

Abstrakt

Elektronová difrakce (ED) je metoda používaná pro stanovení struktury krystalických materiálů. Představuje alternativu k monokrystalické rentgenové difrakci (SCXRD), která je často omezena velikostí syntetizovaných krystalů. Elektronová difrakce umožňuje analýzu materiálů v nanoměřítku, což ji činí užitečnou pro vzorky, jejichž krystaly jsou pro jiné metody příliš malé. Ke sběru difrakčních obrazců využívá elektrony a lze ji měřit v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM). Analýzou získaných difrakčních obrazců lze stanovit parametry krystalické buňky, typ mřížky, a dokonce i samotnou krystalickou strukturu. Nicméně stanovení struktury ze standardních difraktogramů vyžaduje rozsáhlé znalosti a sběr těchto dat je časově náročný. Současný vývoj ED se zaměřuje na usnadnění a automatizaci sběru a zpracování dat. V případě kontinuální rotační elektronové difrakce (cRED) trvá sběr dat pouze několik minut, což umožňuje stanovení struktury materiálu během jediného dne.

V této práci představuji využití metody cRED pro strukturní charakterizaci zeolitů. Tyto materiály jsou často syntetizovány jako polykrystalické vzorky s nanokrystaly. Proto jejich strukturu většinou nelze určit pomocí SCXRD. Prášková rentgenová difrakce (PXRD) je standardní technikou pro ověření struktur zeolitů, avšak stanovení struktury z PXRD difraktogramů je složité a časově náročné, například kvůli širokým překrývajícím se píkům. Stanovení struktury zeolitů je klíčové pro pochopení jejich vlastností a potenciálních aplikací. Tradičně se zeolity syntetizují hydrotermálními metodami, jejichž průběh lze těžko kontrolovat a často vedou k nepředvídatelným strukturám. Alternativou je syntéza pomocí ADOR procesu, během kterého dochází k syntéze nových zeolitových struktur z mateřských germanosilikátů. Tento proces se skládá ze čtyř kroků, a to: hydrotermální syntéza mateřského materiálu, jeho rozklad (hydrolýza) na vrstevnatý prekurzor, uspořádání těchto vrstev a opětovné sestavení dceřiného materiálu. Touto metodou lze syntetizovat zeolity, které nelze připravit standardními metodami,

nicméně kvalita krystalů připravených ADOR metodou je často horší, což znemožňuje stanovení jejich struktury pomocí PXRD.

Cílem této práce bylo využít metodu cRED k zavedení jednotného postupu pro stanovení struktury nových ADOR dceřiných zeolitů založeného na analýze mateřského materiálu. Pro kontrolu optimalizace tohoto postupu musely být využity známé mateřské a dceřiné zeolity. Proto byl jako mateřský materiál použit nejstudovanější zeolit pro ADOR metodu, tedy UTL germanosilikát. Tento materiál byl použit k syntéze dvou dceřiných zeolitů, IPC-2 a IPC-4. Nejprve byla zkoumána struktura, morfologie a textura mateřského UTL materiálu, což poskytlo cenné poznatky, které následně usnadnily stanovení struktur dceřiných materiálů. Úspěšné stanovení těchto struktur a porovnání výsledků s literaturou potvrdilo platnost tohoto postupu. Následně byl tento postup aplikován pro stanovení struktury IPC-20, nedávno publikovaného dceřiného zeolitu připraveného z IWV germanosilikátu. Úspěšné řešení struktury tohoto nového materiálu prokázalo komplexnost zavedeného postupu, který výrazně zjednodušuje stanovení struktur nových zeolitů syntetizovaných ADOR metodou.