

PROJEKT CENTRUM PRO INOVACE V OBORU NANOMATERIÁLŮ A NANOTECHNOLOGIÍ

Celkové schéma určení laboratorních místností (celkem 12 laboratoří), zajišťující preparační a charakterizační práce s nanomateriály určené pro **katalytické, fotokatalytické a elektrochemické aplikace** je následující:

Základní jednotkové operace přípravy nanomateriálů budou zahrnovat:

- procesy *mletí na vysoko-intenzivních aparátech*
- vybavení pro *hydrotermální syntézy*
- *vysokoteplotní zpracování v kontrolované atmosféře*
- *separace připravených materiálů použitím vysoce účinné centrifugy*
- *extrudace kompaktních materiálů založených na nanostrukturovaných materiálech a příprava nanosených tenkých vrstev pro velké objekty*
- dvě větší laboratoře budou vybaveny pro *obecné preparační a přípravné práce*
- pro *náročné a dlouhodobé katalytické testy za vyšších tlaků bude určena další laboratoř*
- Pracoviště vybavené pro *fotochemické a fotokatalytické práce* bude situováno do samostatné místnosti. *Vybavení pro charakterizace bude zahrnovat měření velikosti částic a termogravimetrii*

S ohledem na vybavení vlastního ústavu ÚFCH JH a pracovišť partnerů řadu dalších potřebných charakterizací nanomateriálů bude možné zajišťovat v rámci smluvní spolupráce.

Ve shodě s tímto schématem byly z rozpočtu projektu ve 3. a 4. etapě (IX/2009-X/2010) zakoupeny následující přístroje:

Reaktor pro solvothermální syntézu

Navrhované zařízení má oproti konvenčním autoklávům jednoznačnou výhodu v mnohem dokonalejší kontrole rychlosti ohřevu reakční směsi a umožňuje tak přípravu nanofází jinak za konvenčních solvothermálních podmínek nedostupných. Dalším kladem je výrazné zkrácení potřebné doby syntézy (zhruba desetinásobné) a škálovatelná velikost reaktorů, umožňující přípravu materiálů v množství gramů za hodinu až stovek gramů za hodinu. To umožňuje syntézu nanomateriálů ve větších objemech. Využití přístroje se předpokládá jak pro syntézu mikroporézních materiálů i elektrochemicky aktivních oxidů a jeho zařazení do centra je s ohledem na progresivnost tohoto preparačního postupu velmi významné.

Autokláv (DONAU LAB)

Hydrotermální syntéza je převažující strategií přípravy především mikroporézních materiálů. Pro aplikaci nových mikroporézních materiálů, které vycházejí především z výsledků základního výzkumu obou oddělení tématicky vázaných na katalytické procesy (oddělení Syntézy a katalýzy a Struktury a dynamiky v katalýze), ale i ostatních pracovních skupin zaměřených na přípravu materiálů, je nezbytné zajistit syntézy perspektivních materiálů tohoto typu v dostatečných objemech pro další aplikační výzkum a případné nasazení v průmyslových podmínkách. Pro tento typ syntéz je navrhován autokláv o velikosti 1-3 litrů.

Rukavicový box: Glove box GP(koncept) – T2 (CHROMSPEC)

Rukavicový box, umožňující práci v inertní atmosféře, představuje základní a nezbytné vybavení pro přípravu takových nanomateriálů vyžadujících práci v dokonale suché nebo inertní atmosféře. Inertní atmosféra uvnitř boxu umožňuje rovněž dlouhodobé skladování nákladných surovin, které jsou citlivé na vzdušnou vlhkost. Implementace materiálů vyvinutých v rámci základního výzkumu do praxe, zvětšování měřítka, znamená nutnost provádění dlouhodobých testů ověřujících stabilitu materiálů i zařízení z nich sestavených (např. baterií) za podmínek simulujících reálné prostředí. Pro četné diagnostické experimenty (např. elektrochemické testy v aprotickém prostředí, příprava citlivých vzorků pro další externí měření) je zcela zásadní atmosféra inertního plynu, obsahující O_2 či H_2O pouze v koncentracích řádově jednotek ppm. Prakticky jedinou možností, jak vyhovět těmto komplexním požadavkům, je práce v rukavicovém boxu. Toto zařízení velmi flexibilně umožňuje manipulaci s materiály, provádění experimentů, ale současně i díky vynikajícímu systému přechodových komor snadný transport chemikálií i nástrojů dovnitř i vně boxu.

