

Studentská vědecká konference 2005

Sekce: ANORGANICKÁ CHEMIE

Ústav anorganické chemie, 25.11.2005

Zahájení v 9:00 hodin, budova A, posluchárna A 40

Komise:

Doc. RNDr. Josef Stejskal, CSc. – předseda – Ústav anorganické chemie VŠCHT Praha

josef.stejskal@vscht.cz

Ing. Pavlína Třešňáková, Ph.D. – organizační tajemník – Ústav anorganické chemie VŠCHT Praha

pavlina.tresnakova@vscht.cz

Ing. Irena Hoskovcová, CSc. – Ústav anorganické chemie VŠCHT Praha

irena.hoskovcova@vscht.cz

prom. chem. Ivan Jirka, CSc. – Fyzikální ústav J. Heyrovského AVČR,

ivan.jirka@jh-inst.cas.cz

Mgr. Petr Holzhauser – Ústav anorganické technologie VŠCHT Praha

petr.holzhauser@vscht.cz

Doc. Dr. Ing. Jaromír Plešek, CSc. – Ústav anorganické chemie AVČR

Řež u Prahy, plesek@iic.cas.cz

Prof. Ing. Tomáš Wágner, CSc. – Katedra obecné a anorganické chemie, Univerzita Pardubice

tomas.wagner@upce.cz

Ing. Jan Čejka, Ph.D. – Ústav chemie pevných látek VŠCHT

jan.cejka@vscht.cz

čestný host: Ing. Pavel Valenta, AUSTIN DETONATOR, s.r.o. VSETÍN,

Pavel.valenta@austin.cz

Sponzoři: AUSTIN DETONATOR, s.r.o. VSETÍN
PRECHEZA a. s., PŘEROV

Přihlášeno: 10 účastníků, 10 prací

Vliv zárodků na rychlost vzniku rutilu

Autor: Petra Čermáková
Ročník: 5.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: Ing. Zlatko Šrank, CSc.
Ing. Libor Mastný, CSc.

Titanová běloba je bílý anorganický pigment s dobrou kryvostí a barvivostí. Vyšší odolnost vůči povětrnostním vlivům vykazuje oxid titaničitý v modifikaci rutil než v modifikaci anatas.

Obě krystalografické modifikace se vyrábí tepelným zpracováním amorfního hydratovaného gelu oxidu titaničitého, který se připravuje řízenou hydrolyzou roztoku síranu titanylu. Při teplotě cca 550°C vzniká látka s mikrokrytalickou strukturou odpovídající anatasu. Při dosažení teploty cca 880°C vzniká materiál s dobrými pigmentovými vlastnostmi a dobře vyvinutou krystalickou mřížkou typu anatas. Vysokoteplotní modifikaci rutil je možno připravit buď při vyšší teplotě (tento materiál již nemá pigmentové vlastnosti) nebo při stejné teplotě za přítomnosti tzv. rutilových zárodků.

Cílem předložené studie bylo sledování vlivu výše uvedených zárodků na rychlost vzniku rutilu v průběhu tepelného zpracování hydratovaného gelu oxidu titaničitého. V rámci experimentální části byly různými způsoby připraveny zárodky. Připravené zárodky byly v různém množství aplikovány do hydratovaného gelu.

Aktivita a množství rutilových zárodků včetně jejich homogenního rozptýlení v gelu jsou velmi důležitým parametrem pro přípravu titanových bělob rutilového typu o dobrých pigmentových vlastnostech.

Fotokatalytické vlastnosti materiálů na bázi oxidů wolframu připravených plasmovou depozicí

Autor: Jiří Domlátil
Ročník: 5.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: Doc. Vratislav Flemr
Školitel specialista: Doc. Vlastimil Brožek

Již dlouhou dobu jsou známy fotokatalytické vlastnosti oxidických polovodičů. Tyto látky při dopadu záření změní vlivem excitace elektronu do vodivostního pásu oxidoredukční potenciál a jsou schopny katalyzovat oxidaci nejrůznějších organických látek nebo rozklad takových látek, jako je voda. Mezi materiály s těmito vlastnostmi patří i oxid wolframový. Jednou z překážek bránících jejich širokému použití je vlnová délka absorbovaného záření vyvolávající fotokatalytické účinky. Leží v oblasti ultrafialového záření, které je silně absorbováno vyššími vrstvami atmosféry.

