

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

LIBEREC 2010

MICHAL CHOTĚBOR

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

Studijní program: **M3106 Textilní inženýrství**

Studijní obor: **Netkané textilie**

Zadávací katedra: **Katedra netkaných textilií**

**LABORATORNÍ VÝROBA ÚHLÍKOVÝCH
NANOTRUBIC**

**LABORATORY PRODUCTION OF CARBON
NANOTUBES**

Autor: **Michal Chotěbor**
Vedoucí diplomové práce: **Ing. Jan Grégr**
Konzultant diplomové práce: **Ing. Eva Košťáková**

Počet stran textu: **92**
Počet obrázků: **82**
Počet tabulek: **3**
Počet příloh: **7**

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci, dne 8. května 2010

.....
Podpis

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval Ing. Evě Košťákové za možnost zpracovávat práci na téma uhlíkové nanotrubice, za odborné konzultace a korekci. Dále děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Janu Grégrovi za podnětné rady a nápady a vlídný přístup. Zvláštní poděkování patří také Ing. Pavlu Pokornému za spolupráci při pokusech a za jeho nadšený přístup k problematice.

Anotace

Tato práce se věnuje tématu výroby uhlíkových nanotubic metodou CVD (Chemical Vapor Deposition). Cílem práce je navrhnout a realizovat co nejjednodušeji v dostupných laboratorních podmínkách zařízení pro výrobu uhlíkových nanotubic. V průběhu práce byly studovány jednotlivé parametry výroby. Tato práce je výjimečná zejména použitím netradičních substrátů mající již katalyzátor zabudovaný v sobě, jako jsou horniny a slitiny.

Teoretická část se věnuje představení uhlíku jako chemického prvku a jeho vlastností, uhlíkových nanomateriálů s důrazem na popis uhlíkových nanotubic. Dále je tato část zaměřena na podrobné seznámení s možnostmi výroby uhlíkových nanotubic. Konkrétnímu příkladu, tedy metodě CVD a jejímu laboratornímu uspořádání, je věnována rešeršní část.

Experimentální část se zabývá podrobným představením používaného zařízení pro laboratorní výrobu uhlíkových nanotubic a dále pak konkrétními uskutečněnými experimenty. Studovány byly vlivy teploty, doby působení, průtok plynného zdroje uhlíku a typ substrátu s katalyzátory na strukturu vzniklých uhlíkových nanomateriálů. Na závěr jsou nejen shrnuty poznatky získané z experimentální práce, ale jsou zde uvedeny i doporučení pro další studium týkající se dané problematiky.

Annotation

This work describes the production of carbon nanotubes by the CVD (Chemical Vapor Deposition). The main objective of this work is to design and implement as simple as possible device for production of carbon nanotubes in the available laboratory conditions. During the operation were studied individual parameters of production. This work is unique especially by the use of unconventional substrates, having catalyst already fitted in each other like rocks, and alloys.

The theoretical part focuses on the introduction of carbon as a chemical element and its properties, carbon nanomaterials with emphasis on the description of carbon nanotubes. The next topic of this section focuses on a detailed study of the possibilities of manufacturing carbon nanotubes. Particular example, a CVD method and its laboratory organization, is dedicated to the research section.

Experimental section discusses in detail the introduction of laboratory equipment used for manufacturing carbon nanotubes and then the specific realized experiments. There were studied the effects of temperature, exposure times, the flow of gaseous carbon source and type of substrate with catalysts on the structure of produced carbon nanomaterials. At the end there were summarized the knowledge learned from experimental work and there were also mentioned recommendations for further study of this issue.

Klíčová slova

Chemická depozice par, čedič, formy uhlíku, fulleren, horniny, grafit, katalyzátor, rozklad plynu, uhlík, uhlíkové nanotrubice, uhlíková vlákna, zemní plyn

Keywords

Basalt, carbon, carbon nanotubes, carbon fibers, CNT, catalyzer, chemical vapor deposition, forms of carbon, fullerene, rocks, graphite, natural gas, vapor deposition.

Obsah

Seznam zkratk a symbolů	10
Seznam tabulek	12
Seznam obrázků	13
1. Úvod	15
2. Teoretická část	16
2.1. Prvek uhlík	16
2.2. Uhlíkové vazby	16
2.3. Formy uhlíku	19
2.3.1. Krystalické uhlíkové materiály	22
2.3.2. Uhlíková vlákna	28
3. Uhlíkové nanotrubičky	30
3.1. Jednotěnné uhlíkové nanotrubičky (SWNTs)	30
3.2. Vícetěnné uhlíkové nanotrubičky (MWNTs)	33
3.3. Syntézy uhlíkových nanotrubiček	35
3.4. Vlastnosti a použití CNT	39
4. Literární průzkum	43
4.1. Metoda syntézy CVD	43
4.1.1. Vliv katalyzátoru na syntetizované uhlíkové trubice	44
4.1.2. Vliv použitého zdroje uhlíku na uhlíkové trubice	45
4.1.3. Vliv teploty při syntéze CNT	49
4.1.4. Mechanismus růstu	50
4.1.5. CVD na kovových podkladech	51
4.1.6. Speciální postupy a struktury CVD	53
4.1.7. Shrnutí	54
5. Experiment	56
5.1. Úvod	56
5.2. Experimentální výsledky a diskuze	61
5.2.1. Analýza produktů experimentu	78
5.3. Doporučení pro další výzkum	80
6. Závěr	82
Seznam použité literatury	84
Seznam příloh	92

Seznam zkratek a symbolů

°C	stupeň Celsia
μm	mikrometr
A	Ampér
Al	chemická značka hliníku
apod.	a podobně
Ar	chemická značka Argonu
atd.	a tak dále
atp.	a tak podobně
bh-MWNT	Bambus-herringbone MWNT (MWNT s kombinací textury bambusu a rybí kosti)
bc-MWNT	Bambus-concentric MWNT (MWNT s kombinací textury koncentrické a rybí kosti)
cm ³	centimetr krychlový
c-MWNT	Concentric MWNT (MWNT s koncentrickou texturou)
CNT	Carbon Nanotubes (uhlíkové nanotrubičky)
CO	oxid uhelnatý
Co	chemická značka kobaltu
Cs	chemická značka cesium
CVD	chemical vapor deposition (chemický rozklad plynu)
č.	číslo
DWNT	Double walled nanotubes (Dvoustěnné nanotrubičky)
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (Energiově disperzní analýza)
et al	a další
Fe	chemická značka železa
FET	Field effect transistor (tranzistor řízený elektrickým polem)
g	gram
GPa	Giga Pascal
HM	High module (vlákna s vysokým modulem pružnosti)
h-MWNT	Herringbone MWNT (MWNT se strukturou rybi kosti)
hod	hodina
HOPG	Highly Ordered Pyrolytic Graphite (vysoce uspořádaný pyrolytický grafit)
HRTEM	High-resolution transmission electron microscopy (Vysoce rozlišitelná transmisní elektronová mikroskopie)
HT	High tensile (vysoce pevná vlákna)
IM	Intermediate module (vlákna se středním modulem pružnosti)
In	chemická značka india
Ir	chemická značka iridia
K	Kelvin
K	chemická značka draslíku
kJ	kilo Joul
m	metr
Mg	chemická značka hořčíku
min	minuta
ml	mililitr
mm	milimetr
Mn	chemická značka manganu
Mo	chemická značka molybdenu
MPa	megapascal
MWNT	Multi walled nanotubes (vícestěnné nanotrubičky)
Na	chemická značka sodíku
např.	například
Ni	chemická značka niklu

nm	nanometr
Obr.	Obrázek
Pd	chemická značka palladia
PMMA	polymethylmetakrylát
Pt	chemická značka platiny
resp.	respektive
S	Siemens
SEM	Scanning Elektron Microscopy (skenovací elektronová mikroskopie)
SWNT	Single walled nanotubes (jednostěnné nanotrubice)
Tab.	Tabulka
TEM	Transmission elektron microscopy (transmisní elektronová mikroskopie)
Ti	chemická značka titanu
tj.	to je
TPa	Terapascal
tzv.	tak zvaný
V	volt
VGCF	Vapor Grown Carbon Fiber (uhlíková vlákna vyrostlá z par)
W	Watt

Seznam tabulek

Tab. 1 – Pevnosti a meziatomární vzdálenosti jednotlivých typů	18
Tab. 2 – Výsledky CVD methanu v různé atmosféře	44
Tab. 3 – Porovnání složení zemního plynu pro dvě různá období	59

Seznam obrázků

Obr. 1 – Vznik vazeb v methanu překryvem $4 sp^3$ orbitalů uhlíku a $4s$ orbitalů vodíku	17
Obr. 2 – Modely dvojné vazby mezi uhlíkovými atomy	17
Obr. 3 – Modely trojné vazby	18
Obr. 4 – Modely šestičlenného cyklu benzenu	19
Obr. 5 – Schéma uspořádané (vlevo) a neuspořádané (vpravo) struktury uhlíku	19
Obr. 6 – Diagram komplexních modelů strukturních změn v průběhu grafitizace	20
Obr. 7 – Model struktury sazí	20
Obr. 8 – Schéma struktury aktivního uhlíku (tzv. Stoeckliho model)	21
Obr. 9 – Strukturní model lesklého uhlíku autorů Jenkinse a Kawamury	21
Obr. 10 – SEM snímky uhlíkové nanopěny	22
Obr. 11 – Schéma uhlíkových krystalických struktur	22
Obr. 12 – Model kubické jednotky buňky diamantu	23
Obr. 13 - Lonsdaleite	23
Obr. 14 – Model grafenové vrstvy	24
Obr. 15 – Model struktury grafitu	24
Obr. 16 – Nejčastější polytypy grafitu	25
Obr. 17 - Krystalické poruchy v grafitu - chybějící atom v uzlu mříže	25
Obr. 18 – Znázornění krystalických poruch v grafitu – chyba kladu vrstev	26
Obr. 19 – Znázornění čárové poruchy v grafitu. Šroubová a hranová dislokace.	26
Obr. 20 – Fázový diagram grafitu a vyznačený trojný bod	27
Obr. 21 – C_{60} a různé struktury vyšších fullerénů vedoucí až k uhlíkovým nanotubicím	28
Obr. 22 – Příklady struktur uhlíkových vláken vyrobených různou technologií	29
Obr. 23 – Porovnání průměrů uhlíkových vláken, uhlíkových nanotubic a fullerénů	29
Obr. 24 – Model nanotrubice vzniklé srolováním grafenové vrstvy	30
Obr. 25 – Chirální vektory	31
Obr. 26 – Typy chiralit: (a)židličková (5,5), (b)zigzag (10,0), (c)chirální (7,3)	31
Obr. 27 – Uzavřená nanotrubice (5,5)	32
Obr. 28 – HRTEM snímek svazku nanotubic	32
Obr. 29 – HRTEM snímek c-MWNT připravené technikou elektrického oblouku	33
Obr. 30 - Porovnání struktur uhlíkových nanotubic a uhlíkových nanovláken	34
Obr. 31 – SEM snímek h-MWNTs	34
Obr. 32 – TEM snímek bambusové textury MWNTs	35
Obr. 33 – Schéma laserového reaktoru [3]	36
Obr. 34 – Schéma zařízení s elektrickým obloukem	37
Obr. 35 – TEM snímek nanotubic vzniklých laserovou ablací	37
Obr. 36 – Schéma reaktoru pro heterogenní CVD metodu	38
Obr. 37 – Pole jednotlivých svazků nanotubic [9]	39
Obr. 38 – Graf pevnosti v tahu v závislosti na modulu pro komerční vláknenné materiály v porovnání se SWNTs	40
Obr. 39 – SVNT vyplněná fullerény C_{60}	41
Obr. 40 – TEM snímek MWNT na hrotu konzole pro mikroskopii atomárních sil	42
Obr. 41 – Schéma CVD z experimentu [18]	43
Obr. 42 – CNT a nanovláken na katalyzátoru s 4,9 atom% Fe[18]	44
Obr. 43 – SEM snímek nanovláken s vodíkem ve směsi (vlevo) a bez vodíku (vpravo) [108]	45
Obr. 44 – Síť nanotubic– 70% SWNT a 30% DWNT [48]	46

Obr. 45 – Povrchy různých substrátů (a) a (c) a na nich vyrostlé orientované CNT z acetylenu (b) a (d) [88]	47
Obr. 46 – CNT z ethanolu na niklovém plátku [61]	48
Obr. 47 – Závislost výnosů uhlíku na reakční teplotě [105]	49
Obr. 49 – Dva možné průběhy růstu [3]	50
Obr. 50 – MWNT z acetylenu vyrostlé přímo na mřížce z nerezové oceli [5]	51
Obr. 51 – Znázornění efektu odebrání vodíku z reakční směsi [87]	52
Obr. 52 – Hustý porost nanotubic na kovových vláknech [63]	52
Obr. 53 - Niklový substrát před (a) a po CVD růstu při 650 °C (b) a (c) [14]	52
Obr. 55 - (a) SEM snímek nanocívky; (b) TEM snímek spirálovité CNT obsahující zabalenou částici katalyzátoru [66]	54
Obr. 56 - Snímek nanotubic z optického mikroskopu	57
Obr. 57 – Zařízení pro výrobu nanotubic	58
Obr. 58 – SEM snímek nanovlákn na Heřmanickém čediči	61
Obr. 59 – SEM snímek uhlíkové struktury vyrostlé při reakci na roztaveném čediči	62
Obr. 60 – Další struktury na roztaveném čediči pořízené ze SEM	62
Obr. 61 – Hustý trávnik uhlíkových nanovláken na čistě niklovém plechu (SEM)	63
Obr. 62 - SEM snímek ojedinělých CNT na slitině permalloy (1120 °C)	64
Obr. 63 – SEM snímek uhlíkové struktury vyrostlé na čistě niklovém plechu	65
Obr. 64 – SEM snímek uhlíkové struktury na hornině z Rožan	65
Obr. 65 – SEM snímek uhlíkové struktury na Heřmanickém čediči	66
Obr. 66 – Řetízky uhlíkových kuliček (SEM)	66
Obr. 67 – Chuchvalce CNT na naleptaném niklovém plechu (SEM)	67
Obr. 68 – Povrch Nikrothalového drátku pokrytý uhlíkovými krystalky (SEM)	68
Obr. 69 – Zapouzdřený katalyzátor jako důsledek vysokého průtoku plynu (SEM)	68
Obr. 70 – Fotografie vzorků po reakci s velmi malým průtokem plynu (10 ml/min)	69
Obr. 71 – SEM snímek CNT spleteniny na niklovém plechu	69
Obr. 72 – Chomáč CNT na Heřmanickém čediči vyrostlý při 900 °C (SEM)	70
Obr. 73 – Cuprothalový drátek porostlý pavučinou CNT pořízený ze SEM	71
Obr. 74 – Zkadeřená vrstva na povrchu nikrothalu (SEM)	72
Obr. 75 – SEM snímek efektu natahování CNT mezi dvěma Nikrothalovými drátky	73
Obr. 76 - SEM snímek CNT při 895 °C na Nikrothalu	73
Obr. 77 – Hustá vrstva CNT vyrostlá na Cuprothalu při 870 °C (SEM)	74
Obr. 78 – SEM snímek CNT vytvářející uzlík (Nikrothal, 895 °C)	74
Obr. 79 – Vrstva a dva výrazné chomáče CNT na Nikrothalu při 870 °C (SEM)	75
Obr. 80 - SEM snímek zárodků CNT na křemenném podkladu	76
Obr. 81 - "Trs" uhlíkových nanovláken vyrostlý po reakci na průmyslově vyráběném uhlíkovém vlákně (SEM)	76
Obr. 82 - Porovnání výnosů CNT na různých vzorcích a při různých teplotách	77
Obr. 83 - Ramanovo spektrum	78

1. Úvod

Uhlíkové nanotrubice jsou v posledních několika letech velmi studovaným materiálem s celou řadou unikátních vlastností a tedy i potencionálních možností využití. Jejich výroba je sice podrobně popsána, ovšem většinou není možné ji přímo sledovat okem a to zejména z toho důvodu, že vznikající materiál je rozměrů již nerozpoznatelných pro lidské oko. Jednou z technologií výroby uhlíkových nanotubic a to zároveň i metodou nejméně náročnou co se vybavení či potřebného zařízení týče je metoda zvaná CVD (chemical vapor deposition). Tato metoda nevyžaduje mimo pece, vstupu inertní atmosféry a plynného zdroje uhlíku žádná další nákladná zařízení. Její podstata leží na zvoleném substrátu a katalyzátoru. Existující literatura velmi často popisuje různě speciálně připravované substráty a katalyzátory vyráběné často velmi složitě chemickou cestou. Zajímavým řešením, které se nabízelo je využití „přírodních“ lze říci již hotových substrátů obsahujících katalyzátor, jako jsou horniny a slitiny (kovové plechy). Například využití horniny jako materiálu sloužícího jako substrát i zároveň katalyzátor nebylo nalezeno v žádné dostupné relevantní literatuře.

Je zřejmé, že u každého nového katalyzátoru či substrátu použitého při výrobě uhlíkových nanotubic je potřeba i změnit podmínky či parametry procesu výroby metodou CVD. Proto tato práce je zaměřena a to jak v teoretické (respektive rešeršní) části tak v experimentální části na odhalení vlivu jednotlivých podstatných parametrů výroby (teploty, průtoku, doby působení) na strukturu vzniklého nanomateriálu.

Cílem této práce je dokázat, že i velmi jednoduché laboratorní zařízení pro výrobu uhlíkových nanotubic může poskytnout dostatek informací pro studium vlivu jednotlivých výrobních parametrů na vznikající uhlíkové struktury a dále pak že i neobvyklé substráty obsahující vhodné části (jako katalyzátory) mohou být použity pro výrobu uhlíkových nanomateriálů a to i uhlíkových nanotubic.

2. Teoretická část

Tato část byla vypracovaná s použitím literatury [6–8], [12], [13], [15], [18], [23], [24], [26], [33], [34], [40–43], [49–52], [54], [59], [65], [69], [70–74], [76], [78], [83], [84], [88], [92–94], [96], [97].

2.1. Prvek uhlík

Uhlík v různých formách znali a využívali naši předci již od pravěku. Uhlík je hojně zastoupen v přírodě, nalezneme ho v atmosféře (oxid uhličitý), v hydrosféře i v litosféře (uhlí, ropa). Přítomnost uhlíku byla dokázána ve vesmíru a to na Slunci, na hvězdách, kometách a v atmosféře planet. Kromě toho je uhlík velmi důležitou složkou všech živých organismů. Uhlík je součástí mnoha anorganických i organických sloučenin a vytváří mnoho struktur. Je základem pro vysoce pevná vlákna, výborná maziva (grafit), dává nám nejtvrďší materiál (diamant), jeden z nejlepších adsorbentů plynů (aktivní uhlík) nebo jednu z nejlepších bariér pro hélium (lesklý uhlík). Stále jsou ovšem objevovány nové formy uhlíku, o čemž svědčí nedávný objev fullerenu a uhlíkových nanotrubic (CNT).

2.2 Uhlíkové vazby

Žádný jiný prvek v periodické tabulce netvoří tak rozmanité vazby a tolika různými způsoby jako právě uhlík. Kratší řetězce mívají vlastnosti plynů, zatímco delší řetězce jsou typické pro pevné látky (plasty). Kromě toho se atomy mohou zapojit do více rozměrné mřížky, což vede ke vzniku velice tvrdých materiálů jako je diamant.

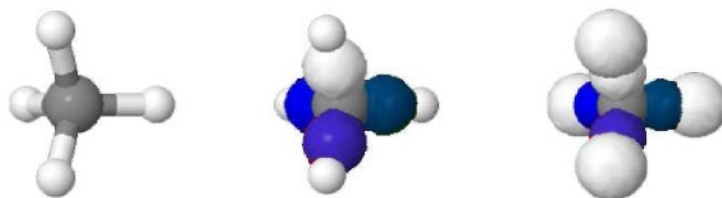
Existuje několik bodů, které mohou objasnit existenci obrovského počtu organických sloučenin a širokou škálu jejich vlastností:

atomy uhlíku se spojují s dalšími atomy kovalentními vazbami. Tyto vazby jsou typické sdílením dvojice valenčních elektronů dvěma atomy. Vlastnosti molekul se liší podle toho, s kterými prvky se uhlík spojil.

Kromě druhu spojených atomů jsou chemické vlastnosti závislé i na prostorovém uspořádání molekuly.

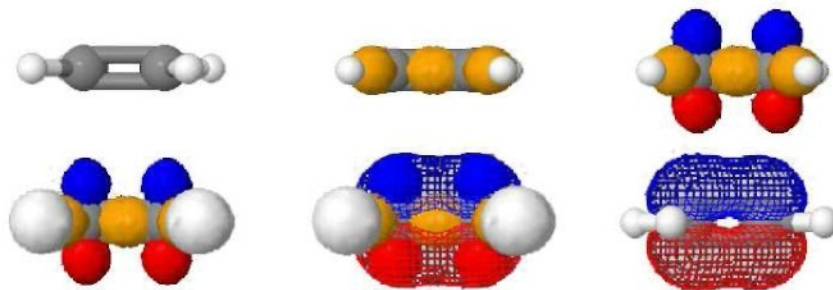
Uhlík je čtyřvazný. Uhlíkové atomy mohou tvořit vazby jak mezi sebou, tak s dalšími prvky. Vazby jsou buď jednoduché, dvojné či dokonce trojné. Uhlík může vytvářet nejrůznější tvary řetězců ať už přímé nebo rozvětvené. Mohou být ale i cyklické.

Mechanismus vzniku chemické vazby uhlíku lze najít v teorii o atomových orbitalech. Atomový orbital je prostor okolo jádra atomu, kde se nejpravděpodobněji vyskytuje daný elektron. Vzájemnými překryvy atomových orbitalů vznikají orbitály molekulové a tím chemická vazba. Uspořádání elektronů v orbitalech je udáváno elektronovou konfigurací. Konfigurace atomu uhlíku je $1s^2 2s^2 2p^2$. Orbital s má tvar koule, orbital p tvar prostorové osmičky. Tzv. hybridizací se vyrovnají energetické a prostorové rozdíly mezi orbitaly $2s$ a $2p$ a tím vznikne možnost vytvoření kovalentních vazeb. Elektronová konfigurace uhlíku ve vazebném stavu je $1s^2 2s 2p_x 2p_y 2p_z$. Pokud dojde k hybridizaci obou elektronů $2s$ a obou $2p$, vytvoří uhlík čtyři jednoduché vazby σ svírající mezi sebou úhel 109° směřující do rohů pravidelného čtyřstěnu. Tento typ hybridizace se označuje jako sp^3 a je typický např. pro methan (viz Obr. 1).



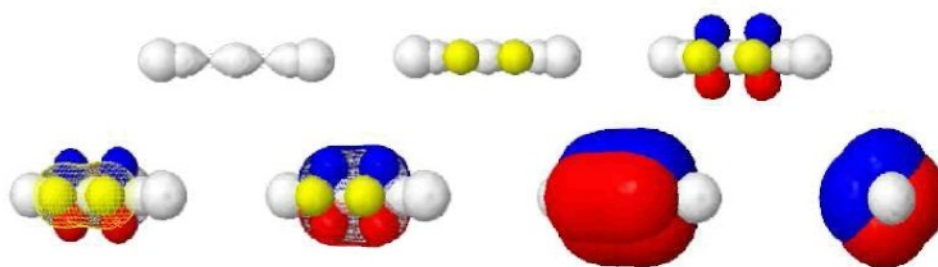
Obr. 1 – Vznik vazeb v methanu překryvem $4sp^3$ orbitalů uhlíku a $4s$ orbitalů vodíku.
 Zleva methan, Methan se čtyřmi orbitaly sp^3 , methan se $4sp^3$ a $4s$ vodíku.
Zdroj: Vlastní zpracování pomocí programu Jmol

Pokud se σ vazba vytvoří hybridizací jednoho elektronu $2s$ a dvou elektronů $2p$, vzniknou 3 hybridizované orbitaly sp^2 , které leží v rovině a svírají úhel 120° . Čtvrtý elektron z $2p_z$ hybridizovaný není a bočním překryvem s jiným orbitalem $2p_z$, vytvoří další vazbu nad vazbou σ . Tato vazba se označuje π a uhlík je tedy vázaný dvojnou vazbou (např. etylén). Dvojnou vazbu lze vidět na Obr. 2.



Obr. 2 – Modely dvojné vazby mezi uhlíkovými atomy.
Zdroj: Vlastní zpracování pomocí programu Jmol

Další typ hybridizace je u dvou uhlíků spojených trojnou vazbou. Ta vzniká hybridizací jednoho $2s$ a jednoho $2p$ orbitalu. Je to hybridizace sp , která je lineární a vazby σ vycházející z uhlíku spolu svírají úhel 180° . Zbylé nehybridizované elektrony $2p_y$ a $2p_z$ mohou bočním překryvem se stejnými typy orbitalů vytvořit trojnou vazbu (jako např. acetylen). Model trojné vazby je zobrazen na Obr. 3.



Obr. 3 – Modely trojné vazby
Zdroj: Vlastní zpracování pomocí programu Jmol

Pevnosti vzniklých vazeb jsou přímo úměrné velikosti překryvu orbitalů. Překryvy jsou zase určeny vzdáleností atomových jader a symetrií orbitalů. π překryv je méně dokonalý než σ překryv. Proto pevnost dvojně vazby je menší než dvojnásobek pevnosti vazby jednoduché (viz Tab. 1).

Tab. 1 – Pevnosti a meziatomární vzdálenosti jednotlivých typů uhlíkových vazeb

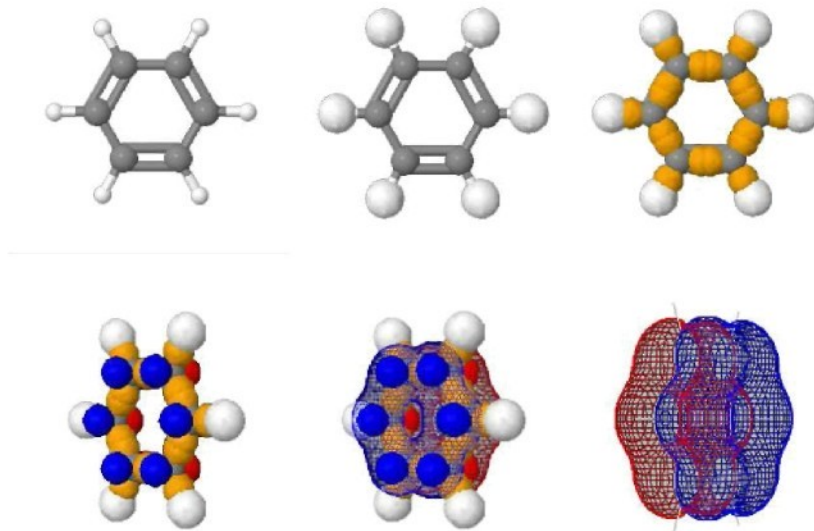
Vazba	Energie vazby [kJ. mol ⁻³]	Vzdálenost atomů uhlíku ve vazbě [nm]
Jednoduchá C–C	347	0,154
Dvojná C=C	611	0,134
Trojná C≡C	837	0,120

Zdroj: <www.qtp.ufl.edu/~watts/chem141/AddCh9Notes.doc>

Pro pohyblivost π elektronů, které jsou v orbitalech nad a pod spojnicí obou atomů uhlíku neplatí žádná omezení. Takové elektrony nazýváme delokalizované. Proto je reaktivita π vazby v porovnání s vazbou σ mnohem větší. Organické sloučeniny s delokalizovanými elektrony jsou mimo jiné zajímavé tím, že mohou vést elektrický proud.

Dalším příkladem delokalizovaných elektronů je benzen C_6H_6 . Molekula benzenu je tvořena šesti atomy uhlíku spojenými do hexagonálního kruhu. Každý atom uhlíku se váže na sousední dva uhlíky a jeden vodík σ -vazbami, vytvořenými hybridizací sp^2 orbitalů. Zbylý orbital $2p_x$ orientovaný v kolmém směru na rovinu hexagonu je schopen vytvořit

π -vazbu. Jakékoliv dva sousední orbitaly $2p_z$ se překryjí za vzniku molekulárního orbitalu, který se rozprostírá po celém šestiúhelníku. Výsledný oblak π elektronů benzenové molekuly je vidět na Obr. 4.

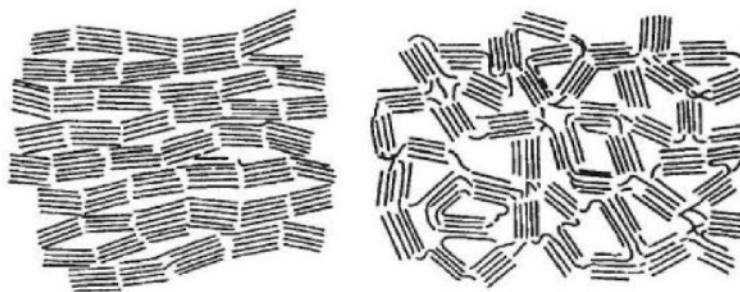


Obr. 4 – Modely šestičlenného cyklu benzenu
Zdroj: Vlastní zpracování pomocí programu Jmol

Šestinásobný uhlíkový kruh benzenu lze nalézt v grafitu a jemu příbuzných uhlíkových nanotubicích nebo ve strukturách fullerenů. Vznik vazby mezi atomy je tedy dán překryvem jejich atomových orbitalů.

2.3 Formy uhlíku

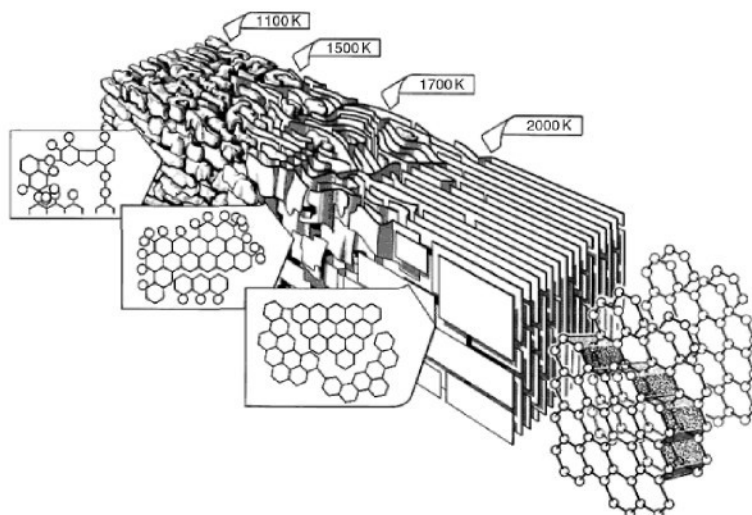
Uhlík vytváří materiály, které lze rozdělit na krystalické a amorfní. Amorfní struktura (atomů, molekul) je uspořádaná pouze na krátkých vzdálenostech. Krystalická struktura vykazuje uspořádanost jak na krátkou, tak na dlouhou vzdálenost (viz Obr. 5).



Obr. 5 – Schéma uspořádané (vlevo) a neuspořádané (vpravo) struktury uhlíku
Zdroj: MARSH, Henry. RODRIGUEZ-REINOSO, Francisco. *Activated Carbon*, London 2006, s. 19.

Kromě toho existuje i celá řada částečně uspořádaných struktur (obsahují nejrůznější vady na pravidelnosti struktury atd.). Tyto materiály lze z částečně uspořádané formy převést na

plně uspořádanou, např. skrze tepelnou úpravu. Takové materiály se nazývají grafitizovatelné uhlíkové materiály. Model změn, které nastávají ve struktuře během tepelné úpravy grafitizovatelného uhlíku (1100 – 3300K), je uveden na Obr. 6.



Obr. 6 – Diagram komplexních modelů strukturních změn v průběhu grafitizace
Zdroj: MARSH, Henry. RODRIGUEZ–REINOSO, Francisco. *Activated Carbon*, London 2006, s. 47

Mezi nejznámější amorfnní materiály patří uhlíkové saze. Saze jsou malé částice o průměru několika desítek nanometrů složené z malých grafenových vrstev (viz Obr. 7). Saze jsou vedlejším produktem spalování, vznikají i při výrobě CNT (hlavně při použití techniky elektrického oblouku). Průmyslově vyráběné saze mají využití v mnoha odvětvích (např. jako plniče, při výrobě pneumatik, maziv, barviv, inkoustů, atp.). Na druhou stranu saze znečišťují ovzduší a jsou karcinogenní.



Obr. 7 – Model struktury sazí
Zdroj: MARSH, Henry. RODRIGUEZ–REINOSO, Francisco. *Activated Carbon*, London 2006, s. 49

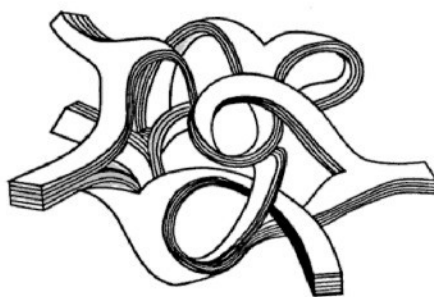
Struktura zprohýbaných a propletených grafenových vrstev bez uspořádanosti na dlouhou vzdálenost je charakteristická pro aktivní uhlík (lze vidět na Obr. 8) Vynikající adsorpční vlastnosti vycházející z vysoké porosity a velkého specifického povrchu předurčuje aktivní uhlík pro aplikace, jako jsou čištění vzduchu a vody, odstranění zápachu, toxických látek, medicínské aplikace a další.



Obr. 8 – Schéma struktury aktivního uhlíku (tzv. Stoeckliho model)

Zdroj: GLENN, Michael Roy. Activated Carbon Applications in the Food and Pharmaceutical Industries, New York 1994, s. 3.

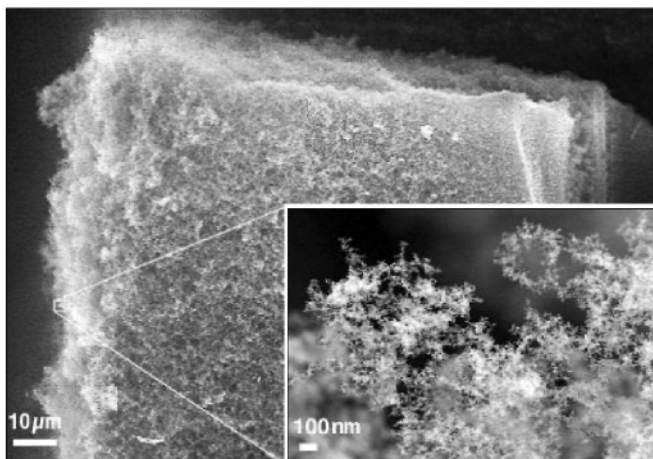
Další zajímavou amorfní formou je lesklý (nebo skelný) uhlík (viz Obr. 9). Materiál je složen ze spleti pásků navrstvených grafenových vrstev, pásy tvoří tzv. turbostratickou strukturu. Tento materiál je velmi pevný, tvrdý a izotropní. Je tepelně vodivý, nepropustný pro kapaliny i plyny a stabilní při vysokých teplotách. Hustota se pohybuje v rozsahu $1,46 \text{ g/cm}^3$ až $1,50 \text{ g/cm}^3$, což svědčí o existenci vysokého počtu pórů. Protože jsou póry extrémně malé, je permeabilita materiálu nízká. Odolnost vůči oxidaci je třikrát vyšší než u grafitu. Chemická netečnost a dobrá elektrická vodivost lesklého uhlíku se mimo jiné využívá k výrobě kyselé bateriových elektrod.



Obr. 9 – Strukturní model lesklého uhlíku autorů Jenkinse a Kawamury

Zdroj: PIERSON, Hugh O. Handbook of Carbon, Graphite, Diamond and Fullerenes. New York 1993, s. 129.

Nejnovější známou formou uhlíku je uhlíková nanopěna (viz Obr. 10). Jedná se o zvláštní spleť velmi tenkých uhlíkových trubiček nebo vláken, která pod optickým mikroskopem vypadá jako houba. Nanopěna je extrémně lehká a je přitahována magnetem, což je pro uhlíkové materiály neobvyklé.

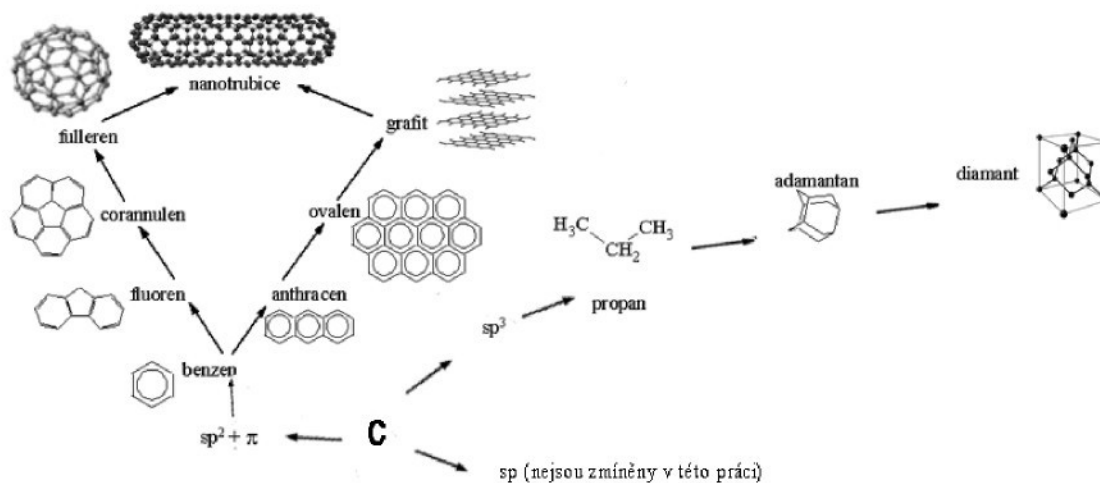


Obr. 10 – SEM snímky uhlíkové nanopěny

Zdroj: SERVICE, R. F. *Carbon Foam Reveals a Fleeting Magnetic Personality*. *Science*, April 2004, vol. 304, s. 42.

2.3.1 Krystalické uhlíkové materiály

Mezi krystalické uhlíkové materiály můžeme zahrnout dva přírodní alotropy a to grafit a diamant. V roce 1985 byla objevena další modifikace elementárního uhlíku – 60 atomů tvořících jednu molekulu (C_{60}). Tato forma byla označena jako fullerén (třetí alotropická modifikace uhlíku). Při troše idealizace lze za krystalickou strukturu považovat i uměle připravené nanotrubičky, jejichž cylindrická struktura je tvořena svinutými grafenovými vrstvami. Schéma jednotlivých struktur uvádí Obr. 11.

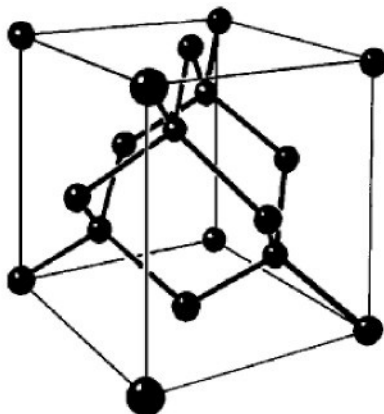


Obr. 11 – Schéma uhlíkových krystalických struktur

Zdroj: GRÉGR, Jan. *Moderní pohled na formy a modifikace uhlíku* [online]. s. 4

Diamant

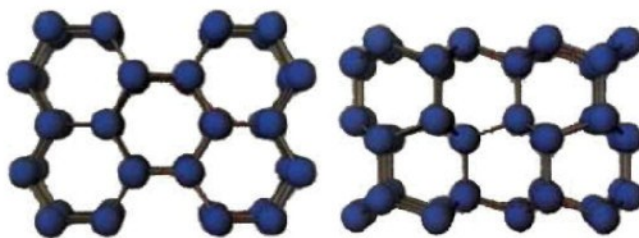
V ideální struktuře diamantu je každý atom uhlíku obklopen čtyřmi dalšími uhlíkovými atomy v kubické mřížce, jak je možné vidět na Obr. 12. Silné kovalentní sp^3 vazby a vysoce symetrická struktura činí z diamantu nejtvrdší přírodní látku. Diamant je nevodivý, chemicky i mechanicky odolný a do teploty 800 °C stálý, zároveň je ale křehký. Diamant se dá obtížně vyrobit z grafitu působením vysokých teplot a tlaků.¹



Obr. 12 – Model kubické jednotky buňky diamantu

Zdroj: MARSH, Henry. RODRIGUEZ–REINOSO, Francisco. *Activated Carbon*, London 2006, s 15

Vzácná hexagonální forma diamantu je lonsdaleite, jehož struktura se z jednoho pohledu jeví jako hexagonální grafit, z jiného pohledu už je ale patrná menší mezivrstevnatá vzdálenost nežli v grafitu a zprohýbání vrstev. Na Obr. 13 je vlevo znázorněn pohled kolmý k vrstvám, vpravo pohled rovnoběžný s vrstvami.



Obr. 13 - Lonsdaleite

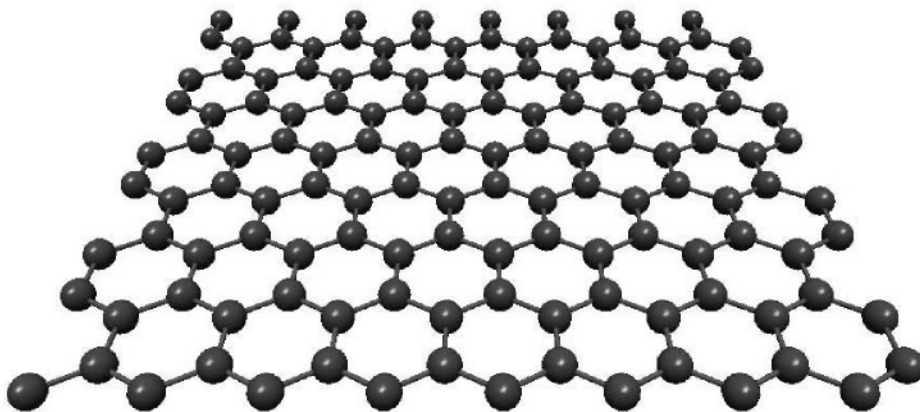
Zdroj: HARLOW, George E. *The Nature of Diamonds*, New York 1997, s 20.

Grafit

Nejrozšířenější alotropickou formou elementárního uhlíku je grafit. Základní jednotkou grafitové struktury je šestiúhelníkový kruh atomů uhlíku spojený pevnými kovalentními vazbami. Tento hexagon byl z hlediska struktury vazeb popsán již v kapitole 1.1, v části o

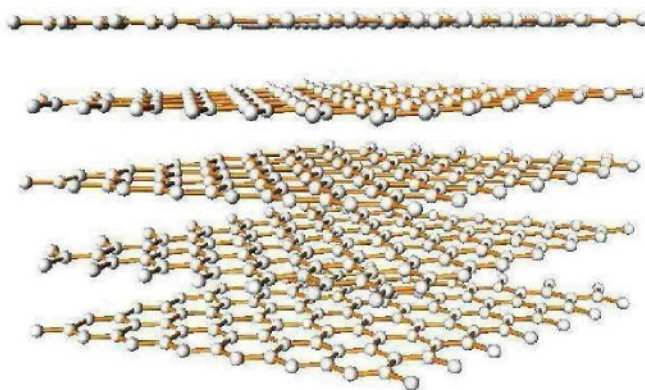
¹ KRATOCHVÍL, B. ŠVORČÍK, V. *Úvod do studia materiálů*. 1. vyd. Praha 2005, ISBN 80–7080–568–4, str. 111.

benzenu. Uhlíkové šestiúhelníky (s úhly 120°) jsou spolu spojeny v rovinné síti (tzv. grafenová vrstva – viz Obr. 14).



Obr. 14 – Model grafenové vrstvy
Zdroj: Vlastní kresba v programu Nanotube Modeler

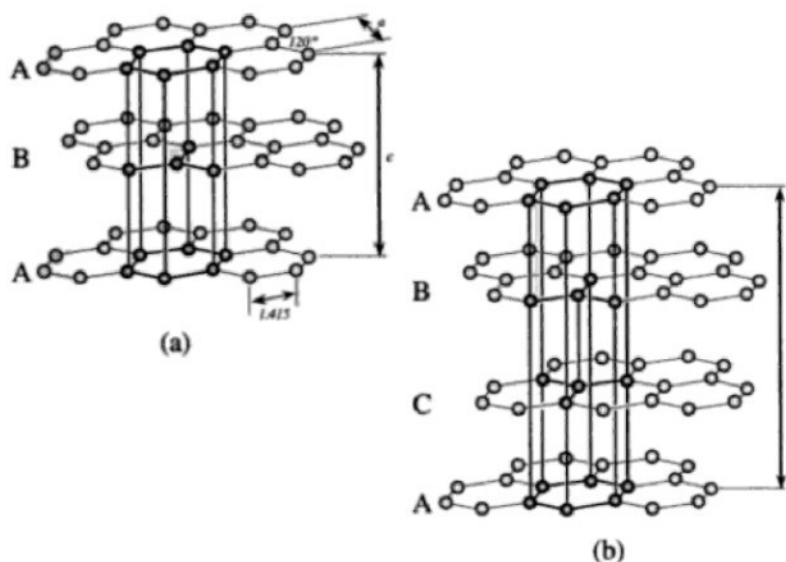
Každé tři nejbližší atomy uhlíku jsou od sebe ve vrstvě vzdáleny 0,142 nm. Vrstvy jsou uloženy rovnoběžně nad sebou do trojrozměrné struktury ve vzdálenostech 0,3354 nm (viz Obr. 15) a jsou drženy jen slabými van der Waalsovými silami, z čehož vyplývá pro grafit charakteristická anizotropie fyzikálních vlastností.



Obr. 15 – Model struktury grafitu
Zdroj: KOŠTÁKOVÁ, Eva. *Výroba polymerních nanovláken [online]. Liberec 2008, s 18.*

Strukturní modifikace grafitu spočívající v různém kladu vrstev nad sebou se nazývá polytypie. Značení jednotlivých polytypů se provádí číslicí a písmenem. Číslice označuje kolikátá vrstva po výchozí je v identické poloze a písmeno je symbolem symetrie. Např. značení polytypu jako 4H znamená, že každá čtvrtá vrstva se bude nacházet v identické pozici jako výchozí vrstva a že symetrie bude hexagonální. Nebo např. písmeno R by značilo romboedrický typ mřížky.

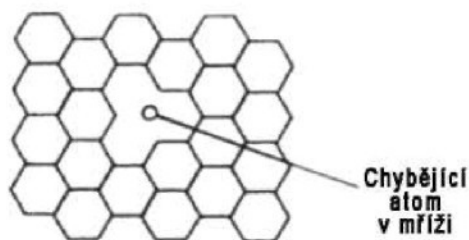
Grafit se vyskytuje v několika polytypech. Nejčastější jsou polytypy s označením 2H a 4R. V hexagonálním polytypu 2H neustále alternuje vrstva A s vůči ní posunutou vrstvou B jako ABABAB. V romboedrickém polytypu 3R se pak opakují tři vrstvy jako ABCABC. Oba typy polytypů jsou znázorněny na Obr. 16, kde (a) je polytyp 2H (Bernalův grafit) a (b) je polytyp 3R.



Obr. 16 – Nejčastější polytypy grafitu

Zdroj: RADOVIC, Ljubisa R. *Chemistry and Physics of Carbon*. New York 2003, s 46.

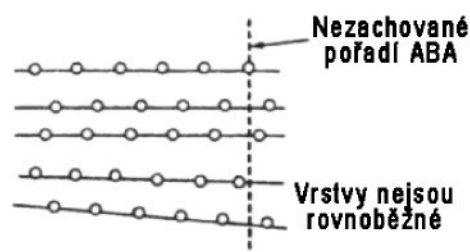
K identifikaci jednotlivých polytypů lze použít metodu rentgenové difrakce². Ve skutečnosti ovšem bývá pravidelná struktura polytypů grafitu trvale narušena mnoha defekty. Mezi tyto defekty patří plošné poruchy (např. chyby kladu vrstev, kdy některé z grafenových vrstev alternují odlišně od těch v hlavních polytypech, viz Obr. 18, dále pak prostorové defekty (vytvoření dutin v mříži apod.) a čárové poruchy (viz Obr. 19). Existují také bodové poruchy, což jsou vakance (nepřítomnost atomu v uzlu mříže – viz Obr. 17) a intersticiály (atom je mimo uzel mříže).



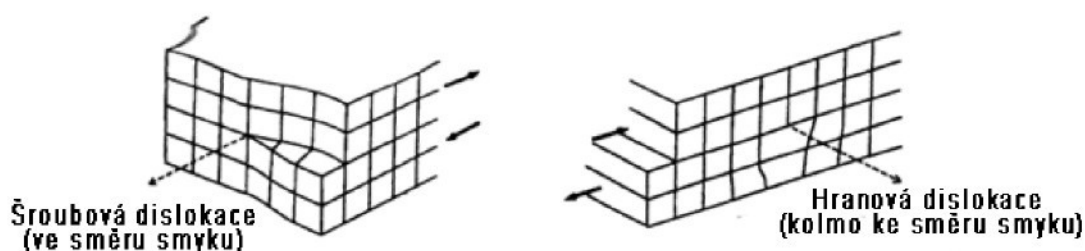
Obr. 17 - Krystalické poruchy v grafitu - chybějící atom v uzlu mříže

Zdroj: MORGAN, Peter. *Carbon Fibers and their Composites*. London 2005, s 30.

² Principem rentgenové difrakce je průchod rentgenového záření krystalem, kde dochází k difrakci záření. Výsledkem jsou charakteristické difrakční vzory.



Obr. 18 – Znáznornění krystalických poruch v grafitu – chyba kladu vrstev.
Zdroj: MORGAN, Peter. *Carbon Fibers and their Composites*. London 2005, s 30.

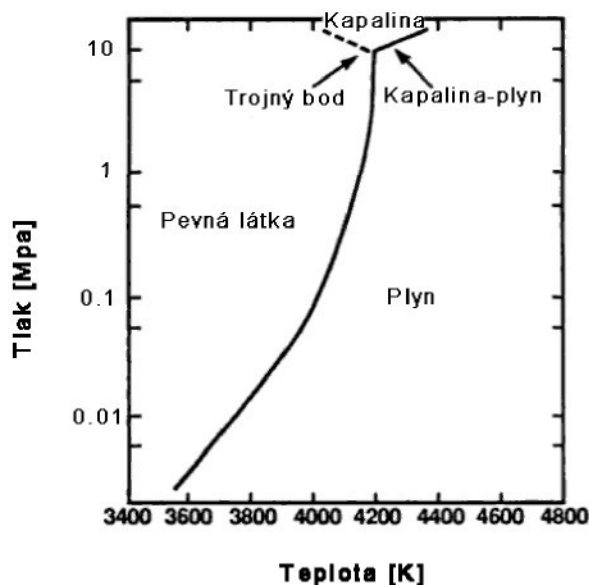


Obr. 19 – Znáznornění čárové poruchy v grafitu. Šroubová a hranová dislokace.
Zdroj: MORGAN, Peter. *Carbon Fibers and their Composites*. London 2005, s 31.

Obecně je grafit málo mechanicky i chemicky odolný. Slabé van der Waalsovy síly mezi vrstvami mají za následek výbornou štěpnost grafitu ve směru rovin. Je žáruvzdorný do 3000 °C. π orbital rozložený nad grafitovou vrstvou zlepšuje tepelnou a elektrickou vodivost grafitu. Tyto i další vlastnosti jsou díky anizotropii výrazně lepší ve směru vrstev nežli ve směru kolmém k vrstvám.

Grafit nemá při atmosférickém tlaku bod tání, dochází pouze k jeho sublimaci. K dosažení tání je zapotřebí tlak přibližně 10 MPa a teplota 4200 K. Ve fázovém diagramu grafitu (viz Obr. 20) se bod, při kterém jsou pevná, kapalná i plynná fáze grafitu v rovnováze, nazývá trojný bod (4200 K a 10 MPa).

Poměrně značné vzdálenosti mezi grafenovými vrstvami umožňují celé řadě různých atomů vstoupit do mezivrstevního prostoru. Tím vzniknou tzv. interkalátové sloučeniny, které mají často zcela odlišné vlastnostmi, než měl původní grafit. Přírodní krystaly grafitu obsahují defekty a nečistoty jako jsou prvky železa (Fe) a jiné přechodové kovy. Nejvíce používaným, vysoce kvalitním materiálem současnosti je průmyslově vyráběný, vysoce orientovaný pyrolytický grafit (HOPG). Grafit se používá k výrobě tužek, elektrod, jako mazivo apod.



Obr. 20 – Fázový diagram grafitu a vyznačený trojný bod
 Zdroj: MORGAN, Peter. *Carbon Fibers and their Composites*. London 2005, s 16.

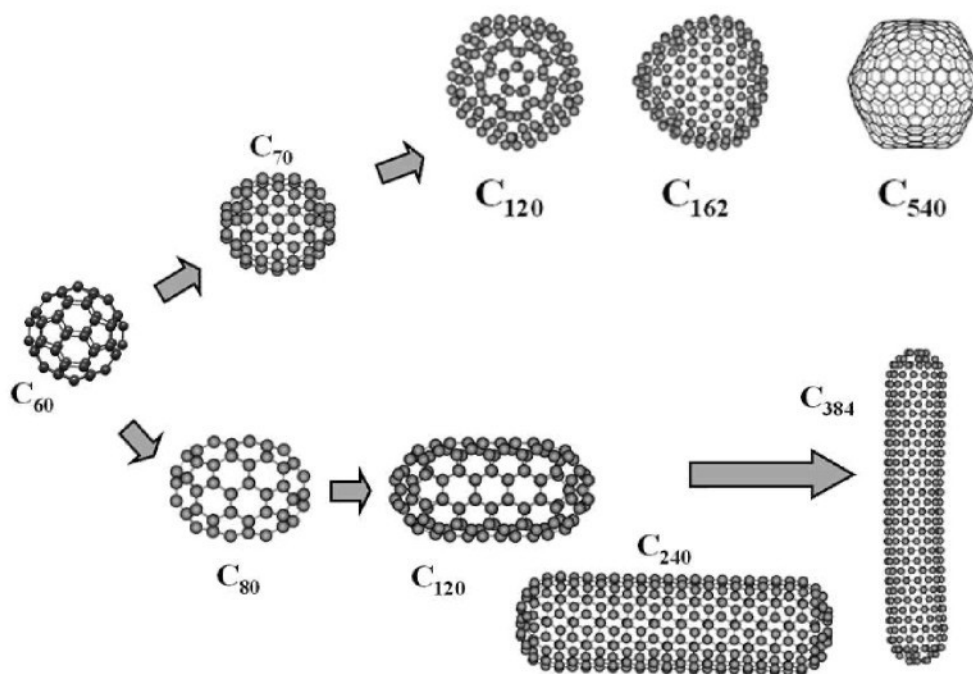
Nejčastěji používané metody pro studium vlastností grafitu je Ramanova spektroskopie a vysoce rozlišitelná transmisní elektronová mikroskopie (HRTEM).

Fullereny

Existence třetí alotropické formy uhlíku byla prokázána v roce 1985 (Kroto et al.). Fullereny se vyrábějí pomocí elektrického oblouku mezi grafitovými elektrodami nebo laserovým odpařováním grafitu. S ohledem na stabilitu je nejmenším fullerénem C_{60}^3 , který má tvar polyedru připomínající fotbalový míč. Má 32 stěn (12 pětiúhelníků a 20 šestiúhelníků). Pětiúhelníky vznikly díky poruchám v šestiúhelníkových kruzích grafenu a jsou zodpovědné za zakřivení povrchu a vznik uzavřené struktury. Atomy uhlíku jsou v molekule C_{60} rovnocenné a vyznačují se trigonální hybridizací sp^2 . Jednotlivé atomy jsou spojeny třemi σ -vazbami a jednou π -vazbou.

Vyšší fullereny mohou mít různě deformované tvary a od C_{80} pak navíc jeden fullerén může existovat v několika různých izomerech (viz Obr. 21). Pokud jsou molekuly fullerenů spojeny nebo vyplněny cizími atomy, pak se jedná o tzv. fulleridy.

³ Teoreticky nejmenší fullerén je C_{20} , který se skládá z dvaceti atomů uhlíku. Ovšem energeticky stabilní je až C_{60} .



Obr. 21 – C_{60} a různé struktury vyšších fullerénů vedoucí až k uhlíkovým nanotrubicím
 Zdroj: GRÉGR, Jan. *Moderní pohled na formy a modifikace uhlíku* [online]. s. 5.

2.3.2 Uhlíková vlákna

Uhlíková vlákna vynikají výbornými vlastnostmi, jako jsou vysoký modul a pevnost v tahu, až třikrát větší tepelná vodivost než měď, odolnost oxidaci a další. K výrobě moderních uhlíkových vláken se používají prekurzory z polyakrylonitrilu a mezofázové smoly.

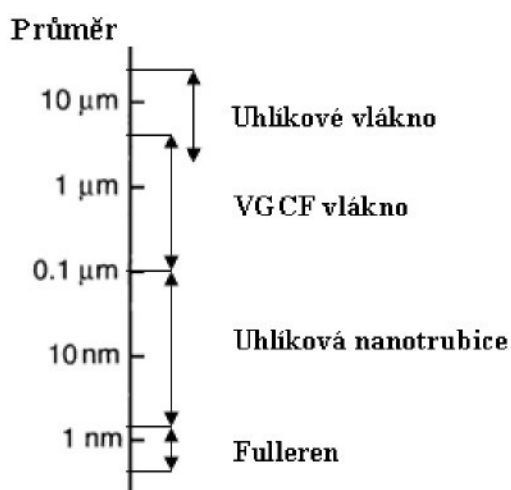
Po zvláknění z taveniny nebo zvláknění z roztoku se následně různými tepelnými postupy (stabilizace, karbonizace, grafitizace) převede vhodný prekurzor na uhlíkové vlákno. Speciální postup výroby je u vláken vyráběných katalytickým rozkladem plyných uhlovodíků (VGCF) při teplotách okolo 1000 °C. Získané VGCF vlákna o průměru 0,5–2 mikrometru mají vysokou elektrickou ($2,6 \cdot 10^6 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}$) a tepelnou vodivost ($1900 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$).

Jednotlivými výrobními postupy je možné získat celou řadu vláken různých vlastností a více či méně orientovaných struktur jak je vidno z Obr. 22. Pro tepelné izolace nebo některé další aplikace postačují vlákna nižších parametrů (pevnost v tahu < 1000 MPa, a modulem pružnosti v tahu < 100 GPa). Vyrábějí se ale i uhlíková vlákna s vysokými mechanickými parametry zahrnující vysoce pevná vlákna (HT) nebo vlákna se středním (IM) až vysokým modulem pružnosti (HM).

Hodnoty některých vlastností lze vyčíst v tabulce v Příloze 1. Porovnání průměrů nejrozličnějších uhlíkových struktur ukazuje Obr. 23.



Obr. 22 – Příklady struktur uhlíkových vláken vyrobených různou technologií
Zdroj: EBBESEN, Thomas W. *Carbon nanotubes: preparation and properties* London 1996. s 36.



Obr. 23 – Porovnání průměrů uhlíkových vláken, uhlíkových nanotubic a fullerenů
Zdroj: EBBESEN, Thomas W. *Carbon nanotubes: preparation and properties* London 1996. s 37.

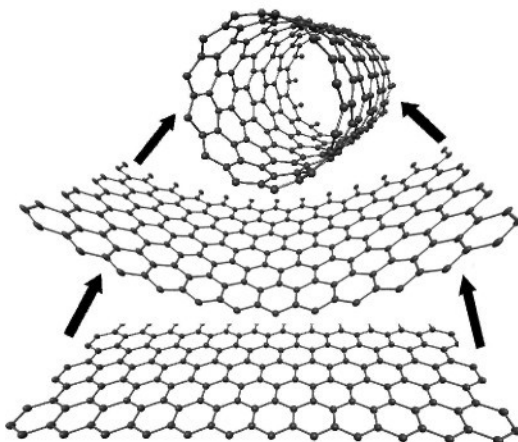
Uhlíková vlákna jsou využívána v mnoha oblastech jako součásti kompozitů, v letectví, kosmonautice, při výrobě sportovních potřeb, k vyztužení karoserií závodních automobilů, v lékařství (tkáňové inženýrství) a mnoha dalších.

3. Uhlíkové nanotrubičky

Uhlíkové nanotrubičky jsou duté, válcovité formy uhlíku, mající, s určitou idealizací, krystalickou strukturu. První zmínky o existenci vícevrstevných nanotrubiček (MWNTs), pochází již z poloviny minulého století, kdy MWNTs vznikaly jako vedlejší produkt při syntéze fullerenu C_{60} . Avšak skutečně prokázat existenci MWNTs se povedlo až S. Iijimovi v roce 1991. Dva roky poté byly objeveny jednovrstevné nanotrubičky SWNTs (Iijima a Ichihashi). Nutno poznamenat, že tyto objevy byly do značné míry umožněny až s pokrokem v elektronové mikroskopii. Od této doby jsou nanotrubičky v popředí zájmu vědců po celém světě pro jejich výjimečné mechanické, elektrické a tepelné vlastnosti.

3.1 Jednovrstevné uhlíkové nanotrubičky (SWNTs)

SWNTs (Single walled nanotubes) si můžeme představit buď jako válcovitý izomer velkých fullerenu nebo podle Obr. 24 jako grafenovou vrstvu, která je srolována do tvaru válce.



Obr. 24 – Model nanotrubičky vzniklé srolováním grafenové vrstvy

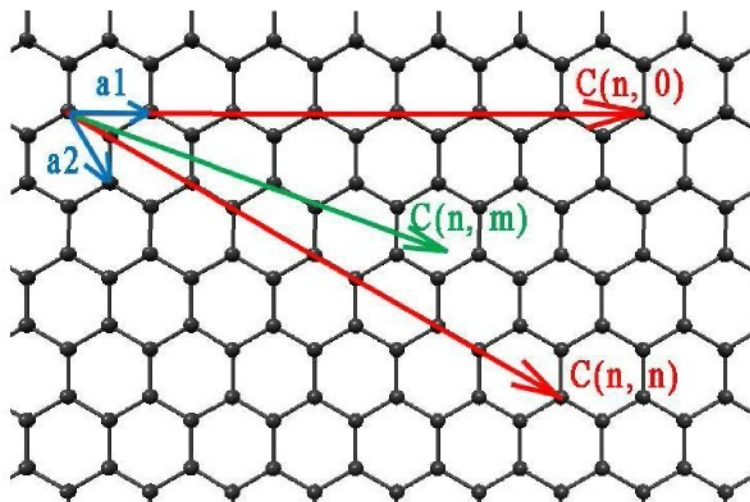
Zdroj: Vlastní kresba v programu Nanotube Modeler

Úhel, pod kterým je grafenová vrstva sbalena do trubice udává chiralita. Existují tři formy chiralit: židlíčková, zigzag a chirální. Chirální vektor $C(n, m)$ je lineární kombinací jednotkových vektorů a_1 a a_2 , které definují hexagonální mříž podle rovnice:

$$C(n, m) = na_1 + ma_2, \quad \text{, kde } n \text{ a } m \text{ jsou proměnné a } n \geq m.$$

Průměr CNT pak může být zapsán jako:

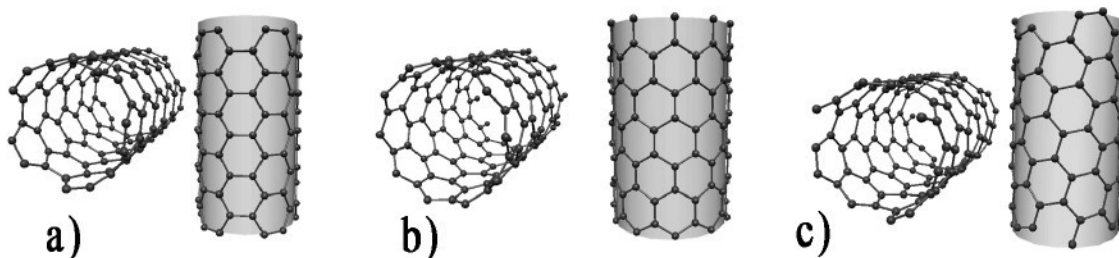
$$D_{CNT} = \frac{\sqrt{3}}{\pi} l \sqrt{n^2 + mn + m^2} \quad , \text{ kde } l \text{ je délka C-C vazby.}$$



Obr. 25 – Chirální vektory

Zdroj: Vlastní kresba v programu Nanotube Modeler a Adobe Photoshop

Indexy židličkového typu chiralitty jsou ve tvaru (n, n) . Zigzag CNTs mají vektor chiralitty natočen o 30° . CNT tohoto typu mají tvar $(n, 0)$. Jako chirální CNT je označována každá jiná chiralita (n, m) s chirálním úhlem mezi židličkovou a zigzag $(0^\circ - 30^\circ)$.⁴ Všechny tyto typy chiralit jsou znázorněny na Obr. 25. Nanotrubičky, které vzniknou srolováním dle jednotlivých chirálních vektorů lze vidět na Obr. 26.



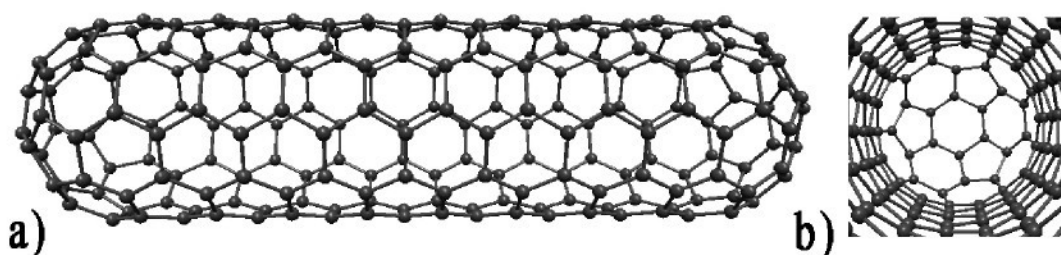
Obr. 26 – Typy chiralitty: (a)židličková (5,5), (b)zigzag (10,0), (c)chirální (7,3)

Zdroj: Vlastní kresba v programu Nanotube Modeler.

Různé typy chiralitty mají rozhodující vliv na elektrické vlastnosti, proto může být SWNTs elektrický vodič (CNT s židličkovou chiralitou) nebo polovodič (zigzag a chirální CNT).

⁴ MAJURE, D. L., et al., Simulations of Simple Nanomachines in Carbon Nanotube Bundles Based on Chirality, Publikováno 19.19..2008 [cit. 2010-02-26]. Dostupné z: <<http://www.asc2008.com/manuscripts/M/MP-20.pdf>>.

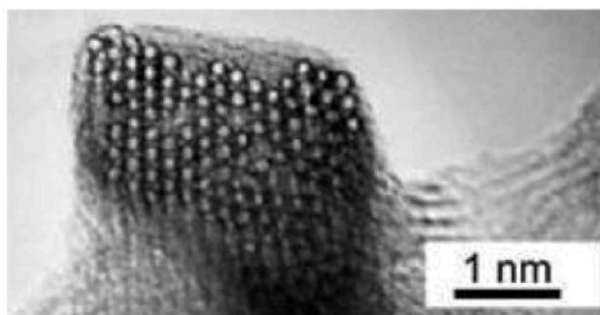
Při experimentech často bývají konce nanotubic uzavřené hemisférou fullerenu. Každé takové zakončení obsahuje šest pentagonů (odpovědných za zakřivení) a příslušný počet hexagonů (viz Obr. 27, kde (a) je uzavřená nanotrubice (5,5) a (b) pohled do jejího nitra s ukončením obsahujícím šest pentagonů). Přítomnost pentagonů přináší koncům vyšší chemickou reaktivitu, než mají strany CNT. Ačkoli je struktura tvořena šestiúhelníkovitými kruhy, není to planární forma, a proto se díky zakřivení povrchu kromě sp^2 hybridizace vyskytuje i určité procento sp^3 hybridizace odpovědné za vyšší reaktivitu nežli u grafenu [7]. Překrytí energetických pásů je odpovědné za univerzální elektrické chování.



