

Název práce: Strukturální analýza vybraných silicidů přechodných kovů pomocí rentgenové difrakce a dynamického upřesňování dat z elektronové difrakce

Autor: Cinthia Antunes Corrêa

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí doktorské práce: prof. RNDr. Miloš Janeček, CSc., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Tato disertační práce se zabývá krystalovou strukturální analýzou několika silicidů přechodných kovů. Krystalové struktury byly studovány především precesní elektronovou difrakční tomografií (PEDT) za použití metody dynamického upřesňování - nedávno vyvinuté metody, která umožňuje správnější upřesňování krystalové struktury z PEDT dat. Optimální hodnoty parametrů metody byly zvoleny na základě provnání dynamického upřesnění z PEDT dat s kvalitně upřesněnou referenční strukturou. V práci je ukázáno porovnání pro nano-drát Ni_2Si s poloměrem 15 nm. Průměrná odchylka poloh atomů struktury získané dynamickým upřesňováním dat z PEDT od poloh atomů ve struktuře upřesněné z monokrystalových rentgenových dat byla 0,006 Å. S vědomím přesnosti a limitů metody byla správně vyřešena a upřesněna krystalová struktura Ni_3Si_2 na datech získaných z nano-drátu o průměru 35 nm. Získaný model měl průměrnou odchylku atomů 0,006 Å. Tyto výsledky ukazují, že správnost dosažená metodou dynamického přesňování dat z PEDT je jasně vyšší než správnost upřesnění pomocí kinematické aproximace. Po ověření správnosti výsledků dosažených touto metodou bylo přikročeno k analýze fází systému Cu_{3+x}Si . Kvůli extrémně komplexním a nesouměřitelným strukturám pozorovaným při měřeních elektronové difrakce nebylo možné použít metodu dynamického upřesňování. Místo ní byla pro strukturální analýzu použita kombinace monokrystalové a práškové rentgenové difrakce. Proměření teplotní závislosti pomocí práškové rentgenové difrakce odhalilo komplexní fázový diagram Cu-Si, ve kterém bylo rozpoznáno šest různých fází v oblasti Cu_{3+x}Si namísto třech doposud publikovaných. V pořadí se vzrůstající teplotou to byly fáze η' , η'' , η''' , η_3 , η_2 a η_1 . Nejméně čtyři tyto fáze jsou nesouměřitelně modulované. Krystalové struktury η'' a η''' byly vyřešeny pomocí monokrystalové rentgenové difrakce, zatímco fáze η_2 a η_1 byly pouze oindexovány z práškových dat. Fáze η' je již známá a u fáze η_3 bylo možné oindexovat pouze průměrnou strukturu. Fáze η'' , η''' jsou si velice blízké a obě mají (3+2)D nesouměřitelně modulovanou strukturu. Kvůli komplexitě jejich modulací nebylo možné tyto struktury v superprostoru upřesnit a proto byly jejich strukturální modely popsány pomocí aproximace superbuňkou.

Klíčová slova: Precesní elektronová difrakční tomografie, dynamické upřesňování, silicidy niklu a mědi, (3+2)D nesouměřitelně modulované struktury.