Tryskový mlýn: micronizer (Fluid Energy)

Planetový mlýn: Planetový laboratorní mlýn jednopozicový Pulverisette 6 (ILABO)

Mletí s vysokou intenzitou představuje základní krok příprav řady nanomateriálů a v našem návrhu je zastoupeno dvěma typy zařízení, a to planetárními mlýny (ve dvou verzích pro malé a větší objemy) a progresivním typem zařízení typu tryskového mlýnu („Jett Mills“). S ohledem na různé typy zpracovávaných materiálů se navrhuje zakoupení doplňků tak, aby umožnilo zpracovávat materiály o různé tvrdosti a vyloučilo vzájemnou kontaminaci různých zpracovávaných materiálů.

Centrifuga: Centrifuga Sigma 6-16K s úhlovým rotorem 6x500 ml (PRAGOLAB)

Toto zařízení je nezbytným doplňkem syntézního kroku (reaktory pro syntézu) a zabezpečuje následné operace při zpracování finálního produktu. Výkonná centrifuga je schopná zpracovat objemy v rozmezí od 1 od 5 litrů a je nezbytným doplňkem preparačních procesů zaměřených na realizaci přípravy potřebných objemů nanomateriálů.

Extrudér: Model MG_55 Multi-Granulator With frontal process parts (The Fitzpatrick Company Europe NV)

Příprava nanomateriálů pro velkoobjemové katalytické testy a přípravy finálních forem těchto materiálů pro další použití, např. separace plynů a kapalin na strukturovaných membránách zahrnuje jako žádoucí krok použití extrudéru pro extrudace materiálů ve středních objemech. S ohledem na to, že v rámci laboratoří partnerů je zpravidla vybavení výlučně na velké objemy materiálů, představuje příprava testovacích vzorků středních objemů zásadní pro zajištění přiměřené ekonomické náročnosti přechodu od výsledků základního výzkumu na potenciálně použitelných materiálech a před-realizačními testy u partnerů.

Vypalovací pec: vysokoteplotní pec do 1700°C (CLASIC CZ)

Zpracování materiálů za velmi vysokých teplot a to především v kontrolované atmosféře představuje pro průmyslové partnery projektu velmi významný proces a dosavadní vybavení ústavu tento preparační krok neumožňovalo. Tento preparační krok je klíčový pro přípravu nanomateriálů.

Potahovací zařízení: dip-coater (IDLab)

Progresivní forma aplikace nanostrukturovaných materiálů, a to jak pro katalytické, fotokatalytické tak i elektrokatalytické aplikace, představuje jejich nasazení ve formě velmi tenkých vrstev. Zpravidla však v laboratorních podmínkách je možné zvládnout přípravu těchto vzorků pouze ve formě relativně malých objektů. Pro přechod do fáze inovačních experimentů a jejich ověřovací testy na reálných objektech, ať už ve formě větších desek nebo nanosených na trubice z různých materiálů.

Zařízení je určeno pro potahování vzorků namáčením do lázně (dip-coating) v řízené atmosféře se stabilní teplotou a vlhkostí. Kromě standardních plochých vzorků lze potahovat také vzorky ve tvaru trubek, a to jak z vnějšího, tak i z vnitřního povrchu. Pro potahování trubkových vzorků je použito speciálních pístových přípravků, které umožňují minimalizovat množství potahovacího roztoku. Zařízení se skládá s elektronické řídicí jednotky v samostatné skříni a potahovacího boxu s lineárními posuvy a klimatizací. Obě části jsou propojeny kabely. Jedná se o unikátní zařízení zkušeného výrobce s velmi dobrými referencemi od tuzemských i zahraničních uživatelů.

Zařízení bude používáno pro nanášení vysoce kvalitních fotokatalytických vrstev, sloužících v vývoji nových technologií fotoaktivních povrchových úprav zvyšujících užitečnou hodnotu různých výrobků ze skla, smaltů, keramiky, stavebních hmot aj. Dále bude zařízení používáno pro výrobu prototypů fotokatalytických reaktorů pro čištění vzduchu v klimatizačních jednotkách ve spolupráci s firmou Ingersoll Rand, Hostivice.