Obr. 27 – Uzavřená nanotrubice (5,5)
Zdroj: Vlastní kresba v programu Nanotube Modeler

Délky SWNTs jsou v řádech mikrometrů, průměry se pak pohybují okolo 1,4nm (příliš velké nebo naopak příliš malé průměry nejsou energeticky výhodné). Délka i průměry trubic lze ovlivnit volbou a parametry syntézy (doba, teploty atd.).

Pokud se SWNTs nacházejí v těsné blízkosti, tak se díky van der Waalsovým silám mohou spojit do sbalených rovnoběžných útvarů, označovaných jako lana či svazky. Při správném natočení je lze pozorovat elektronovým mikroskopem, jak vidno na Obr. 28.

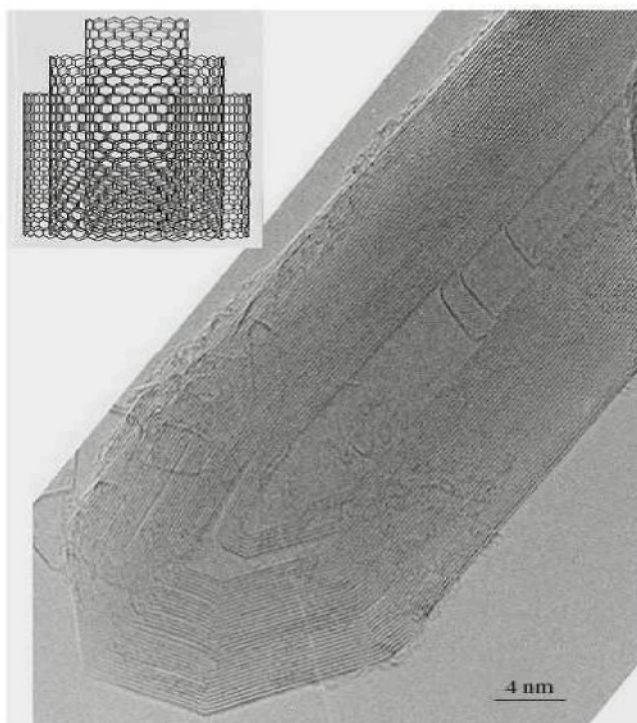


Obr. 28 – HRTEM snímek svazku nanotubic
Zdroj: CARDONA, M. MERLIN, R. *Light Scattering in Solids: Novel materials and techniques*. New York, 2007. s 123.

V současné době je již známo, že i jiné prvky mohou vytvářet nanotubice (např. bor-nitrid, bor-carbonitrid).

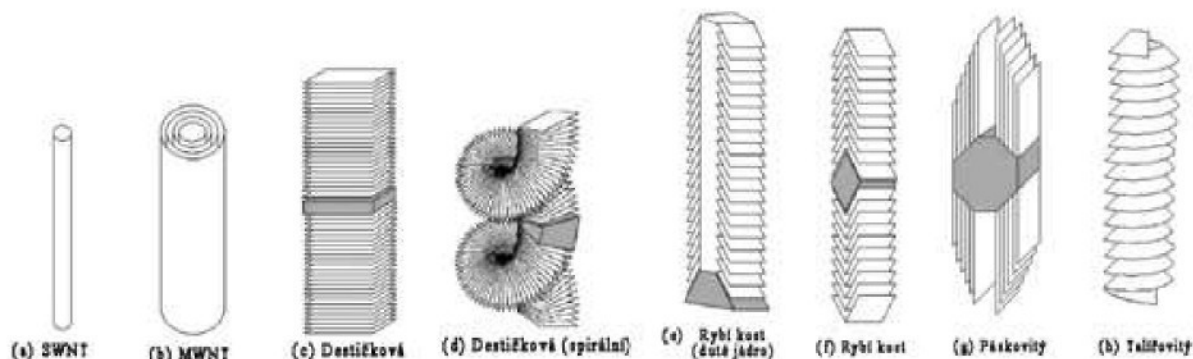
3.2 Vícestěnné uhlíkové nanotrubic (MWNTs)

Nejjednodušší typ vícestěnných nanotubic (MWNTs) má soustřednou, tzv. koncentrickou texturu (c-MWNT). V takové MWNT může být uspořádáno teoreticky jakékoliv množství SWNTs s pravidelně rostoucími průměry. Stěny jednotlivých trubic jsou od sebe vzdáleny 0,34 nm (oproti 0,3345 nm v grafitu, který vykazuje lepší uspořádanost mezi vrstvami).



Obr. 29 – HRTEM snímek c-MWNT připravené technikou elektrického oblouku
Zdroj: BHUSHAN, B. *Springer Handbook of Nanotechnology*. New York, 2006. s 43.

Pokud se poskládá mnoho grafenových vrstev přes sebe pod určitým úhlem k ose nanotrubice (viz Obr. 31), vznikne tzv. textura rybí kosti (herringbone, h-MWNT). Velikost úhlu, pod kterým jsou grafeny uloženy závisí na použité syntéze a pohybuje se od 0° (odpovídá textuře c-MWNT) až po 90°. V krajním případě (tj. 90°), kdy jsou grafeny poskládány kolmo k ose vlákna, již h-MWNT nemá trubicový charakter a tyto filamenty se pak označují jako destičková nanovlákná. Porovnání struktur SWNT, MWNT a nanovláken znázorňuje Obr. 30, kde (a)–(b) jsou struktury uhlíkových nanotubic a (c)–(h) struktury uhlíkových nanovláken.



Obr. 30 - Porovnání struktur uhlíkových nanotrubic a uhlíkových nanovláken

Zdroj: MARTIN-GULLON, I. VERA, J. et al. Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor. Carbon, 2006, vol. 44, s 1573.

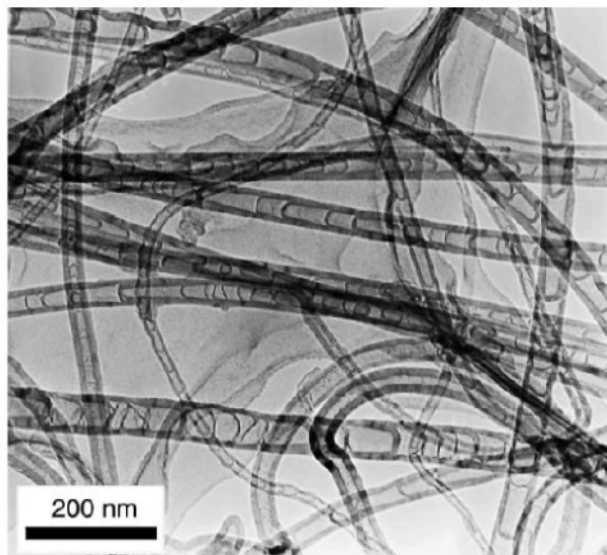


Obr. 31 – SEM snímek h-MWNTs

Zdroj: <http://www.ecmjournal.org/journal/supplements/vol004supp01/ecm3-02.jpg>.

Třetím typem MWNT je tzv. bambusová textura (viz Obr. 32). Tato textura neexistuje samostatně, ale jen v kombinaci s c-MWNT (označení bc-MWNT) nebo s h-MWNT (bh-MWNT). V této struktuře se s určitou frekvencí objevují grafenové vrstvy orientované kolmo k ose nanotrubic, čímž vytvářejí přepážky. Textura pak připomíná bambusový prut. Otázkou zůstává, jestli lze takové textury ještě považovat za trubice.

Průměry MWNTs se pohybují většinou mezi 10 a 100 nm, podle počtu SWNTs z kterých jsou složeny. Strukturu MWNT lze studovat pomocí transmisní elektronové mikroskopie. Na snímcích z TEM lze často vidět i MWNT s částicemi katalyzátoru, který byl použit při syntéze. Vlastnosti MWNT závisí především na dokonalosti a orientaci grafenů. Podobně jako struktura grafitu, obsahuje i struktura experimentálně získaných MWNTs často nejrůznější chyby v hexagonální uhlíkové mřížce, což vede k různým defektům jako je zlomení trubice, rozvětvení a další.



Obr. 32 – TEM snímek bambusové textury MWNTs

Zdroj: JANG, J.W. et al. *Mechanical cutting of bamboo-shaped multi walled carbon nanotubes by an atomic force microscope tip* [online]. Dostupné z: <[http://cnnc.skku.ac.kr/upload/CJLee43\(SSC\).pdf](http://cnnc.skku.ac.kr/upload/CJLee43(SSC).pdf)>.

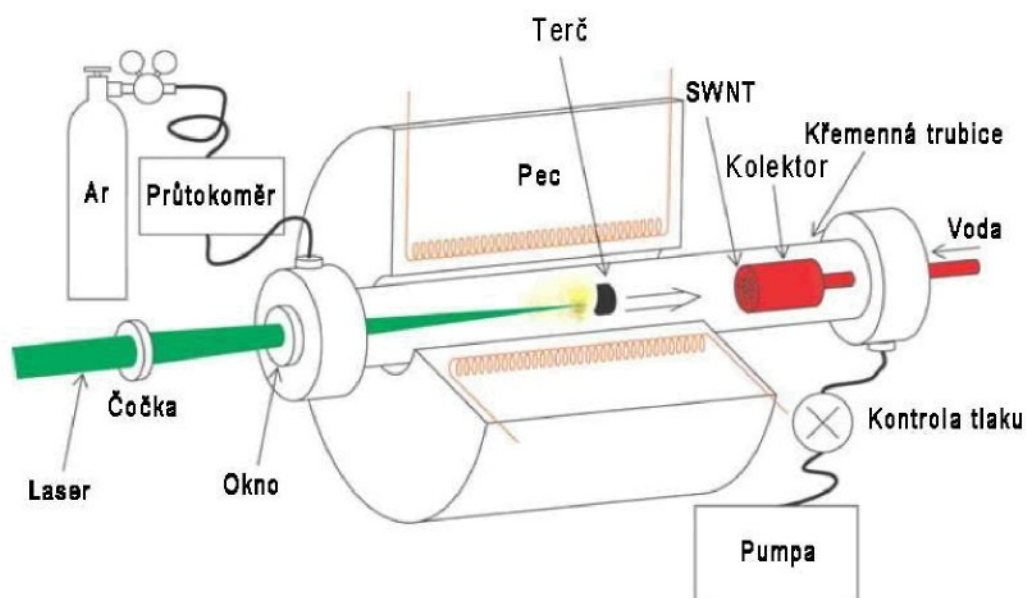
3.3 Syntézy uhlíkových nanotrubic

Existuje mnoho metod pro přípravu uhlíkových nanotrubic. Postupy spočívají v rozkladu uhlíkového zdroje (ať už pevného nebo plynného) na atomy a v jejich následné formaci do tvaru nanotrubic. V dalším textu budou popsány tři hlavní metody a to je laserová ablace, metoda elektrického oblouku a katalytická chemická depozice par. Metody se obecně potýkají s problémy, jako jsou ovlivnění chiralitty, zajištění dostatečných výnosů nanotrubic, strukturní kvality a čistoty nanotrubic (tj. bez vzniku vedlejších uhlíkových struktur). Optimální formace nanotrubic je kombinací mnoha parametrů výroby a vhodně zvoleného technologického postupu. Mnohé metody pro výrobu nanotrubic byly původně vyvinuty k výrobě fullerenu. Syntéza nanotrubic však potřebuje na rozdíl od fullerenu zajištění dodatečných podmínek (jako je např. přítomnost katalyzátoru).

Metoda laserové ablace

Příklad zařízení pro metodu laserové ablace je uveden na Obr. 33. Hlavní součásti zařízení jsou pec, křemenná trubice s oknem, uhlíkový terč obohacený katalyzátorem, vodou chlazený kolektor produktů a průtokový systém inertní atmosféry. Laserový paprsek prochází oknem a je zaměřen na terč umístěný uprostřed pece. Terč se odpařuje při vysoké

teplotě $(1200^{\circ})^5$ v argonové atmosféře (a tlaku $0,067 \text{ Mpa.})^5$ a dochází k tvorbě CNT. Vyrobené SWNT jsou unášeny plynem a poté zachycovány na kolektoru. Tato metoda má mnoho výhod, jako je vysoká čistota SWNT, nebo možnost kontroly průměrů. Výnos SWNT závisí na zvolené teplotě a použitém katalyzátoru. SWNT se často nacházejí ve svazcích o průměru až 20 nm a délce i několik set μm .



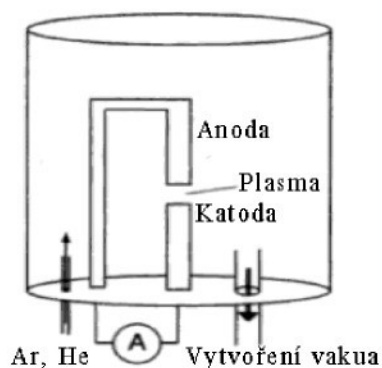
Obr. 33 – Schéma laserového reaktoru [3]

Metoda elektrického oblouku

Zařízení pro výrobu nanotubic pomocí elektrického oblouku je znázorněno na Obr. 34. Skládá se z válce, v němž jsou umístěny dvě grafitové elektrody. Na spodní straně se pak nacházejí dva ventily, skrze první se nejprve zajistí vakuum a druhým se pak naplní válec inertním plynem (např. argon, helium) na určitý tlak $(0,007 - 0,05 \text{ MPa})^6$. Stejný proud $(50 - 100 \text{ A, napětí } 20 \text{ V})^6$ vytvoří elektrický oblouk mezi elektrodami a vznikne plasma ze směsi uhlíkových par, katalytického plynu a inertního plynu.

⁵ O'CONNELL, M. J. *Carbon Nanotubes: Properties and Applications*. 1. vyd. London: CRC Press, 2006. ISBN 978-0-849-32748-3, s 26.

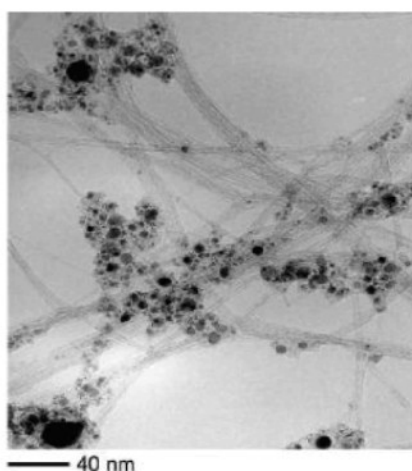
⁶ CHEN, Ch. ZHANG, Y. *Nanowelded Carbon Nanotubes*. 1. vyd. New York: Springer, 2008. ISBN 978-3-642-01498-7, s 16.



Obr. 34 – Schéma zařízení s elektrickým obloukem

Zdroj: O'CONNELL, M. J. *Carbon Nanotubes: Properties and Applications*. London, 2006. s 26..

Odpařování uhlíku z katalyticky obohacené grafitové anody (zpravidla bývá anoda obohacena *Y/Ni* katalyzátorem)⁷ vznikají jak MWNTs tak i SWNTs (na jiných částech reaktoru). Kromě nanotrubic ale vznikají i vedlejší produkty jako jsou saze, uhlíková vlákna, fullereny. Produkty jsou navíc znečištěny i částicemi katalyzátoru, které lze vidět na Obr. 35 jako černé tečky.



Obr. 35 – TEM snímek nanotrubic vzniklých laserovou ablací

Zdroj: TJONG, Sie Chin. *Carbon Nanotube Reinforced Composite*. Weinheim, 2009. s 8

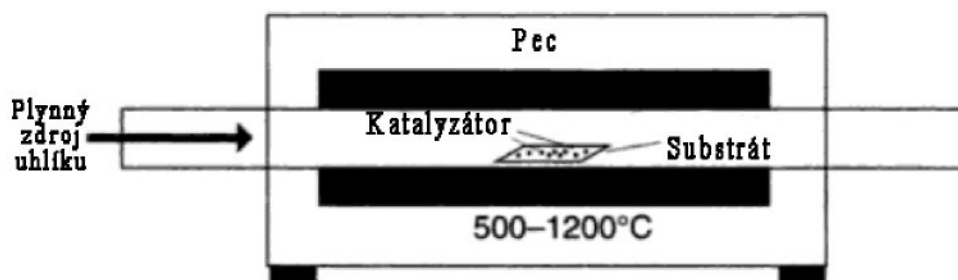
Chemická depozice par (chemical vapor deposition, CVD)

Katalyticky obohacené tepelné krakování uhlovodíků je modifikací metody pro výrobu uhlíkových VGCF vláken (viz kap. 2.2.2). CVD metody používají částice přechodových kovů (např. železo, kobalt, nikl) jako katalyzátor a uhlovodíky (CH_4 , C_2H_2 , benzen a další) jako zdroj uhlíku. Při specifických teplotách ($500\text{ }^\circ\text{C}$ – $1200\text{ }^\circ\text{C}$) se uhlovodíky začnou

⁷ O'CONNELL, M. J. *Carbon Nanotubes: Properties and Applications*. 1. vyd. London: CRC Press, 2006. ISBN 978-0-849-32748-3, s 26.

rozkládat a poté ukládat na katalyzátoru jako nanotrubice. Katalyzátor může být v pevné formě uložen na inertním substrátu (tzv. heterogenní procesy) nebo se do reaktoru přivádí pomocí plynu (homogenní procesy).

Jednoduché zařízení pro heterogenní CVD proces je znázorněno na Obr. 36. Skládá se z pece vyhřáté na požadovanou teplotu. Do pece se přivádí uhlovodíky většinou ve směsi s H_2 a inertním plynem přes nanometrické částice přechodových kovů uložené na substrátu. Probíhající rozklad uhlovodíků lze zapsat chemickou rovnicí:



Obr. 36 – Schéma reaktoru pro heterogenní CVD metodu

Zdroj: O'CONNELL, M. J. *Carbon Nanotubes: Properties and Applications*. London, 2006. s 27.

Existují i několik modifikací CVD procesu jako je například plasmou doplněné CVD které ohřívá pouze vzorek, zatímco celý systém je při relativně nízké teplotě.

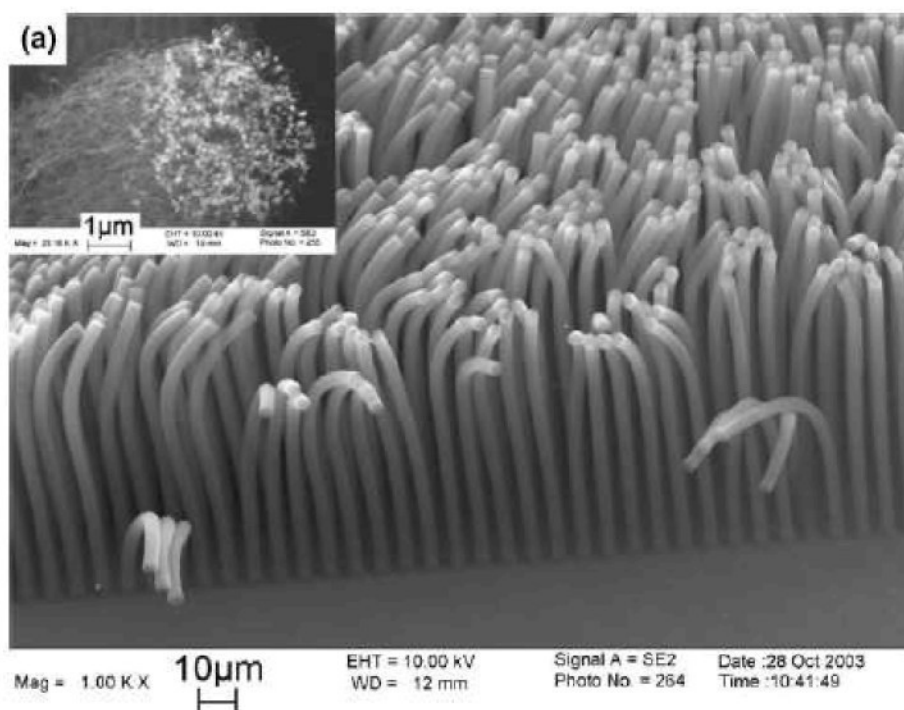
CVD metodou se získají jak SWNT tak MWNTs, které mohou podle podmínek syntézy růst náhodně nebo orientovaně. SWNT jsou také často ve svazcích o průměru několika desítek nm. Zároveň CVD nanotrubice obsahují mnoho strukturních defektů (lze odstranit dodatečnou tepelnou úpravou při velmi vysokých teplotách např. 2500 °C) a jsou také často doprovázeny vedlejšími produkty, jako jsou saze, povlaky apod. Od katalyzátoru se nanotrubice dají oddělit chemicky (např. pomocí HCl, NaOH) nebo oxidačním postupem, kterým se zároveň odstraní i nežádoucí formy uhlíku. Pro optimální výsledky je třeba nalézt nejlepší kombinaci mezi typem uhlovodíku, reakční dobou a teplotou, složením přichodzí plyné suroviny, typem a velikostí katalytických částic, hodnotami průtoku plynu apod.

Unikátním postupem je technologie *HiPCOTM* (*High pressure CO conversion*) využívající vysokotlaký oxid uhelnatý (3–5 MPa) jako zdroj uhlíku a $Fe(CO)_5$ jako zdroj katalyzátoru.⁸ Reakce se pak označuje jako katalyticky obohacená disproportionace a probíhá podle rovnice:



Metoda HiPCOTM vyniká schopností vyrobit SWNTs o vysoké čistotě.⁸ Délky a průměry lze dobře kontrolovat pomocí použitého tlaku CO.

Speciální aplikace vyžadují růst CNT v polích podle speciálně vzorovaného substrátu. Takový příklad uvádí Obr. 37, kde CNT vyrostly za 15 minut rozkladem směsi C₂H₄:H₂ (1:2) při tlaku 0,027 MPa a teplotě 650 °C [9]. Takové MWNTs nacházejí uplatnění např. při výrobě nových typů obrazovek (Field emission display).



Obr. 37 – Pole jednotlivých svazků nanotrubic [9]

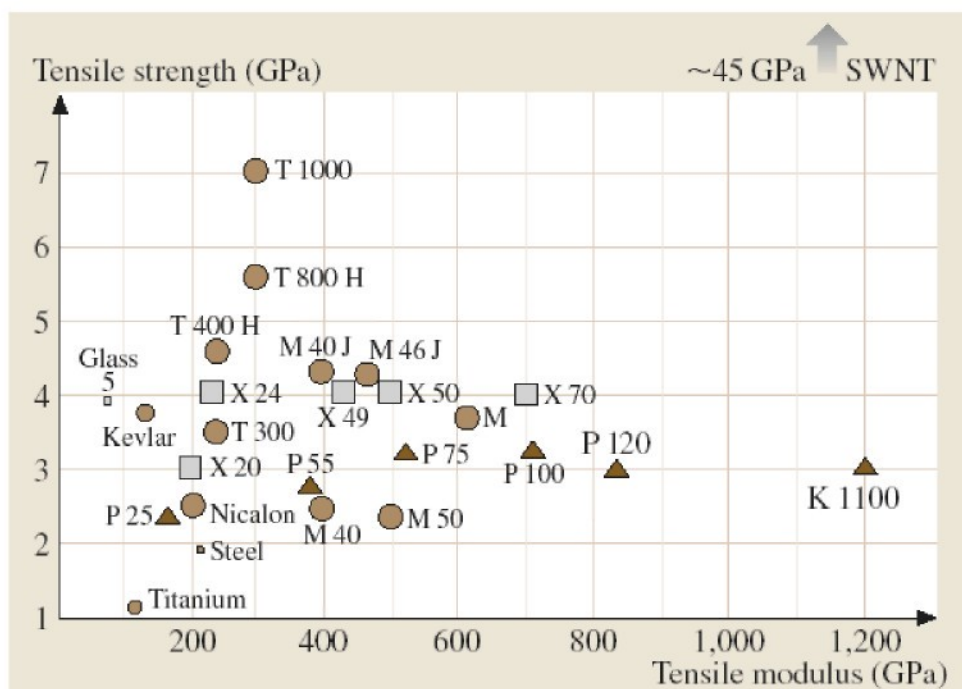
3.4 Vlastnosti a použití CNT

Unikátní mechanické vlastnosti uhlíkových nanotrubic vycházejí ze silných C – C vazeb a z hexagonální grafické architektury. *Pevnost v tahu SWNT je přibližně 45 GPa, pro MWNTs pak bylo naměřeno 150 GPa. Modul pružnosti v tahu MWNTs je 3 – 30 GPa a u SWNTs až 1 TPa.*⁹ Hodnoty těchto veličin se pro nanotrubicе bud' předpovídají, například pomocí počítačových simulací, lze je ale získat i měřením. Youngův modul pružnosti lze zjistit pomocí teplem vybuzených vibrací nebo se využívají skenovací (SEM) či transmisní (TEM) elektronové mikroskopie, popř. mikroskopie atomových sil. Mechanické vlastnosti

⁸ KUMAR Ch. S.S.R. HORMES, J. LEUSCHNER, C. Nanofabrication Towards Biomedical Applications. 1. vyd. Weinheim: WILEY-VCH Verlag, 2005. 395 s. ISBN 978-3-527-31115-6.

⁹ WILLIAMS, J. D. Nanoscience and Engineering [online]. Aktualizováno 16.10.2009 [cit. 2010-03-05]. Dostupné z: <<http://www.ece.uah.edu/courses/material/EE710-Wms/Part%20II%20Carbon%20Nanotubes.pdf>>, s 15.

se mění v závislosti na chiralitě, dokonalosti struktury a na velikosti nanotrubic. Nanotrubice jsou také vysoce elastické podél jejich osy. V grafu na Obr. 38 lze porovnat pevnosti v tahu SWNT (45 GPa) s komerčně vyráběnými uhlíkovými vlákny (kruhy znázorňují vlákna na bázi PAN včetně nejpevnějšího vlákna T1000. Trojúhelníky jsou vlákna na bázi mezofázových smol včetně vlákna s největším modulem K1100).



Obr. 38 – Graf pevnosti v tahu v závislosti na modulu pro komerční vlákenné materiály v porovnání se SWNTs

Zdroj: BHUSHAN, B. *Springer Handbook of Nanotechnology*. New York, 2006. s 67.

V závislosti na chiralitě a průměru jsou SWNT buď elektricky vodivé (židličková struktura) nebo polovodivé. Hodnota elektrického odporu $\rho = 3 \cdot 10^{-7} \text{ Ohm. cm}$ (odpor mědi je $1,7 \cdot 10^{-6} \text{ Ohm. cm}$).¹⁰ Vodivé SWNTs mohou přenášet velké proudové hustoty až 10^9 A/cm^2 . MWNT jsou elektricky vodivé, ale nemusí mít takovou proudovou hustotu jako vodivé SWNT.

*Tepelná vodivost je cca 3000 W/m.K ve směru osy.*¹⁰

Dobré adsorpční vlastnosti vychází z velkého povrchu nanotrubic, což se testuje pomocí adsorpce dusíku. Specifická plocha povrchu SWNTs se pohybuje v rozmezí 400 až

¹⁰ SHULZ, M. J. SHANOV, V. N. et al. *Nanomedicine Design of Particles, Sensors, Motors, Implants, Robots, and Devices*. London: Artech House Publisher, 2009. 511 s. ISBN 978-1-596-93279-1.

$900 \text{ m}^2/\text{kg}^{11}$ a u MWNTs $200 - 400 \text{ m}^2/\text{kg}$. Plochu povrchu lze významně ovlivnit otevřením konců trubic chemickým ošetřením. Otevření trubic podpoří adsorpci plynů např. O_2 , N_2 na vnitřních stěnách. Také schopnost adsorbovat vodík je velice slibná pro budoucí aplikace.

SWNTs jsou stabilní do 750°C na vzduchu a do $1500 - 1800^\circ\text{C}$ v inertní atmosféře.

Chemická reaktivita CNT souvisí s rozložením π -orbitalů dané zakřivením. Menší nanotrubic jsou těsněji zakřivené, a proto jsou více chemicky reaktivní než plochá grafenová vrstva. Reaktivita bývá nejvyšší v oblasti konců trubic díky přítomnosti reaktivních pětiúhelníků. Pomocí chemických reakcí, například oxidace (v místech konců nebo defektů) lze nanotrubic tzv. funkcionalizovat připojením funkční skupiny, což umožňuje další chemické reakce.

Vnitřní dutiny nanotrubic se dají vyplnit cizími molekulami. Před samotným plněním je nutné otevřít konce nanotrubic. Plnění se pak provádí při roztavení materiálu, sublimační cestou nebo případně „in situ“, kdy se prvky umístí do anody a při výrobě jsou zavedeny do trubic. Nanotrubic se dají vyplnit i fullereny (viz Obr. 39). Toho bylo dosaženo zahřátím SWNTs na 500°C v přítomnosti C_{60} . Zajímavé je, že se pak fullereny mohou uvnitř trubice volně pohybovat. Zvýšením teploty nad 1200°C pak vede ke srůstání C_{60} molekul a vytvoření dvoustěnných nanotrubic.



Obr. 39 – SWNT vyplněná fullereny C_{60}

Zdroj: STEED, J. W. ATWOOD, J. L. *Supramolecular Chemistry*. London, 2009. s 934.

Aplikace uhlíkových nanotrubic vychází z jejich unikátních elektrických, tepelných a mechanických vlastností a jejich rozměrů.

Velký povrch CNT lze využít pro aplikace, jako jsou skladování, separace plynů nebo adsorbenty. Skladovanými plyny mohou být vodík (budoucí využití pro palivové články dopravních prostředků), kyslík, dusík, inertní plyny a uhlovodíky. CNT mohou adsorbovat toxické plyny (dioxiny, fluoridy, olovo nebo alkoholy) lépe než dnes používané aktivní uhlí, a proto jsou CNT ideální i jako vzduchové nebo vodní filtry.

¹¹ BHUSHAN, B. *Springer Handbook of Nanotechnology*. 2. vyd. New York: Springer, 2006, 1916 s. ISBN 978-3-540-29855-7.

Velkou oblastí využití především SWNT je nanoelektronika, kde se využívá toho, že CNT mohou být jak vodivé tak polovodivé. Mohou sloužit např. jako usměrňovací diody, superkondenzátory nebo FET-tranzistory (field effect transistor).

Další významnou aplikací CNT je posílení (zlepšení tepelných, elektrických i mechanických vlastností) kompozitních materiálů s kovovou, keramickou ale především s polymerní matricí. Z polymerních kompozitů jsou významné např. kompozity s epoxidovou a PMMA matricí.

Malá velikost CNT je velkou výzvou pro lékařské aplikace. Mohly by sloužit např. pro podávání léků, jako substrát pro růst neuronů nebo dokonce i jako umělé svaly.

Zajímavými aplikacemi může být i uplatnění CNT jako hrot pro skenování povrchu mikroskopii atomárních sil (viz Obr. 40) nebo využití jako nanonástroje (nanopinžeta, kdy při uplatnění napětí dochází opakovaně k otevírání a uzavírání konců CNT)



Obr. 40 – TEM snímek MWNT na hrotu konzole pro mikroskopii atomárních sil
Zdroj: WASER, R. *Nanotechnology: Volume 4 Information Technology II. Aachen, 2008, s. 171.*

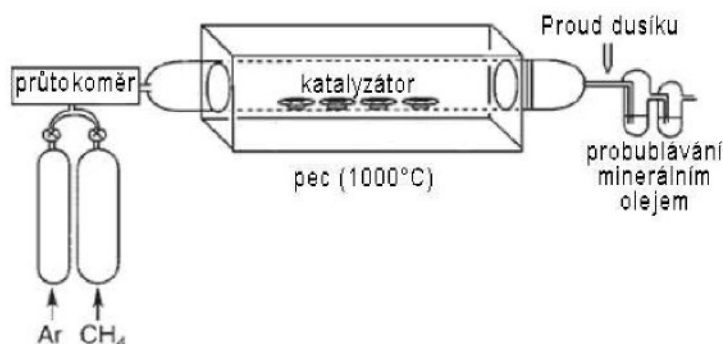
Pro charakterizaci CNT se používá Ramanova spektroskopie (posouzení kvality struktury, počtu defektů). Dále se používá i HRTEM, SEM nebo rentgenové metody.

4. Literární průzkum

Jak již bylo uvedeno, jednou ze tří průmyslově nejpoužívanějších metod pro výrobu CNT je CVD metoda. Tato univerzální metoda je ale velmi výhodná i v laboratorních podmínkách, neboť je poměrně jednoduchá a umožňuje vyrobit i velká množství CNT o vysoké čistotě. Základní popis a princip této metody byl uveden již v kapitole 3.3. Na úvod bude popsán jeden konkrétní případ laboratorní výroby a následně jsou zmíněny vlivy různých faktorů při této metodě.

4.1 Metoda syntézy CVD

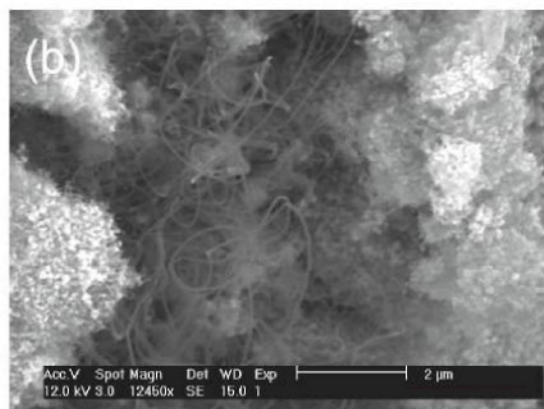
Konkrétní postup lze najít například v článku od B. D. Fahlmana [18]. Pro experiment byl nejprve připraven železitý katalyzátor rozmícháním $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ v methanolu. Roztok byl poté přidán k 1g nanočástic oxidu hlinitého, který slouží jako podklad (katalyzátor se tedy značí $\text{Fe}/\text{Al}_2\text{O}_3$). Poté se odstranil methanol a sušina byla umístěna přes noc do sušárny na 150 °C. Druhý den bylo 0,5 g již hotového katalyzátoru umístěno do válcové pece CVD reaktoru (Obr. 41). Ohřev na 1000 °C se prováděl v atmosféře argonu (je nutné vytěsnit veškerý vzduch z pece, aby se při reakci nevytvořila výbušná směs). Po dosažení reakční teploty se argon vypne a do pece se začne přivádět 50 ml/min methanu. Po výstupu z pece jsou zplodiny chlazeny dusíkovým proudem a přes promývačku plynu odváděny pryč.



Obr. 41 – Schéma CVD z experimentu [18]

Zatímco před syntézou se struktura katalyzátoru jeví amorně, během vysokých teplot je zřejmý individuální růst nepravidelných krystalitů. V experimentu získali jak SWNT tak DWNT. Také uvádí, že výnosy rostly se zvyšující se koncentrací železa v katalyzátoru, což je v souladu i s dalšími články jiných autorů (například v [45] CVD methanu na niklu). Ovšem s důležitým dodatkem, že při velmi vysoké koncentraci železa v katalyzátoru

dochází spíše k růstu nanovláken a spirálovitých CNT. Nejlepších výsledků bylo dosaženo okolo 5 atom% železa (Obr. 42).



Obr. 42 – CNT a nanovláknna na katalyzátoru s 4,9 atom% Fe[18]

V postupu by bylo možné použít i jiný inertní plyn než je argon. Lze použít například dusík. Někdy se inertní plyn používá i pro ředění reakční směsi, aby se snížila koncentrace uhlíkového plynu. Při porovnání ředění různými inertními plyny (viz Tab. 2) lze vidět, že dusík je reaktivní při rozkladu methanu a ovlivňuje produkty. Aktivita dusíku pak závisí na složení katalyzátoru [104].

Tab. 2 – Výsledky CVD methanu v různé atmosféře

Katalyzátor	Atmosféra	Produkt
Fe/MgO	Ar	SWNT
Fe/MgO	N ₂	MWNT a uhlíková nanovláknna
Fe-Mo/MgO	Ar	SWNT
Fe-Mo/MgO	N ₂	SWNT a MWNT

Zdroj: [104]

4.1.1 Vliv katalyzátoru na syntetizované uhlíkové trubice

Při CVD je nutná správná volba koncentrace uhlovodíku v reakční směsi [2]. Se zvyšující se koncentrací uhlovodíku v reakční směsi (v drtivé většině se používá směs uhlovodíků a vodíku) sice výnosy stoupají, ale jen do určité koncentrace. Tuto koncentraci lze nazvat koncentrací zapouzdření, při níž uhlíkové nánosy překryjí katalyzátor, a tím dojde k jeho deaktivaci. Zapouzdřené částice katalyzátoru již nemohou správně katalyzovat vznik CNT. Dále se v člancích uvádí, že množství depozitů roste s reakční dobou, ovšem při velmi dlouhých reakčních dobách začnou postupně výnosy klesat [105]. Ani velmi vysoké

průtoky reakčního plynu nevedou k vysokým výnosům, jak by se mohlo zdát. Při vysokém průtoku totiž také velmi brzo dochází k zapouzdření katalyzátoru [17].

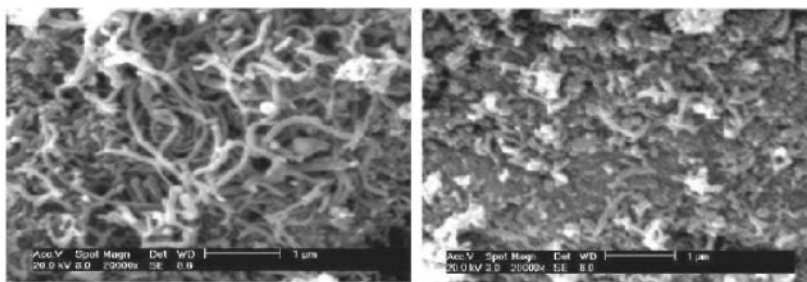
Tvorba SWNT nebo MWNT se řídí velikostí katalytických částic. Obecně řečeno, když je velikost částic pár nanometrů, tak rostou SWNT, zatímco na částicích velkých několik desítek nanometrů pozorujeme spíše MWNT. Příliš velké částice katalyzátoru vedou ke vzniku netrubicových depozitů, jak uvádí např. [58]. Stejně tak průměry CNT se řídí velikostí částic katalyzátoru (nicméně i teplota hraje zřejmě roli) [54], [56].

Jako nejvhodnější pro katalýzu CVD se jeví Fe, Co a Ni, zatímco Mo a Ir neprojevují žádnou aktivitu. Ostatní kovy (Al, In, Pt, Ti, Mg, Pd, K, Cs, Na, W, Mn, Mo, Ir) potřebují podstatně delší čas, aby se dosáhlo podobného růstu jako například u železa (15 min a víc). Katalytická aktivita kovů se přisuzuje elektrické struktuře. Ni, Co, Fe jsou nejlepší katalyzátory, protože mohou tvořit metastabilní karbidy. Ostatní kovy jsou aktivními katalyzátory, pouze když jejich stabilní karbidy mohou rozkládat uhlíkový zdroj nebo pokud jsou dostatečně malé (1 nm a menší) [17].

Na výrobu MWNT lze použít ftalocyaniny a ferroceny [76].

4.1.2 Vliv použitého zdroje uhlíku na uhlíkové trubice

Uhlovodíky se používají ve směsi s vodíkem, protože jeho přítomnost má pozitivní vliv na katalyzátor, neboť brání jeho zapouzdření a tím zpomaluje jeho deaktivaci [105]. Odebrání vodíku z reakčního plynu může vést k výsledku znázorněným např. na Obr. 43 [108], kde byl použit katalyzátor složený z niklu, mědi a hliníku (2:1:1).

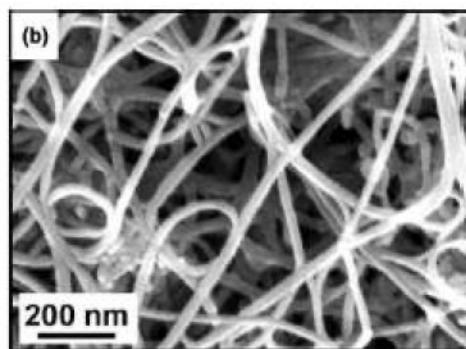


Obr. 43 – SEM snímek nanovláken s vodíkem ve směsi (vlevo) a bez vodíku (vpravo) [108]

Pro CVD methanu lze použít např. křemičitý podklad pro Co-Mo katalyzátor [103] nebo např. Fe-Mo na MgO substrátu [36], u něhož bylo pozorováno, že čím vyšší byla reakční teplota, tím větší bylo zastoupení DWNT. Ze směsi methanu/H₂ na Co-Mo/MgO katalyzátoru lze získat MWNT [86], ale i SWNT [100]. Pozitivní vliv způsobuje přidání

niklu do katalyzátoru a zároveň bylo pozorováno, že krystalinita CNT (menší výskyt poruch) stoupá s teplotou [45].

Methan se dá ředit i argonem. Třicetiminutová reakce při koncentraci 1:5 a teplotě 950 °C na Fe-Mo/Al₂O₃ katalyzátoru vede k růstu husté spleti SWNT a DWNT (Obr. 44) [48]. Hustá spleť vyrosté i při CH₄/Ar (1:1) a optimální teplotě 860 °C [23].



Obr. 44 – Síť nanotubic– 70% SWNT a 30% DWNT [48]

Z methanu, ale při 900 °C CVD a na železitém katalyzátoru po dobu 10 minut vzniká značné množství DWNT, menší množství SWNT a zlomek MWNT [11]. Vyšší výnosy SWNT z methanu (60 minut, 1000 °C) lze dosáhnout lepším rozmístěním Fe-Mo částic na aerogelovém (Al₂O₃) podkladu [80] nebo použitím niklových částic na [63].

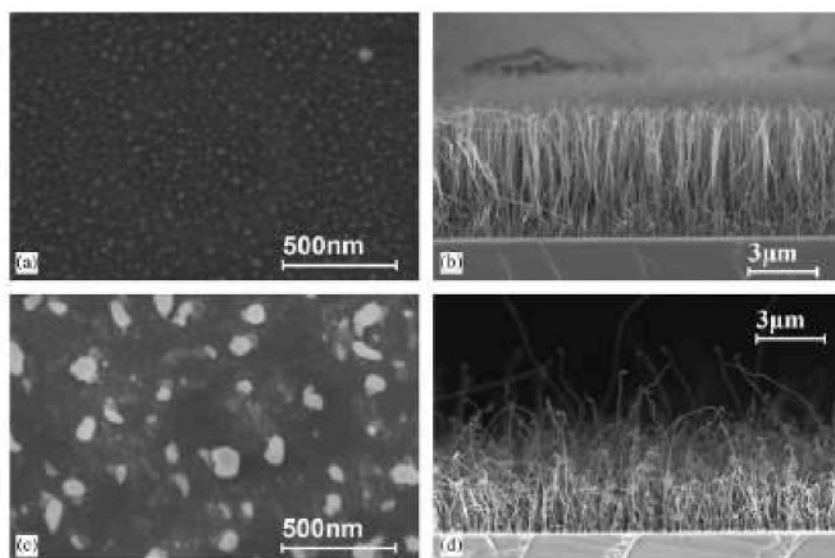
Osvědčil se i rozklad CH₄ na nanometrických částicích slitiny Mg-Ni (30 min, 650 °C). Přítomnost Mg ve slitině je velmi vhodná, neboť zabraňuje agregaci Ni kovu a tvoří aktivní Mg₂Ni což zlepšuje rozklad CH₄ [33]. Vhodnější než hladký podklad se z hlediska rozložení katalyzátoru jeví porézní křemičitý podklad, na kterém při 900 °C z methanu rostou kvalitní, rovné SWNT [90].

Mnoho experimentů používá plazmou doplněné CVD zařízení. Takové experimenty mohou vést např. ke vzniku „řidkého trávníku“ MWNT ze směsi CH₄/H₂ na niklových plátcích při tlaku asi 67 Pa a teplotě 850 °C [37]. Při atmosférickém tlaku vznikají SWNT, zatímco při sníženém tlaku vznikaly pouze MWNT [59]. Nízkoteplotní plazmová syntéza při 500–700 °C z methanu/H₂ vede k CNT s menšími průměry a užší distribucí průměrů [91].

Méně častým případem je výroba z ethanu. Příkladem může být CVD ze směsi ethanu a vodíku na Fe/Al₂O₃ katalyzátoru při 660 °C. Nízkoteplotní syntézy jsou ovšem typické výskytem více defektů a vznikem spleti zakřivených MWNT [26].

Kromě methanu a ethanu lze v CVD použít i další uhlovodíky. Jednotlivé uhlovodíky se liší různými teplotami rozkladu. Zatímco methan se začíná rozkládat již od 650 °C, u benzenu probíhá rozklad až od 800 °C. Q. Li et al. [46] porovnávali různé uhlíkové zdroje pro CVD. Z plynných uhlovodíků jako je CH₄, C₂H₄, a C₂H₂ vznikaly spíše SWNT. Z kapalných uhlovodíků (homogenní postup) jako je benzen, toluen a xylen vznikají jak SWNT tak MWNT. Postup v případě kapalných uhlovodíků (benzen, alkoholy atd.) zahrnuje ohřev kapaliny v baňce a unášení par inertním plynem do reakční pece. V případě méně chemicky stabilního hexanu a cyklohexanu je pozorován spíše vznik složitějších depozitů (amorfní formy).

Velmi oblíbený zdroj uhlíku pro CVD výrobu je acetylen např. spolu s železitým katalyzátorem při 750 °C ze směsi acetylenu/H₂/Ar [101] nebo 15-ti minutový rozklad acetylenu při 730 °C [99]. Mohou se použít i ferrocenové katalyzátory [11]. Rozklad acetylenu/H₂ při 800 °C na malém množství Co-Mo/MgO vede k syntéze SWNT, větší množství katalyzátoru pak vede k syntéze MWNT [74]. Zajímavá příprava může spočívat v jednoduchém nasprejování roztoku kobaltových částic na vhodný substrát, přičemž při nižších teplotách vznikají tenké a rovné MWNT a při vyšších teplotách vznikaly CNT s většími průměry a defektní struktury [83]. Velmi dobře funguje i rozklad acetylenu na niklovém katalyzátoru a nejlepší výsledky se dostavily na niklu, který byl před reakcí tepelně upraven pomocí amoniaku NH₃ (Obr. 45) [88].



Obr. 45 – Povrchy různých substrátů (a) a (c) a na nich vyrostlé orientované CNT z acetylenu (b) a (d) [88]

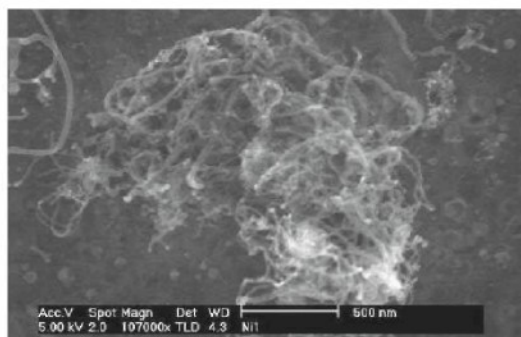
Zajímavé výsledky se dostaví, pokud se k roztoku katalyzátoru přidá nikl (ve formě dusičnanu nikelnatého). Zaprvé vzrostly uhlíkové výnosy, ale také se změnila struktura a to z koncentrické na spirálovitou s texturou rybí kosti (s více defekty a menší krystalinitou) [68].

Pro syntézu lze použít i naftalen s ferroceny [32] nebo xylen s ferroceny [92]. Kromě CNT vznikají i uhlíkem zapouzdřené železné částice. Úspěšná syntéza na niklových a kobaltových katalyzátorech proběhla i za použití LPG (zkapalněného ropného plynu) [57].

J. Qiu et al. (2004) předvedli úspěšnou syntézu SWNT na ferrocenech ze svítiplynu při 900 °C, 100 ml/min po dobu 30 minut. V experimentu byl pozorován výskyt nečistot (zapouzdřený katalyzátor a amorfni uhlík), bambusové textury, i svazky. Ideální teplota rozkladu svítiplynu se pohybovala okolo 870 °C. Svítiplyn obsahuje i určité množství sirovodíku H_2S , což je zápachová přísada sloužící jako varování při úniku plynu. Autoři se domnívají, že částice obsahující síru jsou velmi dobrým stimulátorem katalyzátoru pro růst CNT a určení průměru. Dřívější práce dokázaly, že síra je také schopna podporovat růst grafitických uhlíkových listů interakcemi s okraji bazálních rovin [69].

Spíše zajímavostí je růst značně pokroucených CNT a velkého množství amorfních struktur z těžkých uhlovodíků odvozených z přírodního asfaltu (asfaltenu a maltenu) [38].

Dalším uhlovodíkem vhodným pro výrobu CNT může být ethanol (reakce při 750 °C). Dle zvoleného substrátu dochází k růstu MWNT nebo SWNT (viz Obr. 46) [61]. Byl pozorován i vznik čistých (bez amorfniho uhlíku) bambusových MWNT z ethanolu při 850 °C [96]. F. Gao et al. (2010) porovnávali ethanol s methanem. Jako vhodnější uhlíkový zdroj se jednoznačně projevil methan, protože u CNT z ethanolu pozorovali mnoho defektů, způsobených zřejmě přítomností hydroxylového radikálu v molekule [20].

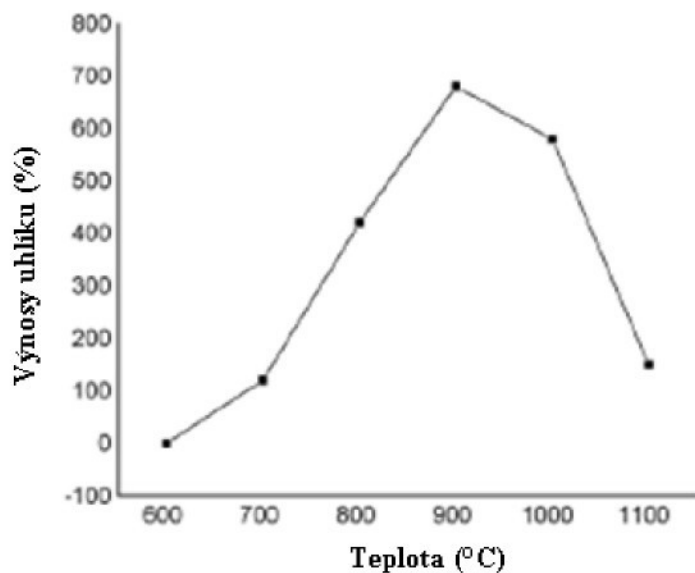


Obr. 46 – CNT z ethanolu na niklovém plátku [61]

Pro ethanol je vhodnějším katalyzátorem čistý kobalt a nikl, které jsou účinnější dokonce než železo a molybden. Zvláště slibné jsou pak směsi Ni-Co [4].

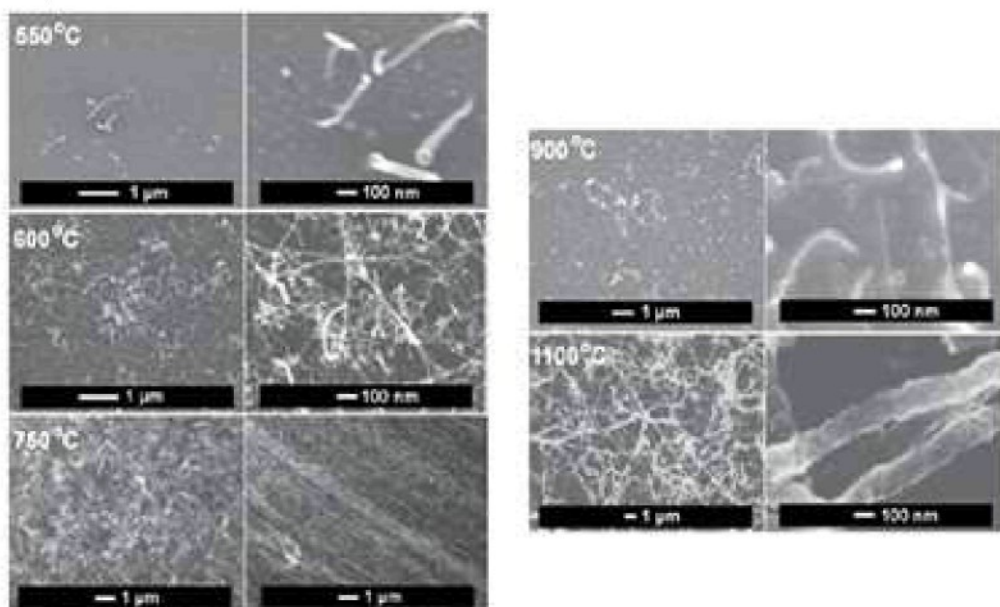
4.1.3 Vliv teploty při syntéze CNT

Výnosy CNT všeobecně značně závisí na teplotě, jak lze vidět na Obr. 47. Při rozkladu methanu výnosy rostly s teplotou až do 900 °C, potom ale výnosy začaly klesat. Žádný uhlíkový produkt se neobjevil u reakce při 600 °C.



Obr. 47 – Závislost výnosů uhlíku na reakční teplotě [105]

Na Obr. 48 je znázorněno jaký vliv má teplota na vzniklé struktury (při rozkladu acetyleny) [58].



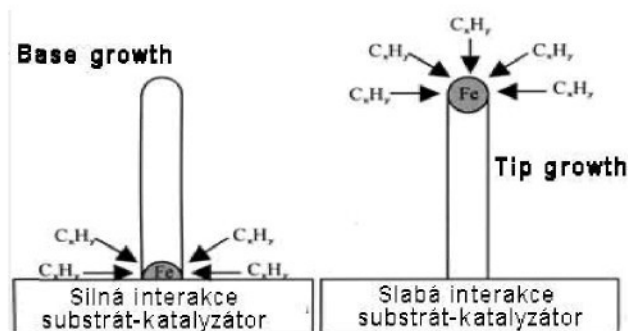
Obr. 48 - Různé struktury vzniklé při reakcích lišících se pouze teplotou [58]

Vliv teploty na strukturu byl dokázán i v experimentu s tetrahydrofuranem s ferroceny. Při nižších teplotách (700 °C) vznikají zapletené nanotrubice a při vyšších (950 °C) uhlíkové spirály [49]. Obecně lze říct, že za nižších teplot reakce rostou MWNT, se zvyšující se teplotou pak DWNT a SWNT [78], [28]. Také tloušťka CNT je závislá na teplotě (vyšší teploty vedou k větším průměrům)[78].

4.1.4 Mechanismus růstu

Během tepelné reakce se morfologie katalytických částic mění [18]. Je potřeba vzít v úvahu, že nanočástice se začnou tavit při nižších teplotách než by se tavily větší kusy stejného materiálu. Roztavené nanočástice se během reakce shlukují do větších částic. Když je koncentrace katalyzátoru větší, tendence k shlukování je vyšší a výnos klesne, protože na tak velkých částicích kvalitní CNT obvykle nemohou růst [28]. Z toho důvodu je velmi důležité precizně kontrolovat uniformní velikost a diskrétní rozložení nanočástic, což souvisí s průměry a možná i chiralitou vzniklých CNT [39].

Mechanismus růstu CNT není zatím úplně jasný, a je to jedno z nejdiskutovanějších témat okolo CNT. Během CVD reakce nejprve dochází k rozkladu a adsorpci uhlovodíkových plynů na povrch katalyzátoru, pronikání a rozptýlení uvolněných uhlíkových atomů v katalyzátoru. Po dosažení tzv. supersaturace uhlíkem dochází k postupnému vysrážení uhlíku nejprve do formy fullerénové kopule a poté její prodlužování do CNT. Následný růst CNT může probíhat dvojím způsobem [3] (Obr. 49). Pokud jsou interakce mezi podkladem katalyzátoru (substrát) a částicemi katalyzátoru silné, tak CNT roste ponechajíc katalyzátor v substrátu. Tento typ růstu se označuje anglickým výrazem „base growth“. Naopak, když jsou interakce substrát – katalyzátor slabé katalytické částice je rostoucí nanotrubicí vytržena ze substrátu a bude nadále podporovat růst CNT na jejím konci. Tento typ růstu se označuje jako „tip growth“.



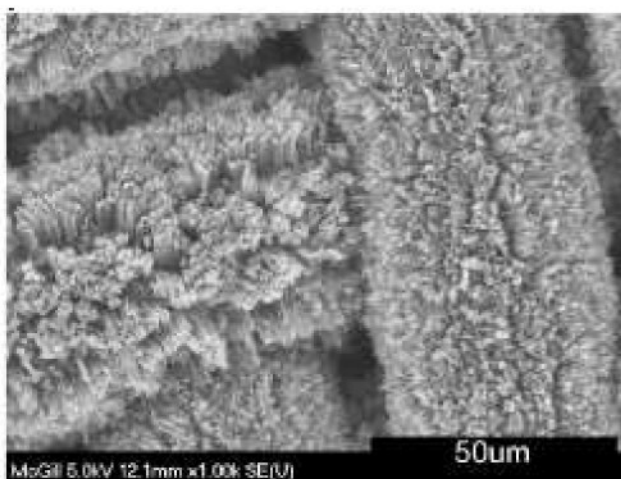
Obr. 49 – Dva možné průběhy růstu [3]

Rozdílný růst může být způsoben různými katalyzátory. Např. při rozkladu methanu na Fe_2O_3 byl pozorován base growth, zatímco u CO-MoO tip growth [40].

Prodloužení reakční doby vedlo k výrazně delším průměrům. Stejně tak bylo pozorováno, že rozptyl průměrů CNT u déle trvajících reakcí byl menší [108].

4.1.5 CVD na kovových podkladech

Zajímavým postupem je výroba CNT přímo na kovových podkladech, čímž odpadá složitá příprava katalyzátoru. Např. na mřížce z oceli (typ 304) rozkladem acetyleny (C_2H_2). Viz Obr. 50 [5].



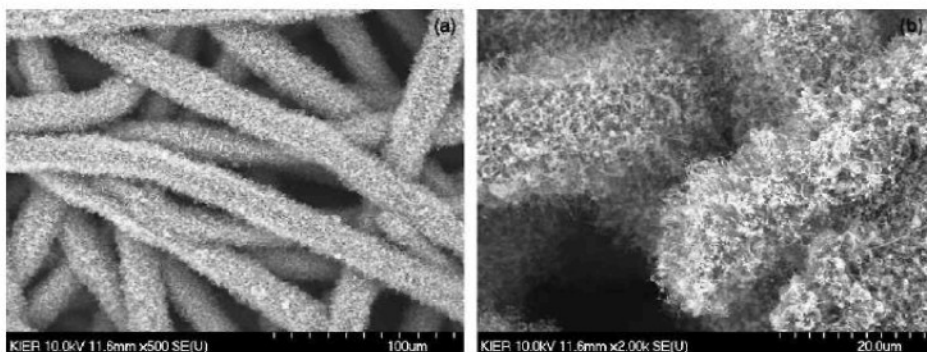
Obr. 50 – MWNT z acetyleny vyrostlé přímo na mřížce z nerezové oceli [5]

L. Z. Gao et al. (2008) na ocelovou mřížku (také ocel 304) nejprve nanесли film La_2NiO_3 . Reakce proběhla při 800 °C, 2 hodiny ze směsi CH_4/N_2 . Nejlépe probíhal rozklad methanu při 750 °C a 33% koncentraci methanu v N_2 . Do cca 10% methanu ve směsi se tvořily MWNT, při větší koncentraci methanu rostla uhlíková mikrovlákná (průměr cca 300 nm) a uhlíkové částice [22]. Vander Wal RL et al (2003) zveřejnili obsáhlou práci o CVD na nerezové oceli (SS 304) rozkladem ze směsi $\text{C}_6\text{H}_6/\text{C}_2\text{H}_2/\text{H}_2/\text{He}$. Výsledky se velmi zlepšily, pokud byla použita některá předúprava oceli (nejlepší struktura povrchu byla při použití laserové oxidace). Bez předúpravy sice pozorovali CNT, ale s dosti odlišnými průměry. Navíc se vyskytovala i nanovlákná větších průměrů, která se tvořila i bez přítomnosti vodíku ve směsi výše uvedené (Obr. 51) [87].



Obr. 51 – Znázornění efektu odebrání vodíku z reakční směsi [87]

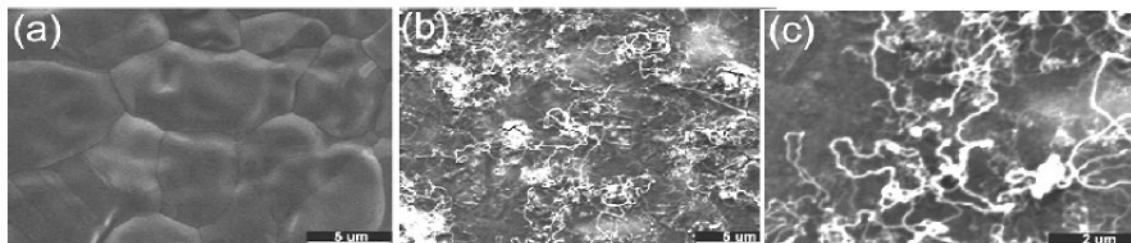
Velice slibné jsou kovové filtry (viz Obr. 52) hustě porostlé nanotubicemi (průměr 20–50 nm). Takové filtry mají vysokou filtrační efektivitu. Výroba zahrnuje nejprve ohřev na 700 °C v argonové atmosféře. Následuje redukce katalyzátoru ve vodíku a rozklad acetyleny 10 ml/min acetyleny [63], [64].



Obr. 52 – Hustý porost nanotubic na kovových vláknech [63]

Úspěchy byly i při použití metody plazmové CVD na oceli 317–2R [1] nebo na oceli 440C [29].

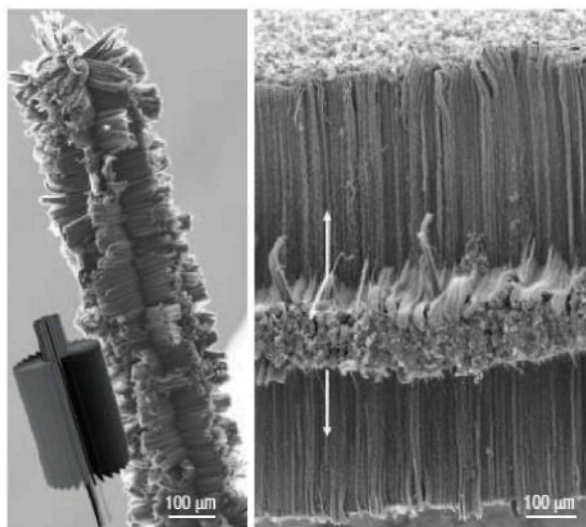
Spleti zprohýbaných CNT vyrostlých na niklové mřížce z etylenu /H₂ (1:16) jsou vidět na Obr. 53. Substrát byl pokryt popraskaným uhlíkovým depozitem a právě z prasklin rostlo nejvíce CNT [15].



Obr. 53 - Niklový substrát před (a) a po CVD růstu při 650 °C (b) a (c) [14]

Bylo zjištěno, že i měď má katalytickou funkci [109].

Orientované svazky CNT lze získat rozkladem na kovové slitině Inconelu 600 (hlavní složky jsou nikl, chrom a železo). Reakce může proběhnout např. při 770 °C z xylenu/ferrocenu. Výsledek je možné vidět na Obr. 54. Takové výrobky jsou vhodné pro nanoelektroniku [82]. Lze použít i rozklad ethanu na Inconelu [21].



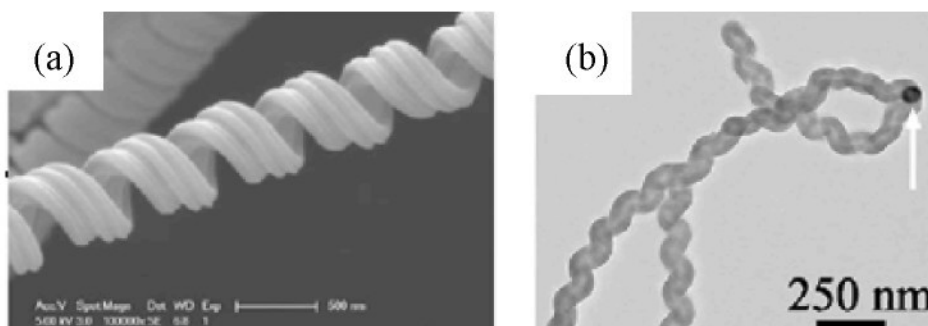
Obr. 54 - MWNT vyrostlé na drátku a plátku Inconel [82]

Osvědčila se i oxidační úprava plátků Inconelu 600 [102], [47].

Kromě Inconelu 600 a 750 lze vyrábět orientované MWNT i na dalších elektricky vodivých superslitinách. Dobré výsledky lze získat i s železitými nebo kobaltovými superslitinami. V porovnání s Inconelem 600 a 750 rostly na Inconelu 625 a 718 kratší CNT s obsahem amorfního uhlíku [62].

4.1.6 Speciální postupy a struktury CVD

CVD metodou lze vyrábět i různě tvarované CNT viz Obr. 55. Spirálovité CNT vznikly z acetyleny při 450 °C po 6 hod na speciálně připraveném katalyzátoru. Zatímco po přidání vodíku do směsi rostly další struktury (nanocívky, „červi“) [67]. CNT se mohou také větvit. Větvení závisí na složení katalyzátoru. Kontroluje se přidáním složek, které tvoří karbidy jako je molybden (Mo) nebo zirkon (Zr). Tvorba rozvětvených SWNT roste s rostoucím poměrem molybdenu ke katalytickým částicím (např. železa) [31].



Obr. 55 - (a) SEM snímek nanocívky; (b) TEM snímek spirálovité CNT obsahující zabalenou částici katalyzátoru [66]

Zelenou alternativou pro zdroj uhlíku v CVD může být terpentínový nebo eukalyptový olej, ale je známá i syntéza vertikálně uspořádaných CNT z přírodního palmového oleje [81].

Další zajímavá aplikace spočívá v růstu CNT na tepelně stabilních uhlíkových vláknech z PAN při rozkladu xyleny s fluidním ferrocenovým katalyzátorem [106].

Vzhledem k tomu, že CVD je známý a zavedený průmyslový proces, CNT výrobu lze snadno navýšit. Jsou známy případy velkovýroby CNT ve fluidním reaktoru produkující 3kg CNT/hod [107].

4.1.7 Shrnutí

Lze říci, že nejpoužívanějším uhlíkovým zdrojem pro CVD je acetylen. Velice často se acetylen ředí vodíkem.

Klíčovým bodem je příprava katalyzátoru. Ta spočívá v rozmístění kovových částic (hlavně železa) na vhodném substrátu (nejčastěji z oxidu hlinitého) např. impregnací roztokem. Poměrně často se ještě před reakcí zařazuje i tepelné „žíhání“ katalyzátoru ve vodíkové atmosféře, což vede k „vyloučení“ nanočástic kovů na povrchu substrátu. Dosažení nano-velikosti kovových částic je velice důležité, protože na větších částicích CNT obvykle nerostou.

Reakce probíhají nejčastěji při průtoku cca 50 ml/min reakční směsi, teplotách okolo 750 °C po dobu 15 – 30 minut. Vyšší průtoky plynu, vyšší koncentrace uhlovodíku ve směsi nebo vysoká koncentrace katalyzátoru na substrátu většinou vedou pouze k vytvoření uhlíkového nánosu, čímž není umožněno uhlíkovým nanotubicím růst. Vysoké teploty zase vedou spíše k růstu silnějších uhlíkových nanovláken. Naopak při

příliš nízkých teplotách nedochází k dokonalému rozkladu uhlovodíku. Výnosy CNT rostou s reakční dobou, ovšem nejintenzivnější růst probíhá především během prvních několik minut reakce.

