

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
 Institutt for fysikk

Faglig kontakt under eksamen:

Navn: Ton van Helvoort

Tlf.: 93637

EKSAMEN I FAG TFY4330 Nanoverktøy

Fakultet for naturvitenskap og teknologi

Torsdag 28 mai 2009

Tid: 9.00 – 13.00

Bokmål

Antall sider: 5 (+ 6 sider engelsk tekst)

Sensurfrist: 19.06.09

Tillatte hjelpemidler: C (Enkel lommekalkulator)

- Eksamenen har totalt 5 oppgaver og 17 spørsmål. Prøv å svare på alle spørsmål.
- Maksimum poengsum er gitt for hvert spørsmål. Total: 200 poeng = 100%
- Dette er bokmålteksten. Engelsk tekst står før bokmålteksten. Det kan svares på engelsk eller norsk (bokmål eller nynorsk).

OPPGAVE 1: Optiske mikroskopi

Titanium nitride (TiN) har interessante egenskaper, som relativ høy hardhet og bra kjemisk stabilitet. På grunn av disse egenskapene blir TiN brukt som belegg på forskjellige produkter, for eksempel verktøy og medisinske implantater.

Nylig har japaniske forsker laget TiN ($Z_{\text{Ti}} = 22$, $Z_{\text{N}} = 7$) med kubisk form av kontrollert størrelse, 10-50 nm lengde. Målet er å bruke disse TiN-nanoterningene som bæremateriale for katalysenanopartikler. Her er TiN-nanoterningene belagt med sølv-nanopartikler (Ag , $Z_{\text{Ag}} = 49$, diameter < 10 nm).

For å sjekke at veldig små ($< 1 \mu\text{m}$) partikler ble dannet som ikke klumper seg samme til større agglomerater, blir det tatt en prøve, som blir suspendert i en væske, og raskt undersøkt i et optisk mikroskop.

Spørsmål 1(a):

[Max. score:10 poeng]

Hvilke tre standard brukermøder er tilgjengelig i optisk mikroskopi? Hvilke av de tre vil du foretrekke for å studere disse små keramiske partiklene? Forklar valget du gjør.

Spørsmål 1(b):

[Max. score:15 poeng]

Hvis vi antar at oppløsningsevnen i mikroskopet er diffraksjonsbegrenset (Raleigh kriterium), hvordan kan oppløsningen bli forbedret? Gi minst to forslag og forklar hvorfor oppløsningen blir bedre. I tillegg, nevnt (ingen forklaring nødvendig) en optisk mikroskopi-teknikk som ikke er diffraksjonsbegrenset.

Spørsmål 1(c):

[Max. score:15 poeng]

Bildet fra mikroskopet kan bli påvirket av feil i linsesystemet, for eksempel *sfærisk aberrasjon*, *kromatisk aberrasjon* og *astigmatisme*. Forklar disse tre fenomener og inkluder skisser i svaret ditt.

OPPGAVE 2: Sveipe elektronmikroskopi (SEM)

Produktet fra syntesen, som for det meste inneholder TiN nanoterningene med Ag nanopartikler, blir filtrert og tørket. For å finne partikkel-størrelse og -fordeling, bruker en SEM. Det tørkede pulveret blir plassert på karbontape på en SEM-holder. SEMen har en felt-emisjonskilde (FEG), en "in-lens" sekundær-elektrondetektor (SE) og en elektrondetektor for tilbakespredte elektronen (BSE).

Spørsmål 2(a):

[Max. score:10 poeng]

Ved hjelp av skjematiske bilder av vekselvirkingsvolumet ("interaction volume"), forklar hvilken av avbildningsteknikkene, SE eller BSE, som gir den beste oppløsningen. Skisser intensiteten av sekundær-elektroner og tilbakespredte elektroner som funksjon av elektron-energien. Du kan selv velge høyspenningen av SEM. Angi andre signaler som oppstår i vekselvirkingsvolumet.

