

# Studentská vědecká konference 2004

## Sekce: ANORGANICKÉ NEKOVOVÉ MATERIÁLY II

Ústav skla a keramiky, 26.11.2004

Zahájení v 9:00 hodin, budova A, posluchárna A02

Komise (ústav 105):

Doc. Ing. Martin Maryška, CSc. - předseda

Ing. Miroslav Rada, CSc. - organizační tajemník

Doc. Ing. Jaroslav Kutzendörfer, CSc.

Dr. Dipl.-Min. Willi Pabst

Doc. Ing. Stanislav Kasa, CSc.

Přihlášeno: 9 účastníků

- Lukáš Brázda:** *Příprava bioaktivních vrstev na Ti-slitině určené pro kostní implantáty*
- Jiří Duchoslav:** *Vrstvy s obsahem Ag připravené metodou sol - gel*
- Stanislava Janáková:** *Ag<sup>+</sup> planární vlnovody v substrátech obsahujících Er<sup>3+</sup> a Yb<sup>3+</sup>*
- Petra Kinclová:** *Vápenné malty modifikované polymery - studium pomocí SEM*
- František Lahodný:** *Skla pro fotoniku dopovaná Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*
- Anna Svobodová:** *Systém analýzy cementářského slínku - vybrané metody*
- Silvie Švarcová:** *Protonově vodivá organicko-anorganická skla*
- Martina Virágová:** *Studium vlhkostní roztažnosti keramického střepu*
- Jitka Zimová:** *Mechanické vlastnosti keramiky na bázi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZrO<sub>2</sub>*

**Program:**

**8:45** *vyvěšení posterů*

**9:00** *zahájení (posluchárna A02)*

**9:15** *představení u posterů (prostory Ústavu skla a keramiky - 5 minut na jednu práci)*

**10:15** *diskuse u posterů*

**11:15** *zasedání komisí*

**12:15** *vyhlášení výsledků (posluchárna A02)*

## **Příprava bioaktivních vrstev na Ti-slitině určené pro kostní implantáty**

Autor: Lukáš Brázda  
Ročník: 4.  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Doc. Ing. Aleš Helebrant, CSc.  
Konzultanti: Ing. Helena Hradecká, Ing. Renata Horváthová

Bioaktivní skelné a sklokeramické materiály mohou po implantaci do živého organismu vytvářet přímou vazbu s kostní tkání prostřednictvím tvorby fosforečnanů vápenatých, zejména hydroxyapatitu v prostředí tělních tekutin. Jejich použití je však omezeno v případech, kdy je implantát mechanicky zatěžován. Oproti tomu kovové implantáty (např. Ti a jeho slitiny) se vyznačují dobrými mechanickými vlastnostmi, ale jako bioinertní materiály nevytvářejí přímou vazbu s kostí. Snahou je proto vytvořit na Ti-slutinách bioaktivní povrch a sloučit tak jejich dobré mechanické vlastnosti s bioaktivními vlastnostmi vytvořené vrstvy. Předložená práce navazuje na práce zabývající se úpravou povrchu Ti-slutin loužením ve vápenato-fosforečných roztocích s různým poměrem Ca/P iontů. Vzhledem k údajům v literatuře, kdy je uváděna primární úloha Ca iontů v počátku precipitace vrstvy, byla v této práci použita postupná expozice vzorků z Ti-slitin (Ti-6Al-4V) nejprve ve vápenatém roztoku (1-3 dny, výchozí pH upraveno na 2,5-4,5) a následně v roztoku fosforečnanu (1 den) s cílem vytvořit na povrchu vzorku tenkou vrstvu vápenatých fosforečnanů. Byl sledován vliv délky expozice a pH výchozích vápenatých roztoků na rychlost růstu vápenato-fosforečných vrstev na povrchu vzorku a na poměr Ca/P ve vytvořených vrstvách. V loužicích roztocích byla sledována změna koncentrace vápenatých resp. fosforečnanových iontů pomocí metody AAS resp. spektrofotometricky, povrch vzorků byl hodnocen optickým a elektronovým mikroskopem s EDS mikroanalýzou.

## **Vrstvy s obsahem Ag připravené metodou sol - gel**

Autor: Jiří Duchoslav  
Ročník: 4.  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Ing. Helena Hradecká, Prof. Ing. Josef Matoušek, CSc.