Cílem naší práce je připravit takové materiály na bázi oxidů wolframu, které jsou schopny efektivní fotokatalýzy při dopadajícím záření ve viditelné oblasti.

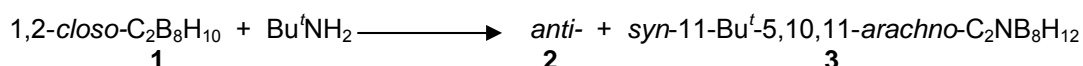
K přípravě testovaných materiálů je používán plasmový nástřík a k testování fotoaktivity jednoduchá semikvantitativní metoda barevných změn, vyvinutá původně pro účely testování fotoaktivity oxidu titaničitého.

Práce by měla přispět k vývoji nových materiálů s fotokatalytickými vlastnostmi a pomoci tak najít fotokatalytickým materiálům místo na výsluní vědeckého a technologického pokroku jednadvacátého století.

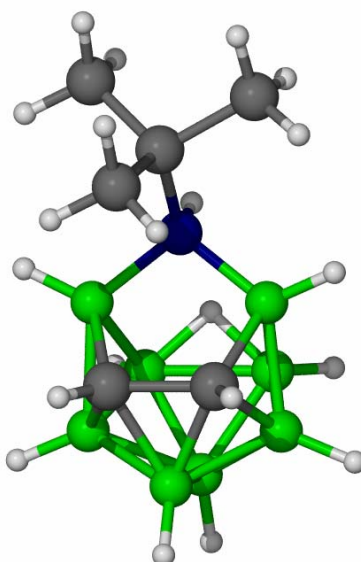
AZADIKARBORAN *arachno*-11,5,10-NC₂B₈H₁₃ A JEHO DERIVÁTY

Autor: Radim Dostál
Ročník: 4.
Ústav: Ústav polymerů
Ústav anorganické chemie AV ČR, Řež
Školitel: Ing. Zbyněk Janoušek Ph.D.

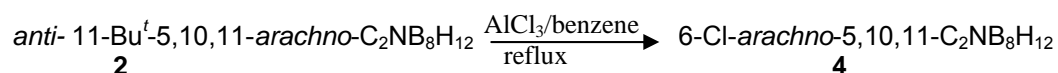
Před několika lety byla publikována¹ reakce Bu^tNH₂ s *closo*-1,2-C₂B₈H₁₀ (1) vedoucí ke směsi dvou izomerů, *anti*- (2) a *syn*-11-Bu^t-*arachno*-5,10,11-C₂NB₈H₁₂ (3) v poměru 10:1.



Nám se nyní podařilo získat rentgenovou strukturu *anti*-isomeru 2, která byla intuitivně navržena na základě stérických předpokladů a následně potvrzena dvoj-dimenzionální [¹¹B-¹B] a [¹H-¹H] NMR spektroskopii, kombinovanou s ¹H-¹¹B(selektivní) NMR spektroskopii.



Tato reakce je příkladem přímého přechodu z *closo*- do *arachno*- struktury a je typická pro primární a sekundární amíny, jak jsme zjistili reakcí *closo*-karboranu 1 s CH₃NH₂ a Et₂NH. Předmětem našeho dalšího zájmu bylo získání matečného azadikarboranu *arachno*-11,5,10-NC₂B₈H₁₃ a halogenderivátů sloučeniny 2 a to jak substitucí nukleofilní, tak i elektrofilní. Jeden z chlorderivátů 4 byl izolován ve velkém výtěžku reakcí a jeho struktura potvrzena rentgenovou difrakcí:



Odkazy:

1. Janoušek, Z.; Fusek, J.; Štíbr, B. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1992**, 2694

Sledování vlivu fotokatalyzátoru na tepelnou a světelnou stabilitu polymerní matrice

Jméno: Martin Hlavsa
Ročník: 5.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: ing. Libor Mastný, CSc.
ing. Zlatko Šrank, CSc.