Průtočné katalytické mikro-reaktory: Computerized Microactivity-Reference catalytic reactor (PID ENG&TECH)

Pro přechod k inovacím v katalytických procesech je nezbytné zajistit experimenty blízké reálným podmínkám potenciálního průmyslového procesu, je tedy nezbytné použití robustního zařízení pro dlouhodobé testy za aplikačně relevantních vysokotlakých podmínek. Toto zaměření překračuje obvyklé zaměření základního výzkumu a současně vyžaduje pouze relativně menší objemy testovaných materiálů a umožňuje tak optimální přechod k následným katalytickým testům, které již na základě těchto výsledků je nezbytné realizovat u partnerů projektu. Navrhovaná katalytická aparatura představuje multifunkční typ aparatury funkčně ověřené na řadě zahraničních pracovišť, umožňující katalytické testy za požadovaných podmínek. Předpokládá se pozdější doplnění aparatury on-line připojeným plynovým chromatografem, který bude umožnit analýzu produktů katalytické reakce v reálném čase.

Termogravimetr: termogravimetr STA449F1 s hmotnostním spektrometrem (Anamet)

Termoanalytický měřicí systém je důležitou metodou pro studium vzorků organizovaných nanomateriálů na bázi oxidů (např. TiO_2) i mikrostrukturních materiálů na bázi zeolitů. Metoda je nezbytná pro optimalizaci syntézních parametrů přípravy těchto materiálů. Je ideální pro stanovení optimálního teplotního režimu odstranění templátu při přípravě porézních materiálů, pro určení přesné teploty fázových přechodů mezi TiO_2 polymorfy, což je podmínkou pro syntézu fázově čistých produktů. Dostupnost TG-DTA/DSC analýzy a její zahrnutí do standardního analytického screeningu připravených vzorků by mělo za důsledek velmi rychlé a efektivní zjištění optimálních



parametrů jejich přípravy při výrazně nižším počtu syntéz, úsporu času i chemikálií. Znalost TG-DTA/DSC dat rovněž umožňuje dosažení maximální reprodukovatelnosti při přípravě materiálu. Následná QMS analýza plynných produktů umožňuje rovněž vyhodnotit vzorky z hlediska přítomnosti toxických produktů ve spalínách, což je aktuální z hlediska jejich potenciálního aplikačního využití. Další využití metody termogravimetrické analýzy bude zahrnovat studium uhlíkových nanostruktur (uhlíkové nanotuby, fullereny, fullerenové peapody). Tyto moderní materiály mají velký význam jak pro základní výzkum tak pro celou řadu aplikací. Z tohoto důvodu tato oblast vědeckého výzkumu je předmětem zájmu odborné ale i laické veřejnosti. Termogravimetrická analýza je klíčovou metodou pro studium kvality uhlíkových nanostruktur, která je u uhlíkových nanostruktur zásadní.

Fotokatalytická aparatura – část A: Modulárního zařízení Q-Lab pro simulaci zrychleného stárnutí , modul Q SUNXE3HS a modul QUV/spray s příslušenstvím (LABIMEX CZ)

Procesy změn nanostrukturálních tenkých vrstev vyvolané osvětlení popřípadě ještě podpořené atmosférickými vlivy jsou zcela zásadní praktické aplikace těchto materiálu. Jako zdroj světla slouží vzduchem chlazená xenonová výbojka ve tvaru „omega“, která zaručuje konstantní hodnoty osvětlení o trojnásobně vyšší intenzitě než je sluneční. Přístroj splňuje požadavky všech relevantních národních i mezinárodních norem, což ho předurčuje k standardnímu testování nanostrukturálních vrstev nové generace, určených pro zvýšení užité hodnoty výrobků, čistoty životního prostředí a restaurátorskou praxi.

Na přístroji bude mj. testována trvanlivost nových prostředků pro obnovu historických staveb, pro restaurátory kamene, štuky, sgrafita, nástěnné malby, keramiky, které budou vyvíjeny ve spolupráci se spolupracujícími firmami (AQUA obnova staveb s.r.o., Praha) a testy materiálu se samočisticí a samosterilizující povrchovou úpravou nové generace, vyvíjené ve spolupráci např. s českou firmou J. Blažek - Sklo Poděbrady.

Fotokatalytická aparatura – část B: infračervený spektrometr s Fourierovou transformací (Nicolet CZ)

Součástí systému pro fotokatalytické procesy - FTIR spektrometr

FTIR spektrometr je navrhován jako systém vhodný pro nejširší škálu analytických aplikací, především ale bude využíván při testování účinnosti nových fotokatalytických materiálu, určených pro čištění vzduchu s vyloučením rizika vzniku toxických degradačních meziproductů. To se týká i výše zmíněné výroby prototypů fotokatalytických reaktorů pro čištění vzduchu v klimatizačních jednotkách ve spolupráci s firmou Ingersoll Rand, Hostivice. Je navrhován přístroj FTIR Nicolet 6700.