

POUŽITIE RASTROVACEJ ELEKTRÓNOVEJ MIKROSKOPIE PRI ŠTÚDIU SILIKÁTOVÝCH MATERIÁLOV

Kozánková J.

Oddelenie keramiky, skla a cementu ÚAČHTM FCHPT STU, Bratislava

Úvod

Elektrónová mikroskopia umožňuje získať veľmi cenné informácie v rôznych vedných oblastiach. Je dôležitá aj pre štúdium silikátových materiálov tak vo výskume ako aj charakterizácii technologických procesov, pri hodnotení vstupných surovín a ich technologických úprav v procese výroby. Hodnotením kvality výrobkov a hľadaním súvislostí pri riešení problémov vo výrobnom procese získavame jej prostredníctvom veľmi cenné informácie pri hľadaní príčin ich vzniku. Dôležitý je fakt, že môžeme sledovať materiály priamo (resp. vybrané časti z materiálov), bez deštruktívnych zmien tak, ako sa vo výrobe používajú, alebo ako z výrobného procesu vychádzajú.

Experimentálna časť a metódy

Z dvoch oborov elektrónovej mikroskopie, ktorými sú transmisná elektrónová mikroskopia (TEM) a rastrovacia elektrónová mikroskopia (REM), sa na OKSC ÚAČHTM zameriavame na REM. Starší typ mikroskopu REM TESLA BRNO BS 300 (z roku 1985) bol v roku 1999 inovovaný dokúpením digitálnej jednotky TESCAN s programom WinTIP v 3.1., ktorý umožňuje priame načítanie obrázkov z REM v digitálnej forme ako aj ich spracovanie a vyhodnotenie základných parametrov. Konštrukcia prístroja vyžaduje, aby boli vzorky suché, neobsahovali prchavé zložky, aby pri interakcii s elektrónovým lúčom nedochádzalo ku vzniku arteficiálnych štruktúr, čo by viedlo k mylnej interpretácii obrázkov pozorovanej mikroštruktúry. Napr. v prípade kompozitných materiálov, v ktorých je jednou z prítomných fáz polymér, môže dochádzať k mäknutiu polyméru, prípadne až k jeho rozkladu za vzniku splodín

uhlíka, čo môže viesť k výraznému zhoršeniu tvorby obrazu v mikroskope (astigmatizmus). Ďalšou dôležitou časťou prípravy materiálu je vodivá úprava povrchu nevodivého preparátu (silikátové materiály) v naprašovacej aparátúre BALZERS SCD 050 tenkou vrstvou Au. Zariadenie sme na oddelenie zakúpili v roku 1990. REM TESLA BS 300 umožňuje získať obrazovú informáciu o materiáloch v oblasti zväčšení cca 50x až 20.000x. Veľkou výhodou REM je priestorové zobrazenie preparátu vzhľadom na veľkú hĺbku ostrosti pri porovnaní s bežným svetelným mikroskopom. Vzorky v REM môžeme pripraviť a sledovať ako:

- práškové materiály – veľkosť a morfológia základných častíc, ich zhlukov, suspenzie po vysušení, Si – úlety, popolčeky...
- kryštalické látky – samostatné kryštály a ich zrastlice
- vláknité materiály, napr. azbest, sklené vlákna...
- celistvé materiály - sklo, keramika, sklokeramika, kompozitné materiály
- tenké povlaky – ich povrch a hrúbka, glazúry, smalty...

V základe sa môžeme zamerať na dva typy charakterizácie materiálov resp. hotových výrobkov:

- povrch - z hľadiska kvality povrchu výrobku alebo z hľadiska jeho korózie
- lomová plocha materiálov – z hľadiska kompaktnosti matrice, pórovitosti, vrstvenia, zmien v textúre, výskyt nehomogenít a defektných štruktúr