Ohřev i ochlazení systému se pak provádí v atmosféře inertního plynu, což je nejčastěji dusík. Problémem bývá dosažení „čistého“ růstu CNT, neboť při reakcích velice často vzniká i určité procento amorfního uhlíku.

5. Experiment

5.1 Úvod

Tento experiment popisuje jednoduchý postup výroby uhlíkových nanotrubic ve skromných laboratorních podmínkách. Jako zdroj uhlíku byl použit zemní plyn. Zdlouhavá a složitá procedura přípravy katalyzátoru, probíhající většinou ve vodíkové atmosféře a navíc ne vždy zákonitě vedoucí k úspěchu, se nahradila použitím již “hotových” katalyzátorů a to ve formě přírodních hornin a také slitin kovů.

Experiment porovnává mimo jiné tyto katalyzátory s katalyzátory připravenými chemickou cestou. Při literárním průzkumu nebyl nalezen žádný odborný článek, který by popisoval výrobu uhlíkových nanotrubic rozkladem zemního plynu, ani relevantní články o růstu nanotrubic na horninách. Proto bylo kromě nejvhodnějšího katalyzátoru nutné nastavit i veškeré parametry procesu, jako jsou reakční teplota, průtoky plynů a reakční doba. Stejně tak je velmi důležité uvážlivě volit výrobní postup (tzn. neustále kontrolovat průtoky apod.). Také je potřeba dbát na bezpečnost, protože neopatrnost (nebo opomenutí kontroly těsnosti zařízení) by mohla v krajním případě vést až k výbuchu směsi. Volba vhodného katalyzátoru, postupu i reakčních parametrů vede k optimální kombinaci mezi výnosy a čistotou uhlíkových depozitů, respektive CNT. V experimentu je naznačeno i využití tohoto postupu pro konkrétní aplikace.

Cílem experimentu je dokázat, že i velmi jednoduché zařízení a postup výroby nabízí možnost výroby uhlíkových nanomateriálů a to zejména uhlíkových nanotrubic a nanovláken. Také je možné zkoumat vliv různých procesních parametrů a katalyzátorů na strukturu vzniklých materiálů.

Experimentální zařízení

Pro experimenty byla použita elektrická válcová pec, původně používána ke karbonizaci (Obr. 57). Maximální rychlost ohřevu pece je 2 °C za minutu. Pec je vytápěna topným drátem, který není veden po celé délce pece, ale pouze v oblasti středu. To způsobuje, že rozložení teplot v peci není konstantní po celé délce, ale směrem ke krajům se teplota snižuje. Tento fakt potvrdilo i podrobné měření teplot (viz Příloha 2). Pec ohřívá trubici z taveného křemene, která má délku 1010 mm a vnitřní průměr 34 mm. Uprostřed pece je přibližně 15 cm teplotně stabilní oblast, do které se umísťuje křemenná lodička se substráty

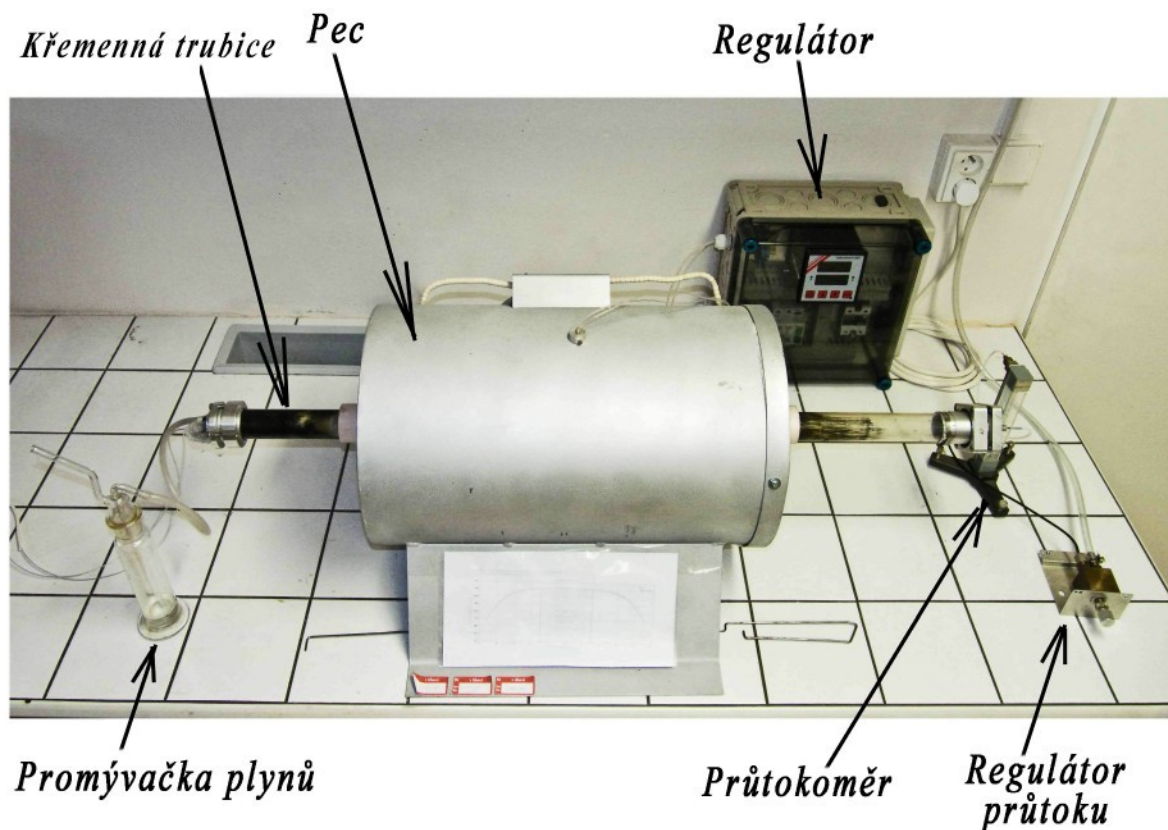
obsahujícími katalyzátory. Plyn vstupuje z jedné strany trubice a na druhé straně pak vychází zplodiny, které pokračují dále přes promývačku plynů a hadicí mimo laboratoř. Z té samé strany trubice je navíc vstup pro termočlánek Pt-Pt/Rh, který poskytuje informaci o skutečné teplotě uprostřed pece.

Po uzavření vzorků v peci se do trubice začne pouštět dusík. Dusík vytváří inertní atmosféru zabraňující oxidaci katalyzátorů a posléze i vyrobených nanomateriálů. Nejprve se na několik minut nastaví vyšší průtok dusíku (okolo 150 ml/min), aby se vytlačil veškerý vzduch. Poté se průtok dusíku sníží (cca na 20 ml/min) a na regulátoru se nastaví teplotní program (tzn. doba ohřevu, cílová teplota a výdrž při této teplotě). Po dosažení reakční teploty se dusík vypne a po určité reakční dobu se pouští zemní plyn. Plyn se při vysoké teplotě rozkládá a funguje tak jako zdroj uhlíku pro struktury vznikající na katalyzátoru. Průtok plynu se ovládá pomocí regulátoru průtoku, ale dá se vycházet i z počtu bublin procházejících promývačkou plynů. Po reakci se průtok zemního plynu zastaví a opět se pustí dusík, v jehož atmosféře probíhá samovolné ochlazení pece na teplotu okolí. Pokud jsou vzorky po zchladnutí a vyndání z pece pokryty černým povlakem, tak reakce proběhla úspěšně. Ideálně je matně černý uhlíkový depozit tvořen vrstvou nebo oblastmi výskytu nanotubic, což si lze rychle ověřit i na optickém mikroskopu viz Obr. 56.



Obr. 56 - Snímek nanotubic z optického mikroskopu

Pokud se výskyt nanotubic potvrdí, tak se poté provede i analýza pomocí skenovacího elektronového mikroskopu.



Obr. 57 – Zařízení pro výrobu nanotubic

Odborné články uvádí mnoho možných zdrojů uhlíku pro výrobu CNT, často se používá například acetylen, methan apod. (viz kapitola 4.1.2). V laboratorním prostředí je běžně k dispozici zemní plyn, proto byl zvolen v tomto experimentu jako zdroj uhlíku. Hlavní složkou zemního plynu je totiž methan (okolo 98 mol%), ovšem s dalšími příměsmi, které jsou uvedeny v Tab. 3. Překvapivě ovšem příměsi nemusí být na závadu, např. velmi kladně byla hodnocena přítomnost sirné zápachové přísady ve svítiplynu. Dokonce bylo uvedeno, že síra působí jako stimulátor růstu [69]. Tabulka dále uvádí průměrné složení zemního plynu v různých dvou obdobích z měřicí stanice Hospozín, přes kterou směřuje vysokotlaký plynovod až do Liberce. Bohužel jsou k dispozici jen data pro celá měsíční období. Výchyly ve složení plynu v jednotlivých experimentech lze tedy předpokládat, což mohlo způsobit značné ovlivnění výsledků.

Tab. 3 – Porovnání složení zemního plynu pro dvě různá období

Naměřené hodnoty	Listopad 2009	Únor 2010
Methan [mol%]	98,022	97,833
Ethan [mol%]	0,788	0,863
Propan [mol%]	0,247	0,267
Iso – butan [mol%]	0,036	0,035
N – butan [mol%]	0,038	0,036
Iso – pentan [mol%]	0,006	0,006
N – pentan [mol%]	0,003	0,003
C ₆₊ [mol%]	0,004	0,004
CO ₂ [mol%]	0,066	0,084
N ₂ [mol%]	0,773	0,778
Celk. síra [mg/m ³]	<1	<1
Hustota [kg/m ³]	0,693	0,694

Zdroj: <<http://www.rwe-gasnet.cz/cs/kvalita-plynu/gas/>>

Jako inertní plyn byl pak použit dusík, který je také běžně v laboratořích k dispozici. Odborná literatura často zmiňuje, že je velice výhodné k reakci použít uhlovodík ve směsi s vodíkem, jelikož vodík brání deaktivaci katalyzátoru při reakci. V tomto experimentu vodík použit nebyl, jelikož by ho za daných podmínek bylo obtížné do zařízení začlenit (hlavně s ohledem na nemožnost přesné kontroly míšícího poměru se zemním plynem, rozdílných tlaků, bezpečnosti a také většího rizika netěsnosti). Smysluplné použití vodíku je tedy podmíněno investicí do lepšího zařízení.

Podle literatury mají katalytický účinek pro růst CNT zejména ionty železa, niklu a kobaltu. Zároveň se uvádí, že by velikost katalytických částic měla být v řádu nanometrů a že částice musí být diskrétně rozmístěny na podkladu. Příprava takových katalyzátorů probíhá mnoha způsoby a jde o poměrně složité a časově náročné postupy. Protože se tato práce snaží nalézt co nejjednodušší postup výroby CNT, tak bylo vhodné tento krok nějakým způsobem obejít. Úvahy směřovaly k přírodním materiálům, které tyto katalytické kovy obsahují v dostatečném množství. Volba padla na přírodní, vysoce tepelně odolné horniny. Železo je v čediči v nanopodobě a je dobře rozmístěno, což bude zmíněno dále. Horniny se pro experiment nemusí nijak upravovat, stačí je pouze nařezat na vhodnou

velikost, což jde poměrně snadno. Nevýhodou hornin je, že chemické složení může u různých vzorků značně kolísat.

Po poradě s geology (B. Nádhera, Dr. I. Honsa, Dr. P. Klekner) bylo zvoleno několik lokalit, ze kterých byly odebrány vzorky hornin. Není složité na Liberecku najít horniny s obsahem železa. Železo obsahují například bazalty (čediče). Byly odebrány alkalické olivinické bazalty z lomu v Heřmanicích u Frýdlantu, z lomu poblíž obce Prácheň na Českolipsku a bazalt ze Smrčí (okr. Semily). Na železo je velmi bohatý magnetit neboli železná ruda (Fe_3O_4), který byl získán z lomu na Vápenném Vrchu u Raspenavy. Byly použity i kamínky z říčky Jizerka v Jizerských horách, tzv. Ilmenity (FeTiO_3). Kameny s obsahem kobaltu se na Liberecku vyskytují jen velmi zřídka, jsou to tzv. kobaltiny, které ale bohužel nalezeny nebyly. Horniny s niklovým obsahem se na Liberecku nevyskytují, ale nikl-měďnatá ruda byla dříve těžena v Rožanech u Šluknova. Proto bylo v této lokalitě namátkově odebráno několik vzorků. Nikl zde bývá vázán v tzv. v pentlanditu $(\text{Fe}, \text{Ni})_9\text{S}_8$. Kameny byly před experimentem nařezány na požadovanou velikost diamantovou pilou a vyleštěny leštícím kotoučem s hrubostí 500.

V Příloze 3 je uvedena energiově disperzní analýza (EDS) pro Heřmanický čedič zahrnující spektrum složení a mapu distribuce železa, v němž červené tečky indikují přítomnost částic železa, které hraje roli katalyzátoru v reakci.

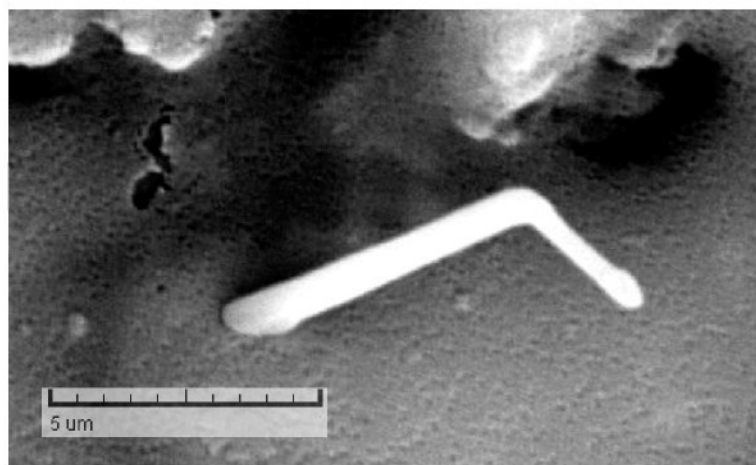
Dalším vhodným a již „hotovým“ katalyzátorem mohou být určité slitiny. V experimentu byly vyzkoušeny nejrůznější materiály jako vzorky železných plechů, poniklované kovy, slitina permalloy (Fe-Ni), niklový plech nebo nerezové oceli. Pro niklový plech a permalloy byl proveden metalografický výbrus, jehož výsledky jsou znázorněny v Příloze 4 a 5. Pro tyto dva materiály bylo také provedeno EDS, jehož výsledky jsou v Příloze 6 a 7. Firma Kanthal laskavě poskytla i vzorky speciálních slitin ve formě drátků s obchodním označením Nikrothal (průměr 0,4 a 0,04 mm) a Cuprothal (průměr 0,15 mm). Nikrothal 80 je materiál používaný v těžkém průmyslu k výrobě ohřivačů vody, pájek, tvářecích a žehlících strojů apod. *Nikrothal 80 je možné používat do 1200 °C a je složen z 19,5 % Cr, 1,35 % Si, 79,15 % Ni. Cuprothal 49 (neboli konstantan) je termočlávková slitina složená ze 45,3 % Cu, 44 % Ni, 0,5 % Mn, 0,3 % Co a 0,5 % Fe.*¹²

¹² <http://www.kanthal.cz/produkty/kanthal-topne-odporove-slitiny.html>

V experimentech byl zkoumán vliv různých reakčních teplot od 830 do 1120 °C, vliv různých průtoků zemního plynu od 15 do 80 ml/min a také vliv různých reakčních časů od 6,5 do 70 minut.

5.2 Experimentální výsledky a diskuze

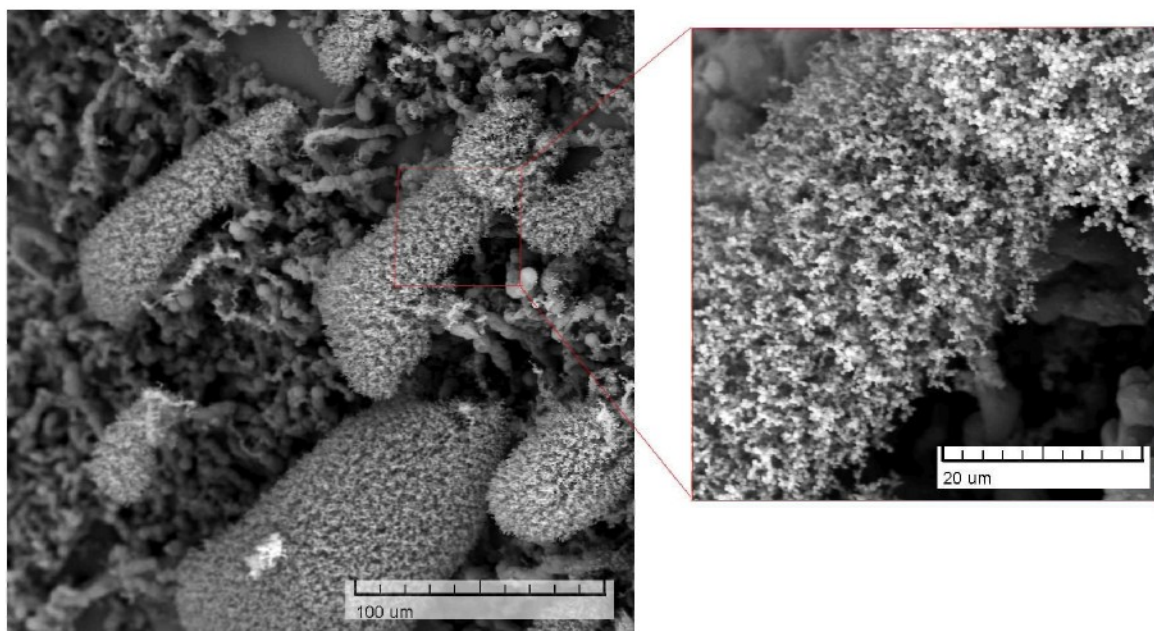
V prvním pokusu bylo nutné ověřit, jestli úvaha o přírodním katalyzátoru ve formě horniny byla správná. Jisté obavy zároveň byly kvůli správné funkci zemního plynu při reakci. Krátká ověřovací reakce proběhla při 940 °C pouze se vzorky Heřmanického čediče. V experimentu byl zaznamenán výskyt poměrně tlustých ojedinělých vláken (Obr. 58) o průměrech 700 – 900 nm pravděpodobně netubulární struktury s častými defekty (např. ohnutí). Nicméně výsledek to byl vesměs pozitivní, neboť potvrdil, že čedič skutečně může jako katalyzátor fungovat.



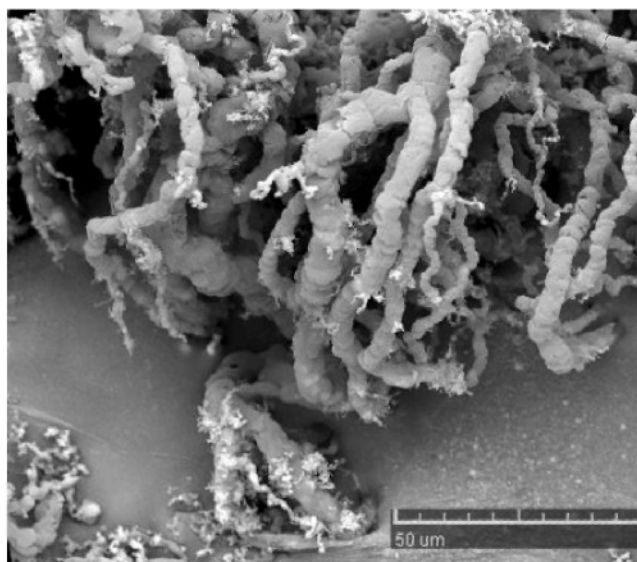
Obr. 58 – SEM snímek nanovlákn na Heřmanickém čediči

Další série pokusů byla inspirována článkem od B. Fahlmana [18] při teplotě nastavené regulátorem na 1000 °C a 50 ml/min zemního plynu. První pokusy se ovšem potýkaly s nepříjemným samovolným zastavením průtoku zemního plynu na 6,5 minutě. Stejně záhadně jak se problém objevil, tak po několika pokusech naštěstí zase zmizel. Další nemilé překvapení nastalo při vyndání vzorků z pece, protože Heřmanický čedič se při této teplotě zbortil (jakoby „roztavil“, přičemž uprostřed byl dutý). Příčina byla odhalena posléze. Teplota, která byla nastavena na regulátoru ohřevu (1000 °C) se výrazně lišila od skutečné teploty v reakční trubici (1120 °C), což se potvrdilo dodatečnou instalací termočlánku přímo doprostřed této trubice. V dalších pokusech bylo celkem přesně

stanoveno, že k roztavení čediče z Heřmanic dochází okolo 1065 °C v trubici, tzn., že do této teploty je čedič použitelný. Snímky z elektronového mikroskopu ukázaly, že ačkoliv čedič prošel „roztavením“, byl pokryt nejrůznějšími strukturami od velmi tlustých skládaných vláken (Obr. 60) přes jakési „vosí úly“ tvořené řetízky kuliček (Obr. 59). Vznik takových útvarů nejspíše souvisí s velmi vysokou teplotou. Podobná tlustá vlákna vznikají při pokusech, kdy se odebere vodík z reakční směsi (viz Obr. 51) nebo při velmi vysokých koncentracích methanu ve směsi [22].

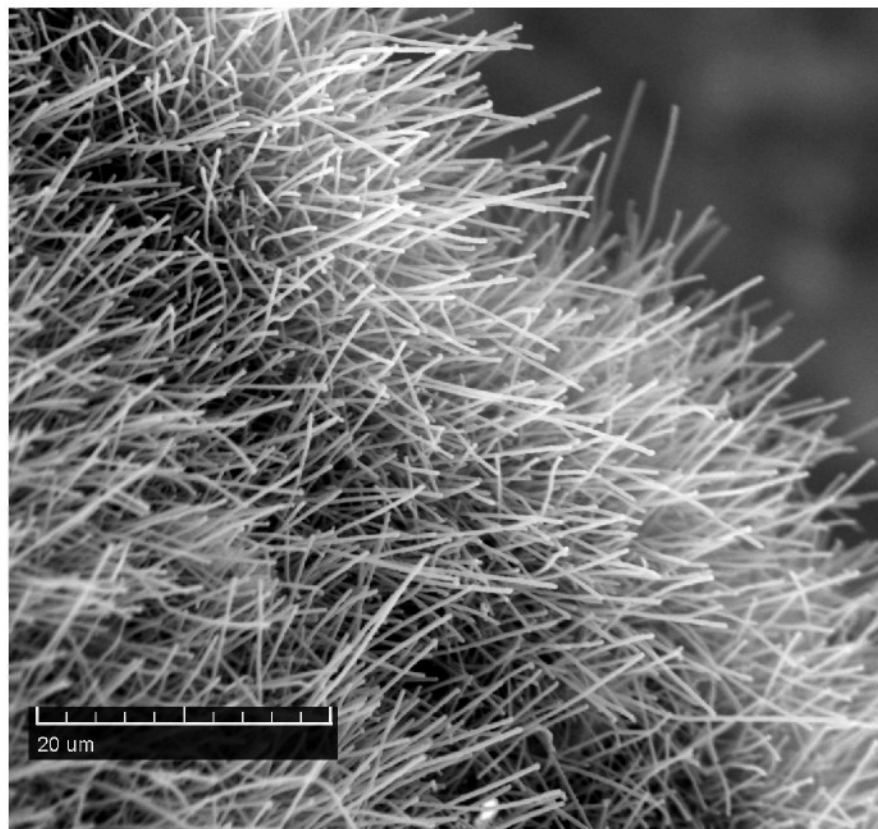


Obr. 59 – SEM snímek uhlíkové struktury vyrostlé při reakci na roztaveném čediči



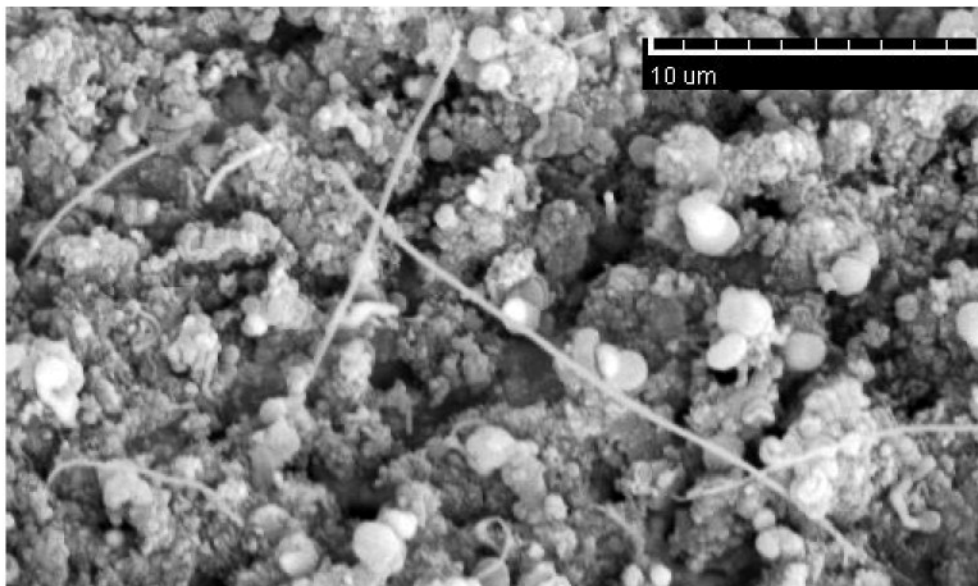
Obr. 60 – Další struktury na roztaveném čediči pořízené ze SEM

Velice zajímavý výsledek při vysoké teplotě (1120 °C) byl pozorován na čistě niklovém plíšku (Obr. 61). Vzorek byl totiž kompletně pokryt pravidelným „hustým trávnickem“ rovných uhlíkových nanovláken. V některých místech bylo jasně vidět, že rostou jakoby z trsů. Ovšem nelze s jistotou říci, že šlo o nanotrubičky. Jejich průměry se pohybovaly mezi 200– 400 nm, což je spíše na hraně mezi CNT a VGCF.



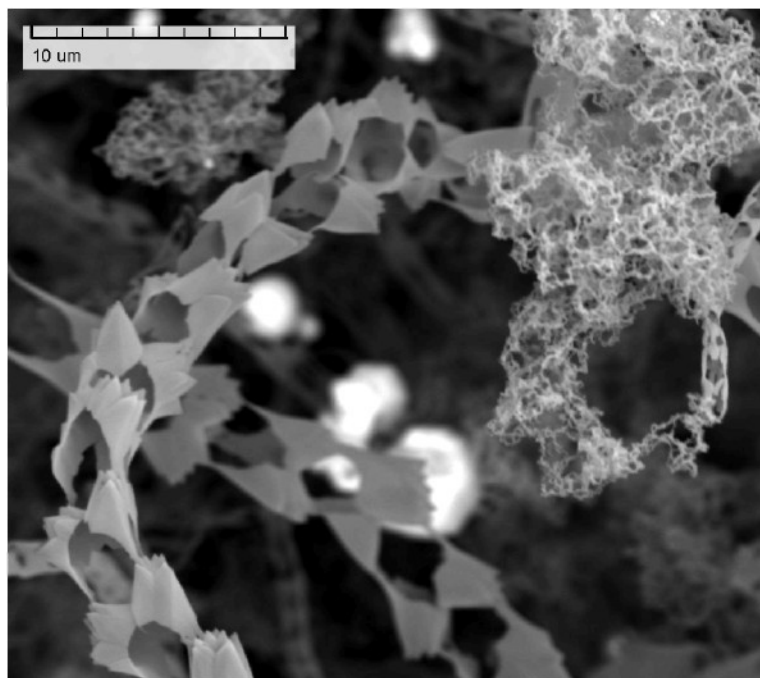
Obr. 61 – Hustý trávnick uhlíkových nanovláken na čistě niklovém plechu (SEM)

Bohužel tento výsledek byl ojedinělý. Ostatní vzorky jako obyčejné plechy, nerezové plechy, poniklované vzorky ani permalloy žádnou zvláštní katalytickou funkci neprojevily. Buď se na povrchu neobjevil vůbec depozit, nebo byl povrch pokryt uhlíkovou vrstvou ojediněle s výskytem osamocených uhlíkových nanovláken nebo CNT, jak uvádí např. Obr. 62 konkrétně u permalloy.



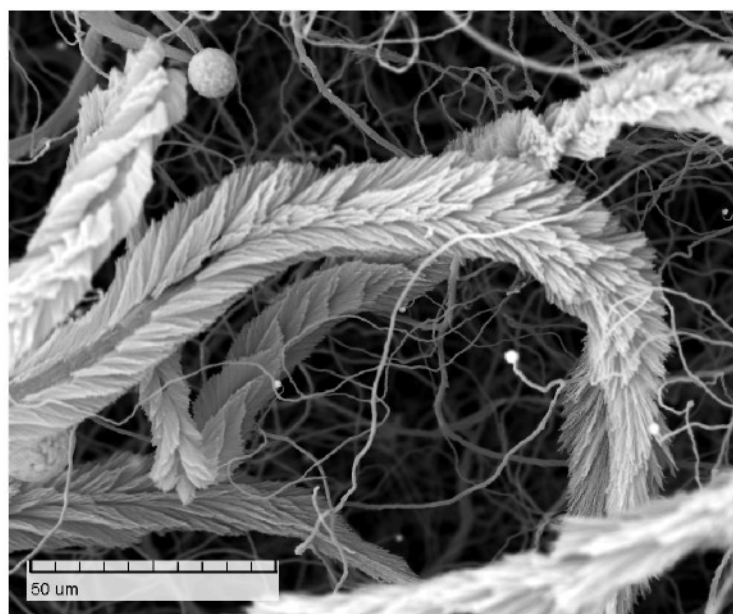
Obr. 62 - SEM snímek ojedinělých CNT na slitině permalloy (1120 °C)

V dalších pokusech s vysokými teplotami (1100 °C – 1120 °C) pravidelně vznikaly jen těžko pochopitelné tvary, které budou popisovány dále. Navíc v každém pokusu byly struktury jiné, přestože postupy byly shodné. K vysvětlení se nabízí v kombinaci s extrémní teplotou (okolo 1100 °C) snad jen jiné složení zemního plynu. Možná že je výroba ovlivněna koncentrací nějaké konkrétní složky zemního plynu. Také se z některých hornin mohly uvolňovat výpary, které růst uhlíkových struktur ovlivnily. Mohly by to být oxidy alkalických kovů, které se při vysokých teplotách uvolňují a negativně reakci ovlivňují. Výsledek je ukázán na Obr. 63. Struktury na niklovém plechu se absolutně liší od těch na Obr. 61. Přestože byl použit stejný materiál i podobný postup (1000 °C, 6,5 min, 40 ml/ min), tak místo hustého trávníku vyrostly vlákna, vytvořená napojováním grafenových „lístků“. Dále je na Obr. 63 vidět chuchvalec vlákynek. Jde o stejné struktury, akorát u vláken s menšími průměry nebyly grafenové „lístky“ tak rozevřené do stran.



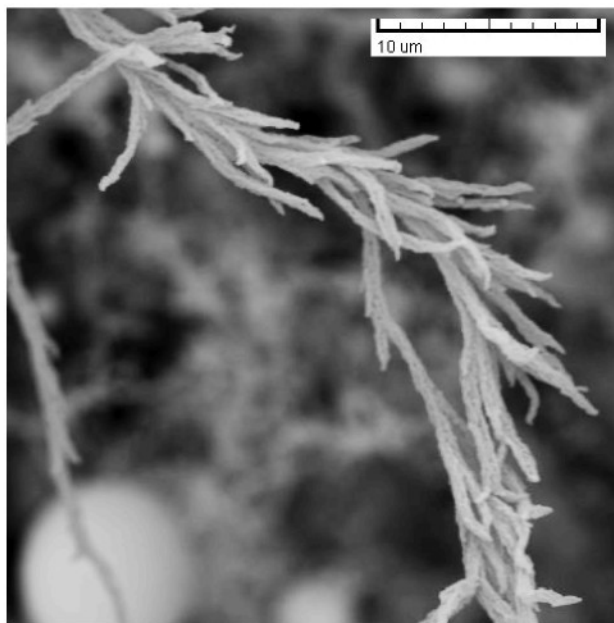
Obr. 63 – SEM snímek uhlíkové struktury vyrostlé na čistě niklovém plechu

Na niklové hornině z Rožan ovšem byly zase jiné struktury (Obr. 64). Uhlík vytvořil struktury připomínající při troše fantazie např. jehličnatou větvíčku, přičemž některé navíc nesly na svém konci uhlíkovou sazi (kulovitý útvar). Podle Obr. 30 lze tyto vlákna popsat například jako kombinace talířovitých nanovláken s nanovlákný typu rybí kost. Struktury tedy značně závisí na teplotě. Potvrzuje to i Obr. 48, kdy při vysokých teplotách byl pozorován výskyt tlustých nanovláken, zatímco podíl CNT značně poklesl.



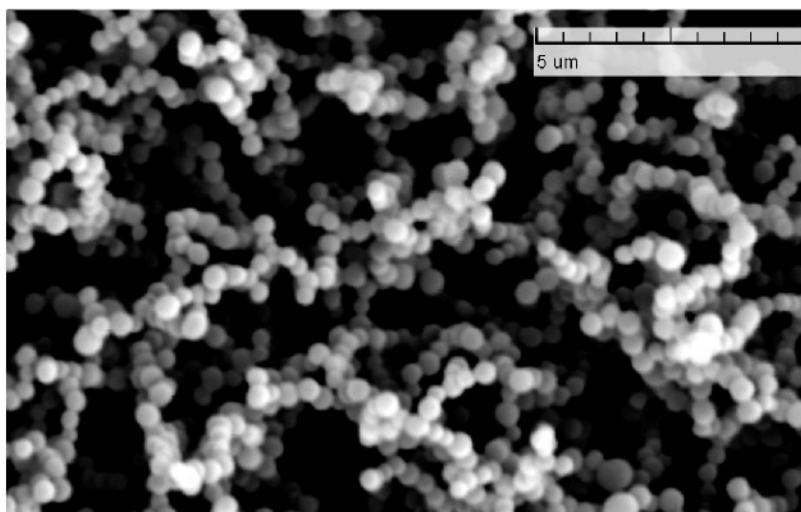
Obr. 64 – SEM snímek uhlíkové struktury na hornině z Rožan

Uhlíkové struktury jsou velice rozmanité, jelikož při stejném pokusu vznikly na čediči zase jiné útvary (Obr. 65).



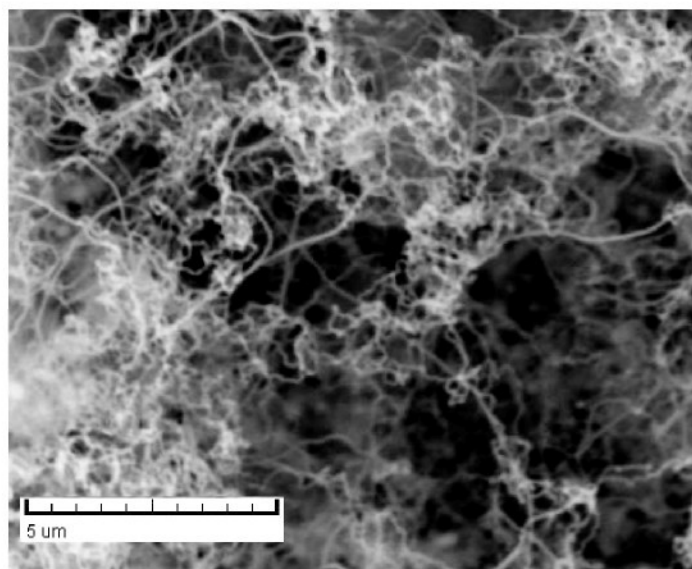
Obr. 65 – SEM snímek uhlíkové struktury na Heřmanickém čediči

Přibližně od února roku 2010 vznikaly na vzorcích při vysokých teplotách pravidelně pouze kuličkovité útvary o průměru okolo 500 nm (Obr. 66). Zároveň celkové množství depozitu znatelně pokleslo. Na vině nemohlo být nic jiného nežli jiné složení zemního plynu. To v kombinaci s extrémní teplotou neumožnilo růst CNT, protože vznikající struktura měla snahu se neustále uzavírat do tvaru kuličky. S reakční dobou se postupně několik těchto kuliček poskládalo na sebe a vytvořily tak jakési řetízky.



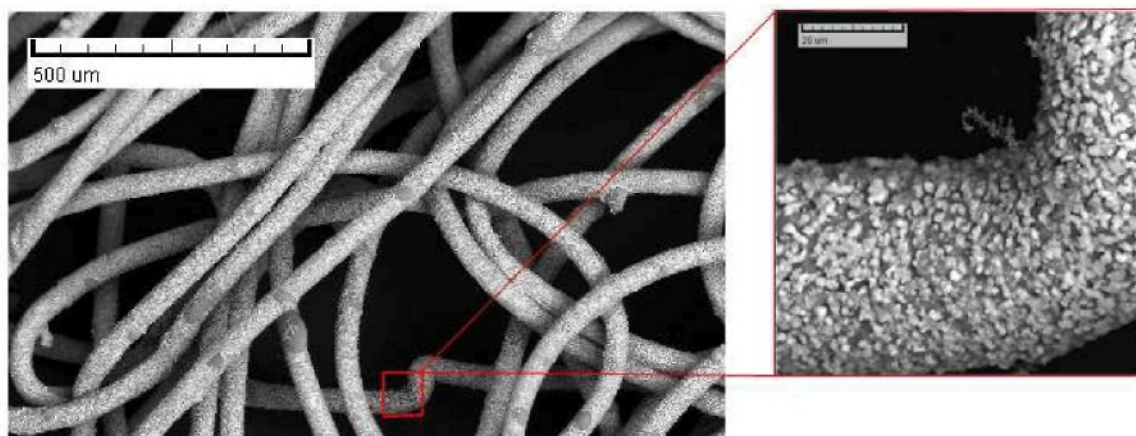
Obr. 66 – Řetízky uhlíkových kuliček (SEM)

Bylo zkoumáno, jestli výsledky nemohou být ovlivněny polohou vzorku v peci vůči průtoku plynu. To se ale nepotvrdilo. Také se zkoumal vliv různých mechanických úprav povrchu. Vzorky byly zbroušeny brusnými kotouči o různé zrnitosti od 60 přes 120, 180, 220, až po gumové leštící nástavce. Jeden vzorek byl také chemicky naleptán horkou kyselinou solnou (36 %). Po desetiminutové reakci při 1120 °C (45 ml/min plynu), žádná závislost těchto úprav nebyla pozorována. Kompletně depozitem pokrytý byl pouze naleptaný vzorek, přesto se ovšem nejednalo o souvislý porost CNT. Vzorek byl po celé ploše pokryt uhlíkovým nánosem a pouze na některých místech se nacházely husté chuchvalce zapletených CNT různých průměrů (Obr. 67). Lepších výsledků by se zřejmě dosáhlo použitím složitějších předúprav, například pomocí laseru [87]. Nicméně výsledek na Obr. 67 se velmi podobá tomu na Obr. 46, i přestože nebyl použit methan. Zřejmě podobné katalyzátory vedou k velmi podobným výsledkům a už tolik nezáleží na typu plynu.



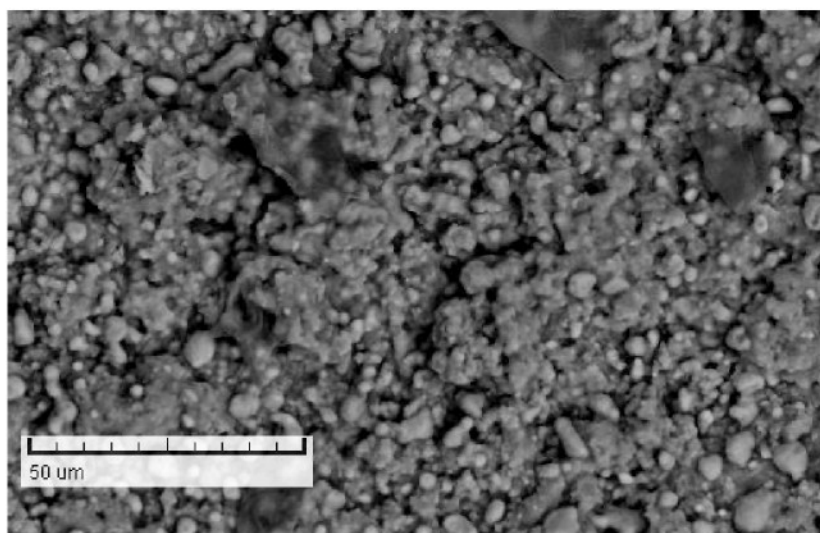
Obr. 67 – Chuchvalce CNT na naleptaném niklovém plechu (SEM)

Odlišně se při vysoké teplotě (1113 °C) projevila slitina Nikrothal 80. Drátek z této slitiny byl po 10 minutové reakci totiž rovnoměrně pokryt hrubým uhlíkovým depozitem (Obr. 68). Tento výsledek by mohl být zajímavý pro aplikace, kde je potřeba povrstvovat uhlíkem.



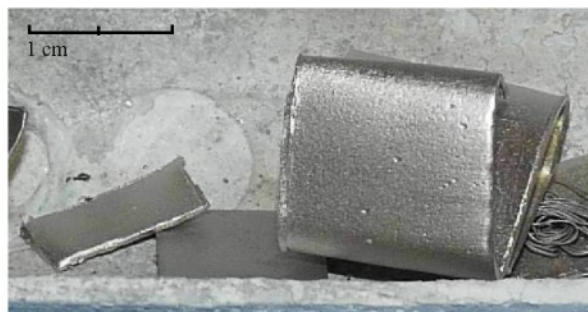
Obr. 68 – Povrch Nikrothalového drátku pokrytý uhlíkovými krystalky (SEM)

V experimentech se potvrdil obecný fakt uváděný v mnoha odborných člancích. Při vysokých průtocích zemního plynu dochází totiž velmi brzo k zapouzdření katalyzátoru silným uhlíkovým nánosem. Tím se katalyzátor deaktivuje a nefunguje již jako zárodek pro růst CNT. Takový příklad lze vidět na Obr. 69. Při průtoku 100 ml/min zemního plynu se během 9 minut trvající reakce povrch niklového plíšku pokryl silnou uhlíkovou krustou. Na deaktivovaném katalyzátoru nebyly pozorovány žádné CNT. Navíc po 6 minutách reakce začal z promývačky plynů vycházet jasně černý dým nedokonale rozloženého zemního plynu.



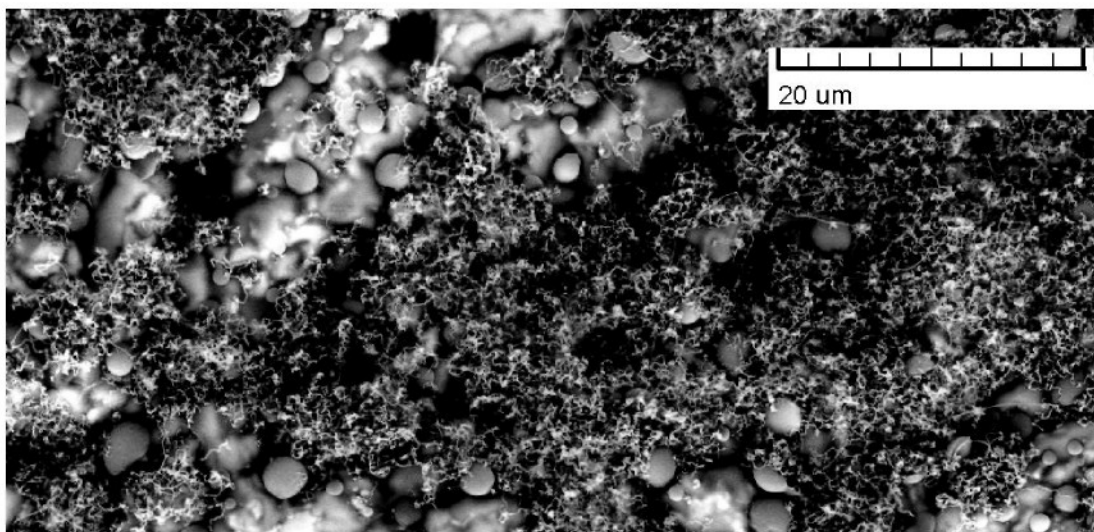
Obr. 69 – Zapouzdřený katalyzátor jako důsledek vysokého průtoku plynu (SEM)

Na druhou stranu při velmi malém průtoku plynu (cca 10 ml/min) nejenže nedošlo k vytvoření žádného depozitu, ale navíc byly vzorky z pece vyndány dokonale vyčištěné, jak lze vidět na Obr. 70. Vyčištění lze těžko zdůvodnit. Možná ho způsobilo nějaké stopové množství kyslíku v peci.



Obr. 70 – Fotografie vzorků po reakci s velmi malým průtokem plynu (10 ml/min)

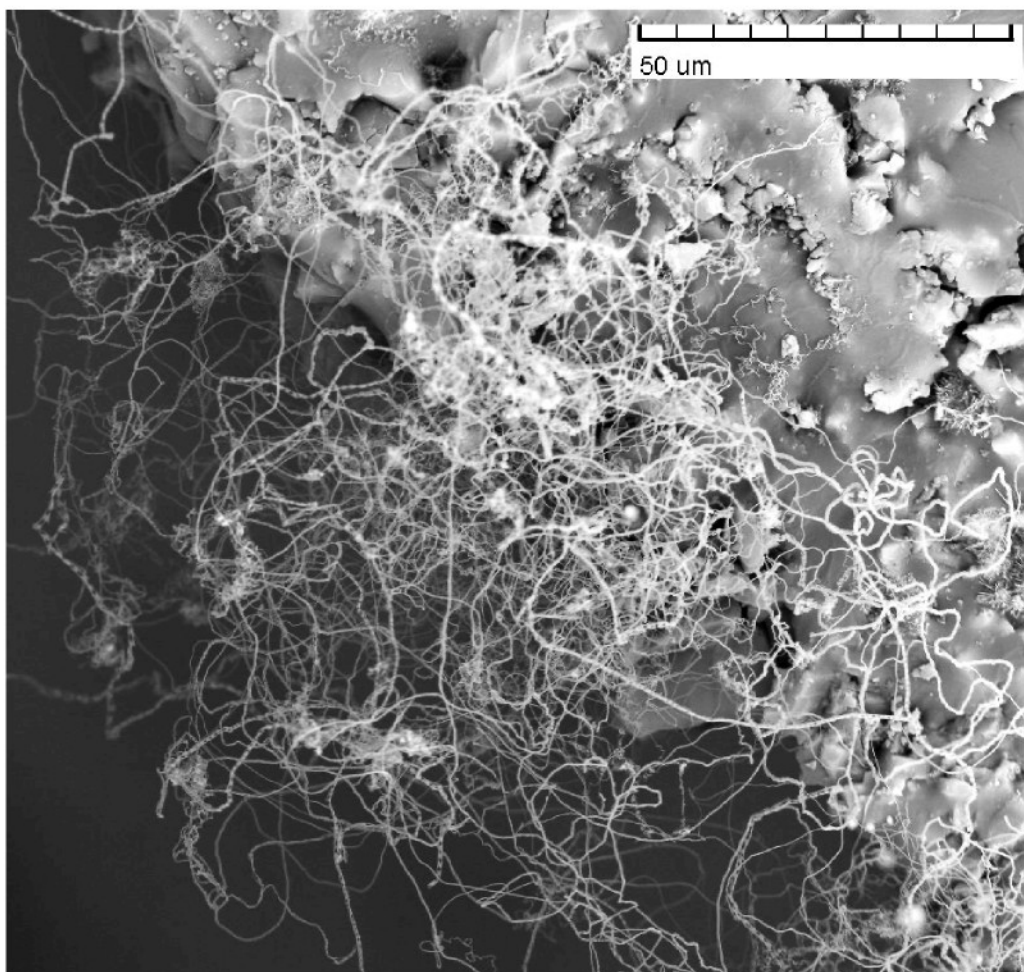
Ideální průtok byl po dostatečném množství pokusů stanoven na 40 ml/min zemního plynu. V experimentech s vysokými teplotami jednoznačně převažovaly amorfní struktury, řetízky kuliček nebo uhlíková vlákna různých struktur. Zatímco výnosy CNT byly velice malé. To vedlo k závěru, že reakční teplota je prostě příliš vysoká. Proto se v dalších experimentech přešlo na reakce s nižší teplotou. Volba to byla správná, protože při reakci při 910 °C již nebyly pozorovány žádné kuličkovité útvary, ale zato poměrně časté spleti CNT (jakoby lišejníky, viz Obr. 71). Podobný výsledek byl ukázán v článku [15], přestože experiment probíhal složitějším postupem (viz Obr. 53). Stejně jako v článku i u tohoto experimentu bylo pozorováno, že chomáče CNT vyrůstaly z prasklin uhlíkového nánosu. Zároveň se v experimentech přešlo na mnohem delší reakční doby z 10 minut na 30 a více minut. Delší reakční časy při vhodně zvoleném průtoku vedou k vyšším výnosům.



Obr. 71 – SEM snímek CNT spleteniny na niklovém plechu

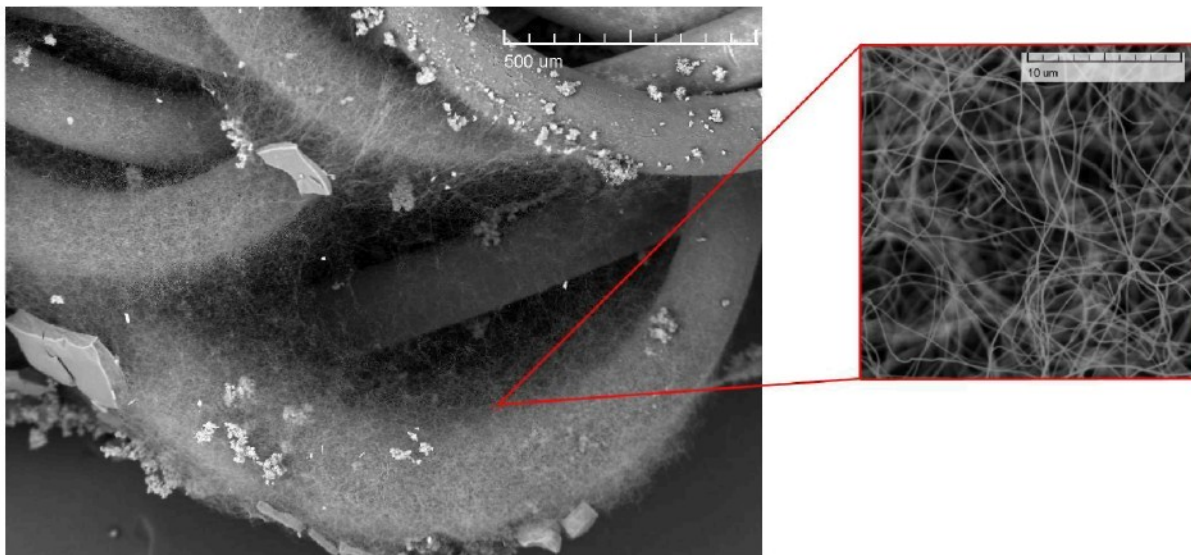
Podobná struktura jako na niklu byla pozorována i na obyčejném železném plechu, na kterém nebyly při dřívějších pokusech s vysokou teplotou CNT zaznamenány. Výskyt CNT při nižší teplotě byl pozorován také na Heřmanickém čediči (Obr. 72). Zatímco ale na

niklu nebo železném plechu byly všechny průměry CNT prakticky stejné (okolo 80 nm), tak na čediči vyrostly CNT s různými průměry (100 – 500 nm). Tento fakt pravděpodobně souvisí s různými velikostmi kovových částic v čediči. Železo se v čediči nachází v oxidech a křemičitanech, přibližně od 720 °C se oxidy železa mohou redukovat uhlíkem na železo, zatímco u kobaltu nebo niklu by to bylo výše. To znamená, že dochází ke změnám ve struktuře katalytických částic v průběhu reakce. I na čediči bylo pozorováno, že chomáče CNT rostou především z prasklin uhlíkového povlaku viz Obr. 72.



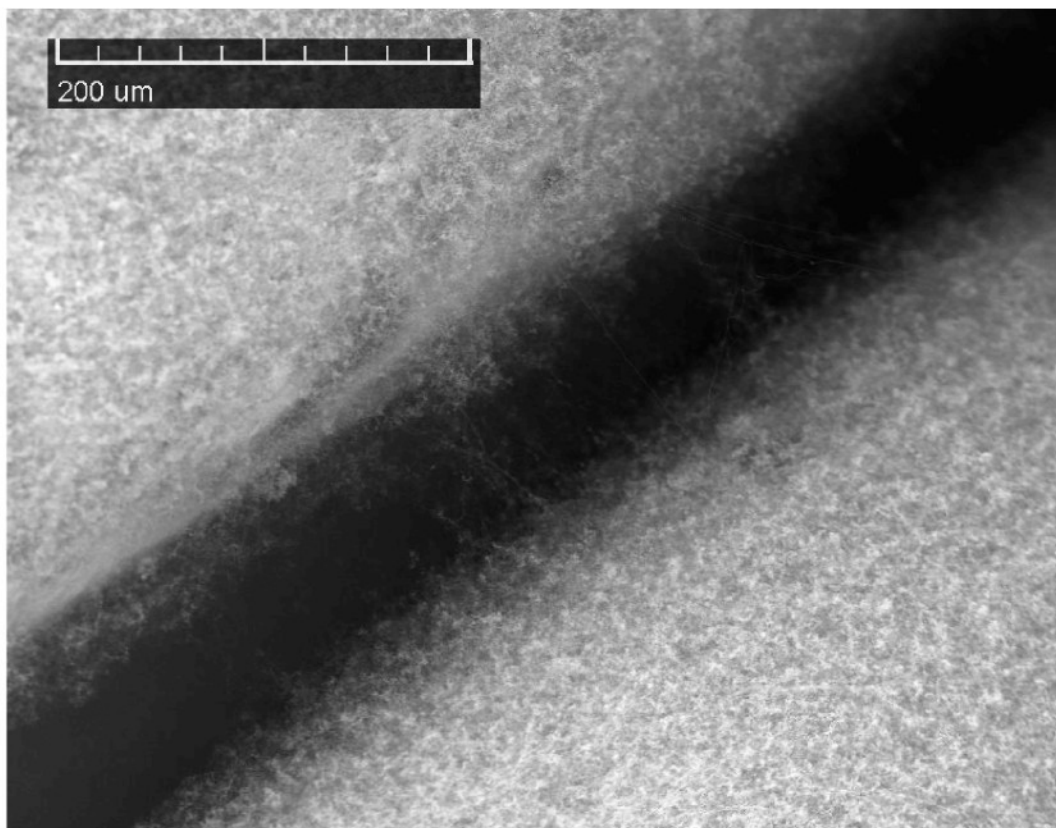
Obr. 72 – Chomáč CNT na Heřmanickém čediči vyrostlý při 900 °C (SEM)

Ovšem nejlepší výsledky se ukázaly až na drátcích z Cuprothalu a Nikrothalu. Drátky byly po 1h při průtoku plynu 40 ml/min a 900 °C pokryty hustou pavučinou jemných a velmi dlouhých CNT (Obr. 73). Průměry CNT se pohybovaly od 70 do 100 nm a délka někde přesahovala až 1 mm.



Obr. 73 – Cuprothalový drátek porostlý pavučinou CNT pořízený ze SEM

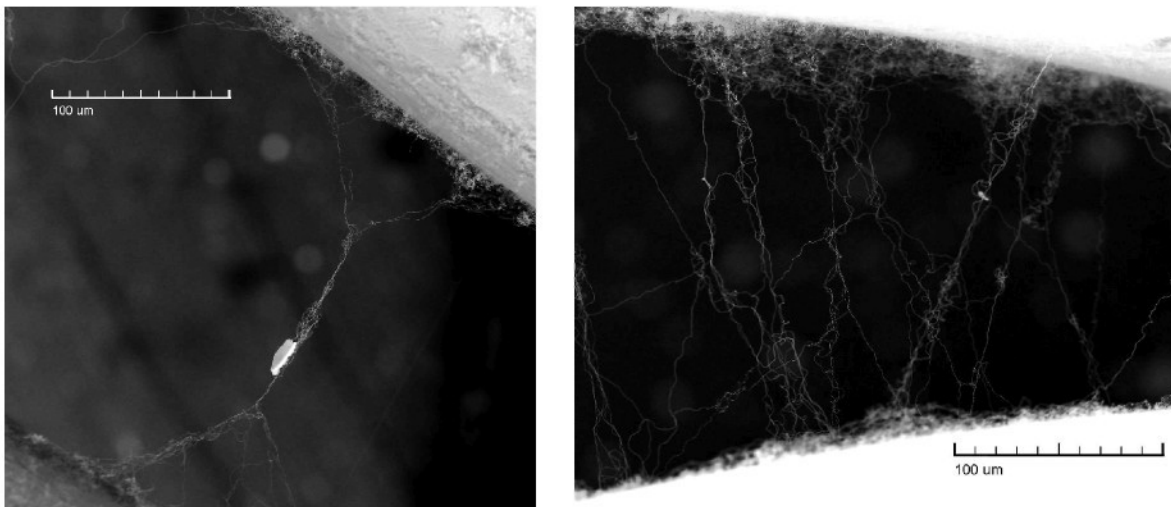
Tyto speciální slitiny jsou velice vhodné pro katalýzu CNT růstu z hlediska složení i tepelné odolnosti. Výhodné je také to, že jsou ve formě drátků, protože jejich zakřivený povrch se jeví jako výhodnější než povrch rovný. Zároveň bylo pozorováno, že růst je velice čistý a CNT rostou přímo a není pod nimi žádný uhlíkový povlak. Jak je vidět na Obr. 73, tak se na pavučinu ihned nachytaly částice nečistot. Bylo také vyzkoušeno ještě další snížení teploty, až na 840 °C. Oproti reakci při 900 °C byly CNT při 840 °C zkadeřenější, vytvářejíc mnohem více neprostupnou vrstvu. Pokud se porovná půlhodinová a hodinová reakce, tak při půlhodinové reakci vznikne vrstva méně objemná (odhadem je tloušťka vrstvy asi o polovinu menší) a není pokryt kompletně celý povrch, jako je tomu u vrstvy z hodinové reakce.



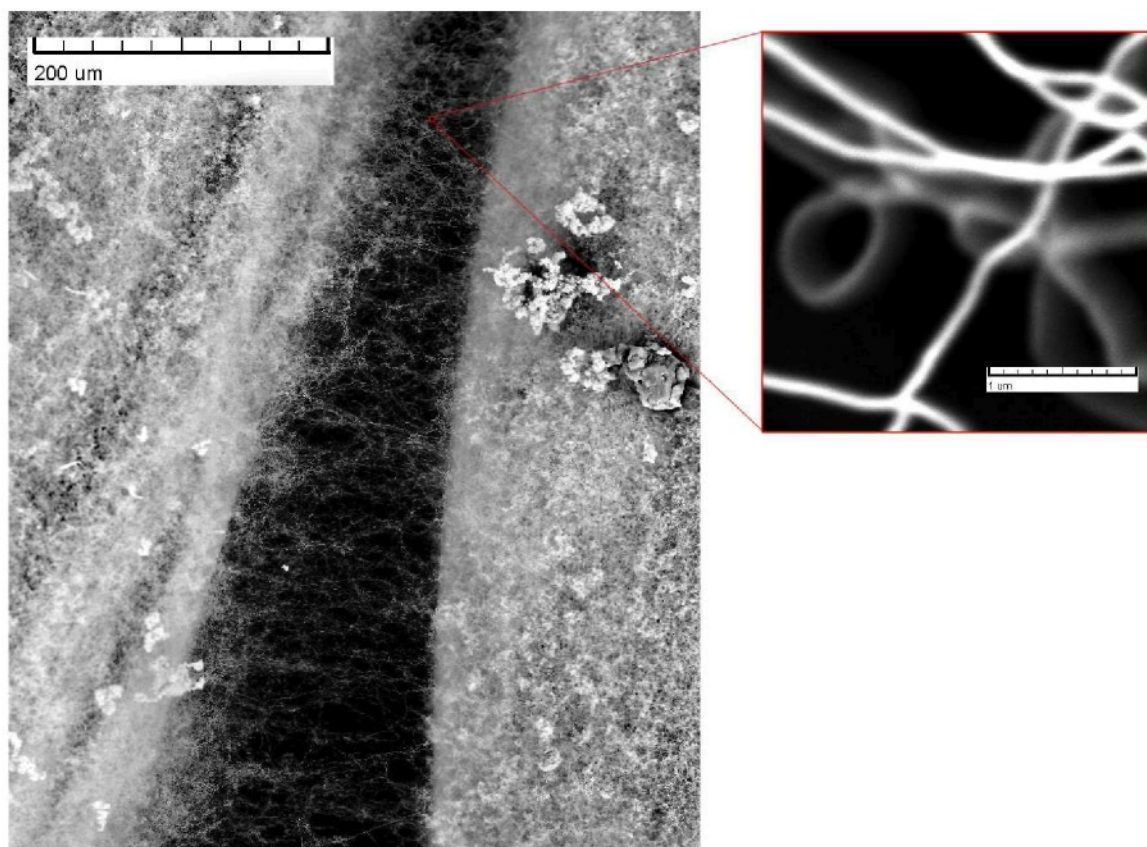
Obr. 74 – Zkadeřená vrstva na povrchu nikrothalu (SEM)

Kovových drátků, které jsou porostlé uhlíkovými nanotubicemi, by se mohlo využít pro speciální filtry vzduchu nebo kapalin (uvedli např. [64], [63]). Tyto filtry by byly vhodné i pro použití při velmi vysokých teplotách. Ačkoliv vrstva na Obr. 74 není tak hustá, tak se velmi podobá vrstvě z Obr. 52, kde výroba CNT probíhala z acetyleny a sofistikovanějším postupem.

Také byla pozorována zajímavá vlastnost, že pokud jsou kovové drátky blízko u sebe (až několik stovek mikrometrů podle reakčního času) tak se CNT z jednoho drátku natáhnou k povrchu druhého drátku (Obr. 75 a Obr. 76). Zatím není známa žádná hnací síla, která natahování způsobuje, nicméně i toto chování nahrává úvaze o filtrech. CNT by se totiž v místech mezi kovovými dráty natáhly a vyplnily tak prostor.



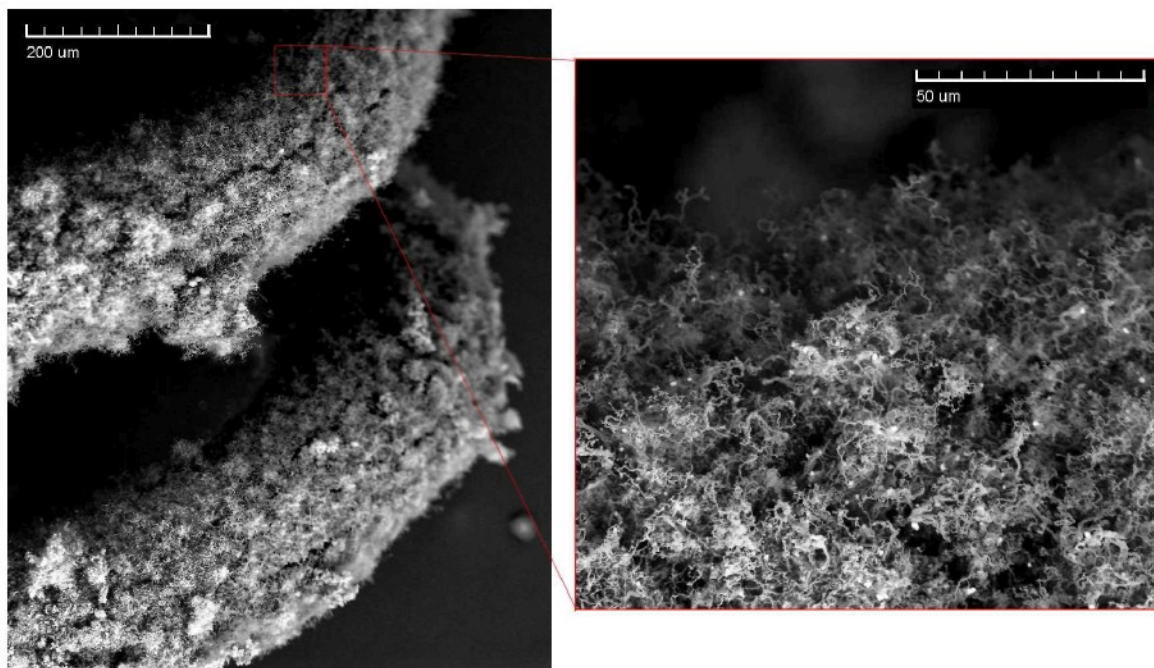
Obr. 75 – SEM snímek efektu natahování CNT mezi dvěma Nikrothalovými drátky



Obr. 76 - SEM snímek CNT při 895 °C na Nikrothalu

Od určitého období došlo ke změnám výsledků. Pokud se porovná původní typické výsledky na Cuprothalu (viz Obr. 73) s novými výsledky (viz Obr. 77), lze vidět, že začaly vznikat vrstvy CNT mnohem hustší a mnohem objemnější než dříve. Jelikož se tyto

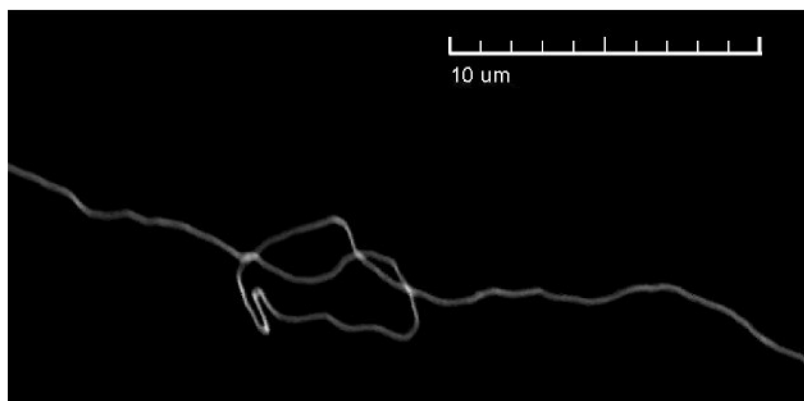
výsledky opakovaly i v dalších pokusech, je tudíž zřejmé, že změny souvisí s kolísáním složení zemního plynu.



