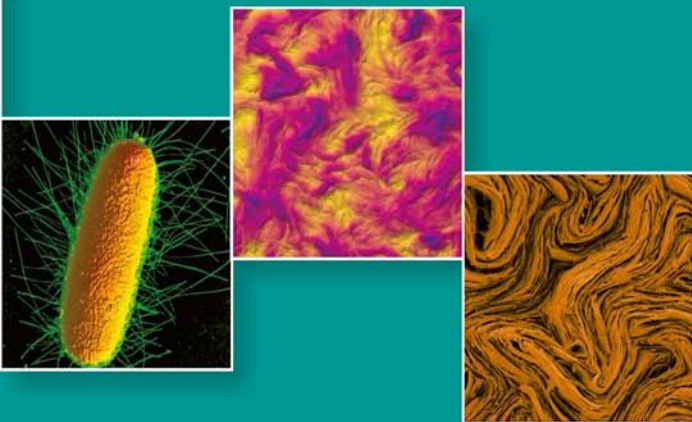


Centrum Nanomateriałów Funkcjonalnych



Projekt POIG.02.01.00-06-024/09
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie
Wydział Chemii



**INNOWACYJNA
GOSPODARKA**
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

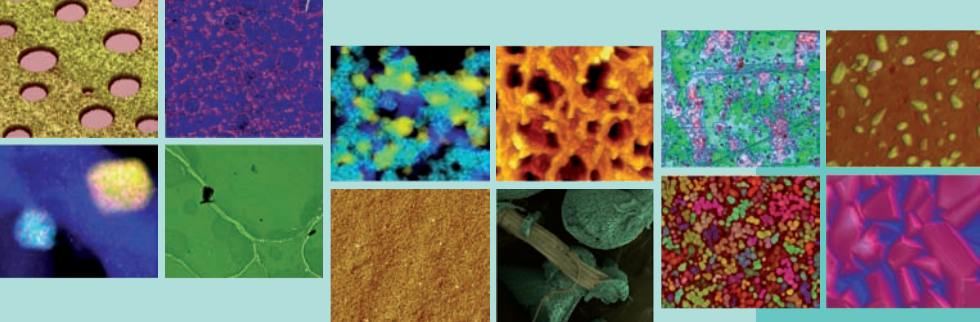


UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI FUNDUSZ
ROZWOJU REGIONALNEGO



Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego
w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka



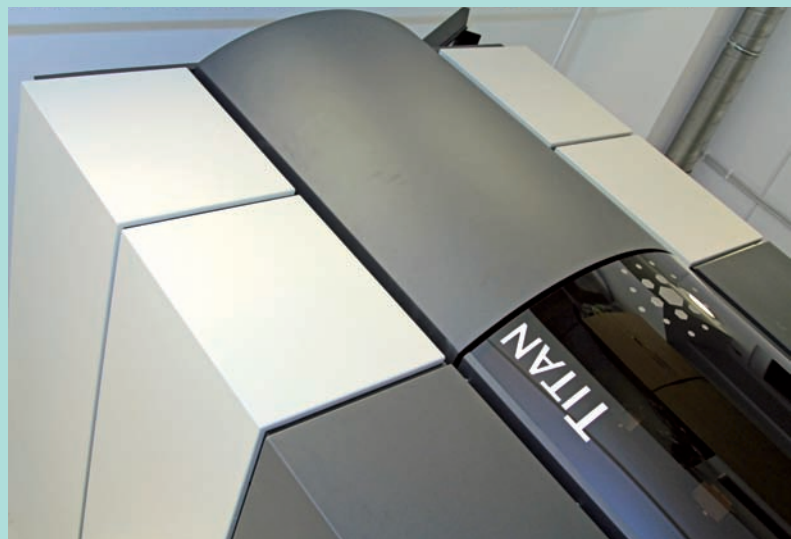


Na Wydziale Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie w latach 2008-2014 realizowano projekt POIG.02.01.00-06-024/09 „Centrum Nanomateriałów Funkcjonalnych”, współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach działania 2.1. Rozwój ośrodków o wysokim potencjale badawczym Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka. Całkowita wartość projektu to ponad 47 mln zł, w tym udział Unii Europejskiej wynosi 39 mln zł i blisko 7 mln zł budżetu państwa.

Laboratoria Wydziału Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej zostały zmodernizowane i wyposażone w aparaturę naukowo-badawczą oraz utworzono nowe, specjalistyczne miejsca pracy do obsługi zakupionej aparatury oraz prowadzenia na niej badań naukowych. Powierzchnia adaptowanych i zmodernizowanych laboratoriów wynosi blisko 340 m². Zakupiono czternaście nowych, dużych systemów aparaturowych. W ramach projektu zostały zmodernizowane oraz wyposażone w najnowocześniejszą aparaturę, urządzenia i przyrządy laboratoria badawcze: mikroskopii, spektroskopii elektronowych, podczerwieni, Ramana, fluorescencji rentgenowskiej, dyfrakcji rentgenowskiej, adsorpcji i chemisorpcji, metod temperaturowo-programowanych i grawimetrycznych oraz badań katalizatorów i reakcji katalitycznych metodami klasycznymi i wykorzystującymi reagenty znaczone atomami niepromieniotwórczych izotopów. Wdrożono system zarządzania jakością zgodny z europejską i polską normą ISO/IEC 17025:2005 oraz poddano akredytacji szereg procedur analitycznych.

Aparatura badawcza Wydziału Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej, przeznaczona do badań właściwości nanomateriałów i materiałów, należy do najnowocześniejszej w skali światowej i w bardzo dużej części jest unikatowa w skali kraju, a w regionie Polski Wschodniej są to jedyne tego typu urządzenia. Z całą pewnością unikalne jest zgromadzenie w jednym ośrodku naukowym niezwykle dużej liczby wyspecjalizowanych narzędzi badawczych, pozwalających na bardzo wszechstronne charakteryzowanie różnorodnych właściwości fizyko-chemicznych ciał

stałych, istotnych dla opracowania i zbadania nowych nanomateriałów i materiałów, niezbędnych do rozwoju priorytetowych gałęzi gospodarki, czystej energii i czystego środowiska.



LABORATORIUM mikroskopii

Transmisyjna mikroskopia elektronowa

W laboratorium znajdują się dwa transmisyjne mikroskopy elektronowe w konfiguracji S/TEM, przeznaczone do obrazowania budowy mikro- i nanostruktur oraz analizy chemicznej materiałów i nanomateriałów:

■ najwyższej klasy system 300 kV wysokorozdzielczego elektronowego mikroskopu transmisyjnego HR-TEM Titan³ G2 60-300 (FEI) z wyposażeniem analitycznym oraz

■ uniwersalny 200 kV elektronowy mikroskop transmisyjny Tecnai G2 20 X-TWIN (FEI) z wyposażeniem analitycznym.

Mikroskop Titan3 G2 60-300 wyposażony jest, między innymi, w:

■ akustyczną i termiczną obudowę

■ stabilne działo elektronowe o dużej jasności, z emisją polową systemu Schottky'ego (X-FEG) z monochromatorem

■ regulację napięcia przyspieszającego w zakresie od 60 kV do 300 kV

■ trójsozewkowy układ kondensera

■ korektor obrazu – układ kompensacji aberracji sferycznej dolnej soczewki obiektywu

■ jednocyfłowy uchwyt tomograficzny z oprogramowaniem do wizualizacji i trójwymiarowej rekonstrukcji obrazu – tomografii elektronowej (electron tomography)

■ detektory typu "solid state": detektor jasnego pola STEM-BF (Scanning Transmission Microscopy - Bright Field), detektor pierścieniowy ciemnego pola HAADF (High Angle Annular Dark Field)

■ filtr energii elektronów Gatan Tridium 866 ERS z kamerą CCD, do obrazowania w trybie: EFTEM (Energy Filtered Transmission Electron Microscopy), dyfrakcji oraz spektroskopii strat energii elektronów EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy)

■ tryby obrazowania: wysokorozdzielcza transmisyjna mikroskopia elektronowa HR-TEM-BF/DF (High Resolution Transmission Electron Microscopy) w jasnym BF (Bright Field) lub ciemnym DF (Dark Field) polu, skaningowa transmisyjna mikroskopia elektronowa STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) z wykorzystaniem pierścieniowego detektora ciemnego pola HAADF, transmisyjna mikroskopia elektronowa z filtracją energii EFTEM, dyfrakcja elektronów, spektroskopia EELS

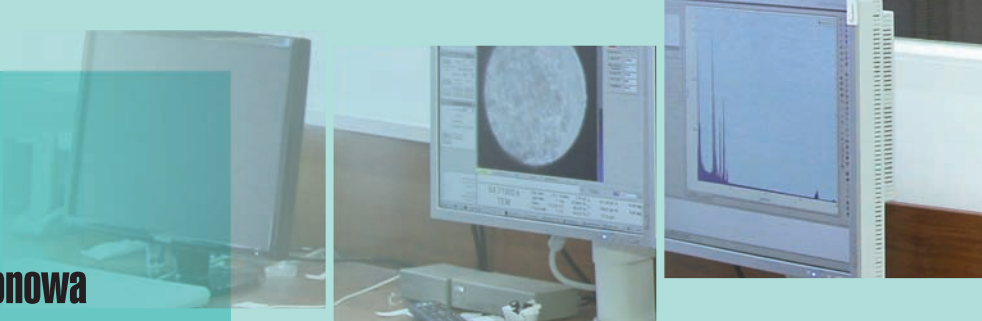
■ spektrometr energodyspersyjnej fluorescencji rentgenowskiej EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) z detektorem Si(Li), umożliwiający mapowania składu chemicznego z atomową rozdzielczością. Zakres analizowanych pierwiastków B-U

■ system soczewek do mikroskopii Lorenza, do obserwacji domen magnetycznych

■ kamerę cyfrową Gatan US 1000P (2k x 2k) do rejestracji obrazów TEM oraz obrazów dyfrakcyjnych

■ kamerę cyfrową typu "search-and-view" do podglądu ekranu fluorescencyjnego. Rozwiązanie umożliwia zdalne sterowanie miroskopem i komfortową pracę w jasnym pomieszczeniu

■ szereg pakietów specjalistycznego oprogramowania sterującego i użytkowego.



