

基于扫描电镜和能谱仪的 MOFs 材料表征

刘士新¹何清¹田娜娜¹刘娜¹邹少兰¹梁国弘¹方舟¹翟勇¹靳凤民^{1*}

(1 天津大学化工学院, 天津 300072)

摘要: MOFs 材料是一种有机-无机杂化材料, 由于其骨架内部结构由于有很大的空腔、较高比表面积、孔隙率、结构清晰孔径可调、易于化学功能化而被广泛用于吸附分离、电催化、生物医学。但是由于 MOFs 自身的固态粉末的物理特性导致其容易团聚, 采用常规的粉末样品制备测试, 用扫描电镜不能将 MOFs 材料自身的形貌和元素分布较好表征出来。鉴于此, 现选取的沸石咪唑酯框架-8 (ZIF-8)、Zr 基 MOF-UIO-66、MOF-808(Zr)三种材料为例, 对材料的分散度以及空间分辨率选取最优条件, 以及用能谱仪选择 MOF-808(Zr)的最佳原子百分比的测试条件。

关键词: 扫描电镜; MOFs 材料; 能谱仪; 分散; 空间分辨率; 原子百分比

中图分类号: O657.62

Characterization of MOFs materials based on Scanning Electron Microscopy and Energy dispersive spectroscopy

Liu Shixin¹, Hr Qing¹, Tian Nana¹, Liu Na¹, Zou Shaolan¹, Liang Guohong¹,

Fang Hui¹, Zhai Yong¹, Jin Fengmin^{1*}

(1 School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin)

Abstract: MOFs material is an organic-inorganic hybrid material, widely used in adsorption separation, electrocatalysis, and biomedical fields due to its large internal structure, high specific surface area, porosity, clear structure, adjustable pore size, and easy chemical functionalization. However, due to the physical properties of the solid powder of MOFs themselves, they are prone to agglomeration. Conventional powder sample preparation and testing cannot characterize the morphology and elemental distribution of MOFs materials well using scanning electron microscopy. In view of this, three materials, namely zeolite imidazole ester framework 8 (ZIF-8), Zr based MOFs UIO-66, and MOF-808 (Zr), are selected as examples to select the optimal conditions for dispersion and spatial resolution of the materials, as well as the test conditions for selecting the optimal atomic percentage of MOF-808 (Zr) using an energy spectrometer.

Keywords: Scanning electron microscope MOFs Materials Energy spectrometer Dispersion spatial resolution

1 引言

场发射扫描电镜（SEM）主要用于材料微区显微结构观察，主要是利用电子束聚焦在样品表面，将其中激发出来的二次电子、背散射电子物理信号来观察样品的表面形态。冷场电镜由于其较小的汇聚电子束和较小的电子能量，具有较高的分辨率和低电压的性能，可以观察金属材料、纳米材料、催化剂、高分子材料等样品的微观结构和形貌，已经成为目前研究工作的重要手段和成分分析的重要工具。

材料的性能与其成分和结构紧密相关。在对材料进行表征时，我们可以通过形貌观察获得材料的结构信息，通过元素分析获得材料的成分信息。作为场发射扫描电镜进行成分分析的重要附件，X射线能谱(X-ray Energy Dispersive Spectroscopy,EDS)仪，其主要是利用电子与试样相互作用产生不同能量的特征X射线进行元素定性分析。不同元素产生的X射线的频率不同，根据 $E=h\nu$ 公式，测定能量就可以得到X射线的频率。能谱仪分析速度快，使用方便简单，对不平试样也可以用无标样定量程序得到很好的定性定量分析结果，已经得到了广泛应用，目前在大多数情况下，不但要用sem观察试样形貌，而且要分析其组成和元素分析。扫描电镜与能谱仪结合使用，测试效率高、便利性好，已成为许多科学领域中强大的表征工具。接下来通过使用扫描电子显微镜-能谱仪对选取的MOFs材料进行形貌和原子百分比的测量进行表征。

2 实验部分

2.1 仪器与材料

S4800场发射扫描电子显微镜(SEM)(日本, Hitachi公司), XFlash 7型X射线能谱仪(EDS)(德国, Bruker公司): 配有硅漂移(SDD)电制冷探测器, 采用场效应管(FET)一体化集成设计的高速SDD芯片(有效面积 $\geq 60\text{mm}^2$)。微栅铜网(厂家: 新兴百瑞), Pt片, 分析纯乙醇(厂家为康科德)、移液枪(规格: 100 μL)、铝箔纸、SB25-12D型超声波清洗机、液体碳胶(中镜科仪)、双面碳导电胶带(中镜科仪)电镜样品台, 离心管, 电镜专用样品台, 镊子。

2.2 实验方法

液体样品的制备: 取三份少量沸石咪唑酯框架-8(ZIF-8)、Zr基MOF-UIO-66、