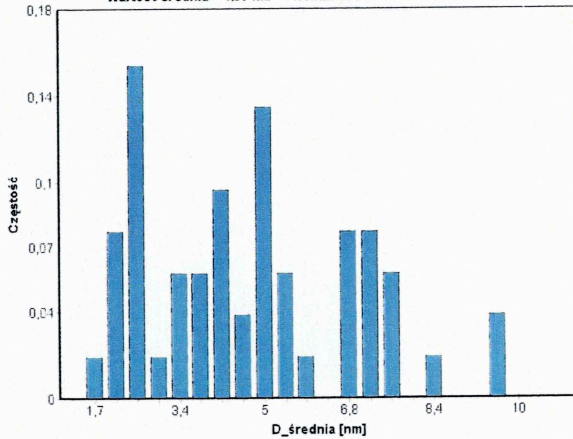
Całkowita liczba obiektów = 52  
Wartość minimalna = 2.21 nm<sup>2</sup>  
Wartość średnia = 20.2 nm<sup>2</sup>

Liczba obiektów na wykresie = 52  
Wartość maksymalna = 72.4 nm<sup>2</sup>  
Wskaźnik zmienności = 82.2 %



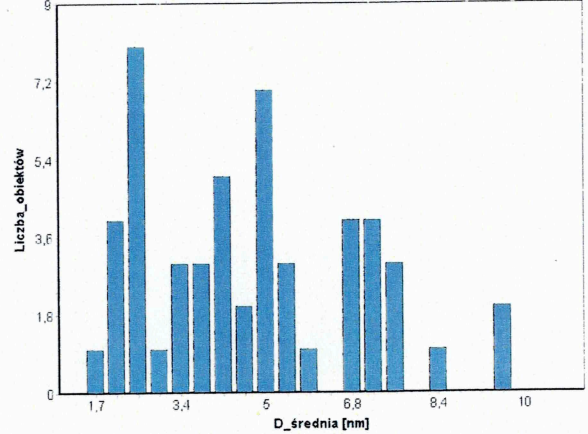
Całkowita liczba obiektów = 52  
Wartość minimalna = 1.69 nm  
Wartość średnia = 4.95 nm

Liczba obiektów na wykresie = 52  
Wartość maksymalna = 10.1 nm  
Wskaźnik zmienności = 42 %

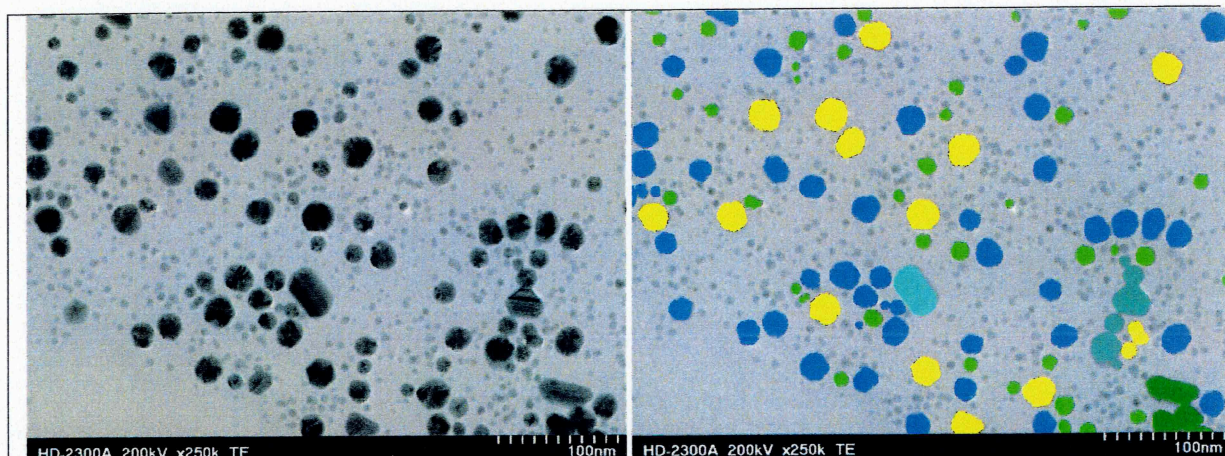


Całkowita liczba obiektów = 52  
Wartość minimalna = 1.69 nm  
Wartość średnia = 4.95 nm