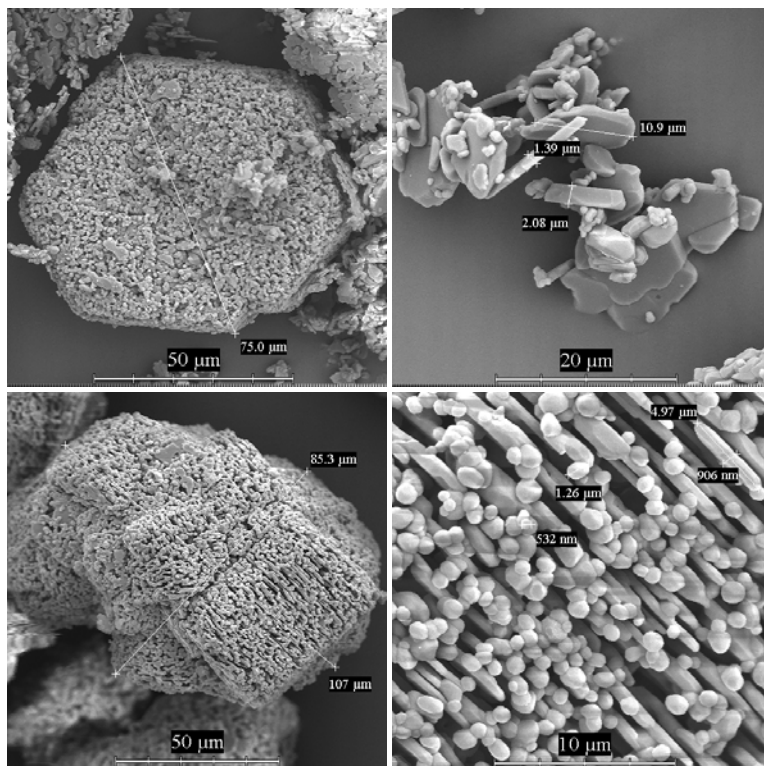
V REM môžeme sledovať:

- závislosť medzi veľkosťou a morfológiou častíc vstupnej suroviny a výslednou mikroštruktúrou hotového výrobku
- vplyv teploty spekania na výslednú mikroštruktúru hotového keramického výrobku
- proces hydratácie v cementových materiáloch
- mikroštruktúru kompozitných materiálov: napr. polymérne materiály s anorganickými plnivami, plasty vystužené sklenými vláknami, cementové kompozitné materiály armované sklenými vláknami

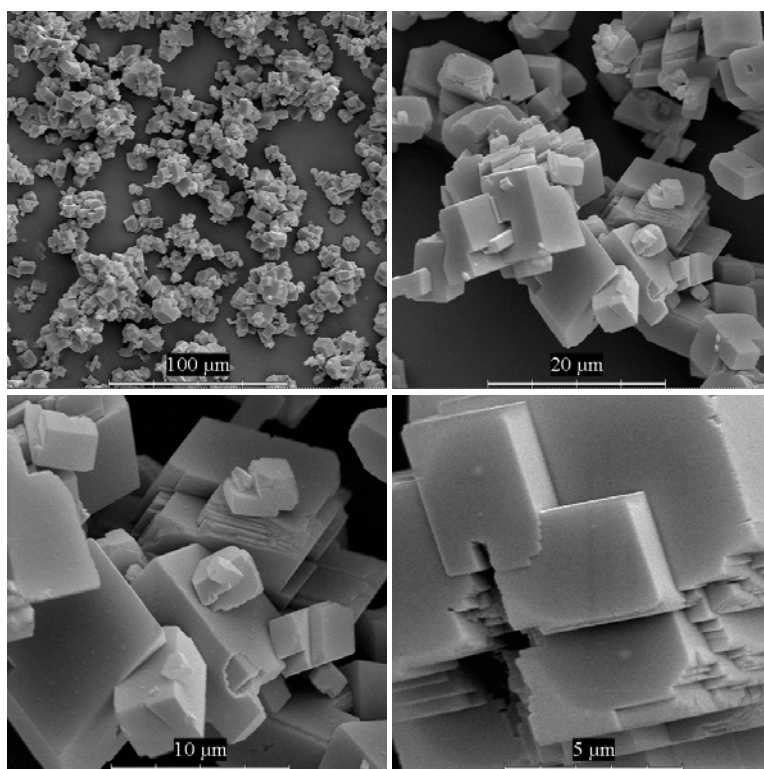
Výsledky a diskusia

Z oblasti riešenia výskumných úloh a spolupráce s výrobcami v obore silikátovej chémie nasleduje niekoľko príkladov štúdia mikroštruktúry silikátových materiálov:

Práškové a kryštalické látky



Obr. 1. Mikroštruktúra vstupných surovín - práškových vzoriek Al_2O_3 používaných pri výrobe elektroporcelánu.