Spørsmål 2(b):

[Max. score:10 poeng]

Forklar hvilken av avbildningsteknikkene i SEM som gir den beste kontrasten og oppløsningen for å måle partikkelstørrelsen (< 50 nm) av TiN nanoterninger, og hvilken som gir den beste kontrasten og oppløsningen for å måle størrelsen (< 10 nm) av Ag nanopartikler.

Spørsmål 2(c):

[Max. score:10 poeng]

Hvordan kan SEM bli optimalisert for å få den beste romlige oppløsningen? Angi tre parametere som er aktuelle og en forklaring på hvorfor.

OPPGAVE 3: Diffraksjon

For å bestemme krystallstrukturene i pulver-prøven blir røntgendiffraksjon (XRD) brukt. TiN har steinsalt-struktur (NaCl krystal, f.c.c., gitterparameteren $a_0 = 4.235 \text{ \AA}$) og Ag er flatesentrert kubisk (f.c.c., $a_0 = 4.086 \text{ \AA}$). Diffraktogrammet er vist i Fig. 1 og relevante vinkler er gitt i tabell 1. En koboltkilde (Co $K\alpha$) med bølgelengde $\lambda = 1.790 \text{ \AA}$ er brukt. Tips: Diffraksjons-kriteria for f.c.c. (for både TiN og Ag): h, k, l alle partall eller oddetall.

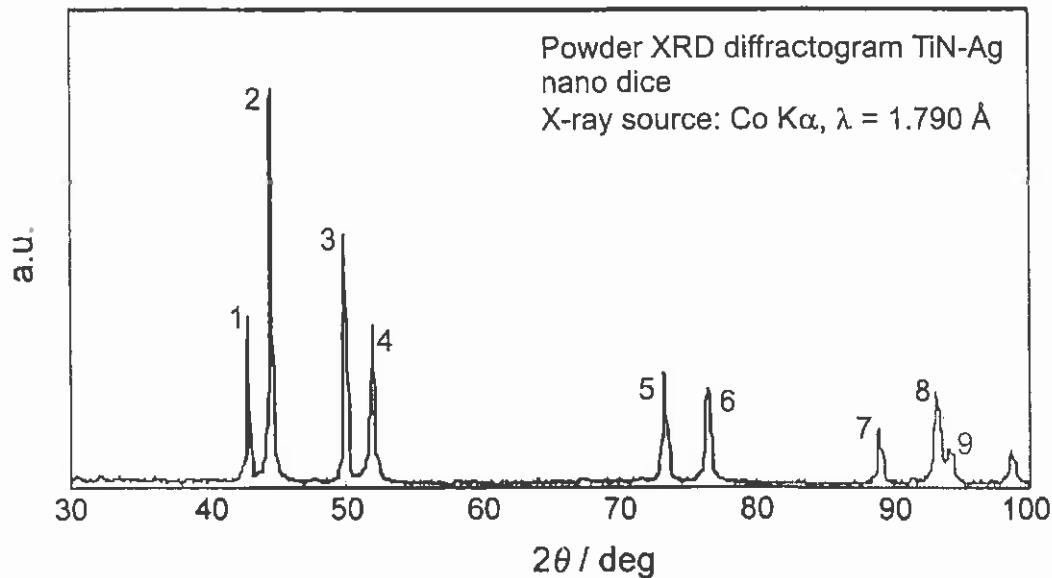


Fig. 1: XRD diffraktogram av TiN nanoteringene med Ag partikler.

Tabell 1: $2\theta_{hkl}$ verdier av diffraktogrammet vist i Fig. 1.

Topp	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$2\theta_{hkl} (\text{°})$	42.94	44.59	50.01	51.96	73.42	76.58	89.00	93.18	94.13

Spørsmål 3(a):

[Max. score:5 poeng]

Skriv ned Braggs' lov og forklar symbolene brukt i likningen.