Liczba obiektów na wykresie = 52  
Wartość maksymalna = 10.1 nm  
Wskaźnik zmienności = 42 %

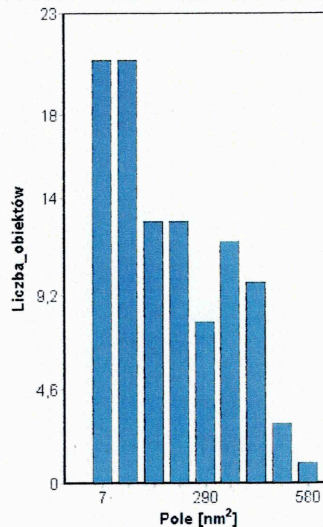
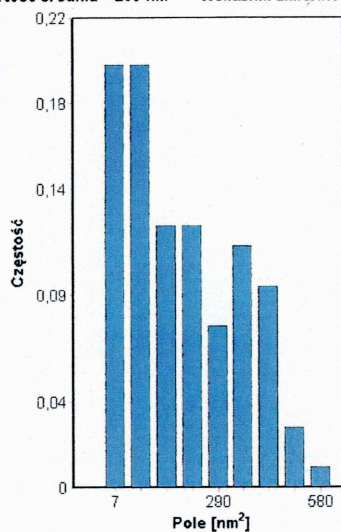


## Analiza cząstek Nano Złota Au – zdjęcie nr 2



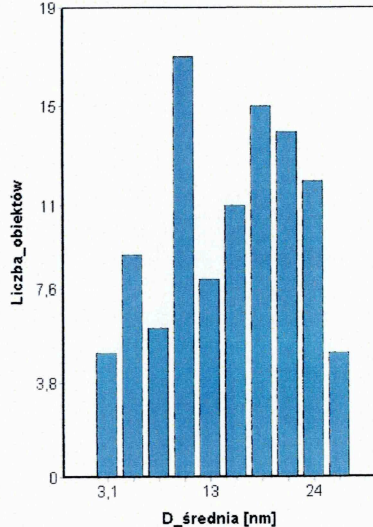
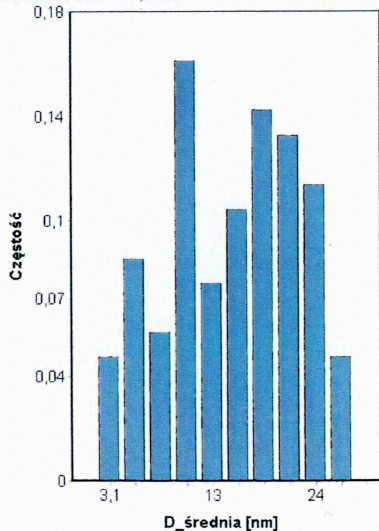
Całkowita liczba obiektów = 106    Liczba obiektów na wykresie = 106  
 Wartość minimalna = 6,93 nm<sup>2</sup>    Wartość maksymalna = 1428 nm<sup>2</sup>  
 Wartość średnia = 253 nm<sup>2</sup>    Wskaźnik zmienności = 85,5 %

Całkowita liczba obiektów = 106    Liczba obiektów na wykresie = 106  
 Wartość minimalna = 6,93 nm<sup>2</sup>    Wartość maksymalna = 1428 nm<sup>2</sup>  
 Wartość średnia = 253 nm<sup>2</sup>    Wskaźnik zmienności = 85,5 %

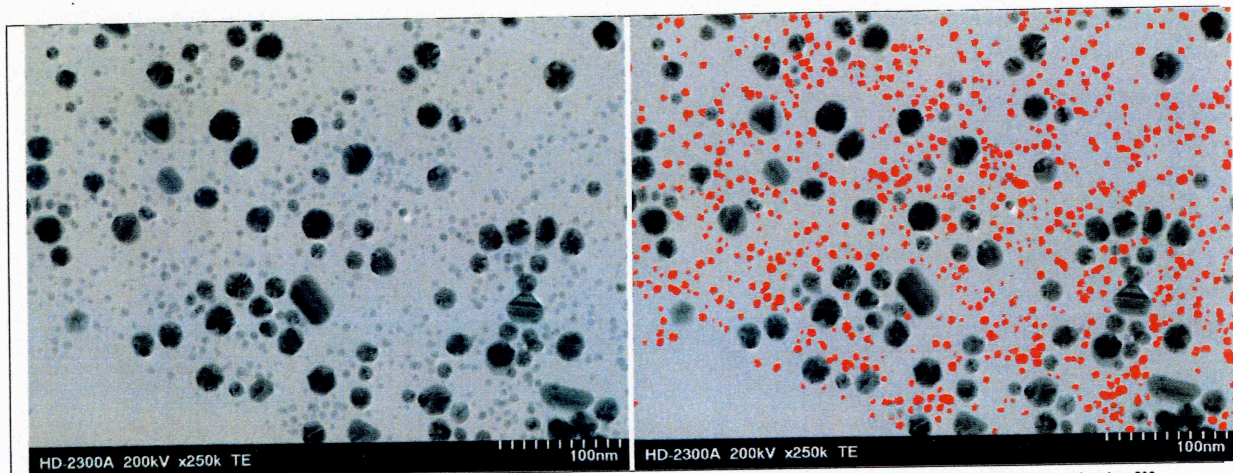


Całkowita liczba obiektów = 106    Liczba obiektów na wykresie = 106  
 Wartość minimalna = 3,14 nm    Wartość maksymalna = 54,6 nm  
 Wartość średnia = 17,7 nm    Wskaźnik zmienności = 46,4 %

Całkowita liczba obiektów = 106    Liczba obiektów na wykresie = 106  
 Wartość minimalna = 3,14 nm    Wartość maksymalna = 54,6 nm  
 Wartość średnia = 17,7 nm    Wskaźnik zmienności = 46,4 %

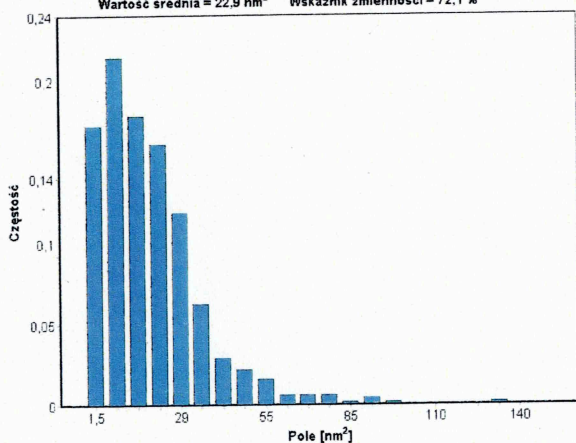


## Analiza cząstek Nano Srebra Ag – zdjęcie nr 2



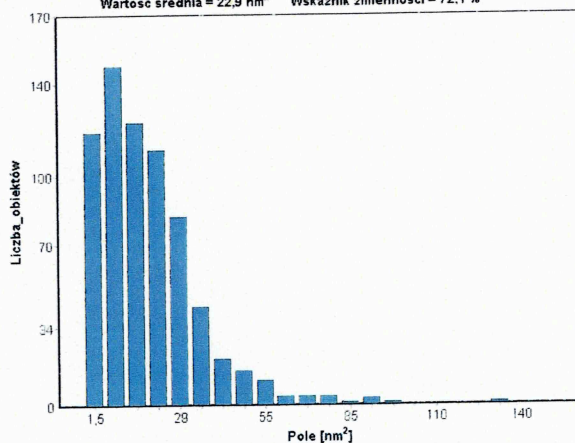
Całkowita liczba obiektów = 690  
 Wartość minimalna = 1,62 nm<sup>2</sup>  
 Wartość średnia = 22,9 nm<sup>2</sup>

Liczba obiektów na wykresie = 690  
 Wartość maksymalna = 140 nm<sup>2</sup>  
 Wskaźnik zmienności = 72,1 %



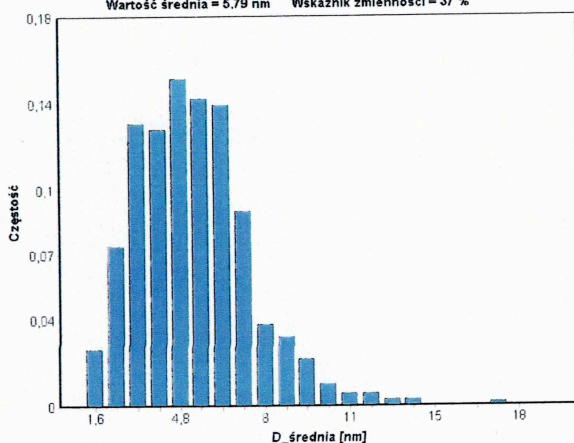
Całkowita liczba obiektów = 690  
 Wartość minimalna = 1,62 nm<sup>2</sup>  
 Wartość średnia = 22,9 nm<sup>2</sup>

Liczba obiektów na wykresie = 690  
 Wartość maksymalna = 140 nm<sup>2</sup>  
 Wskaźnik zmienności = 72,1 %



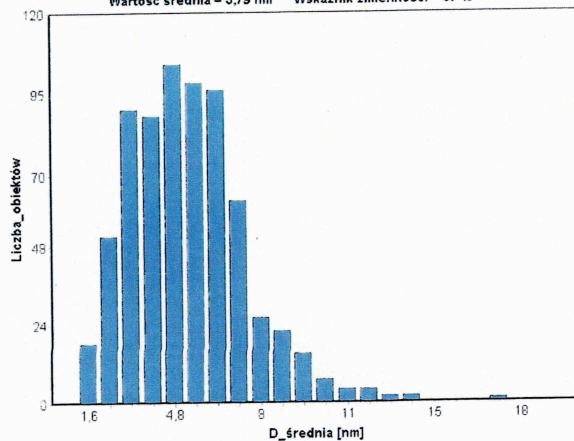
Całkowita liczba obiektów = 690  
 Wartość minimalna = 1,66 nm  
 Wartość średnia = 5,79 nm

Liczba obiektów na wykresie = 690  
 Wartość maksymalna = 17,9 nm  
 Wskaźnik zmienności = 37 %



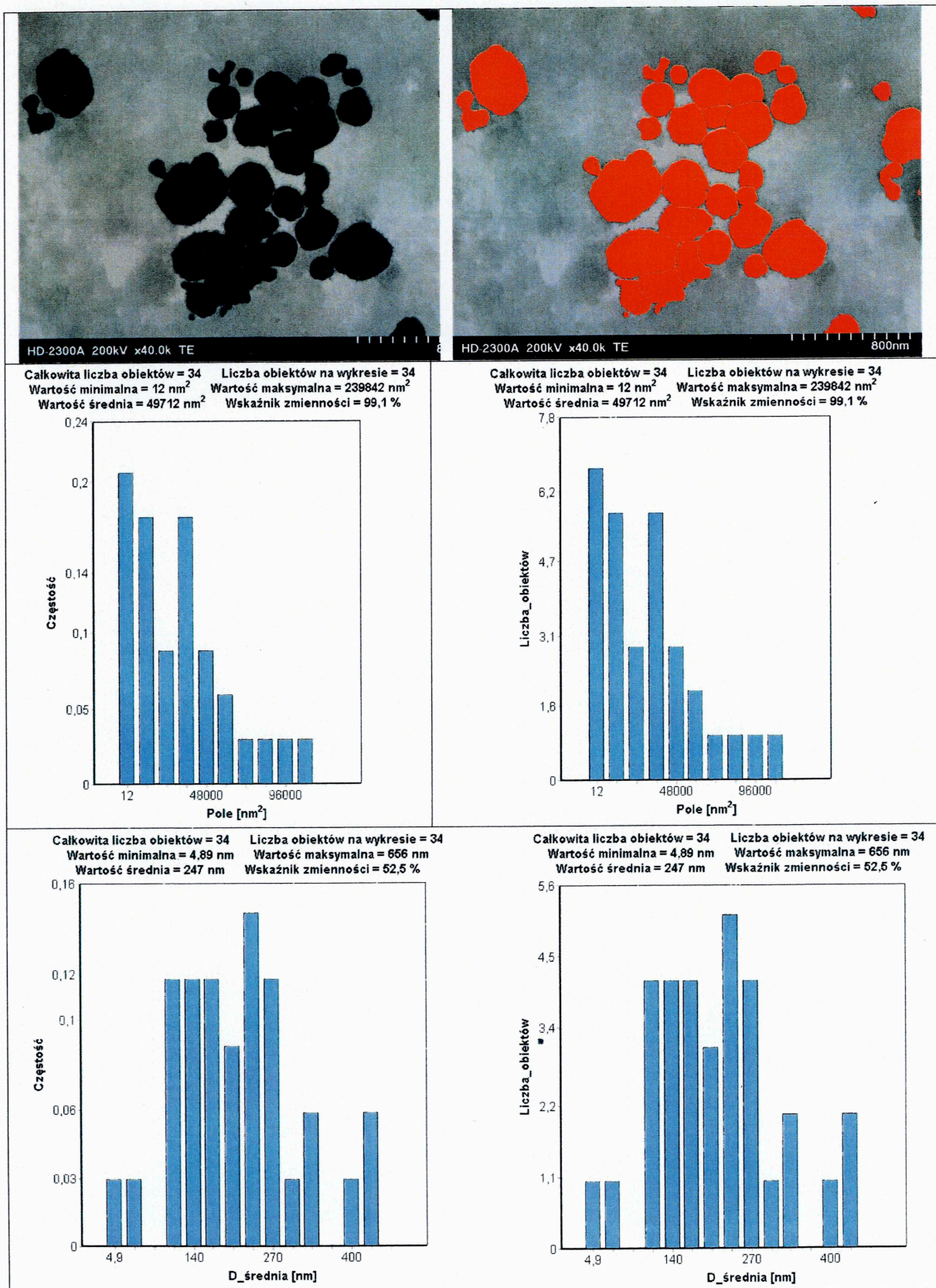
Całkowita liczba obiektów = 690  
 Wartość minimalna = 1,66 nm  
 Wartość średnia = 5,79 nm