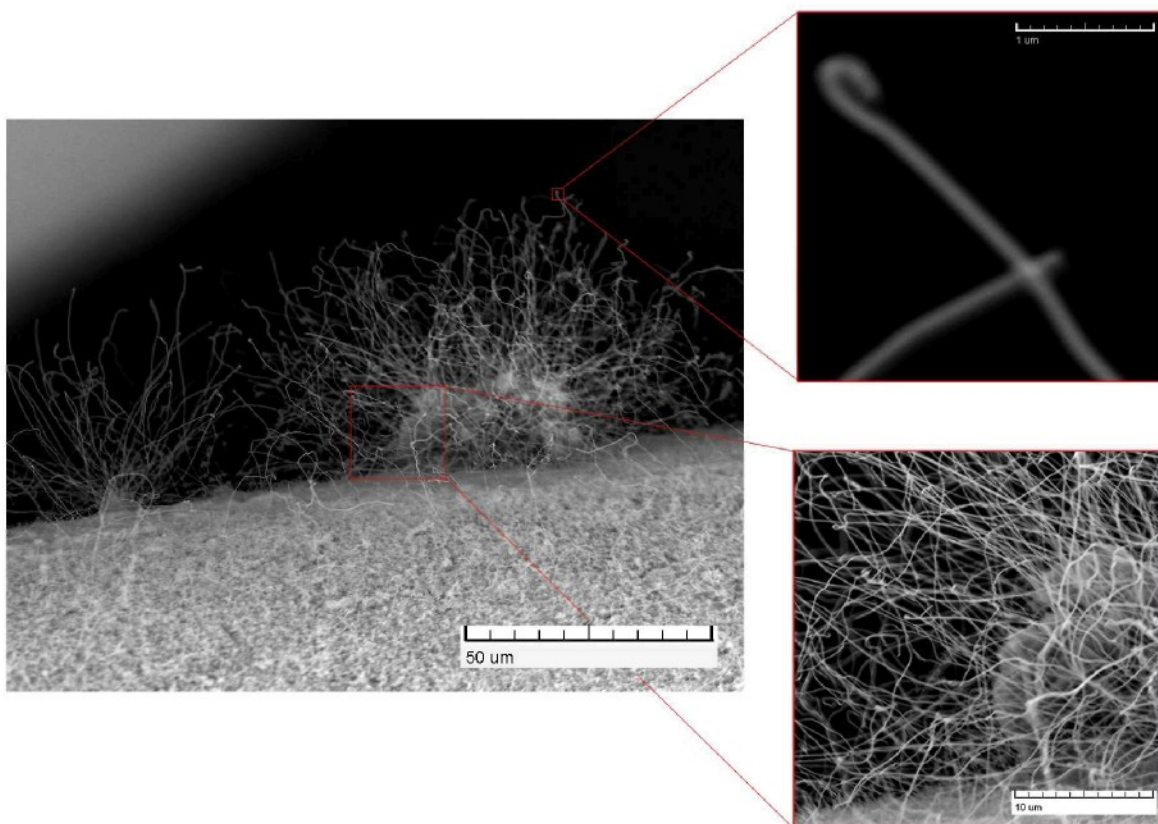
Obr. 77 – Hustá vrstva CNT vyrostlá na Cuprothalu při 870 °C (SEM)

Někdy byl z rovnoměrného porostu kratších CNT na Nikrothalu pozorován i občasný výskyt větších chomáčů rovnějších CNT. V těchto místech zřejmě mohlo dojít k nějakému narušení povrchu a vznikly tak lepší podmínky pro růst CNT (viz

Obr. 79). Je zajímavé pozorovat, do jakých neuvěřitelných tvarů mohou uhlíkové nanomateriály růst, což potvrzuje i Obr. 78, kde lze vidět CNT zamotanou do uzlu.

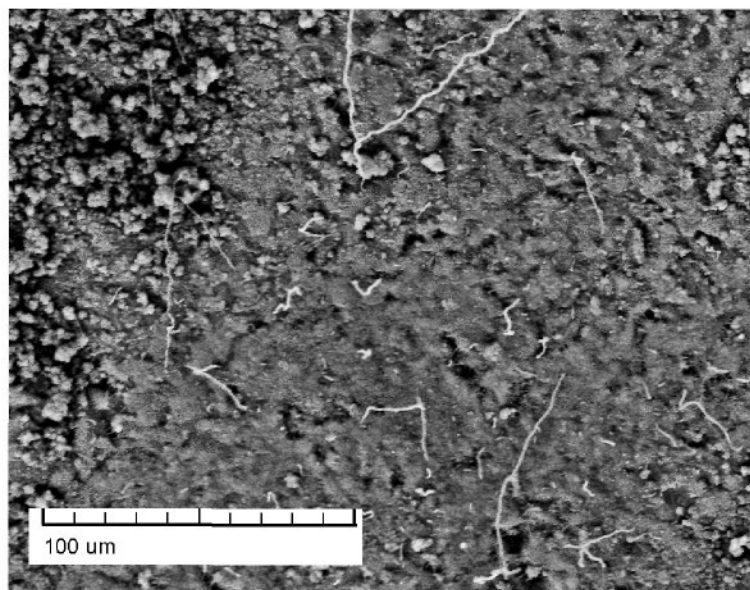


Obr. 78 – SEM snímek CNT vytvářející uzel (Nikrothal, 895 °C)

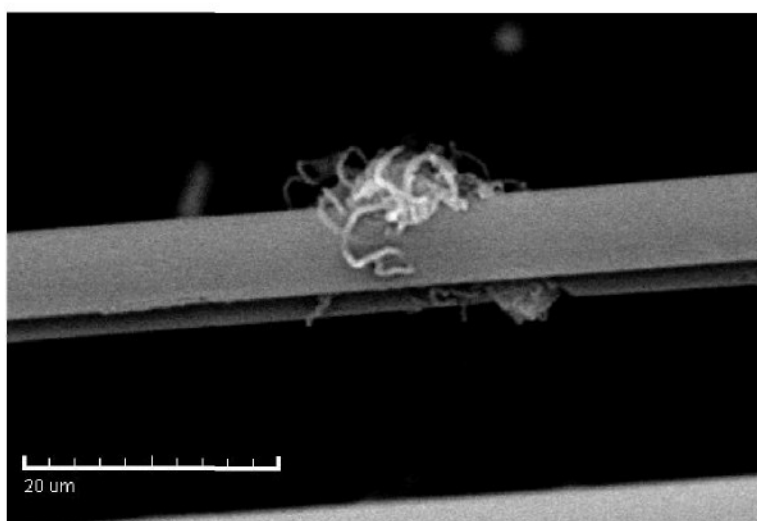


Obr. 79 – Vrstva a dva výrazné chomáče CNT na Nikrothalu při 870 °C (SEM)

Pro porovnání byly kromě hornin a slitin v experimentech vyzkoušeny i katalyzátory připravené chemicky. Jednoduchá příprava se inspirovala článkem od B. D. Fahlmana [18] a spočívala v impregnaci podkladů z taveného křemene a pemzy roztokem $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ nebo $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ v acetonu. Všechny vzorky byly pokryty uhlíkovým amorfním nánosem, ale žádné CNT nebyly pozorovány. U vzorků na křemenném podkladu z nánosu řídce vyrůstaly krátké nanovlákná (zárodky), viz Obr. 80. Stejnými roztoky byly impregnovány i průmyslově vyráběná uhlíková vlákna. Po reakci byl na vláknech pozorován ojedinělý výskyt trsů uhlíkových nanovláken (Obr. 81) nebo dlouhých CNT. Nanotubicemi porostlá uhlíková vlákna by mohly být velice zajímavým materiálem, který si ale svým rozsahem výzkumu vyžaduje samostatnou práci.



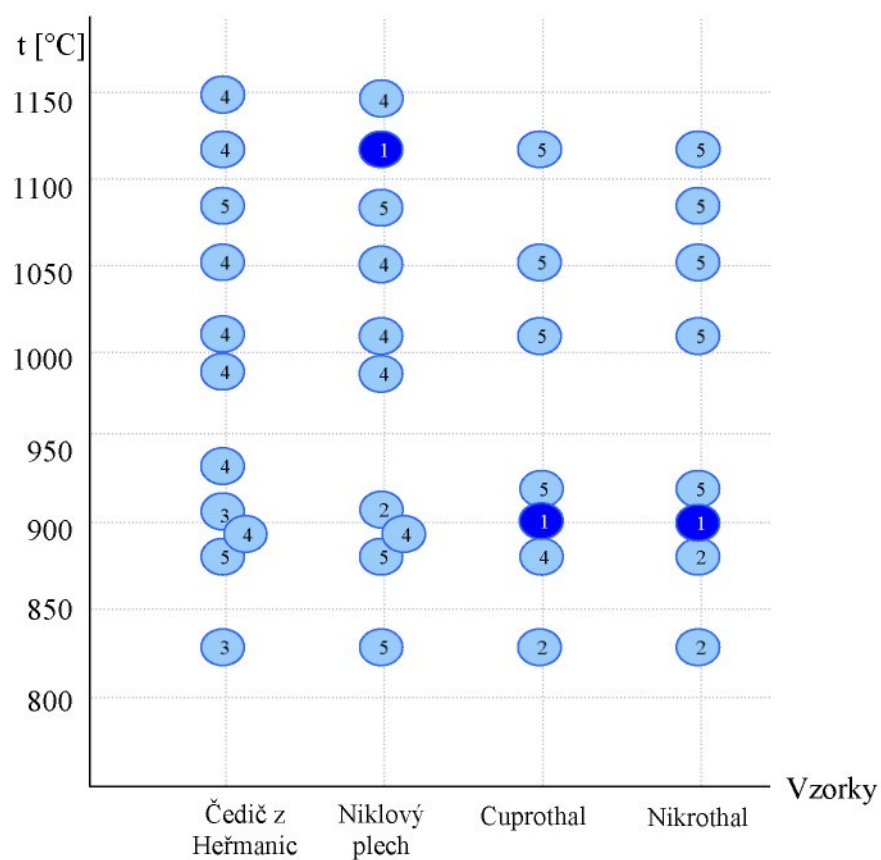
Obr. 80 - SEM snímek zárodků CNT na křemenném podkladu



Obr. 81 - "Trs" uhlíkových nanovláken vyrostlý po reakci na průmyslově vyráběném uhlíkovém vláknu (SEM)

Přehledný souhrn výsledků jednotlivých experimentů při různých reakčních teplotách představuje

Obr. 82. Nejlepší dosažené výsledky jsou označeny číslicí 1 a nejhorší číslicí 5.



- | | |
|--|---|
| 1 - hustý porost nanotrubic nebo nanovláken | 2 - řídký výskyt nanotrubic nebo nanovláken |
| 3 - velmi malý výskyt nanotrubic nebo nanovláken | 4 - kuličky, strukturovaná nanovlákná |
| 5 - žádné nanotrubice, pouze uhlíková vrstva | |

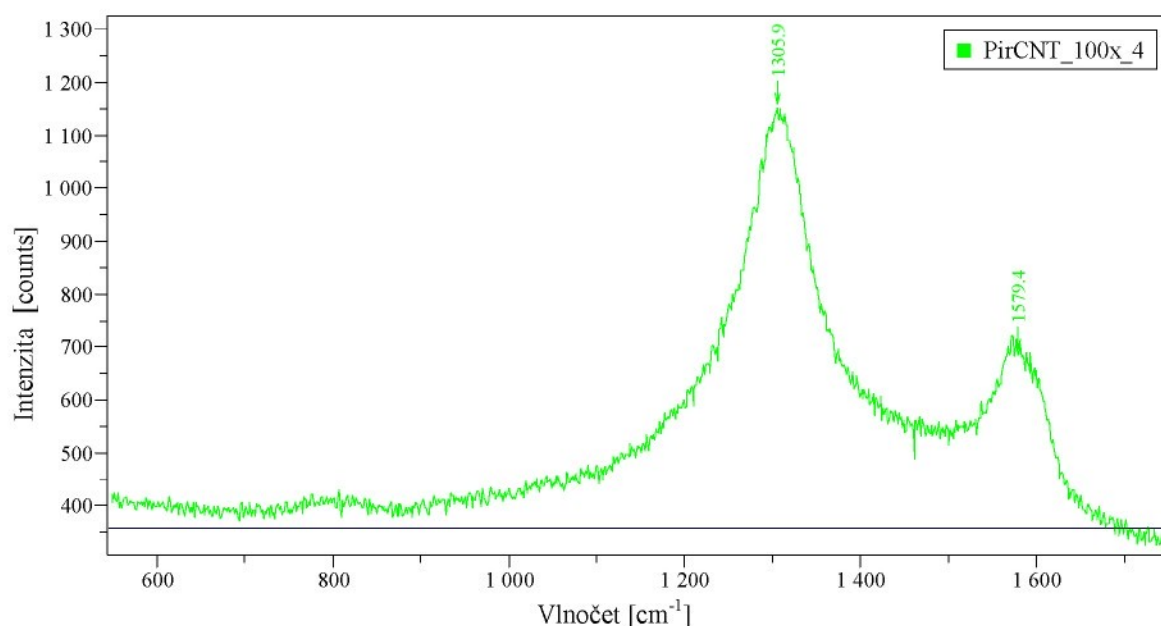
Obr. 82 - Porovnání výnosů CNT na různých vzorcích a při různých teplotách

5.2.1 Analýza produktů experimentu

Vzorky CNT vyrostlé po reakci na nikrothalu (viz Obr. 74) byly odeslány na Budapešťskou univerzitu technologie a ekonomie (katedra organické chemie a technologie), kde byla provedena jejich Ramanova analýza na zařízení Horiba Jobin Yvon-LabRAM/R s mikroskopem Olympus BX41.

Ramanova spektroskopie je pravděpodobně nejpoužívanější technikou pro popis uhlíkových nanotubic pro její relativní jednoduchost měření i přípravu vzorku. Principem této metody je měření laserem excitované energie. Výstupem je pak charakteristické spektrum, které u uhlíkových nanotubic obsahuje typické dva píky. Tak zvaný G-pík (okolo 1580 cm^{-1}) je charakteristickým rysem grafitických vrstev. Druhou charakteristikou je D-pík (okolo 1350 cm^{-1}) typický pro vadné grafitické struktury (různé chyby, ale i fullerénové konce, případně ohnutí konců trubic apod.).

Výsledek analýzy je prezentován na Obr. 83. Graf ukazuje průměry měření z pěti různých míst vzorku, kde každý proměřovaný bod měl průměr $1,2\text{ }\mu\text{m}$. Z grafu je zřejmé, že v testovaném vzorku byly prokázány charakteristiky odpovídající vícečetným uhlíkovým nanotubicím, neboť oba píky spektra leží v blízkosti píků popsanych výše. Toto spektrum dokazuje, že ve vzorku existují tabulární formy grafenu – tedy uhlíkové nanotubice a nejedná se tedy o VGCF vlákna [10].



Obr. 83 - Ramanovo spektrum

Vzorky CNT na kovových drátcích byly odeslány také k analýze vnitřní struktury pomocí transmisní elektronové mikroskopie. Bohužel výsledky v době odevzdání diplomové práce nebyly ještě k dispozici.

5.3 Doporučení pro další výzkum

Pro další výzkum věnující se laboratorní výrobě nanotubic se nabízí několik možných úprav, respektive vylepšení.

Zásadní změnou by byl přechod od použití zemního plynu na čisté plyny. Při podobných podmínkách by se dal použít čistý methan. Mohl by se vyzkoušet i acetylen nebo propan-buthan. Tyto plyny se rozkládají při jiných teplotách než zemní plyn (nebo methan), a proto by si určení ideálního nastavení celého procesu vyžádalo delší čas. Je velice pravděpodobné, že přechodem na čisté plyny by se velice zlepšila reprodukovatelnost pokusů. U zemního plynu je opakovatelnost slabší, protože ačkoliv se dodrží přesně postup, tak výsledky se často hodně liší (z hlediska délky a množství CNT). Dále je výhodné, že čisté plyny se dodávají ve vysokotlakých lahvích, čímž by se překonaly problémy s kolísajícím průtokem. Tato změna nevyžaduje prakticky žádný čas, avšak je nutné požádat o schválení použití daného plynu v laboratoři.

Dále by bylo možná vhodné vyzkoušet ředění uhlíkového zdroje vodíkem. Tato úprava zařízení by byla již složitějším zásahem, protože vyžaduje připojení směšovacího zařízení pro přesné nastavení koncentrací plynu. Tato úprava poněkud snižuje bezpečnost celé výroby (z hlediska výbušnosti, utěsnění apod.). Vodík by byl vhodný také při výrobě katalyzátorů připravovaných chemickou cestou, které by pak bylo možné tepelně žíhat ve vodíkové atmosféře.

Z hlediska bezpečnosti by bylo jistě výhodnější použít křemennou trubici mnohem menšího objemu (např. třetinového), což by pro laboratorní výzkum s malými vzorky bylo dostatečné.

Při pokusech bylo pozorováno, že se uhlíkové produkty častěji objevují v místech, kde se substráty překrývají (nebo jsou jinak z vrchu zakryty) a na spodní straně substrátu. Tato skutečnost může souviset s tím, že průtok plynu v těchto místech je daleko pomalejší nebo také, že tato místa byla chráněna před okolními vlivy (např. nečistoty s negativními vlivy na růst CNT), apod. Proto lze pro další experimenty doporučit, aby místo lodičky byly vyzkoušeny jiné tvary, např. přiměřeně velkou trubku, do které by se umísťovaly substráty. Další variantou by bylo použít lodičku zakrytou z vrchu hustým sítkem.

Velkým usnadněním a urychlením celého výzkumu by byla možnost okamžité analýzy vnitřní struktury depozitů na transmisním elektronovém mikroskopu.

Experiment ukázal také další možné směry, kterými by mohl výzkum dále pokračovat. Nabízí se např. výroba speciálních tepelně odolných kovových filtrů porostlých nanotubicemi. Experimentovat by se mohlo s růstem CNT na komerčních uhlíkových vláknech nebo s provrstvováním slitin uhlíkovým nánosem.

6. Závěr

Prvotním záměrem této diplomové práce bylo, pokusit se vyrobit alespoň nějaké uhlíkové nanotrubic. Tento cíl byl dosažen v rámci krátkého času a za nedokonalých podmínek. Dalšími pokusy se podařilo z krátkých tyčinek přejít k tenkým a dlouhým nanotrubicím (pravděpodobně MWNT), jejichž průměry se dostaly pod 100 nm.

Přesná reprodukovatelnost pokusu je v těchto podmínkách trochu horší, lze ale tvrdit, že tímto postupem vždycky nějaké nanotrubic vzniknou. Jejich množství a délka se však při stejné provedených pokusech často liší, což s největší pravděpodobností zapříčiňuje kolísající složení zemního plynu.

Při experimentech se potvrdilo mnoho závislostí mezi nastavenými parametry a vzniklými produkty. Jedním z klíčových kroků je správná volba katalyzátoru. Ideální z hlediska čistoty nanotrubic se jeví speciální slitiny Nikrothal a Cuprothal, protože na nich opakovaně vznikal poměrně rovnoměrný a celkem souvislý porost nanotrubic (s průměry do 100 nm). Zřejmě CNT růstu také velmi svědčil zakřivený povrch, protože tyto slitiny byly ve formě drátů. Dobré výsledky se dostavily i na jiných slitinách a kamenech. Jejich povrch byl po reakci téměř vždy pokryt uhlíkovou vrstvou, z které spíše jen lokálně vyrůstaly chomáče CNT. Zatímco u Cuprothalu a Nikrothalu CNT rostly čistě na povrchu slitiny bez přítomnosti uhlíkové vrstvy.

Dalším velmi důležitým parametrem je reakční teplota. Pokud se teplota nastaví příliš vysoká (okolo 1100 °C), tak reakce vede ke vzniku nanovláken složitější struktury (např. řetízky kuliček atd.), případně jen k povrstvení hrubým uhlíkovým povlakem (pozorováno u slitin Cuprothal a Nikrothal). Ideální teplota pro CVD reakci se zemním plynem byla určena pro použité substráty na 900 °C. Čím více se reakční teplota snižovala pod teplotu ideální, tím menší množství reakčních produktů bylo pozorováno.

Velmi důležité je nastavit správnou hodnotu průtoku zemního plynu. Vysoké průtoky (nad 70 ml/min) vedly k nedokonalému rozložení plynu, což indikovaly černé zplodiny vycházející z promývačky plynů. Při reakcích s vysokými průtoky se substráty s katalyzátory velice rychle pokryjí silným uhlíkovým nánosem, který znemožní růst CNT (tzv. deaktivace katalyzátoru). Naopak velmi malé průtoky (pod 15 ml/min) jsou nedostatečné pro výtěžek reakce. Proto se ideální průtok zemního plynu v popisovaných experimentech pohybuje okolo 40 ml/min.

U reakčních časů nebyly pozorovány tak zřejmé závislosti. Z hlediska délky a množství CNT se osvědčily spíše delší reakční doby okolo 1 hod. I když mnohdy nebyly patrné žádné rozdíly mezi reakcí dlouhou 30 minut nebo 60 minut.

Ačkoliv podmínky pro tento experiment byly poměrně dosti skromné, tak výsledky byly dle snímků ze skenovacího elektronového mikroskopu mnohdy lepší, než je prezentováno v odborných vědeckých člancích, kde popisují výrobu mnohem složitějšími postupy na zařízeních vyrobených speciálně pro metodu CVD, což lze považovat za úspěch.

Je zřejmé, že do budoucna budou nanomateriály čím dál více využívány i v běžném životě a proto je žádoucí se stále pokoušet o jejich výrobu a dozvídat se tak více o jejich vlastnostech.

Seznam použité literatury

- [1] ABAD, M. D. SÁNCHEZ-LÓPEZ, J.C. et al. Catalytic growth of carbon nanotubes on stainless steel: Characterization and frictional properties. *Diamond & Related Materials*, 2008, vol. 17, no. 11, s. 1853–1857.
- [2] ABBASLOU, M. REZA, M. et al. The effects of carbon concentration in the precursor gas on the quality and quantity of carbon nanotubes synthesized by CVD method. *Applied Catalysis A: General*, 2010, vol. 372, no. 2, s. 147–152.
- [3] ANDO, Y. ZHAO, X. SUGAI, T. KUMAR, M. Growing carbon nanotubes. *Materials today*. October 2004. ISSN: 1369 7021.
- [4] ANSALDO, A. HALUŠKA, M. ČECH, J. et al. A study of the effect of different catalysts for the efficient CVD growth of carbon nanotubes on silicon substrates. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 2007, vol. 37, no. 1–2, s. 6–10.
- [5] BADDOUR, C. E. FAYSAL, F. A Simple thermal CVD Metod for carbon nanotube synthesis on stainless steel 304 without the adition of an external catalyst. *Carbon*, 2008, vol. 47, s. 313–347.
- [6] BANDOSZ, Teresa J. *Activated Carbon Surfaces in Enviromental Remediation*. 1. vyd. Amsterdam, London: Elsevier, 2006. 588 s. ISBN 978-0-123-70536-5.
- [7] BHUSHAN, B. *Springer Handbook of Nanotechnology*. 2. vyd. New York: Springer, 2006, 1916 s. ISBN 978-3-540-29855-7.
- [8] BOOKER, Richard D. *Nanotechnology for Dummies*. 1. vyd. Indiana: For Dummies, 2005. ISBN 978-0-764-58368-1.
- [9] BRONIKOWSKI, M. J. CVD growth of carbon nanotube bundle arrays. *Carbon*, 2006, vol. 44, no. 13, s. 2822–2832.
- [10] Carbon Application Note 03: *Carbon NanoTubes – What information does Raman bring?*. New York: HORIBA Jobin Yvon Inc. 2006. 5 s.
- [11] CI, LIJIE. XIE, SISHEN. et al. Controlable growth of single wall carbon nanotubes by pyrolizing acetylene on the floating iron catalysts. *Chamical Physics letters*, 2001, vol. 349, s. 191–195.
- [12] CUMINGS, J. MICKELSON, W. ZETTL, A. Simplified synthesis of double-wall carbon nanotubes. *Solid State Communications*, 2003, vol. 126, no. 6, s. 359–362.
- [13] ČERVINKA, O. DĚDEK, V. FERLES, M. *Organická chemie*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1969. 1070 s. Typové číslo L16-C3-IV-51/67639/III.
- [14] DRESSELHAUS, M. S. DRESSELHAUS. et al., G. *Carbon Nanotubes: Synthesi, Structure Porperties and Applications*. 1. vyd. Berlin: Springer, 2001, 447 s. ISBN 978-3-540-41086-7.

- [15] DU, C. PAN, N. CVD growth of carbon nanotubes directly on nickel substrate. *Materials Letters*, 2005, vol. 59, no. 13, s. 1678–1682.
- [16] EBBESEN, Thomas W. *Carbon nanotubes: preparation and properties*. 1. vyd. London: CRC Press, 1996. 304s. ISBN 978-0-849-39602-1.
- [17] ESCONJAUREGUI, S. WHELAN, C. M. MAEX, K. The reasons why metals catalyze the nucleation and growth of carbon nanotubes and other carbon nanomorphologies. *Carbon*, 2009, vol. 47, no. 3, s. 659–669.
- [18] FAHLMAN, B. D. Chemical Vapor Deposition of Carbon Nanotubes. *Journal of Chemical Education*, 2002, vol. 79, no. 2, s. 203–206.
- [19] FIORITO, SILVANA. *Carbon nanotubes: Angels or Demons?* 1. vyd. Singapore: Pan Stanford Publishing, 2008. 147 s. ISBN 978-9-814-24101-4.
- [20] GAO, F. ZHANG, L. YANG, Y. HUANG, S. Quality of horizontally aligned single-walled carbon nanotubes: Is methane as carbon source better than ethanol? *Applied Surface Science*, 2010, vol. 256, no. 11, s. 3357–3360.
- [21] GAO, L. PENG, A. WANG, Z. Y. ET AL. Growth of aligned carbon nanotube arrays on metallic substrate and its application to supercapacitors. *Solid State Communications*, 2008, vol. 146, no. 9–10, s. 380–383.
- [22] GAO, L. Z. KIWI-MINSKER, L. RENKEN, A. Growth of carbon nanotubes and microfibers over stainless steel mesh by cracking of methane. *Surface & Coatings Technology*, 2008, vol. 202, no. 13, s. 3029–3042.
- [23] GENG, J. SINGH, C. SHEPHARD, D. S. et al. Synthesis of high purity single-walled carbon nanotubes in high yield. *Chem. Commun*, 2002, no. 22, s. 2666–2667.
- [24] GLENN, MICHAELROY. *Activated Carbon Applications in the Food and Pharmaceutical Industries*, 1. vyd. New York: CRC Press, 1994. 193 s. ISBN 978-1-566-76198-7.
- [25] GRÉGR, J. *Moderní pohled na formy a modifikace uhlíku* [online]. Publikováno 25.10.2004 [cit. 2010-02-20]. Dostupné z: <http://centrum.tul.cz/centrum/centrum/3Aplikace/3.2_publicace/%5B3.2.51%5D.pdf>.
- [26] GULINO, G. VIEIRA, R. AMADEU, J. et al. C₂H₆ as an active carbon source for a large scale synthesis of carbon nanotubes by chemical vapour deposition. *Applied Catalysis A, General*, 2005, vol. 279, no. 1–2, s. 89–97.
- [27] HARLOW, George E. *The Nature of Diamonds*, 1. vyd. New York: Comabridge University Press, 1997. 288 s. ISBN 978-0-521-62935-5.
- [28] HOMMA, Y. KOBAYASHI, Y. OGINO, T. ET AL. Role of Transition Metal Catalysts in Single-Walled Carbon Nanotube Growth in Chemical Vapor Deposition. *J. Phys. Chem. B*, 2003, vol. 107, no. 44, s. 12161–12164.

- [29] HU, J. JO, S. REN, Z. VOEVODIN, A. ZABINSKI, J. Tribological behavior and graphitization of carbon nanotubes grown on 440C stainless steel. *Tribol Lett*, 2005, vol. 19, no. 2, s. 119–125.
- [30] HU, J. L. YANG, C. C. HUANG, J. H. Vertically-aligned carbon nanotubes prepared by water-assisted chemical vapor deposition. *Diamond & Related Materials*, 2008, vol. 17, no. 12, s. 2084–2088.
- [31] HUANG, J. KIM, D. H. SEELABOYINA, R. et al. Catalysts effect on single-walled carbon nanotube branching. *Diamond & Related Materials*, 2007, vol. 16, no. 8, s. 1524–1529.
- [32] CHARINPANITKUL, T. SANO, N. PUENGJINDA, P. et al. Naphthalene as an alternative carbon source for pyrolytic synthesis of carbon nanostructures. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 2009. vol. 86, s. 386–390.
- [33] CHEN, C. M. DAI, Y. M. HUANG, J. G. JEHNG, J. M. Intermetallic catalyst for carbon nanotubes (CNTs) growth by thermal chemical vapor deposition method. *Carbon*, 2006, vol. 44, no. 9, s. 1808–1820.
- [34] CHEN, CHANGXIN, ZHANG, YAFEI. *Nanowelded Carbon Nanotubes*. 1. vyd. New York: Springer, 2008. 105 s. ISBN 978–3–642–01498–7.
- [35] JANG, J.W. et all. *Mechanical cutting of bamboo-shaped ulti Wales carbon nanotubes by an atomic force mickroscope tip* [online]. Publikováno 05.07.2006 [cit. 2010–03–01]. Dostupné z: <[http://cnnc.skku.ac.kr/upload/CJLee43\(SSC\).pdf](http://cnnc.skku.ac.kr/upload/CJLee43(SSC).pdf)>.
- [36] KANG, S. G. CHO, K. K. KIM, K. W. CHO, G. B. Catalytic growth of single- and double-walled carbon nanotubes from Fe–Mo nanoparticles supported on MgO. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, vol. 449, no. 1–2, s. 269–273.
- [37] KATO, T. JEONG, G. H. HIRATA, T. et al. Single-walled carbon nanotubes produced by plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Chemical Physics Letters*, 2003, vol. 381, no. 3–4, s. 422–426.
- [38] KIDENA, K. KAMIYAMA, Y. et al. A possibility of the production of carbon nanotubes from heavy hydrocarbons. *Fuel Processing Technology*, 2008, vol. 89, s. 449–454.
- [39] KOBAYASHI, I. et al. CVD growth of single-walled carbon nanotubes using size-controlled nanoparticle catalyst. *Thin Solid Films*, 2004, vol. 464–465, s. 286–289.
- [40] KONG, J. CASSELL, A. M. DAI, H. Chemical vapor deposition of methane for single-walled carbon nanotubes. *Chemical Physics Letters*. 1998, vol. 292, no. 4–6, s. 567–574.
- [41] KOŠTÁKOVÁ, Eva. *Výroba polymerních nanovláken* [online]. Publikováno 28.02.2008 [cit. 2010–02–20]. Dostupné z: <http://www.ft.tul.cz/depart/knt/nanotex/2.prednaska_final.pdf>.
- [42] KRATOCHVÍL, B. ŠVORČÍK, V. VOJTĚCH, D. *Úvod do studia materiálů*. 1. vyd. Praha: VŠCHT Praha. 2005. 190 s. ISBN 80–7080–568–4.

- [43] KUGLEROVÁ, Jindra. *Uhlík (6C)* [online]. Aktualizováno 14.02.2010 [cit. 2010-02-20]. Dostupné z: <http://chemie.gfxs.cz/index.php?pg=prvek&prvek_id=6>.
- [44] KUMAR Ch. S.S.R. HORMES, J. LEUSCHNER, C. *Nanofabrication Towards Biomedical Applications*. 1. vyd. Weinheim: WILEY-VCH Verlag, 2005. 395 s. ISBN 978-3-527-31115-6.
- [45] LI, H. SHI, C. DU, X. ET AL. The influences of synthesis temperature and Ni catalyst on the growth of carbon nanotubes by chemical vapor deposition. *Materials Letters*, 2008, vol. 62, no. 10-11, s. 1472-1475.
- [46] LI, Q. YAN, H. ZHANG, J. LIU, Z. Effect of hydrocarbons precursors on the formation of carbon nanotubes in chemical vapor deposition. *Carbon*, 2004, vol. 42, no. 4, s. 829-835.
- [47] LI, Y. S. VIROSE, A. Controlled synthesis of diamond and carbon nanotubes on Ni-base alloy. *Applied Surface Science*, 2008, vol. 255, no. 5P1, s. 2251-2255.
- [48] LIU, B. C. LYU, S. C, LEE T. J. et al. Synthesis of single- and double-walled carbon nanotubes by catalytic decomposition of methane. *Chemical Physics Letters*. 2003, vol. 373, no. 5-6, s. 475-479.
- [49] MAHANANDIA, P. ARYA, V.P. NANDA, K. K. VHLTLA, P. V. SUBRAMANYAM SV. Preparation temperature effect on the synthesis of various carbon nanostructures. *Materials Science & Engineering B*, 2009, vol. 164, no. 3, s. 140-150.
- [50] MARSH, HENRY. RODRIGUEZ-REINOSO, FRANCISCO. *Activated Carbon*, 1. vyd. London: Elsevier, 2006. 536 s. ISBN 978-0-080-44463-5.
- [51] MARTIN-GULLON, I. VERA, J. et al. Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor. *Carbon*, 2006, vol. 44, s. 1572-1580.
- [52] MARULANDA, J. M. *Current Transport Modeling of Carbon Nanotubes*. VDM Verlag Dr. Müller, 2009. 124 s. ISBN 978-3-639-11108-8.
- [53] MEYYAPPAN, M. *Carbon Nanotubes: Science and Applications*. 1. vyd. London: CRC Press, 2004. 304 s. ISBN 978-0-849-32111-5.
- [54] MOODLEY, P. LOOS, J. Niemantsverdriet, J. W. Thüne, P. C. Is there a correlation between catalyst particle size and CNT diameter? *Carbon*, 2009, vol. 47, no. 8, s. 2002-2013.
- [55] MORGAN, Peter. *Carbon Fibers and their Composites*. 1. vyd, London: CRC Press, 2005. 1200 s. ISBN 978-0-824-70983-9.
- [56] NASIBULIN, A. G. PIKHITSA, P. V. Juany, H. Kauppinen, E. I. Correlation between catalyst particle and single-walled carbon nanotube diameters. *Carbon*, 2005, vol. 43, no. 11, s. 2251-2257.

- [57] NDUNGU, P. GODONGWANA, Z. G. Petrik, L. F. et al. Synthesis of carbon nanostructured materials using LPG. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2008, vol. 116, no. 1–3, s. 593–600.
- [58] NERUSHEV, O. A. MORJAN, R. E. OSTROVSKII, D. I. et al. The temperature dependence of Fe-catalysed growth of carbon nanotubes on silicon substrates. *Physica B: Physics of Condensed Matter*, 2002, vol. 323, no. 1–4, s. 51–59.
- [59] NOZAKI, T. KARATSU, T. OHNISHI, K. OKAZAKI, K. A pressure-dependent selective growth of single-walled and multi-walled carbon nanotubes using plasma enhanced chemical vapor deposition. *Carbon*, 2010, vol. 48, no. 1, s. 232–238.
- [60] O'CONNELL, M. J. *Carbon Nanotubes: Properties and Applications*. 1. vyd. London: CRC Press, 2006. 360s. ISBN 978-0-849-32748-3.
- [61] ORTEGA-CERVANTEZ, G. RUEDA-MORALES, G. ORTIZ-LOPEZ, J. Catalytic CVD production of carbon nanotubes using ethanol. *Microelectronics Journal*, 2005, vol. 36, no. 3–6, s. 495–498.
- [62] PAL, S. K. KAR, S. PASTELKA, S. et al. Importance of Cr_2O_3 layer for growth of carbon nanotubes on superalloys. *Carbon*, 2010, vol. 48, no. 3, s. 844–853.
- [63] PARK, S. J. LEE, D. G. Development of CNT-metal-filters by direct growth of carbon nanotubes. *Current Applied Physics*, 2006, vol. 681, s. e182–e186.
- [64] PARK, S. J. LEE, D. G. Performance improvement of micron-sized fibrous metal filters by direct growth of carbon nanotubes. *Carbon*, 2006, vol. 44, no. 10, s. 1930–1935.
- [65] PIAO, L. LI, Y. CHEN, J. et al. Methane decomposition to carbon nanotubes and hydrogen on an alumina supported nickel aerogel catalyst. *Catalysis today*, 2002, vol. 74, no. 1–2, s. 145–155.
- [66] PIERSON, Hugh O. *Handbook of Carbon, Graphite, Diamond and Fullerenes*. 1. vyd. New York: William Andrew, 1993. 419 s. ISBN 978-0-815-51339-1.
- [67] QI, X. ZHONG, W. DENG, et al. Synthesis of helical carbon nanotubes, worm-like carbon nanotubes and nanocoils at 450 °C and their magnetic properties. *Carbon*, 2010, vol. 48, s. 365–376.
- [68] QIAN, W. LIU, T. WANG, Z. et al. Effect of adding nickel to iron-alumina catalysts on the morphology of as-grown carbon nanotubes. *Carbon*, 2003, vol. 41, no. 13, s. 2487–2493.
- [69] QIU, J. AN, Y. ZHAO, Z. LI, Y. ZHOU, Y. Catalytic synthesis of single-walled carbon nanotubes from coal gas by chemical vapor deposition method. *Fuel Processing Technology*, 2004, vol. 85, no. 8–10, s. 913–920.
- [70] RADOVIC, L. R. *Chemistry and Physics of Carbon: Volume 28*. 1 vyd. New York: Wiley-VCH, 2003. 288 s. ISBN 978-0-824-70987-7.

- [71] RADOVIC, Ljubisa R. *Chemistry and Physics of Carbon, Volume 29*. 1. vyd. New York: CRC Press, 2004, 448 s. ISBN 978-0-824-74088-7.
- [72] SERVICE, Robert F. *Carbon Foam Reveals a Fleeting Magnetic Personality*. Science, April 2004, vol. 304, s. 42.
- [73] SETTON, R. BERNIER, P. LEFRANG S. *Carbon molecules and Materials*. 1. vyd. New York: Talor & Francis, 2002. 512 s. ISBN 978-0-415-28442-4.
- [74] SHAJAHAN, M. MO, Y. H. et al. High growth of SWNTs and MWNTs from C₂H₂ decomposition over Co-Mo/MgO catalysts. *Carbon*, 2004, vol. 42, no. 11, s. 2245–2253.
- [75] SHULZ, M. J. SHANOV, V. N. et all. *Nanomedicine Design of Particles, Senzore, Motors, Implants, Robots, and Device*. 1. vyd. London: Artech House Publisher, 2009. 511 s. ISBN 978-1-596-93279-1.
- [76] SCHAPER, A. K. HOU, H. GREINER, A. PHILLIPP, F. The role of iron carbide in multiwalled carbon nanotube growth. *Journal of Catalysis*, 2004, vol. 222, no. 1, s. 250–254.
- [77] SCHEJBALOVÁ, H. STIBOR, I. *Úvod do studia organické a makromolekulární chemie*. 1. vyd. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2004. ISBN 80-7083-879-5.
- [78] SONG, J. WANG, L. FENG, S. et al. Growth of carbon nanotubes by the catalytic decomposition of methane over Fe-Mo/Al₂O₃ catalyst: effect of temperature on tube structure. *New Carbon Materials*, 2009, vol. 24, no. 4, s. 307–313.
- [79] STEED, J. W. ATWOOD, J. L. *Supramolecular Chemistry*. 2. vyd. London: John Wiley & Sons, 2009. 990 s. ISBN 978-0-470-51234-0.
- [80] Su, M. ZHENG, B. ET AL. A scalable CVD Metod for the synthesis of single-walled carbon nanotubes with high catalyst produktivity. *Chemical Physics Letters*, 2000, vol. 322, s. 321–326.
- [81] SURIANI, A.B. et al. Synthesi of vertically aligned carbon nanotubes using natural palm oil as carbon precursor. *Materials Letters*, 2009, vol. 63, s. 2704-2706.
- [82] TALAPATRA, S. KAR, S. PAL, S. K. et al. Direct growth of aligned carbon nanotubes on bulk metals: *Nature Nanotech*. 2006, vol. 1, no. 2, s. 112-116.
- [83] TETRÁDO, E. REDRADO, M. et al.. Carbon nanotube growth on cobalt-sprayed substrates by thermal CVD. *Materials Science & Engineering C*. 2006, vol. 26, no. 5–7F, s. 1185–1188.
- [84] TJONG, Sie Chin. *Carbon Nanotube Reinforced Composite*. 1. vyd. Weinheim: Wiley-VCH, 2009. 242 s. ISBN 978-3-527-40892-4.
- [85] TOMKOVÁ, B. *Textilní kompozity: Vlastnosti vyztužujících vláken II* [online]. Aktualizováno 18.11.2008 [cit. 2010-03-05]. Dostupné z: <www.ft.vslib.cz/depart/ktm/files/20091118/07_Prednaska.pdf>

- [86] VALLÉS, C. PÉREZ-MENDOZA, M. MASER, W. K. et al. Effects of partial and total methane flows on the yield and structural characteristics of MWCNTs produced by CVD. *Carbon*, 2009, vol. 47, no. 4, s. 998–1004.
- [87] VANDER WAL, R. L. HALL, L.J. Carbon nanotube synthesis upon stainless steel meshes. *Carbon*, 2003, vol. 41, no. 4, s. 659–672.
- [88] VERONESE, G. P. RIZZOLI, R. ANGELUCCI, R. et al. Effects of Ni catalyst–substrate interaction on carbon nanotubes growth by CVD. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 2007, vol. 37, no. 1–2, s. 21–25.
- [89] WALKER, Philips L. Jr. *Chemistry and Physics of Carbon, Volume 16*. 1. vyd. New York: CRC Press 1981. 316 s. ISBN 0–8247–6991–0.
- [90] WANG, R. XU, H. GUO, L. LIANG, J. Growth of single-walled carbon nanotubes on porous silicon. *Applied Surface Science*, 2006, vol. 252, no. 20, s. 7347–7351.
- [91] WANG, W. L. BAI, X. D. XU, Z. LIU, S. WANG, E. G. Low temperature growth of single-walled carbon nanotubes: Small diameters with narrow distribution. *Chemical Physics Letters*, 2006, vol. 419, no. 1–3, s. 81–85.
- [92] WASEL, W. KUWANA, K. SAITO, K. Chemical and thermal structures of a xylene-based CVD reactor to synthesize carbon nanotubes. *Chemical Physics Letters*, 2006, vol. 422, no. 4–6, s. 470–474.
- [93] WASER, R. *Nanotechnology: Volume 4 Information Technology II*. 1. vyd. Aachen: Wiley-VCH, 2008. 414 s. ISBN 978–3–527–31737–0.
- [94] WATTS, John D. *Some Additional Notes on Chapter 9* [online]. Publikováno 22.11.2007 [cit. 2010–02–20]. Dostupné z: <www.qtp.ufl.edu/~watts/chem141/AddCh9Notes.doc>.
- [95] WEISS, Z. SYMHA-MARTYNKOVA, G. SUSTAI, O. *Nanostruktura uhlikatých materiálů*. 1. vyd. Ostrava: Repronis, 2005, 138 s. ISBN 80–7329–083–9.
- [96] WIENECKE, M. et al. MWCNT coatings obtained by thermal CVD using ethanol decomposition. *Carbon*, 2006, vol. 44, s. 718–723.
- [97] WILLIAMS, J. D. *Nanoscience and Engineering* [online]. Aktualizováno 16.10.2009 [cit. 2010–03–05]. Dostupné z: <[http://www.ece.uah.edu/courses/material/EE710-Wms/Part II Carbon Nanotubes.pdf](http://www.ece.uah.edu/courses/material/EE710-Wms/Part%20II%20Carbon%20Nanotubes.pdf)>
- [98] WOLF, E. L. *Nanophysics and Nanotechnology: An Introduction to Modern Concepts in Nanoscience*, 1. vyd. New York: Wiley-VCH, 2004. 187 s. ISBN 978–3–527–40407–0.
- [99] WRIGHT, A. C. XIONG, et al. The influence of the substrate on the growth of carbon nanotubes from nickel clusters—an investigation using STM, FE-SEM, TEM and Raman spectroscopy. *Materials Science & Engineering C*, 2003, vol. 23, no. 1–2, s. 279–283.

- [100] YAN, H. LI, Q. ZHANG, J. LIU, Z. Possible tactics to improve the growth of single-walled carbon nanotubes by chemical vapor deposition. *Carbon*, 2002, vol. 40, no. 14, s. 2693–2698.
- [101] YAO, Y. FALK, L. K. L. MORJAN, R. E. NERUSHEV, O. A. CAMPBELL, E. E. B. Nucleation and aligned growth of multi-wall carbon nanotube films during thermal CVD. *Carbon*, 2007, vol. 45, no. 10, s. 2065–2071.
- [102] YI, W. YANG, Q. CVD growth and field electron emission of aligned carbon nanotubes on oxidized Inconel plates without addition of catalyst [online]. *Diamond and Related Materials*. 2010. cit. [21. 03. 2010] Dostupné z <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925963510000828>>.
- [103] YOON, Y. J. BAE, J. CH. et al. Nucleation and growth control of carbon nanotubes in CVD process. *Physica*. 2002, vol. B 323, s. 318–320.
- [104] YU, H. ZHANG, Q. ZHANG, Q. et al. Effect of the reaction atmosphere on the diameter of single-walled carbon nanotubes produced by chemical vapor deposition. *Carbon*, 2006, vol. 44, no. 9, s. 1706–1712.
- [105] ZHAN, S. TIAN, Y. CUI, Y. et al. Effect of process conditions on the synthesis of carbon nanotubes by catalytic decomposition of methane. *China Particuology*, 2007, vol. 5, no. 3, s. 213–219.
- [106] ZHANG, Q. LIU, J. SAGER, R. DAI, L. BAUR, J. Hierarchical composites of carbon nanotubes on carbon fiber: Influence of growth condition on fiber tensile properties. *Composites Science and Technology*, 2009, vol. 69, no. 5, s. 594–601.
- [107] ZHANG, Q. ZHAO, M. Q. HUANG, J. Q. NIE JQ. WEI F. Mass production of aligned carbon nanotube arrays by fluidized bed catalytic chemical vapor deposition. *Carbon*, 2009, vol. 48, s. 1196–1209.
- [108] ZHAO, N. HE, C. JUANY, Z. LI J. LI Y. Fabrication and growth mechanism of carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition. *Materials Letters*, 2006, vol. 60, no. 2, s. 159–163.
- [109] ZHOU, W. HAN, Z. WANG, J. et al. Copper Catalyzing Growth of Single-Walled Carbon Nanotubes on Substrates. *Nano Lett*, 2006, vol. 6, no. 12, s. 2987–2990.

Seznam příloh

PŘÍLOHA 1 – Vybrané mechanické a fyzikální vlastnosti uhlíkových a neuhlíkových materiálů

PŘÍLOHA 2 – Graf znázorňující rozložení teplot v peci

PŘÍLOHA 3 – EDS Heřmanického čediče

PŘÍLOHA 4 – Výsledky metalografického výbrusu u slitiny permalloy Fe:Ni 50:50

PŘÍLOHA 5 – Výsledky metalografického výbrusu u niklového plechu

PŘÍLOHA 6 – Výsledky EDS u slitiny permalloy Fe:Ni 50:50

PŘÍLOHA 7 – Výsledky EDS u niklového plechu

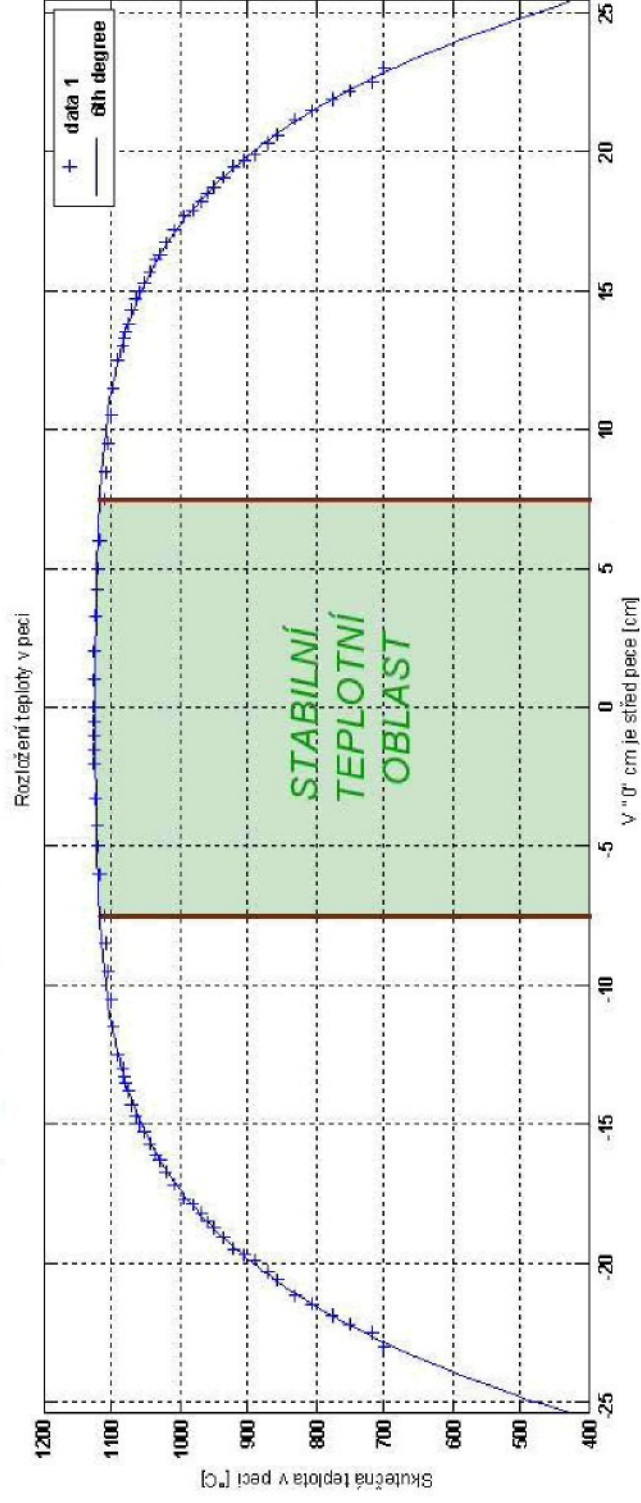
PŘÍLOHA 1 - Vybrané mechanické a fyzikální vlastnosti uhlíkových a neuhlíkových materiálů

	Grafit	Diamant	Uhlíkové vlákno	Fulleren	Uhlíková nanotrubiice	Stříbro	Měď	Skelný uhlík
Hustota [g.cm-3]	2,26	3,52	2,0 ⁽⁵⁾	1,72 ⁽³⁾	1,5 - 3,15	10,49	8,92	1,45
Pevnost v tahu [MPa]	100 - 420	60 000	1900 - 7000	neuvádí se	45 000 - 150 000	170	300	40 - 50
Teplotní vodivost [W/mK]	398 ⁽¹⁾ a 2,2 ⁽²⁾	2000-2100	1180 ⁽⁴⁾ 30 ⁽¹⁰⁾	neuvádí se	3 000	430	385	4 - 5
Elastický Modul [GPa]	20 - 40	1 050	230 - 960	440 ⁽³⁾	až 1 000	83	130	35 (young)
El. Vodivost, odpor [Ohm.cm]	polokov 50x10 ⁻⁶ ⁽¹⁾ a 1 ⁽²⁾	10 ¹⁴ - 10 ¹⁶	6x10 ⁻⁵⁽⁵⁾	neuvádí se	3 . 10 ⁻⁷ nebo polovodiče	1,63 . 10 ⁻⁶	1,8 . 10 ⁻⁶	10 - 50 . 10 ⁸

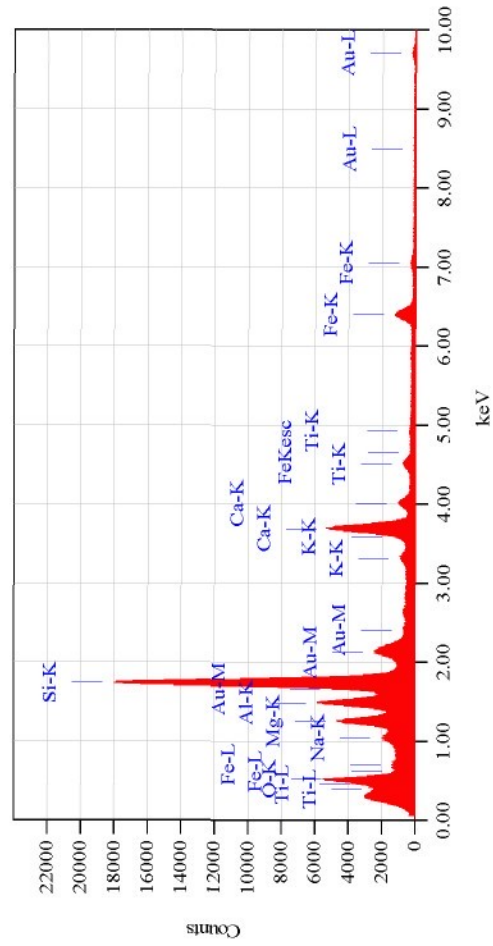
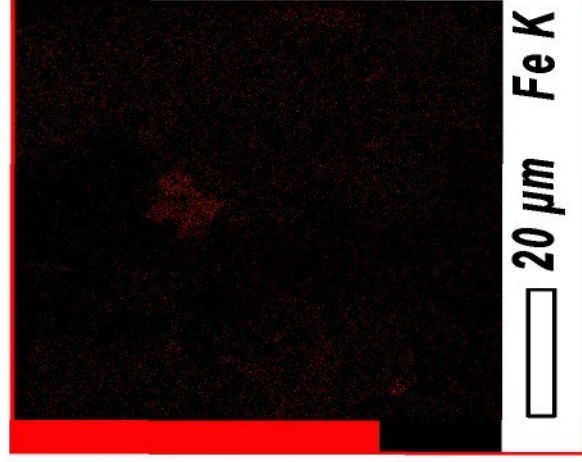
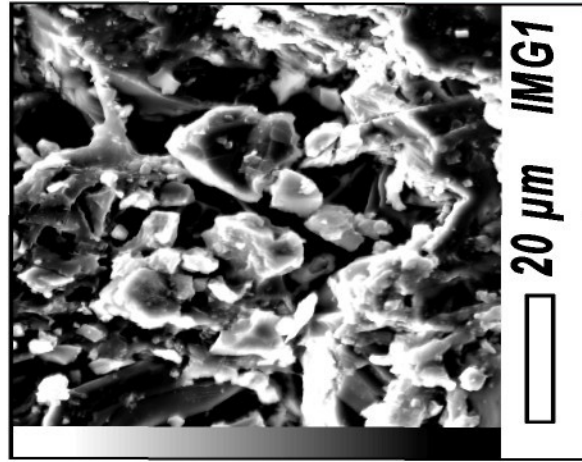
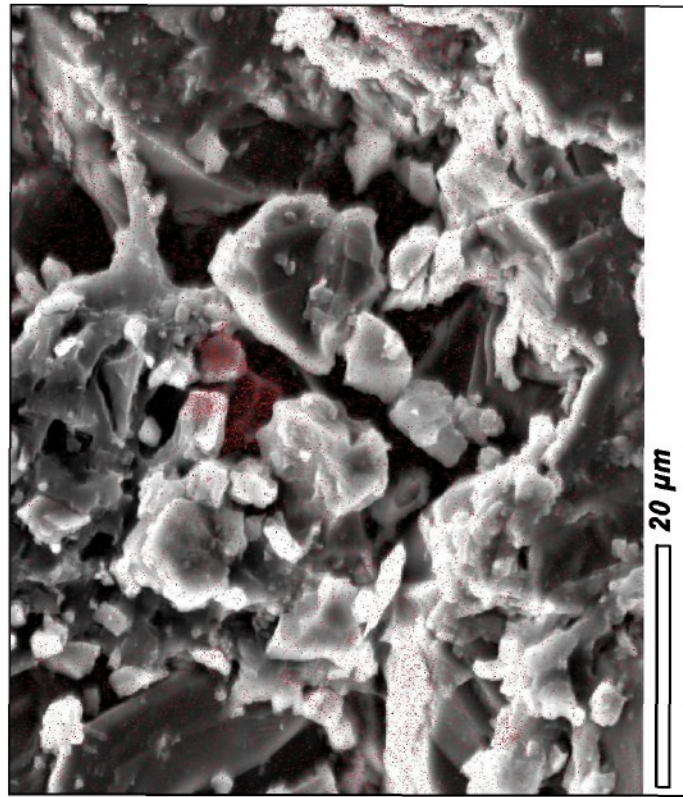
- (1) V rovině vrstev
(2) Kolmo k vrstvám
(5) Fulleren C60
(4) Grafitické vlákno ze smol
(5) VGCF vlákno ošetřené při 2650°C

PŘÍLOHA 2 – Graf znázorňující rozložení teplot v peci

Pozn.: Skutečná teplota se liší od teploty nastavené na regulátoru.
Ta byla nastavena při tomto měření na 1000°C!!



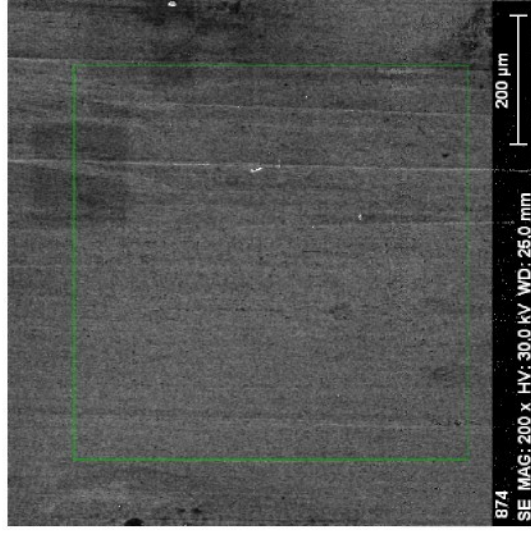
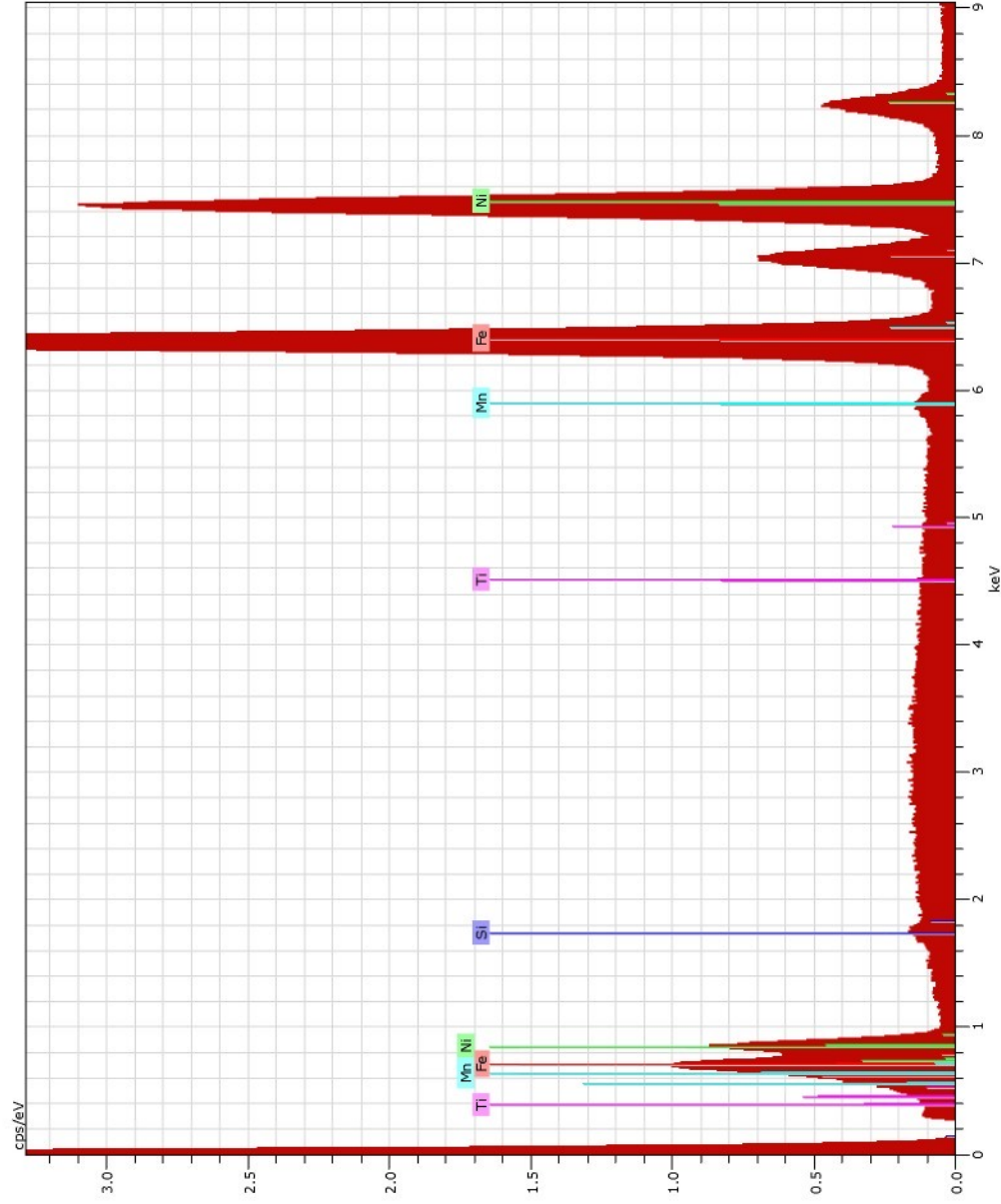
PŘÍLOHA 3 – EDS Heřmanického čediče



Date : 10/28/2009
Resolution : 1024 x 768
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 2,000
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

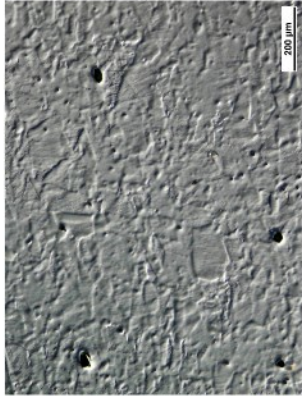
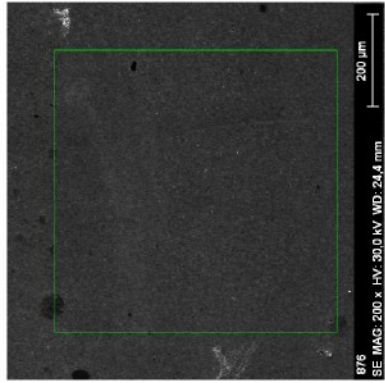
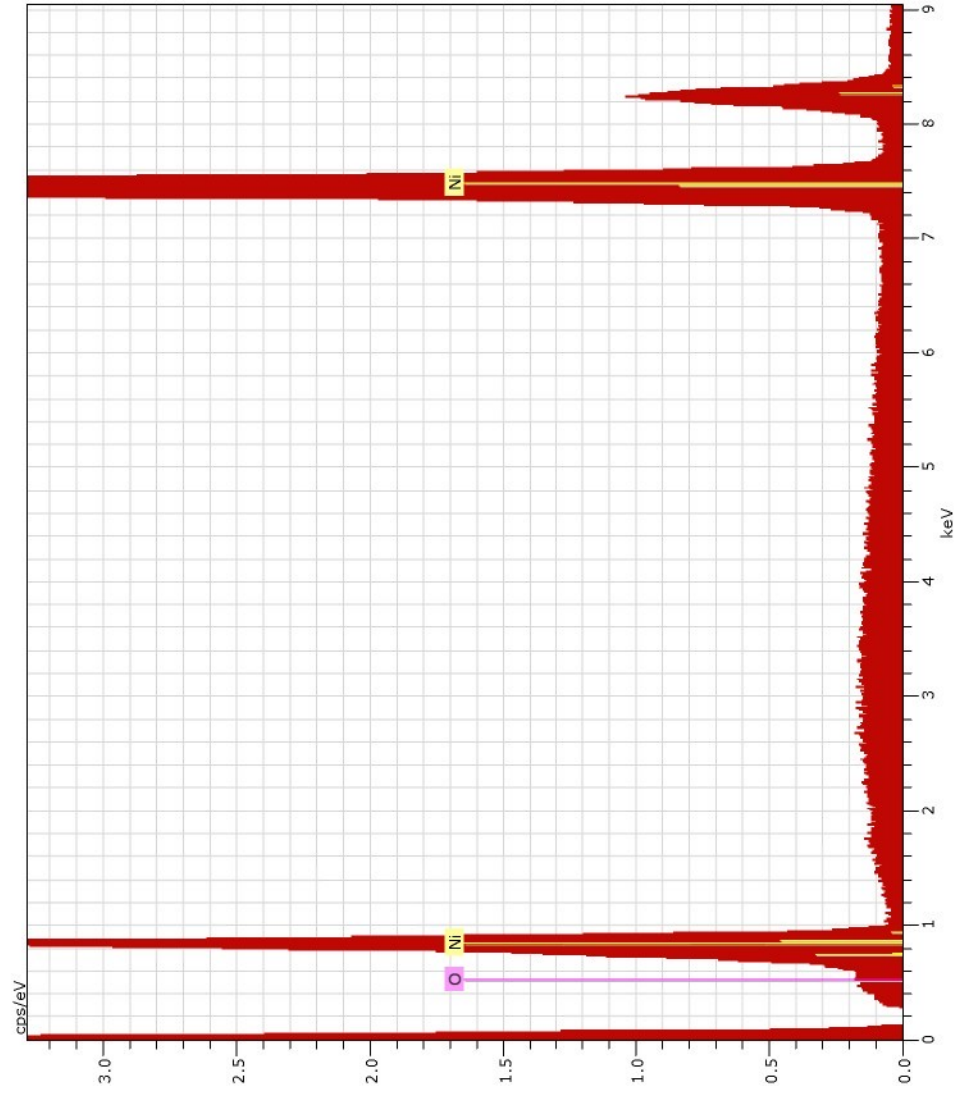
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current : 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.08 sec
Live Time : 376.92 sec
Dead Time : 4 %
Counting Rate : 2923 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

PŘÍLOHA 4 – Výsledky metalografického výbrusu u slitiny permalloy Fe:Ni 50:50



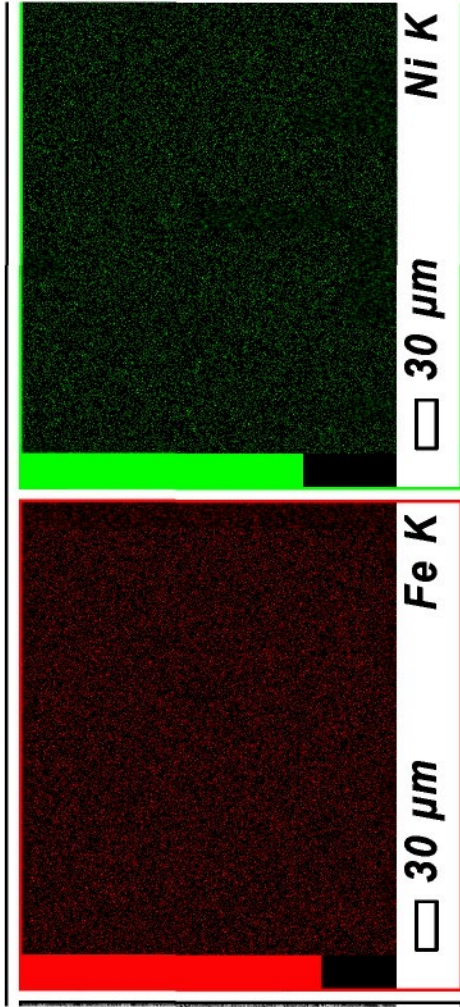
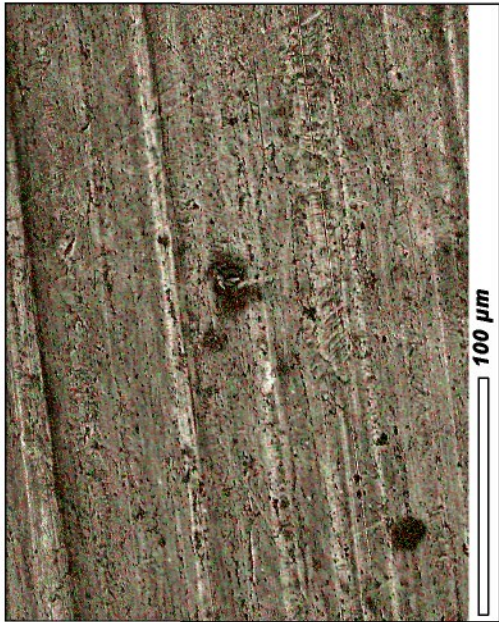
El	AN	Line	unn. C [mass %]	norm. C [mass %]	Atom. C [At. %]
Si	14	K-series	0,56	0,51	1,03
Ti	22	K-series	0,10	0,09	0,11
Mn	25	K-series	0,53	0,48	0,50
Fe	26	K-series	55,13	50,27	51,21
Ni	28	K-series	53,36	48,65	47,16