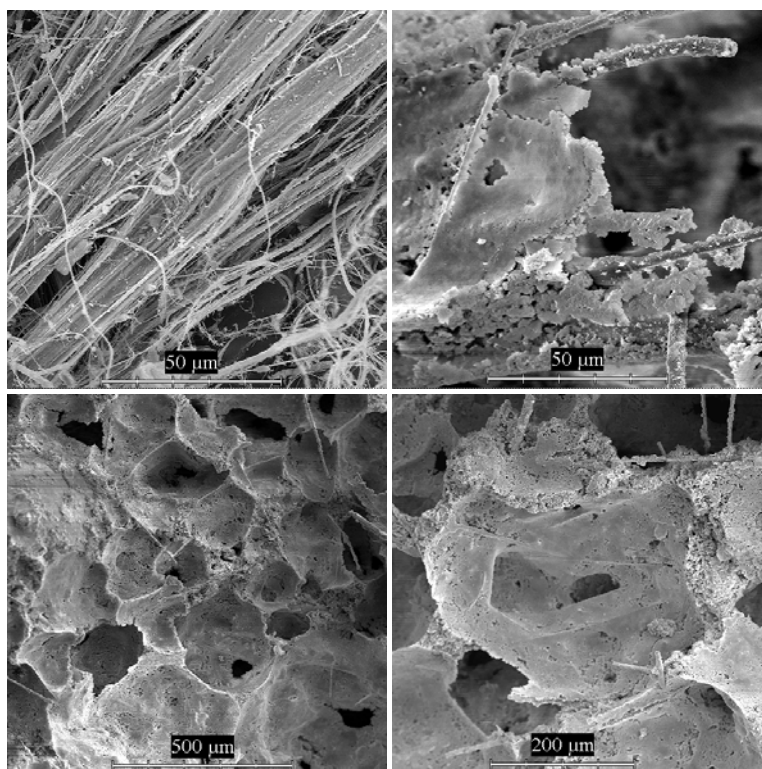


Obr. 2. Mikroštruktúra kryštálov CaCO_3 (kalcit), zväčšenia obrázkov sú snímané pri postupne narastajúcom zväčšení (100x, 5000x, 10000x, 20000x).

REM umožňuje zachytiť rôznu morfológiu častíc a agregátov práškových vzoriek, východiskovej suroviny, umožňuje merať ich veľkosť, charakterizovať tvar a hľadať súvislosti medzi vlastnosťami východiskového materiálu a vlastnosťami výrobku.

Vláknité materiály a kompozitné materiály

Cenné informácie nám môže poskytnúť mikroskopické sledovanie kompozitných materiálov s vláknitou výstužou. Pri mikroskopickom sledovaní môžeme zistiť, či sú vo vzorke prítomné azbestové, sklené, polymérne alebo celulózové vlákna.

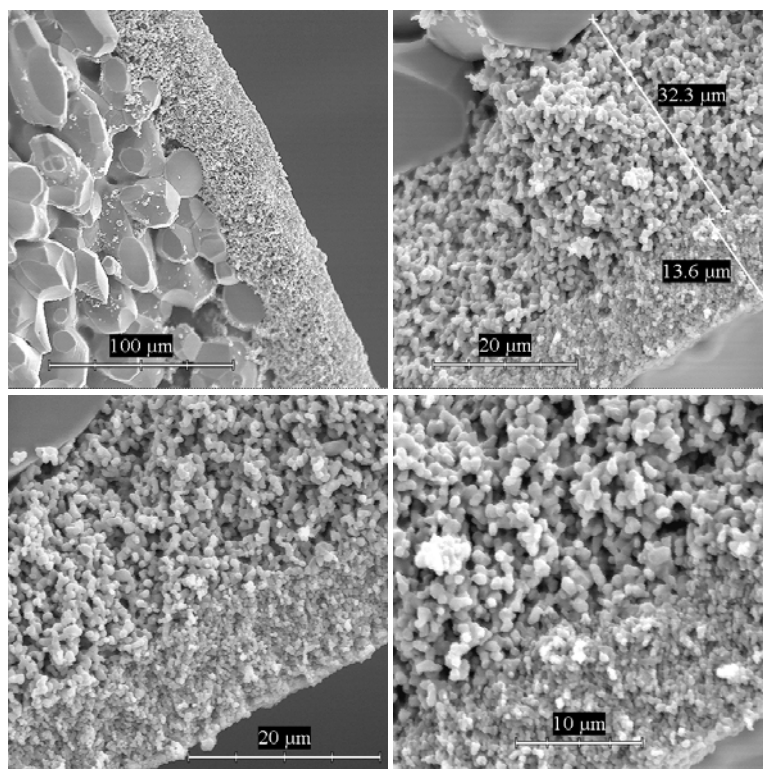


Obr.3. Mikroštruktúra azbestových vlákien (obr. a) a striekanej omietkovej hmoty so sklenými vláknami (b, c, d).