LABORATORIUM mikroskopii

Transmisyjna mikroskopia elektronowa

Obrazy oraz dane mikroskopowe pozwalają określić z atomową rozdzielczością m.in. morfologię (kształt i rozkład wielkości cząstek), strukturę krystaliczną, wzajemne ułożenie atomów i stopień ich uporządkowania w cząstkach, defekty sieci krystalicznej, strukturę porowatą, strukturę granic międzyfazowych i rozkład przestrzenny faz w materiałach wielofazowych oraz skład chemiczny materiałów (rodzaj i dystrybucję atomów). Możliwość szerokiej zmiany napięcia przyspieszającego czyni z tego mikroskopu uniwersalne narzędzie badawcze. Konstrukcja mikroskopu zapewnia uzyskanie powiększeń do 1 000 000 razy w transmisyjnym trybie pracy i z atomową zdolnością rozdzielczą $< 0,1$ nm. Dyfrakcja elektronowa pozwala na identyfikację fazową nanoobjektów, nawet z obszarów o średnicy około 1 nm. Możliwość silnego skupienia wiązki elektronowej w kolumnie mikroskopu umożliwia rejestrację obrazów transmisyjnych oraz analizę chemiczną techniką skaningową STEM. Metoda fluorescencji rentgenowskiej EDS pozwala na szybką identyfikację pierwiastków cięższych od berylu, w formie analizy punktowej, liniowej oraz map dystrybucji pierwiastków w złożonych nanomateriałach. Spektroskopia strat energii elektronów EELS dostarcza również cennych informacji o stanach wiązań chemicznych w granicach nanometrycznych faz, lokalnych pasmach energetycznych, krawędzi absorpcji oraz przerwie wzbronionej nanoobjektów, m.in. w tlenkach metali, nanomateriałach katalitycznych, zdefektowanych nanocząstkach, nanorurkach, półprzewodnikach, materiałach optoelektronicznych oraz w wielu innych nanomateriałach.

Mikroskop Tecnai G2 20 X-TWIN wyposażony jest, między innymi, w:

- działo elektronowe z emiterym LaB₆,
- napięcie przyspieszające regulowane od 20 do 200 kV
- dwusoczewkowy układ kondensera
- symetryczne soczewki obiektywu, zapewniające optymalną zbieżność wiązki na próbce oraz w kącie bryłowym 0,3 srad dla zastosowań analitycznych
- pierścieniowy detektor ciemnego pola HAADF (High Angle Annular Dark Field) do detekcji elektronów silnie ugiętych
- tryby obrazowania: transmisyjna mikroskopia elektronowa TEM (Transmission Electron Microscopy) w jasnym BF (Bright Field) i ciemnym DF (Dark Field) polu, skaningowa transmisyjna mikroskopia

elektronowa STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) z wykorzystaniem pierścieniowego detektora ciemnego pola HAADF, dyfrakcja elektronowa

- spektrometr energodyspersyjnej fluorescencji rentgenowskiej EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) z detektorem Si(Li), umożliwiający mapowanie składu chemicznego z atomową rozdzielczością. Zakres: B-U
- kamerę cyfrową Eagle 2k HR do rejestracji obrazów TEM oraz obrazów dyfrakcyjnych.

Mikroskop Tecnai jest prosty w obsłudze i szczególnie dobrze nadaje się do badań rutynowych i seryjnych. Możliwość regulacji wysokiego napięcia przyspieszającego pozwala wybrać najlepsze warunki do obrazowania i spektroskopii. Soczewki obiektywu typu X-TWIN są zoptymalizowane pod kątem wysokiej czułości analitycznej mikroskopu i jakości obrazowania STEM, co w połączeniu z dużą powierzchnią analizowanej próbki jest zaletą tego mikroskopu. Zunifikowane nośniki (holdery) próbek umożliwiają ich przenoszenie pomiędzy mikroskopami Tecnai i Titan.

Możliwości badawcze mikroskopu Tecnai G2 20 X-TWIN:

- morfologia (kształt i rozkład wielkości cząstek)
- struktura powierzchni, stopień uporządkowania atomów
- struktura krystaliczna (objętościowa)
- defekty sieci krystalicznej
- struktura porowata
- struktura granic międzyfazowych i rozkład przestrzenny faz w materiałach wielofazowych
- skład chemiczny materiałów i nanomateriałów.



LABORATORIUM mikroskopii

Skaningowa mikroskopia elektronowa

Wyposażeniem laboratorium są dwa elektronowe mikroskopy skaningowe, przeznaczone do badań mikro- i nanostruktury powierzchni i warstwy przypowierzchniowej materiałów i nanomateriałów:

■ najwyższej klasy wysokorozdzielczy system skaningowego mikroskopu elektronowo-jonowego Quanta 3D FEG (FEI) z wyposażeniem analitycznym oraz

■ stołowy elektronowy mikroskop skaningowy Phenom (Phenom-World).

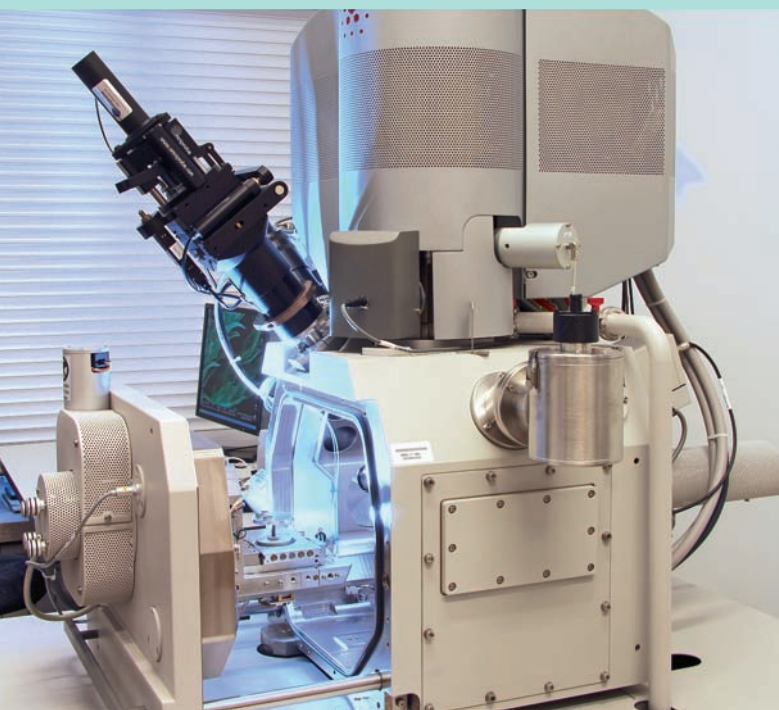
Mikroskop Quanta 3D FEG jest hybrydowym instrumentem dwu-wiązkowym (DualBeam), wyposażonym w dwie kolumny SEM/FIB: elektronową oraz jonową z działem FIB (Focused Ion Beam – zogniskowana wiązka jonów), emitującym wiązkę jonów galu. Kolumna elektronowa wykorzystywana jest w technice skanowania SEM (Scanning Electron Microscopy – elektronowa mikroskopia skaningowa). W zależności od natężenia wiązki jonowej kolumna FIB może być wykorzystywana



zarówno do obrazowania (małe natężenie), jak również do kontrolowanego trawienia, cięcia, rzeźbienia, modelowania powierzchni próbek oraz do preparowania cienkich lametek do badań technikami TEM. Geometria mikroskopu Quanta 3D FEG zapewnia optymalne obrazowanie efektów jonowego trawienia w punkcie koincydencji wiązek elektronowej i jonowej. Quanta 3D FEG jest jednocześnie niezwykle, tzw. środowiskowym mikroskopem skaningowym ESEM (Environmental SEM), który oferuje możliwości pracy nie tylko w warunkach wysokiej ($6e-4$ Pa) i niskiej próżni (10–130 Pa), ale także badania in situ próbek wilgotnych (do ciśnienia 4000 Pa). Możliwe są również badania w temperaturach do 1000°C. Quanta 3D FEG jest bardzo uniwersalnym i elastycznym narzędziem badawczym.

Mikroskop Quanta 3D FEG wyposażony jest, między innymi, w:

- działo elektronowe z emisją połową FEG (Field Emission Gun) systemu Schottky'ego
- emiter jonów galu
- regulację napięć przyspieszających od 30 V do 200 kV
- układ spowalniania wiązki elektronów docierającej do próbki, który poprawia aberrację i zwiększa kontrast obrazów próbek dobrze i częściowo przewodzących
- bezstopniową zmianę wielkości powiększenia w zakresie od 80 do 1500000x
- zestaw detektorów:
 - elektronów wtórnych ET SED (Everhad-Thornley Secondary Electron Detector), do obrazowania w wysokiej próżni
 - elektronów wtórnych LVSED (Low-Vacuum Secondary Electron Detector), do obrazowania w pełnym zakresie niskiej próżni
 - gazowy elektronów wtórnych GSED (Gaseous Secondary Electron Detector), do obrazowania w ultra-niskiej próżni (ESEM)
 - nisko-napięciowy, elektronów wstecznie rozproszonych SSBSED (Solid-State Back-Scattered Electron Detector), preferowany w mikroanalizie i badaniach dystrybucji faz krystalograficznych
 - nisko-napięciowy, gazowy detektor analityczny elektronów wstecznie rozproszonych GA-BSED (Gaseous Analytical Back-Scattered Electron Detector), zoptymalizowany do obrazowania BSE i analiz EDS w niskiej próżni i ESEM.





LABORATORIUM mikroskopii

Skaningowa mikroskopia elektronowa

- detektor jonowy CDEM (Channel Detection Electron Multiplier) do bezpośredniego obrazowania jonami i elektronami wtórnymi wzbudzonymi jonami ISE (ion induced secondary electrons)
- pierścieniowy detektor elektronów przechodzących, wykorzystywanych w skaningowej transmisyjnej mikroskopii elektronowej STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) w jasnym polu BF (Bright Field) i ciemnym polu DF (Dark Field) oraz elektronów rozproszonych pod dużymi kątami, rejestrowanych w ciemnym polu HAADF (High-Angle Annular Dark Field), przeznaczony do kontroli próbek preparowanych za pomocą FIB
- tryby obrazowania: elektronami wtórnymi SE oraz wstecznie rozproszonymi BSE, jonami i elektronami wtórnymi wzbudzonymi jonami oraz STEM, dyfrakcja elektronów EBSD (Electron Backscatter Diffraction)
- spektrometr energodispersyjny EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) z detektorem SDD (Silicon Drift Detector), umożliwiający mapowanie składu chemicznego z nanometrową rozdzielczością. Zakres analizowanych pierwiastków B-U
- systemy precyzyjnego dozowania gazów roboczych GIS (Gas Injection System): do depozycji platyny na próbkach nieprzewodzących oraz do selektywnego trawienia jonowego węgla oraz krzemu z próbek badanych materiałów
- stolik goniometryczny próbki, z przesuwem w osiach X, Y i Z, pochylaniem w zakresie 72° i obrotem wokół osi w zakresie 360° dla wszystkich położeń X-Y
- stolik grzewczy (do 1000°C) umożliwiający obrazowanie zmian próbki w pełnym zakresie temperatur oraz stolik Peltiera (schładzanie i zamrażanie próbek od RT do -20°)
- kamerę cyfrową IR-CCD działającą w podczerwieni, do podglądu nawigacji próbką w komorze mikroskopu
- szereg pakietów specjalistycznego oprogramowania sterującego i użytkowego.

