



## Nové možnosti rozvoje vzdělávání na Technické univerzitě v Liberci

Specifický cíl A3:Tvorba nových profesně zaměřených studijních programů

NPO\_TUL\_MSMT-16598/2022



**Předmět: Řízení projektů**

**Přednáška č. 14: Pokročilé metody charakterizace materiálů**



doc. Ing. Pavlína Hájková, Ph.D.

# Cíl přednášky

Cílem přednášky je seznámit studenty se základními možnostmi charakterizace anorganických materiálů. Studenti by měli dokázat specifikovat analýzy, které je třeba provést pro určení kvality nakupovaných materiálů. Po absolvování přednášky se studenti budou orientovat v základních metodách charakterizujících morfologii a vlastnosti povrchu, chemické i strukturní složení.

*Pozn. Mechanické vlastnosti a jejich stanovení již bylo probráno v přednášce 2 – Vlastnosti materiálů.*

1. Proč je třeba znát analýzy materiálů
2. Morfologie a vlastnosti povrchu
  - Optická mikroskopie
  - Elektronová mikroskopie
  - AFM, XPS, BET, Hg porozimetrie
3. Vlastnosti v objemu „bulk“
  - Jiskrový OES, XRF, XRD, TGA, laserová difraktografie, síťová analýza, ZS, ZŽ, objemová hmotnost, pórovitosti, nasákavost, ICP-OES, CT, žáruvzdornost, mrazuvzdornost
4. Příklady

# ... je to vlastně „Detektivka“

Co to je?

Je to skutečně ono?

Má to správné vlastnosti?



⇒ analýzy

# ...je to vlastně „Detektivka“

Příklad – výroba geopolymérů,  
betonů, lepidel....  
Kvalita surovin???



Příklad – problém s odolností  
brzdových kotoučů, opotřebení  
nástrojů, protéz...



⇒ **nutno  
ověřit  
kvalitu**

Chemické složení  
Fázové složení (krystalografie)  
Ztráta sušením  
Ztráta žháním  
Distribuce velikosti částic

...

Analýza povrchu – SEM  
Drsnost povrchu - AFM  
Chemické složení povrchu XPS (ESCA)  
/substrátu (ICP-OES, XRF...)  
Metalografie – tvar a velikost grafitu,  
matrice

...



# Rozdělení analýz

## 1. Morfologie a vlastnosti povrchu

**Optická mikroskopie** - povrch, velikost, tvar zrn, fáze – ferit, perlit...., velikost a tvar grafitu

**Elektronová mikroskopie - SEM + EDS** – vzhled povrchu, chemické složení povrchu,

**Atomic force microscope** – AFM – morfologie povrchu – 3D údaj

**BET** – velikost specifického (měrného) povrchu

**Hg porozimetrie** – tvar a velikost póru, měrný povrch

**XPS** – chemická analýza povrchu

## 2. Vlastnosti „bulku“

**Chemické složení** - XRF, ICP, FTIR, Raman

**Fázové složení (krystalová struktura)** – XRD, NMR, TEM

**Další analýzy** – laserová distribuce velikosti částic, CT, ztráta sušením, ztráta žiháním, síťová analýza, mrazuvzdornost, tepelná dilatometrie, žáruvzdornost, tepelné vlastnosti, objemová hmotnost, otevřená a uzavřená porozita....

*Většinu analýz je třeba provádět a posuzovat dle příslušných norem EN ČSN xxxx*

*1. zjistit vhodné normy pro daný problém*

*2. nákup norem*

*3. zjistit kdo provádí analýzy dle daných norem*

# 1. Morfologie a vlastnosti povrchu – mikroskopie

= ke zjišťování struktury kovových i nekovových materiálů (velikost a tvar zrn, druh fází...)

- nauka o struktuře kovových materiálů = metalografie
- dle struktury lze stanovit – jaké vlastnosti, jaké technologické/tepelné zpracování

➤ Optická mikroskopie

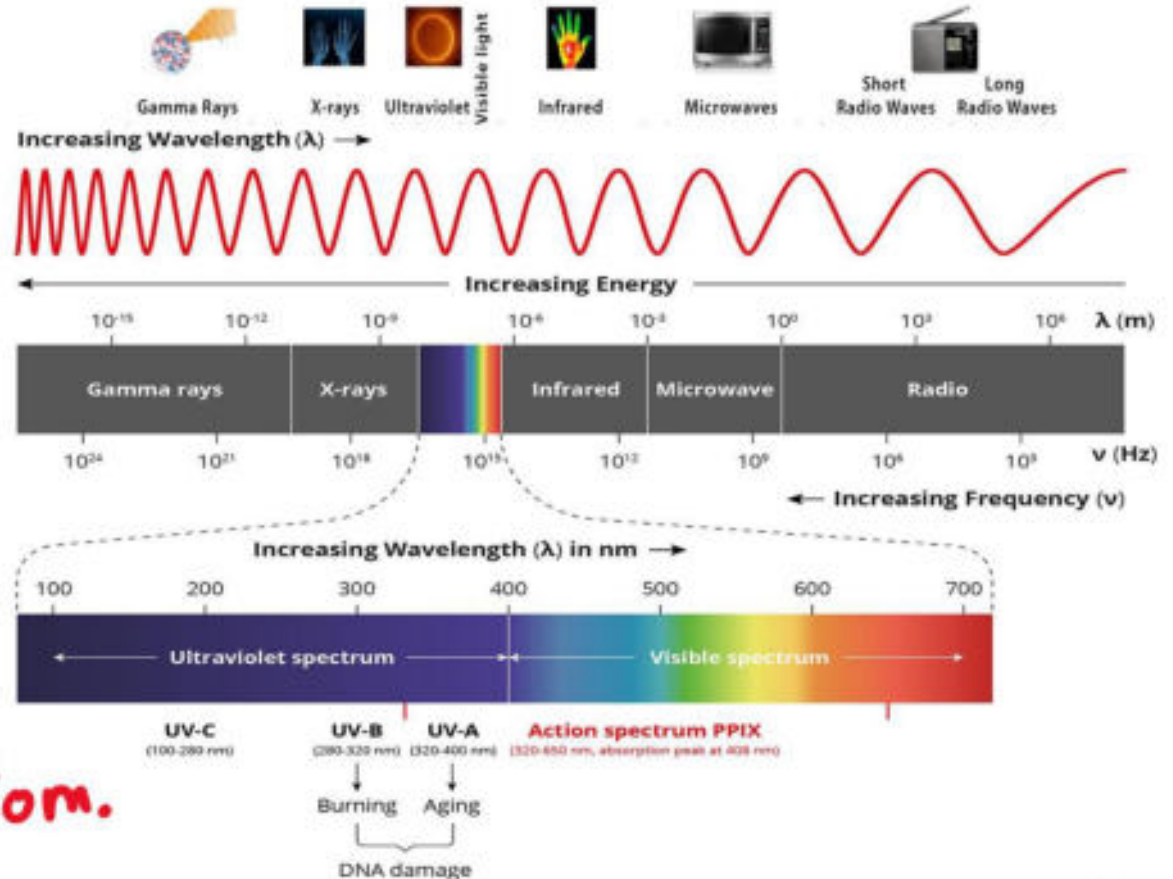
➤ Elektronová mikroskopie

➤ Mikroskopie atomárních sil

*el. mg. záření*

*meziatom. síly*

## Elektromagnetické záření





# Optická x elektronová mikroskopie

## OPTICKÁ MIKROSKOPIE

- **VIS světlo**
  - *mikrostruktura*  
(velikost a tvar zrn, druhu fází, struktur, lomy...)
  - **zvětšení až 1 500 x**
  - **rozlišovací schopnost až 0,2  $\mu\text{m}$**   
(dáno  $\lambda$  VIS)
  - optické čočky
  - malá hloubka ostrosti - lze softwarově složit mnoho snímků – pak velká hloubka ostrosti
- = digitální optické mikroskopy

## ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

- **proud elektronů**
- *mikro i submikrostruktura*  
(*povrch*, hustota a rozložení poruch krystalové mřížky, lomy...)
- **zvětšení až 1 000 000 x**
- **rozlišovací schopnost** dána  $\lambda$  urychlených elektronů =  $fc$  (urychlovacího napětí)
- velká hloubka ostrosti
- čočky – elmg. Pole
- nutno vakuum





# METALOGRAFICKÝ optický mikroskop



Hlavní části:

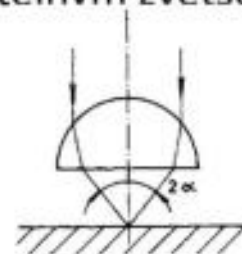
Okulár

Zdroj světla

Objektiv

Číselná apertura:

- Hodnota číselné apertury je dána vztahem:  
 $A = n \cdot \sin \alpha$
- je veličina, která **rozlišuje dva objektivy** se stejným zvětšením, ale rozdílných vlastností



Otvorový úhel  
objektivu

$n$  - index lomu prostředí mezi objektivem a pozorovaným výbrusem (vzduch  $n = 1$ , cedrový olej  $n = 1,52$ , voda  $n=1,4$ ).

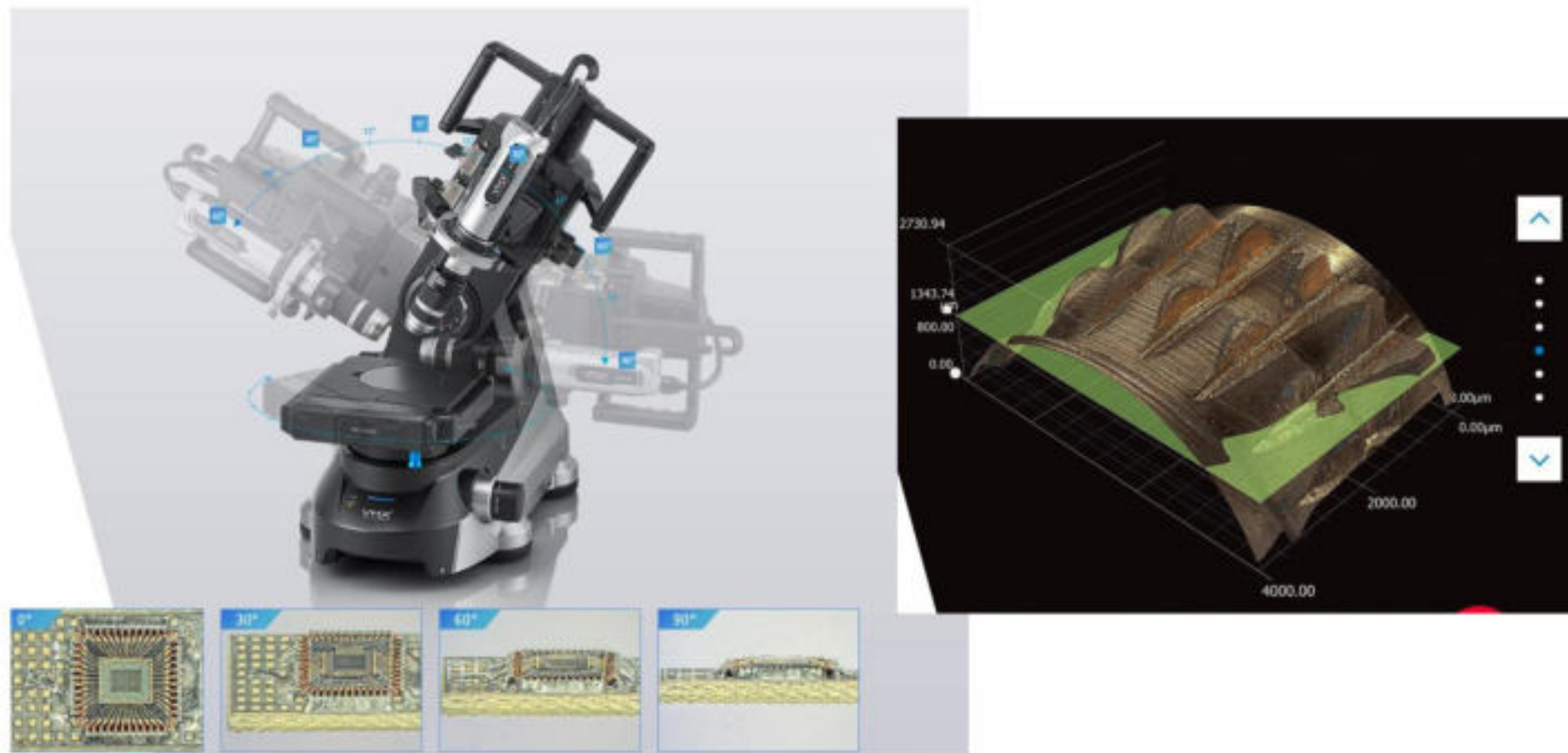
$\alpha$  - úhel  $\alpha$  je polovina otvorového úhlu