PŘÍLOHA 5 – Výsledky metalografického výbrusu u niklového plechu



El	AN	Line	unn. C [mass %]	norm. C [mass %]	Atom. C [At. %]
O	8	K-series	3,35	3,16	10,70
Ni	28	K-series	102,53	96,84	89,30
Total: 105,9 %					

PŘÍLOHA 6 – Výsledky EDS u slitiny permalloy Fe:Ni 50:50

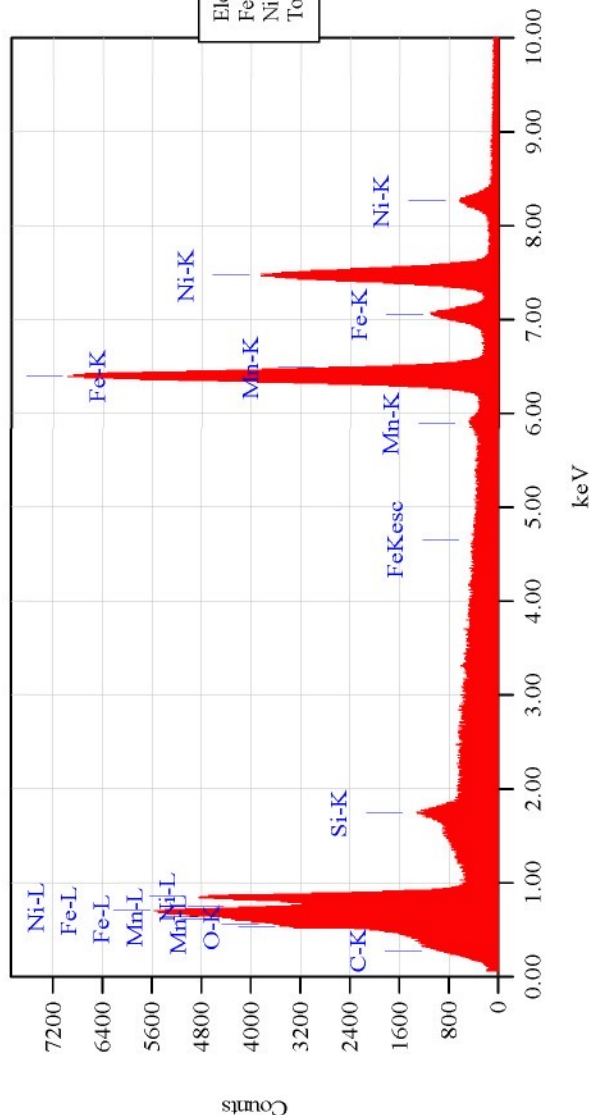


Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

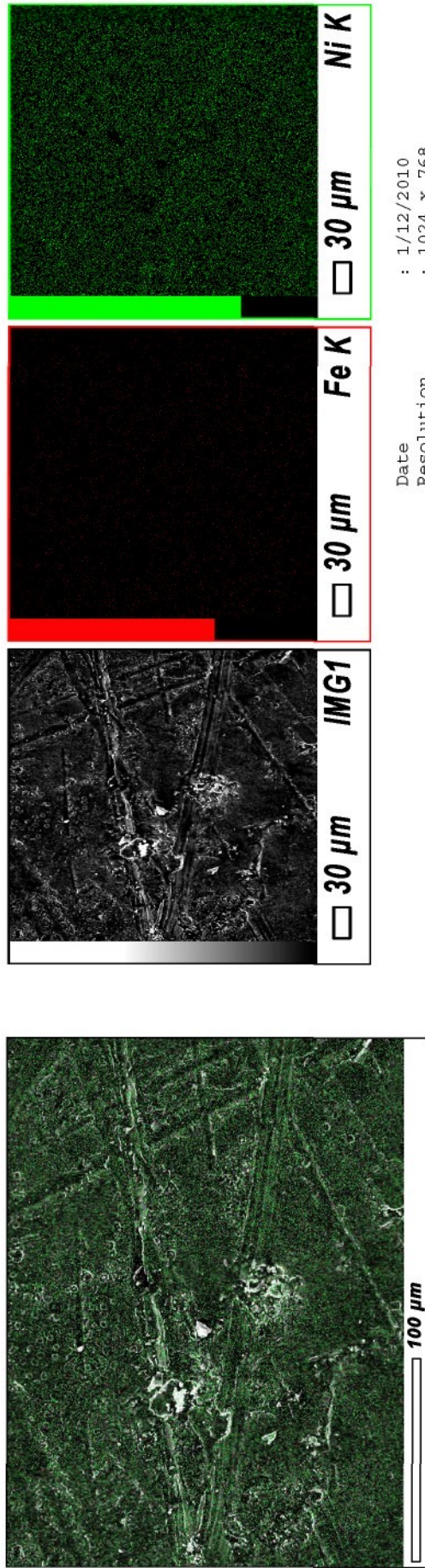
Instrument : 6380 (LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

Element	(keV)	mass%	error%	At%	Compound mass%	Cation K
Fe K	6.398	50.09	0.32	51.34	52.1009	
Ni K	7.471	49.91	0.60	48.66	47.8991	
Total		100.00		100.00		

Acquisition Parameter
Instrument : 6380 (LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.81 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2157 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



PŘÍLOHA 7 – Výsledky EDS u niklového plechu



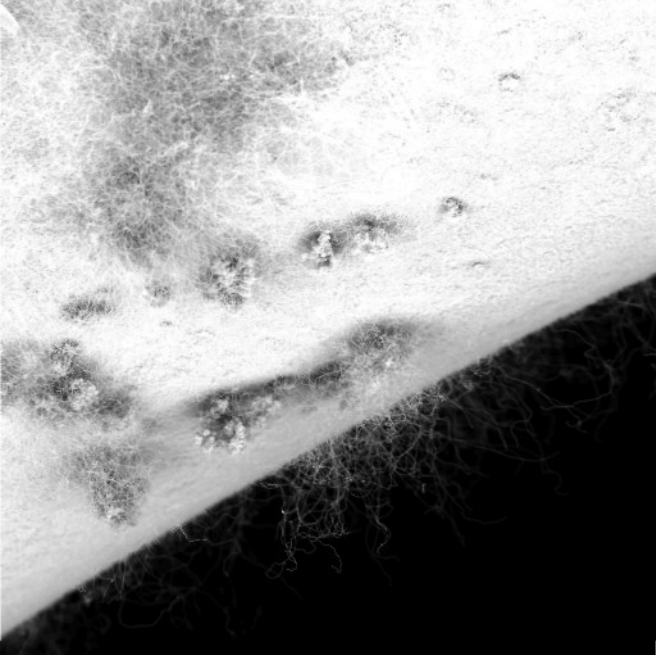
Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380 (LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compoundmass%	Cation K
Fe K	6.398	0.42	0.37	0.44	0.5138	
Ni K	7.471	99.58	0.79	99.56	99.4862	
Total		100.00		100.00		

Acquisition Parameter
Instrument : 6380 (LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.60 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2038 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



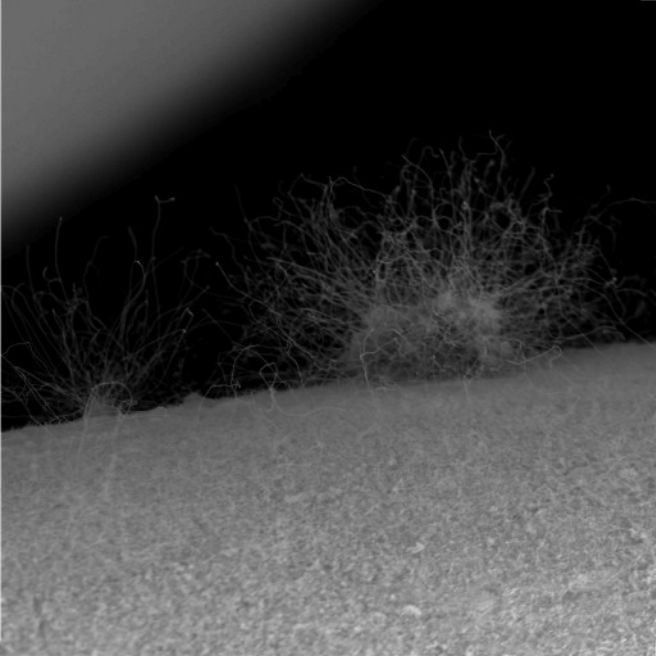


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

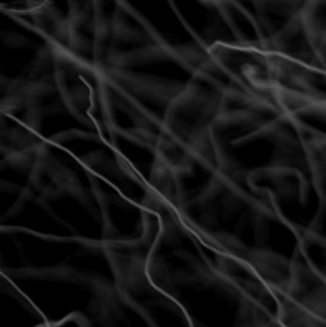


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

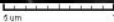
50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

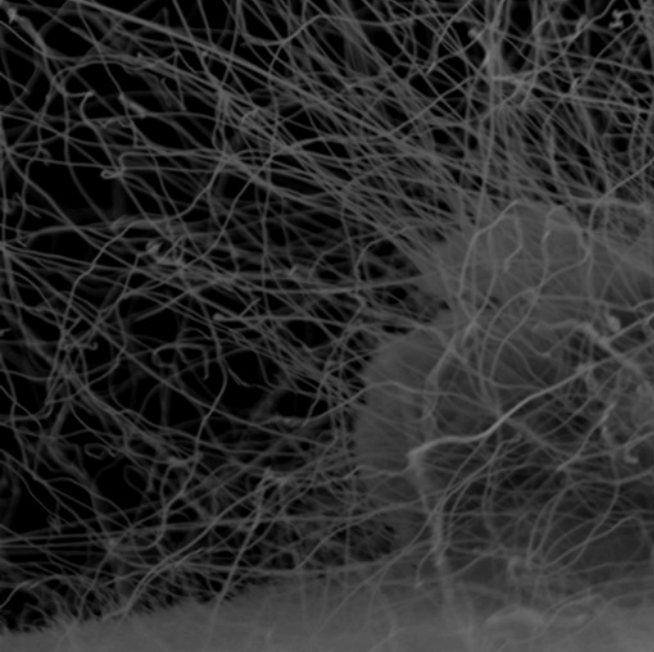


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

10 um

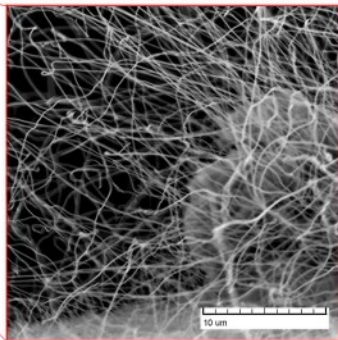
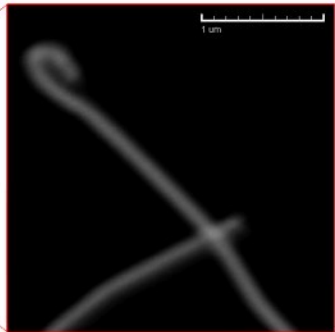
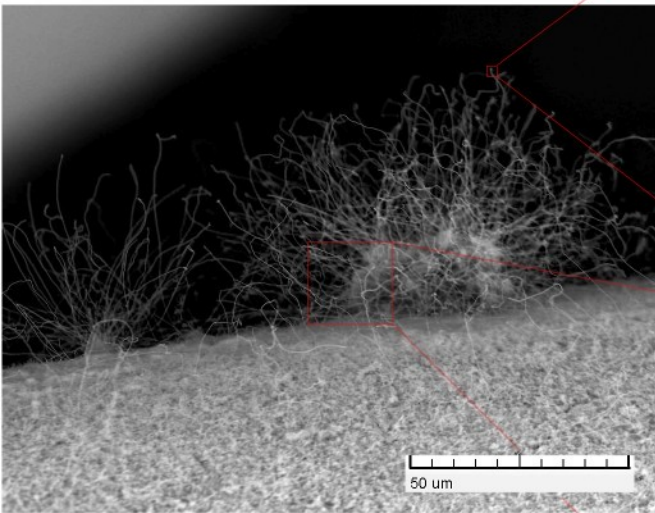
Vega ©Tescan
TU Liberec

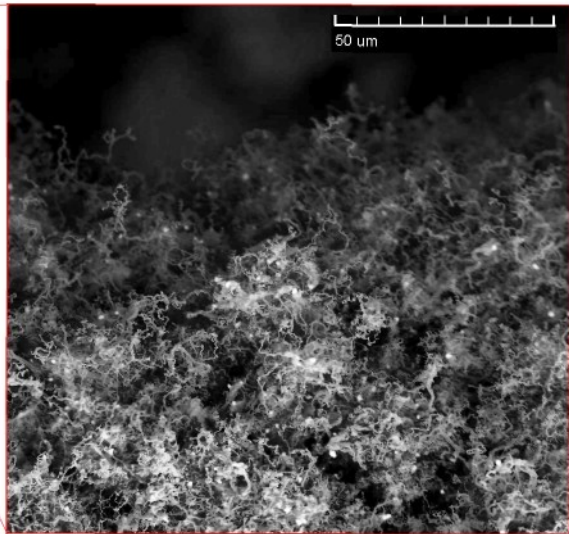
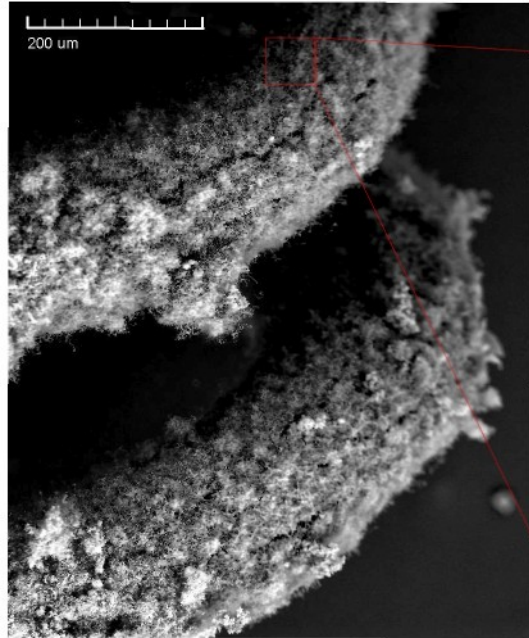
SEM MAG: 50.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

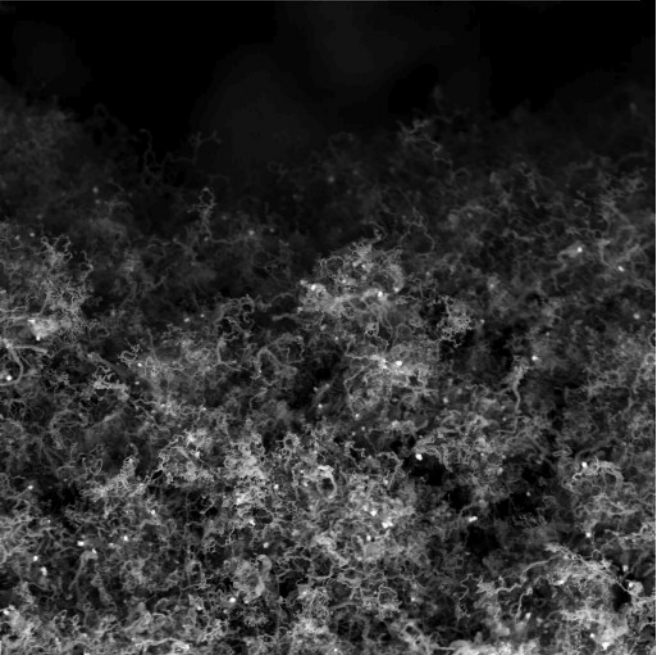
DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TSD130

1 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec



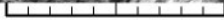




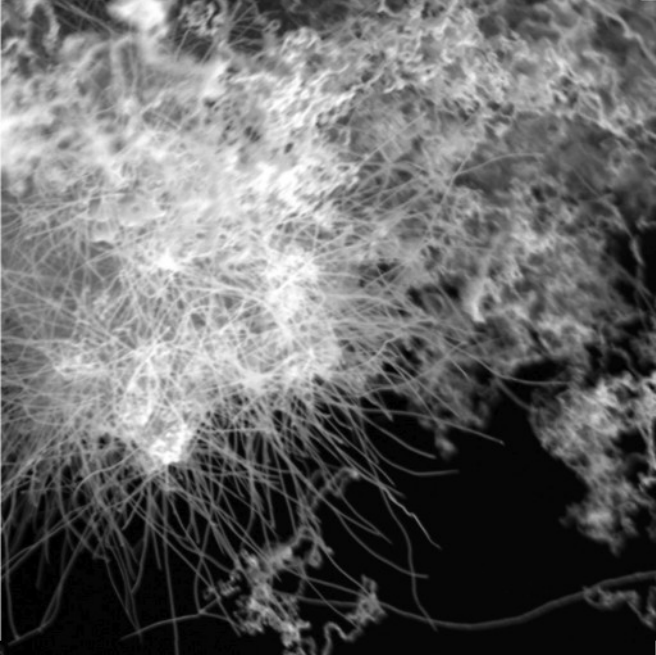
SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

50 um



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx

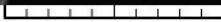
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 04/07/10

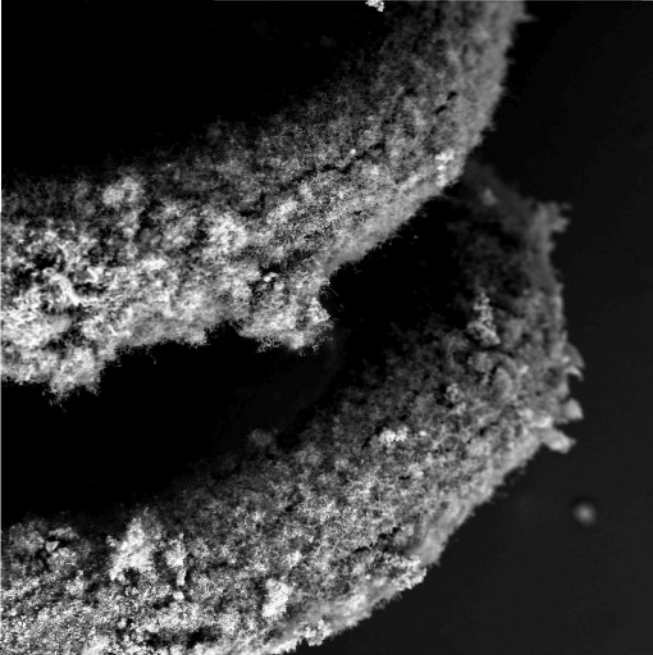
Device: TS5130



10 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 400 x

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 04/07/10

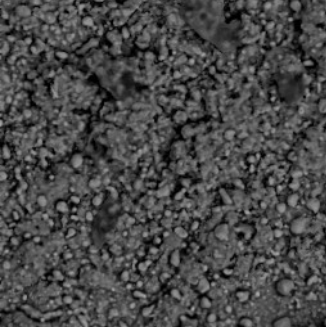
Device: TS5130



200 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

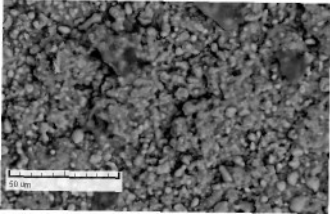


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

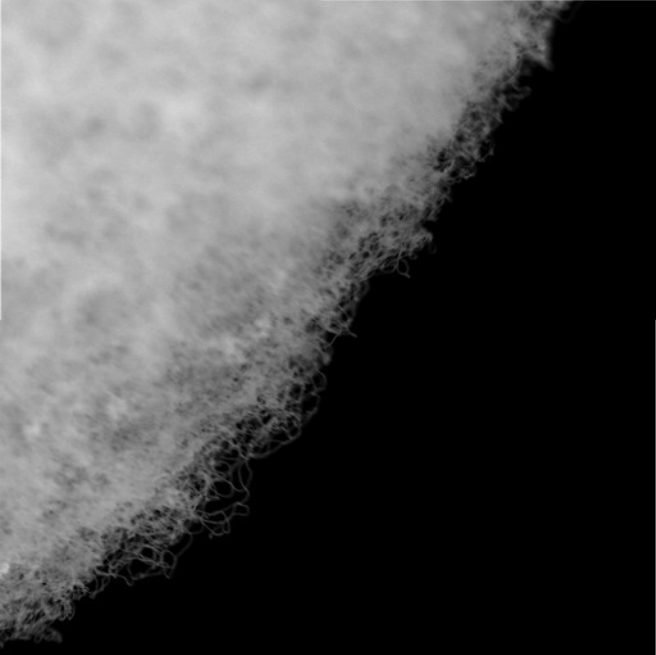
DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec





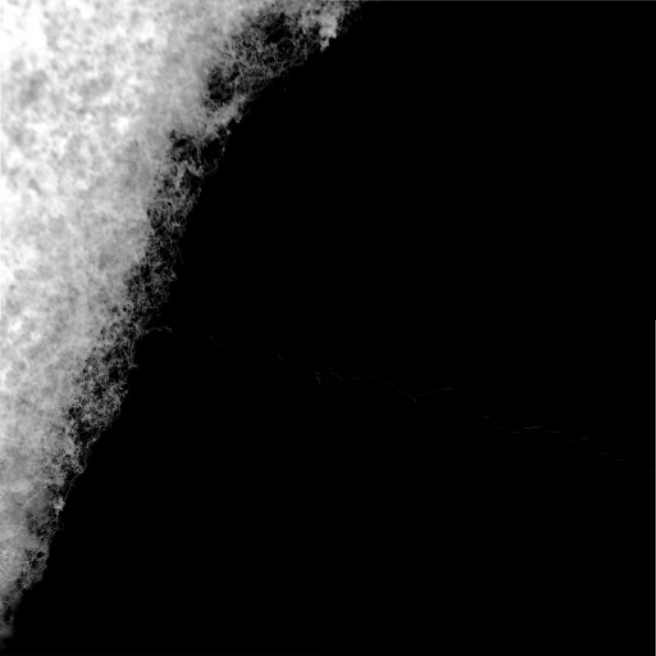


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

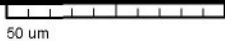
10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec

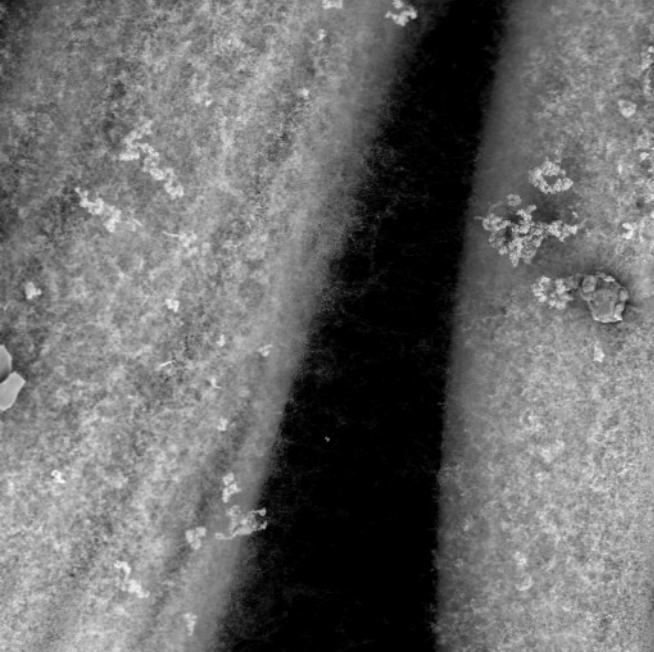


SEM MAG: 500 x
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

200 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

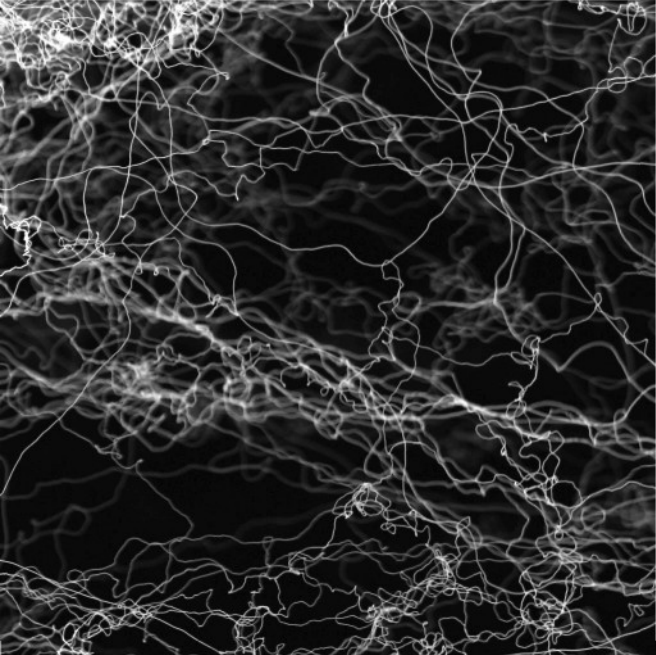


SEM MAG: 500 x
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS5130

200 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 04/07/10

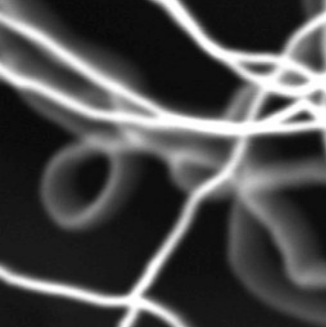
Device: TS5130



20 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

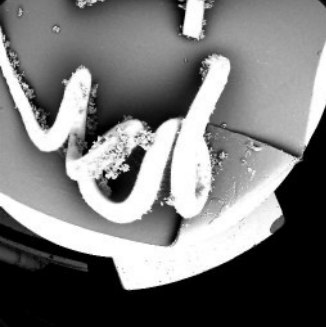


SEM MAG: 50.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TS0130

1 μ m

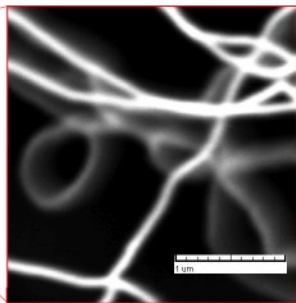
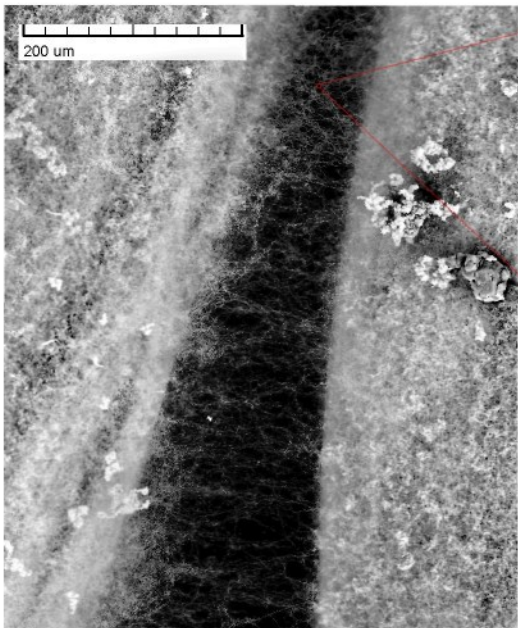
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 04/07/10
Device: TSD130

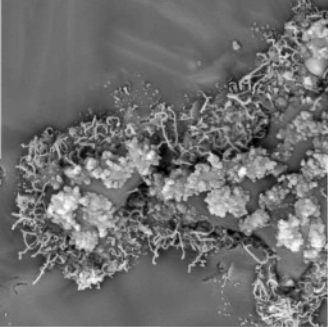
Vega ©Tescan
TU Liberec





10 μm



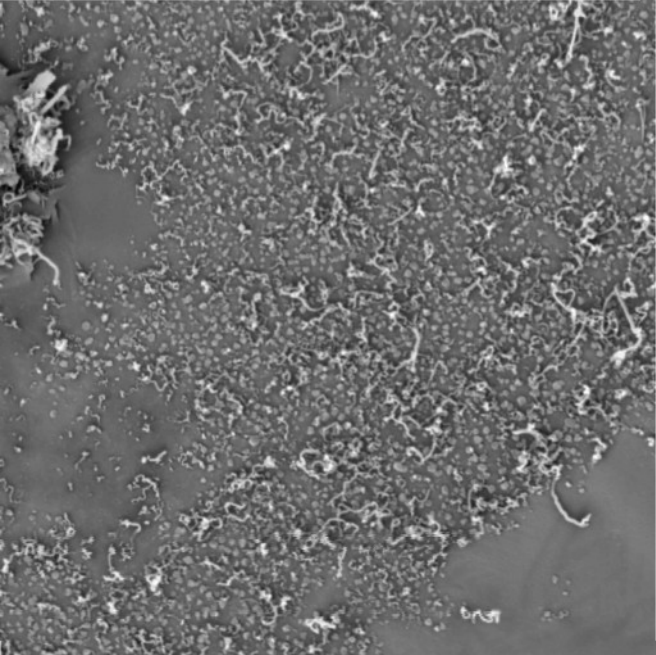


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec

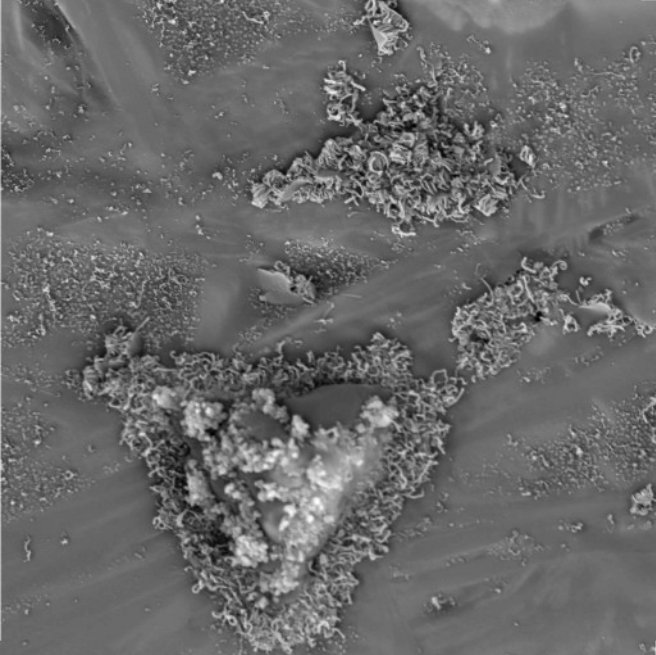


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx

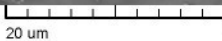
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/10/10

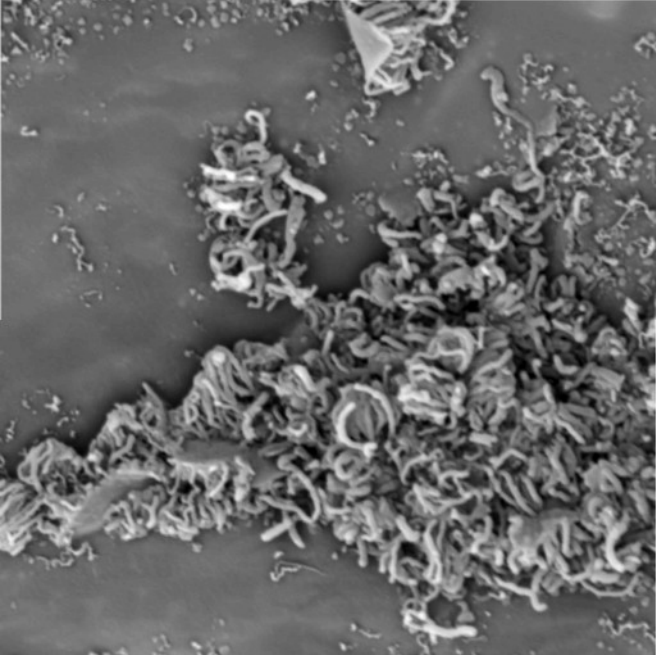
Device: TS5130



20 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 15.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

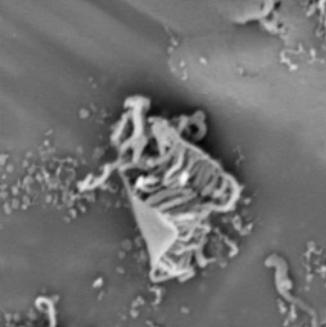
DATE: 03/10/10

Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

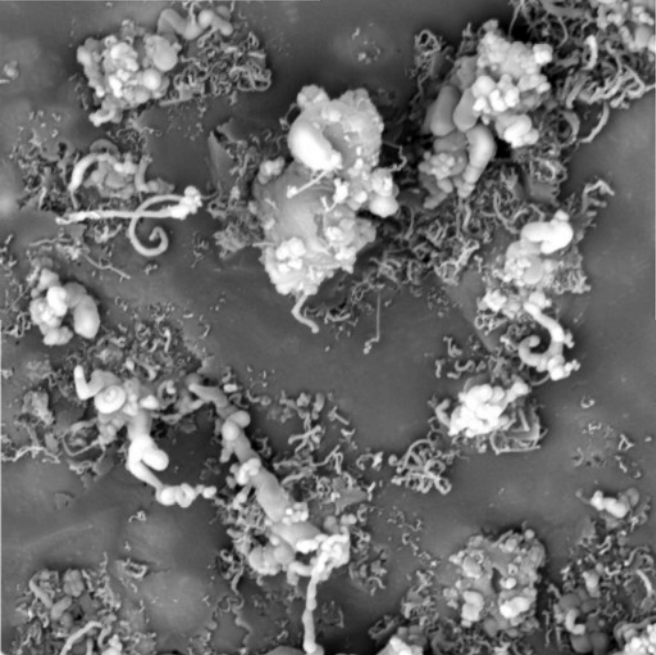


SEM MAG: 15.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

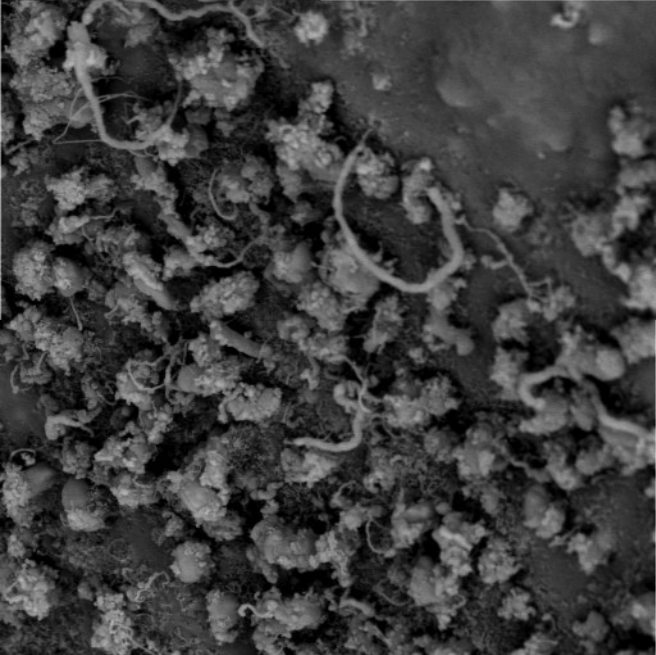


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

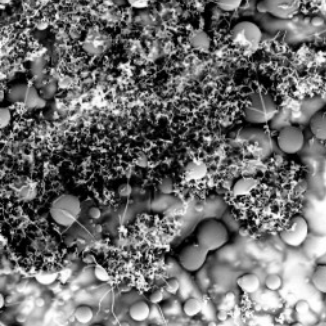


SEM MAG: 4.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

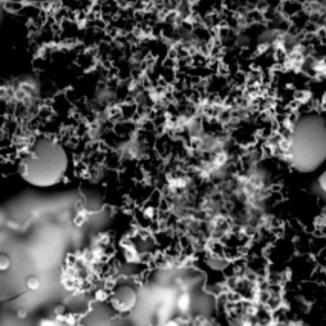


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVVac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TSC130



Vega ©Tescan
TU Liberec

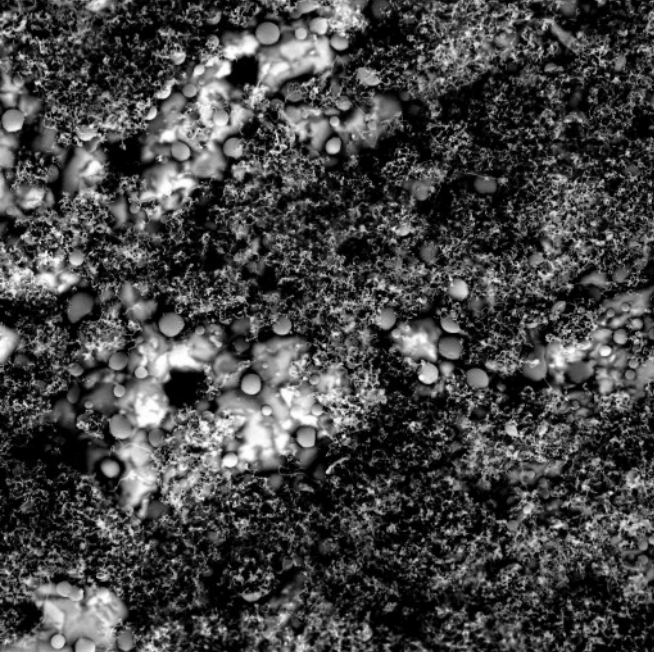


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

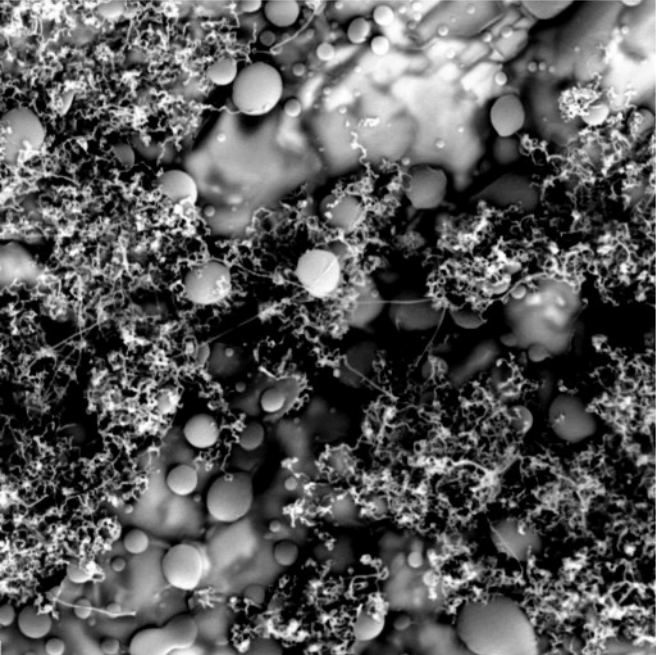


SEM MAG: 4.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec

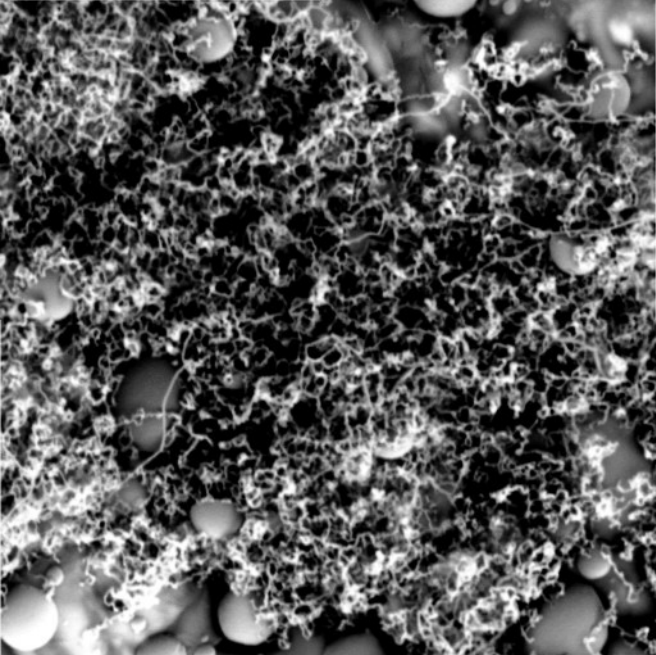


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/10/10
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 15.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

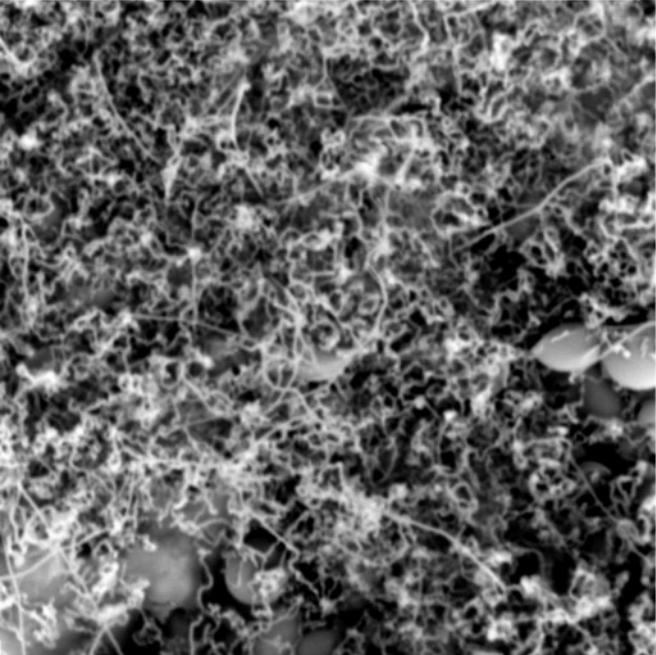
DATE: 03/10/10

Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 20.01 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/10/10

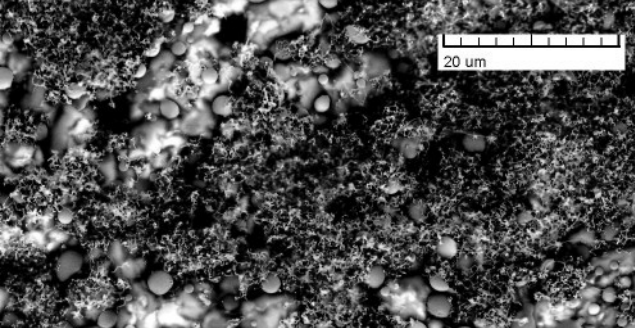
Device: TS5130

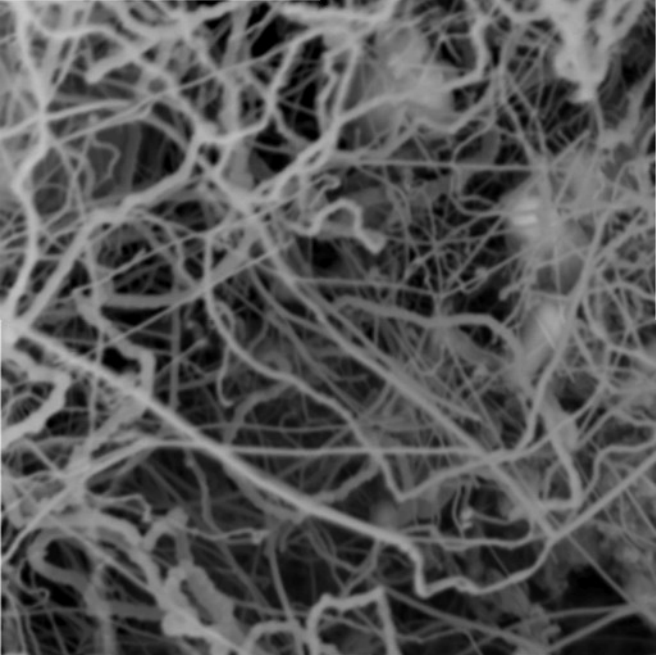


5 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



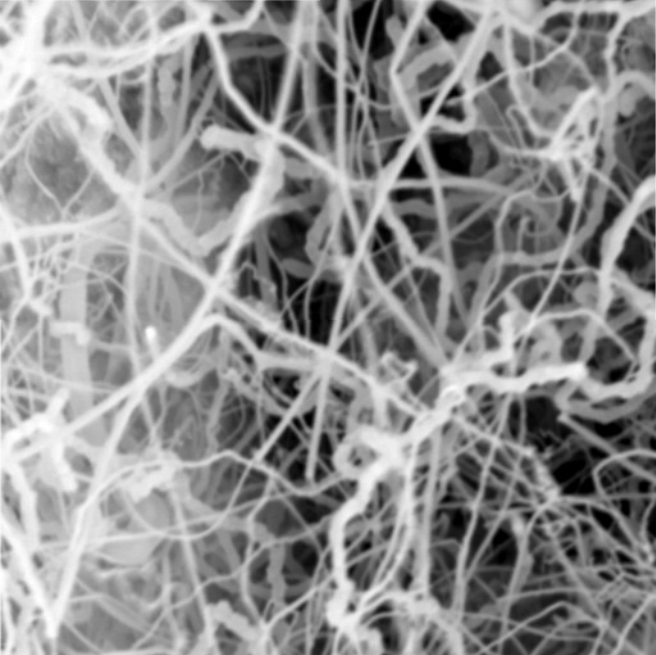


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

5 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

5 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

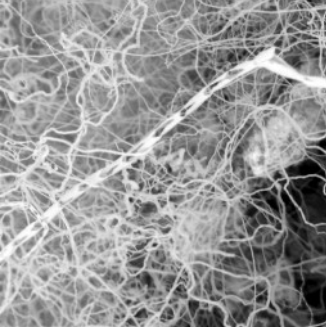


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

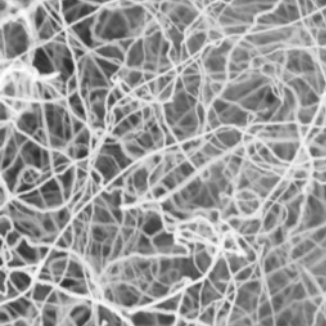


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

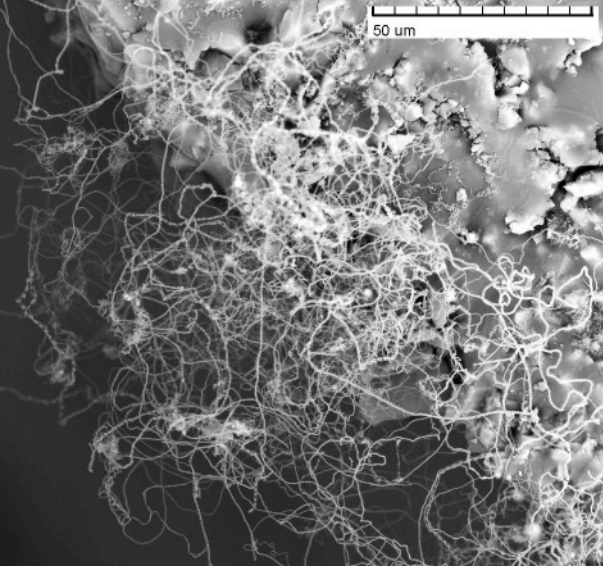


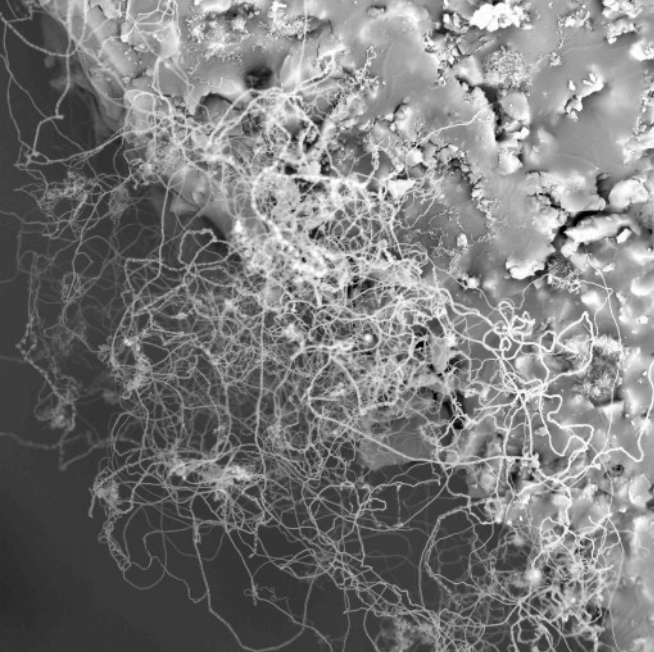
SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec



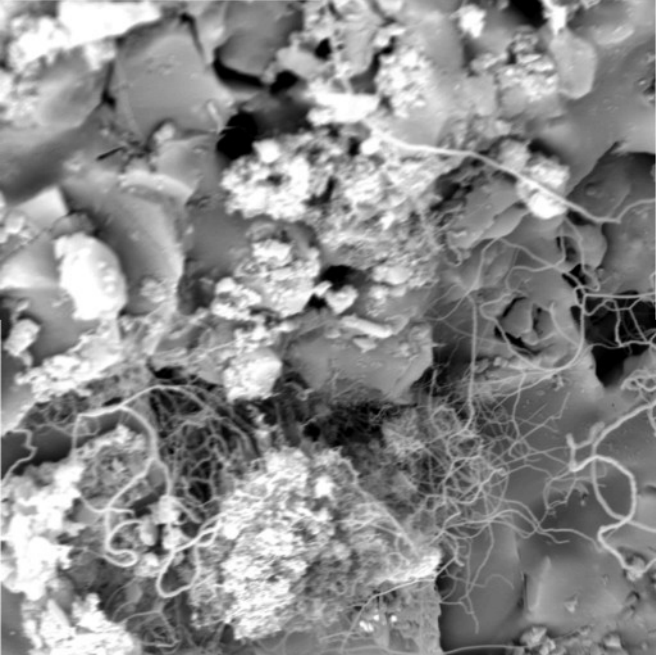


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

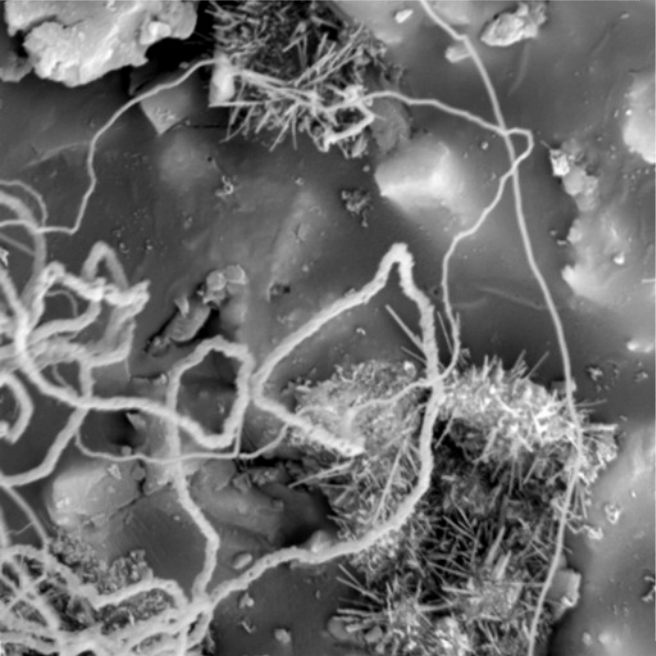


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



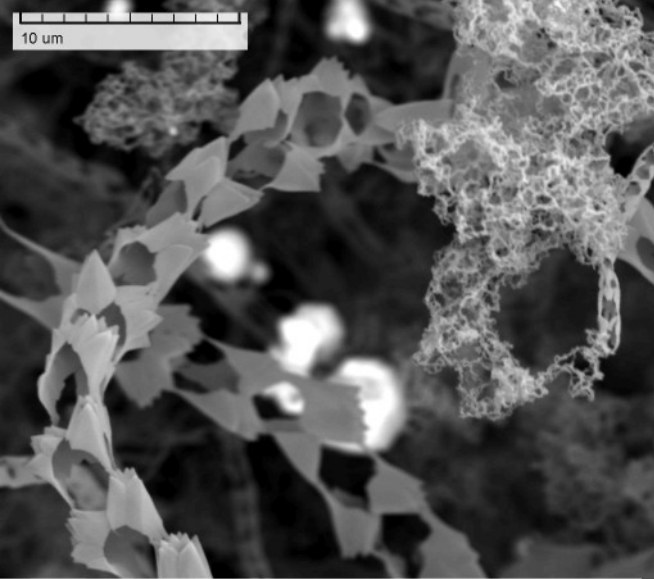
SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

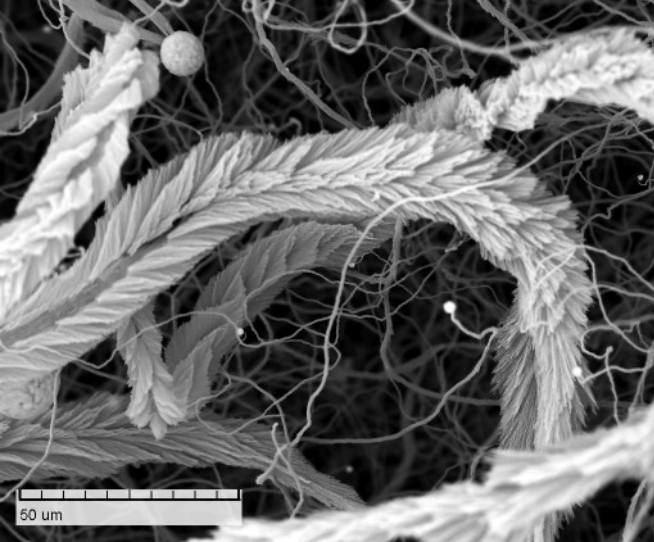
DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec







50 μm

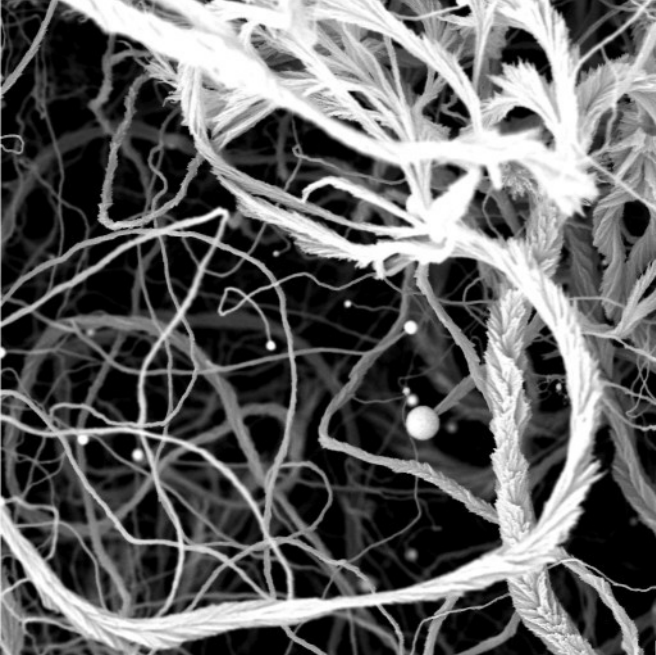




SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/1 6/09
Device: TSD130

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

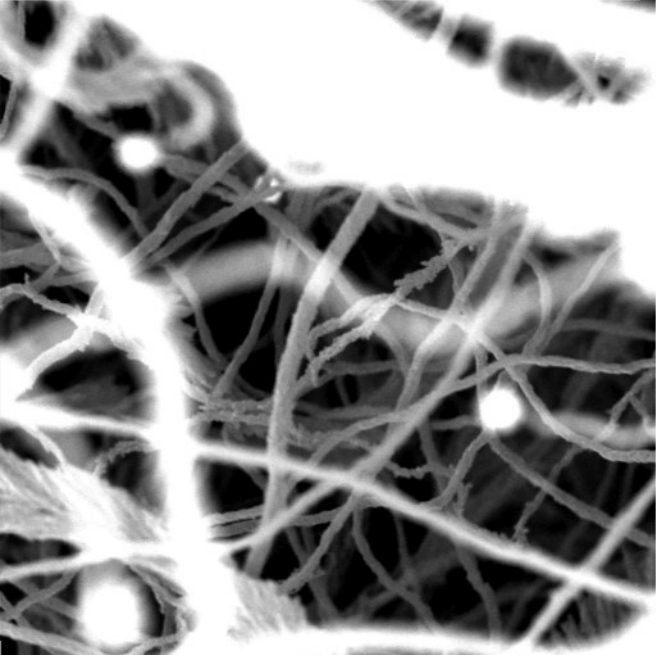


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

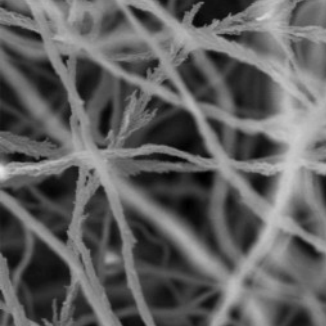


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

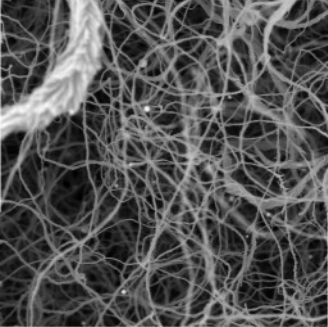


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

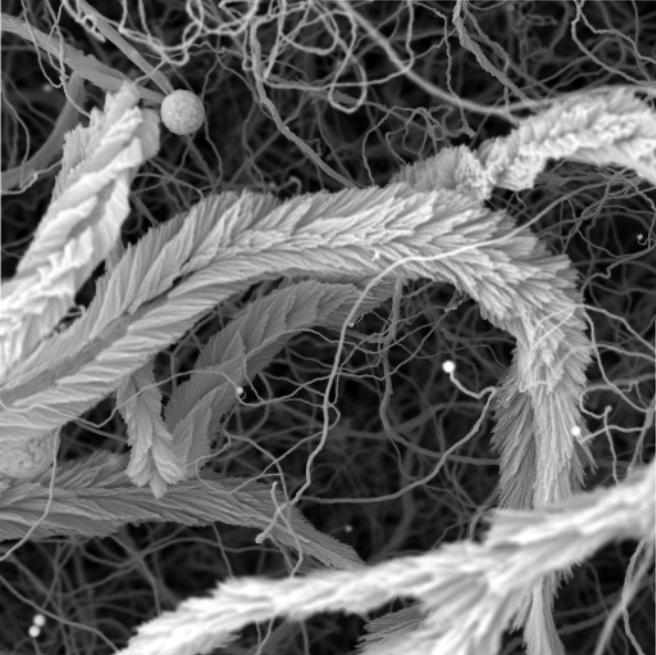


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAC

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega @Tascan
TU Librec



SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130



500 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

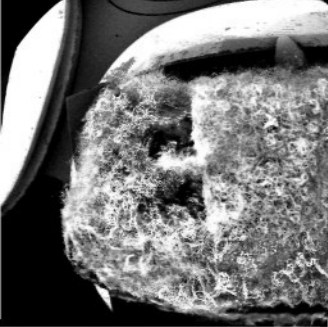


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130



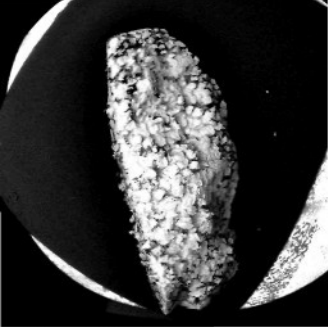
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

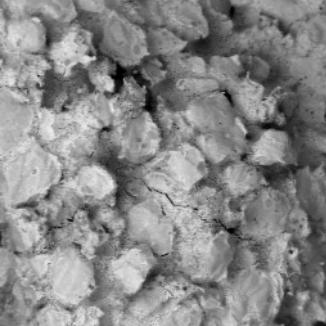
Vega @Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TB5130

Vega-STRON
TU LIBREC

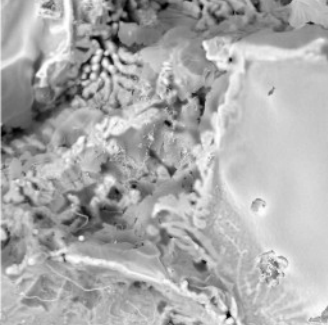


SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS0130

500 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

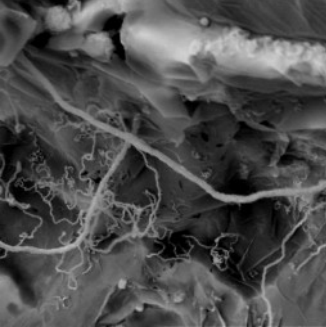


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: SE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega @Tescan
TU Liberec

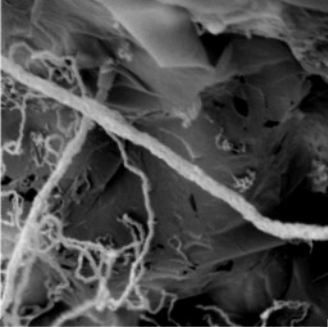


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

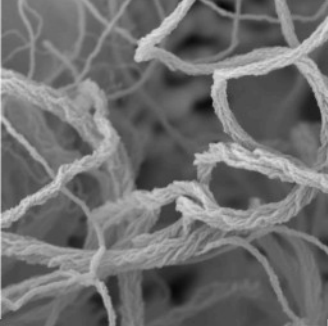


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

5 um

Vega @Tescan
TU Liberec

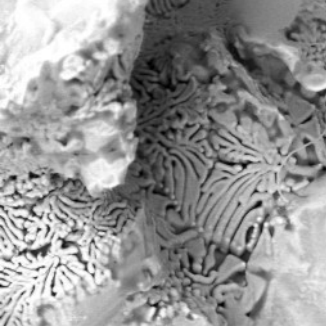


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec

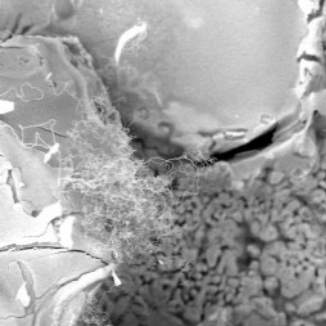


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

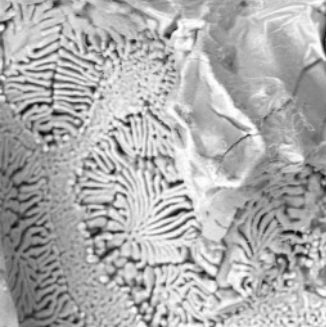


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE-TOPO
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