Mikroskop Quanta 3D FEG pozwala na badanie materiałów przewodzących, słabo przewodzących oraz izolatorów. W warunkach wysokiej próżni, w zależności od wartości napięcia przyspieszającego oraz zastosowanego detektora, kolumna mikroskopu zapewnia rozdzielczość od: 0,8 nm do 3,0 nm, a w trybie środowiskowym ESEM (warunkach

niskiej próżni) od 1,4 nm do 3,0 nm. Z pomiarów mikroskopowych można uzyskać informacje o topografii powierzchni próbek, morfologii nano- i mikrokryształitów (lub ich aglomeratów), krystaliczności oraz strukturze mikrokryształicznej, dystrybucji wielkości cząstek i rozkładzie przestrzennym faz krystalograficznych w materiałach wielofazowych oraz strukturze porowatej materiałów. Możliwa jest precyzyjna analiza fazowa i elementarna, także w bardzo małych obszarach, z określeniem składu chemicznego materiałów (rodzaju i dystrybucji atomów) w postaci analizy punktowej, profilu liniowego lub mapy chemicznej. Inne badawcze zastosowanie mikroskopu Quanta 3D FEG to analiza powierzchni i metalurgiczna (analiza ziarnowa, skład elementarny), badania wad materiałowych, obrazowanie materiałów kompozytowych i próbek biologicznych (także wilgotnych) i detekcja wtrąceń pierwiastków ciężkich oraz określenie zmian morfologii próbek w zależności od wilgotności i temperatury. System działa jonowego FIB umożliwia badania zmian morfologii oraz składu chemicznego w głąb objętości materiałów (profilowanie trójwymiarowe).

Mikroskop Phenom dedykowany jest głównie do wstępnego obrazowania materiałów przeznaczonych do badań mikroskopią SEM. Podstawowa charakterystyka jego wyposażenia:

- długożyciowe termiczne źródło elektronów, z napięciem przyspieszającym 5 kV
- powiększenia w zakresie od 525 do 24000x
- obrazowanie elektronami wtórnymi SE (Secondary Electrons) i wstecznie rozproszonymi BSE (Back-Scattered Electrons)
- możliwość badań materiałów dobrze i słabo przewodzących, bez konieczności specjalnego przygotowania próbek (holder odbierający ładunek)
- zapis obrazów mikroskopowych w pamięci flash
- możliwość pracy zdalnej przez sieć internetową.

Możliwości badawcze mikroskopu Phenom to: obrazowanie kryształów i minerałów oraz topografii ich powierzchni, morfologia (kształt i rozkład wielkości cząstek), struktura powierzchni, struktura porowata, pomiar wielkości mikrootworów i pęknięć, obrazowanie preparatów biologicznych.

LABORATORIUM mikroskopii

Mikroskopia sił atomowych

Mikroskop sił atomowych AFM (Atomic Force Microscopy) NanoScope V (Bruker-Veeco) umożliwia obserwację przestrzenną topografii powierzchni ciał stałych w skali manometrycznej: szorstkość powierzchni, objętość i pole zobrazowanych kształtów, profile wysokościowe, ziarnistość próbek oraz elastyczność i sztywność badanego materiału. Możliwe jest obserwowanie struktur domen magnetycznych, pomiary tarcia oraz mapowanie właściwości nanomechanicznych powierzchni, takich jak adhezja i moduł Younga. Korelacja obrazów topograficznych z właściwościami nanomechanicznymi wzbogaca informacje o morfologii i właściwościach materiałów w skali mikro- i nanometrów. Badania mogą być wykonywane w atmosferze gazów innych niż powietrze, w cieczach, w podwyższonych temperaturach (do 250°C), a także istnieje możliwość prowadzenia reakcji chemicznych z wizualizacją ich efektów w trakcie pomiarów.

Próbki do badań mogą mieć postać materiałów litych, proszków, folii, a także filmów na szkle, mące lub krzemie. Typowe zastosowania to analiza topografii powierzchni przewodników, półprzewodników, dielektryków, kryształów, nanocząstek, polimerów, struktur mono- i bi-warstwowych, bakterii, grzybów.

Najistotniejsze cechy mikroskopu NanoScope V:

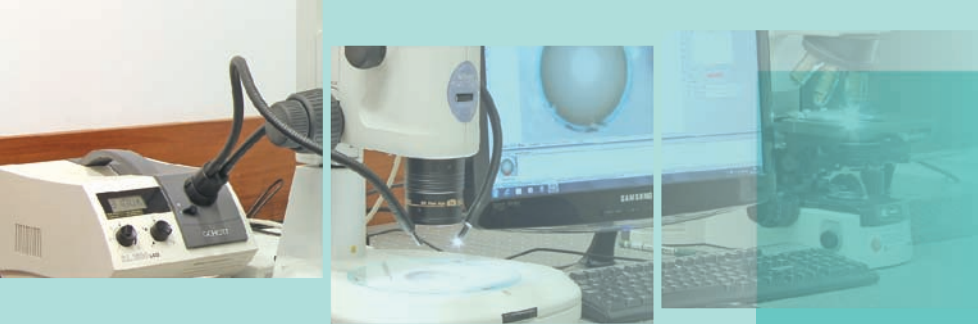
- zdolność rozdzielcza 0,1–10 nm (zależnie od metody pomiaru)
- maksymalny rozmiar skanowanej powierzchni 100 x 100 μm
- maksymalna rozdzielczość uzyskanego obrazu 5120 x 5120 pikseli



- rozdzielczość skanera i czułość układu pomiaru odchylenia igły $< 1 \text{ \AA}$
- pomiary modułu Young'a w zakresie od 1 MPa do 50 GPa oraz adhezji w zakresie od 10 pN do 10 μN .

Konfiguracja mikroskopu oraz jego wyposażenie, między innymi w skanery piezoelektryczne, kamerę video oraz specjalistyczne oprogramowanie, pozwala na wykorzystanie następujących technik pomiarowych:

- contact AFM – metoda kontaktowa. Pomiar topografii poprzez permanentny kontakt igły z powierzchnią próbki. Powiększenie 1000–200000x. Możliwy pomiar w cieczy.
- tapping mode AFM – tryb pracy z kontaktem przerywanym. Technika mniej inwazyjna niż metoda kontaktowa, stosowana do próbek miękkich i delikatnych. Powiększenie 1000–200000x. Możliwy pomiar w cieczy.
- PeakForce Tapping oraz PeakForce QNM (Quantitative Nanomechanical Property Mapping) to techniki obrazowania topografii powierzchni, oparte na bezpośrednim monitorowaniu siły oddziaływania pomiędzy sondą i powierzchnią próbki. Opcja PeakForce Tapping znacząco zmniejsza siłę, a tym samym powierzchnię oddziaływania sonda-próbka, co zdecydowanie poprawia rozdzielczość skanowania w płaszczyźnie XY oraz umożliwia skuteczne i bezpieczne skanowanie próbek miękkich, takich jak bakterie, bio-membrany, drożdże, polimery, biopolimery, ciekłe kryształy, itp. Technika PeakForce QNM jest rozszerzeniem trybu PeakForce Tapping umożliwiającym, obok obrazowania topografii, równoczesne mapowanie właściwości mechanicznych, takich jak adhezja, deformacja czy moduł Young'a.
- mikroskopia sił magnetycznych MFM (Magnetic Force Microscope). Badania topografii i właściwości magnetycznych powierzchni próbki. Powiększenie: 1000–200000x.
- skaningowa mikroskopia tunelowa STM (Scanning Tunneling Microscopy). Badania topografii powierzchni z atomową rozdzielczością wykorzystujące prąd tunelowy płynący między próbka a igłą. Stosowana wyłącznie do badań próbek przewodzących. Zakres powiększeń: 1000–40000000x.
- mikroskopia elektrochemiczna EC AFM/STM (Electrochemical Microscopy AFM/STM). Badania powierzchni i jej właściwości w elektrolitach. Powiększenie: 1000–200000x.



LABORATORIUM mikroskopii

Mikroskopia optyczna

Laboratorium mikroskopii wyposażone jest w zestaw cyfrowych mikroskopów optycznych, przeznaczonych do obrazowania lub wstępnego oglądu i selekcji różnorodnych próbek przygotowywanych do dalszych badań metodami mikroskopii elektronowych oraz do badań innymi metodami. Są to:

■ konfokalny mikroskop metalograficzny Eclipse MA 200 (Nikon) w konfiguracji odwróconej, do przestrzennego skanowania powierzchni materiałów twardych i miękkich, w tym próbek biologicznych w trybie konfokalnym lub obrazowania w trybie standardowym. System konfokalny mikroskopu jest wyposażony w:

- zmotoryzowany napęd osi Z
- trzy niezależne kanały fluorescencyjne (lasery: 405 nm, 488 nm oraz 543 nm)
- moduł skanowania wraz z oprogramowaniem do akwizycji obrazów konfokalnych 1D-5D (warstwy i stopy zmienne w czasie) w rozdzielczości do 2k x 2k pikseli
- moduł do modelowania 3D z zapisywaniem animacji w formie pliku avi.

■ mikroskop stereoskopowy SMZ 1500 (Nikon). Przeznaczony jest do przestrzennej obserwacji mikro- i makroobъекtów w świetle odbitym, przechodzącym oraz w trybie wysokiego kontrastu (Oblique Coherent Contrast), dedykowanego do próbek bezbarwnych i transparentnych. Mikroskop wyposażony jest w kolorową kamerę CCD oraz specjalistyczne oprogramowanie do kompleksowego redagowania obrazów.

■ mikroskop (lupa) do makroobserwacji Multizoom AZ 100M (Nikon), wyposażony w:

- zmotoryzowany statyw mikroskopu z zestawem obiektywów (Plan Apo: 0,5x, 1x, 4x) w inteligentnej misce obiektywowej (zakres powiększeń od 5x do 320x, zmieniający w sposób ciągły)
- ręcznie sterowany stolik XYZ (zakres ruchu w płaszczyźnie XY: 150 x 100 mm)
- układ oświetlenia w trybie przechodzącym oraz odbitym (oświetlacz światłowodowy)
- układ do kontrastu Nomarskiego w świetle przechodzącym oraz odbitym
- kamerę cyfrową CCD 5.0 Mpix
- moduł EDF (Extendent Deph of Focus) do cyfrowej rejestracji obrazów

o pogłębionej głębi ostrości i rekonstrukcji wirtualnych obrazów w geometrii trójwymiarowej.

■ mikroskop badawczy z kontrastem fazowym Eclipse 80i (Nikon), wyposażony jest w zestaw obiektywów (Plan Achromat: 10x, 20x, 40x, 100x), specjalne oświetlenie z soczewką typu "fly-eye" (oko muchy). Układ optyczny mikroskopu sprzężony jest z kamerą cyfrową pracującą pod kontrolą zaawansowanego oprogramowania NIS-Elements Advanced Research.

W laboratorium mikroskopii znajduje się również profilometr optyczny Countour GT-K1 (Veeco), który umożliwia precyzyjne, przestrzenne obrazowanie mikrogeometrii powierzchni materiałów. Podstawą działania profilometru jest zjawisko interferencji światła i analiza wzoru prążków interferencyjnych. Profil wzoru interferencyjnego oraz jego pozycja w osi Z daje możliwość wygenerowania trójwymiarowej mapy badanego obszaru. Dzięki metodzie optycznej pomiar jest bardzo szybki i odbywa się bezstykowo. Zaletą metody interferencyjnej jest niezależność rozdzielczości w osi Z od zakresu skanowania.