Stříbrné vrstvy připravené metodou sol-gel mohou nacházet uplatnění v praxi nejen jako vrstvy barevné, ale předmětem výzkumu se stávají např. i jejich antibakteriální a fotokatalytické účinky či schopnosti zlepšovat optické a elektrické vlastnosti substrátů. Cílem předložené práce bylo ověřit postupy přípravy barevných Ag vrstev pomocí metody sol-gel na 2 typech skleněného substrátu. Jako prekurzor byl použit tetraethoxysilan (TEOS), jehož hydrolýza probíhala v prostředí organického rozpouštědla s kyselým katalyzátorem ( $\text{HNO}_3$ ), zdrojem Ag byl vodný roztok  $\text{AgNO}_3$  o různé koncentraci. Vrstva byla nanášena na sklo metodou dip-coating a následně sušena a vypalována v peci. Modifikací postupu uvedeného v literatuře a optimalizací podmínek přípravy (doby odležení solu, rychlosti potahování skel, teploty a doby výpalu) byly získány homogenní žluté vrstvy o různé intenzitě zbarvení. Kvalita vrstev byla sledována vizuálně a pomocí optického mikroskopu, barevnost vrstev byla hodnocena spektrofotometricky.

## Ag<sup>+</sup> planární vlnovody v substrátech obsahujících Er<sup>3+</sup> a Yb<sup>3+</sup>

Autor: Stanislava Janáková  
Ročník: 4.  
Ústav skla a keramiky, Ústav anorganické chemie  
Školitel: RNDr. J. Špírková, Ing. L. Salavcová

Práce se zabývá přípravou aktivních optických vrstev v silikátových sklech obsahujících ionty vzácných zemin, které by mohly sloužit jako optické zesilovače či vlnovodné lasery. Planární optické vlnovody byly připraveny iontovou výměnou Ag<sup>+</sup> ↔ Na<sup>+</sup>. Pro zajištění aktivní funkce vlnovodu je v tomto případě využita emise Er<sup>3+</sup> iontů na 1,5 μm. Použité materiály mají relativně vysoký obsah Er<sup>3+</sup> iontů a proměnlivý obsah iontů Yb<sup>3+</sup> (0 až 15 hm.%). U těchto nově navržených skel byl především sledován účinek yterbia na aktivní vlastnosti připraveného vlnovodu, tj. předpokládané rozšíření absorpčního pásu v okolí 980nm (zvýšení efektivity čerpání) a následné zvýšení intenzity emise. Zároveň byly porovnány vlastnosti vlnovodů v substrátech obsahujících Er<sup>3+</sup> a Yb<sup>3+</sup> se substráty, jež obsahují pouze Er<sup>3+</sup> ionty. Snahou bylo také nalézt vhodné podmínky pro přípravu málovidových vlnovodů v nových substrátech a zjistit jak různý obsah vzácných zemin v substrátech ovlivní jejich propustnost pro vyměňované ionty. Měření absorpčních a luminiscenčních spekter (FZÚ AV ČR) prokázala výrazné rozšíření čerpacího pásu blízko 980 nm i ovlivnění výsledné emise u skel s přísadkou yterbia.

## Vápenné malty modifikované polymery – studium pomocí SEM

Autor: Petra Kinclová  
Ročník: 5.  
Ústav skla a keramiky, Ústav chemické technologie restaurování památek  
Školitel: Doc. RNDr. Ondřej Gedeon, Ph.D.  
Konzultant: Ing. Kateřina Doubravová, Ph.D.

Vápenné malty se používají především na objekty spadající pod památkovou péči z důvodu historické autentičnosti. Vykazují však špatné mechanické vlastnosti a krátkou životnost. Modifikace polymery výrazně zlepšuje vlastnosti vápenných malt, a to především pevnosti v tlaku a ohybu, odolnost vůči mrazovému poškození a odolnost vůči krystalizaci solí. Mechanismus působení polymerů ve vápenných maltách však dosud nebyl objasněn. Práce zabývající se mechanismem působení polymeru v cementových maltách se přiklánějí k čistě fyzikálnímu působení polymeru na mikrostrukturu a zanedbávají chemickou podstatu.

Tato práce je zaměřena na změny mikrostruktury způsobené polymerem ve vápenných maltách. Pro srovnání se použilo více druhů komerčně dostupných polymerních redispergovatelných prášků. Obsah polymeru vzhledem k pojivu byl zvolen u všech druhů mezi 5 až 7,5 %hm., a to z důvodu nejlepších naměřených mechanických vlastností při tomto zastoupení. Navíc byl připraven vzorek s 30-ti % procenty polymeru, u kterého se očekávaly dobře viditelné změny struktury.