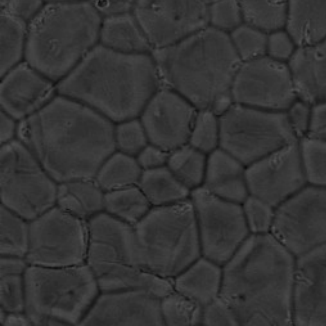


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

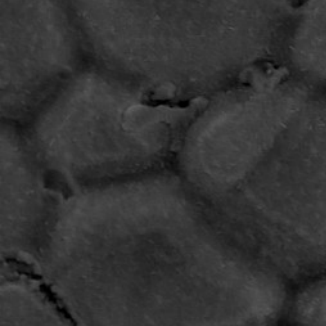


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

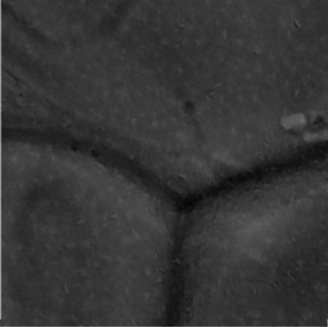


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

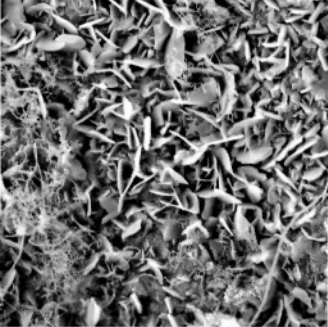


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec

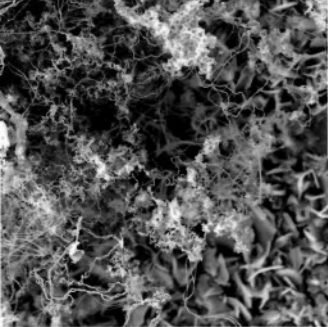


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 μm

Vega @Tescan
TU Liberec

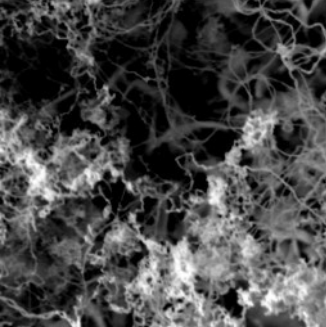


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TB5130

10 μm

Vega-3 TESCAN
TU LIBREC

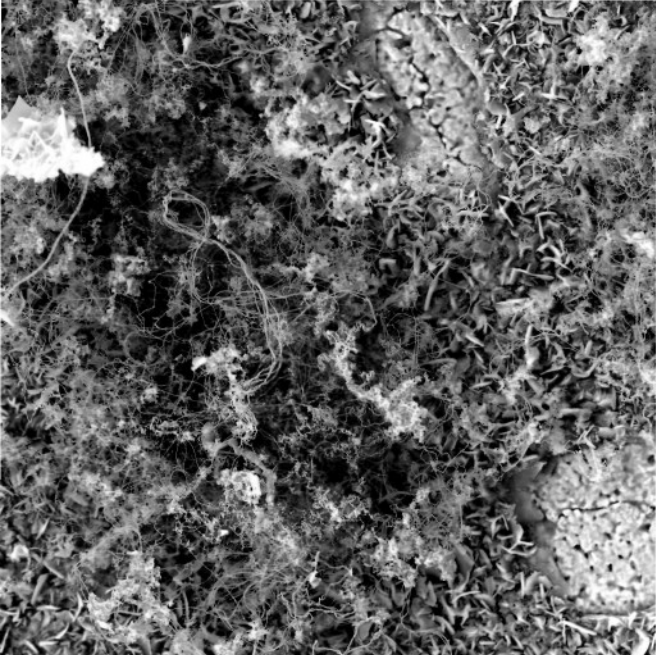


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

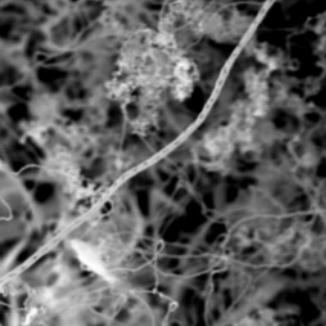


SEM MAG: 4.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

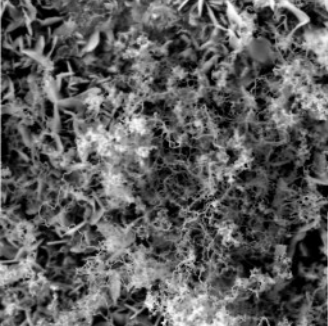


SEM MAG: 10.00 kv
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

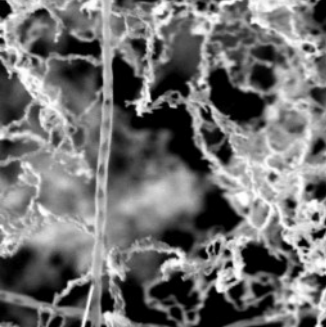


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 μm

Vega ETScan
TU LIBREC



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

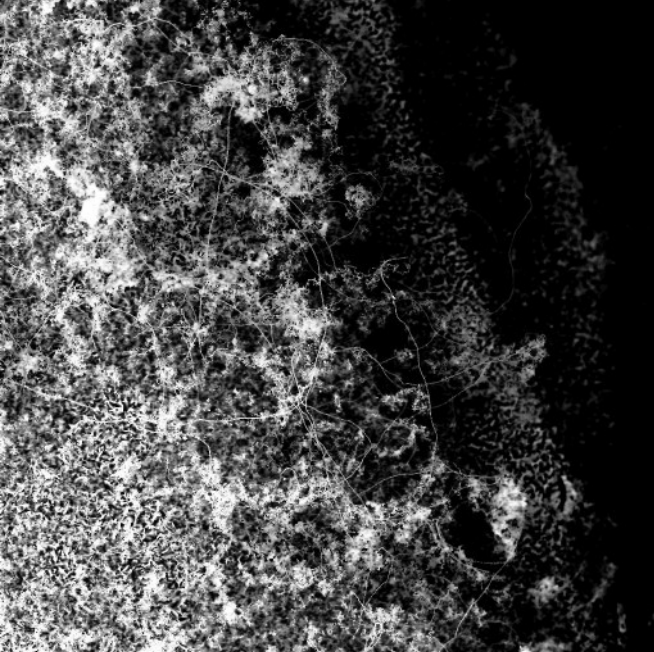


SEM MAG: 4.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

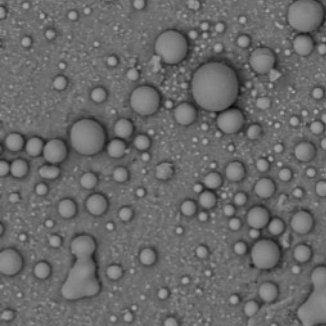


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

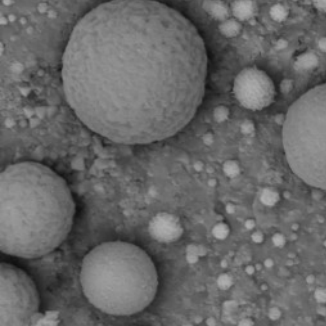


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

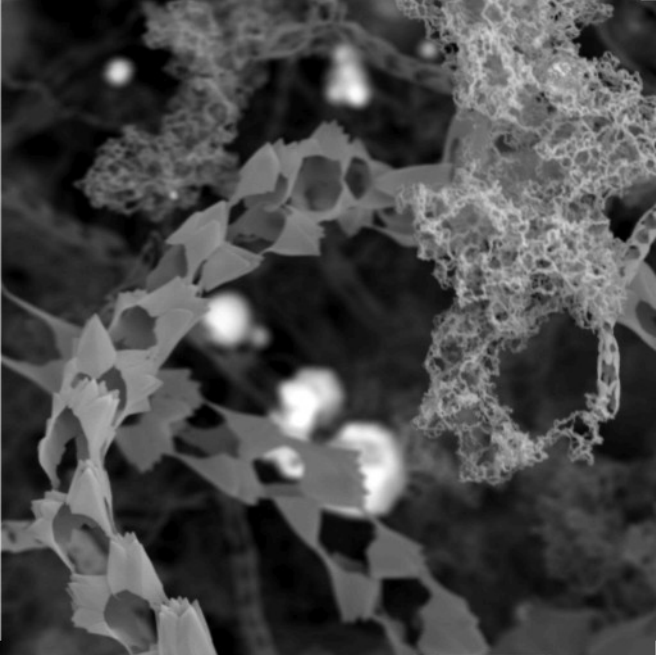


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

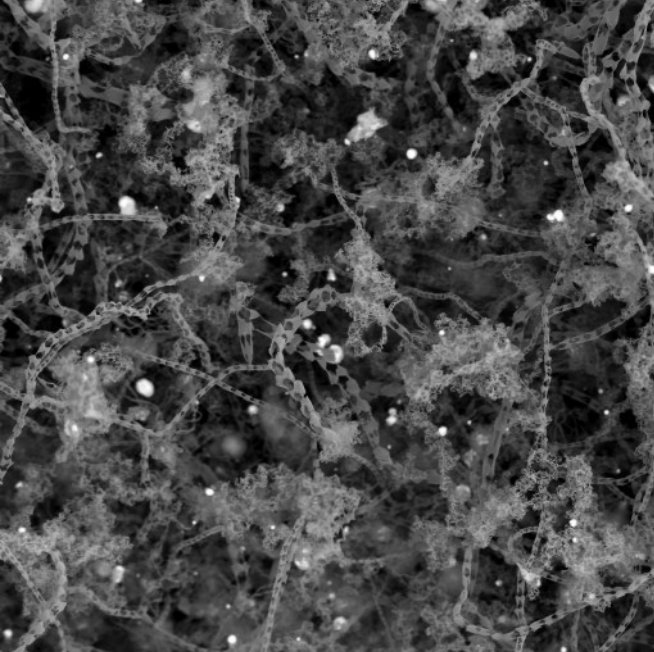


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

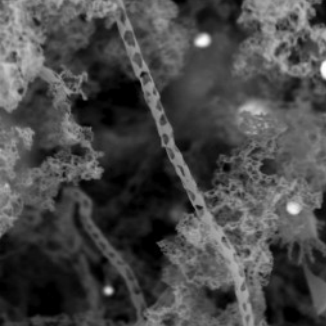


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

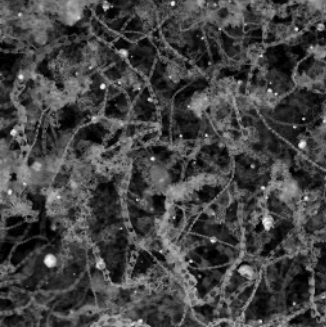


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

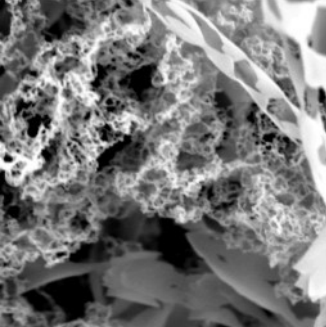


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSC130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

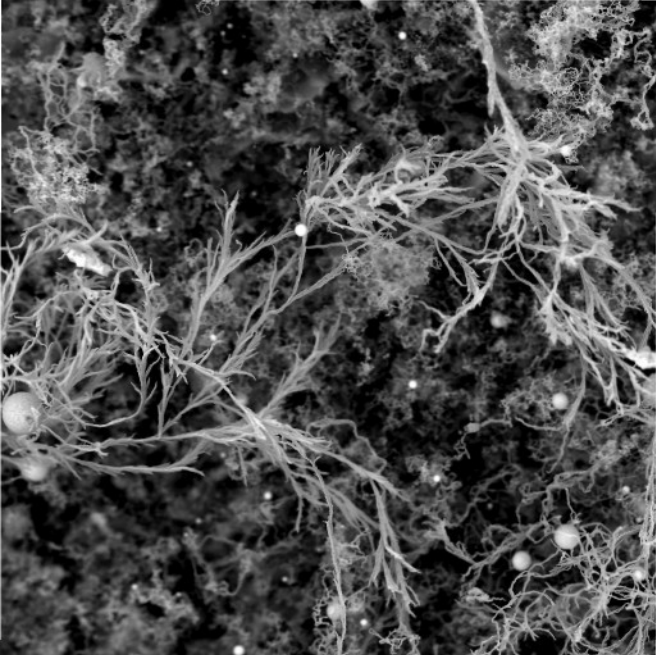


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

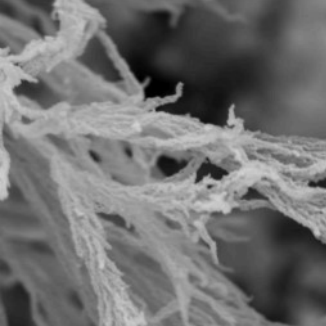


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

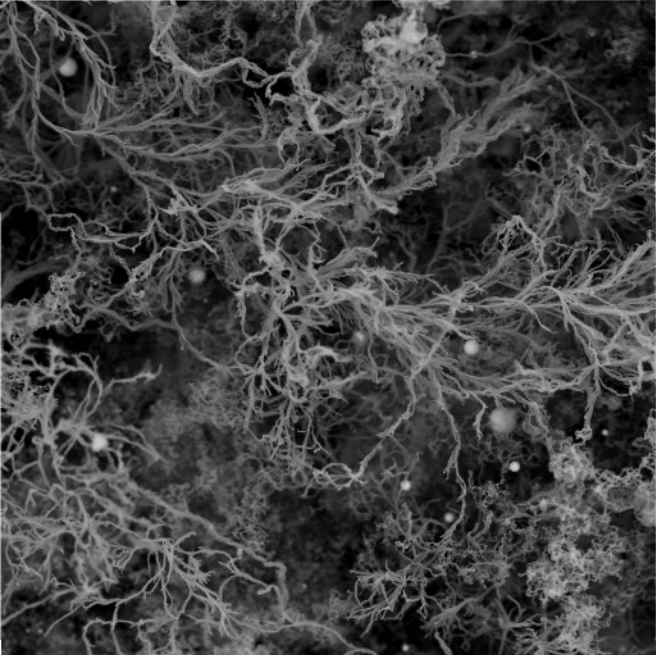


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS0130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

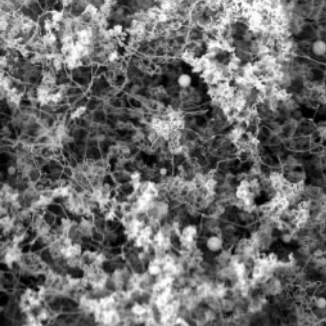


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

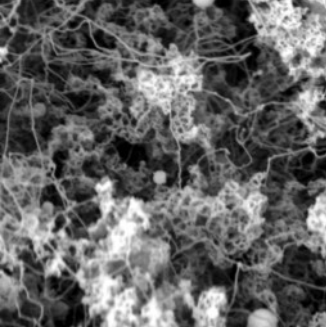


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

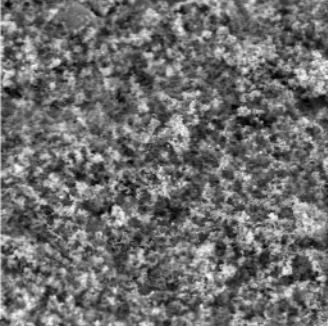


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

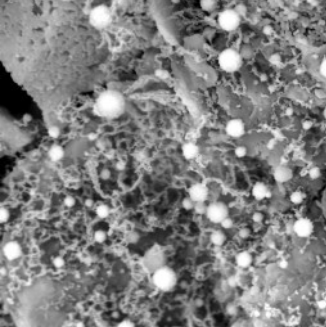


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS5130

50 um

Vega @Tescan
TU Liberec

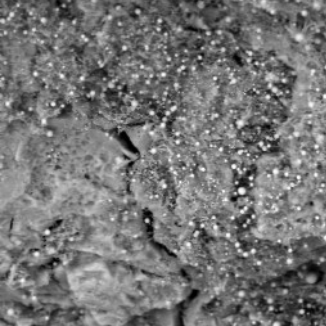


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

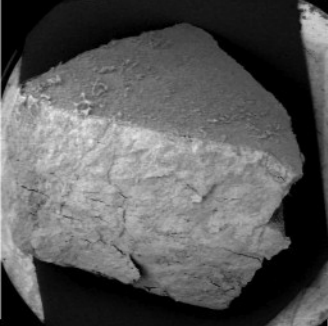


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVair

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

50 um

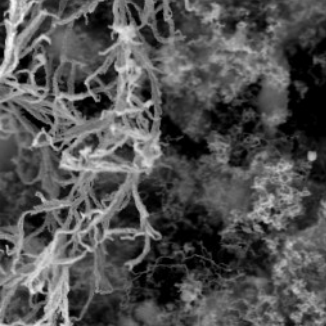
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Devco: TS5130

Vega @Tescan
TU Liberec

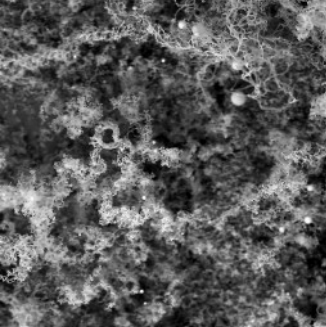


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

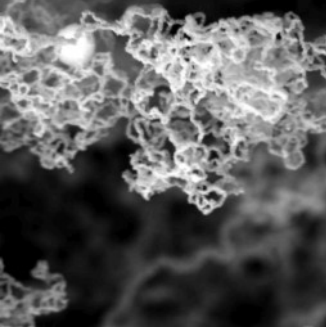


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

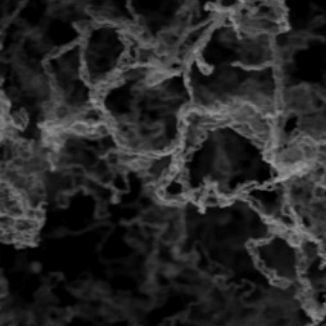


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TS0130

5 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

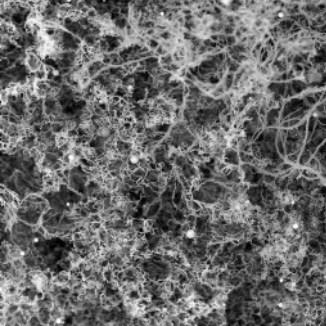


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

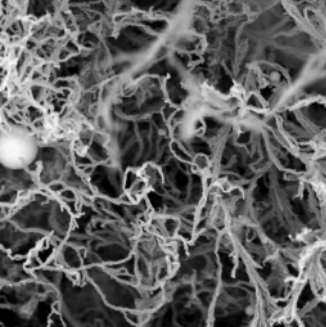


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

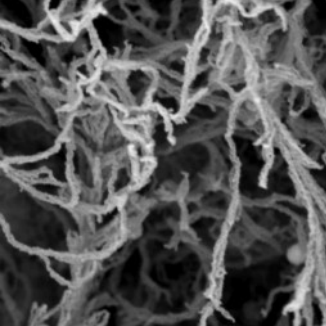


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVMs

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

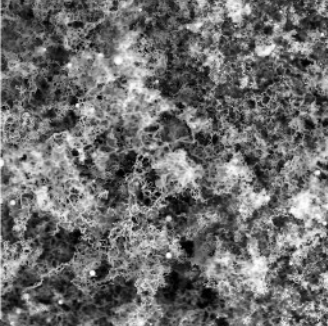


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

WAC: HVAc

DET: SE Detector

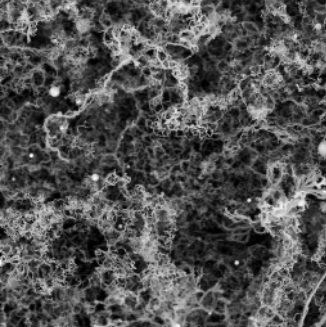
DATE: 12/16/09

Device: TS5130

50 um

Vega @Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HVas

DET: BE Detector

DATE: 12/16/09

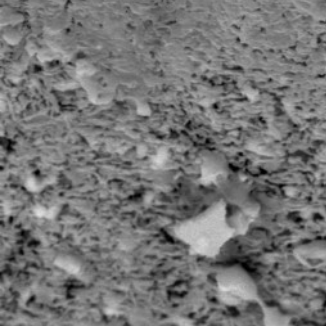
Device: TS0130



50 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

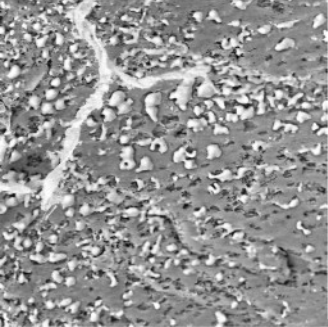


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

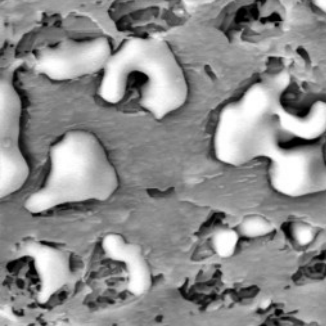


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TB5130

50 um

Vega@Tescan
TU Liberec

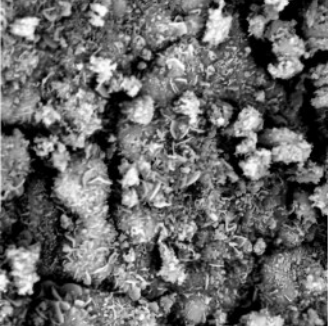


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVVac

DET: BE Detector
DATE: 12/16/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

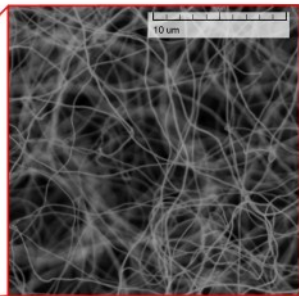
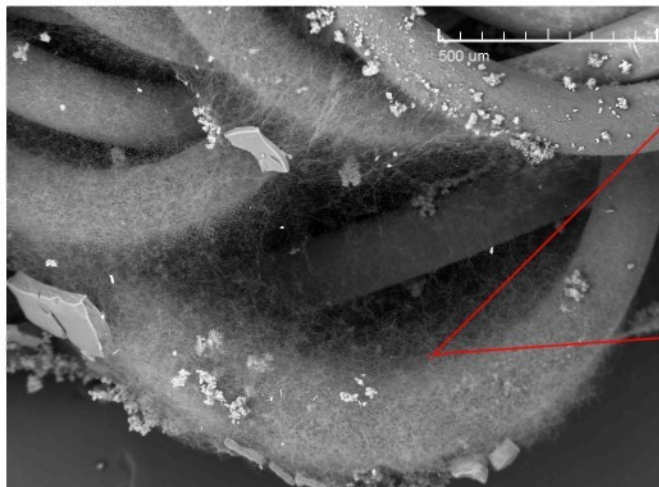


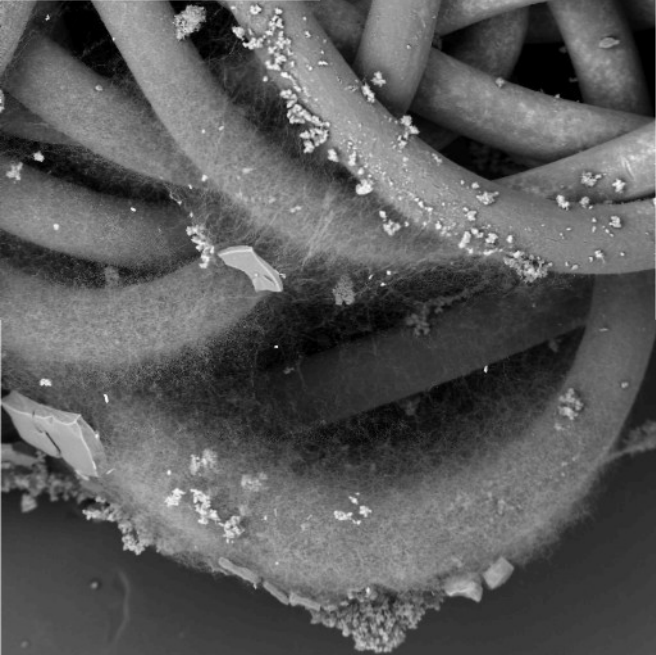
SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

10 um

Vega ETScan
TU LIBREC



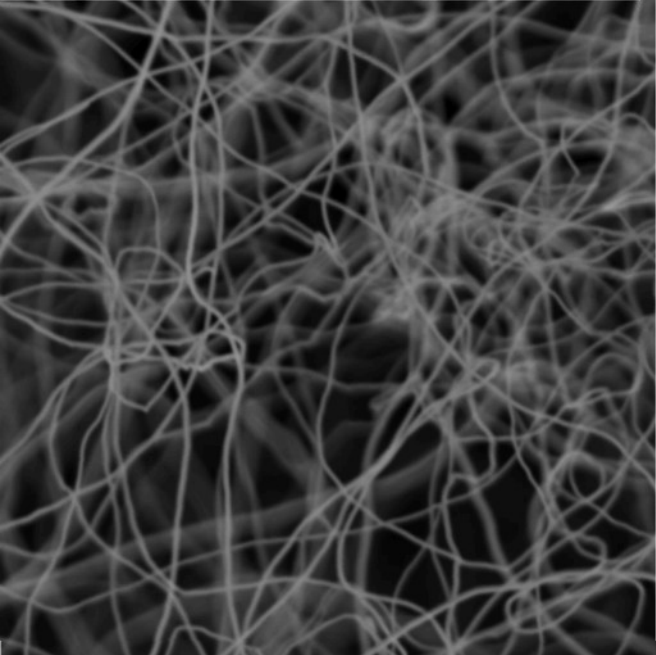


SEM MAG: 200 x
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

500 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 20.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/17/10

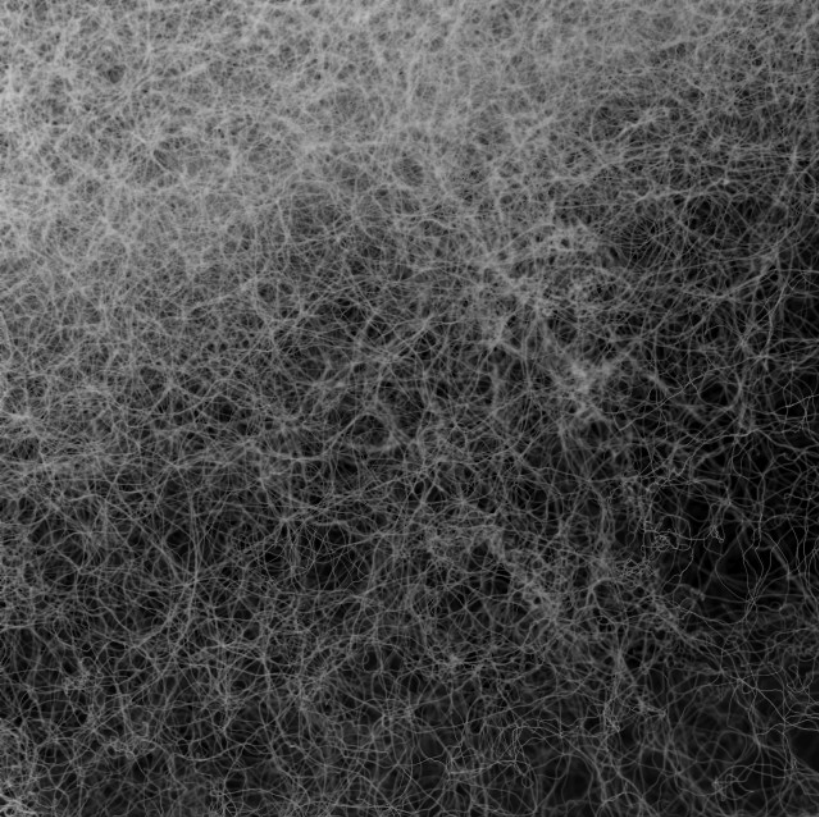
Device: TS5130



5 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

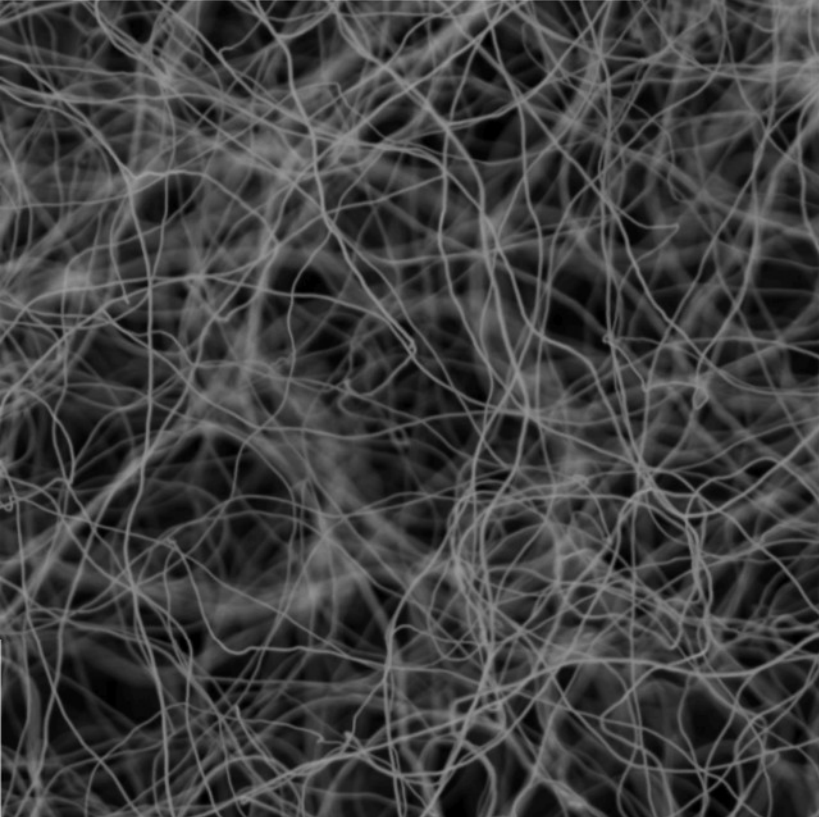


SEM MAG: 2.50 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

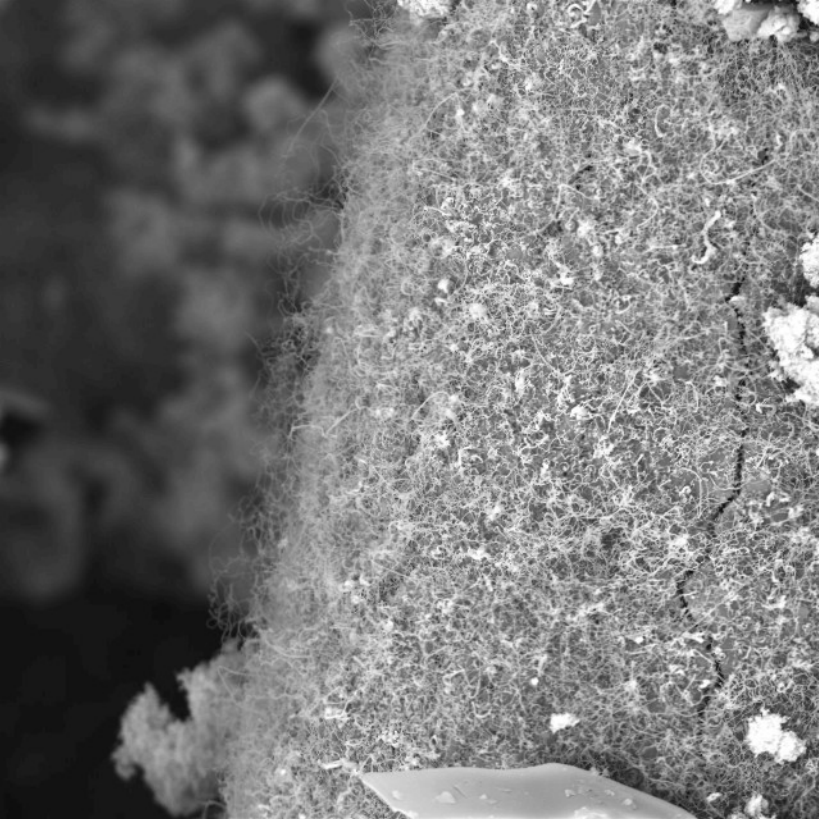


SEM MAG: 12.50 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

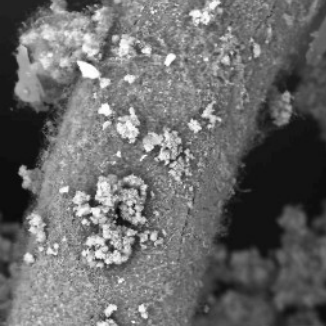


SEM MAG: 2.50 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



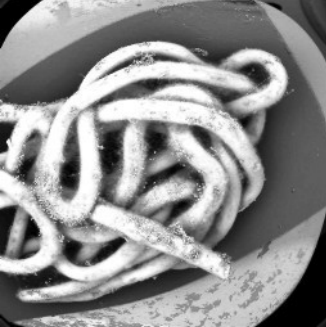
SEM MAG: 500x
HV: 30.0 kV
VAC: HVair

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TSD130



100 um

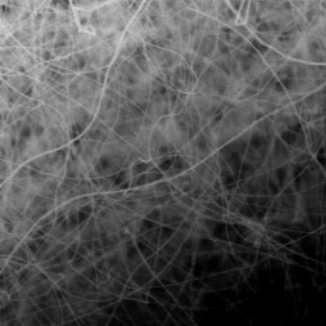
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS0130

Vega ©Tescan
TU Liberec

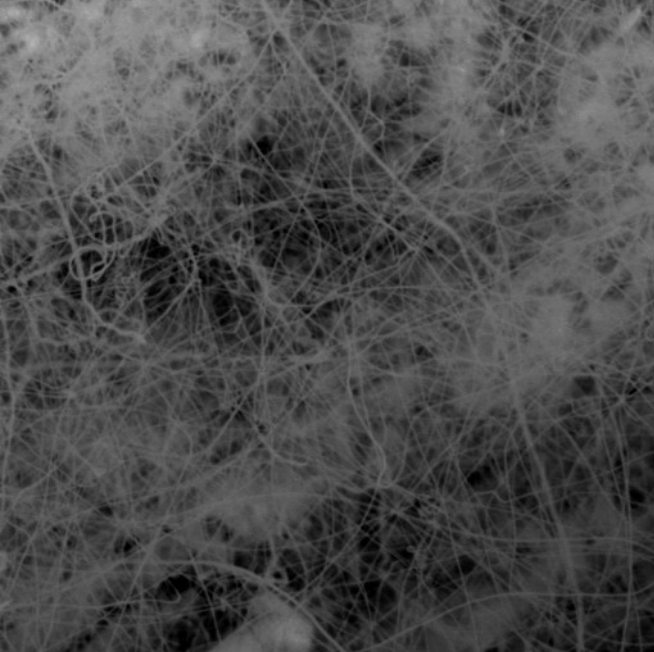


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TSD130

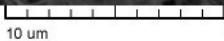
10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

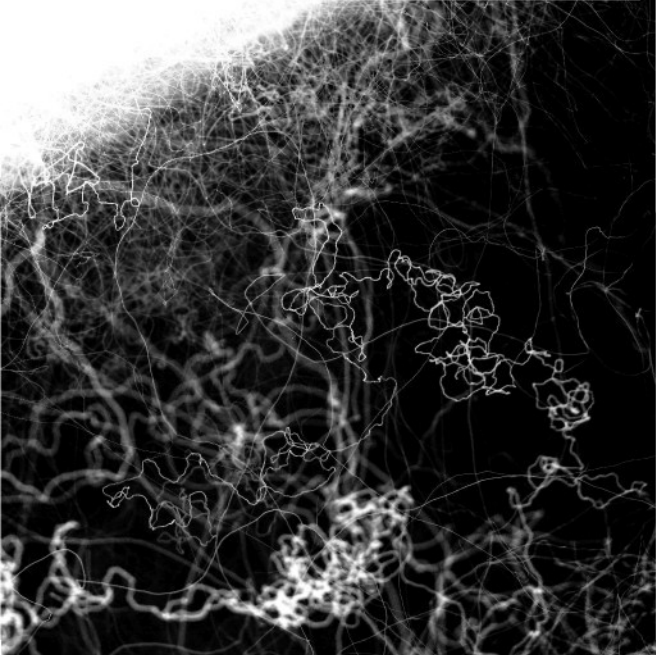


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec

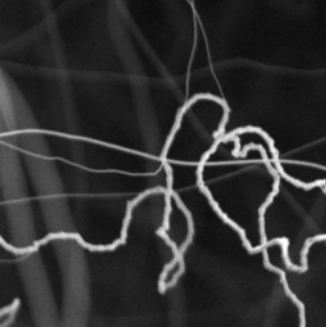


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

50 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

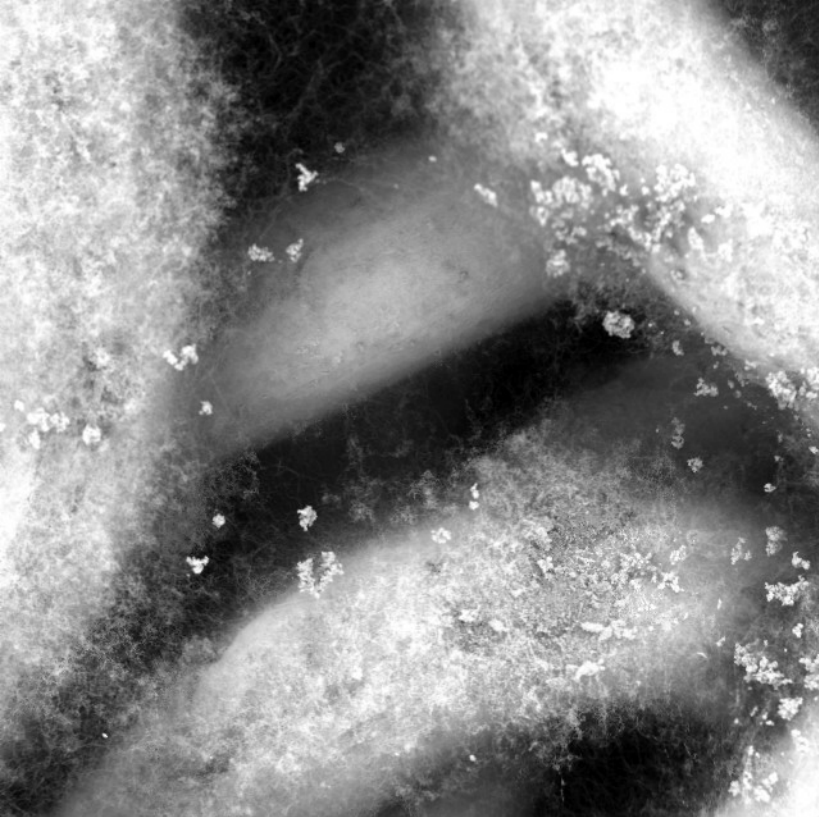


SEM MAG: 10.02 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TSD130

5 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

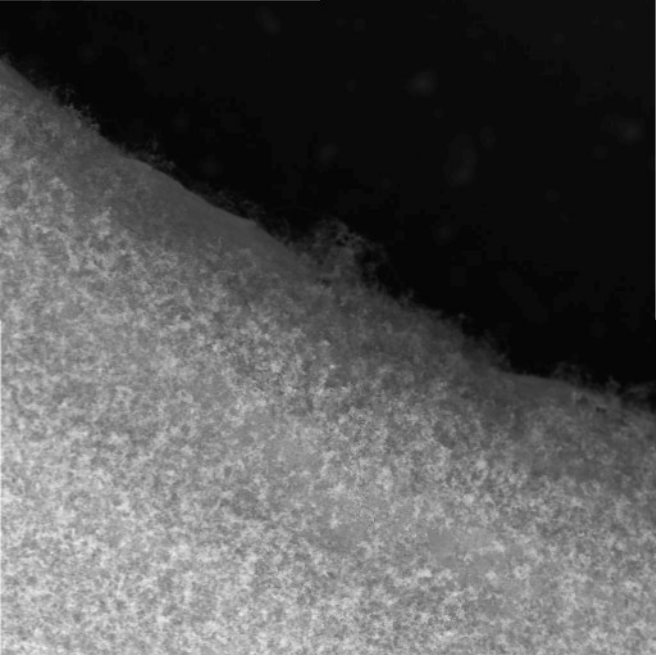


SEM MAG: 250 x
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/17/10
Device: TS5130

500 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



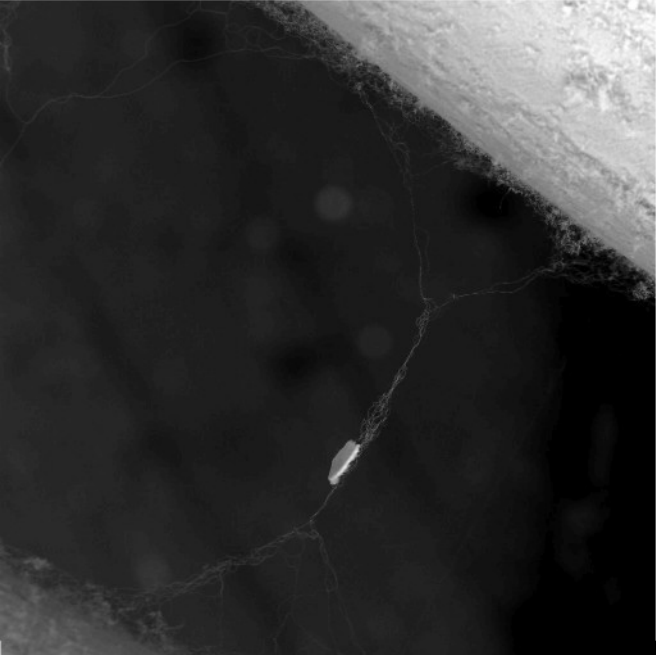
SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

100 um



Vega ©Tescan
TU Liberec

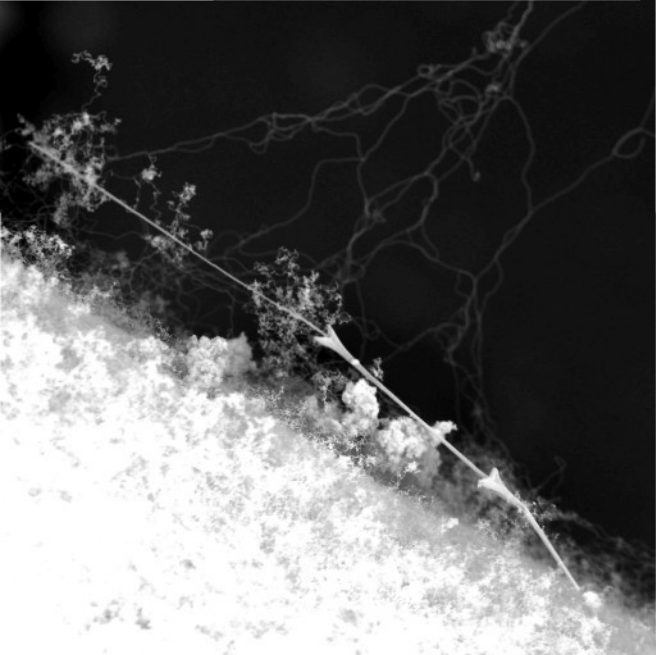


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

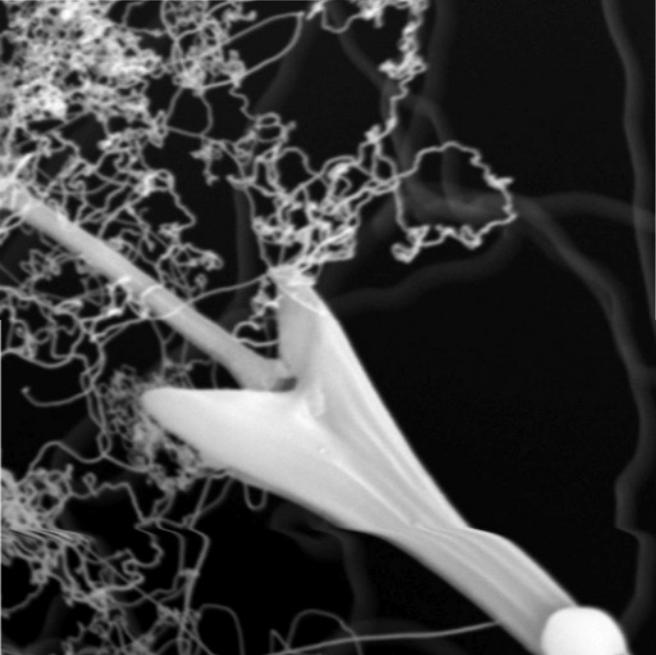


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

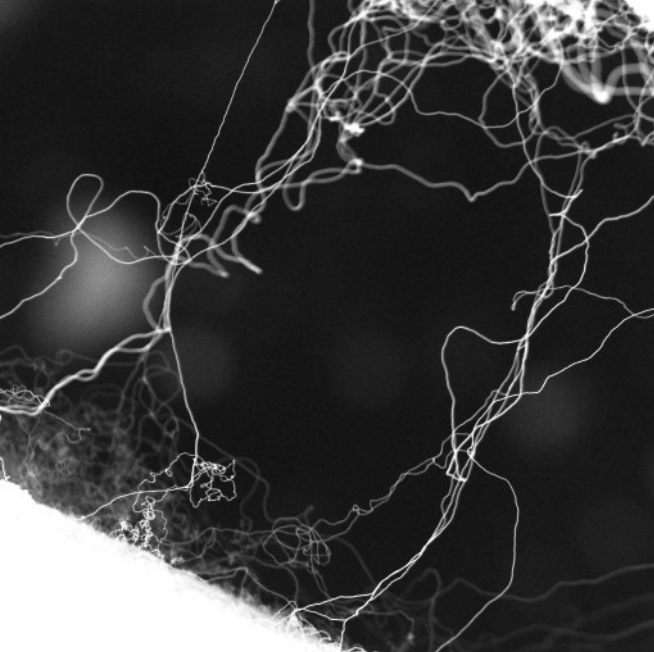


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

5 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

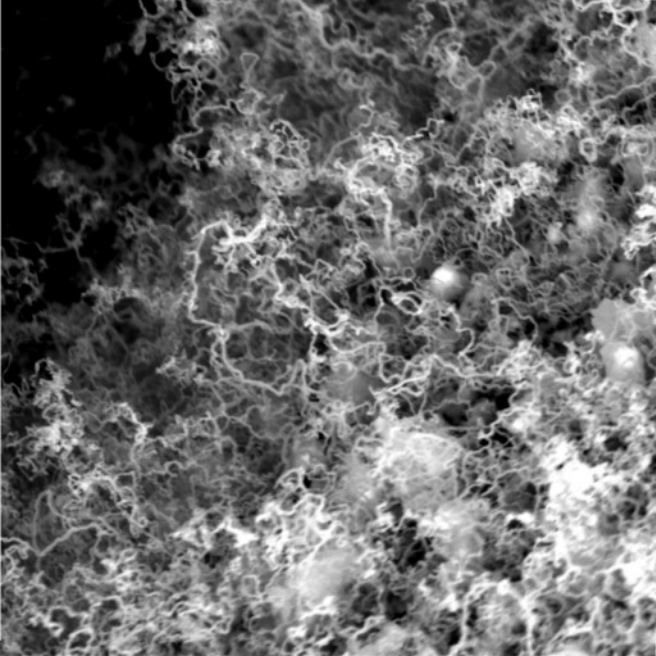


SEM MAG: 4.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

20 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/24/10

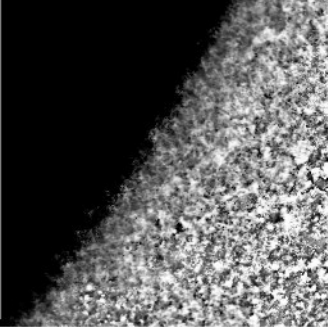
Device: TS5130



10 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

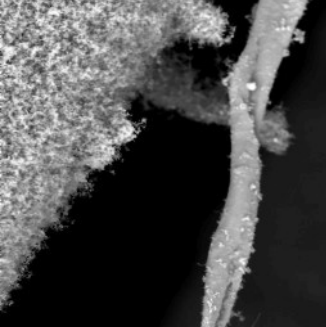


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

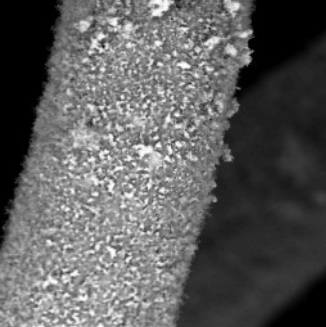


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



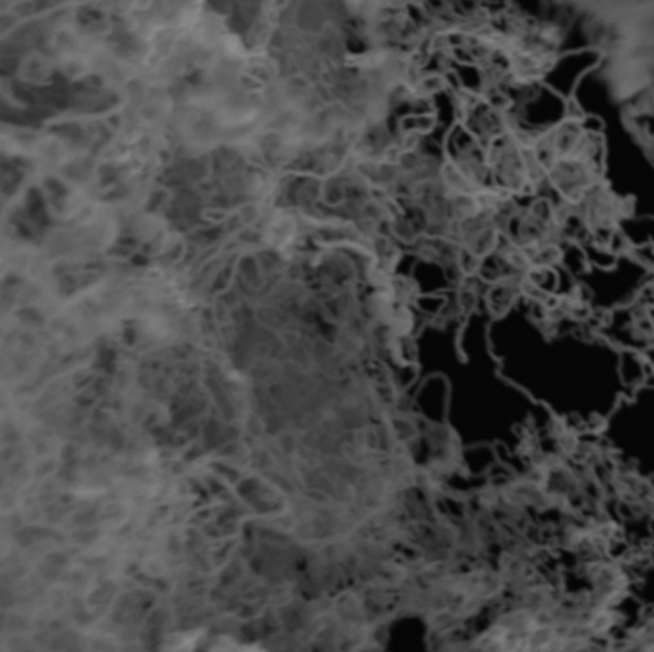
SEM MAG: 500x
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TSD130



100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

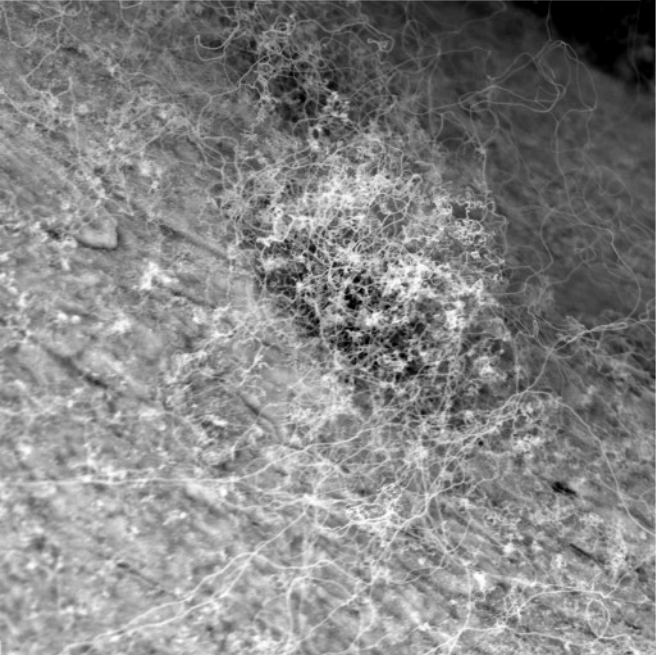


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx

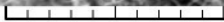
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/24/10

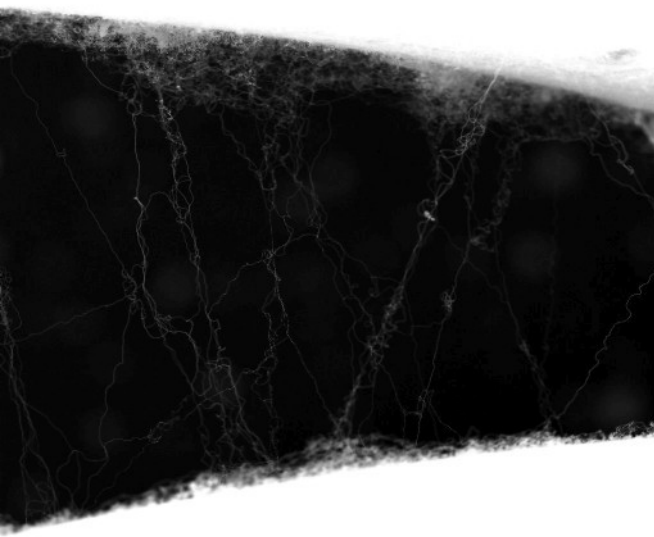
Device: TS5130



10 um

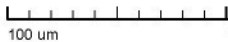
Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

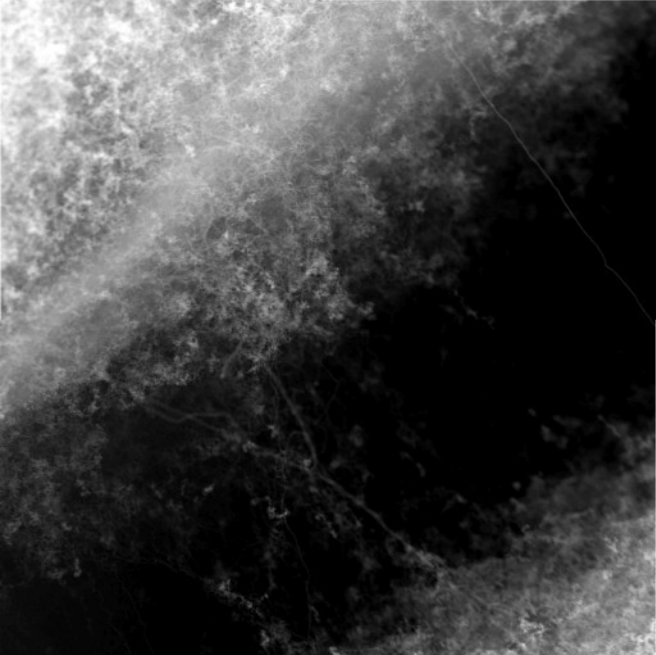


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS5130

5 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

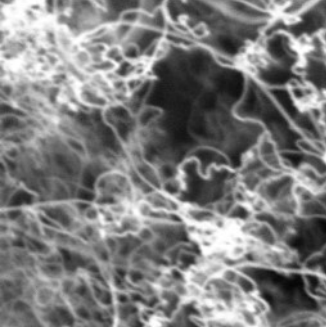
DATE: 03/24/10

Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

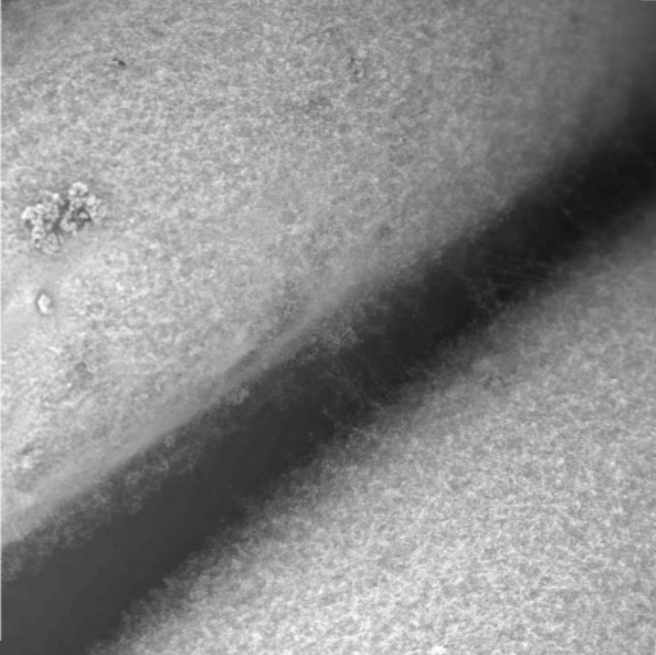


SEM MAG: 20.02 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TSD130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 500 x

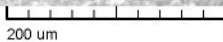
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/24/10

Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx

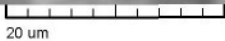
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

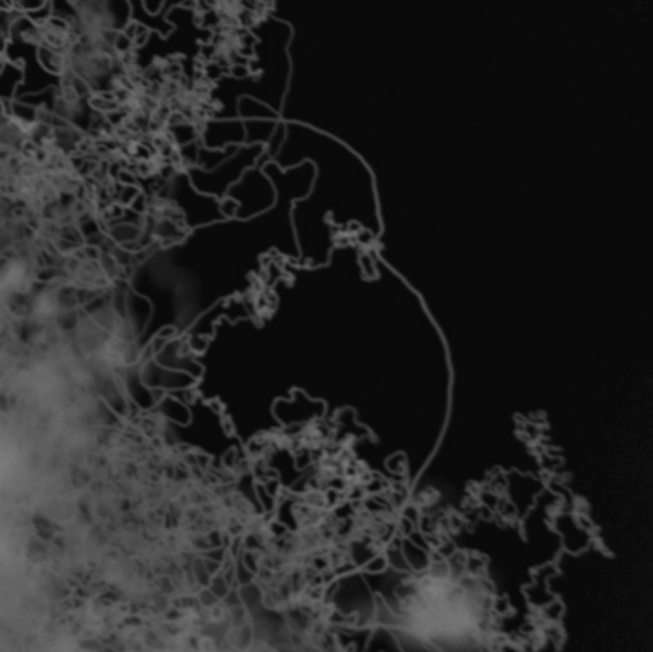
DATE: 03/24/10

Device: TS5130



Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 20.00 kx

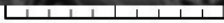
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/24/10

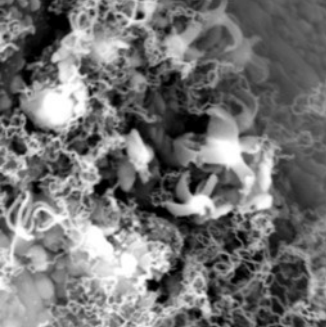
Device: TS5130



5 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

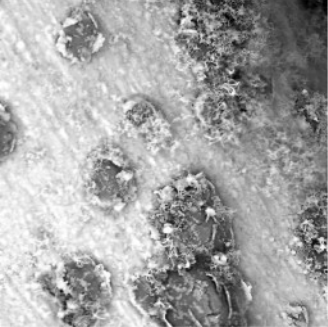


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TS0130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

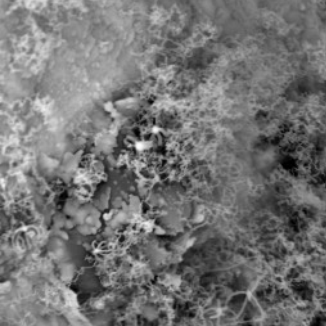


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TB5130

20 um

Vega@Tescan
TU Liberec

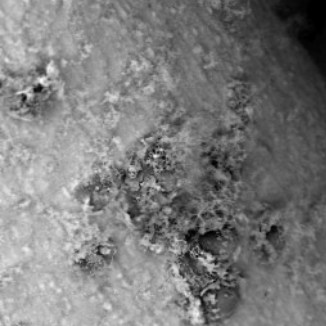


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

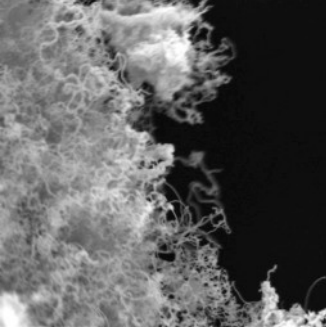


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TSD130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

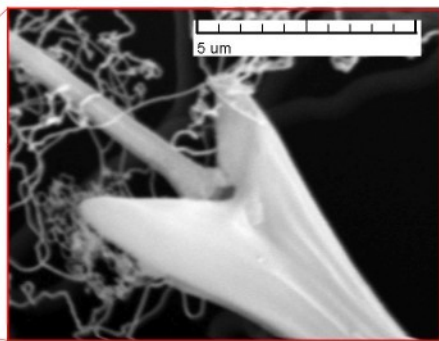
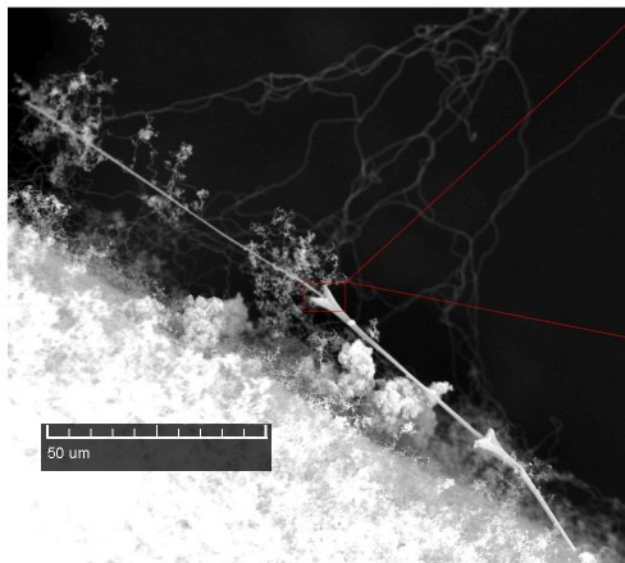


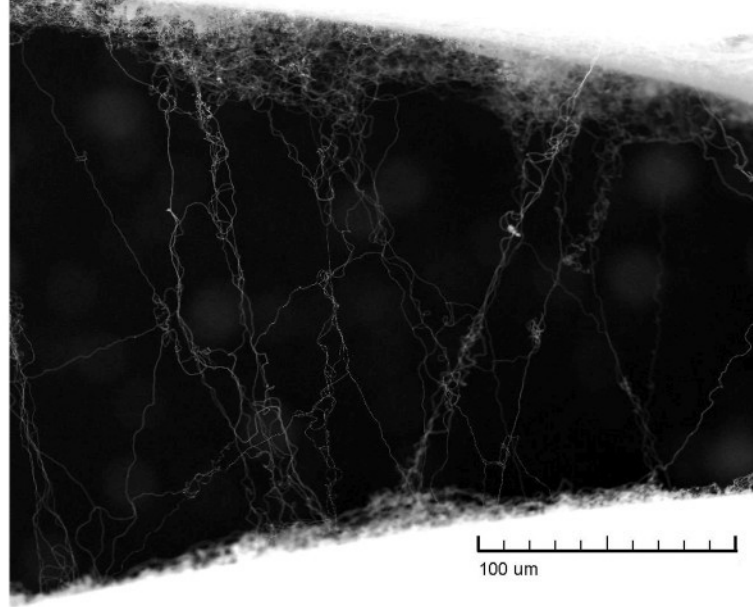
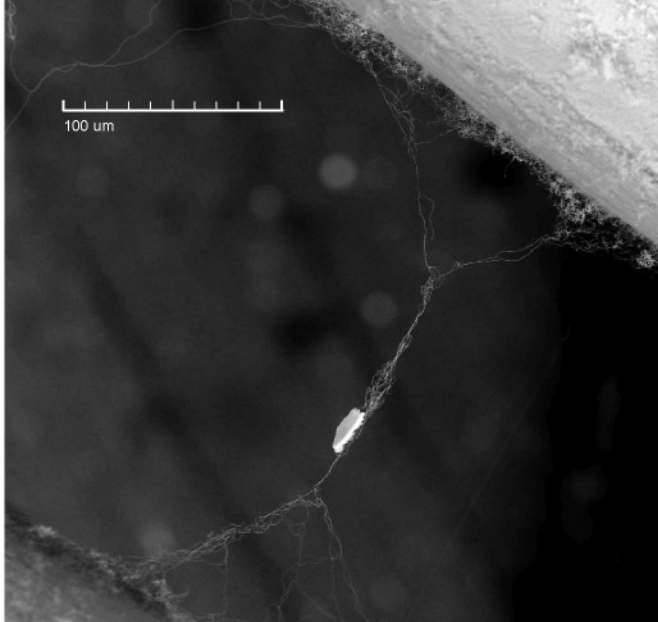
SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

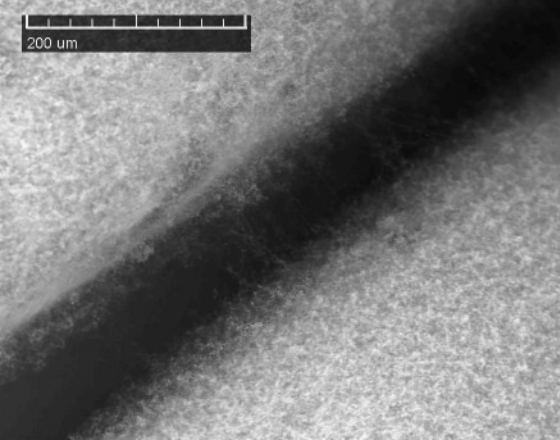
DET: BE Detector
DATE: 03/24/10
Device: TSD130

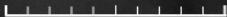
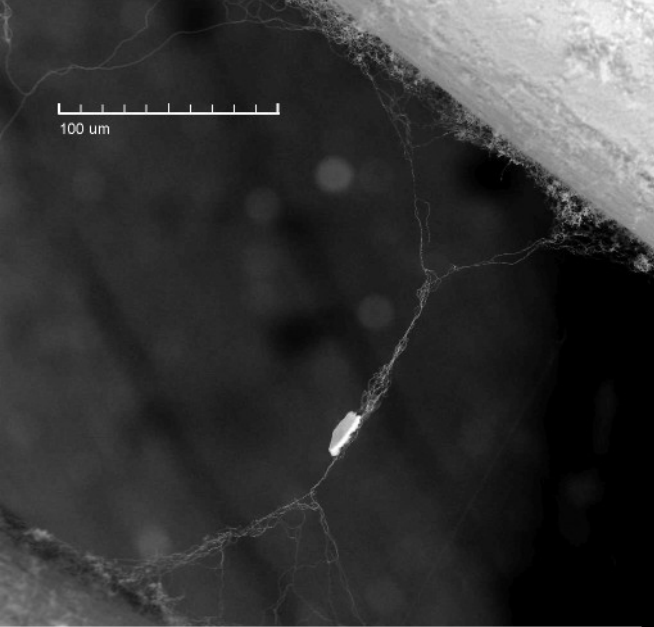
10 μm

Vega ©Tescan
TU Liberec

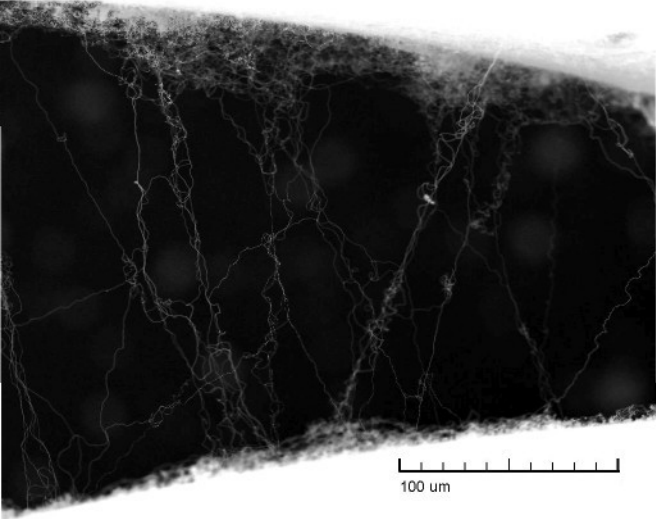




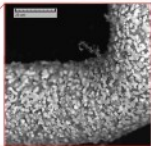


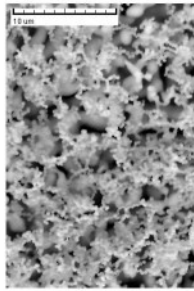
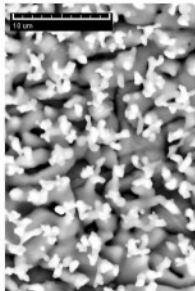
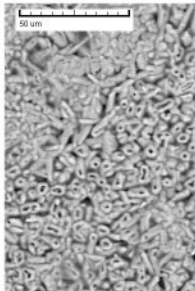


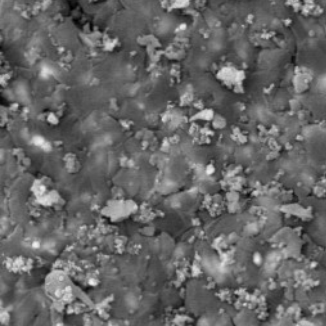
100 μm



500 μm





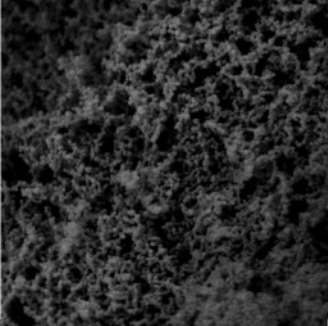


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS0130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

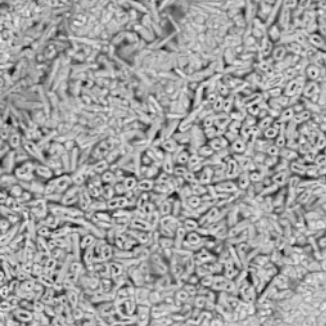


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec

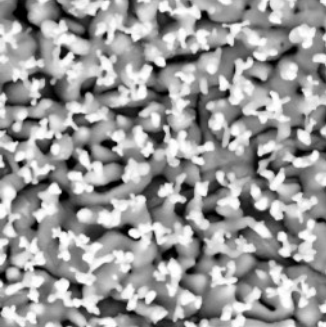


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

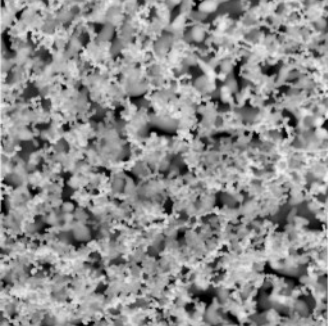


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HV-Var

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS0130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

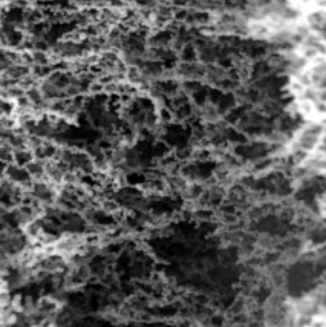


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec

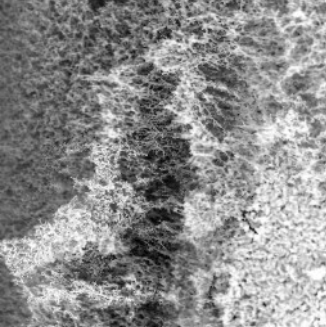


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS0130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