Profilometr wyposażony jest w zmotoryzowany stolik XY (zakres kontrolowanego przesuwu 150 x 150 mm, z oprogramowaniem do scalania mniejszych obrazów w większe, oraz ruchomą, w osi Z, głowicę z zestawem obiektywów interferometrycznych. Możliwe są dwa tryby pracy profilometru:

■ interferometria skanowania pionowego VSI (Vertical Scanning Interferometry). Metoda służy do pomiarów mikro- i nanometrycznych. Maksymalna wysokość skanowania wynosi do 10 mm. Do generacji wzoru interferencyjnego wykorzystuje się interferometer Mirau w szerokim zakresie widmowym niekoherentnego światła białego

■ interferometria przesunięcia fazowego PSI (Phase Shifting Interferometry). Metoda przeznaczona jest do przestrzennego odwzorowania super-gładkich powierzchni o chropowatości mniejszej niż 30 nm. Technika wykorzystuje wąski zakres widmowy koherentnego światła zielonego oraz interferometr Michelsona i jest dedykowana do pomiarów subnanometrycznych.



LABORATORIUM mikroskopii

Preparatyka próbek mikroskopowych

Kompletną linię wyspecjalizowanych urządzeń do preparatyki próbek mikroskopowych, znajdujących się w laboratorium stanowią:

- szlifierko-polerka Tegra Pol-11 (Struers) – urządzenie dedykowane jest do przygotowania zglądów metali i stopów zawieszonych w żywicy epoksydowej.
- trymer mikroskopowy EM TXP (Leica) – urządzenie umożliwia mechaniczne przygotowanie próbek (cięcie, szlifowanie, polerowanie, frezowanie, wiercenie) do celów mikroskopii optycznej i elektronicznej pod kontrolą stereomikroskopu.
- ścierniacz jonowy (Ion Beam Milling System) EM RES 101 (firmy Leica) – komputerowo sterowany system jonowego (plazmą argonową) trawienia próbek mikroskopowych, wyposażony w dwa niezależne działa jonowe do wysoko- i niskoenergetycznego trawienia, wraz z systemem wizualizacji (monitor z kamerą CCD) operacji trawienia. Aparat umożliwia precyzyjne czyszczenie, polerowanie, cięcie oraz kontrastowanie preparatów do celów wysokorozdzielczej mikroskopii transmisyjnej i skaningowej.
- ultramicrotom UM C7 z komorą mrożeniową UC 7 (Leica) – profesjonalne i uniwersalne urządzenie do precyzyjnego cięcia materiału różnego typu (biologicznego, miękkich metali i ich stopów,

polimerów, kompozytów, kryształów, itp.). System elektronicznego sterowania umożliwia automatyczny dobór i kontrolę parametrów sekcjonowania, dzięki zintegrowanej komorze mrożeniowej krio również w stanie głęboko zamrożonym (do temperatury ciekłego azotu).

- czyszczarka jonowa (plasma cleaner) Fishione model 1020 – urządzenie służy do szybkiego oczyszczenia próbek mikroskopowych z powierzchniowych zanieczyszczeń organicznych. Niskoenergetyczna plazma tlenowo-argonowa, wraz z promieniowaniem UV, jest bardzo efektywnym i bezpiecznym źródłem czyszczącym, niepowodującym zmian składu pierwiastkowego i charakterystyki strukturalnej warstwy powierzchniowej próbki.
- napyłarka próżniowa SCD 005 (Leica) oraz napyłarka próżniowa Polaron SC7640/CA7625 (Quorum Technologies) stanowią zestaw urządzeń do nanoszenia cienkich warstw metalicznych lub węglowych na powierzchni próbek nieprzewodzących, celem minimalizacji efektu elektro-ostatycznego ładowania – niepożądanego w skaningowej mikroskopii elektronicznej. Urządzenia są przystosowane do zimnego napyłania metali szlachetnych z tarczy: Pt, W, Au, Pd/Au oraz termicznego naporowania metali (Mo, Pt, W), węgla lub warstw kompozytowych metodą węgiel-metal-węgiel CMCC (Carbon-Metal-Carbon Coating).
- aparat do suszenia w punkcie krytycznym CPD 030 (Bal-Tec) – aparat do końcowego odwadniania próbek biologicznych, przeznaczonych do obrazowania w mikroskopie skaningowym. Technika suszenia polega na liofilizacji w punkcie krytycznym dwutlenku węgla (temperatura +31°C, ciśnienie 1072 Pa), w którym, dzięki współistnieniu fazy ciekłej i gazowej, zachowana zostaje naturalna struktura badanego materiału.
- urządzenie (firmy PID) do wstępnej obróbki temperaturowej (do 1000°C) i ciśnieniowej (do 100 bar) próbek mikroskopowych w atmosferach różnych gazów i par
- glovebox (Plas-Labs) – próżniowa komora rękawicowa ze śluzą, systemem zaworów, miernikiem próżni, przeznaczona do przechowywania oraz nanoszenia próbek na zamykany holder mikroskopu transmisyjnego w atmosferze beztlenowej.
- myjka ultradźwiękowa Ultron U-501 – do wstępnego usuwania zanieczyszczeń oraz do dyspergowania próbek proszkowych w rozpuszczalnikach.



LABORATORIUM adsorpcji i chemisorpcji

Badania właściwości adsorpcyjnych i chemisorpcyjnych materiałów i nanomateriałów wykonywane są statyczną metodą objętościową, za pomocą w pełni zautomatyzowanych analizatorów:

■ sześćo-stanowiskowych (sześćo-kanalowych): ASAP 2405 oraz ASAP 2420MP (Micromeritics), z dodatkowymi stanowiskami do wstępnego, próżniowego odgazowania próbek w temperaturze do 450°C, niezbędnym wyposażeniem oraz oprogramowaniem sterującym oraz

■ jedno-stanowiskowych: ASAP 2020HD i ASAP 2020C (Micromeritics) oraz AUTOSORB-1CMS (Quantachrome), z dodatkowymi stanowiskami do wstępnego, próżniowego odgazowania próbek w temperaturze do 450°C, generatorem czystego wodoru i innym niezbędnym wyposażeniem oraz oprogramowaniem sterującym. Analizatory umożliwiają wstępne przygotowanie (redukcję) próbek in-situ w strumieniu wodoru w temperaturach do 1000°C. Analizator AUTOSORB-1CMS wyposażony jest również w spektrometr masowy (do 200 amu) dla badań metodą temperaturowo-programowanej desorpcji.

Badania niskotemperaturowej (-196°C) adsorpcji gazów – azotu, argonu, kryptonu i innych gazów niekorozyjnych, z programowalną liczbą punktów pomiarowych – dostarczają informacji o izotermach adsorpcji/desorpcji w pełnym zakresie względnych ciśnień p/po, wielkości powierzchni właściwej (od 0,005 m²/g (pomiar kryptonem) lub od 0,01 m²/g (pomiar azotem)), objętości (od 0,0001 cm³/g), średniej wielkości (od 3,5 Å) i dystrybucji mikro- i mezoporów oraz ciepłe adsorpcji. Interaktywne oprogramowanie analityczne zapewnia analizę danych pomiarowych ponad dwudziestoma modelami i teoriami opisującymi zjawisko adsorpcji fizycznej oraz redagowanie i prezentowanie wyników pomiarów i analiz w formie liczbowej i graficznej. Badania chemisorpcji gazów – wodoru, tlenku węgla i innych gazów niekorozyjnych – w temperaturach od -30 do +180°C, dostarczają informacji o izotermach chemisorpcji: całkowitej, odwracalnej i nieodwracalnej (słabej i silnej) z programowalną liczbą punktów pomiarowych, o pokryciu monowarstwowym, wielkości powierzchni metalu, dyspersji i średniej wielkości krystalitów metalu, ciepłe chemisorpcji. Wyniki z temperaturowo-programowanej desorpcji dostarczają informacji o rozkładzie mocy (aktywności) miejsc

chemisorpcyjnych. Interaktywne oprogramowanie analityczne zapewnia analizę i obróbkę danych pomiarowych oraz prezentowanie wyników w formie liczbowej i graficznej.



LABORATORIUM spektroskopii elektronowych

Wielokomorowy system analityczny UHV (ultra-wysokiej próżni) firmy Prevac (Polska) przeznaczony jest do kompleksowych badań właściwości powierzchni wielokładnikowych litych (kryształy, folie, filmy, naporowane warstwy) i proszkowych materiałów i nanomateriałów, w szerokim zakresie temperatury i ciśnienia. Możliwa jest niezależna i równoczesna praca wieloma technikami w różnych komorach. Przenoszenie próbek pomiędzy komorami badawczymi zapewnia karuzelowa komora dystrybucyjna. Ogromną zaletą systemu jest możliwość analizowania różnymi technikami tej samej próbki, bez kontaktu z powietrzem, zwykle zmieniającym skład, budowę i właściwości powierzchni ciał stałych.

System UHV wyposażony jest w kilka technik spektroskopii elektronowych, wykorzystujących hemisferyczny analizator R4000 (Scienta) energii elektronów:

■ spektroskopię fotoelektronów XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) wzbudzanych monochromatycznym (anoda Al, MX-650, Scienta) lub

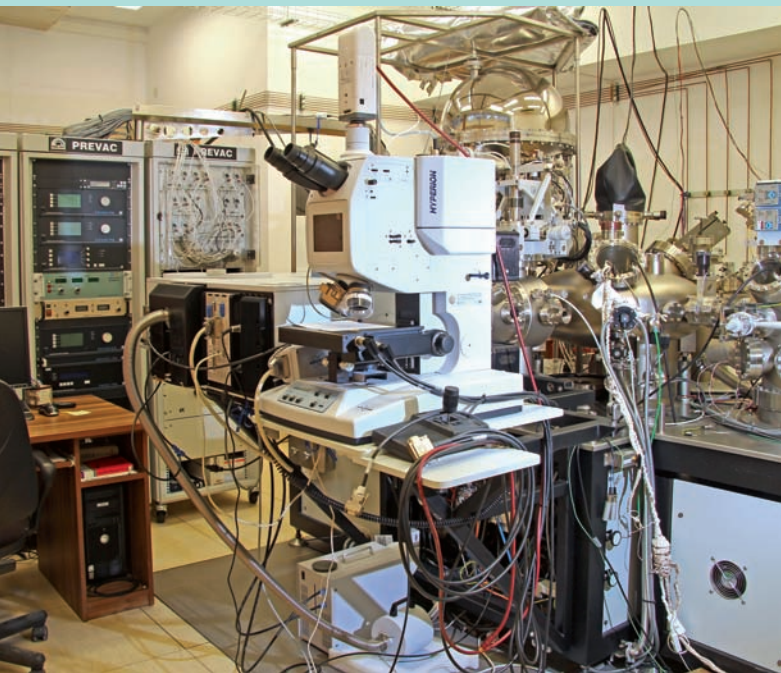
achromatycznym (anoda Mg/Al) promieniowaniem rentgenowskim

- spektroskopię elektronów Augera AES (Auger Electron Spectroscopy)
- spektroskopię jonów dodatnio naładowanych ISS (Ion Scattering Spectroscopy)
- spektroskopię fotoelektronów UPS (Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy) wzbudzanych monochromatycznym promieniowaniem UV (plazmowe źródło helowe VUV5000 z monochromatorem VUV 5040, Scienta).