Snímky ze SEM prokázaly výrazný strukturní vliv pouze při 30-ti % zastoupení. Byla pozorována kompaktnější struktura a především přemostění mikrotrhlinek mikrovláknami. Společným rysem pro modifikované vzorky byl poměrně hojný výskyt hexagonálních destiček, které byly identifikovány jako dobře vyvinuté krystalky Ca(OH)<sub>2</sub>, což poukazuje na nedokončenou karbonataci.

## Skla pro fotoniku dopovaná $\text{Er}_2\text{O}_3$ a $\text{Yb}_2\text{O}_3$

Autor: František Lahodný  
Ročník: 5.  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Dr. Ing. Martin Míka

Cílem práce je vývoj nových optických skel pro použití v integrovaných optických systémech a dalších optických segmentech jako jsou např. vlnovody a zesilovače optického signálu. Za účelem přípravy aktivních optických vlnodů byla již prostudována celá řada různých skel. Velkým problémem u těchto skel obsahujících erbium je mnohdy špatná kvantová účinnost způsobená nedokonalým přenosem budící energie na atomy aktivního prvku, čímž se mnohdy významně snižuje velikost populace úspěšně excitovaných fotonů. Lepšího transferu excitační energie na  $\text{Er}^{3+}$  bez navýšení výkonu budícího laseru lze dosáhnout přidáním dopujícího "partnera", který snáze přejímá energii a tu pak efektivně předává iontům  $\text{Er}^{3+}$ . K tomuto účelu nejlépe slouží trojmocné ionty yterbia dopované současně s  $\text{Er}^{3+}$  do hostitelského materiálu. Tato práce se zabývá přípravou křemičitých skel dopovaných ionty erbia a yterbia, vykazujících vlastnosti laserově aktivního prostředí. Hledáno je optimální složení skla, především pak vzájemný poměr  $\text{Er}^{3+}/\text{Yb}^{3+}$ . Vychází se z požadavků nízkých ztrát optického signálu ve vlastním aktivním komponentu, vysoký zisk při zesílení, dostatečnou šířku pásma v oblasti  $1,5 \mu\text{m}$  a dostatečnou dobu života emise. V laboratorní peci byla připravena řada sodnohliníto-křemičitých skel s rozdílným obsahem dopujících kationů. Z odlitků byly připraveny vzorky s povrchem o vysoké optické kvalitě a byla změřeny optické parametry připravených skel.

## System analýzy cementářského slínku – vybrané metody

Autor: Anna Svobodová  
Ročník: 5  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Doc. RNDr. František Škvára, DrSc.

Analýza slínku je nedílnou součástí kontroly při výrobě portlandského cementu. V současné době se při pálení slínku využívá ve stále větším rozsahu alternativních paliv, která ovlivňují proces pálení a vnášejí do něj další příměsi, především těžké kovy. Tyto vlivy se pak mohou projevit v chemickém i mineralogickém složení cementářského slínku, což vyžaduje inovaci současného systému analýzy slínku. Je třeba vyvinout systém zahrnující nové vlivy a schopný pracovat v reálném čase. V této práci je navrhováno využití některých metod pro rozšíření systému hodnocení cementářského slínku. RTG fluorescenční analýzou je sledováno celkové chemické složení slínku s důrazem na zastoupení těžkých kovů. RTG difrakční prášková analýza je používána ke kvalitativnímu i kvantitativnímu stanovení (Rietveldova analýza) jednotlivých modifikací slínkových minerálů. K oběma vyhodnocením RTG difrakčních spekter je využíván program High Score X'Pert Plus. Pro stanovení lokalizace určitých těžkých kovů v určitých slínkových minerálech se prověřuje možnost využití elektronové mikroskopie.

Těžké kovy ve slínku mohou mít vliv nejen na výslednou kvalitu cementu, ale i na zdraví lidí s cementem pracujících. Z tohoto důvodu se zavádí nové hygienické normy a zpřesňují se metody stanovení vyluhovatelnosti některých těžkých kovů z cementu. Proto je součástí této práce i vývoj metodiky pro stanovení vyluhovatelnosti  $\text{Cr}^{\text{VI}}$  z cementu.

System hodnocení cementářského slínku bude využit při sledování vlivů procesních parametrů na složení cementářských slínků české provenience. Projekt je podporován Svazem výrobců cementu ČR.