Oxid titaničitý (TiO_2), bílý anorganický pigment je používán především při výrobě nátěrových hmot, tiskařských barviv, papíru a výrobků z plastů. V současnosti se perspektivním stává také obor fotokatalýzy s využitím nepigmentového oxidu titaničitého, který by mohl významnou měrou přispět ke zlepšení životního prostředí.

Ke katalytickým procesům lze využít ultrajemný oxid titaničitý (Degussa P-25). Podle velikosti částic je možné ho zařadit do v současné době stále populárnějšího oboru nanotechnologií. Pro některé aplikace je nutné zakotvit ultrajemný katalyzátor do matrice. Vlivem fotokatalyticky aktivního oxidu titaničitého může však dojít při tepelném a světelném namáhání k degradaci této matrice.

V práci byl fotokatalyticky aktivní vzorek Degussa P-25 zapracován v různých koncentracích do neměkčených stabilizovaných směsí PVC. Následně byly tyto vzorky podrobeny tepelné a světelné expozici. Míra degradace polymerní matrice byla sledována na základě měření barevných změn folií PVC při jejich tepelném (180°C) a světelném (360nm) namáhání, podle množství odštěpujícího se chlorovodíku v průběhu degradace směsí a jejich zbytkové tepelné stability po ozáření.

Vliv velikosti částic prekurzorů na vlastnosti supravodivé fáze Bi-2223

Autor: Eva Májová
Ročník: 4.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: Doc. Ing. Olga Smrčková, CSc.

Vlastnosti supravodivých materiálů jsou závislé jak na složení tak na struktuře. Vzhledem k tomu, že závislost vlastností supravodiče Bi – Sr – Ca – Cu – O na složení se již mnohokrát studovala, byla pozornost věnována struktuře a jejímu vlivu na vlastnosti materiálu. Cílem práce bylo zjistit, jak se změní elektrické vlastnosti (kritická teplota, kritická proudová hustota), budou-li na přípravu standardů stechiometrického složení $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2,5}\text{Cu}_{3,5}\text{O}_x$ (tzv. fáze Bi-2223, $T_c = 110$ K) použity práškový Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO s rozdílnou velikostí částic. Předpokladem pro práci bylo zvýšení kompaktnosti materiálu, což by mělo ovlivnit transportní vlastnosti supravodiče.

Změny velikosti částic se docílilo dvěma způsoby mletí v mlýnku s rotačním nožem. Ze zvolených prekurzorů byly připraveny vzorky supravodiče standardní reakcí v pevné fázi (technologický postup: mletí 5 minut, 1. kalcinace 24 hodin při teplotě 800°C , mletí 5 minut, 2. kalcinace při teplotě 800°C po dobu 24 hodin, mletí 5 minut, lisování tablet 5 minut při tlaku 800 MPa a slinování tablet při teplotě 840°C po dobu 168 hodin). U takto připravených vzorků byly měřeny teplotní závislosti kritické proudové hustoty a elektrického odporu, fázové složení bylo určeno pomocí RTG fázové analýzy.

Z výsledků měření vyplývá, že změna velikosti částic nemá výrazný vliv na hodnoty kritických teplot vzorků. Se zmenšující se velikostí částic CuO , Bi_2O_3 a CaCO_3 roste hodnota kritické proudové hustoty.

Příprava tenkých optických vrstev obsahujících Er^{3+} a Cu^+

Autor: Hana Malichová
Ročník: 4.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: Ing. Pavlína Třešňáková, Ph.D.