Spørsmål 3(b):

[Max. score:15 poeng]

Identifiser refleksjonene TiN-111, TiN-311 og Ag-220 i Fig. 1. Bruk svaret på oppgave 3(a) og

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a_0^2} \quad (1)$$

Spørsmål 3(c):

[Max. score:10 poeng]

I tillegg til posisjonen for toppene ($2\theta_{hkl}$ -verdien), inneholder et diffraktogram mer informasjon om prøven. Angi to slike tilleggs-aspekt som kan finnes i diffraktogrammet, og forklar kort hva disse forteller om prøven.

Spørsmål 3(d):

[Max. score:15 poeng]

Hva er effekten av å bruke en kopperkilde ($\text{Cu K}\alpha_1$) med bølglengde $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ i stedet for koboltkilden ($\text{Co K}\alpha$) for måling i 2θ området $10\text{-}100^\circ$. Diskuter bare topposisjonene, og beregn nye topposisjoner.

OPPGAVE 4: Transmisjons-elektronmikroskopi (TEM)

Pulver med TiN nanoterninger og Ag nanopartikler blir deponert på et Cu-nett med en tynn amorf C film for å studere materialet i TEM.

Spørsmål 4(a):

[Max. score:10 poeng]

Lag en skisse av elektrondiffraksjonsmønstrer ("Selected Area Electron Diffraction", SAED) som du forventer å finne med TEM. Forklar detaljer i din skisse.

Spørsmål 4(b):

[Max. score:10 poeng]

Et lysfelt (BF) TEM-bilde av prøven er vist i Fig. 2(a) og et høyvinkel annulærmørkfelt-bilde (HAADF)-STEM i Fig. 2(b).

Hva er de to viktigste kontrastmekanismene i BF-TEM bilder som Fig. 2(a)?
Hvordan er et BF-TEM bildet dannet? Inkluder en enkel skisse i ditt svar.

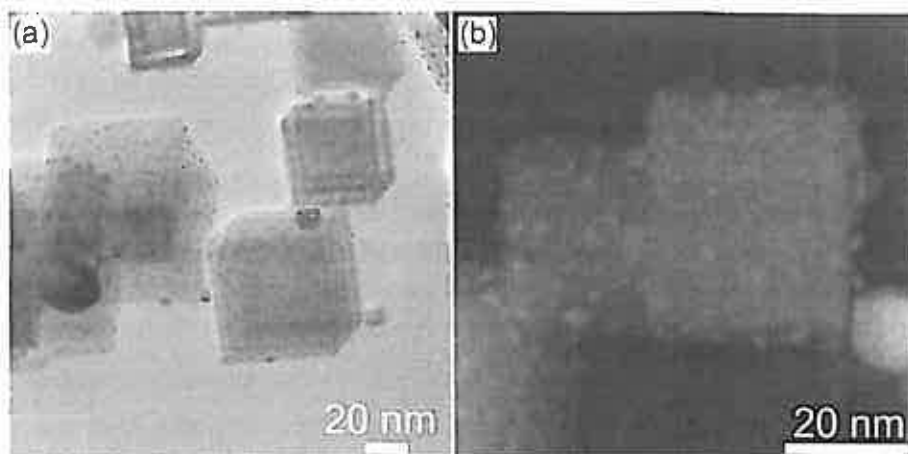


Fig. 2: (a) Lysfelt (BF) TEM-bilde (b) høyvinkel annulærmørkfelt (HAADF)-STEM bilde av TiN nanoterning med Ag nanopartikler.

Spørsmål 4(c):

[Max. score:10 poeng]

For å studere krystallgittere, kan en bruke høyoppløsnings-TEM. Angi to parametre som er viktig for å få den beste oppløsningen, med forklaring på hvorfor. Hva er forskjellen mellom punkt-oppløsning og informasjons-begrensning i TEM?