WAC: HVAs

DET: BE Detector

DATE: 03/03/10

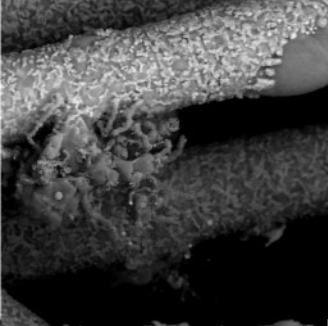
Device: TS0130



50 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

WAC: HVar

DET: SE Detector

DATE: 03/03/10

Device: TS5130

50 um

Vega @Tescan

TU Liberec

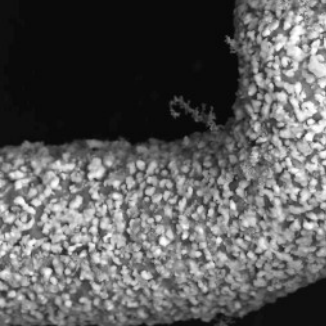


SEM MAG: 500x
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

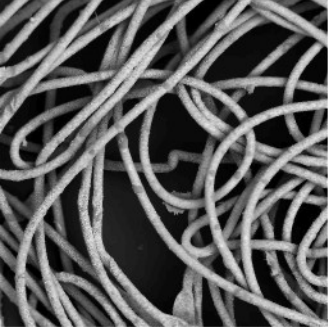


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec



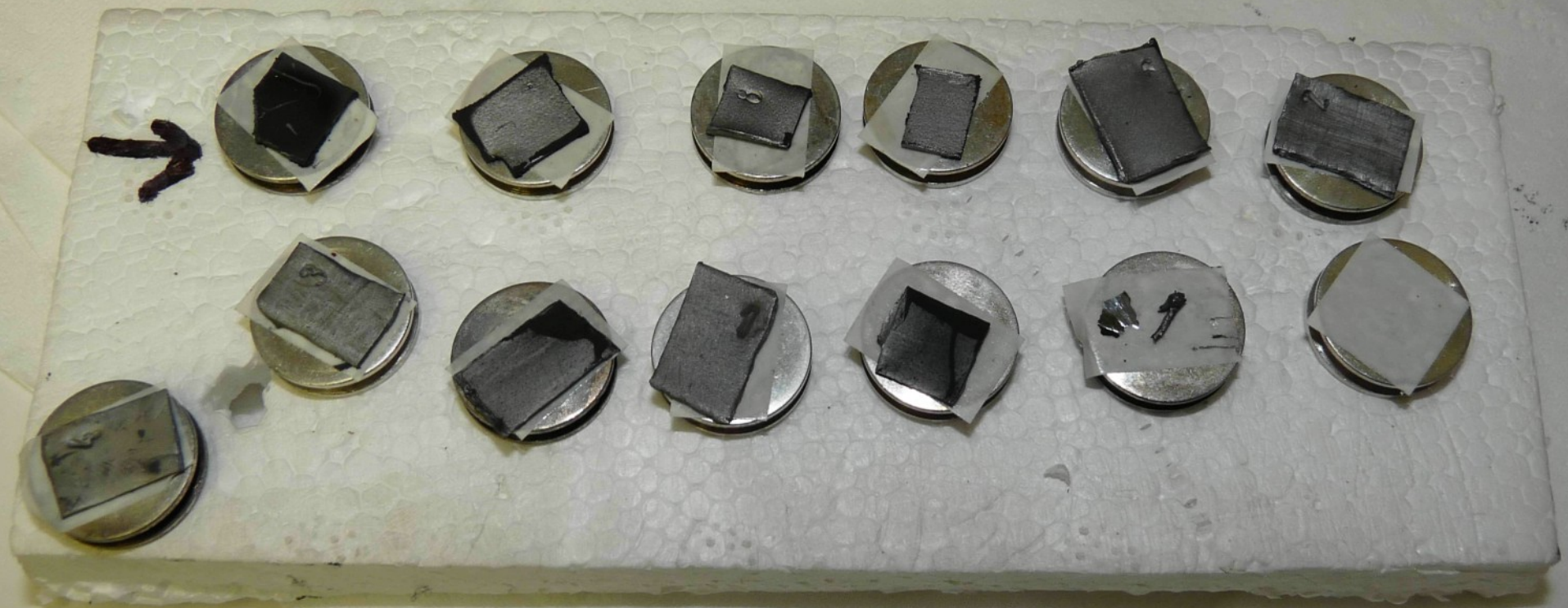
SEM MAG: 100 x
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TB5130

500 um

Vega@Tescan
TU Libent



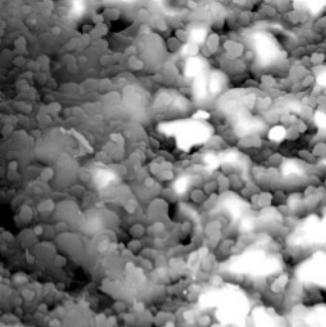


SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130



Vega ©Tescan
TU Liberec

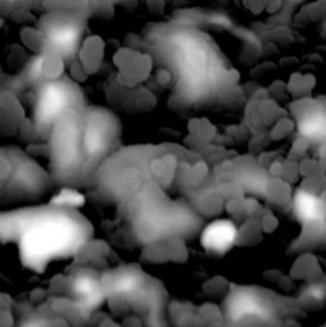


SEM MAG: 5.01 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

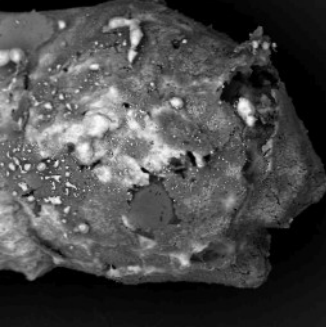


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

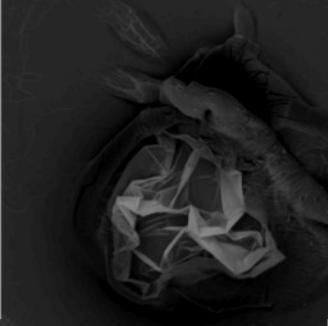


SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

500 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

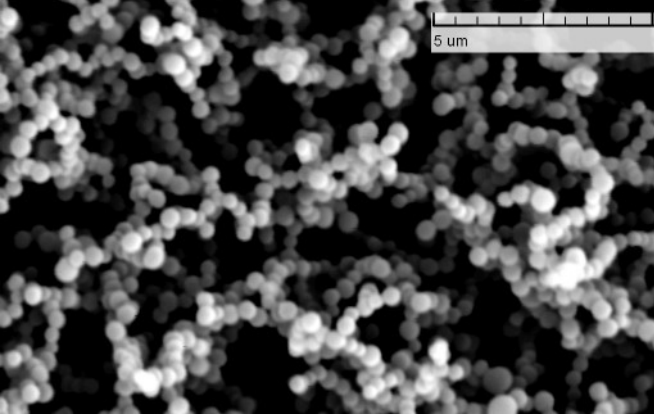


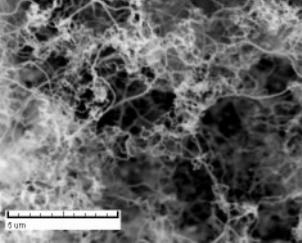
SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

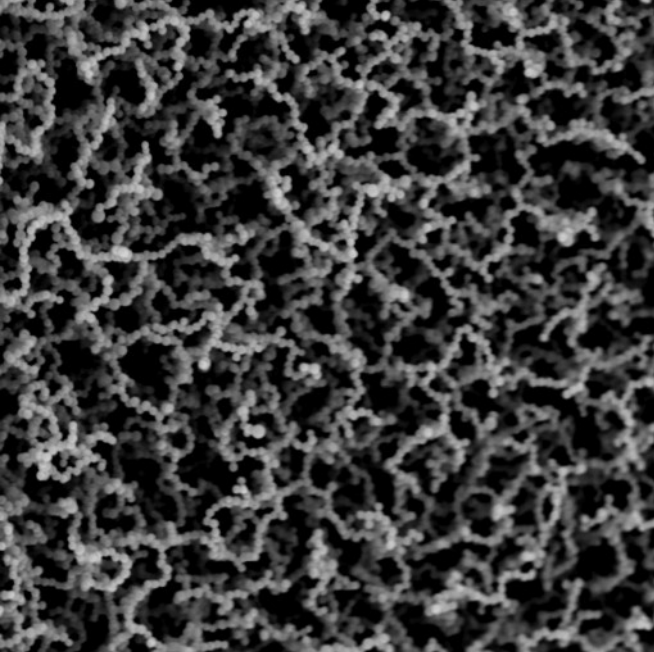
DET: SE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

500 um

Vega @Tescan
TU Liberec







SEM MAG: 10.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 01/27/10

Device: TS5130



10 um

Vega ©Tescan

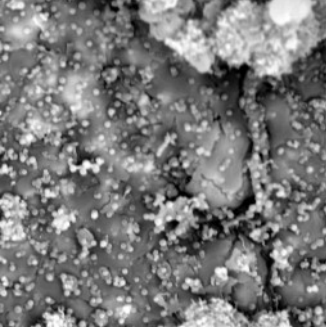
TU Liberec

SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

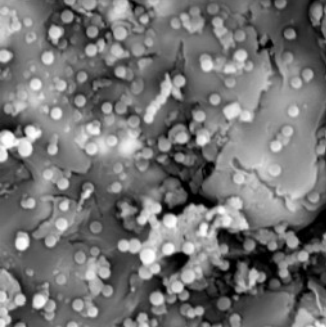


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

5 um

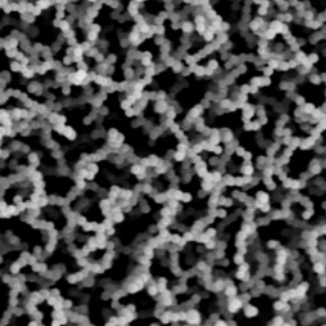
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
WAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

Vega ©Tescan
TU Liberec

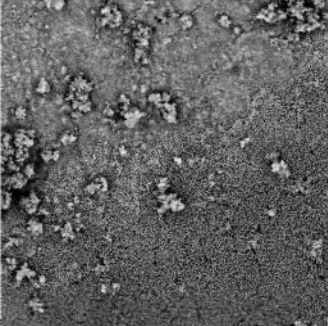


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 500x

HV: 30.0 kV

WAC: HVAc

DET: BE Detector

DATE: 01/27/10

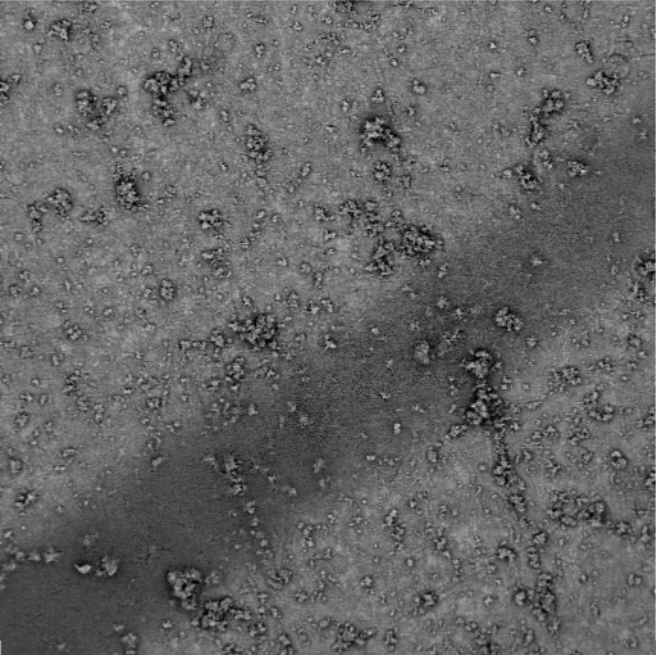
Device: TS5130



100 um

Vega @Tescan

TU Libeck



SEM MAG: 200 x

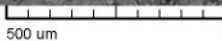
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

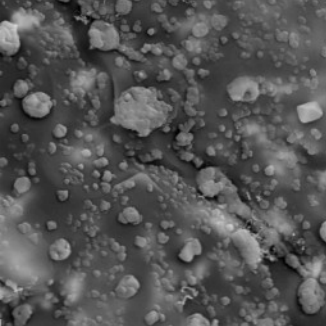
DATE: 01/27/10

Device: TS5130



Vega ©Tescan

TU Liberec

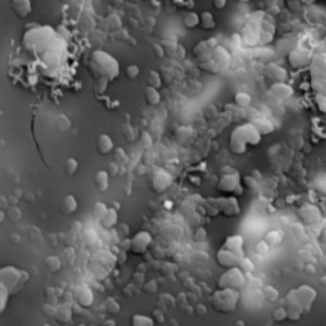


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TBS130

10 um

Vega@Tescan
TU Liberec

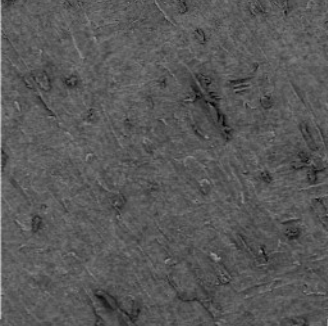


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: SE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

500 um

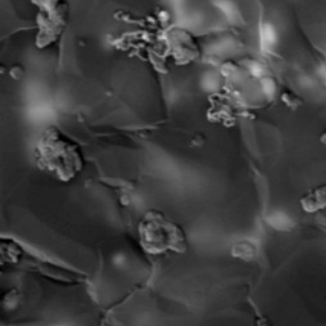
Vega GtScan
TU LIBENC



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

Vega ©Tescan
TU Liberec

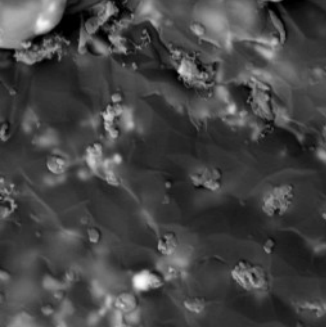


SEM MAG: 10.00 kV
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSC130



Vega ©Tescan
TU Liberec

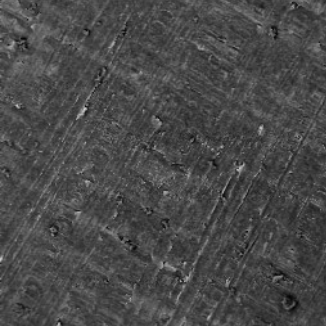


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

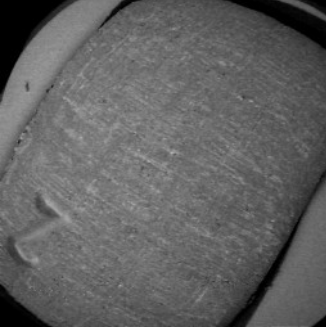


SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

500 um

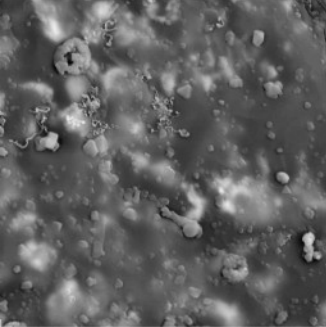
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

Vega ©Tescan
TU Liberec

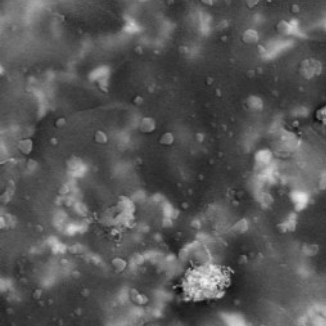


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: T85130

10 um

Vega-6 TESCAN
TU LIBRARY

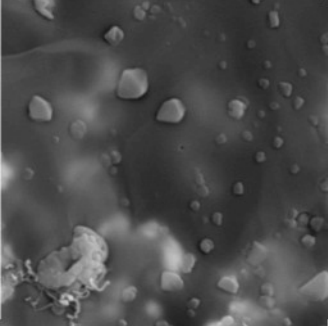


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: SE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

5 um

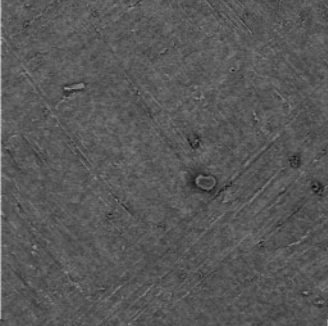
Vega @Tescan
TU Libeck



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

Vega ©Tescan
TU Liberec

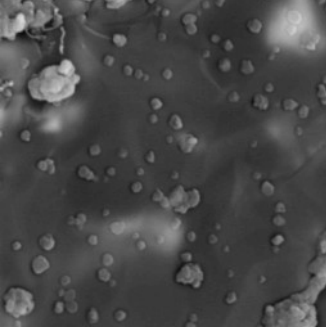


SEM MAG: 100x
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

500 um

Vega @Tescan
TU Liberec

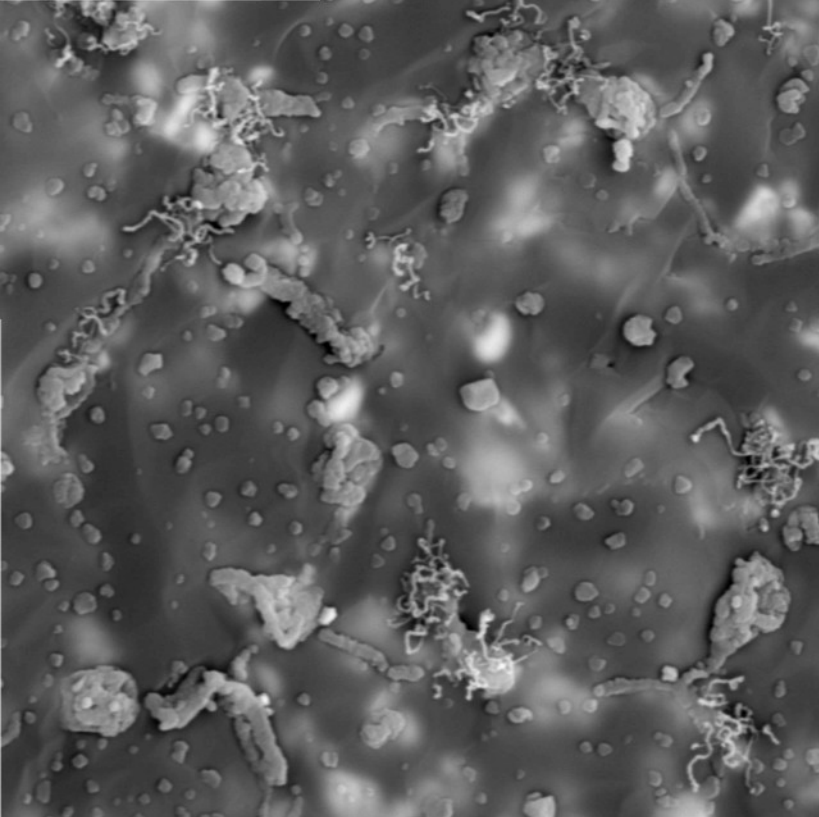


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 12.50 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

10 um

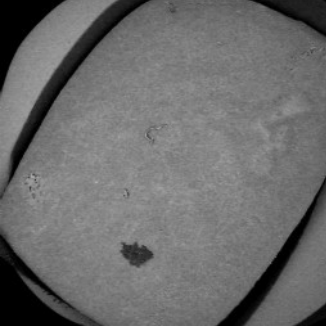
Vega ©Tescan
TU Liberec

SEM MAG: 100 x
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: T85130

500 um

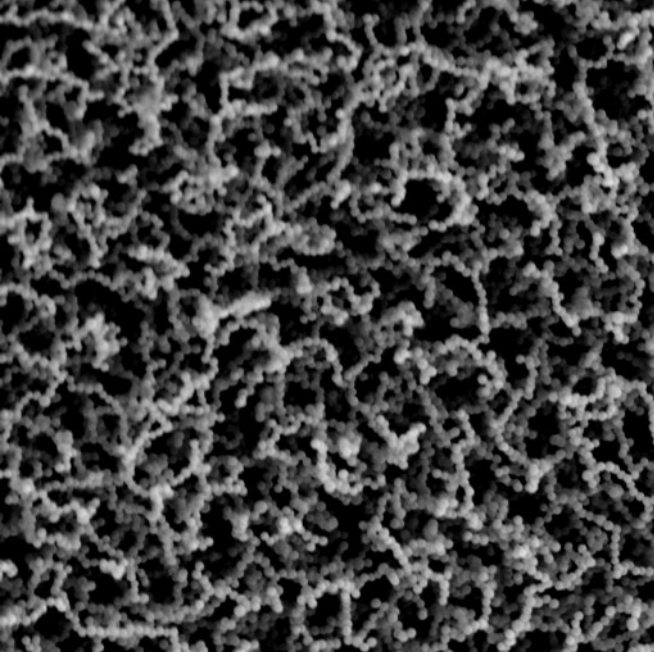
Vega-GT.es.com
TU Libera



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

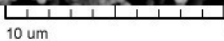
DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec

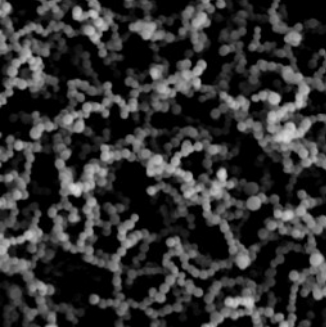
SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130



50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

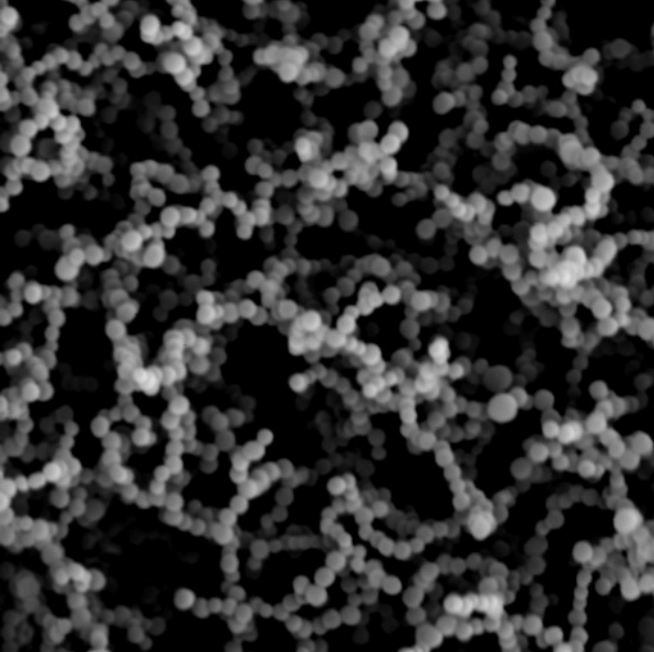


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 20.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 01/27/10

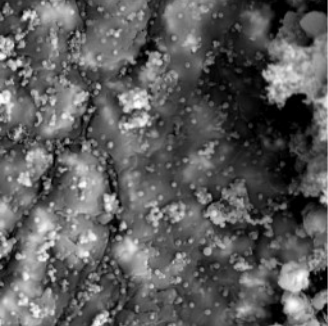
Device: TS5130



5 μ m

Vega ©Tescan

TU Liberec

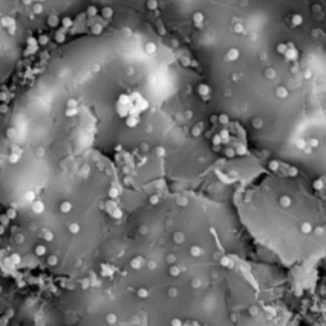


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TB5130

10 um

Vega@Tescan
TU Liberec

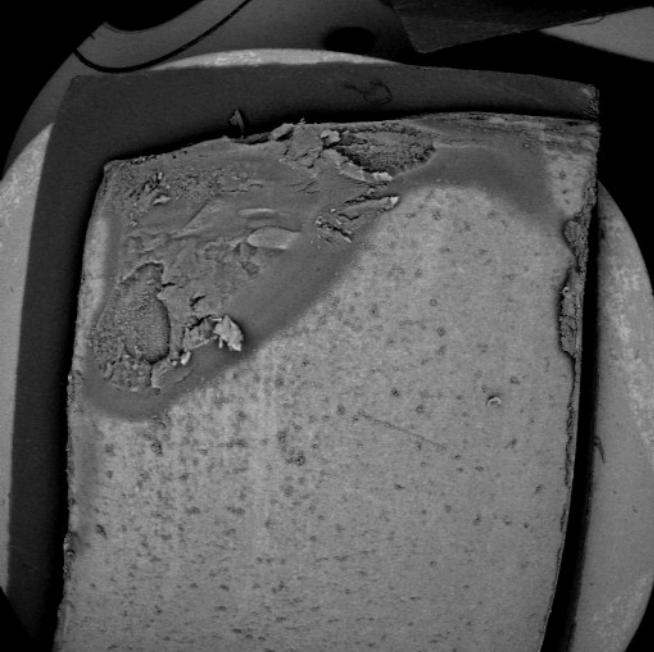


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

5 um

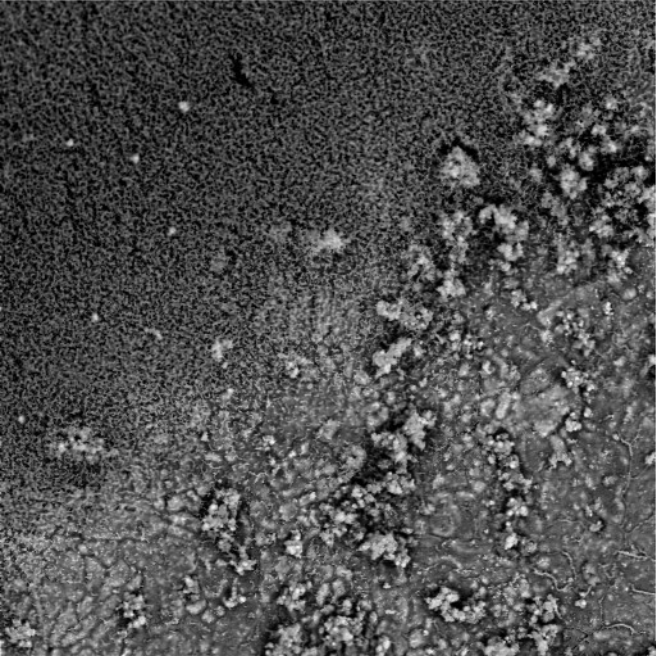
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

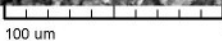
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

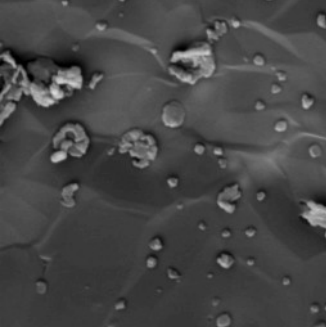
DATE: 01/27/10

Device: TS5130



Vega ©Tescan

TU Liberec

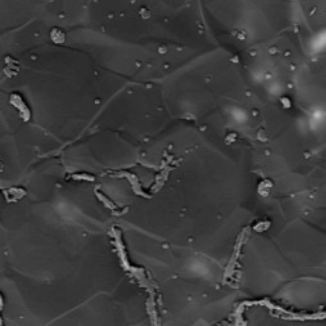


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

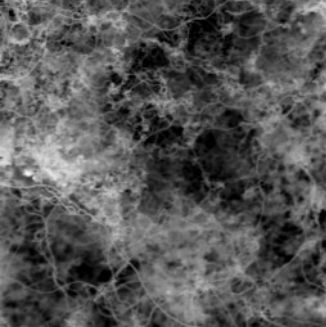
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec

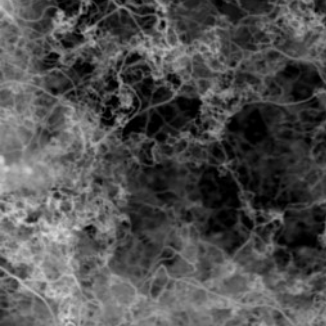


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

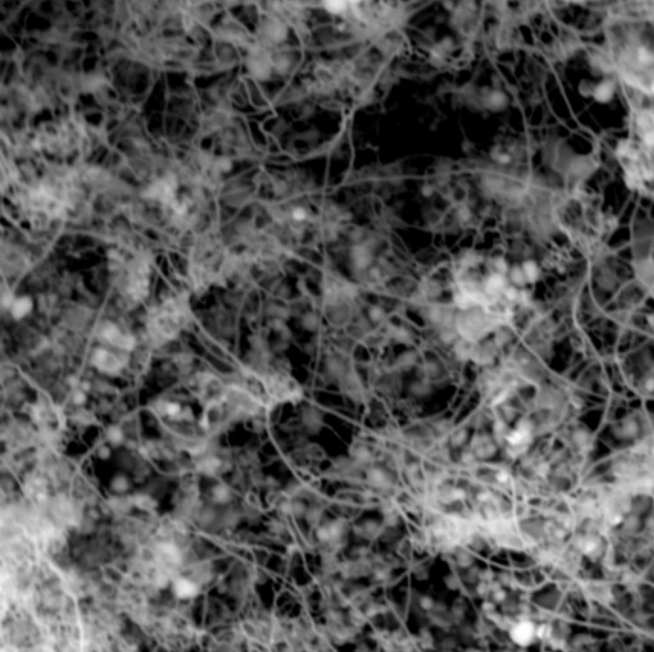


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

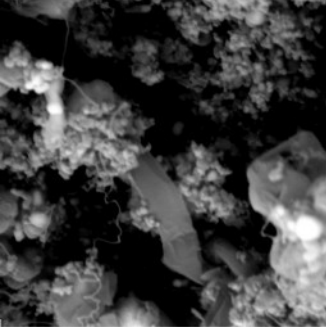


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

5 μm

Vega ©Tescan
TU Liberec

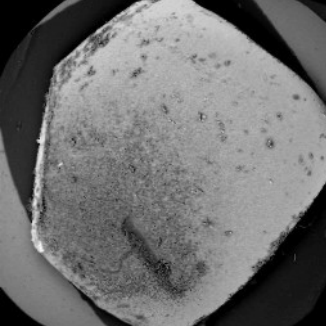


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TB5130

5 um

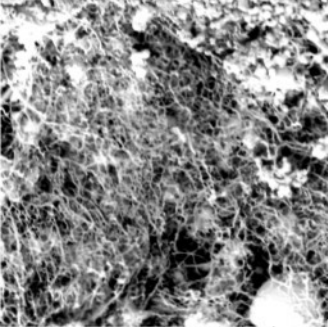
Vega@Tescan
TU LIBRARY



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

Vega ©Tescan
TU Liberec

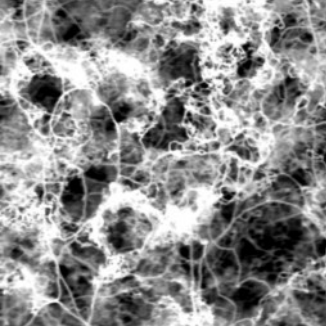


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

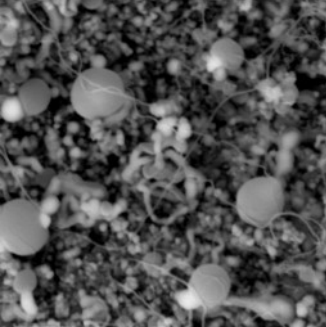


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



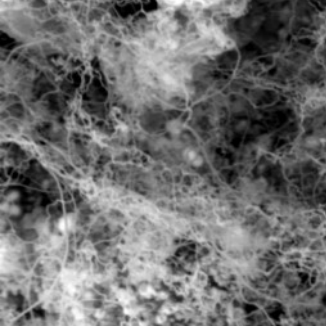
SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130



5 µm

Vega ©Tescan
TU Liberec

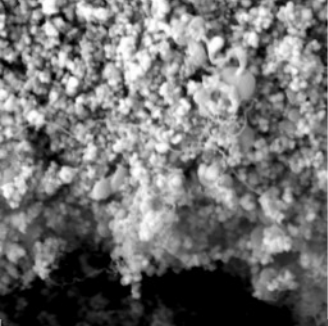


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS0130

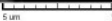
5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TB5130



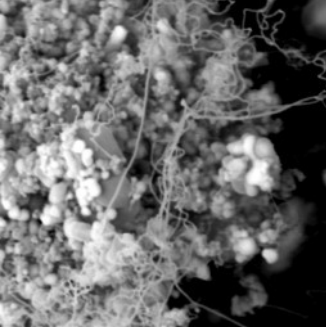
Vega@Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

Vega ©Tescan
TU Liberec

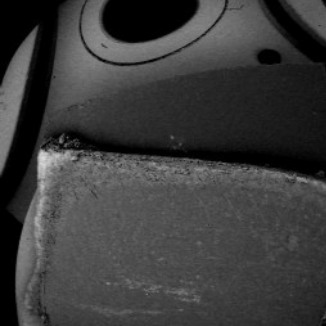


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

5 um

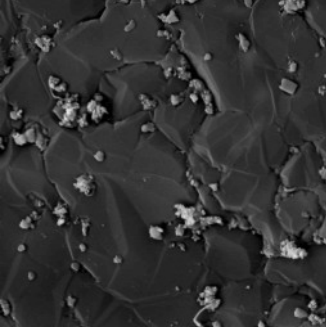
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

Vega ©Tescan
TU Liberec

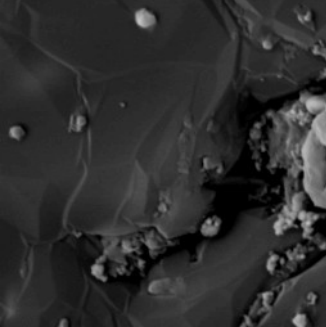


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

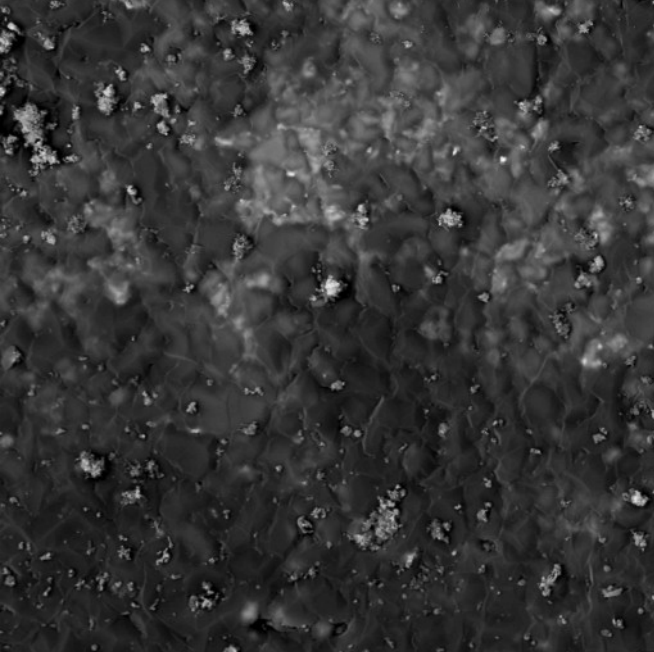


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

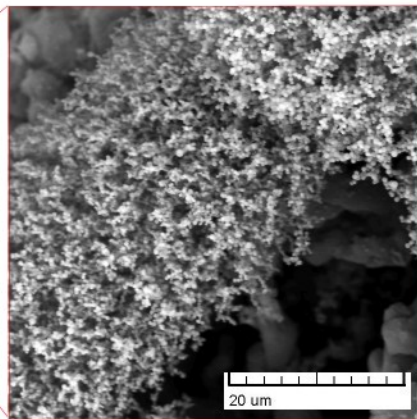
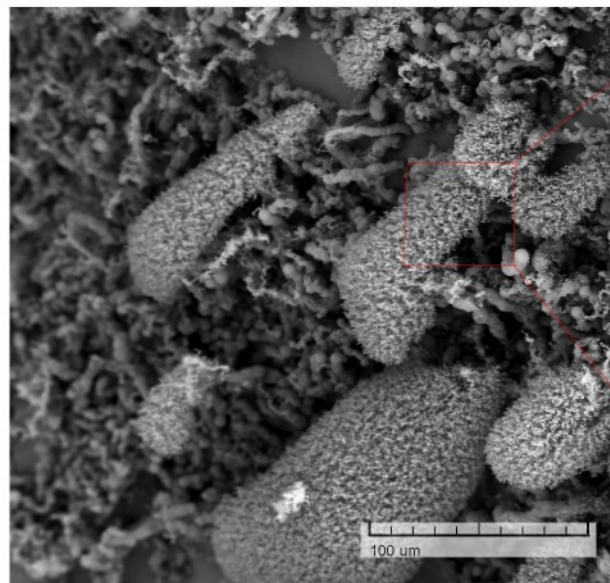


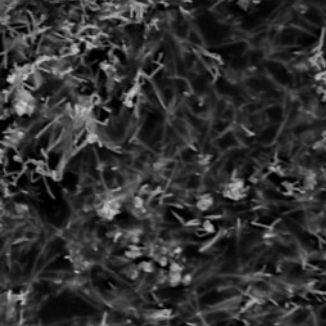
SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 01/27/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



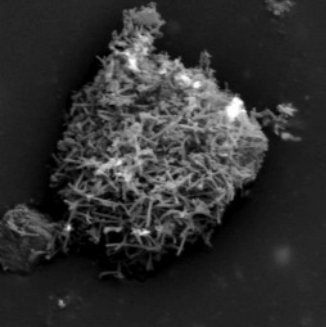


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

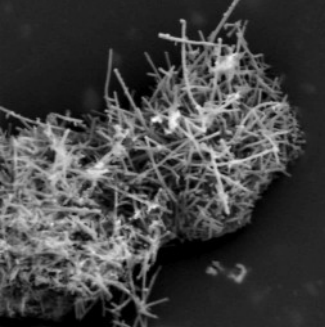


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

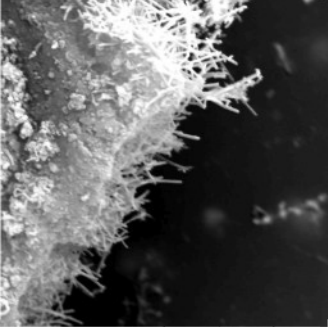


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

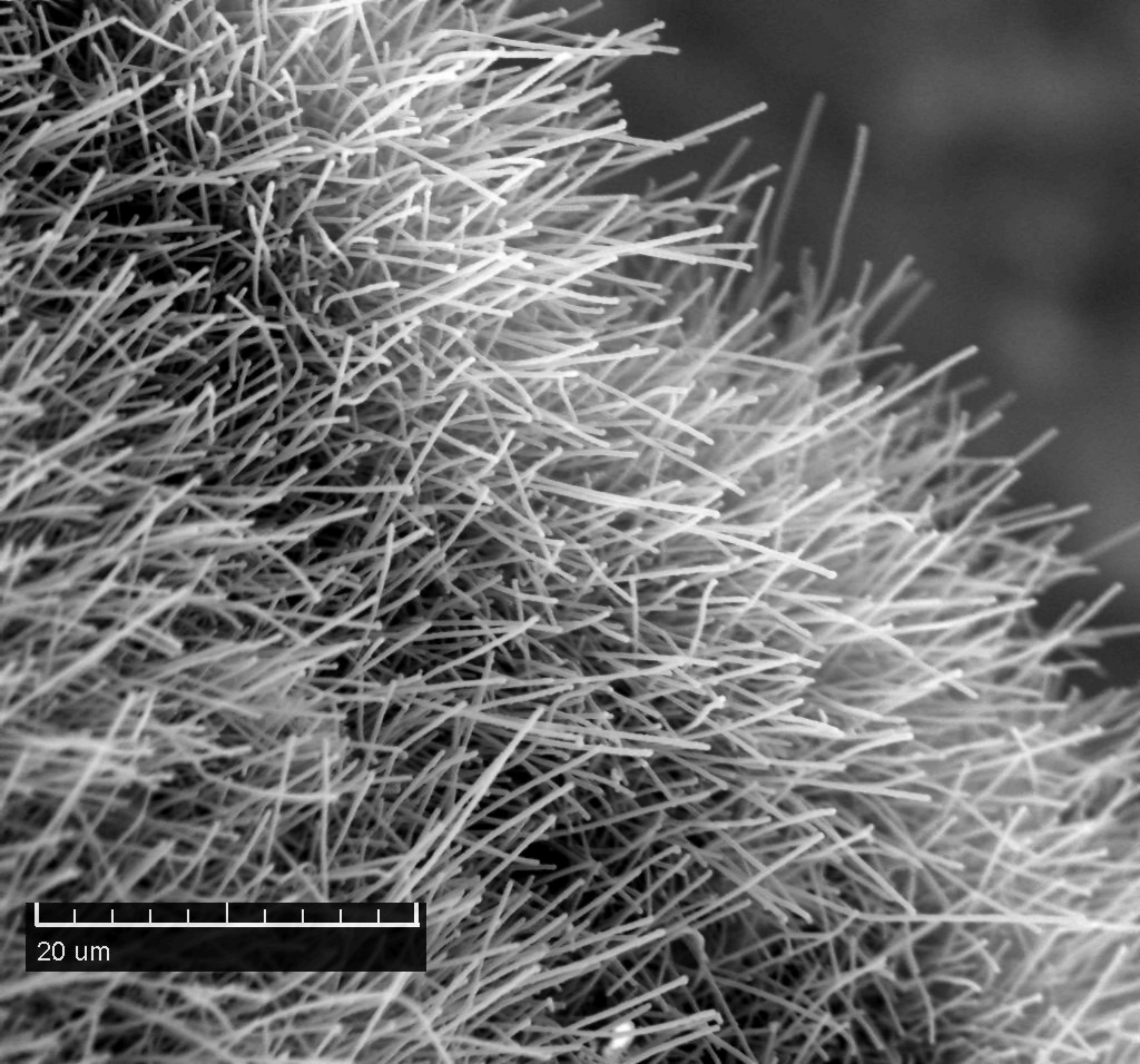


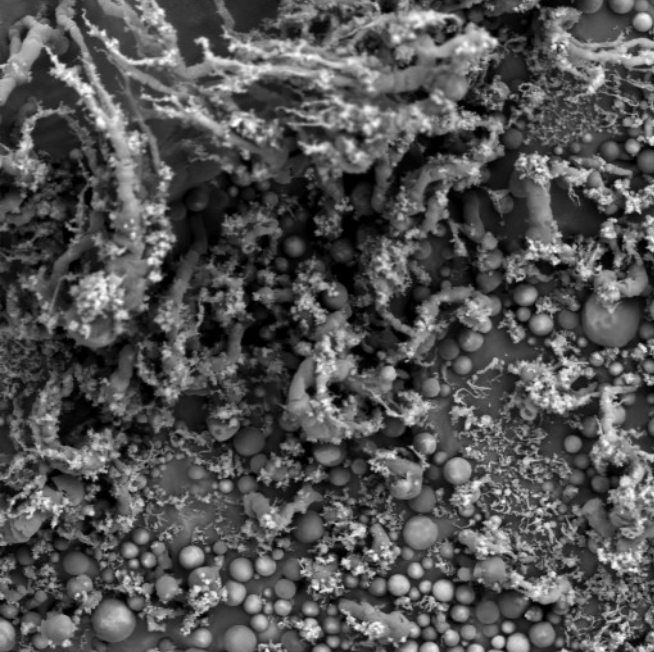
SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec





SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

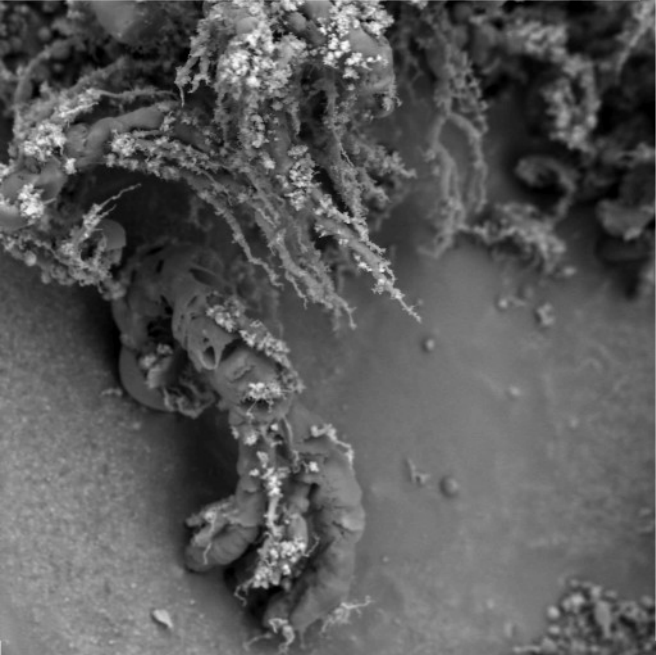
Device: TS5130



100 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

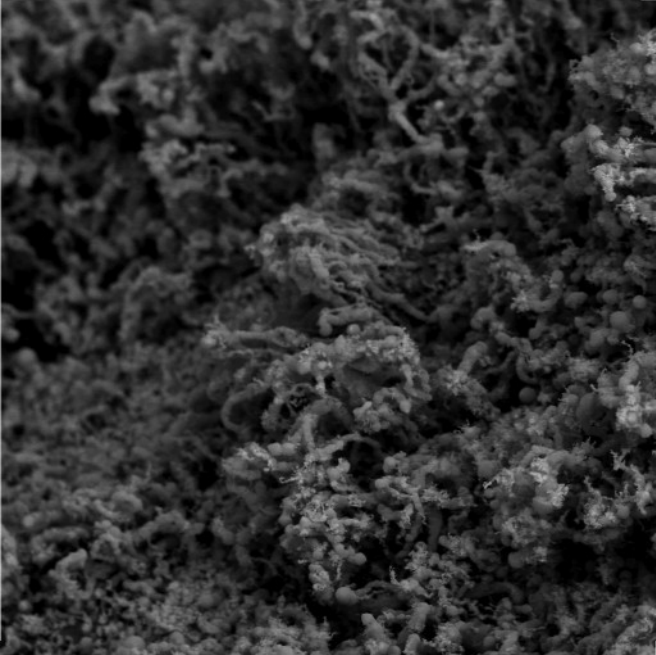


SEM MAG: 978 x
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

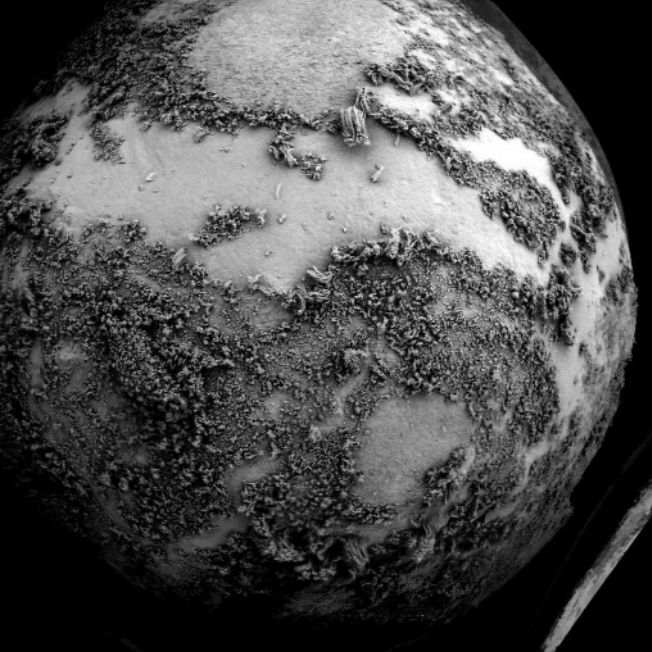


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

100 um

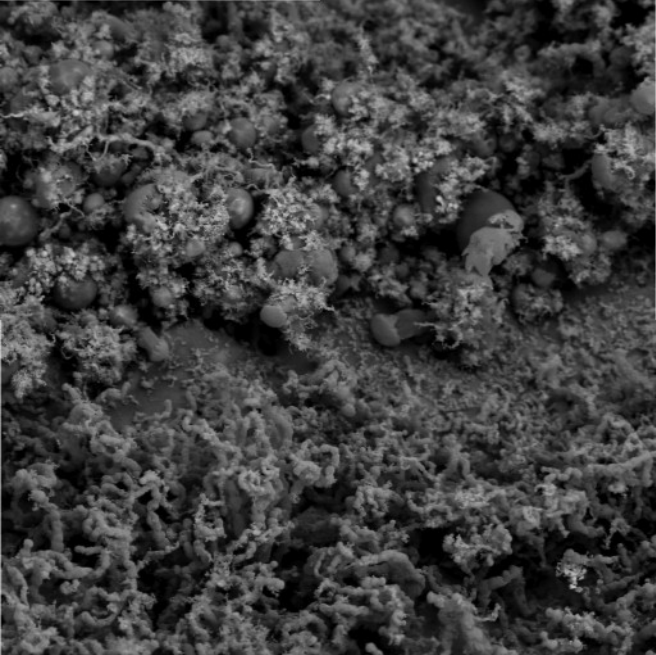
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec

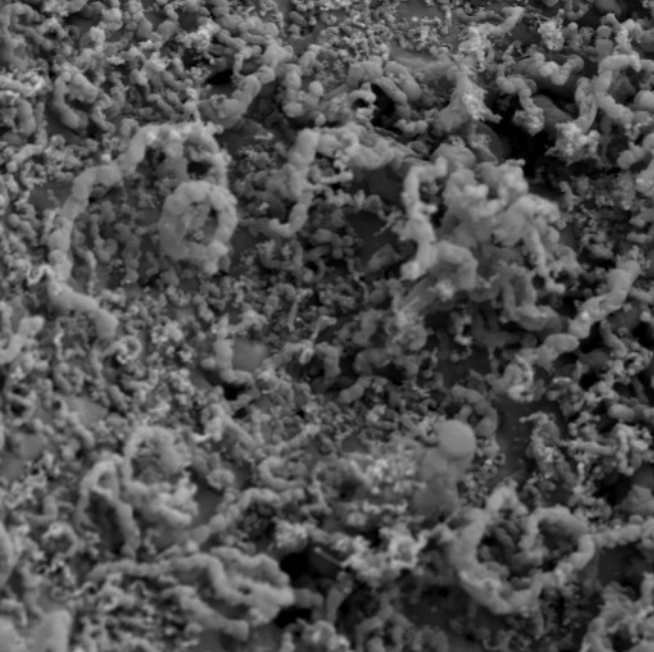


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

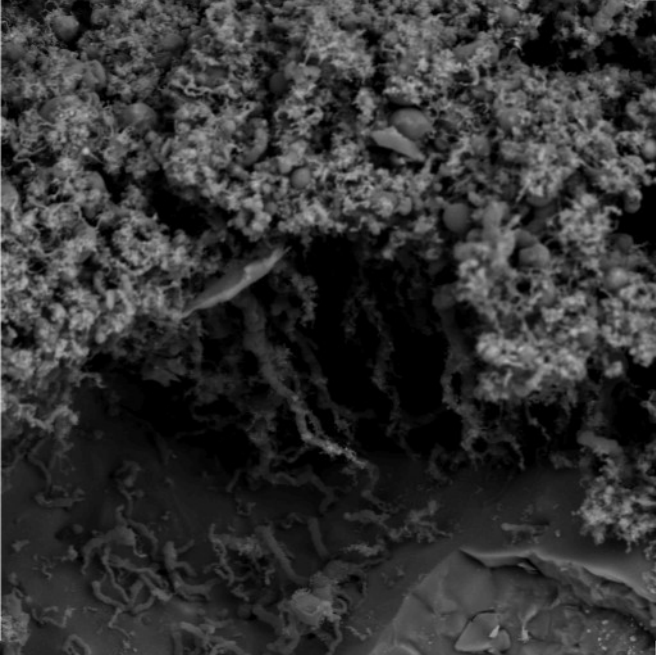


SEM MAG: 2.01 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

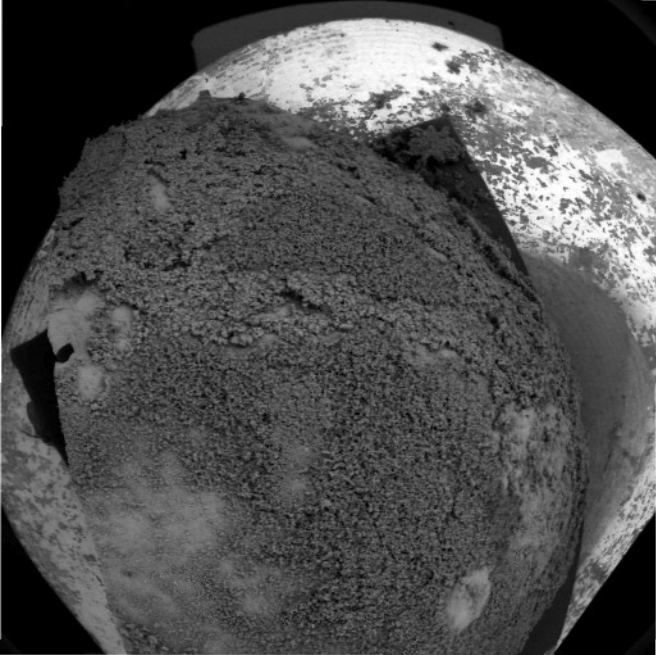
Device: TS5130



100 um

Vega ©Tescan

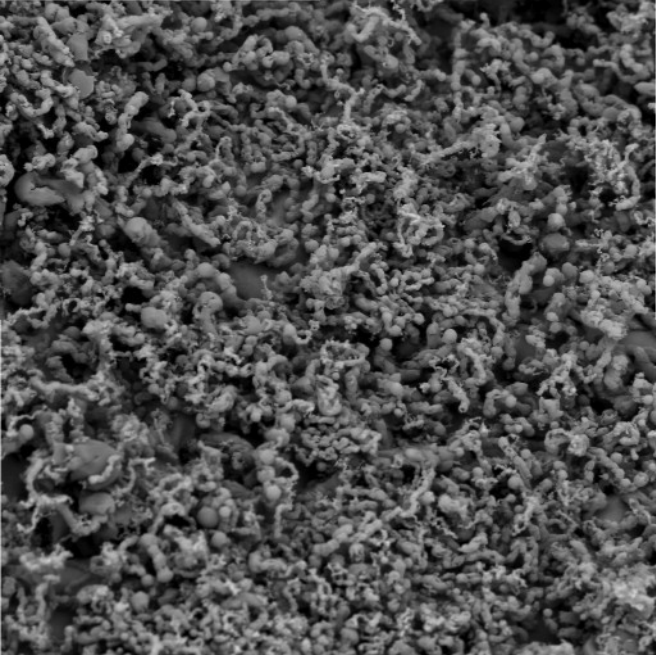
TU Liberec



SEM MAG: —
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

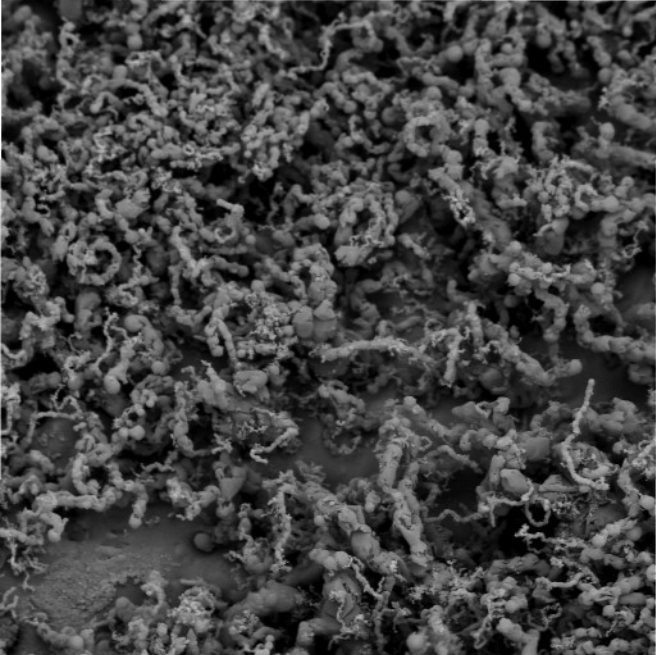
Device: TS5130



100 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 983 x

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

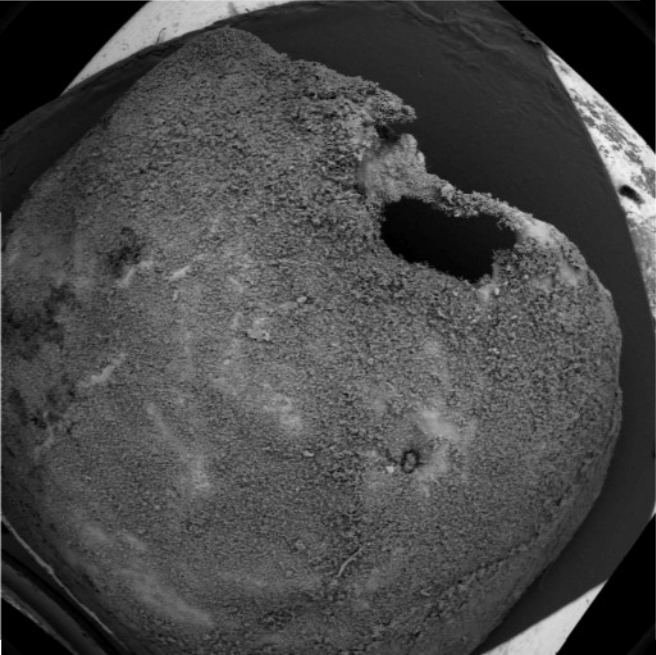
Device: TS5130



100 um

Vega ©Tescan

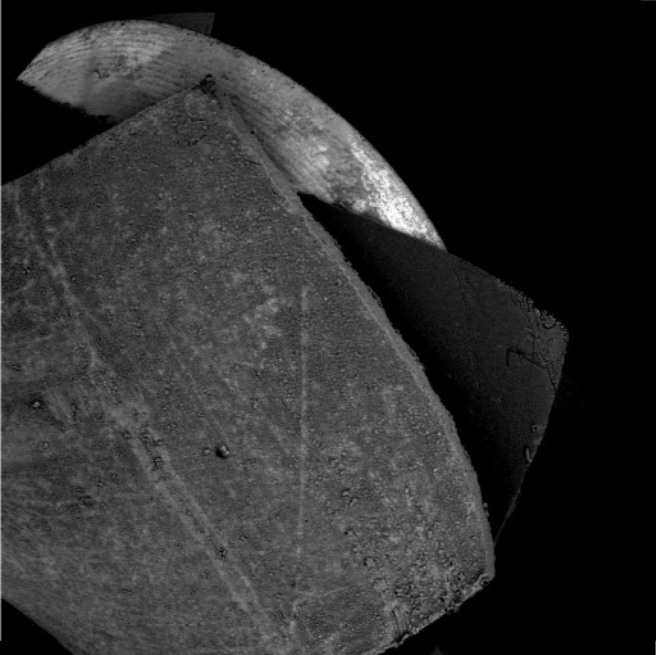
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: —
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

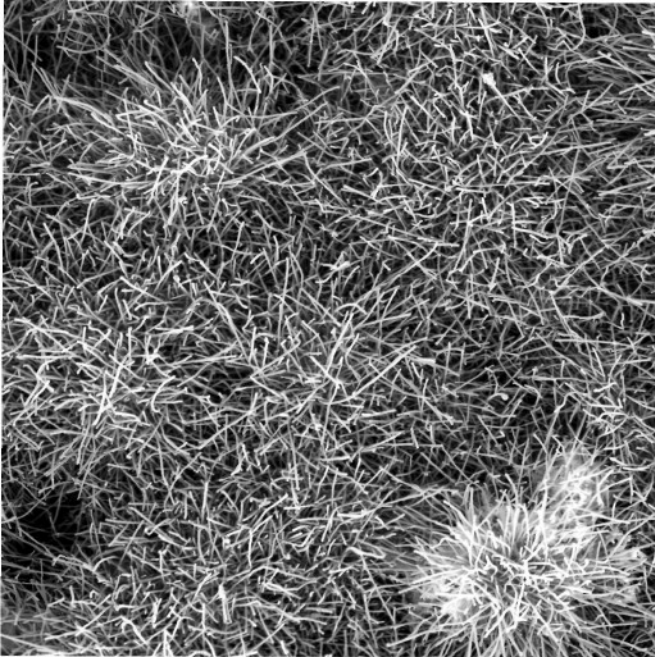
Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 4.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

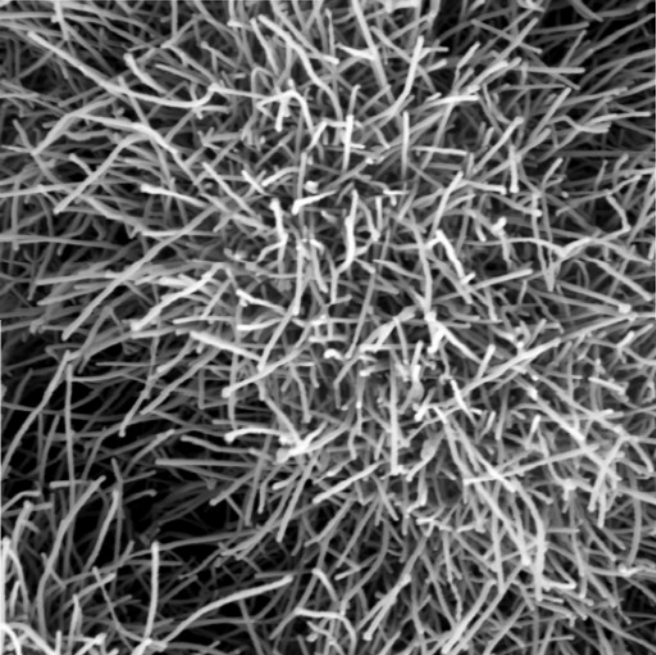
Device: TS5130



20 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

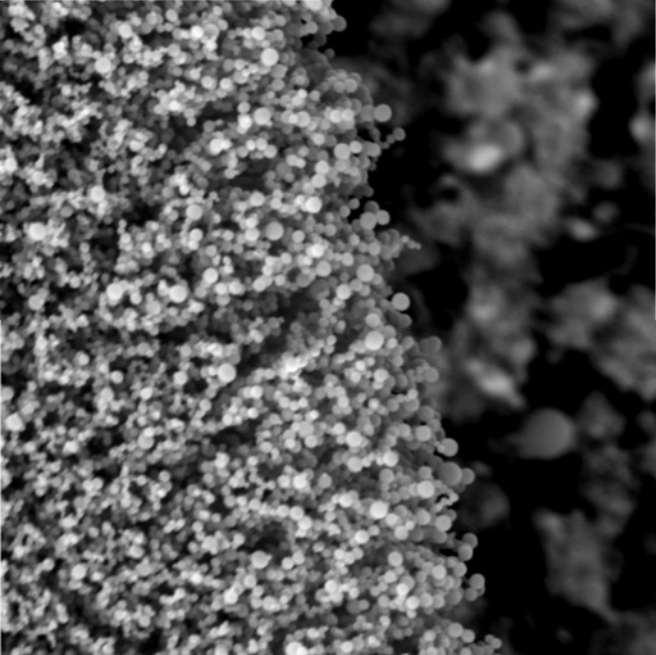
Device: TS5130



10 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

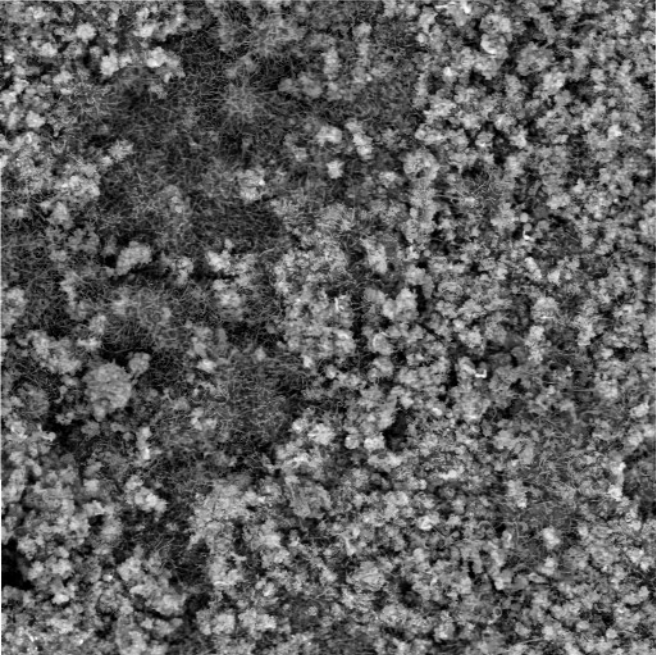
Device: TS5130



10 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

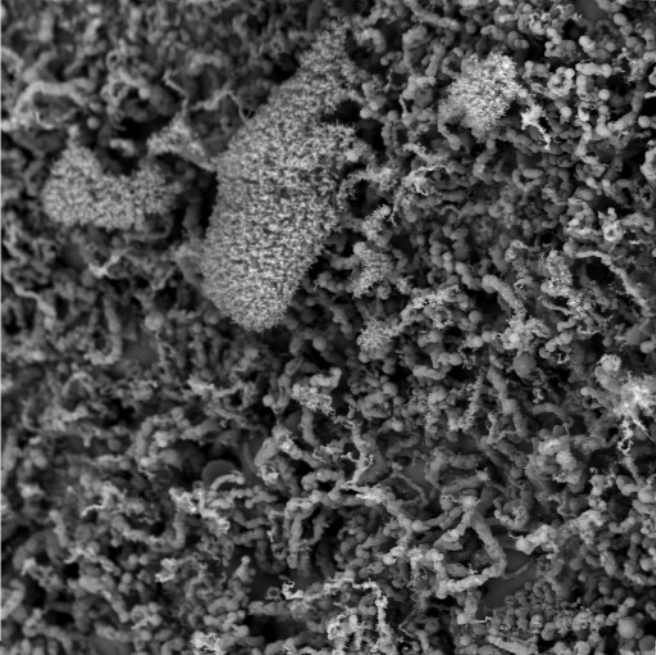
Device: TS5130



50 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

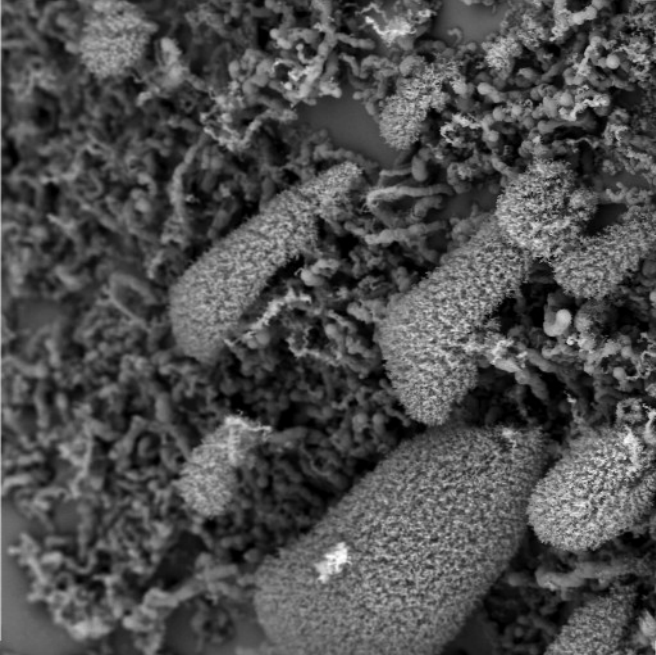


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

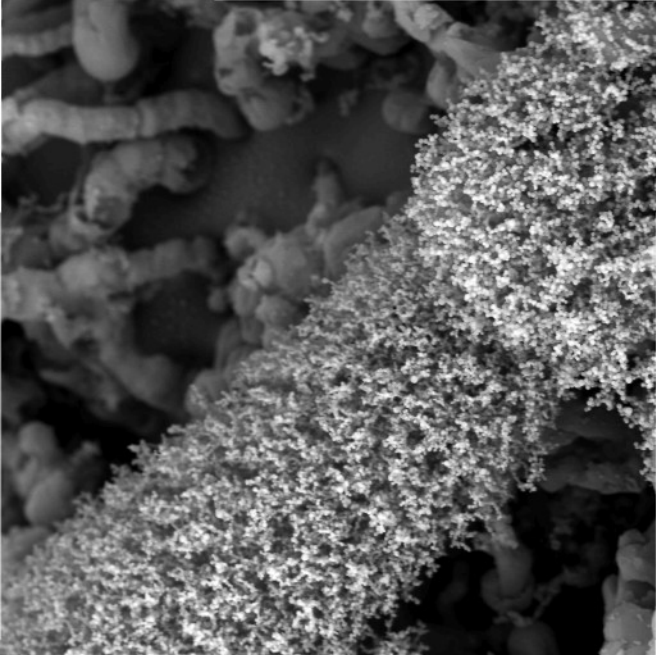


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 4.00 kx

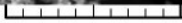
HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/09/09