**$A < 1$  suchý objektiv (obvykle 0,85)**

**$A > 1$  imerzní objektiv (obvykle 1,3)**

***Př.: Objektiv 6,3 x / 0,12 (0,12 = A, 6,3 x zvětšení)***

# Optický mikroskop – složení obrazu po vrstvách – 3D

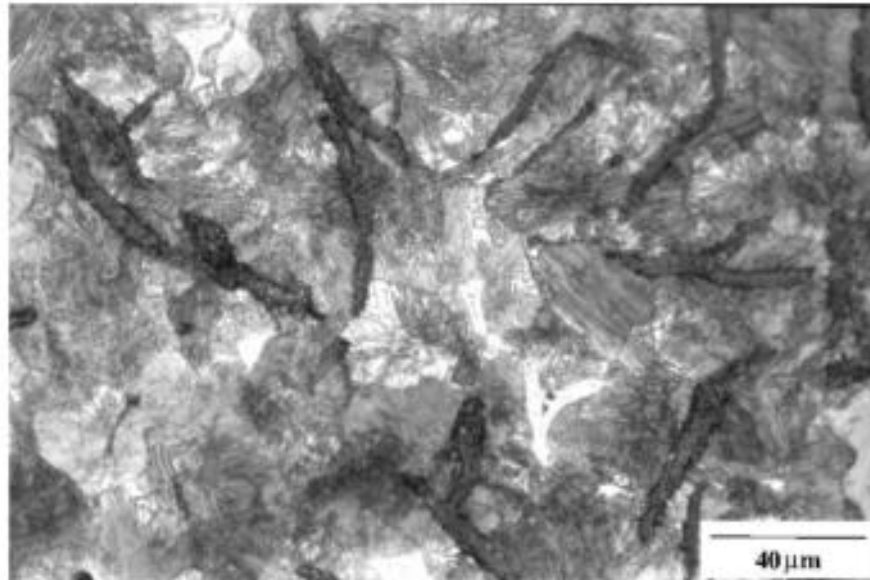
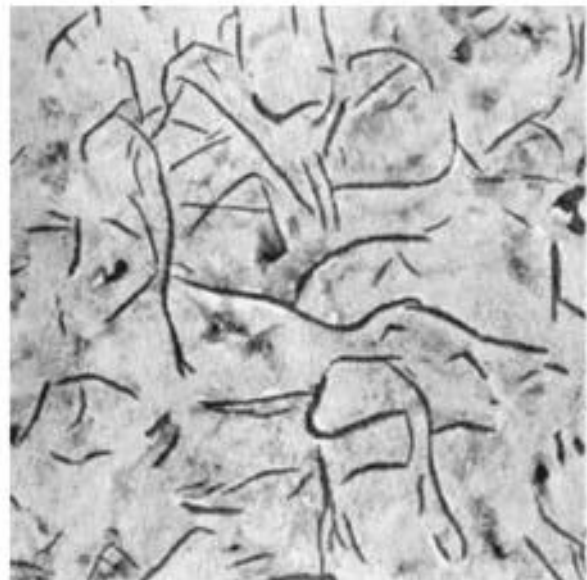


[https://www.keyence.eu/cscz/ss/products/microscope/vhx-7000/?aw=gagooglekbczcznonbrmicvh865&gclid=CjwKCAjwiOv7BRBREiwAXHbv3GtCNnoy3RRsBthaEua-M7QJdqscqEpRE5U75CQgA-2MsiTGvuXUjRoCIF8QAvD\\_BwE](https://www.keyence.eu/cscz/ss/products/microscope/vhx-7000/?aw=gagooglekbczcznonbrmicvh865&gclid=CjwKCAjwiOv7BRBREiwAXHbv3GtCNnoy3RRsBthaEua-M7QJdqscqEpRE5U75CQgA-2MsiTGvuXUjRoCIF8QAvD_BwE)

# METALOGRAFICKÝ optický mikroskop

metalografie = pozorování v odraženém světle

biologie = pozorování  
nejčastěji v prošlém světle



Litina s lupínkovým grafitem (šedá litina) – vlevo nenaleptaný stav, vpravo naleptané (Nital) pro zobrazení struktury

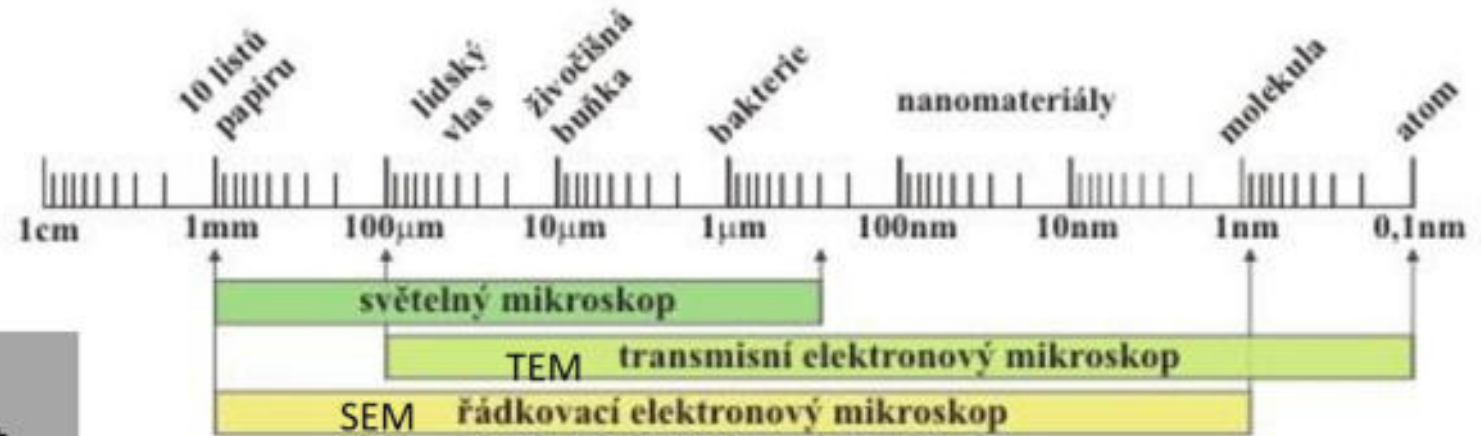




# Elektronová mikroskopie - SEM (=REM), TEM

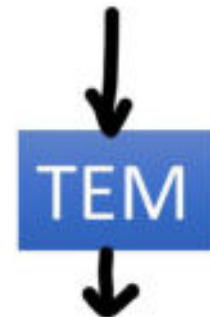
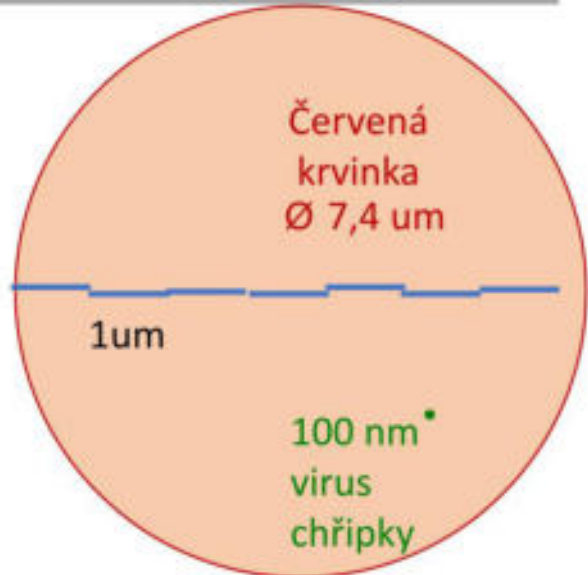
!!! V EM jsou fotony nahrazeny elektrony, které proudí ve **vakuu**, a skleněné čočky nahradily elektromagnetické čočky!!!

$\lambda$  elektronů  $\ll$   $\lambda$  vis světla  
→ vysoká rozlišovací schopnost



Typická velikost objektů, které lze pozorovat elektronovým mikroskopem. Pro srovnání je uveden i rozsah světelného mikroskopu.

SEM





## SEM

### Skenovací elektronová mikroskopie

- Fokusovaný svazek elektronů skenuje povrch vzorku
- Využívá emise **sekundárních elektronů (SE)** a **primárních zpětně odražených elektronů (BSE)**
- lepší vodivé vzorky – pokovení nevodivých
- Nižší urychlovací napětí (0,02 – 30 kV)
- Rozlišovací schopnost až 1 nm

#### *Chemická analýza obrazu*

**SEM/EDX** (Energy dispersive analysis of X-rays) =

**SEM/EDS** (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) -



## TEM

### Transmisní elektronová mikroskopie

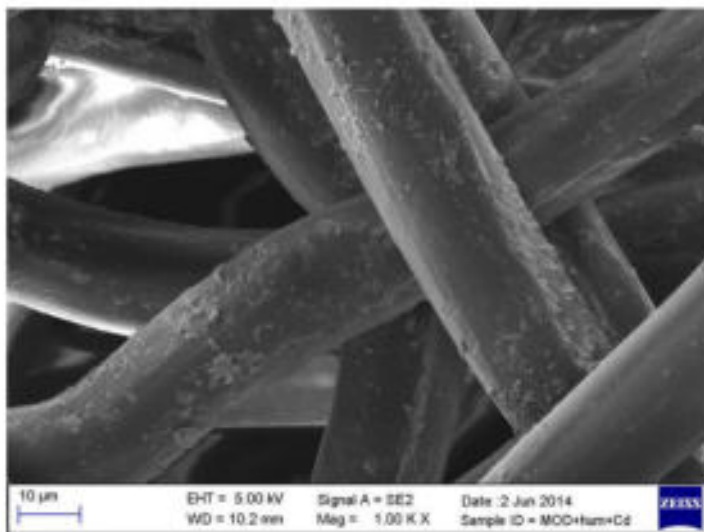
- Využívá elektrony procházející vzorkem – potřebuje tenké vzorky (desítky nm)
- Vyšší urychlovací napětí (100 – 400KV),
- Rozlišovací schopnost až 0,1 nm
- Tloušťka vzorku desítky nm
- Vady krystalové mřížky...