Jedním z velmi perspektivních možností použití tenkých vrstev ve skleněných podložkách jsou aktivní optické vlnovody pracující v oblasti viditelného optického záření. Jednou z nejzajímavějších možností jejich přípravy je použití iontů Cu^+ , které mají charakteristickou fotoluminiscenci v modrozelené oblasti spektra. V této práci byl řešen problém přípravy tenkých optických vrstev obsahujících Er^{3+} a měď v oxidačním stavu I, která by měla zajistit dvě základní funkce fotonické struktury: a) aktivní funkci (silná modrozelená luminiscence a emise při 1550 nm), b) pasivní funkci (zvýšení indexu lomu a vnik vlnovodu). Experimentální vzorky byly připravovány termickými iontovými výměnami z tavenin obsahujících mědné soli do povrchu silikátových skel. Základním problémem řešeným v této části projektu bylo studium možnosti difúze Cu^+ do silikátových skel dotovaných erbiem, která jsou podstatně méně propustná pro difundující ionty (ve srovnání s odpovídajícími nedotovanými skly); a potlačení oxidace Cu^+ na Cu^{2+} . Vlastnosti připravených vzorků byly měřeny následujícími metodami: EPR (přítomnost Cu^{2+}), fotoluminiscenční spektra ve viditelné oblasti (přítomnost a koordinace Cu^+), vidová spektroskopie (vlnovodné vlastnosti) a SEM (složení povrchových vrstev).

Optika pro rtg-teleskopy

Autor: Jaroslav PROKOP
Ročník: 5.
Ústav: Ústav anorganická chemie
Školitel: Doc. Ing. Vratislav Flemr, CSc.

Budoucnost RTG-astronomie je ve velkých RTG-teleskopech. Tyto RTG-teleskopy jsou složeny z mnoha zrcadlových segmentů. Na tuto optiku jsou klady mimořádné nároky z hlediska kvality povrchu. Nové a inovované technologie jsou vyvíjeny. Jsou hledány vhodné a ekonomicky výhodné materiály.

Cílem této práce je navrhnout vhodnou technologii pro přípravu segmentových zrcadel. Jako vhodná metoda pro přípravu těchto zrcadel se ukázala metoda tepelného formování (TF) Si destiček/folií. Klíčové parametry pro TF jsou teplota formování a doba formování. Optimální podmínky pro TF jsou hledány pomocí dvou teplotních režimů. První režim je pro hledání optimální teploty při konstantní době formování a druhý režim je pro hledání optimální doby formování pro danou teplotu. Byla sledována kvalita povrchu (např. drsnost) Si destiček/folií před i po tepelném formování.

Studie možnosti využití komplexních sloučenin obsahujících Er^{3+} pro přípravu tenkých optických vrstev ve skleněných substrátech

Autor: Stanislav Rubáš
Ročník: 4.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: Ing. Pavlína Třešňáková, Ph.D.

Planární zesilovače a vlnovodné lasery jako součástky pro šíření, ovládání a zesilování vedeného optického záření jsou v současné době v popředí zájmu mnoha výzkumných pracovišť. Pro optimální funkci takové optické aktivní struktury je žádoucí, aby byl laserově aktivní prvek přítomen pouze ve funkční oblasti součástky, v našem případě ve vlnovodné oblasti. V této práci byl studován nový způsob přípravy optických vrstev využívající difúzi erbitých iontů do substrátů z porézního silikátového skla. Dotace byla prováděna při laboratorní teplotě difúzí z nevodného roztoku obsahujícího erbitou koordinační sloučeninu, následně byly připravené vzorky sintrovány při vyšší teplotě pro dosažení homogenního povrchu. Pro toto studium byly navrženy a syntetizovány komplexní sloučeniny erbia neobsahující hydroxylové skupiny, které by významným způsobem zkracovaly doby života excitovaných stavů dopantu. Po dotaci byly skleněné vzorky naleštěny a charakterizovány řadou metod se zaměřením na složení připravených optických vrstev a na jejich spektroskopické vlastnosti. Získané výsledky jsou diskutovány z hlediska konkrétních experimentálních postupů a složení jednotlivých komplexů a jejich vlivu na intenzitu a šířku (FWHM) emisního pásu v oblasti 1530 nm. Nejlepších výsledků bylo dosaženo s použitím komplexu tris(8-hydroxychinolin)erbitého.