Spørsmål 4(d):

[Max. score:15 poeng]

Sammensetning av nanopartikler kan bli karakterisert ved energi-dispersiv spektroskopi (EDS). Fig. 3 viser EDS-bilder fra prøven, tatt i TEM.

Hvorfor er kvaliteten av EDS-bildene i Fig. 3 dårligere enn (S)TEM bilder i Fig. 2?

Foreslå og forklar virkingen av et egnet alternativ til EDS som kan bli brukt i elektronmikroskopi for å studere sammensetningen av disse nanopartikler.

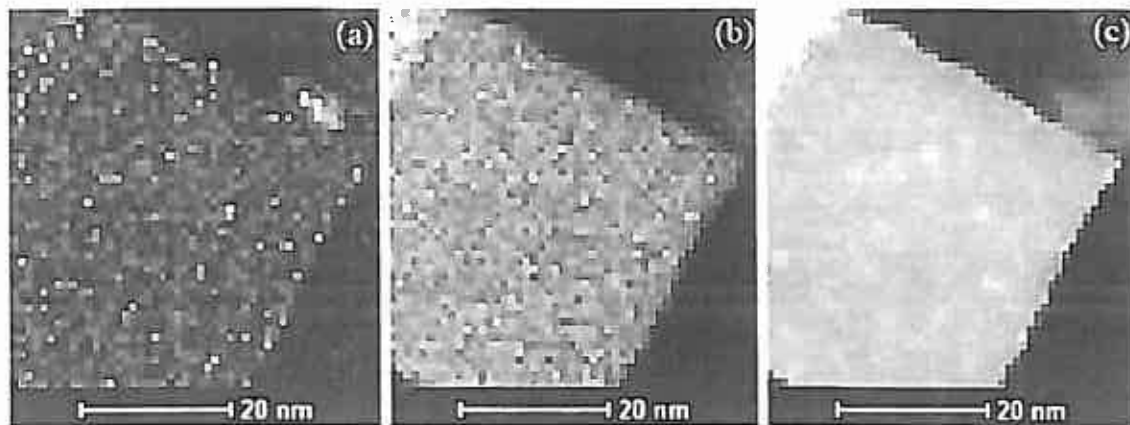


Fig. 3: STEM EDS bilder av TiN nanoterning med Ag partikler tatt i TEM (a) Ag-L, (b) Ti-K og (c) N-K.

OPPGAVE 5: Overflate-karakterisering

TiN-Ag pulveret blir brukt som belegg i en liten reaktor for å studere katalytisk virkning av belegget. Før og etter testen ved høye temperaturer blir TiN-Ag-belegget karakterisert ved røntgen-fotoelektron-spektroskopi (XPS). Oksygen-signalet i spektret etter testingen og en forskyvning av Ti-2p toppen tyder på at nanoterningene er blitt oksidert ved bruk ved høyere temperaturer.

Spørsmål 5(a):

[Max. score:15 poeng]

Forklar hvordan XPS virker. Hva er det som blir målt og hvilken egenskap ved materialet blir bestemt med XPS?

Forslå en alternativ metode for å bestemme samme karakteristikken.

Spørsmål 5(b):

[Max. score:10 poeng]

En fokusert ione-stråle (FIB), med Ga kilde (ingen elektronenstråle, en "single-beam" FIB), blir brukt for å ta ut en overflateprøve av veggen i reaktoren. Prøven blir studert med atomkraftmikroskopi (AFM).

Angi fire vekselvirkingseffekter som kan skjer når Ga^{2+} ione-strålen treffer prøven.

Spørsmål 5(c):

[Max. score:15 poeng]

Hvilke tre brukermøder er tilgjengelig med AFM og hvilke av de tre vil du foretrekke for å studere overflatemorfologien til denne prøven? Inkluder argumentasjon for ditt valg, og krav til AFM-spissen for valgt mode.