Dzięki projektowi CNF system UHV uzupełniono w:

- wysokorozdzielczą spektroskopię strat energii elektronów HREELS (High Resolution Electron Energy Loss Spectroscopy), z działem monochromatycznym ELS 5000 (LK Technologies)
- spektroskopię w podczerwieni – transmisyjną, zewnętrznego odbicia z modulacją polaryzacji PM-IRRAS (Polarization Modulation Infrared Reflection Absorption Spectroscopy) oraz rozproszonego odbicia od niejednorodnych powierzchni DRIFTS (Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transformed Spectroscopy), ze specjalną komorą próżniową (Prevac) oraz adaptowanym próżniowym spektrometrem FTIR Vertex 80v (Bruker), o zakresie od bliskiej do dalekiej podczerwieni. W komorze zainstalowany jest układ pomiarowy do temperaturowo-programowanej desorpcji TPD ze spektrometrem masowym 200 amu, zapewniający jednoczesną analizę nie tylko stanu powierzchni materiału, ale także desorbowanych związków. Poza systemem UHV spektrometr umożliwia badania wszystkimi technikami spektroskopii IR oraz mikroobrazowania spektralnego (Hyperion 2000, Bruker).

Spektroskopie XPS, AES, UPS i ISS są narzędziami o uniwersalnym zastosowaniu do analiz powierzchni ciał stałych. Spektroskopia XPS umożliwia identyfikację i analizę składu ilościowego nie tylko pierwiastków, ale także rodzaju ich jonów znajdujących się w warstwie powierzchniowej ciał stałych, do głębokości 2-5 nm, czyli od kilku do kilkunastu podpowierzchniowych warstw atomów. AES dostarcza informacji o składzie pierwiastkowym najbardziej zewnętrznych warstw powierzchni. Wysoka czułość AES pozwala na wykrywanie pierwiastków nawet w bardzo małych ilościach, rzędu 1% monowarstwy. Technika ISS również pozwala na określenie składu pierwiastkowego powierzchni ciał stałych, przy czym uzyskane informacje dotyczą tylko jej pierwszej, górnej



LABORATORIUM spektroskopii elektronowych

warstwy. Technika UPS umożliwiła poznanie elektronowego pasma walencyjnego powierzchniowej warstwy ciał stałych, stosowana jest również w badaniach chemisorpcji gazów pod niskimi ciśnieniami.

HREELS i IR umożliwiają określenie struktury cząsteczek chemicznych zaadsorbowanych na powierzchniach bardzo dobrze scharakteryzowanych innymi technikami. Możliwe jest uzyskanie informacji o grupach strukturalnych charakterystycznych dla danego związku, sposobie oddziaływania cząsteczek chemicznych i ich wiązaniach z powierzchnią ciała stałego. Cząsteczki-sondy dostarczają informacji o rodzaju, liczbie, mocy i rozkładzie centrów aktywnych na powierzchni. Spektroskopia w podczerwieni daje także informację o strukturze budowy powierzchni, lokalnym środowisku kationów metali w sieci krystalicznej materiałów tlenkowych oraz o lokalnych zaburzeniach sieci krystalicznej.

Uzupełnieniem metod spektroskopowych systemu UHV są techniki:

- dyfrakcji niskoenergetycznych elektronów LEED (Low Energy Electron Diffraction, BDL800, OCI), przeznaczonej do określania struktury krystalograficznej powierzchni kryształów
- temperaturowo-programowanej desorpcji TPD, z kwadrupolowymi spektrometrami masowymi o zakresach 100 i 200 amu, przeznaczonej do badań heterogeniczności powierzchni; dostarczającej informacji o rozkładzie (udziale) i sile miejsc adsorpcyjnych, chemisorpcyjnych i aktywnych, o różnej reaktywności i aktywności katalitycznej.

Jedną z komór systemu UHV jest zmiennie-temperaturowy mikroskop SPM 700 (RHK Technology), z opcjami skaningowej mikroskopii tunelowej i mikroskopii sił atomowych (STM/AFM). Umożliwia badania budowy powierzchni i dostarcza obrazów topografii powierzchni ciał stałych z atomową rozdzielczością.

System UHV wyposażony jest w komorę preparacyjną do przygotowania (obróbka próbek w atmosferze redukującej lub utleniającej w szerokim zakresie temperatur, preparowanie próbek metodami napyłania w warunkach próżniowych) oraz czyszczenia (za pomocą argonowego działła jonowego lub mechanicznego) powierzchni próbek.

Do badań katalizatorów i nanomateriałów katalitycznych przeznaczona jest wysokociśnieniowa komora-przepływowy reaktor katalityczny (130-920K, do 20 bar) ze spektrometrem masowym (do 200 amu), umożliwiającą określenie składu chemicznego, budowy i właściwości

chemisorpcyjnej warstwy powierzchniowej, przygotowanej w warunkach takich, w jakich katalizatory są rzeczywiście stosowane.

W skład systemu UHV wchodzi także urządzenia pomocnicze do ładowania i magazynowania próbek, mechanicznego łupania twardych próbek, dozowania gazów do komór, wytwarzania i kontroli próżni, pomiaru i regulacji temperatury próbek, sterowania oraz układy zabezpieczeń awaryjnych.



LABORATORIUM spektroskopii w podczerwieni

Głównymi przyrządami analitycznymi w laboratorium są:

■ badawczy spektrometr FTIR Nicolet 8700A (Thermo) sprzężony z modulem spektrometru FT-Ramana Nicolet NXR (Thermo) z laserem wzbudzającym NIR o długości fali 1024 nm. Komorą analityczną spektrometru Ramana jest przystawka mikroskopowa zintegrowana z kamerą video.

■ mikroskop FTIR iN10 MX (Thermo).

Spektrometr Nicolet 8700A wyposażony jest w zestaw przystawek analitycznych przeznaczonych do badań próbek w formie tabletek, roztworów, emulsji, past, cienkich filmów, olejów i smarów, folii, tekstyliów, włókien, kryształów i miękkich proszków następującymi technikami spektroskopii w podczerwieni:

- transmisji

- wielokrotnego wewnętrznego odbicia MIR (Multiple Internal Reflectance) i HATR (Horizontal Attenuated Total Reflectance)
- pojedynczego osłabionego o odbicia ATR (Attenuated Total Reflectance)
- niskokątowego osłabionego odbicia GATR (Grazing-Angle Attenuated Total Reflectance)
- rozproszonego odbicia DRIFTS (Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform Spectroscopy) od niejednorodnych powierzchni ciał stałych szarych i czarnych
- fotoakustycznej PAS (Photoacoustic Spectroscopy) – do badania ciał stałych (nie zawierających wody) szarych i czarnych, techniką nieniszczącą
- zmiennie-temperaturowy stolik THMS 600 (Linkam), przeznaczony do badań zmian spektralnych (przemian fazowych) w zakresie temperatur od -196°C do 600°C .

Dodatkowym wyposażeniem laboratorium są urządzenia do przygotowania próbek do analiz: młynek wibracyjny i prasa hydrauliczna.

Laboratorium wykonuje badania w skali makro i mikro, z wykorzystaniem praktycznie wszystkich dostępnych technik analitycznych spektroskopii w podczerwieni. Informacje o charakterystycznych oscylacjach umożliwiają poznanie struktury molekularnej i identyfikację związków chemicznych. Spektroskopia w podczerwieni daje także informację o strukturze ciał krystalicznych, lokalnym środowisku kationów metali w sieci krystalicznej materiałów tlenkowych oraz o lokalnych zaburzeniach sieci krystalicznej.

Mikroskop FTIR oraz techniki chemicznego mapowania pozwalają na spektakularne połączenie informacji spektralnej i przestrzennej, w postaci mapy dystrybucji składników w wybranym obszarze obrazu wideo. Mapy chemiczne umożliwiają korelację przestrzenną ze składem chemicznym analizowanych obszarów. W obrazowaniu dużych obszarów, szczególnie efektywne jest mapowanie chemiczne z użyciem detektorów matrycowych. Uzupełnieniem metody FTIR jest komplementarna technika spektroskopii FT Ramana. Przystawka mikroskopowa spektrometru Nicolet NXR umożliwia rejestrację widm Ramana w układzie makro- i mikro-spektroskopii oraz wykonywanie map chemicznych powierzchni badanych próbek.



LABORATORIUM spektroskopii Ramana

Mikroskop inVia Reflex (Renishaw) jest zautomatyzowanym, dyspersyjnym systemem ramanowskim o modułowej konstrukcji, umożliwiającym pomiary rozpraszania ramanowskiego w zakresie falowym UV-VIS-NIR. Jest to system jednowiązkowego spektrometru Ramana sprzężonego z mikroskopem optycznym.

Jego podstawowe wyposażenie to:

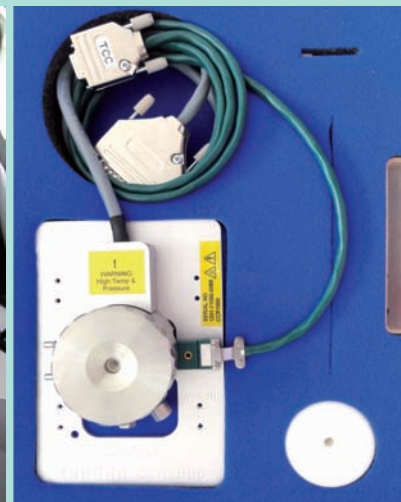
- trzy lasery wzbudzające o długości fali 325 nm, 514 nm i 785 nm
- chłodzony termoelektrycznie (-70°C) czuły detektor CCD
- automatycznie sterowany, zmotoryzowany stolik mikroskopowy XYZ wraz z układem sterującym
- zestaw filtrów do bezdyspersyjnego obrazowania ramanowskiego (foto-Raman)
- akcesoria do pomiarów makro pod mikroskopem.

Dzięki projektowi CNF system ramanowski uzupełniono w:

- niskosumową kolorową kamerę video 8 M pikseli
- zestaw obiektywów długoogniskowych zapewniających powiększenia od 20 do 100x
- zestaw optyki do analizy ramanowskiej w świetle spolaryzowanym dla wiązek laserowych 514 nm oraz 785 nm
- sondy światłowodowe z optyką dla długości fali 514 nm oraz 785 nm
- układ szybkiego obrazowania ramanowskiego StreamLine Plus, z pakietem do analizy chemometrycznej
- komorę reaktora katalitycznego CCR1000 (Linkam) przeznaczoną do badań in-situ nanomateriałów katalitycznych i reakcji katalitycznych metodą spektroskopii Ramana w zakresie temperatur do 1000°C i ciśnienia do 5 bar, z systemem sterującym i wyposażeniem do dozowania strumieni gazów i par, generatorem czystego wodoru, czterokanałowym mikrochromatografem gazowym (Agilent)
- mikroskopowy stolik grzewczo-chłodzący THMS 600 (Linkam) przeznaczony do badań przemian fazowych materiałów w zakresie temperatur od -196°C do 600°C , z komorą klimatyczną przystosowaną do pracy z mikroskopem Ramana.