Studium vícestupňové iontové výměny u planárních optických vlnovodů za účelem jejich ponoření

Autor: Blanka Švecová
Ročník: 5.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: RNDr. J. Špírková, Ing. L. Salavcová

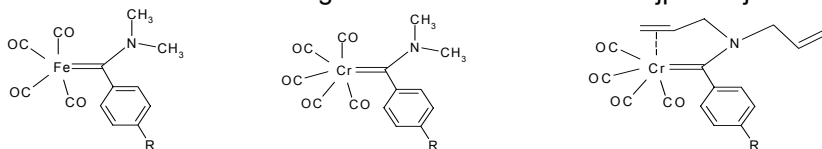
Nežádoucím jevem u optických vlnovodů jsou jejich optické ztráty (útlum). Útlum se projeví poklesem intenzity vedeného optického záření. U planárních vlnovodů připravených iontovou výměnou $K^+ \Leftrightarrow Na^+$ ve skle, jsou ztráty vedeného záření způsobeny především rozptylem záření na fázovém rozhraní vlnovod – vzduch. Pro přípravu nízkoztrátového vlnovodu tedy potřebujeme eliminovat nerovnosti na povrchu vzorku. Ačkoli naše vzorky jsou naleštěny na optickou kvalitu, z mikroskopického hlediska není povrch nikdy dokonalý. Proto je výhodné použít například ponoření vlnovodné vrstvy pod povrch vzorku. To znamená, že se na povrchu vzorku vytvoří další vrstva s odlišným chemickým složením, která oddělí původní (vlnovodnou) vrstvu od povrchu. V prvním kroku byly připraveny opticky aktivní vrstvy, a to iontovou výměnou K^+ (tavenina) $\Leftrightarrow Na^+$ (sklo). Potom byla provedena druhá iontová výměna $X^+ \Leftrightarrow K^+$ ($X^+ = Na^+, H^+, Li^+$) tak, aby na povrchu vznikla nová vrstva. Cílem této práce bylo sledovat vliv druhé iontové výměny na chemické a optické vlastnosti vlnovodné vrstvy. Chemické složení povrchových vrstev bylo stanoveno analýzou SEM, koncentrace lehkých prvků byla stanovena nukleárními analytickými metodami. Optické vlastnosti byly měřeny vidovou spektroskopií při 671 nm. Nejlepších výsledků bylo zatím dosaženo, pokud tavenina v případě druhé iontové výměny obsahovala pouze $NaNO_3$.

Srovnání metod experimentálního stanovení energie hraničních orbitalů aminokarbenových komplexů Cr, W a Fe

Jméno: Radka Zvěřinová
Ročník: 3.
Ústav: Ústav anorganické chemie
Školitel: Ing. Irena Hoskovcová, CSc.

Byla studována skupina komplexů železa, wolframu a chromu v oxidačních stavech 0, nesoucích substituované aminokarbenové ligandy, z nichž některé mají na postranním řetězci dvojnou vazbu schopnou tvorby chelátu, vždy doplněné ligandy karbonylovými.

Cílem bylo srovnat dvě experimentální metody - elektrochemii a UV-VIS spektroskopii - při stanovení energie hraničních orbitalů těchto koordinačních sloučenin. Hodnoty $\Delta E(\text{HOMO-LUMO})$, odpovídající $\Delta E(\text{ox,red})$, zjištěné elektrochemicky¹, byly přepočteny na cm^{-1} a nm a srovnány s UV-VIS spektry. U elektrochemických dat je dobře patrný vliv substituentu na karbenovém ligandu i vliv počtu karbonylových ligandů. Trend, který vykazují hodnoty $\Delta E(\text{ox,red})$ zjištěné elektrochemicky, by se měl odrážet i v UV-VIS spektrech. Ale pro příliš složitý charakter UV-VIS spekter z nich není možné dostatečně spolehlivě odečíst hodnotu energie nejnižšího d-d přechodu. Z toho vyplývá, že pro určování hodnot těchto energií zůstává elektrochemie nejpřesnější metodou.



Literatura:¹ Hoskovcová I., Roháčová J., Meca L., Tobrman T., Dvořák D., Ludvík J., *Electrochimica Acta* 50 (2005) 4911