## **Protonově vodivá organicko-anorganická skla**

Autor: Silvie Švarcová  
Ročník: 4.  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Dr.Ing. Martin Míka

Nově vyvíjená hybridní organicko-anorganická protonově vodivá skla jsou slibným materiálem pro membrány ve středně teplotních  $H_2/O_2$  palivových článcích. Palivové články představují nový efektivní a ekologický zdroj elektrické energie. Jsou to vysoce účinná elektrochemická zařízení, neboť převádějí chemickou energii reakce přímo na elektrickou energii bez potřeby mechanické části. Odpadním produktem procesu je voda. Nejdůležitějším parametrem vyvíjených organicko-anorganických membrán je elektrická vodivost. Pro určení elektrické vodivosti byla použita metoda impedanční spektroskopie umožňující rozlišení impedance objemové fáze membrány a impedance rozhraní membrána-elektroda. Impedance byla měřena dvoubodovou metodou s Pt – elektrodami v závislosti na frekvenci (1MHz–10mHz) a teplotě (20-120°C). Měření byla prováděna při relativní vlhkosti vzduchu v laboratoři 35-45%. Interpretace získaných impedančních spekter byla prováděna s využitím náhradních obvodů, jejichž parametry byly určeny komplexní analýzou, což umožnilo přesné stanovení odporu membrány. Připravené membrány vykazují vysokou protonovou vodivost (jednotky S/m) i za nízkých hodnot relativní vlhkosti, tzn. nemusí být neustále udržovány v hydratovaném stavu.

## **Studium vlhkostní roztažnosti keramického střepu**

Autor: Martina Virágová  
Ročník: 5  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Ing. Jana Andertová, CSc., Doc. Ing. Vladimír Hanykýř, DrSc.

Při výpalu keramické směsi pro pórovinové obkládačky s relativně vysokým obsahem jílových surovin probíhají v jílových minerálech procesy vedoucí ke změně jejich složení a postupné ztrátě původní krystalické struktury. Výsledkem těchto reakcí mohou být stabilní krystalické minerály. V podmínkách rychlovýpalu však vedle těchto minerálů je ve střepu relativně vysoký obsah nezareagovaných nekystalických fází, jež se vyznačují sníženou odolností proti působení vlhkosti. Dochází k jejich postupné rehydrataci spojené s nevratným zvětšením objemu střepu. Tento proces je určitým projevem stárnutí těchto střepů. Nevratná vlhkostní roztažnost je důležitou vlastností pórovitých keramických materiálů zejména pórovinových obkládaček, protože dodatečné zvětšení objemu střepu může vyvolat nežádoucí napětí ve vrstvě glazury vedoucí až k jejímu trhlinkování. Je proto nezbytné tuto vlastnost sledovat a regulovat.

V práci byla studována vlhkostní roztažnost střepu na několika vzorcích jednožárových pórovinových obkládaček tuzemské současné produkce. Byly hodnoceny základní vlastnosti vypáleného střepu a porovnáno mineralogické a chemické složení. Metoda pro stanovení vlhkostní roztažnosti keramiky byla doplněna termickou analýzou a RTG difrakční analýzou.

## Mechanické vlastnosti keramiky na bázi $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$

Autor: Jitka Zimová  
Ročník: 4  
Ústav skla a keramiky  
Školitel: Ing. Jana Andertová, CSc.  
Konzultant: Ing. Miroslav Liška

K perspektivním keramickým materiálům se řadí tzv. transformačně zpevněná keramika na bázi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  –  $\text{ZrO}_2$  označovaná jako ZTA keramika (Zirconia Toughened Alumina). Hlavní předností těchto materiálů jsou špičkové mechanické vlastnosti (vysoké hodnoty pevnosti, odolnost proti korozi atd.), proto nachází uplatnění v mnoha inženýrských aplikacích.

Práce se zabývá studiem mechanických vlastností směsné oxidové keramiky na bázi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{ZrO}_2$  (s obsahem cca 90 % hm.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Základem experimentu je hodnocení vlivu přídavku barvicích oxidů (niklu, kobaltu, manganu) na vybrané mechanické vlastnosti těchto materiálů – tvrdost podle Vickerse, pevnost v ohybu, odolnost proti otryskávání abrazivními materiály atd. Součástí práce je studium creepového chování (deformace keramických materiálů při působení konstantního napětí za izotermních podmínek) studovaných materiálů při pokojové teplotě a při teplotě 1200° C.