System ramanowski umożliwia szybkie uzyskiwanie wysoko-rozdzielczych widm spektralnych w zakresie od 50 do 3200 cm^{-1} , map ramanowskich oraz profilowanie warstwowe. Reaktor katalityczny pozwala ocenić stan powierzchni katalizatora „pracującego” w warunkach reakcji:

temperatury, ciśnienia oraz składu reagentów i produktów charakterystycznych dla stacjonarnego stanu reakcji.



LABORATORIUM magnetycznego rezonansu jądrowego

Głównym przyrządem analitycznym w laboratorium jest dwukanałowy spektrometr magnetycznego rezonansu jądrowego FT-NMR Avance 300 MHz (Bruker), z magnesem nadprzewodzącym typu "SB-UltraShield" o natężeniu pola magnetycznego 7 T.



Spektrometr Avance 300 wyposażony jest w:

- sondę gradientową szerokopasmową typu "inverse" BBI-z (Broad Band Inverse), z gradientem w osi Z. Zakres pomiarowy od ^{31}P do ^{109}Ag . Maksymalny zakres temperatur od -50 do $+80^\circ\text{C}$.
 - sondę dwujądrową DUL (Dual) typu "direct", do pomiarów rezonansu jąder ^1H oraz ^{13}C . Maksymalny zakres temperatur od -120 do $+180^\circ\text{C}$.
 - sondę CP/MAS typu BL-4, łączącą techniki polaryzacji skrośnej (CP) i rotacji pod kątem magicznym (MAS), do pomiarów rezonansu magnetycznego w ciele stałym. Zakres pomiarowy od ^{15}N do ^{31}P . Maksymalna szybkość rotacji do 15 kHz. Maksymalny zakres temperatur od -50 do $+120^\circ\text{C}$.
 - przystawkę niskotemperaturową, do pomiarów rezonansu magnetycznego w roztworach. Maksymalna temperatura -150°C .
- Konfiguracja spektrometru FT-NMR Avance 300 umożliwia badania rezonansu magnetycznego w roztworach oraz w ciałach stałych. Wyposażenie oraz parametry techniczne spektrometru pozwalają na wykonanie zarówno typowych jak również zaawansowanych eksperymentów 1D NMR oraz 2D NMR, w bardzo szerokim zakresie częstotliwości jąder magnetycznych. Zestaw sond pomiarowych umożliwia bezpośrednią lub pośrednią (w kanale protonowym) detekcję sygnałów rezonansowych.

Badania NMR znajdują zastosowanie w:

- identyfikacji związków organicznych
- analizie konformacyjnej i stereochemii związków organicznych i biologicznych
- badaniu kinetyki reakcji chemicznych
- badaniach wiązania wodorowego
- badaniach czystości substancji
- chemii polimerów
- badaniach procesów wymiany chemicznej
- badaniach rozpoznania chiralnego (chiralności związków optycznie czynnych)
- wyznaczaniu stałych kompleksowania
- badaniach procesów dyfuzji.

LABORATORIUM fluorescencji rentgenowskiej

Zautomatyzowany, sekwenacyjny spektrometr fluorescencji rentgenowskiej Axios^{max} (PANalytical), działający w oparciu o pomiar dyspersji długości fali WDXRF (Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence), dedykowany jest do elementarnej analizy jakościowej i ilościowej ciał stałych, stopionych, luźnych i prasowanych proszków oraz cieczy. Umożliwia analizy pierwiastków w zakresie spektralnym B-U (bor-uran) w szerokim zakresie stężeń, od poziomu ppm do 100%. Fluorescencyjne widmo rentgenowskie wzbudzone jest przy pomocy ceramicznej lampy rentgenowskiej z anodą rodową o mocy 4 kW.

Spektrometr Axios^{max} wyposażony jest w:

- programowalny goniometr dla zakresu B-U
- zestaw kolimatorów
- zestaw kryształów analizujących, w tym kryształy gięte, o zwiększonej czułości do analizy elementarnej pierwiastków lekkich, takich jak S, P, Cl
- kryształy specjalne, dedykowane do analizy B, N oraz C
- detektor scyntylicyjny do analizy pierwiastków cięższych
- detektor przepływowy do analizy pierwiastków lżejszych
- automatyczny zmieniacz próbek z płytą kodującą
- generator wysokiego napięcia z układem chłodzenia typu woda-woda
- inne niezbędne podzespoły
- oprogramowanie sterujące, diagnostyczne i użytkowe oraz oprogramowanie do analizy jakościowej i ilościowej, specjalistyczne oprogramowanie OMIAN do analizy bezwzorcowej
- zestaw wzorców: tlenki (WROXI), polimery (ADPOL), metale (Ni, Fe, Co, Cu-base), C, B.

Spektrometr fluorescencji rentgenowskiej Canberra 1510 (Canberra-Packard), działający w oparciu o dyspersję energii EDXRF (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence) przeznaczony jest do analiz pierwiastków w zakresie spektralnym od krzemu do uranu (Si-U), z ograniczoną czułością dla niektórych pierwiastków. Fluorescencja rentgenowska atomów próbki wzbudzana jest przy pomocy radioizotopowych źródeł: Cd-109, Fe-55, Am-241. Detektorem jest kryształ półprzewodnikowy Si(Li) chłodzony ciekłym azotem. Metoda analizy pozwala na akumulację rejestrowanych widm celem zwiększenia stosunku S/N. Oprogramowanie AXIL umożliwia analizę elementarną z użyciem wzorców kalibracyjnych lub metodą bezwzorcową.

Dodatkowym wyposażeniem laboratorium są urządzenia do przygotowania próbek do analiz, tj. do rozdrabniania, prasowania i stapiania próbek:

- młynek planetarny MiniMill 3 (Fritsch), z elektronicznym sterowaniem procesu mielenia
- prasa hydrauliczna TP20P (Herzog), z wyposażeniem
- programowalna, sterowana mikroprocesorowo, dwustanowiskowa stapiarka elektryczna Eagon 2 (PANalytical), z wyposażeniem.



LABORATORIUM dyfrakcji rentgenowskiej



System wysokorozdzielczego dyfraktometru rentgenowskiego Empyrean (Panalytical) przeznaczony jest do badań materiałów polikrystalicznych, nanomateriałów oraz materiałów amorficznych w zakresie:

- identyfikacji fazowej jakościowej i ilościowej
- określania stopnia krystaliczności
- badania cienkich warstw
- identyfikacji struktury krystalicznej
- określania średniego rozmiaru wielkości kryształitów
- określania rozkładu wielkości kryształitów (bez wstępnych założeń)
- monitorowania (in-situ) zmian krystalicznych pod wpływem temperatury, rodzaju atmosfery gazowej oraz ciśnienia.

Badania przeprowadzane są w standardowych oraz specjalnych geometriach i technikach pomiarowych i analitycznych:

- odbicia (Bragg-Brentano)
- transmisji (Debye-Scherrer)
- dyfrakcji transmisyjnej w kapilarze
- mikrodyfrakcji
- rozproszenia niskokątowego SAXS (Small Angle X-ray Scattering)
- reflektometrii „out-of-plane” oraz „in-plane”, pozwalających na badania cienkich warstw oraz warstw epitaksjalnych
- analizy PDF (Pair Distribution Function), stosowanej do strukturalnej charakteryzacji materiałów nanokrystalicznych i amorficznych z użyciem wysokoenergetycznego źródła wzbudzenia.

System dyfraktometru Empyrean wyposażony jest w:

- zestaw trzech ceramicznych lamp rentgenowskich dużej mocy z anodami: Cu, Co lub Ag, wraz z filtrami odcinającymi promieniowanie $K\beta$
- goniometr pionowy o wysokiej rozdzielczości kątowej $0,0001^\circ$, z zakresem kątowym 2θ od -110° do $+168^\circ$
- system dwóch detektorów: półprzewodnikowego detektora rastrowego PIXcel^{3D}, zapewniającego pomiary we wszystkich wymiarach: 0D, 1D, 2D i 3D oraz detektora scyntylicyjnego
- 45-pozycyjny, automatyczny zmieniacz próbek
- niezbędne oprzyrządowanie, układy mechaniczne, optyczne i sterujące
- przepływową komorę reakcyjną XRK 900 (Anton Paar) z wyposażeniem (system dozowania gazów i par, generator wodoru wysokiej czystości), umożliwiającą badania dyfrakcyjne (w zakresie 2θ od 0° do $+165^\circ$) w warunkach in situ w podwyższonych temperaturach (do 900°C) oraz ciśnieniach (od 1 mbar do 10 bar).

Oprogramowanie umożliwia sterowanie systemem dyfraktometru i zbieranie danych pomiarowych oraz zawiera szereg specjalistycznych pakietów do obróbki i analizy danych pomiarowych, badań 2D (okręgi Debye'a) oraz konwersji danych dyfrakcyjnych z 2D do 1D, krystalografii i identyfikacji fazowej (ilościowej i jakościowej) z analizą Rietvelda, rozproszenia niskokątowego SAXS, transmisji kapilarnej, mikrodyfrakcji, analizy PDF, reflektometrii i analizy warstw epitaksjalnych, bazę danych dyfrakcyjnych ICDD PDF-4+ oraz oprogramowanie do wizualizacji i opracowania graficznego wyników.



LABORATORIUM spektrometrii masowej

System GC-MS kwadropolowego spektrometru masowego Trace DSQ sprzężonego z chromatografem gazowym Trace GC Ultra (Thermo-Finnigan) przeznaczony jest do identyfikacji lotnych związków organicznych po rozdziale chromatograficznym lub substancji słabo lotnych (ciekłych i stałych) wprowadzonych bezpośrednio do systemu spektrometru masowego techniką DIP (Direct Insertion Probe), z pominięciem chromatografu. Selektywność detektora kwadropolowego systemu może być zwiększona poprzez chemiczną jonizację z udziałem gazowego reagenta.

Parametry spektrometru masowego systemu GC-MS:

■ techniki jonizacji:

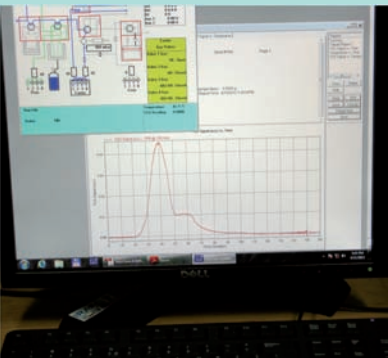
- jonizacja elektronowa EI (Electron Ionization) – jonizacja strumieniem elektronów. Najpopularniejsza metoda jonizacji w chromatografii gazowej. Podczas jonizacji strumieniem elektronów zachodzą procesy „miękkiej” (jon molekularny) oraz „twardej” (fragmentacja jonów) jonizacji. Widmo masowe dostarcza informacji zarówno o masie cząsteczkowej oraz strukturze związku chemicznego. Bogate biblioteki widm masowych umożliwiają szybką identyfikację substancji.
- jonizacja chemiczna jonów dodatnich PCI (Positive Chemical Ionization)
- jonizacja chemiczna jonów ujemnych NCI (Negative Chemical Ionization)

- detektor – pojedynczy kwadropol
- zakres analizowanych mas 10–1050 amu
- szybkość skanowania 10000 amu/s
- DIP (Direct Insertion Probe) – opcja bezpośredniego wprowadzania próbek do spektrometru MS. Idealna technika do analizy związków silnie polarnych, termolabilnych oraz próbek stałych.