Celistvé a vrstevnaté materiály

REM umožňuje sledovať a posúdiť: charakter materiálu, jeho homogénnu alebo heterogénnu mikroštruktúru a s tým súvisiace vlastnosti materiálu (pevnosť, pórovitosť, oteruvzdornosť...) [1, 2], morfológiu častíc, hrúbku vrstiev a ich zoskupenie vo výslednom výrobku. Podobne sa prostredníctvom tejto metódy dá sledovať korózia materiálov v závislosti od umiestnenia sledovaného výrobku v rôznych typoch korozívneho prostredia [3], fázová separácia a kryštalizácia v sklách ako aj bioaktivita povrchových vrstiev bioskla alebo biokeramiky [1, 4, 5, 6]. Práve REM vďaka veľmi

dobrej hĺbke ostrosti, dáva veľmi dôležitú informáciu o pórovitosti materiálov, čo sa vhodne využíva pri riešení problematiky keramiky a keramických pien, pórobetónu, izolačných materiálov [6]. REM poskytuje priamu informáciu o výskyte uzavretých pórov, či už ide o makro- alebo mikropóry, využíva sa pri štúdiu defektov, ktoré sú najčastejšie príčinou únavových lomov materiálov. Ďalším príkladom z oblastí jej uplatnenia je štúdium hydratačných procesov v materiáloch na báze cementov. [7]



Obr. 4. Mikroštruktúra viacvrstvovej komerčne vyrábanej keramickej membrány na báze Al₂O₃.

Záver

„Aké množstvo informácií nám poskytuje obrázok? Koľko znakov a koľko slov potrebujeme k interpretácii všetkých informácií, ktoré jednoduchý farebný obraz obsahuje, kolego! v našom materinskom jazyku? Ako ťažko sa informácie prenášajú v prípade, že naši priatelia a kolegovia hovoria rôznymi jazykmi? Obrázky predstavujú univerzálny jazyk, ktorým môžeme sprostredkovať prenos komplexných informácií. Usmievavú tvár vnímame ako usmievavú, bez ohľadu na to, či je náš materinský jazyk čínština, španielčina alebo angličtina. Nepotrebujeme preklad, obrázky sú pochopiteľné univerzálne. Je fascinujúce, že obrázok sa stáva neoceniteľným aj vo vede. Vizualné vnímanie predčí vnímanie ostatnými zmyslami, až po získaní exaktného obrazu o

viacerých veciach ich vidíme jasne, potrebujeme vizuálne obrazy informácií.“ [8]
Príspevok bol vypracovaný vďaka podpore projektu VEGA 1/0571/08.

Literatúra:

- [1] Kozánková J., Chocholoušek J., Mojumdar S. C., Majling J.: Growth, morphology and thermoanalytical properties of fluoroapatite. In: Proc. XVI conf. on thermal analysis and calorimetry THERMANAL 2003, Stará Lesná, Oct. 8-10, 2003
- [2] Brusilová A., Pulc V., Kozánková J., Pach L.: Vplyv mikroštruktúry na oteruvzdornosť nitridu kremíka, In: Proc. 7th Int. sci. conf. Mechanical engineering 2003, Bratislava, Nov. 5-6, 2003, Ed.: STU Bratislava, 2003, S2_06
- [3] E. Smrčková, J. Kozánková: Zmeny mikroštruktúry krytiny vyvolané atmosférickými vplyvmi, X. konferencia - Ekologie a nové stavební hmoty a výrobky, 30.5. -1.6.2006, Telč, ČR
- [4] Mojumdar S. C., J. Kozánková J., Chocholoušek J., Majling J., Nemecek V.: The microstructure and optical transmittance thermal analysis of sodium borosilicate bio-glasses, In: Abstract booklet 31st North American thermal analysis society conf., Albuquerque (USA), Sept. 22-24, 2003, Ed.: Perkin Elmer, 2003, p. 70
- [5] Mojumdar S. C., Kozánková J., Chocholoušek J., Majling J., Fábryová D.: The growth of fluoroapatite bio-glass-ceramics, precipitated in lithium disilicate glasses: thermoanalytical and morphological study, In: Proc. 31st North American thermal analysis society conf. (NATAS), Albuquerque (USA), Sept. 22-24, 2003. Ed.: Rich M. J., Michigan State University, p. 621-630
- [6] Kozánková, J., Mojumdar, S. C., Chocholoušek, J., Kákoš, J., Balog, M., Krajčová: L.: Study of glassy microporous filters in the sodium borosilicate glasses with appropriate carriers with the possibilities of bio-applications. In: Book of abstracts, 14th Annual CTAS Technical Meeting and Exhibition, Toronto (Canada), May 11-12, 2004, Ed. Canadian Thermal Analysis Society, p. 5 (2004)
- [7] Palou, M. T., Dovál, M., Kozánková, J., Ayadi, A.: The formation and stability of crystallohydrates in the non-equilibrium system during hydration of SAB cements. In: Proc. VI. Solid State Chemistry, Praha (Czech Republic), September 13-17, 2004, Řež, p. 117 (2004)
- [8] Bernard Schroth: Imaging and Microscopy, 1/99, october, 1999, p.1