

# Centrum materiálového výzkumu na FCH VUT v Brně

*Kolektiv výzkumníků CMV FCH VUT v BRNĚ*

Na začátku roku 2010 bylo na Fakultě chemické VUT v Brně vybudováno specializované vědecké pracoviště s názvem „Centrum materiálového výzkumu“ určené především pro aplikovaný výzkum v oblasti anorganických materiálů. V rámci dotace z Evropské unie byl tento projekt podpořen částkou blížící se 233 milionů korun, kdy zhruba 173 milionů je určeno výhradně pro nákup přístrojového vybavení. Díky této nemalé investici je v současné době Centrum materiálového výzkumu (CMV) unikátním pracovištěm nejen v rámci České republiky, ale i celé střední Evropy. Několikaleté zkušenosti vědeckých pracovníků, kteří pravidelně spolupracují s cementářským, keramickým průmyslem, jsou tak nyní podpořeny špičkovou přístrojovou technikou. Výzkumný program je zaměřen na studium a objasnění změn struktury ve vztahu k vlastnostem v průběhu procesu přípravy anorganických pojiv (cementů, vysokohodnotných betonů, super-plastifikátorů, sádrových, vápenných pojiv...), sledování transportních vlastností v kinetice procesů vzniku materiálů a jejich ovlivňování (složením pevné fáze, teplotou, tlakem, přítomností látek na bázi plastifikátorů), aplikační výzkum geopolymérů a jiných alkalicky aktivovaných hlinito-křemičitanů, využívání přírodních silikátových surovin pro přípravu pokrokových materiálů (inženýrská a žáruvzdorná keramika, sklokeramika), rozvíjení technologií přípravy anorganických a polymer-cementových kompozitů a využívání sekundární produktů z chemických, metalurgických výroby a energetiky v přípravě anorganických materiálů. Centrálním cílem výzkumného programu Anorganické materiály je však především vytvoření výzkumného centra v potřebném rozsahu a kvalitě pro poskytnutí instrumentální a vědomostní základny silikátového průmyslu nezbytné pro rozvoj jeho inovačního potenciálu. Z tohoto důvodu disponuje pracoviště CMV nejmodernějším přístrojovým vybavením.

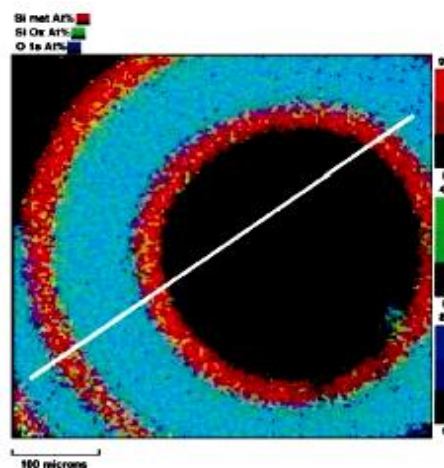


Obr. 1: Revoluční 3D detektor PIXcel<sup>3D</sup>

(obr. 1) s možností měření práškových vzorků, tenkých vrstev a nanomateriálů s výborným rozlišením a vysokou rychlostí měření. Mezi příslušenství patří vysokoteplotní komora pro měření vzorků za vyšších teplot až do 1 600 °C a komora s řízenou vlhkostí s možností nárůstu teploty do 400 °C. Samozřejmostí je i měřící technika SAXS (Small-Angle-X-ray scattering) velmi vhodná pro charakterizaci nanomateriálů. Difraktometr měří nejen kvalitativní zastoupení krystalických fází, ale díky Rietveldově metodě lze získat informace týkající se kvantity.

Fluorescenční spektrometr (Xenometrix) se sekundárními polarizačními filtry je schopen analyzovat jak pevné vzorky (prášky, gely), tak i vzorky v kapalně fázi. Přístroj poskytuje prvkovou

Mezi velmi rozšířené analytické metody v oblasti anorganických materiálů se řadí techniky využívající rentgenové záření. CMV je vybaveno rentgenovou difrakcí (XRD), fluorescencí (XRF), ale i fotoelektronovou rentgenovou spektrometrií (XPS). K měření XRD spekter slouží přístroj Empyrean od firmy Panalytical, který je vybaven světově prvním 3D detektorem

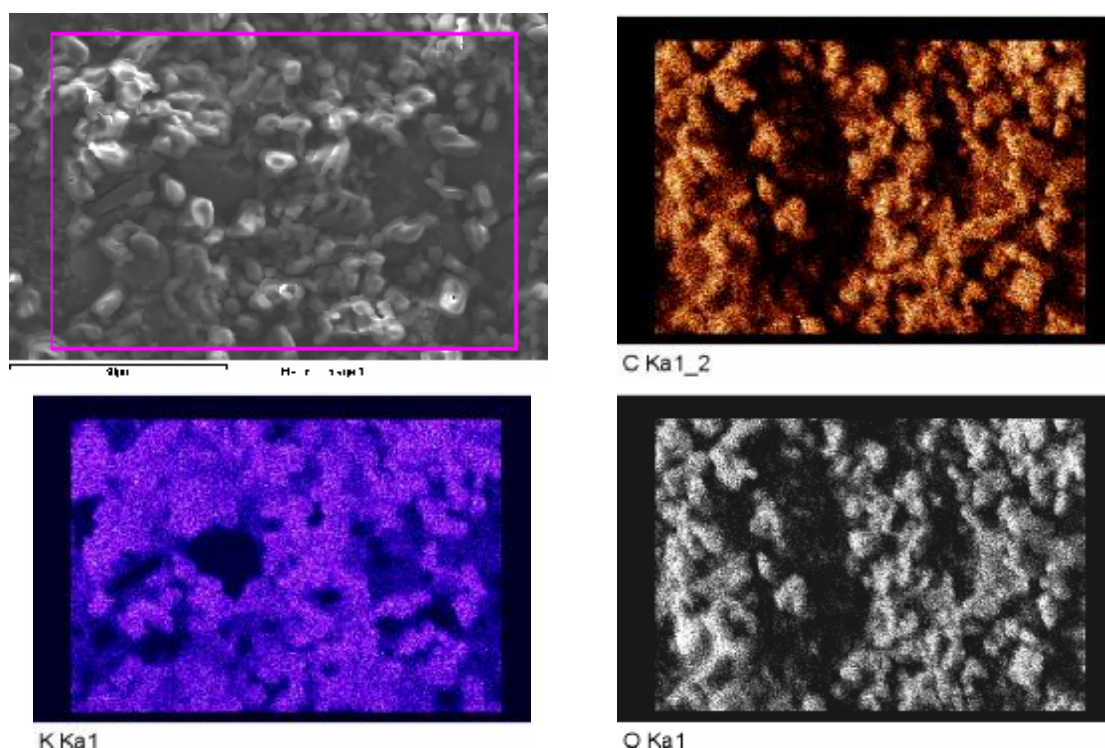


Obr. 2: Kvantitativní prvkové zobrazení vzorku SiO<sub>2</sub>/Si

kvalitativní a kvantitativní analýzu od sodíku po uran s citlivostí v řádech ppm.

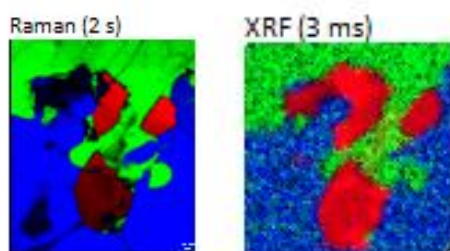
V širokém spektru průmyslových odvětví nachází uplatnění XPS. Metoda pro povrchovou analýzu (1–10 nm) poskytuje detailní informaci o prvkovém složení (kromě H a He), oxidačních stavech, vazebných podmínkách a chemické struktúře a to bez nutnosti standardizace. Díky odprašování pomocí iontového děla lze rovněž provádět hloubkové profily v řádech mikrometrů, ale i nanometrů a to při využití AR-XPS tzv. nedestruktivní hloubkový profil. Možnost 2D zobrazovacího modu poskytuje chemické mapování vybrané plochy o velikosti od 15 do 2 000  $\mu\text{m}$  (viz obr. 2).

Pro pozorování pevných materiálů se zvětšením  $1\,000\,000\times$  a rozlišením 0,8 nm byl pořízen skenovací elektronový mikroskop vybavený detektorem sekundárních a zpětně odražených elektronů, energo-disperzním (EDX), ale i vlnově disperzním (WDX) detektorem pro prvkovou analýzu a mapování (obr. 3). Detektor difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) napomáhá k identifikaci krystalových struktur a k zjištění jejich orientace. S mikroskopem byla také zakoupena iontová leštička pro velmi citlivou přípravu vzorků.



Obr. 3: Morfologie vzorku geopolymery se snímky prvkového mapování vybrané oblasti

Další zobrazovací technika je FT-IR Ramanský mikroskop, který poskytuje jednoznačnou charakterizaci chemické a molekulární struktury látek. Díky mnohem lepšímu prostorovému rozlišení (pod  $1\mu\text{m}$ ) poskytuje kvalitnější informaci v porovnání s IČ spektroskopií, kterou však CMV rovněž disponuje (Nicolet). Optické zvětšení konfokálního mikroskopu je  $1000\times$ . Zařízení je též vybaveno topnou deskou pro pozorování vzorků při teplotách do  $1\,500\text{ }^\circ\text{C}$ . Mikroskop zvládá Ramanské mapování vzorků, tak i hloubkový profil. Obrázek 4

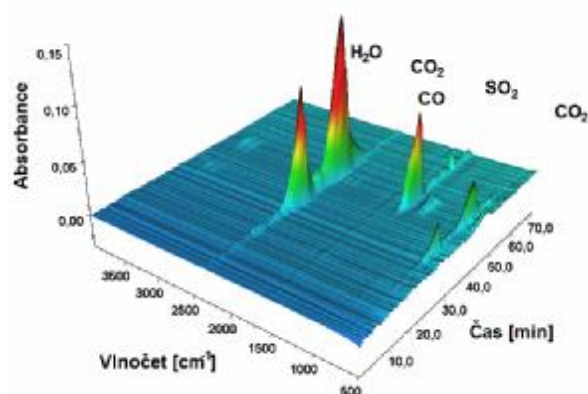


Obr. 4: Porovnání Ramanské a XRF analýzy

zobrazuje porovnání Ramanského výstupu a XRF vzorku leštěné žuly. Barevná místa představují u Ramana jednotlivé fáze (FeS-červená,  $\text{SiO}_2$ -zelená a

(K,Na)AlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>-modrá), naproti tomu XRF ukazuje přítomnost pouze prvků (S-červená, Si-zelená, K-modrá).

Termické analýzy jsou zastoupeny zejména spojeným systémem DTA-TGA-EGA umožňující sledovat chemické a fázové změny během zahřívání vzorku až do teploty 1 500 °C. Detekci možných uvolněných plynů vzniklých během nárůstu teploty lze analyzovat pomocí EGA (effluent gas analysis) viz obr. 5. Další spojený systém představuje vysokoteplotní dilatometr v kombinaci s TMA-DTA-TGA umožňující studovat chemické, fázové, objemové a mechanické změny materiálů. Zařízení je konstruováno pro měření až do teploty 2 400 °C s možností řízení atmosféry a vlhkosti. Pro pozorování tepelné odolnosti zejména keramických materiálů a jejich chování za vysokých teplot lze využít žárového mikroskopu s nárůstem teploty do 1 750 °C. Ke sledování hydratační kinetiky anorganických pojiv pomáhá isothermní i isoperibolický kalorimetr. Naopak k přípravě vzorků při extrémních podmínkách za teploty až do 1 200 °C a tlaku do 150 barů s řízenou atmosférou a vlhkostí slouží termogravimetrický autokláv.



Obr. 5: Analýza uvolněných plynů fluidního popílku

Mechanické vlastnosti materiálů jsou testovány pomocí hydraulického lisu (DESTTEST) a trhačky pro zkoušky pevností betonových i jiných druhů těles v tlaku a v tahu za ohybu o rozměrech až do 500×300×300 mm. Měření lomové houževnatosti anorganických pojiv, keramiky, polymerů a kovových materiálů zaznamenává rázové kladivo. Na CMV pracovišti lze změřit i další fyzikální veličiny jako je například tepelná vodivost kompaktních i práškových vzorků, velikosti částic od 0,1 do 3 000 μm (Sympatec), mikrotvrdość pomocí testovacích metod – Rockwell, Brinell, reologie cementových past atd..

Nejen silikátová chemie, ale i studium kovových materiálů je ve středu zájmu výzkumných pracovníků CMV. Zvláště pak analýzy korozních produktů, vývoj a testování povrchových úprav kovů jsou měřeny v kompletně vybavené metalografické laboratoři.