LABORATORIUM

badań katalizatorów metodami temperaturowo-programowanymi



Analizatory Micromeritics AutoChem II 2920 wyposażone w kriogeniczne schładzaczki i spektrometr masowy Hiden HPR-20 Research Grade with Triple Filter o zakresie pomiarowym do 200 amu dedykowane są do wszystkich znanych i stosowanych w laboratoriach katalitycznych dynamicznych technik temperaturowo-programowanych z udziałem gazów i par w zakresie temperatur od -100 do 1100°C: redukcji, utleniania, reakcji katalitycznych, chemisorpcji, desorpcji.

Systemy kontrolno-sterownicze z oprogramowaniem automatycznie sterują urządzeniami według procedur badawczych wcześniej zaplanowanych, kontrolują działanie analizatorów oraz umożliwiają analizę, obróbkę, konwersję, eksportowanie i prezentację danych pomiarowych z technik temperaturowo-programowanych oraz spektrometru masowego lub mikrochromatografu. Zautomatyzowanie procedur pomiarowych i kontroli wszystkich parametrów decydujących o prawidłowej pracy aparatury czyni cały system bardzo precyzyjnym, a uzyskiwane w nim wyniki są bardzo odtwarzalne i powtarzalne.

Aparatura dostarcza informacji o:

- właściwościach katalizatorów w atmosferach redukujących i utleniających
- rozkładzie (udziale) i sile miejsc aktywnych o różnej reaktywności i aktywności katalitycznej (pomiar heterogeniczności powierzchni)
- kierunku i intensywności przemian chemicznych chemisorbowanych reagentów i produktów przejściowych
- reaktywności depozytów węglowych tworzących się na powierzchni katalizatorów w reakcjach z udziałem związków organicznych
- kwasowości i zasadowości powierzchni katalizatorów
- oraz szeregu innych, specyficznych właściwościach fizykochemicznych.





LABORATORIUM badań katalizatorów i reakcji katalitycznych metodami izotopowymi

System aparaturowy wykorzystujący reagenty znaczone atomami niepromieniotwórczych izotopów przeznaczony jest do poznania dróg reakcji zachodzących na powierzchni heterogenicznych nanomateriałów katalitycznych, a tym samym pozwala poznać mechanizmy procesów katalitycznych. Techniki izotopowe wykorzystywane w systemie to: wymiana izotopowa pomiędzy tlenem z fazy gazowej i jonami tlenowymi z sieci krystalicznej nanomateriałów katalitycznych, wymiana izotopowo znaczonych atomów z surowców reakcji katalitycznych zachodząca na powierzchni nanomateriałów katalitycznych, analiza kinetyczna zaburzeń izotopowych w stacjonarnym stanie reakcji (steady-state isotopic transient kinetic analysis SSITKA). SSITKA jest metodą badawczą pozwalającą ocenić przebieg procesu chemicznego na powierzchni nanomateriałów katalitycznych i stan katalizatora „pracującego” w warunkach reakcji: temperatury, ciśnienia oraz składu reagentów i produktów charakterystycznych dla stacjonarnego stanu reakcji.

System aparaturowy wyposażony jest w:

- adaptowaną jednostkę PID Microactivity Reference Catalytic Reactor wraz z generatorem wysoko-czystego wodoru
- szereg linii dozowania reagentów znaczonych izotopowo
- zestaw szybko-przełączalnych zaworów 3-, 4- i 6-drogowych
- automatyczny, ultra-szybki zawór przełączający do metody SSITKA
- kwadrupolowy spektrometr mas Hiden HPR-20 Research Grade o zakresie pomiarowym do 100 amu, z układem do kalibracji wyników analiz
- czterokanałowy mikrochromatograf Agilent 490-GC
- systemy kontrolno-sterownicze z oprogramowaniem do programowania procedur badawczych, programowania, sterowania i kontroli parametrów reakcji, do programowania procedur analitycznych, automatycznego dozowania on-line analizowanych próbek, sterowania i kontroli parametrów analiz, do akwizycji oraz analizy, obróbki, konwersji, eksportu i prezentacji danych pomiarowych
- szereg urządzeń pomocniczych.

System aparaturowy pozwala na:

- określenie liczby miejsc aktywnych na powierzchni „pracujących” nanomateriałów katalitycznych i ich rzeczywistej aktywności (liczby cykli reakcyjnych na pojedynczym miejscu aktywnym)

- określenie powierzchniowego stężenia przejściowych cząsteczek (species) prowadzących do produktów reakcji w jej stanie stacjonarnym na nanomateriałach katalitycznych
- określenie czasu „życia” reagentów, produktów i przejściowych cząsteczek (species) reakcji na powierzchni nanomateriałów katalitycznych
- określenie intensywności wymiany znaczonych atomów pomiędzy reagentami w fazie gazowej i katalizatorem oraz znajdujących się na jego powierzchni związkami chemicznymi, a także określenie udziału tlenu z sieci krystalicznej tlenkowych nanomateriałów katalitycznych w przemianach reagentów
- określenie sekwencji przejściowych etapów reakcji zachodzącej na powierzchni nanomateriałów katalitycznych.



LABORATORIUM badań reakcji katalitycznych

Referencyjne, zautomatyzowane systemy reaktorowe PID Microactivity Reference Catalytic Reactor z wielokanałowymi analizatorami chromatograficznymi Bruker 450-GC oraz 430-GC i mikrochromatografami Agilent 490-GC przeznaczone są do badań aktywności i selektywności nanomateriałów katalitycznych w różnych reakcjach

chemicznych w temperaturach do 950°C. Każdy system reaktorowy wyposażony jest w:

- sześć linii dozowania gazów reakcyjnych i procesowych wraz z generatorem wysoko-czystego wodoru
- dwie linie dozowania ciekłych reagentów
- mieszalnik i odparowalnik ciekłych reagentów oraz układ mieszania strumieni gazów i par
- układy wstępnego podgrzewania gazów i par przed reaktorem
- wymienne reaktory katalityczne z piecem rurowym, z by-pass'em strumieni gazów i par
- regulator ciśnienia reakcji
- termostat (hot-box), mieszający wszystkie elementy systemu reaktorowego, zapobiegający kondensacji trudno-lotnych składników reagentów i produktów reakcji
- kondenser-separator wysokowrzących ciekłych produktów, o bardzo małej objętości martwej, działający w oparciu o efekt termoelektryczny, z czujnikiem poziomu cieczy
- automatyczny, 10-portowy zawór rozdzielający ciekłe produkty do oddzielnych odbieralników
- systemy kontrolno-sterownicze z oprogramowaniem do programowania procedur badawczych, programowania, sterowania i kontroli parametrów reakcji, do programowania procedur analitycznych, automatycznego dozowania on-line analizowanych próbek, sterowania i kontroli parametrów analiz, do akwizycji oraz analizy, obróbki, konwersji, eksportu i prezentacji danych pomiarowych
- szereg urządzeń pomocniczych.

Kilka systemów reaktorowych zapewnia istotne przyspieszenie długotrwałych badań aktywności i selektywności heterogenicznych nanomateriałów katalitycznych i stabilności tych właściwości w czasie trwania procesu chemicznego. Możliwe jest także badanie różnych katalitycznych procesów chemicznych w tym samym czasie.

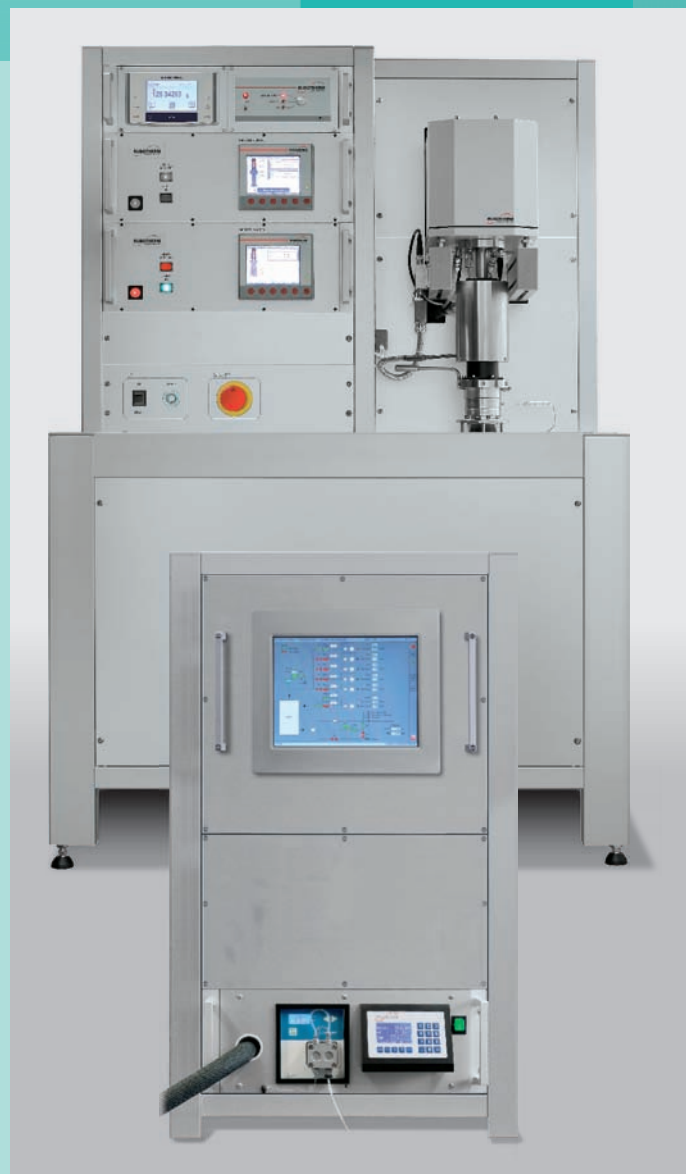


LABORATORIUM metod grawimetrycznych

Wysokociśnieniowy system analizatora termogravimetrycznego DynTHERM MP-ST firmy Rubotherm, wyposażony w czułą wagę z unikatowym zamknięciem magnetycznym, oddzielającym precyzyjny mechanizm ważący od przepływowej części reaktorowej, przeznaczony jest do badań in-situ zjawisk związanych ze zmianami masy ciał stałych, np. procesów utleniania i korozji, redukcji, rozkładu i zgazowania materiałów, tworzenia powierzchniowych depozytów węglowych na nanomateriałach katalitycznych w reakcjach chemicznych oraz zjawisk sorpcyjnych w realnych, złożonych środowiskach i warunkach reakcyjnych. System analizatora umożliwia prowadzenie badań w warunkach izotermicznych lub podczas programowanych zmian temperatury do 1100°C w zakresie ciśnień od próżni do 40 bar. Integralnymi częściami systemu są urządzenia do ciągłego dozowania gazów i par (osobne dla wysokich oraz niskich ciśnień) oraz spektrometr masowy przeznaczony do analizy produktów reakcji chemicznych. Możliwość uzyskiwania komplementarnych danych nie tylko o zmianie masy próbki, ale także o jednoczesnej zmianie składu fazy gazowej i lotnych produktach reakcji chemicznych, znacznie wzbogaca uzyskiwane informacje oraz wpływa na większą wiedzę o zachodzących zjawiskach i materiałach.