Liczba obiektów na wykresie = 690  
 Wartość maksymalna = 17,9 nm  
 Wskaźnik zmienności = 37 %

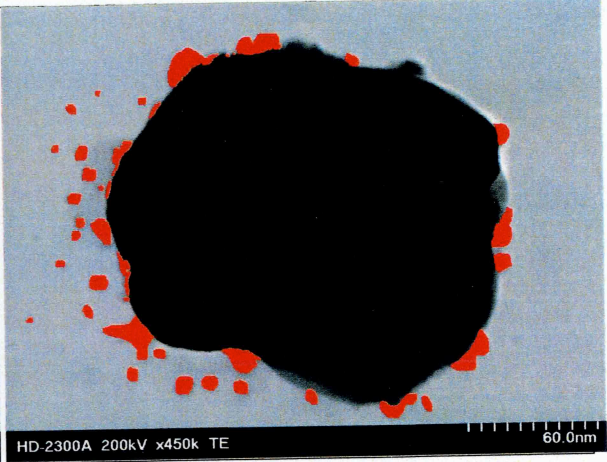
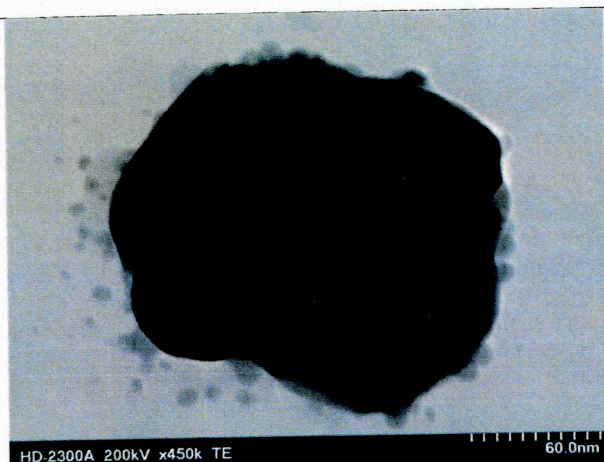