TEM patří do skupiny povrch i „bulk“

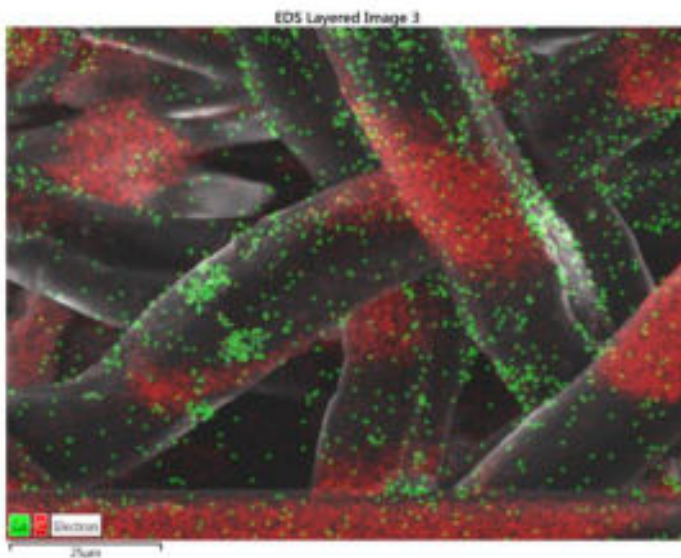


# SEM/EDS = s chemickou analýzou obrazu

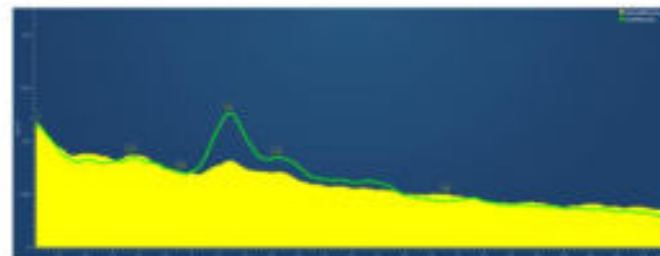
- Využívá navíc detektoru pro detekci charakteristického RTG (X-Ray) záření
- **Označení SEM/EDS** (Energy-dispersive X-ray spectroscopy)  
**nebo SEM/EDX** (Energy dispersive analysis of X-rays)
- Metoda dokáže zjistit jaké prvky a v jakém obsahu se nacházejí ve vzorku.



SEM modified PP/HS with adsorbed Cd (II)



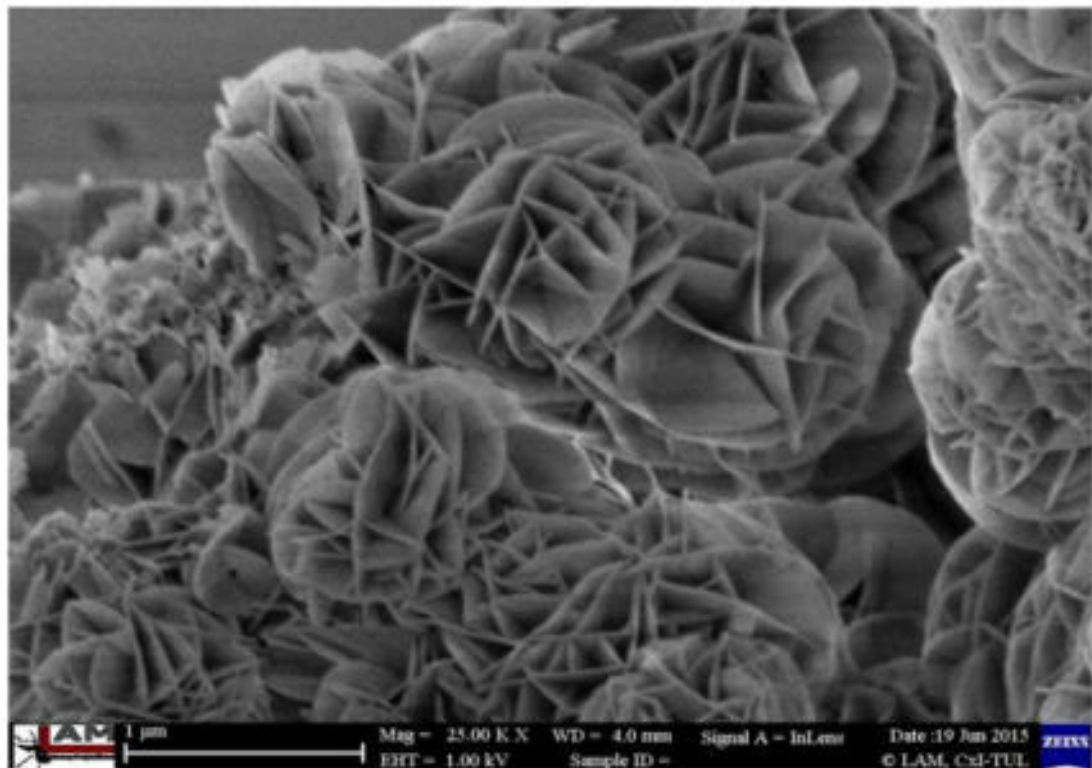
EDS modified PP/HS with adsorbed Cd (II)



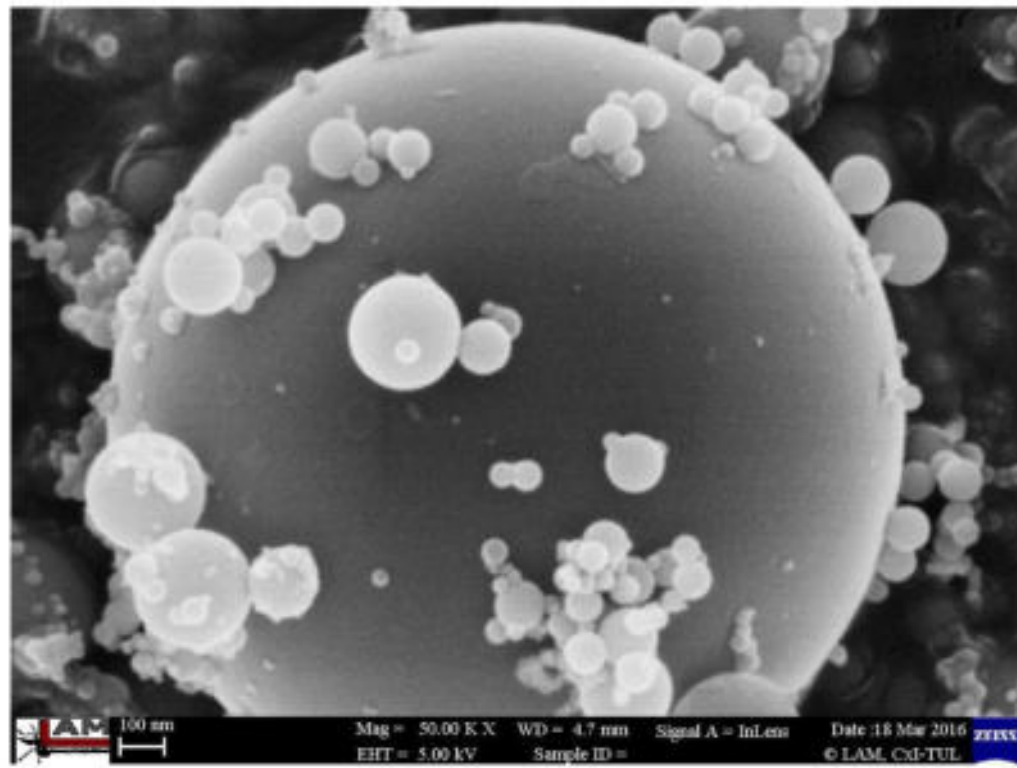
EDS PP fabrics after adsorption of Cd (II)