W skład systemu aparaturowego, jako jego główne podsystemy wchodzi:

- suspensyjna waga o rozdzielczości 10^{-6} g, z układem sprzężenia magnetycznego
- przepływowy reaktor dwuścienny, z wewnętrzną rurą z Al_2O_3 ogrzewaną elektrycznie
- automatyczny, ciśnieniowy (od 1 do 40 bar) system dozowania 4 niezależnych strumieni gazów oraz strumienia par cieczy, z pompą HPLC i odparowalnikiem
- automatyczny system dozowania 4 niezależnych strumieni gazów pod ciśnieniem od próżni 20 mbar do 1 bar oraz niezależnego generowania i dozowania 2 strumieni par cieczy z układami nasycania i regulowania ciśnienia cząstkowego par
- kwadropolowy spektrometr masowy
- mikroprocesorowy system kontrolno-sterowniczy do programowania eksperymentów, sterowania i kontroli parametrów reakcji oraz zbierania i obróbki danych pomiarowych.

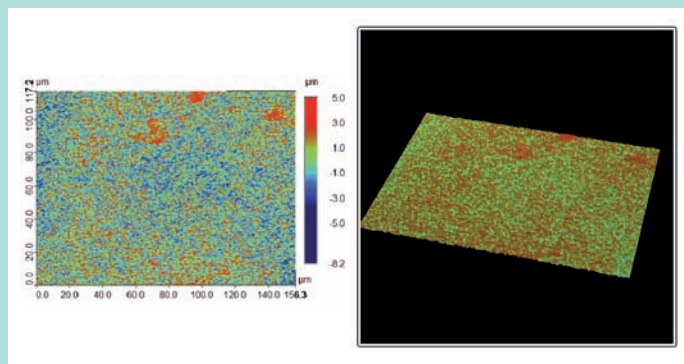
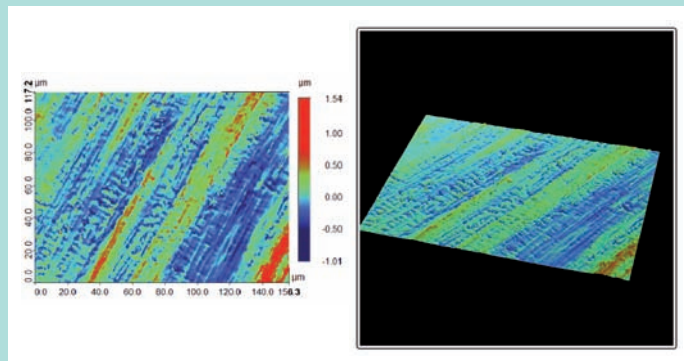
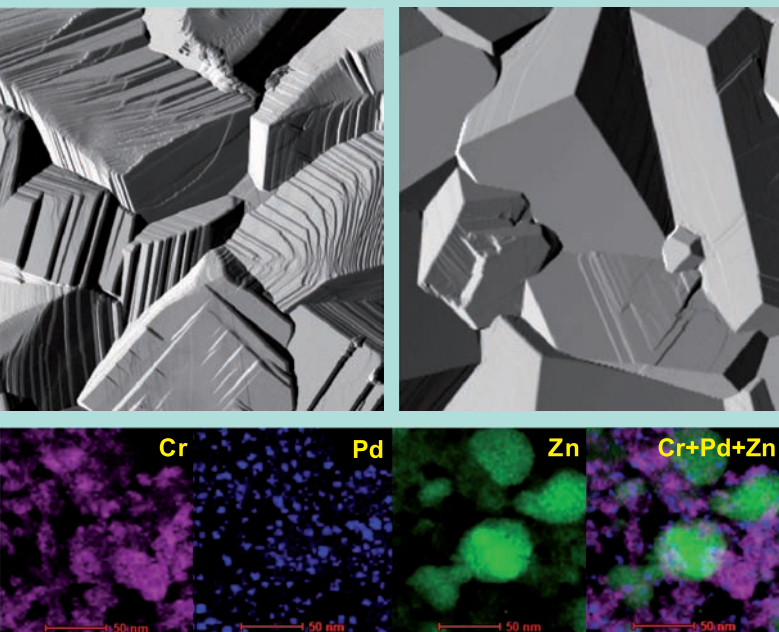


AKREDYTOWANE analizy

Procedury badawcze poddane akredytacji:

- pomiar wielkości obiektów w mikroskali za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego
- pomiar wielkości obiektów w mikroskali za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego
- określenie pierwiastkowego składu jakościowego za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego z przystawką EDX
- określenie pierwiastkowego składu jakościowego i ilościowego metodą energodispersyjnej spektroskopii promieniowania rentgenowskiego w skaningowym mikroskopie elektronowym (wg normy EN ISO 22309:2011)
- odwzorowanie topografii powierzchni ciał stałych za pomocą mikroskopu sił atomowych AFM
- określenie mikrogeometrii powierzchni metodą profilometrii optycznej
- określenie wielkości powierzchni właściwej ciał stałych metodą niskotemperaturowej adsorpcji azotu

- pomiar chemisorpcji wodoru – określenie wielkości powierzchni aktywnej, wielkości krystalitów i dyspersji metali w próbce
- analiza jakościowa pierwiastków w warstwie powierzchniowej próbek litych i proszkowych metodą XPS
- potwierdzenie tożsamości próbek leków weterynaryjnych w postaci stałej i ciekłej metodą spektroskopii w podczerwieni FTIR-ATR poprzez porównanie z widmami wzorca
- identyfikacja czystych, jednorodnych ciał stałych – związki organiczne i nieorganiczne metodą spektroskopii Ramana
- analiza chemiczna wyrobów ogniotrwałych techniką fluorescencji XRF – metodą perły (wg normy PN-EN ISO 12677:2011)
- określenie składu fazowego i dystrybucji faz metodą proszkowej dyfrakcji rentgenowskiej XRD





Kontakt:

Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej
Wydział Chemii
Laboratorium Analityczne
Plac Marii Curie-Skłodowskiej 3
20-031 Lublin
tel./fax 815375796, tel. 815375746
e-mail: emendyk@umcs.pl
e-mail: chemia@poczta.umcs.lublin.pl
www.lab.umcs.lublin.pl
www.cnf.umcs.lublin.pl

Opracowanie:

Andrzej Machocki
Ewaryst Mendyk
Weronika Sofińska-Chmiel
Witold Zawadzki

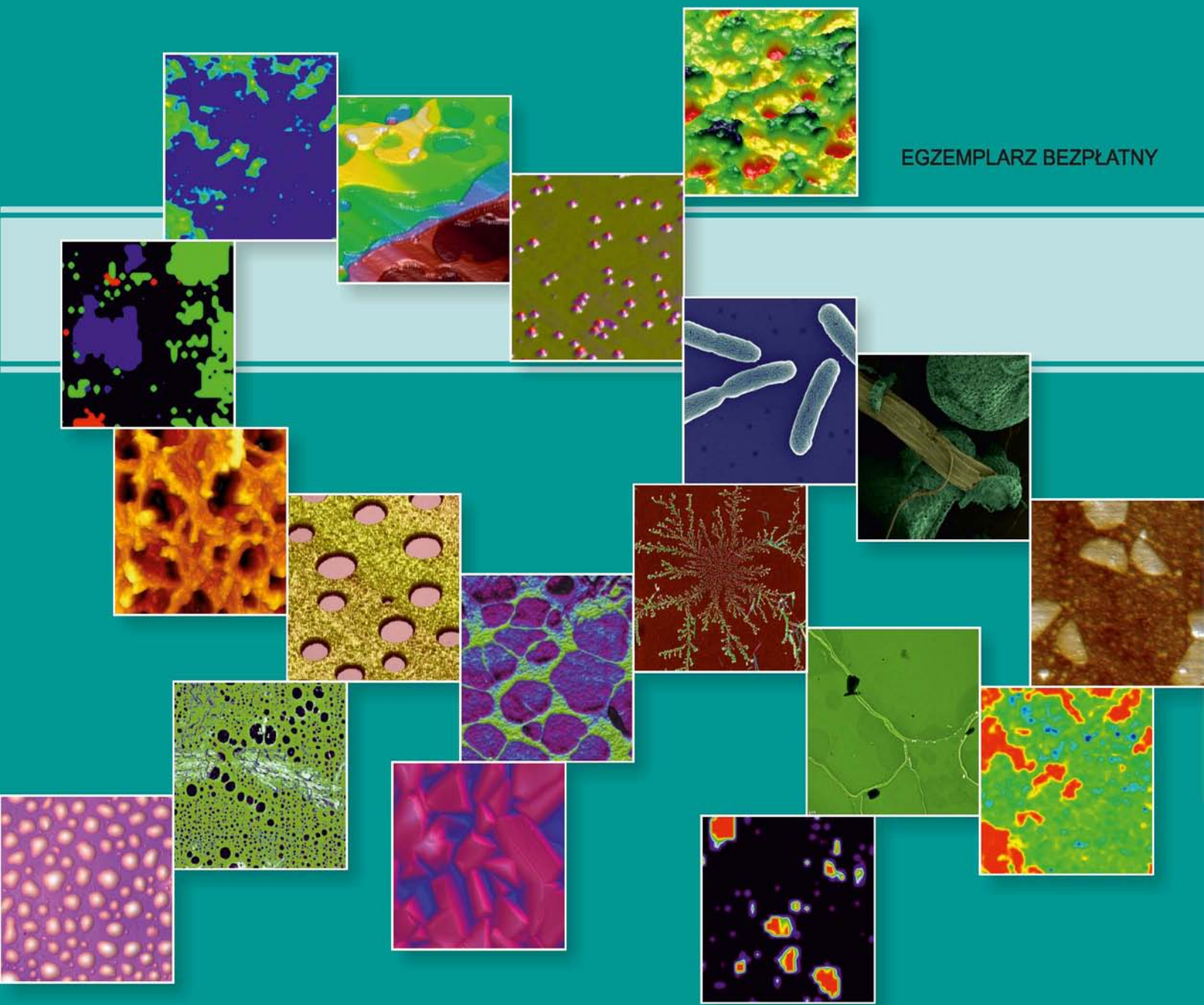
Zdjęcia:

Maciej Chmiel
Andrzej Machocki
Krzysztof Skrzypiec
Weronika Sofińska-Chmiel
Witold Zawadzki

Projekt, druk:

www.ATTYLA.eu
tel./fax 84 627 19 16, 84 639 12 13

EGZEMPLARZ BEZPŁATNY



**INNOWACYJNA
GOSPODARKA**
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI FUNDUSZ
ROZWOJU REGIONALNEGO



**Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego
w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka**