


VÝZKUMNÁ ZPRÁVA

| | | |
|------------------------------|--|---|
| Předmět zprávy: | Charakterizace silikagelu | |
| Zadavatel: | TRAIVA s.r.o. Pohraniční 104 703 00 Ostrava | Kontaktní osoba: Karel Ospalík <i>E-mail: k.ospalik@traiva.cz</i> <i>Tel.: +420 603 482 835</i> |
| Zhotovitel: |  Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Centrum materiálového výzkumu Purkyňova 118, 612 00 Brno IČ: 00216305 DIČ: CZ00216305 | Kontaktní osoba: doc. Ing. František Šoukal, Ph.D. <i>E-mail: soukal@fch.vutbr.cz</i> <i>Tel.: +420 541 149 492</i> |
| Místo a datum vydání: | 2020, Brno | |
| Počet stran/ příloh: | 6 | |
| Výtisk: | I. | |
| Řešitel/ řešitelé: | doc. Ing. František Šoukal, Ph.D. <i>E-mail: soukal@fch.vutbr.cz</i> <i>Tel.: +420 541 149 492</i> | Datum Podpis |
| | Ing. Jiří Másilko, Ph.D. <i>E-mail: masilko@fch.vutbr.cz</i> <i>Tel.: +420 541 149 366</i> | Datum Podpis |

Počet stran zprávy: 6
Místo a datum: 5.11.2020, Brno
Výtisk: I.

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA CHEMICKÁ
CENTRUM MATERIÁLOVÉHO
VÝZKUMU
PURKYŇOVA 468/118
612 00 BRNO
WWW.FCH.VUTBR.CZ



OBSAH

| | | |
|-------|--|---|
| 1 | Úvod | 4 |
| 2 | Příprava vzorku, popis metodiky..... | 4 |
| 2.1 | Vzorky | 4 |
| 2.2 | Popis metodiky | 4 |
| 2.2.1 | Prvková analýza ED-XRF | 4 |
| 2.2.2 | Mineralogická analýza XRD..... | 4 |
| 2.2.3 | Analýza velikosti částic | 4 |
| 2.2.4 | Prvková analýza vodného výluhu ICP-OES | 4 |
| 3 | Výsledky..... | 5 |
| 3.1 | Prvková analýza ED-XRF | 5 |
| 3.2 | Mineralogická analýza XRD..... | 5 |
| 3.3 | Analýza velikosti částic..... | 5 |
| 3.4 | Prvková analýza vodného výluhu ICP-OES..... | 6 |

1 ÚVOD

Na základě objednávky ze dne 12.10.2020 byla provedena charakterizace dodaného vzorku silikagelu. Provedeny byly analýzy ED-XRF, XRD, velikosti částic a ICP-OES vodného výluhu.

2 PŘÍPRAVA VZORKU, POPIS METODIKY

2.1 Vzorky

Dodán byl vzorek silikagelu ve formě 2-5 mm perel.

2.2 Popis metodiky

2.2.1 Prvková analýza ED-XRF

Rentgenová fluorescenční spektrometrie byla provedena na přístroji Olympus Vanta, který pracuje v energiově-disperzním módu, pro stanovení přítomnosti a orientačního obsahu cizích (kontaminujících) chemických prvků. Měření bylo provedeno na práškovém vzorku přes kaptonovou fólii. Data byla vyhodnocena bezstandardovou metodou FP (Fundamental Parameters). Detekční rozsah přístroje je od F po U, lehčí prvky jsou zahrnuty do sumy označené LE (light elements).

2.2.2 Mineralogická analýza XRD

Měření pro potřeby potvrzení amorfního charakteru vzorku bylo provedeno na přístroji Panalytical Empyrean.

2.2.3 Analýza velikosti částic

Byl proveden síťový rozbor částic na síti s okem 2 mm. Vodný výluh silikagelu byl zfiltrován přes filtr 2 μm . Byly stanoveny hmotnostní podíly jednotlivých frakcí.

2.2.4 Prvková analýza vodného výluhu ICP-OES

Vodný výluh byl připraven v poměru 1:10 ze vzorku v dodaném stavu. Výluh byl analyzován metodou ICP-OES na přístroji Horiba Jobin-Yvon Ultima.

3 VÝSLEDKY

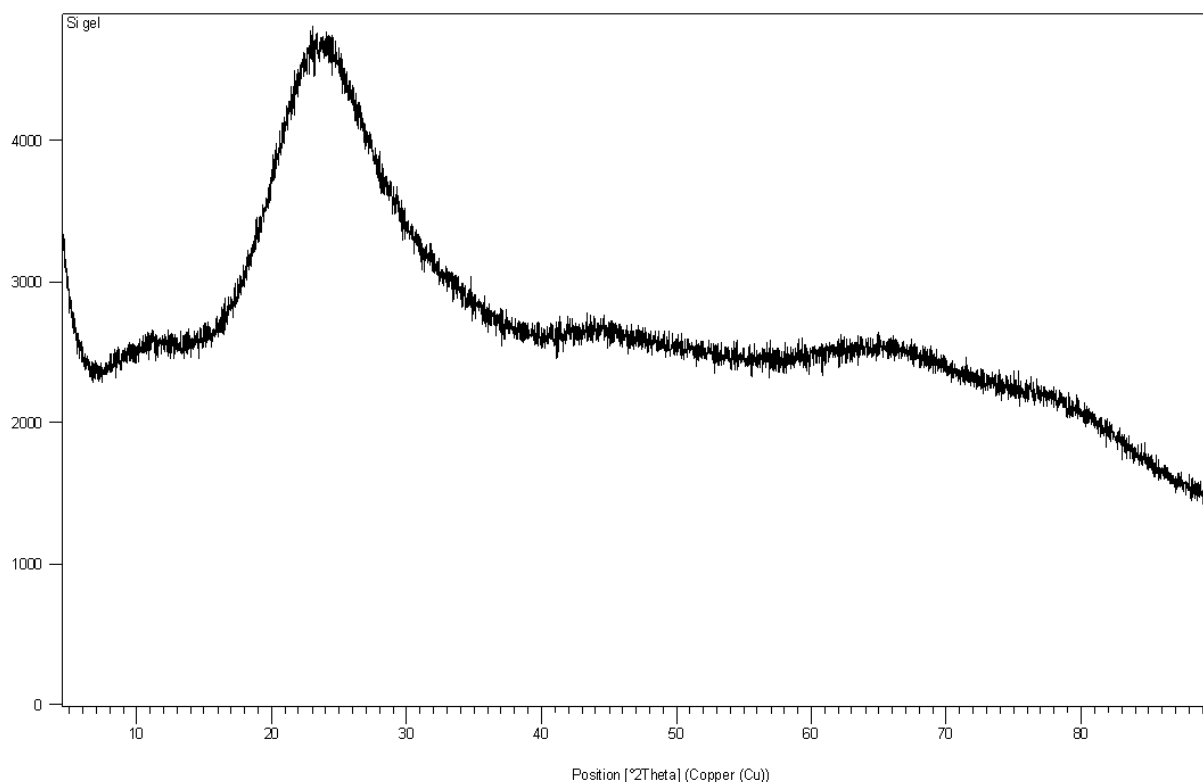
3.1 Prvková analýza ED-XRF

| Prvek | Měření #1 [%] | Měření #2 [%] | relativní nejistota stanovení [%] |
|-------|---------------|---------------|-----------------------------------|
| Si | 46,289 | 46,279 | 5 |
| Fe | 0,048 | 0,046 | 50 |
| S | 0,030 | 0,031 | 50 |
| Zr | 0,010 | 0,010 | > 100 |
| LE | 53,615 | 53,626 | 10 |

pozn.: LE označuje lehké prvky mimo detekční rozsah přístroje, tj. H až Na

Vzorek silikagelu obsahuje mimo Si také menší množství Fe, S a Zr, ovšem na hranici detekovatelnosti. Obsahy ostatních prvků stanovené zvolenou metodou jsou na mezi její citlivosti a nepřevyšují 0,1 hm. %.

3.2 Mineralogická analýza XRD



Rentgenová difraktometrie potvrdila zcela amorfní struktura silikagelu. Široký pík kolem 25 °2Theta odpovídá amorfnímu SiO₂.

3.3 Analýza velikosti částic

| Frakce | Síto | % |
|---------|-------------|-------|
| Hrubá | > 2 mm | 96,54 |
| Střední | 2 mm - 2 μm | 3,20 |
| Jemná | < 2 μm | 0,22 |

3.4 Prvková analýza vodného výluhu ICP-OES

| | výluh #1 | výluh #2 | výluh #3 | průměr | SD |
|-----------|----------|----------|----------|--------------|-------|
| | [ppb] | [ppb] | [ppb] | [ppb] | [ppb] |
| Ca | 350 | 426 | 403 | 393 | 32 |
| K | 493 | 559 | 570 | 541 | 34 |
| Mg | 63 | 96 | 73 | 77 | 14 |
| Na | 50087 | 53491 | 51265 | 51614 | 1411 |
| Si | 64437 | 64441 | 63489 | 64122 | 448 |