# SEM – další příklady zobrazení povrchu

Katalyzátor - hydrotalcit



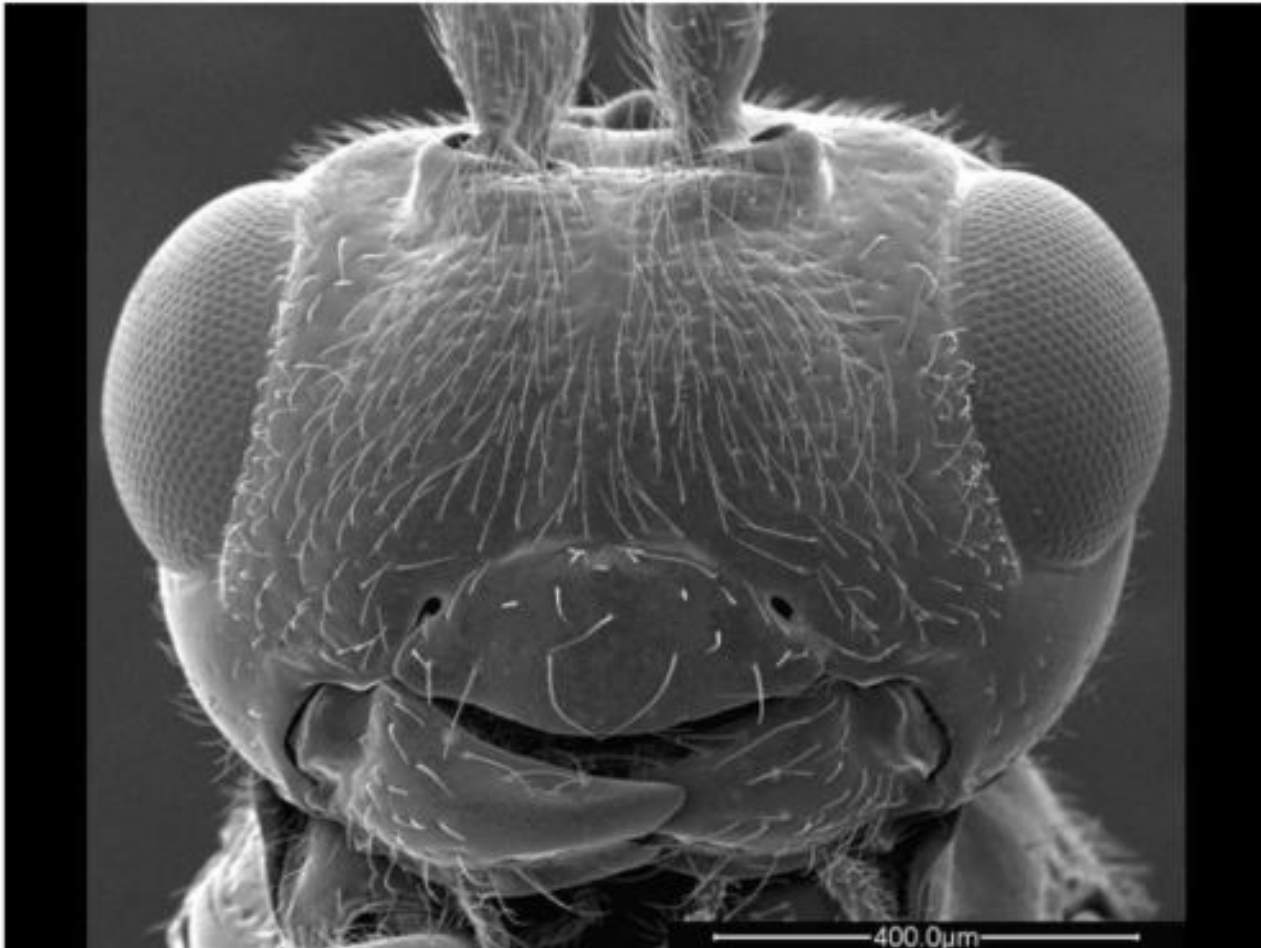
Termální silika



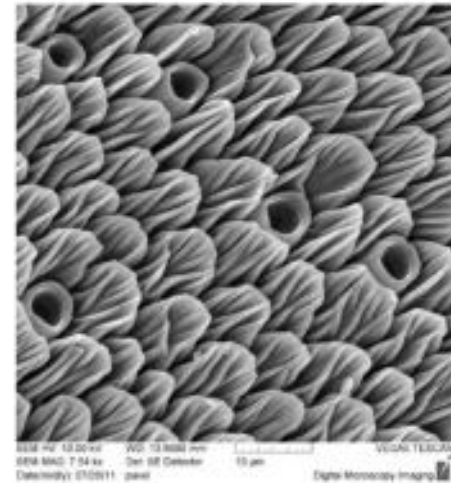


# SEM – další příklady zobrazení povrchu

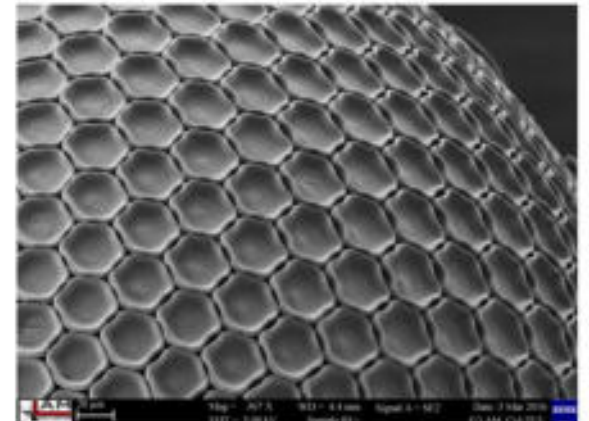
Moucha



Babočka tykadlo



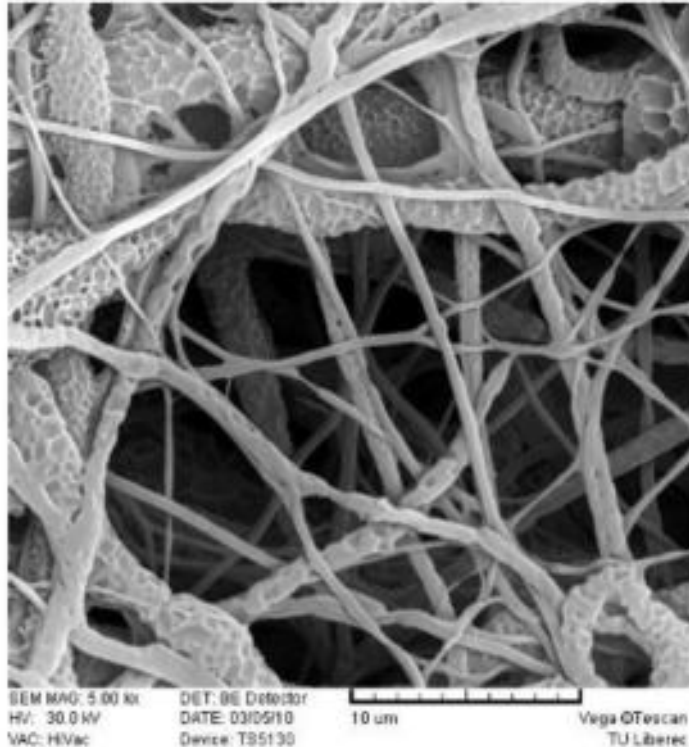
Oko moucha simullidae



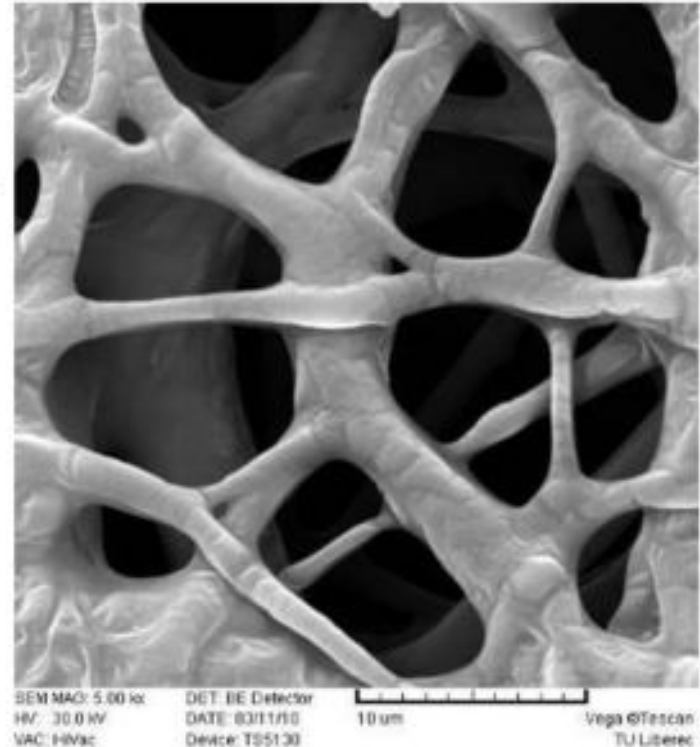


# SEM – další příklady zobrazení povrchu

PCL (Polycaprolactam) před  
plazmatickou modifikací



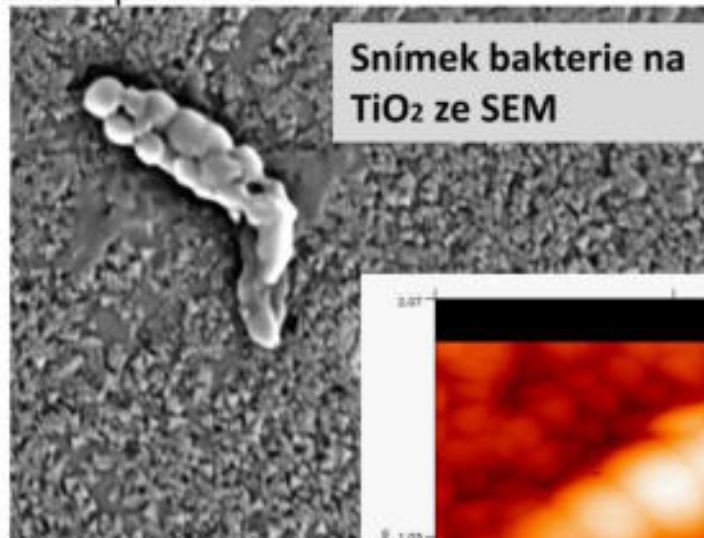
PCL po plazmatické modifikaci  
a depozici medikamentu na  
jeho povrch



# Další možnosti znázornění povrchu - AFM

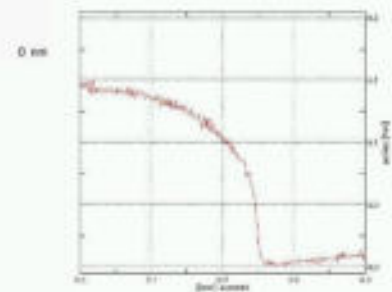
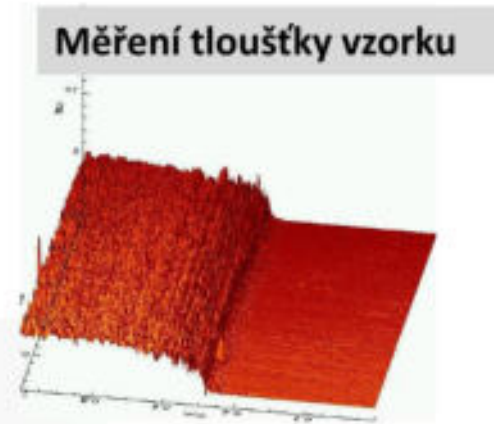
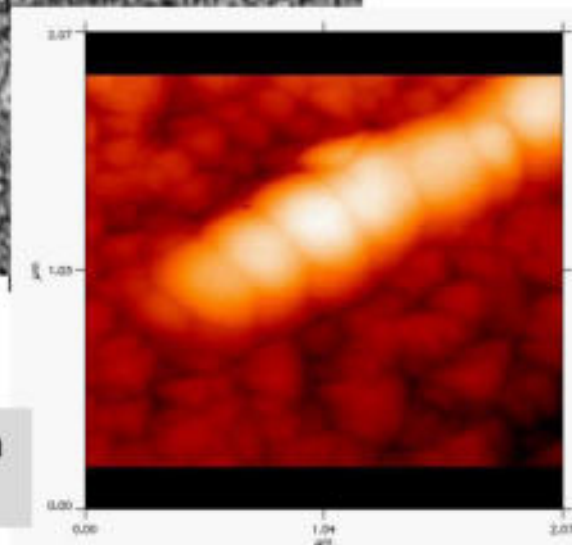
## AFM - Mikroskopie atomárních sil (Atomic force microscope)

- je založena na snímání polohy malého hrotu, který vykonává pohyb po povrchu vzorku v rastru
- princip přitažlivých a odpuzivých meziatomárních sil
- dává 3D informaci o povrchu, drsnost povrchu



SEM MAG: 49.99 kx DET: BE Detector  
HV: 30.0 kV DATE: 02/22/08  
VAC: HVac Device: TS5130

Snímek bakterie na  
TiO<sub>2</sub> z AFM

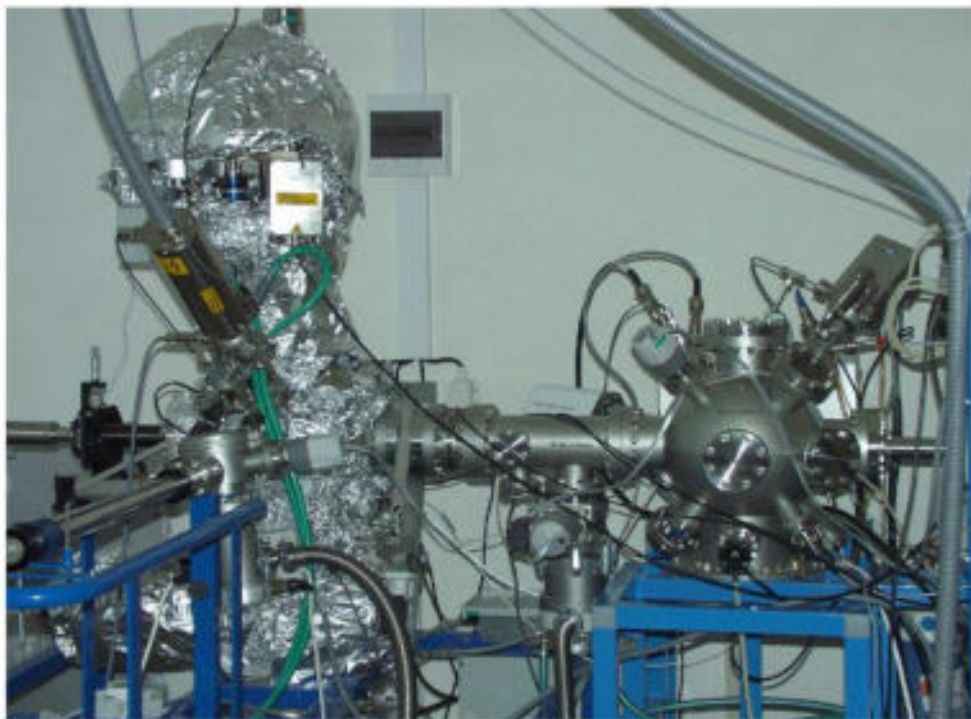




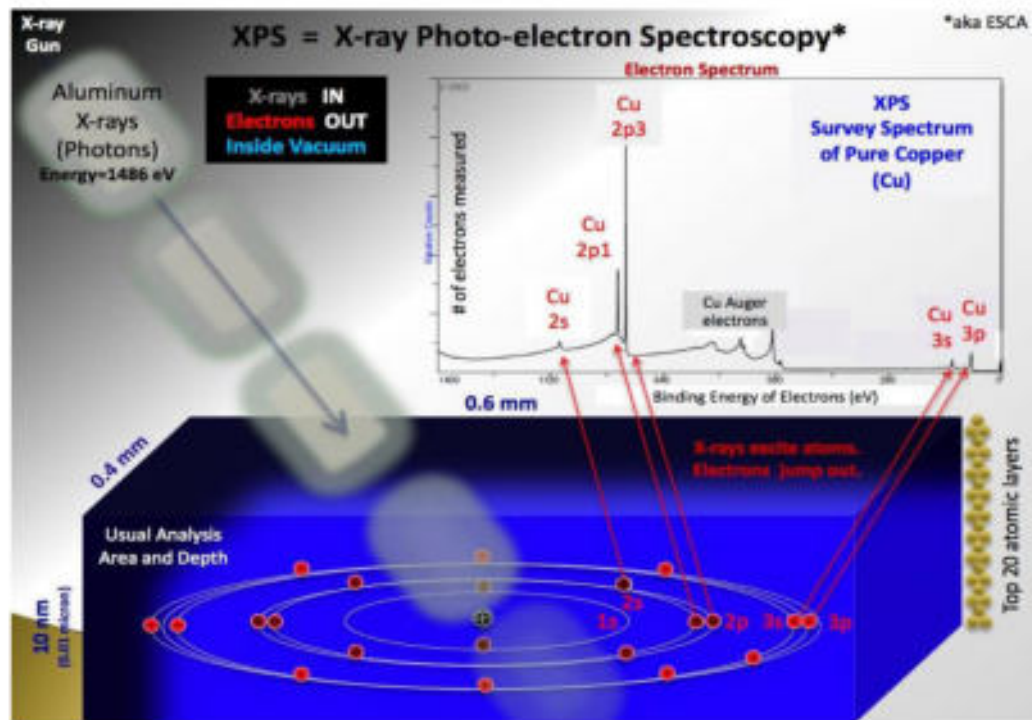
# Analýza chemického složení povrchu – XPS (= ESCA)