## 2.2.3. Analiza cząstek Nano Srebra z Nano Krzemem Ag/SiO<sub>2</sub>

### Analiza cząstek Nano Krzemu SiO<sub>2</sub>



# Analiza cząstek Nano Srebra Ag



HD-2300A 200kV x450k TE

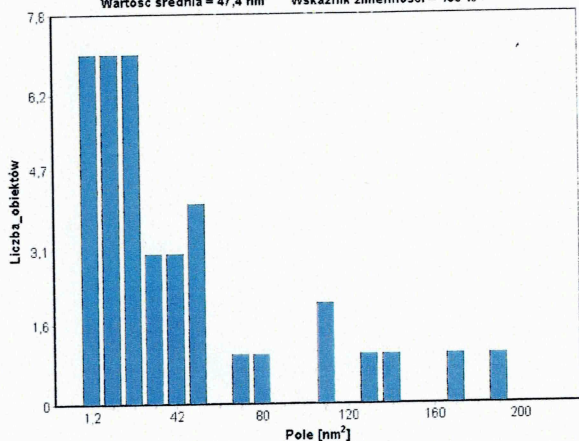
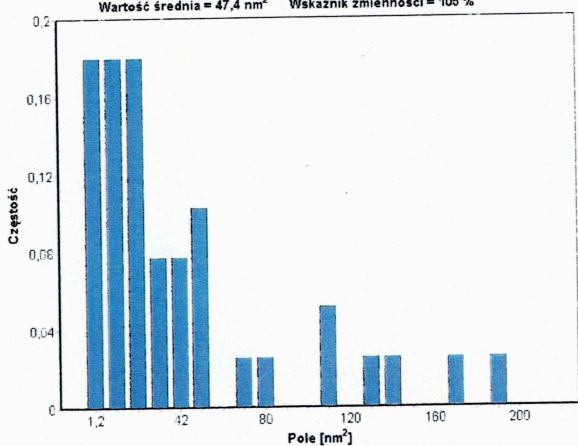
HD-2300A 200kV x450k TE

Całkowita liczba obiektów = 39  
Wartość minimalna = 1,22 nm<sup>2</sup>  
Wartość średnia = 47,4 nm<sup>2</sup>

Liczba obiektów na wykresie = 39  
Wartość maksymalna = 203 nm<sup>2</sup>  
Wskaźnik zmienności = 105 %

Całkowita liczba obiektów = 39  
Wartość minimalna = 1,22 nm<sup>2</sup>  
Wartość średnia = 47,4 nm<sup>2</sup>

Liczba obiektów na wykresie = 39  
Wartość maksymalna = 203 nm<sup>2</sup>  
Wskaźnik zmienności = 105 %

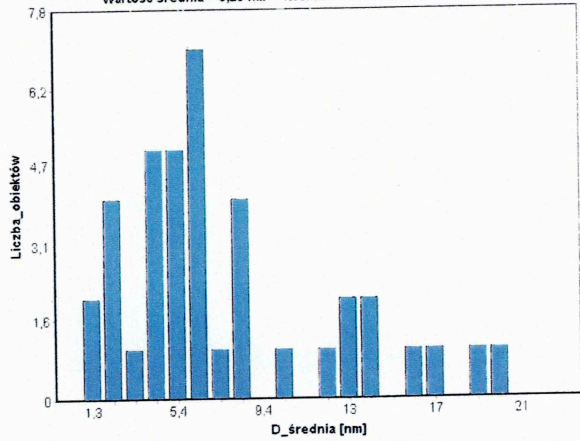
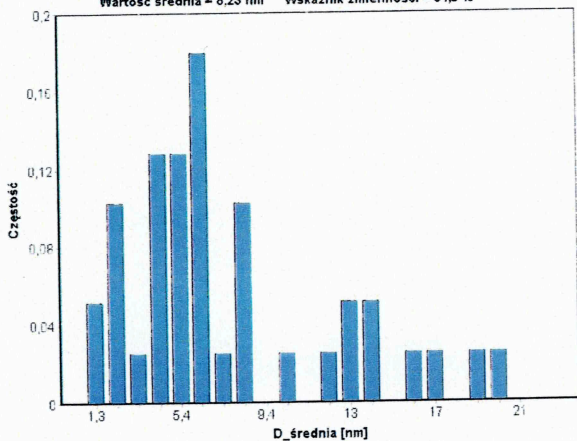


Całkowita liczba obiektów = 39  
Wartość minimalna = 1,3 nm  
Wartość średnia = 8,23 nm

Liczba obiektów na wykresie = 39  
Wartość maksymalna = 21,4 nm  
Wskaźnik zmienności = 61,9 %

Całkowita liczba obiektów = 39  
Wartość minimalna = 1,3 nm  
Wartość średnia = 8,23 nm

Liczba obiektów na wykresie = 39  
Wartość maksymalna = 21,4 nm  
Wskaźnik zmienności = 61,9 %



## Podsumowanie

Przeprowadzone badania potwierdzają średnią wielkość nanocząstek w poszczególnych zawiesinach na poziomie:

	<i>Ag</i>	<i>Ag/SiO<sub>2</sub></i>	<i>Au</i>	<i>Au/Ag</i>
<u>rozmiar</u>	<u>5 nm</u>	<u>8 nm / 247 nm</u>	<u>8 nm</u>	<u>14 nm / 5 nm</u>

Staszewski  
Jwona Bednarek  
Michał

KATOWICE, Czerwiec 2013