XPS: X-Ray Photoelectron Spectroscopy nebo také ESCA:  
Electron Spectroscopy for Chemical Analysis

Kvantitativní informace o prvkovém složení povrchu - cca 2 až 10 atomových vrstev povrchu vzorku (cca 5 – 8 (10) nm)



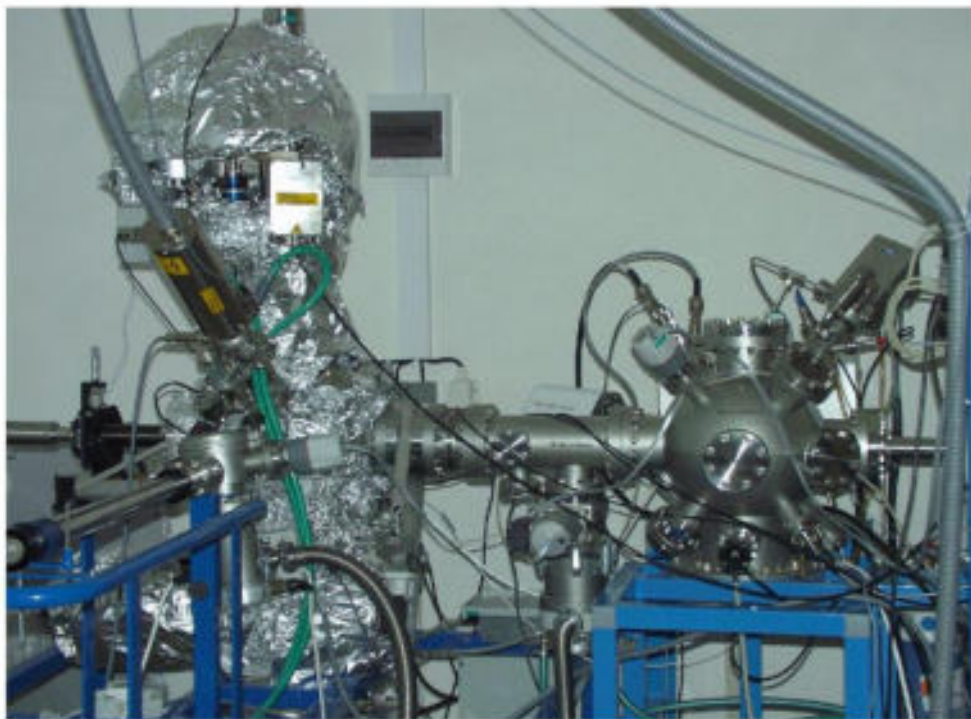
UJEP - Katedra fyziky



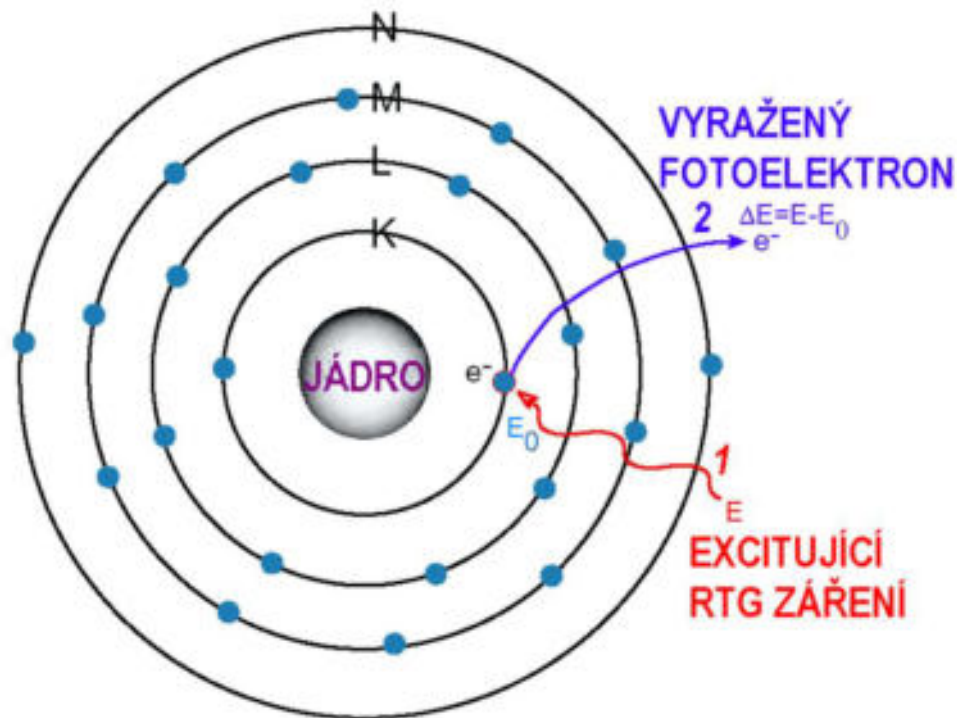
# Analýza chemického složení povrchu – XPS (= ESCA)

XPS: X-Ray Photoelectron Spectroscopy nebo také ESCA:  
Electron Spectroscopy for Chemical Analysis

Kvantitativní informace o prvkovém složení povrchu - cca 2 až 10 atomových vrstev povrchu  
vzorku (cca 5 – 8 (10) nm)



UJEP - Katedra fyziky





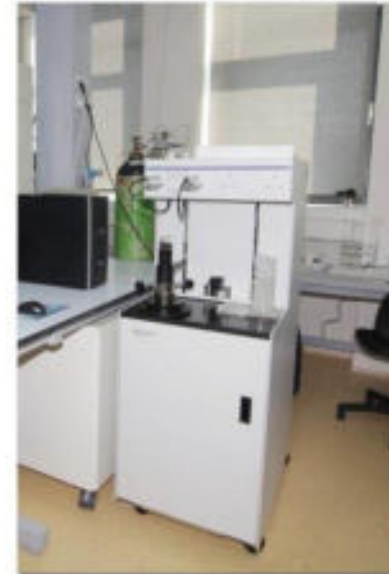
## Specifický povrch – BET - Automatický sorpční analyzátor

- měření specifických povrchů a objemů pevných látek a velikosti pórů v rozmezí 0,35 nm až 400 nm
  - fyzisorpce dusíku (od 0,1 m<sup>2</sup>/g)
  - fyzisorpce argonu (od 0,0005 m<sup>2</sup>/g)
  - Dále Kr, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>...



## Distribuce velikosti pórů – rtuťová porozimetrie

- Měření porozity struktury materiálů
- Spočívá v měření tlaku potřebného k vpravení určitého objemu rtuti do porézního prostoru testovaného materiálu.
- Zkouška umožňuje také zjistit průměrný průměr pórů a celkový měrný povrch.



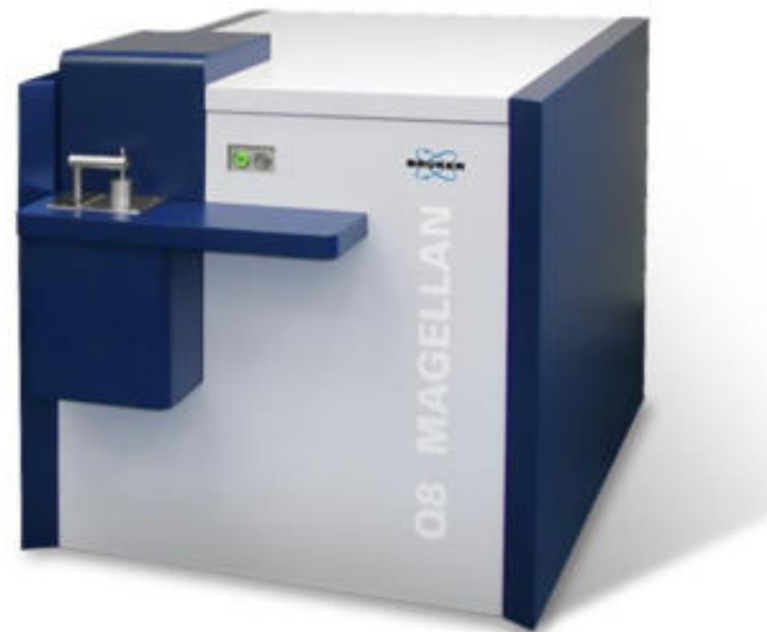


# Vlastnosti „bulku“ – chemické složení kovů

## STANOVENÍ CHEMICKÉHO SLOŽENÍ JISKROVÝM OES

umožňuje stanovení prvkového složení kovových vzorků,  
Oproti XRF umí určit **uhlík**, který je nezbytný pro oceli a litiny

**Princip:** Metoda je založena na charakterizaci záření uvolněného ze vzorku pomocí vysokonapěťové jiskry. Valenční elektrony v atomech přítomných ve vzorku jsou pomocí vysokonapěťové jiskry převedeny na vyšší energetickou hladinu, při následném přechodu elektronu zpět na základní hladinu je uvolněna energie ve formě fotonu. Získané záření je tedy složeno z fotonů různých vlnových délek, které jsou pomocí optických prvků rozděleny a následně registrovány detektorem.



Jiskrový OES Q8 Magellan (Bruker).



# Vlastnosti „bulku“ – chemické složení kovů

Příklad:  
**P265GH, 1.0425, 11416 –  
Kotlová ocel**

= Nízkouhlíková, nelegovaná ocel pro vyšší teploty – žárovevná. Materiál pro součásti kotlů a tlakových nádob, pro potrubí transportující horké kapaliny. Svařitelnost zaručena.

číslo oceli	1.0425
C [%]	0,125
Mn [%]	0,693
Si [%]	0,116
P [%]	0,009
S [%]	0,005
Cr [%]	0,020
Ni [%]	0,009
Mo [%]	< 0,001
W [%]	0,022
Cu [%]	0,012
Ti [%]	< 0,001
Al [%]	0,043
N [%]	< 0,001
hustota [kg/m <sup>3</sup> ]	7 655



Jiskrový OES Q8 Magellan (Bruker).

# Vlastnosti „bulku“ – chemické složení - XRF

## RTG FLUORESCENČNÍ ANALÝZA (XRF)

- Slouží ke stanovení prvkového složení většiny anorganických látek; pevných, práškových i kapalných vzorků na základě buzení sekundárního rentgenového záření.
- Metodou rentgenové fluorescence lze stanovit všechny prvky periodické soustavy s výjimkou plynů a prvků lehčích než fluor. Výsledkem analýzy je tabulka s procentuálními koncentracemi prvků ve vzorku.

### Princip

XRF je fyzikální metoda, při které jsou atomy analyzovaného vzorku excitovány rentgenovým zářením. Při deexcitaci vzniká, přeskokem elektronů z vyšší elektronové vrstvy na vrstvu nižší, sekundární rentgenové záření, jehož čárové spektrum vlnových délek je pro každý prvek charakteristické. Měřením vlnových délek a intenzit sekundárního Rentgenového záření je možno určit obsah chemických prvků v analyzovaném vzorku.



Vlnově disperzní fluorescenční přístroj S8 TIGER (ORLEN UniCRE)



# Vlastnosti „bulku“ – chemické složení - XRF



**XRF**  
→

značení	PE
SiO <sub>2</sub> [%]	76,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	11,1
K <sub>2</sub> O [%]	3,94
Na <sub>2</sub> O [%]	1,72
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	2,77
CaO [%]	1,65
TiO <sub>2</sub> [%]	0,45
MgO [%]	0,97
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> [%]	0,15
BaO [%]	0,11
SrO [%]	0,02
MnO [%]	0,06
ZrO <sub>2</sub> [%]	0,02
Rb <sub>2</sub> O [%]	0,01
vlhkost [%]	0,5
ztráta žiháním [%]	0,83

Chemické složení měřené pomocí XRF, ztráta sušením a žiháním kopaného písku KP



**XRF**  
→

značení	MS1	MS2	MS3
SiO <sub>2</sub> [%]	99,6	95,8	97,2
CaO [%]	0,08	0,44	0,61
SO <sub>3</sub> [%]	0,02	0,23	0,14
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	-	0,25	0,21
K <sub>2</sub> O [%]	-	0,8	0,63
MgO [%]	-	0,28	0,21
Na <sub>2</sub> O [%]	-	0,17	0,13
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> [%]	-	0,06	0,06
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	-	0,03	0,04
Cl [%]	-	0,03	0,02
MnO [%]	-	0,02	0,02
vlhkost [%]	0,12	0,54	0,46
ztráta žiháním [%]	0,31	1,88	0,79
měrný povrch [m <sup>2</sup> /g]	49,9	41,9	39,5
D <sub>10</sub> [μm]	4,6	4,1	3,52
D <sub>50</sub> [μm]	11,2	12,8	11,9
D <sub>90</sub> [μm]	30,4	28,4	27,2

Chemické složení měřené pomocí XRF, ztráta sušením, žiháním a sypná objemová hmotnost mikrosilik



# Vlastnosti „bulku“ – krystalografie - XRD

## RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ FÁZOVÁ ANALÝZA (XRD)

Stanovení fázového složení vzorků. Tato metoda je zejména využívána pro určení fázového složení surovin a komerčních produktů. Definuje téměř jakoukoli krystalickou látku.

### Princip

XRD využívá difrakce rentgenového záření na krystalech.

Difrakce monochromatického rentgenového záření na práškových krystalických materiálech se využívá k identifikaci (kvalitativní analýze), případně kvantitativní analýze **krystalických látek**, s cílem úplné strukturní analýzy.

Rentgenové záření interaguje s atomy krystalů za vzniku difrakčního interferovaného vlnění, které je detekováno, přičemž každá krystalická struktura má spektrum typické a nezaměnitelné. Intenzita vlnění je úměrná obsahu dané struktury ve vzorku.

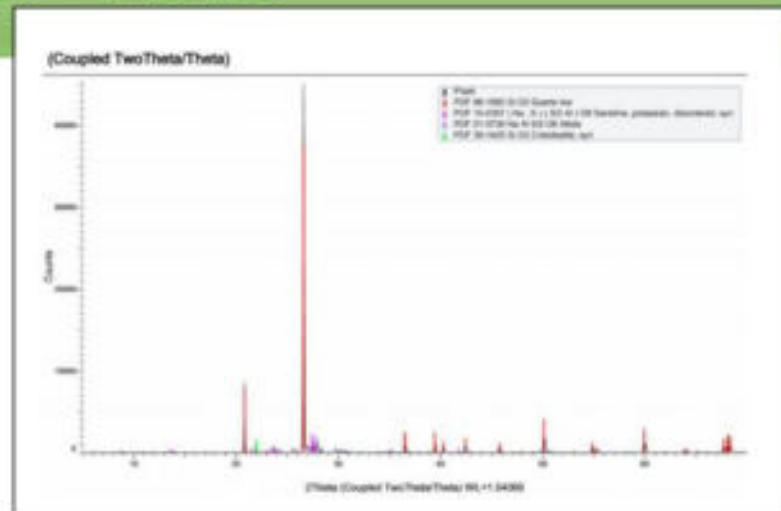


Difrakční rentgenový přístroj D8 ADVANCE ECO  
(ORLEN UniCRE)

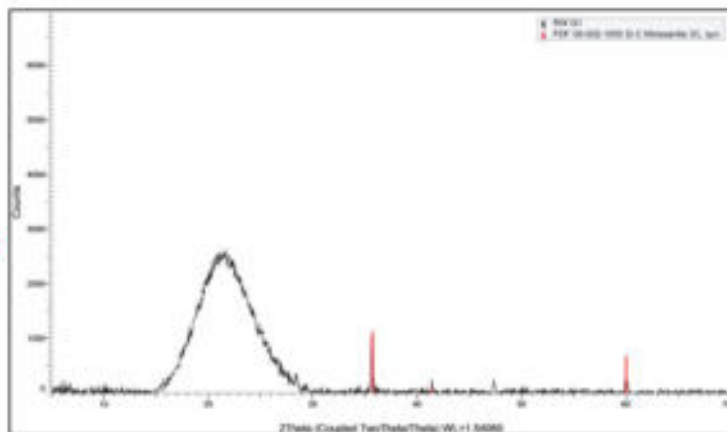
# Vlastnosti „bulku“ – krystalografie - XRD



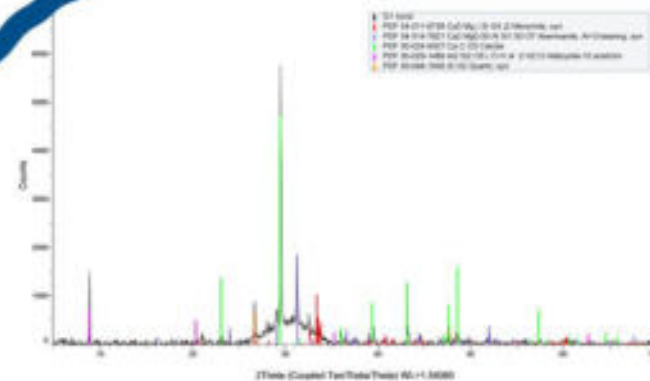
**XRD**



Krystalografické složení písku měřené pomocí XRD – hlavní krystalická struktura - křemen



Amorfní složení termální siliky s nečistotami SiC měřené pomocí XRD



Látka z více kryst.fází (struska)



# Vlastnosti „bulku“ - TERMOGRAVIMETRIE (TGA)

## TERMICKÁ ANALÝZA – TERMOGRAVIMETRIE (TGA)

- stanovení úbytku hmotnosti v závislosti na teplotě

Zkoumání materiálů, které v důsledku ohřevu mění svoji hmotnost

Charakterizace např. jílových materiálů (dehydroxylace metakaolinitu), vápence (rozklad uhličitanu vápenatého) katalyzátorů, polymerů...

### Princip

Zkouška spočívá v měření hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě jeho ohřevu. Ohřev probíhá rychlostí 10 °C/min a vzorek je před oxidací chráněn dusíkem. Možno však měřit i v oxidační atmosféře = vzduch. Maximální teplota ohřevu 1200 °C.



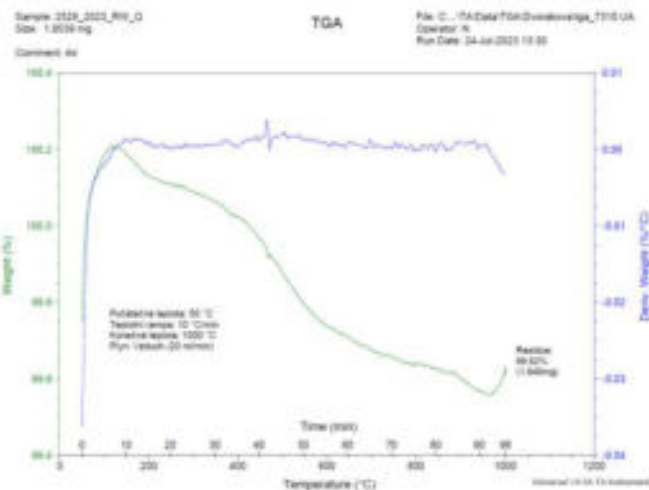
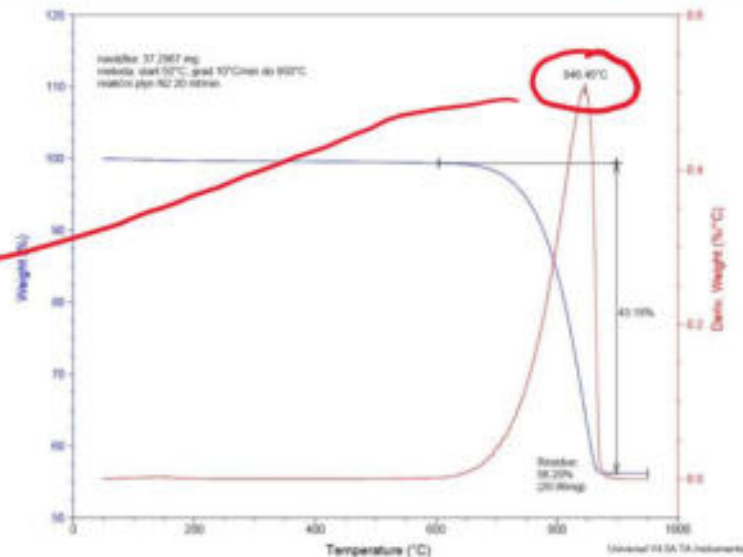
**Termogravimetrický analyzátor TA Discovery TGA (ORLEN UniCRE)**



# Vlastnosti „bulku“ – krystalografie - XRD



TGA



Krystalografické složení písku měřené pomocí XRD – hlavní krystalická struktura křemen

TGA analýza termální siliky (mikrosiliky)

# Laserová difraktografie

## LASEROVÁ DIFRAKTOGRAFIE

Určuje distribuci velikosti částic.

S klesající velikostí částic významně roste jejich povrch a tím i schopnost interakce s okolním prostředím, proto je zejména určována u práškových surovin používaných pro přípravu anorganických pojiv.

### Princip

Částice vzorku procházejí laserovým paprskem, který je na nich rozptylován. Úhel rozptylu je nepřímo úměrný velikosti částice, na níž k rozptylu dochází.



Mastersizer 2000 od firmy MALVERN, umožňujícím měřit distribuci velikosti částic v rozmezí 0,01 – 2000  $\mu\text{m}$ . (ORLEN UniCRE)

# Sítová analýza

## SÍTOVÁ ANALÝZA - GRANULOMETRIE

- pro charakterizaci zrnitosti sypkých materiálů, jejichž velikost částic neumožňuje použití laserové difraktografie.

### Princip

Gravitační třídění na sadě sít s následným zvážením jednotlivých frakcí.

### Provedení

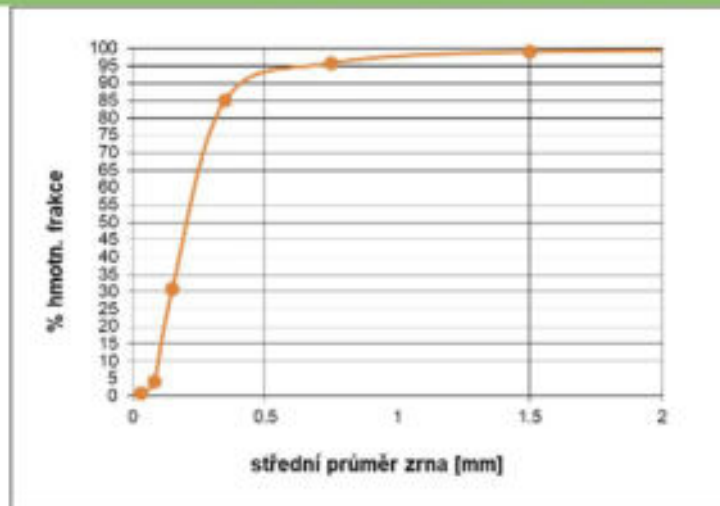
1 kg vzorku je tříděno po dobu 10 min na laboratorní sítovačce obsahující sadu sít o velikosti ok 4, 2, 1, 0,5, 0,2, 0,1, a 0,063 mm. Jsou zváženy nadsítné frakce a frakce, která propadla sítím 0,063 mm. Postup je dvakrát zopakován.



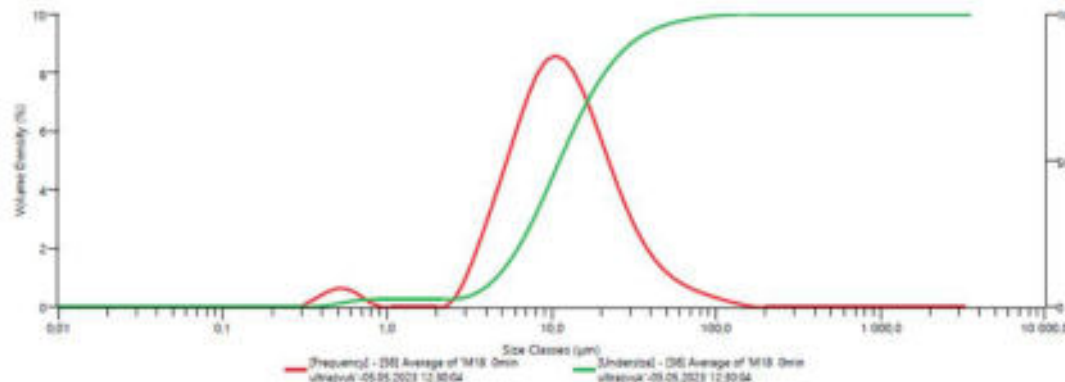
<https://ukp.vscht.cz/veda-a-vyzkum/pristroje/provozni-analyza>



# Vlastnosti „bulku“ – síťová anal. a laser.difrakt.



Síťová analýza písku



**D [4;3]** 15,6 µm  
**Dv (10)** 4,60 µm  
**Dv (50)** 11,2 µm  
**Dv (90)** 30,4 µm

Laserová distribuce velikosti částic mikrosiliky měřená laserovou diffrakcí bez působení ultrazvuku

## VLHKOST = ZTRÁTA SUŠENÍM

- Stanovuje se obsah fyzikálně vázané vody v materiálu
- Vlhkost je stanovována na základě úbytku hmotnosti vzorku při sušení.

### Provedení

Vzorek je zvážen, vysušen do konstantní hmotnosti při 105 °C (120 °C) a po vychladnutí v exikátoru je opět stanovena jeho hmotnost. Vlhkost je v procentech vyjádřený podíl úbytku hmotnosti vzorku k hmotnosti vzorku před sušením. Výsledkem je aritmetický průměr nejméně ze dvou stanovení.

## ZTRÁTA ŽÍHÁNÍM

- Zkouška ztráty žíháním při 1000 °C je používána zejména k určení chemicky vázané vody nebo oxidu uhličitého v surovinách.

### Provedení

Vysušený vzorek je žíhán při 1000 °C po dobu 1 hodiny. Ztráta žíháním je stanovena jako % podíl z rozdílu hmotností žíhaného a sušeného vzorku.

# Vlastnosti „bulku“ – ZŽ, ZS



značení	PE
SiO <sub>2</sub> [%]	76,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	11,1
K <sub>2</sub> O [%]	3,94
Na <sub>2</sub> O [%]	1,72
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	2,77
CaO [%]	1,65
TiO <sub>2</sub> [%]	0,45
MgO [%]	0,97
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> [%]	0,15
BaO [%]	0,11
SrO [%]	0,02
MnO [%]	0,06
ZrO <sub>2</sub> [%]	0,02
Rb <sub>2</sub> O [%]	0,01
vlhkost [%]	0,5
ztráta žiháním [%]	0,83

Chemické složení měřené pomocí XRF, ztráta sušením a žiháním kopaného pisku KP

vlhkost [%]

0,5

ztráta žiháním [%]

0,83

značení	MS1	MS2	MS3
SiO <sub>2</sub> [%]	99,6	95,8	97,2
CaO [%]	0,08	0,44	0,61
SO <sub>3</sub> [%]	0,02	0,23	0,14
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	-	0,25	0,21
K <sub>2</sub> O [%]	-	0,8	0,63
MgO [%]	-	0,28	0,21
Na <sub>2</sub> O [%]	-	0,17	0,13
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> [%]	-	0,06	0,06
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [%]	-	0,03	0,04
Cl [%]	-	0,03	0,02
MnO [%]	-	0,02	0,02
vlhkost [%]	0,12	0,54	0,46
ztráta žiháním [%]	0,31	1,88	0,79
měrný povrch [m <sup>2</sup> /g]	49,9	41,9	39,5
D <sub>10</sub> [μm]	4,6	4,1	3,52
D <sub>50</sub> [μm]	11,2	12,8	11,9
D <sub>90</sub> [μm]	30,4	28,4	27,2

vlhkost [%]

0,12

ztráta žiháním [%]

0,31

Chemické složení měřené pomocí XRF, ztráta sušením, žiháním a sypná objemová hmotnost mikrosilik



# Vlastnosti „bulku“ - Objemová a měrná hmotnost a celková a otevřená pórovitost

## OBJEMOVÁ A MĚRNÁ HMOTNOST A CELKOVÁ A OTEVŘENÁ PÓROVITOST

- význam u porézních materiálů

### Princip

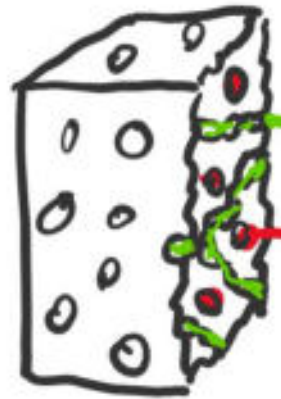
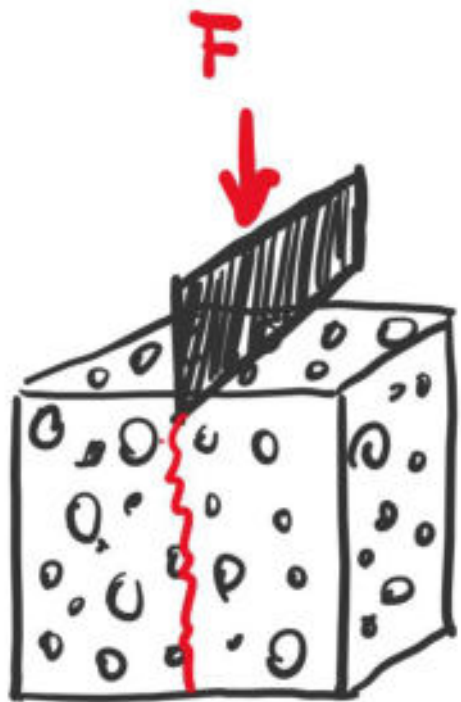
Objemová hmotnost a otevřená pórovitost jsou stanovovány vakuovým nasycením vodou a vážením ponořených zkušebních těles. Měrná hmotnost a celková pórovitost je stanovována u rozemletých zkušebních těles na základě určení jejich hmotnosti a objemu vody, která je při zkoušce vzorky vytlačena (pyknometricky).

Např. dle ČSN EN 1936; Zkušební metody přírodního kamene – Stanovení měrné a objemové hmotnosti a celkové a otevřené pórovitosti. Důvodem je dobrá zkušenost s tímto postupem získaná při předchozích výzkumných projektech a také dostupnost potřebného vybavení.



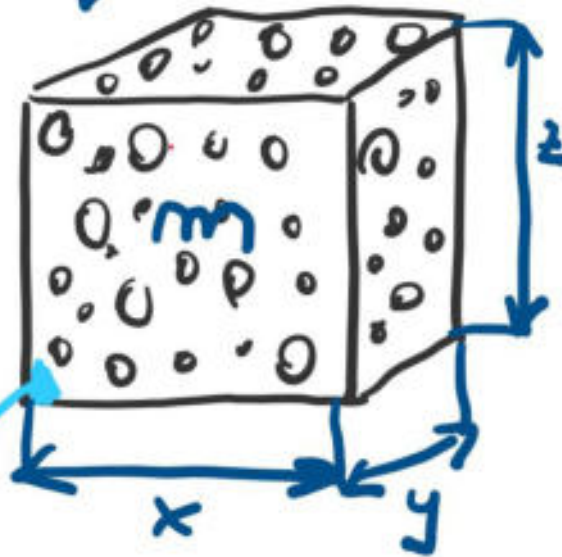
Vakuové sycení zkušebního tělesa vodou

# Vlastnosti „bulku“ - Objemová a měrná hmotnost a celková a otevřená pórovitost



uzavřená  
otevřená

objemová  
hmotnost  
 $= \frac{m}{V}$



$\rho = \frac{m}{V}$  = NEPORÉZNI hustota  
MATERIÁLY = měrná hmotnost =

bez pórů!

# Vlastnosti „bulku“ - nasákavost

## NASÁKAVOST VODOU ZA ATMOSFÉRICKÉHO TLAKU

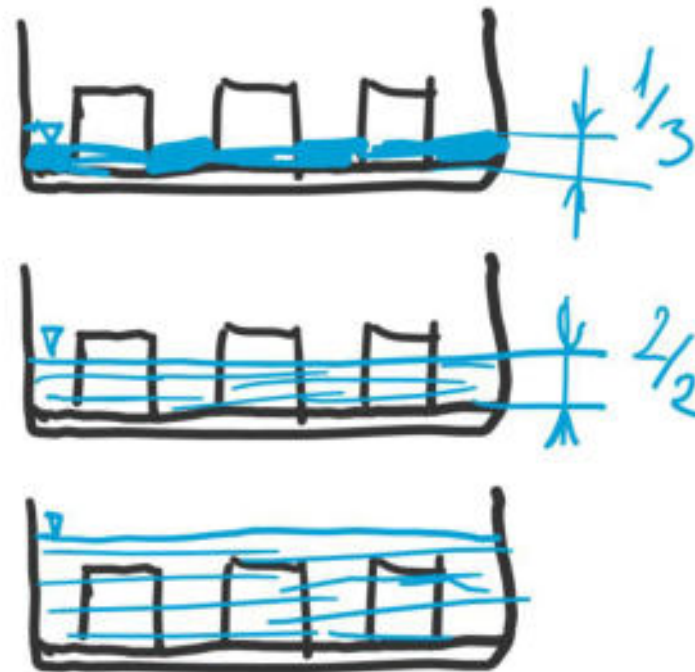
Schopnost nasákání vody pevnými materiály

### Princip

= stanovení hmotnosti vysušeného, nebo vyžíhaného zkušebního tělesa a zkušebního tělesa nasáklého vodou za předepsaných podmínek.

### Provedení

Nasákavost vodou za atmosférického tlaku je v procentech vyjádřený podíl přírůstku hmotnosti tělesa v důsledku nasákání k hmotnosti vysušeného tělesa. Rozdíl mezi hmotnostmi suchého tělesa před a po ukončení nasákání reprezentuje materiál vyluhovaný vodou v průběhu zkoušky.





# Vlastnosti „bulku“ – ICP - OES

## OPTICKÁ EMISNÍ SPEKTROMETRIE S INDUKČNĚ VÁZANOU PLAZMOU ICP-OES

umožňuje analyzovat téměř všechny prvky periodické tabulky,  **které je možno převést do roztoku s citlivostí od jednotek ppb po stovky ppm.**

Roztok analytického vzorku je zmlžen a spolu s argonem převeden na plasma. Při deexcitaci přítomných atomů se emituje světlo, které rozděleno na monochromátoru a dále detekováno.

### **Použití**

- Stanovení obsahu stopových i významných koncentrací jednotlivých prvků v analyzovaném vzorku



ICP-OES, Perkin Elmer (UJEP, ORELN UniCRE)

# Vlastnosti „bulku“ – žáruvzdornost

## ŽÁROVÁ MIKROSKOPIE A ŽÁROVZDORNOST

stanovení žáruvzdornosti a teploty tání

### Princip

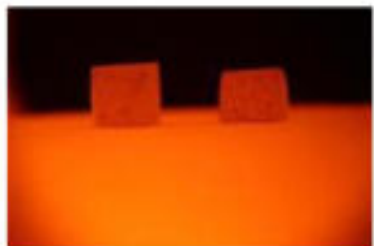
Zkoušky spočívají v pozorování deformace zkušebních těles exponovaných předepsaným způsobem vysoké teplotě. U žáruvzdornosti se deformace zkušebních těles porovnává s deformací referenčních tělísek s definovanou žáruvzdorností (žároměrek).

1100 °C

1250 °C

1500 °C

1600 °C



Žárový mikroskop CLASIC VAK 0116  
(ORLEN UniCRE)

# Vlastnosti „bulku“ - CT

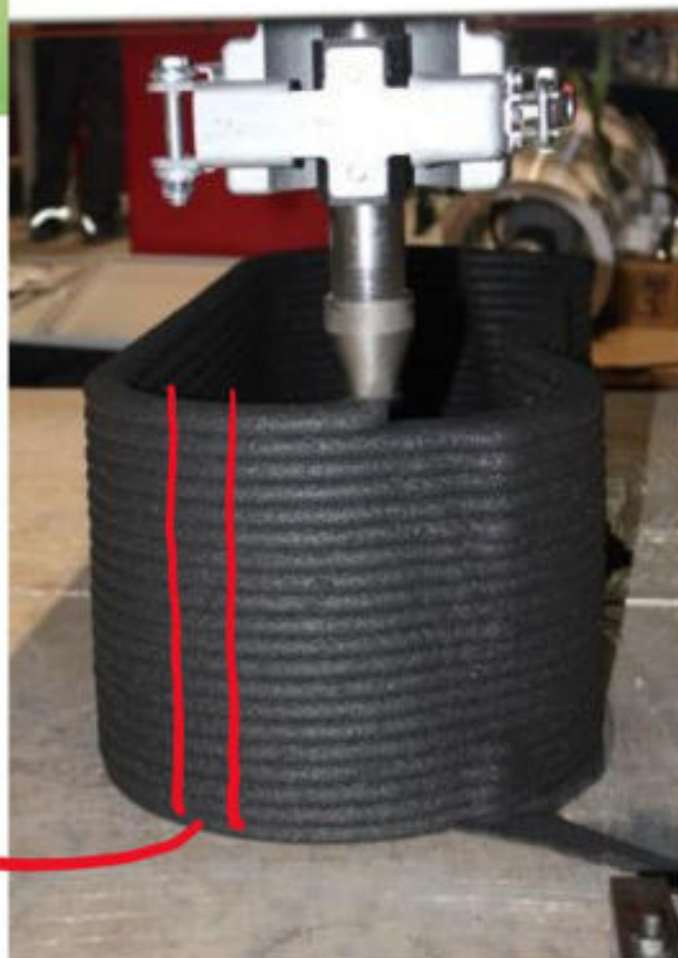
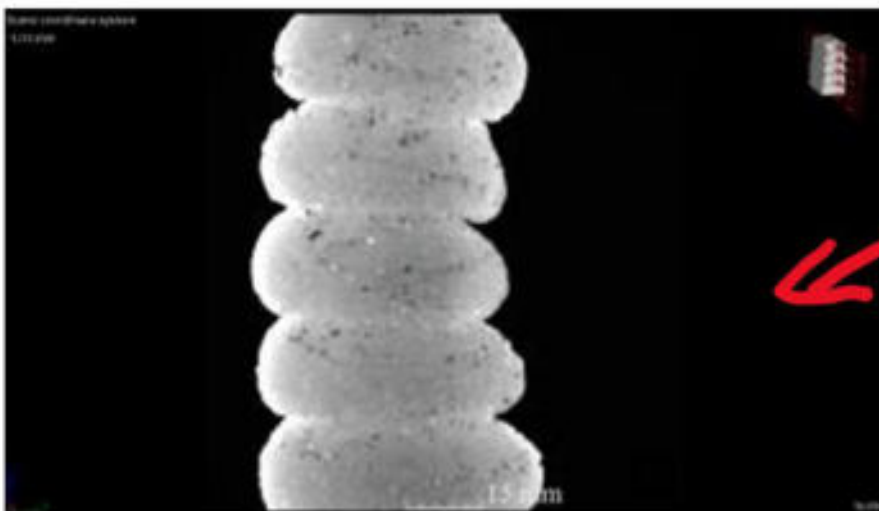
## POČÍTAČOVÁ TOMOGRAFIE – CT

- k nedestruktivní charakterizaci vnitřní struktury pevných materiálů.

### Princip

vytvoření série 2D rentgenových snímků, které jsou následně matematicky rekonstruovány pomocí softwaru do formy řezů.

Při skenování materiálů se snímaný objekt otáčí během skenování kolem své osy, zdroj RTG záření i detektor jsou umístěny na pevno.



CT pomocí Mikrotomografu Diondo d2 s transmisní trubicí, který je schopen snímat při rozlišení až 2  $\mu\text{m}$



# Vlastnosti „bulku“ - MRAZUVZDORNOST

## MRAZUVZDORNOST

- **Mrazuvzdornost** je vlastnost materiálů, které nasákají vodu, odolát střídavému zmrazování a rozmrazování.

### Provedení

- Zkouška spočívá v cyklickém zmrazování zkušebních těles nasáklých vodou a jejich rozmrazování ve vodě - do určeného maximálního počtu cyklů, standardně 50 cyklů.
- Hodnocena je změna vzhledu zkušebních těles, případně úbytek jejich hmotnosti nebo změna jejich vlastností v důsledku účinku zmrazovacích a rozmrazovacích cyklů.



# Příklad – jaké analýzy vhodné?

## Výběr analýz

POVRCH

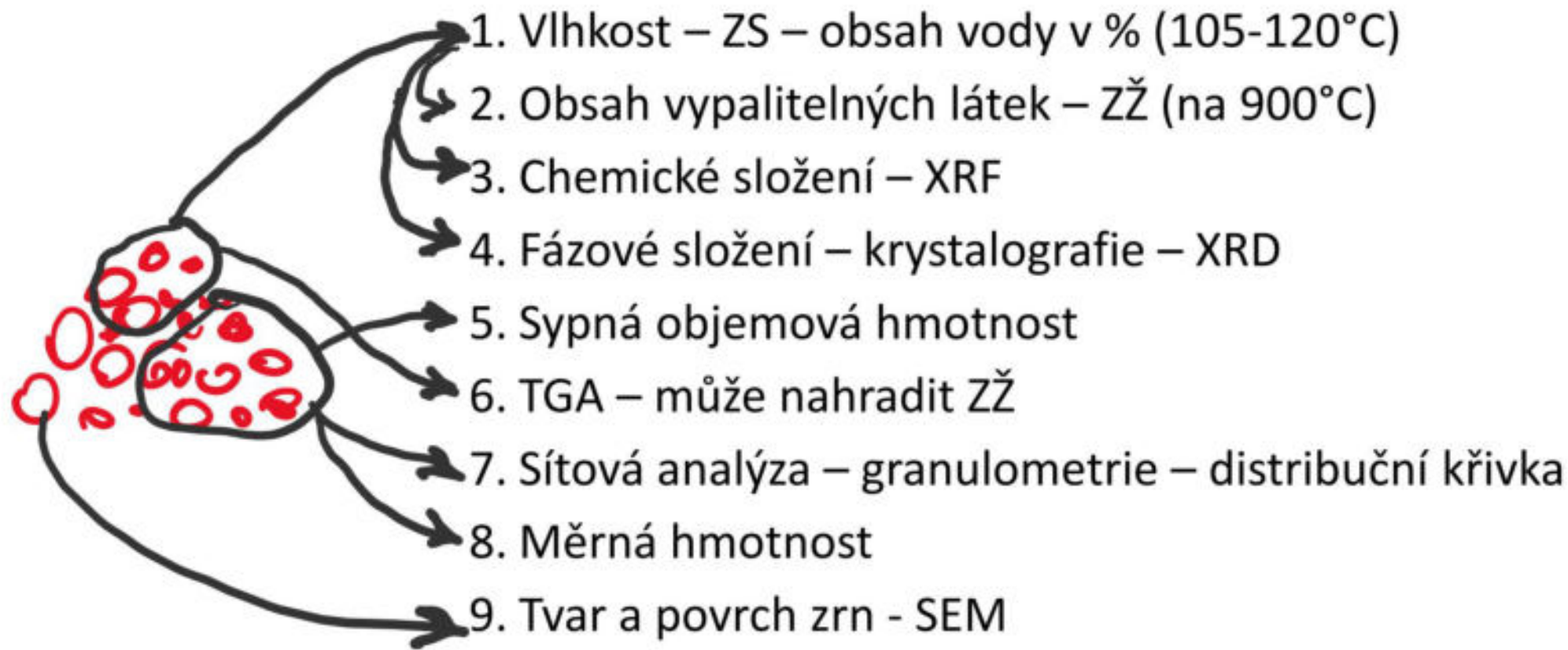
1. Optická mikroskopie
2. SEM/EDS
3. AFM
4. XPS (ESCA)
5. BET
6. Hg porozimetrie

BULK

7. Jiskrový OES
8. XRF
9. XRD
10. TGA

11. Laserová difraktografie
12. Síťová analýza
13. ZS, ZŽ
14. Objemová hmotnost, sypná objemová hmotnost
15. Otevřená, uzavřená, celková pórovitost
16. Nasákavost
17. ICP-OES
18. Žáruvzdornost
19. CT
20. Mrazuvzdornost

# Příklad – sypká neznámá hmota s větší zrnitostí





# Příklad – sypká neznámá hmota **velmi jemná**



# Příklad – pevná kovová součást s povrchovou úpravou



1. Chemické složení povlaku – XPS, SEM/EDS
2. Chemické složení dříku (substrátu) jiskrový OES
3. Vzhled povrchu - SEM
4. Drsnost povrchu - AFM
5. Specifický (měrný) povrch – BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
6. CT – možno zobrazit vady uvnitř
7. Optická mikroskopie – tepelné ovlivnění – změna struktury

# Příklad – pevný porézní materiál



1. Vlhkost – ZS – obsah vody v % (105-120°C)
2. Obsah vypalitelných látek – ZŽ (na 900°C)
3. Chemické složení – XRF
4. Fázové složení – krystalografie – XRD
5. TGA – může nahradit ZŽ
6. Objemová hmotnost, měrná hmotnost = hustota (=bez pórů)
7. Otevřená, uzavřená a celková pórovitost
8. Nasákavost
9. Vzhled povrchu – SEM
10. Rtuťová porozimetrie
11. Specifický (měrný) povrch – BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
12. CT – možno zobrazit póry uvnitř
13. Žáruvzdornost
14. Mrazuvzdornost



DĚKUJI ZA POZORNOST