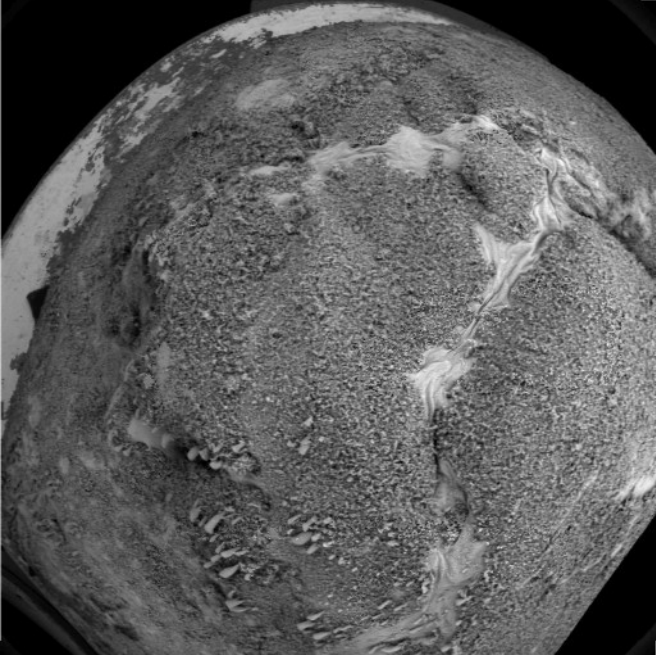
Device: TS5130



20 um

Vega ©Tescan

TU Liberec



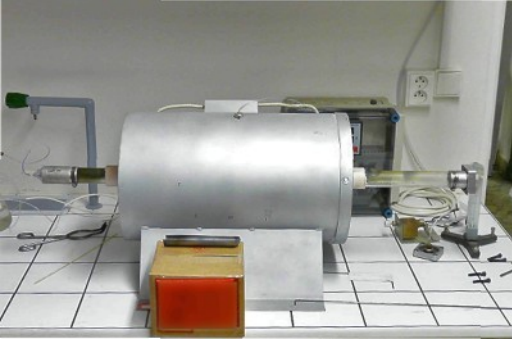
SEM MAG: —
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/09/09
Device: TS5130

Vega ©Tescan
TU Liberec



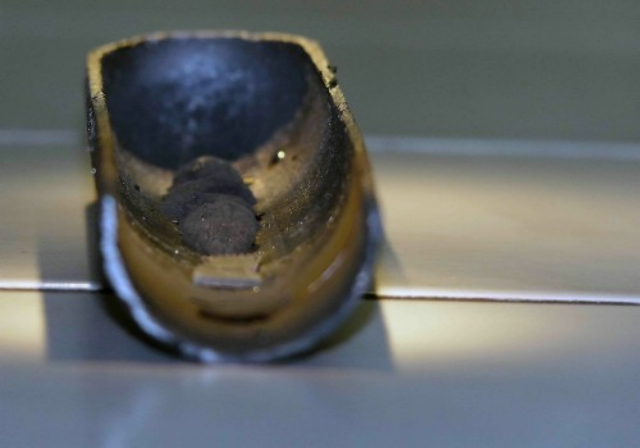




T

side
body





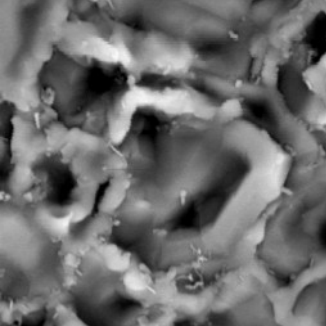










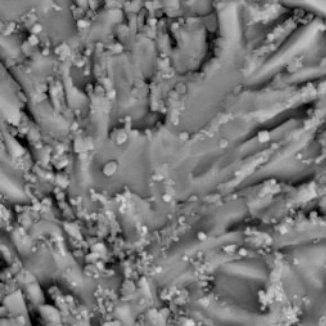


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

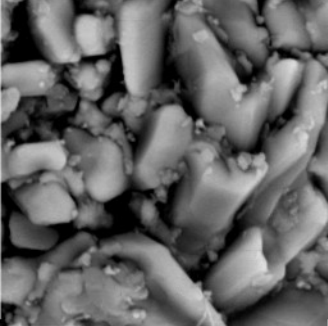


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx

HV: 30.0 kV

WAC: HVAc

DET: BE Detector

DATE: 12/02/09

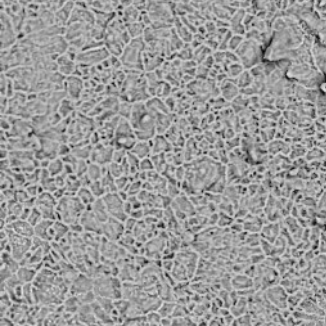
Device: TS5130



5 um

Vega @Tescan

TU Liberec

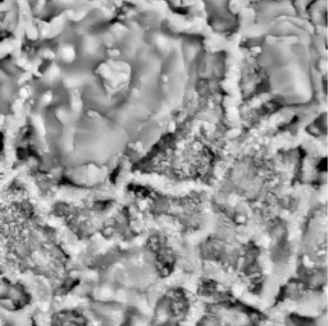


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

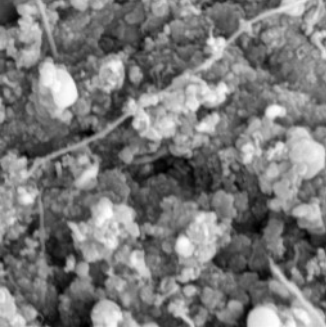


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: T85130

10 um

Vega@Tescan
TU Liberec

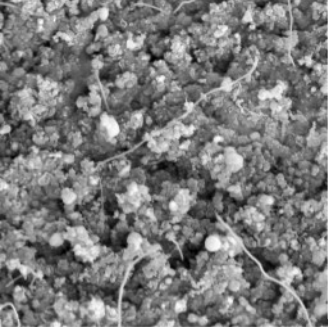


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

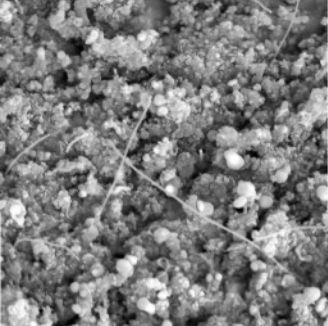


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TBS130

10 um

Vega-6 TESCAN
TU LIBRARY

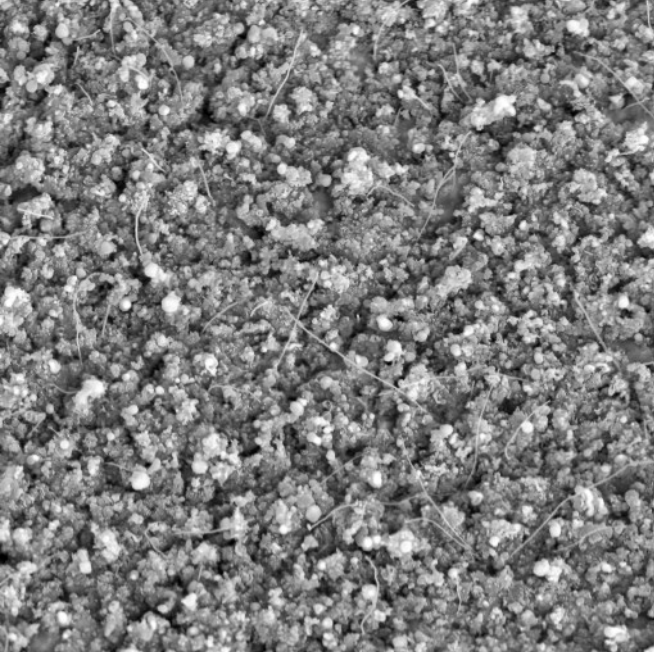


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TBS130

10 um

Vega-3 TESCAN
TU LIBREC

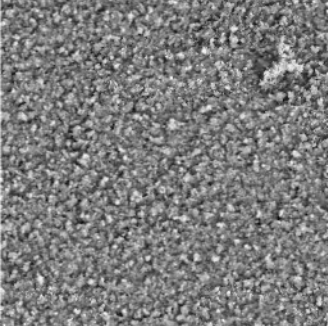


SEM MAG: 4.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TS5130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

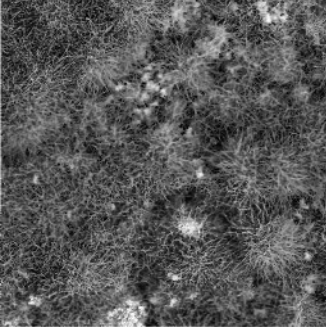


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TS5130

50 um

Vega @Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

WAC: HVac

DET: SE Detector

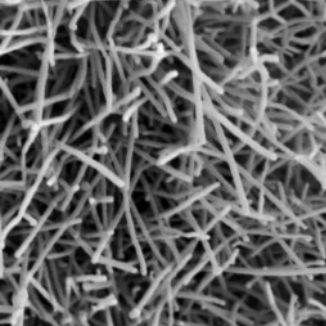
DATE: 12/02/09

Device: TS5130

50 um

Vega ETScan

TU Librec

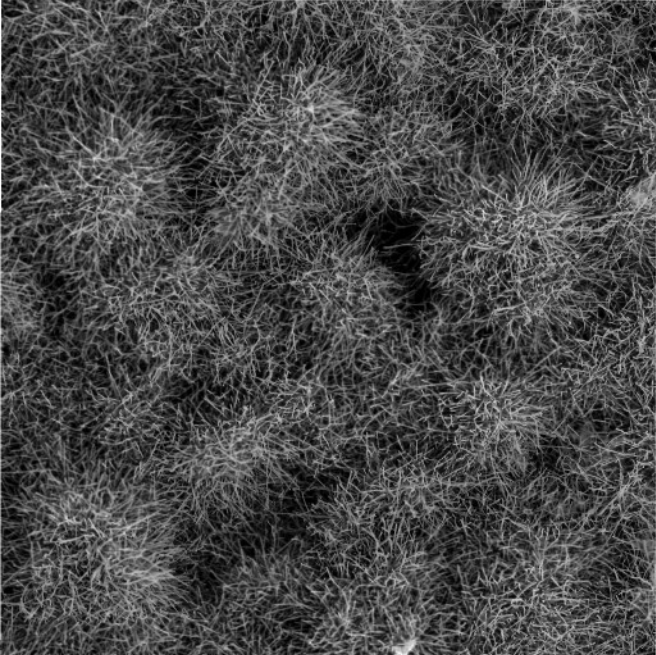


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: T80130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx

HV: 30.0 kV

VAC: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 12/02/09

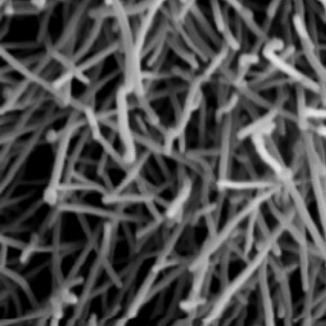
Device: TS5130



50 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

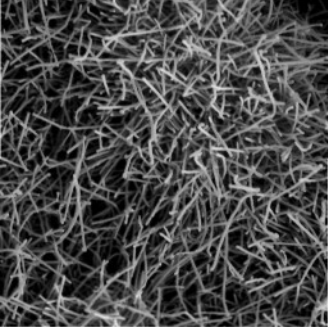


SEM MAG: 15.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TS5130

10 um

Vega ETScan
TU LIBREC

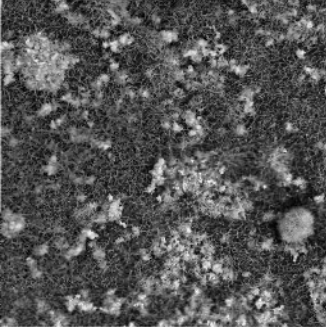


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

WAC: HVAc

DET: SE Detector

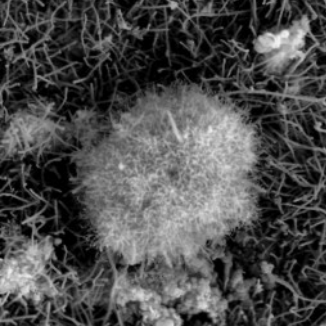
DATE: 12/02/09

Device: TS5130

50 um

Vega ETScan

TU Librec

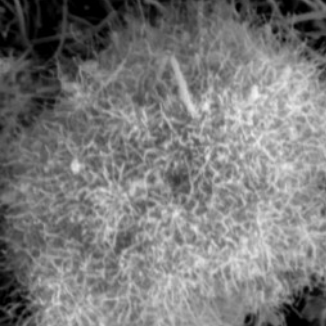


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

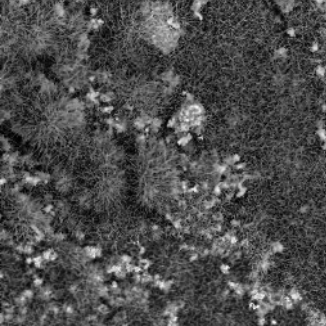


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

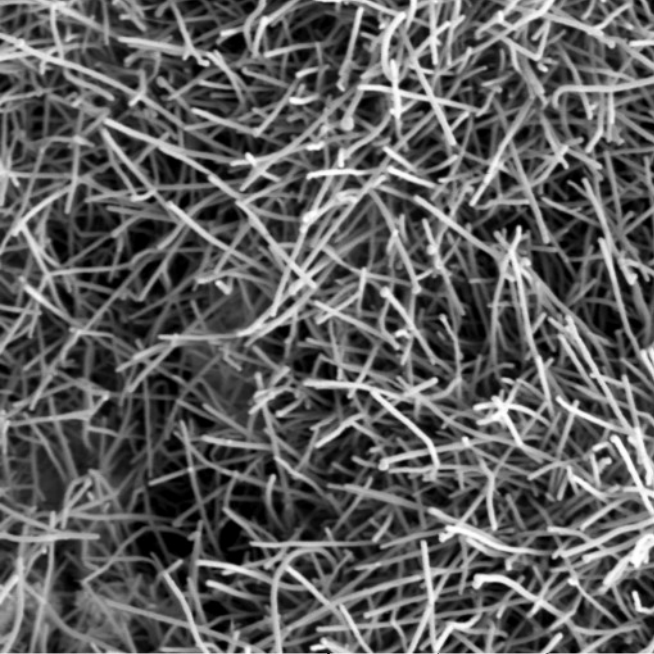


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

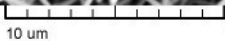
50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

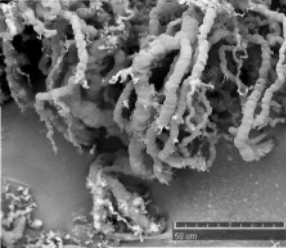


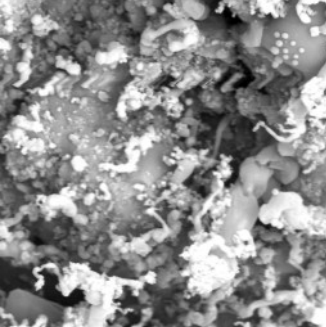
SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TS5130



Vega ©Tescan
TU Liberec



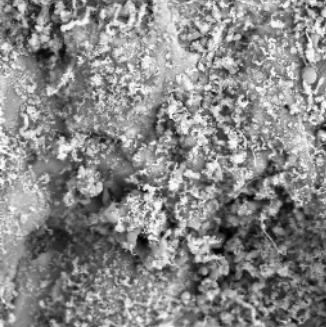


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

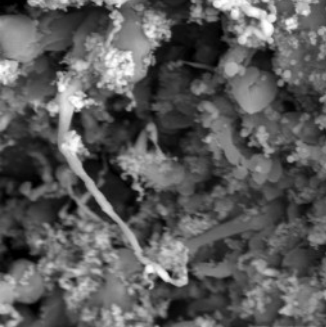


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

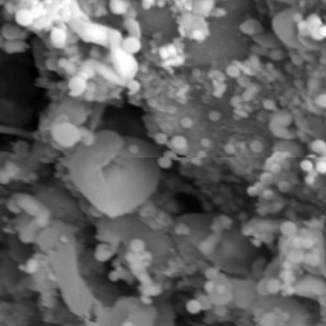


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

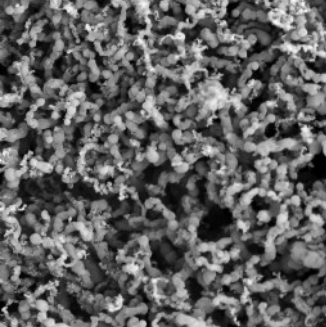


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

5 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

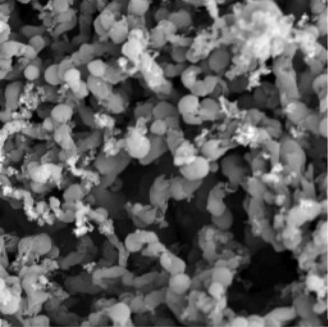


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

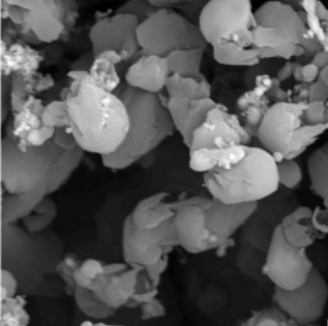


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TBS130

20 um

Vega-6 TESCAN
TU LIBRARY

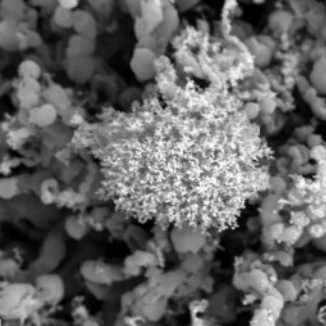


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVar

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 12/02/09
Device: TB5130

20 um

Vega@Tescan
TU Liberec

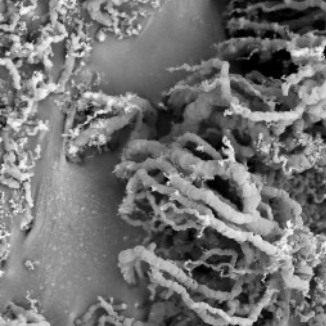


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

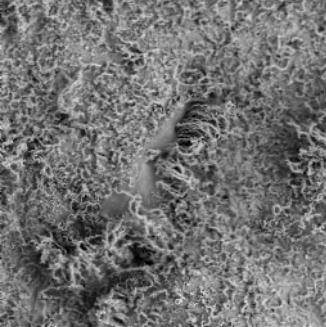


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



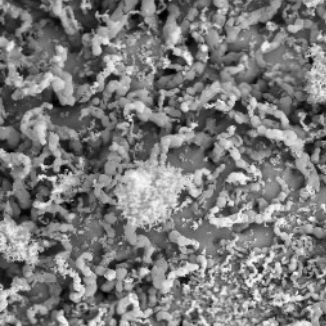
SEM MAG: 200x
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130



200 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 12/03/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

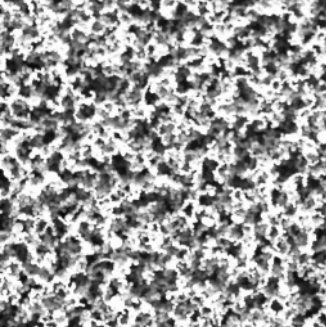


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WFO: HVVar

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS0130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAc

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS5130

10 um

Vega @Tescan
TU Liberec

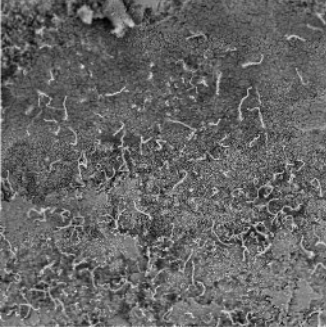


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/03/10
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 200x

HV: 30.0 kV

WAC: HVAc

DET: BE Detector

DATE: 03/03/10

Device: TS5130

200 um

Vega @Tascan

TU Libeck

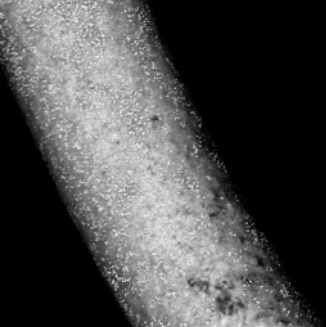


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



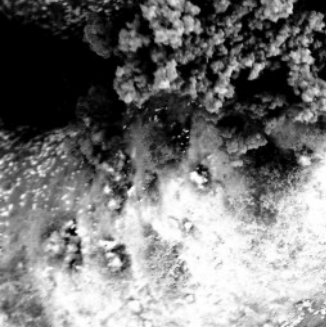
SEM MAG: 500x
HV: 30.0 kV
VAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS0130



100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

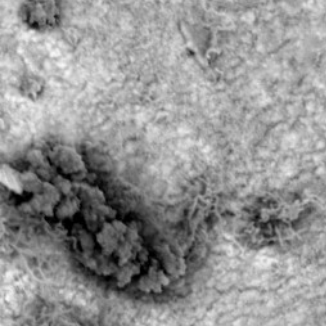


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

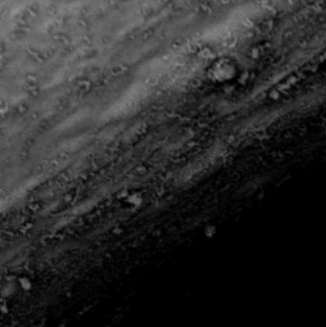


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS0130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

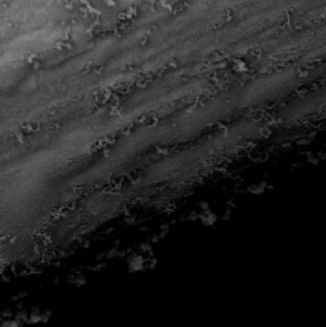


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

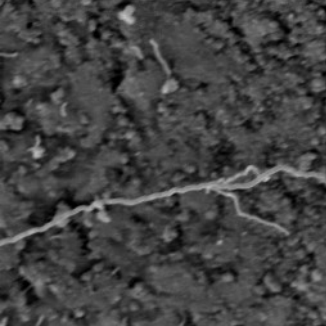


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS0130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 2.00 kx

HV: 30.0 kV

WFO: HVAs

DET: BE Detector

DATE: 03/31/10

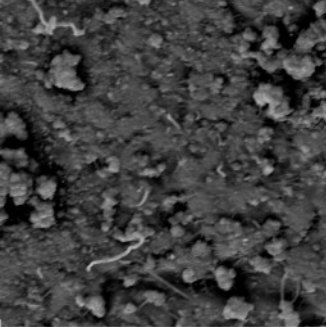
Device: TS0130



20 um

Vega ©Tescan

TU Liberec

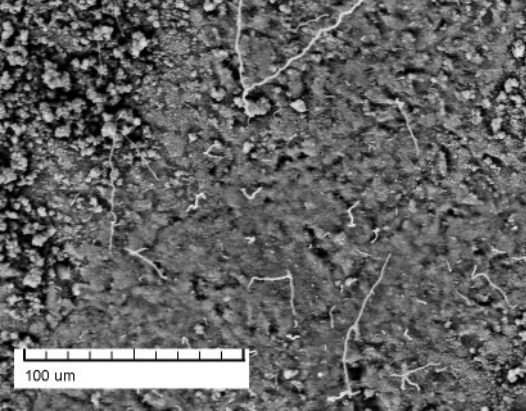


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TB5130

20 um

Vega@Tescan
TU Liberec



100 um

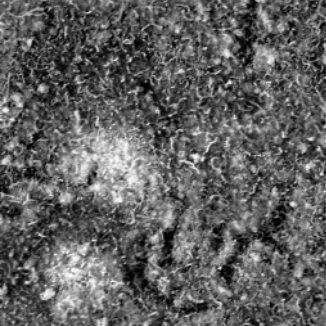


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS5130

100 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 1.00 kx

HV: 30.0 kV

WAO: HiVac

DET: BE Detector

DATE: 03/31/10

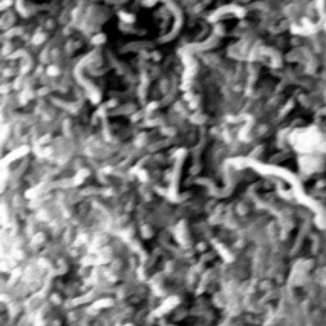
Device: TS0130



50 um

Vega ©Tescan

TU/Leibniz

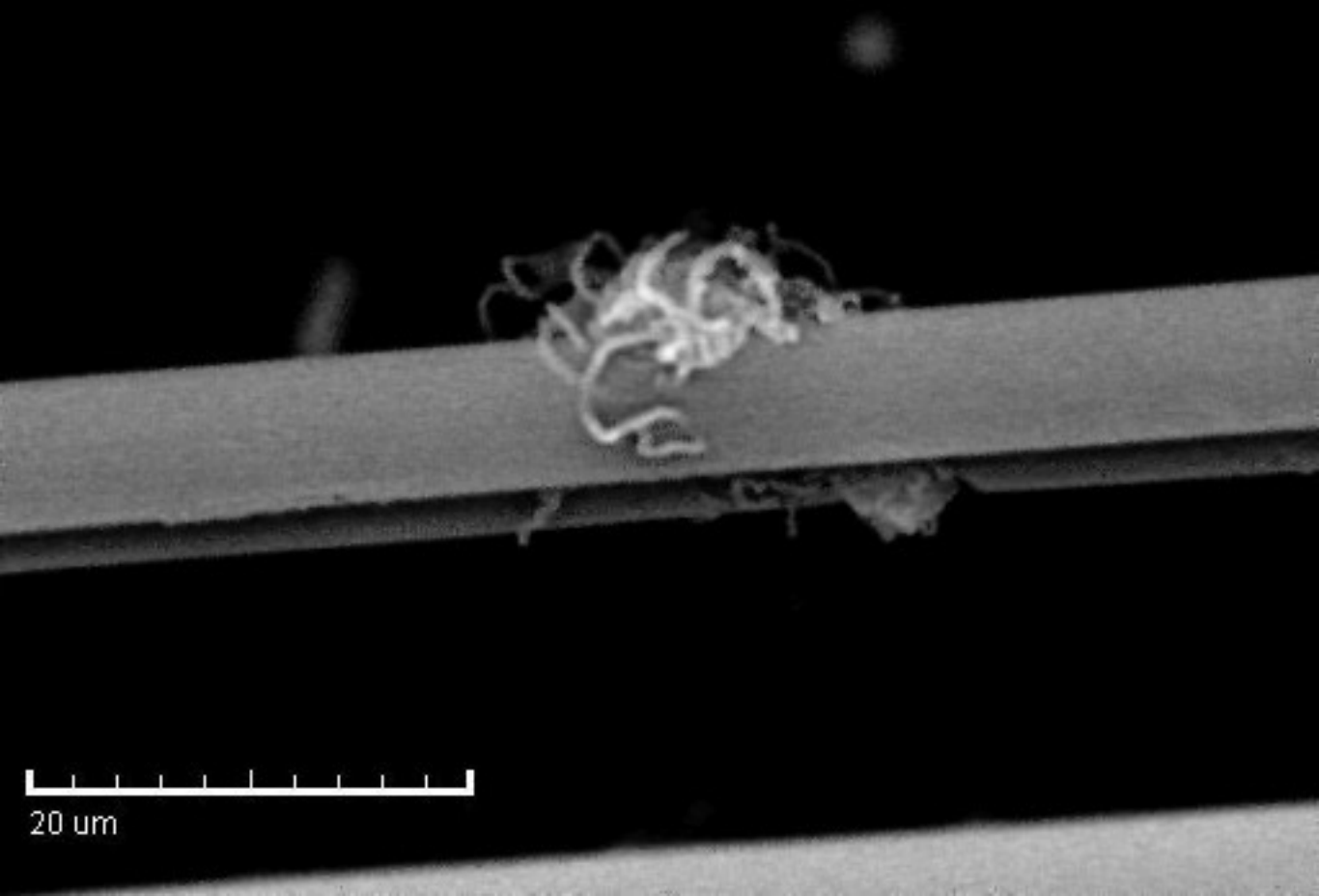


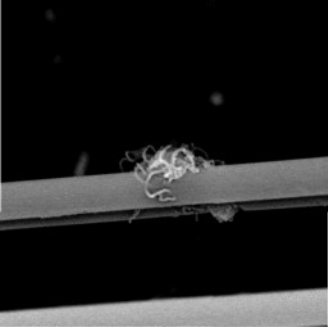
SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS0130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



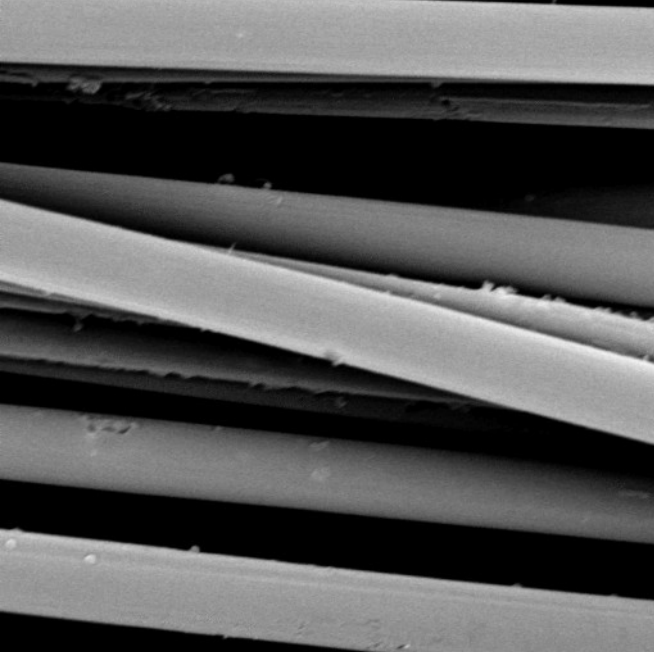


SEM MAG: 2.50 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS5130

20 um

Vega ETScan
TU Libeck

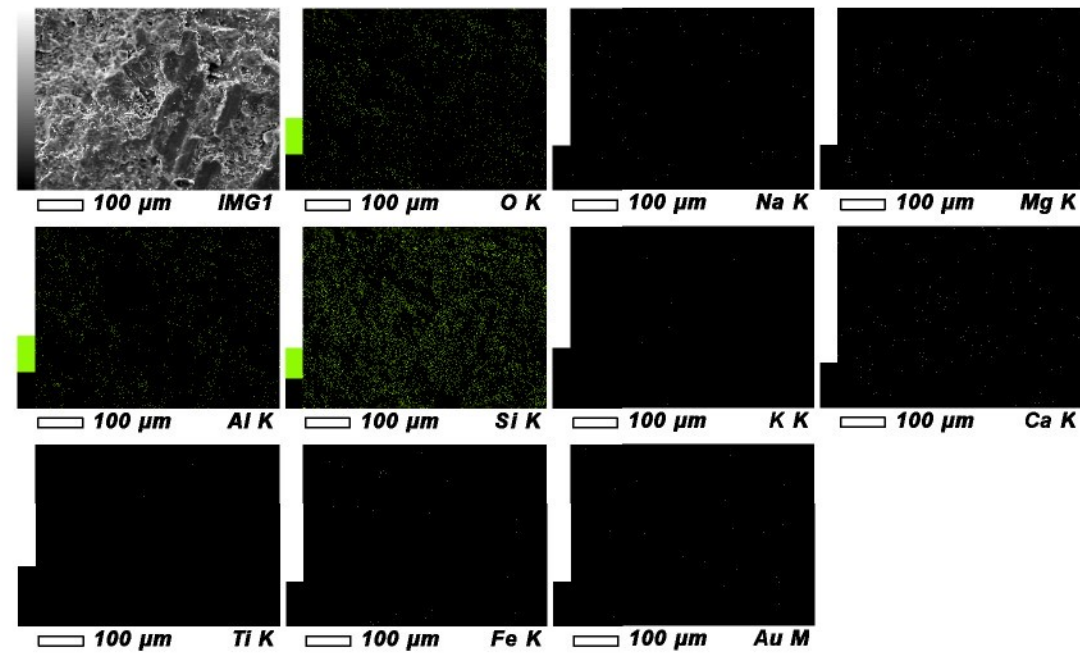


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 03/31/10
Device: TS5130

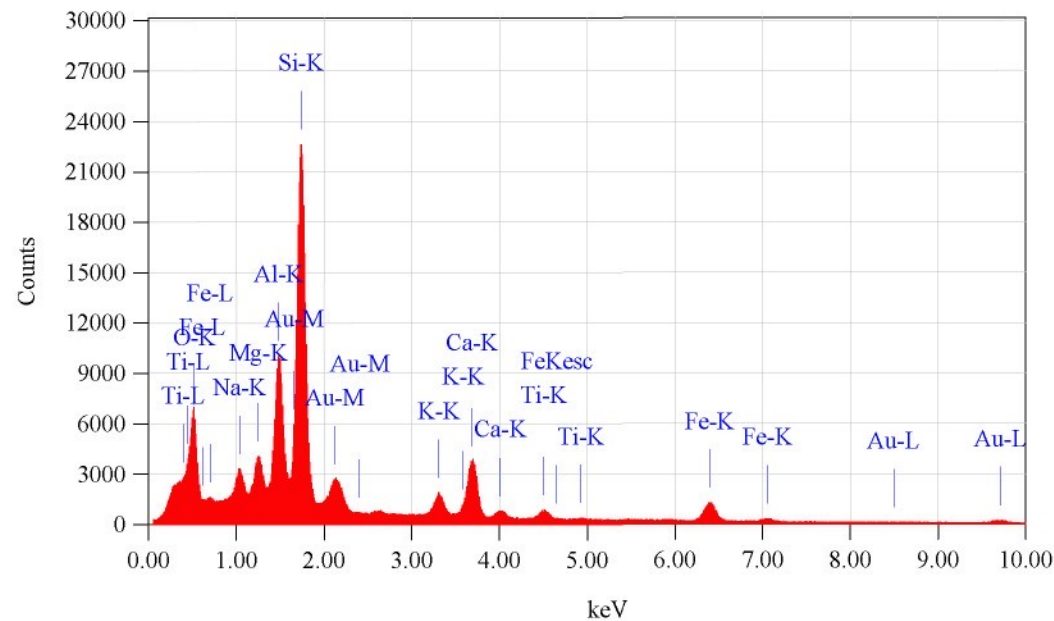
20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



Date : 10/28/2009
Resolution : 1024 x 768

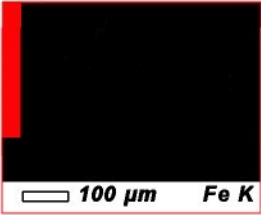
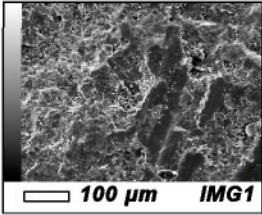
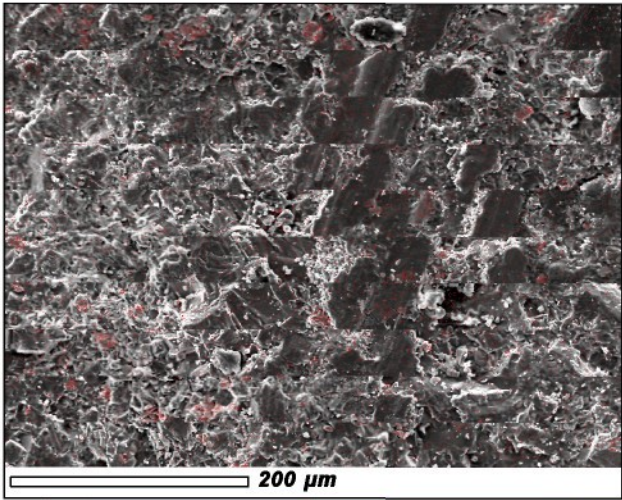
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 250
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 373.96 sec
Dead Time : 4 %
Counting Rate: 3360 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

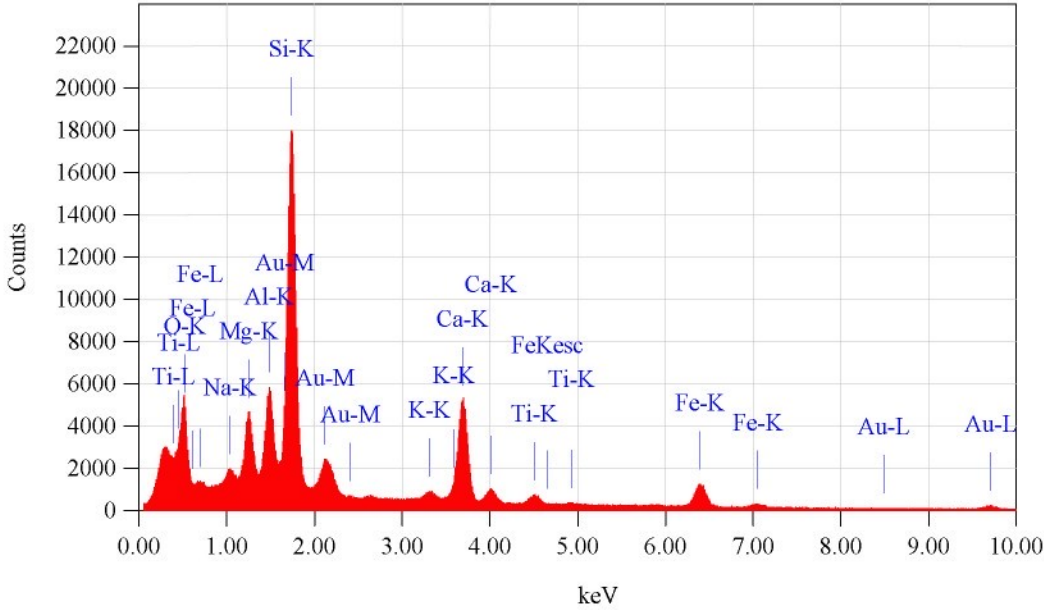
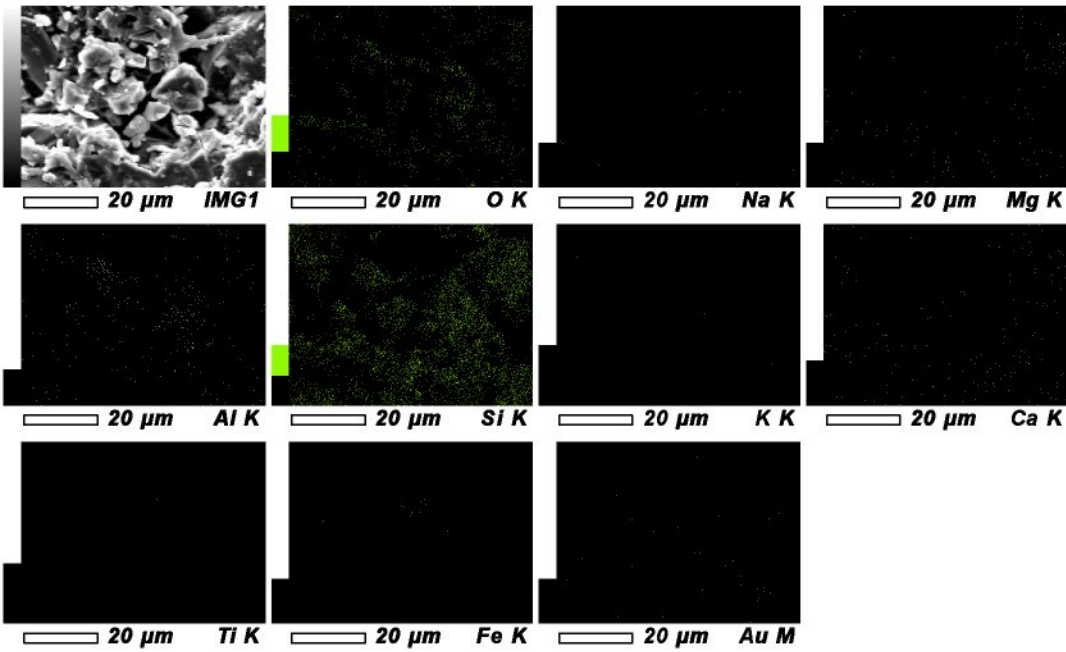
Date : 10/28/2009
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 250
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Date : 10/28/2009
Resolution : 1024 x 768

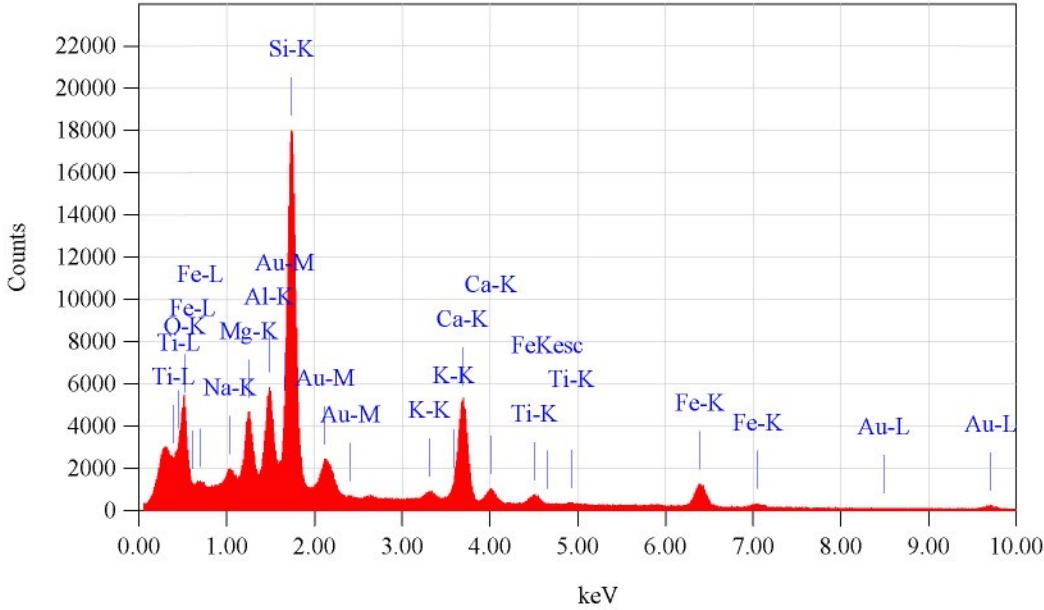
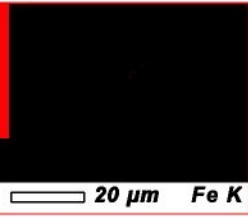
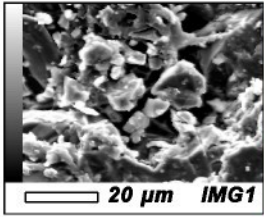
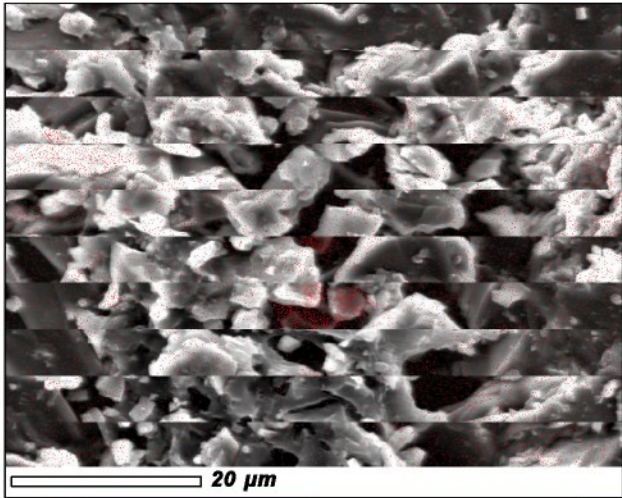
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 2,000
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.08 sec
Live Time : 376.92 sec
Dead Time : 4 %
Counting Rate: 2923 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 10/28/2009
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 2,000
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.08 sec
Live Time : 376.92 sec
Dead Time : 4 %
Counting Rate: 2923 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

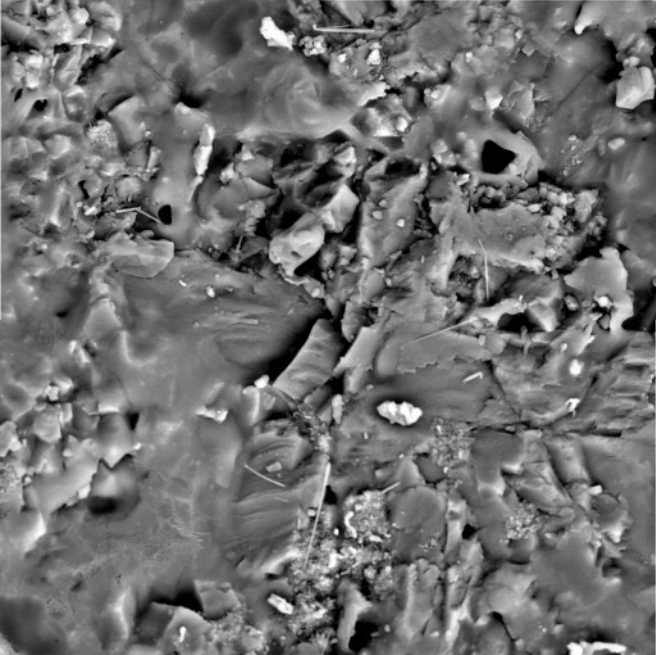


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TS0130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

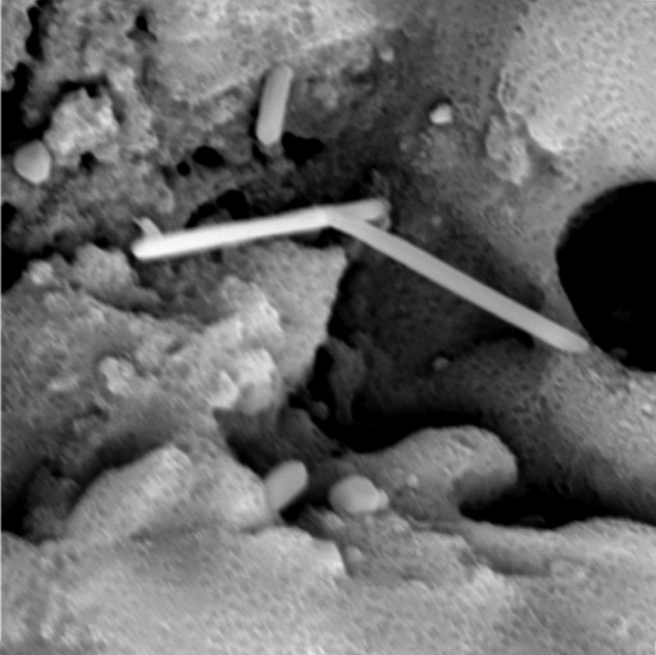


SEM MAG: 2.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TS5130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



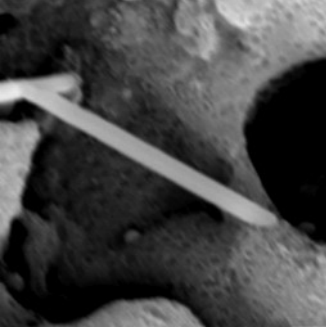
SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HiVac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TS5130

5 um



Vega ©Tescan
TU Liberec

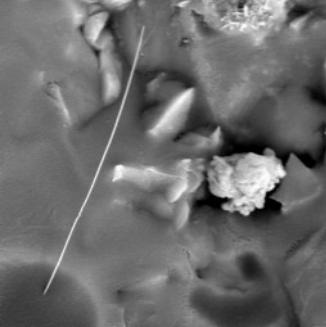


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

20 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

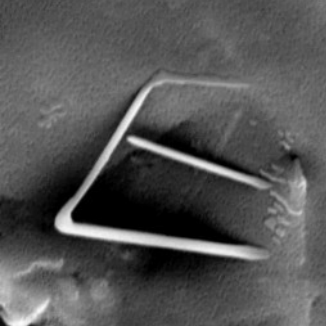


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

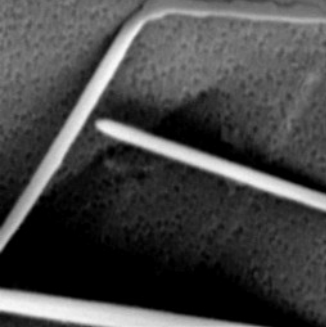


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

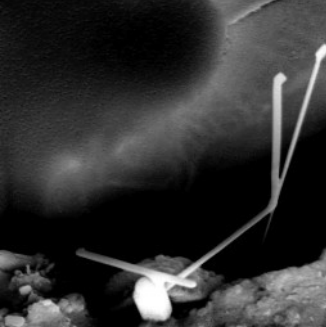


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TS0130

2 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

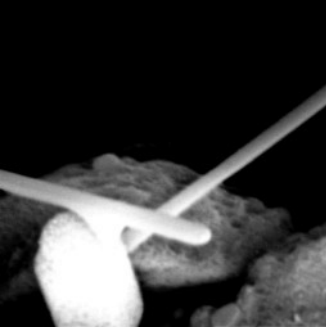


SEM MAG: 7.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec



SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

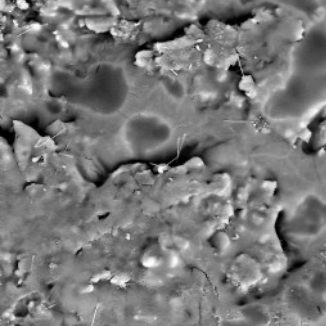


SEM MAG: 20.02 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

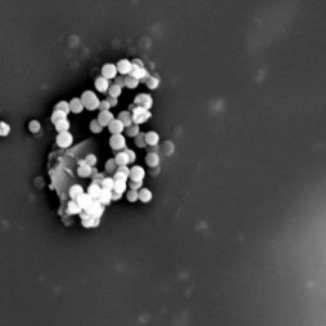


SEM MAG: 1.00 kx
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

50 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

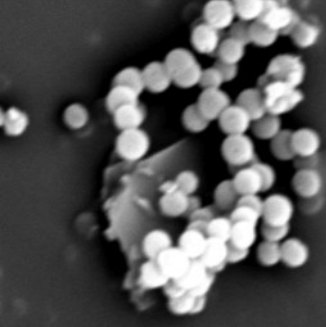


SEM MAG: 10.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TS0130



Vega ©Tescan
TU Liberec

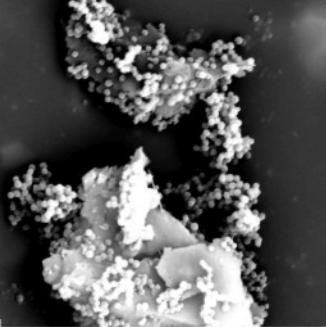


SEM MAG: 20.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV Vac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

2 μ m

Vega ©Tescan
TU Liberec

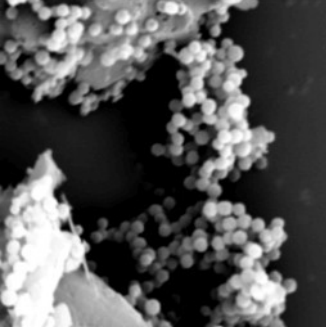


SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HV/ac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TB5130

10 um

Vega@Tescan
TU Libera

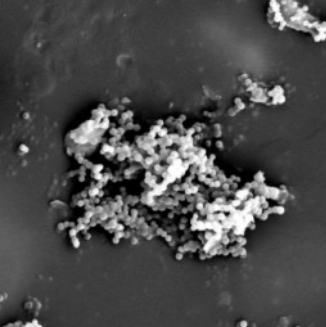


SEM MAO: 10.00 kv
HV: 30.0 kV
VAC: HVVac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130



Vega ©Tescan
TU Liberec

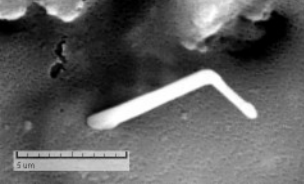


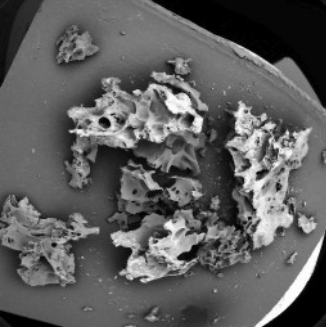
SEM MAG: 5.00 kx
HV: 30.0 kV
VAC: HVac

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

10 um

Vega ©Tescan
TU Liberec

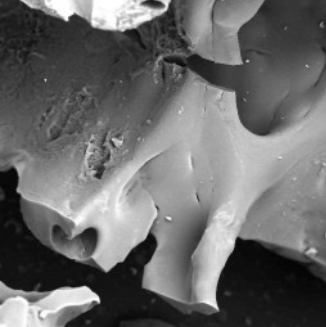




SEM MAG: ---
HV: 30.0 kV
WAC: HVas

DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

Vega ©Tescan
TU Liberec



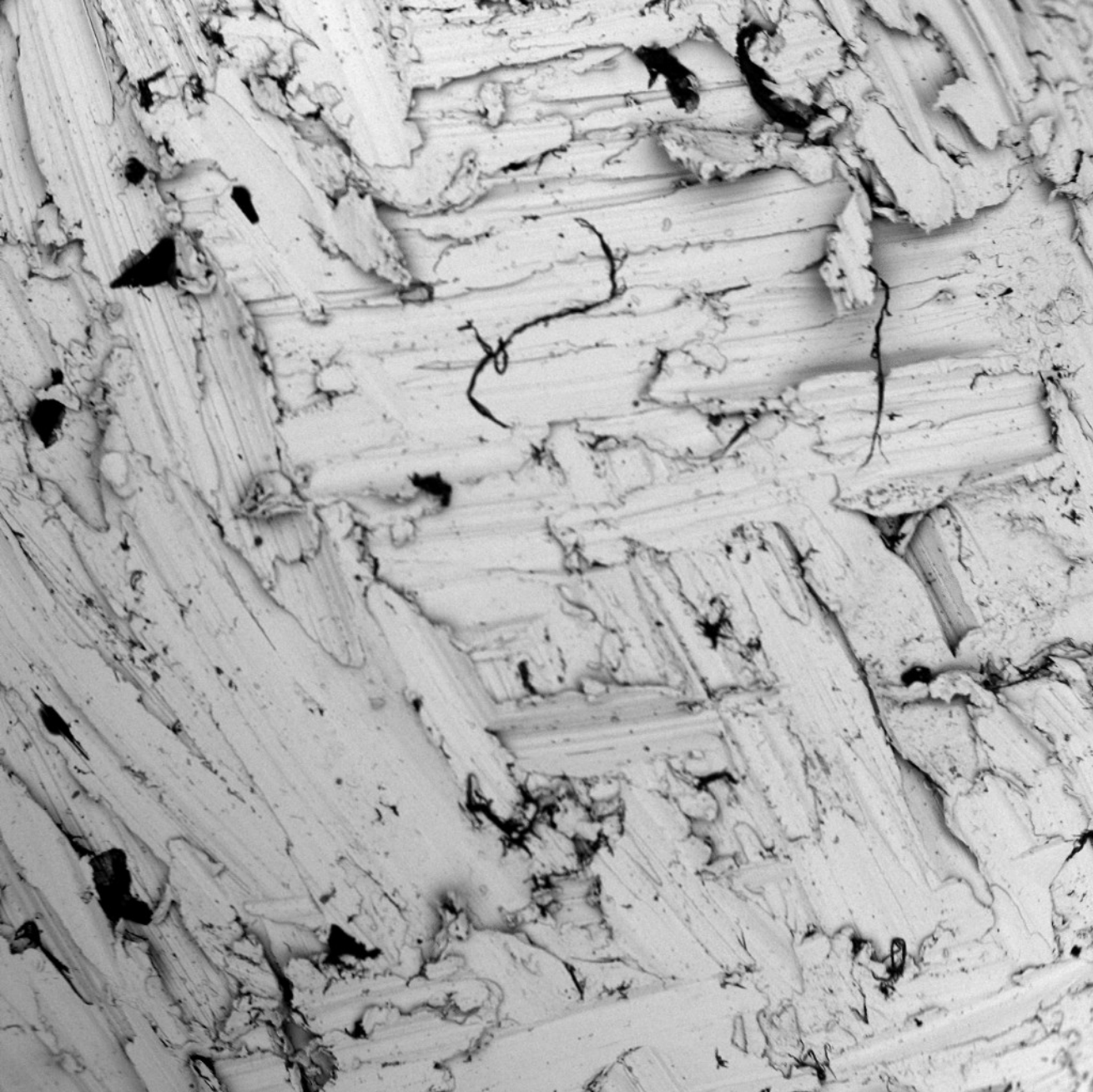
SEM MAG: 200x
HV: 30.0 kV
WAC: HVAs

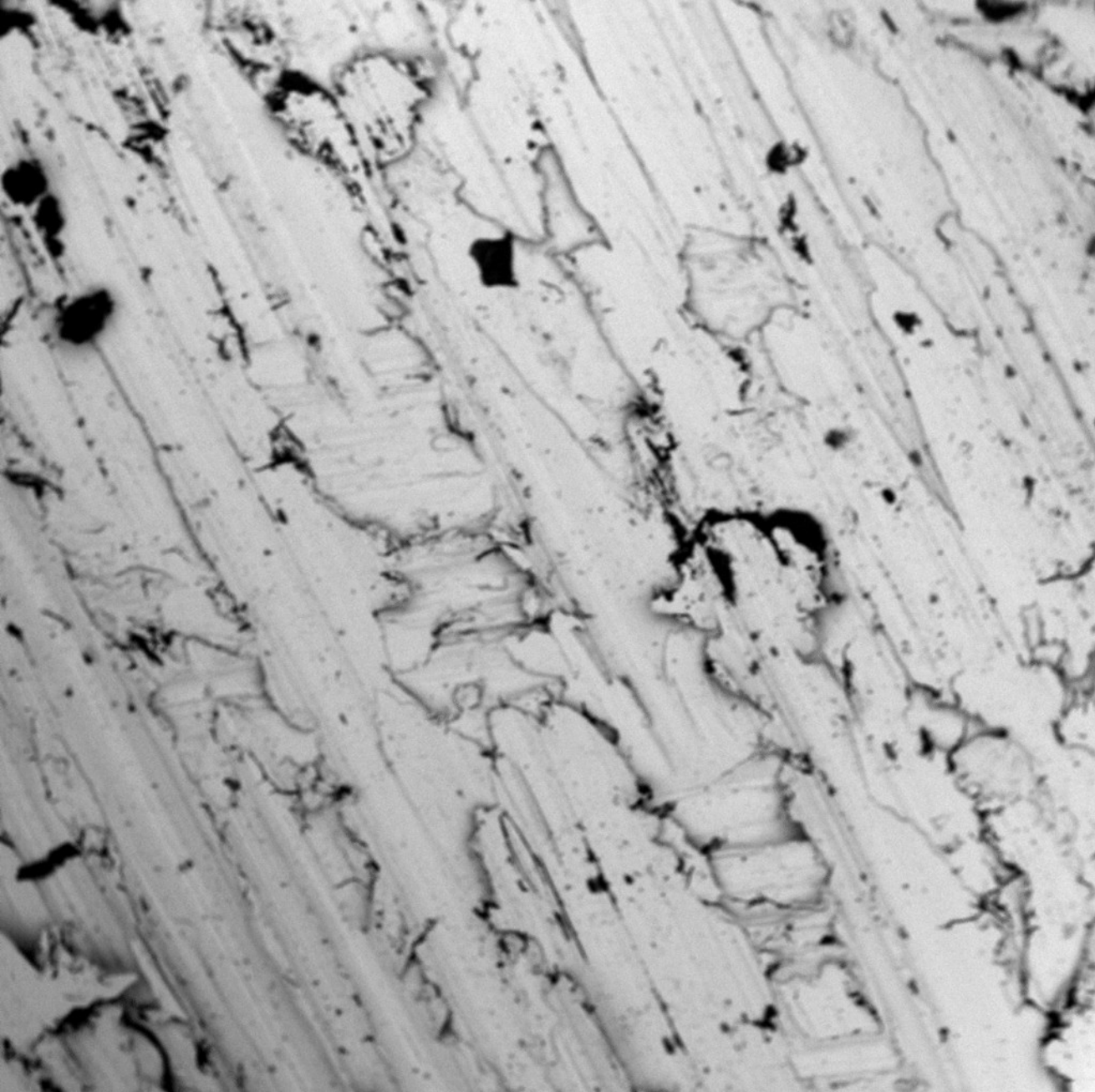
DET: BE Detector
DATE: 10/21/09
Device: TSD130

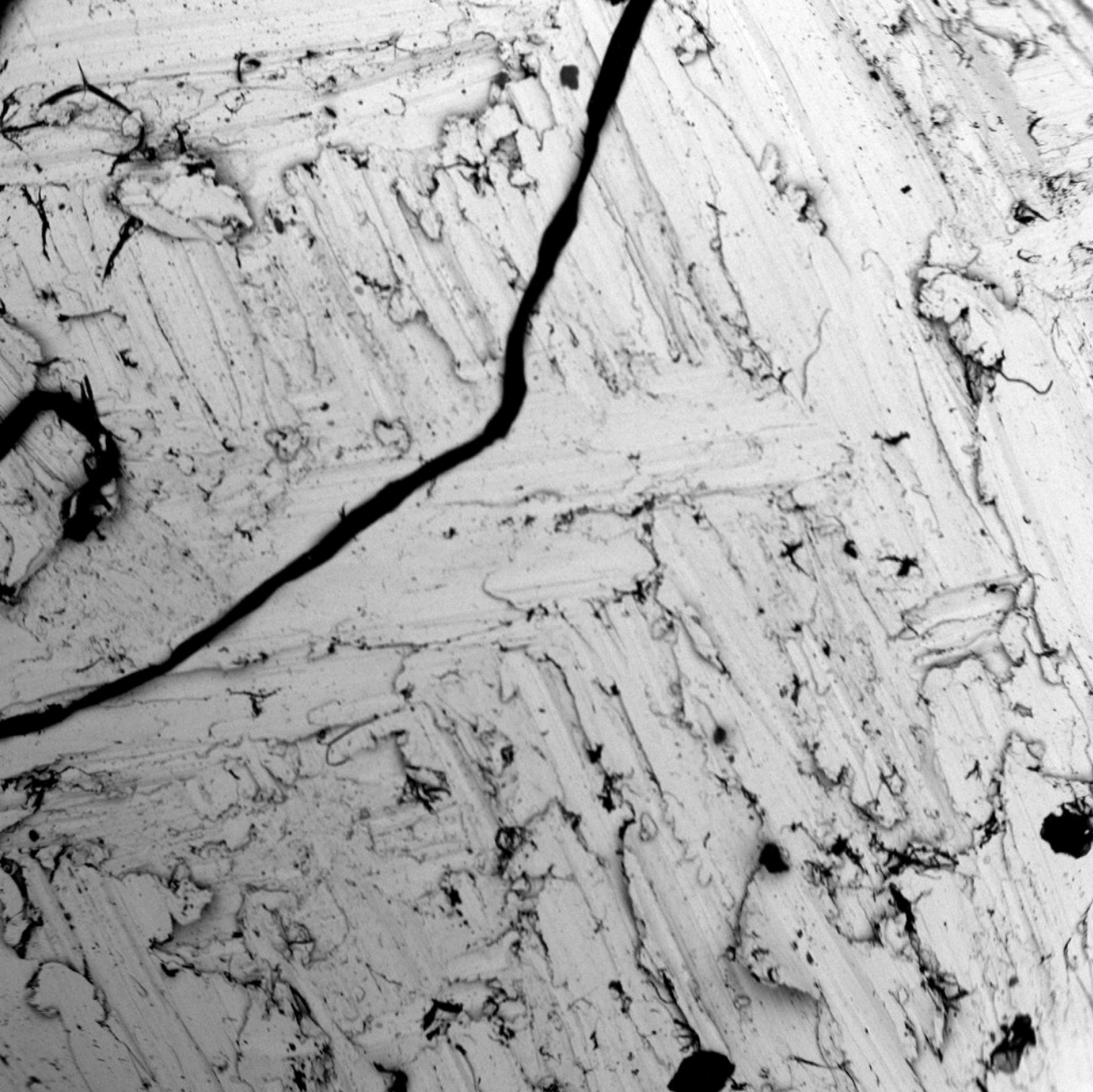


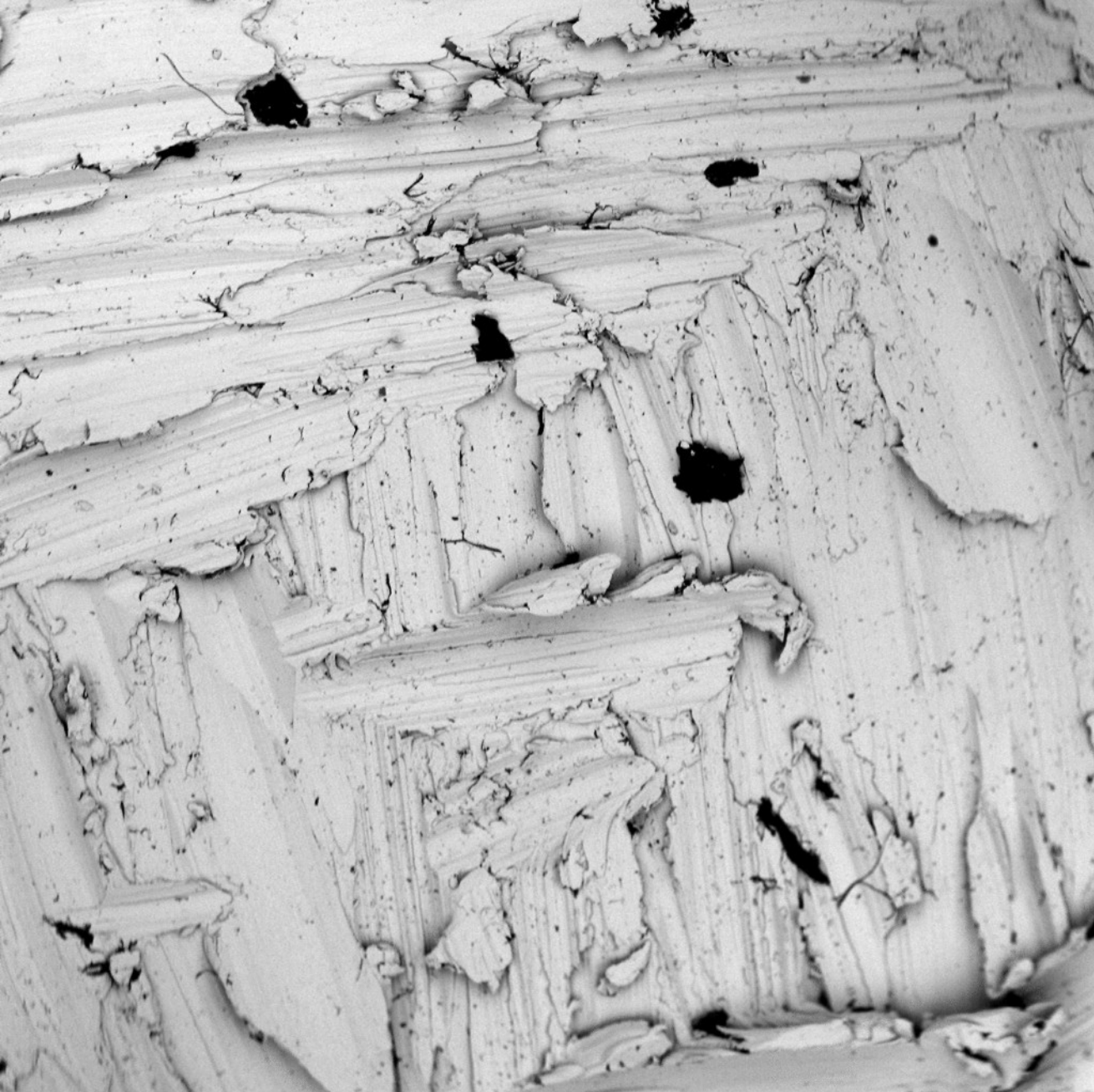
200 um

Vega ©Tescan
TU Liberec







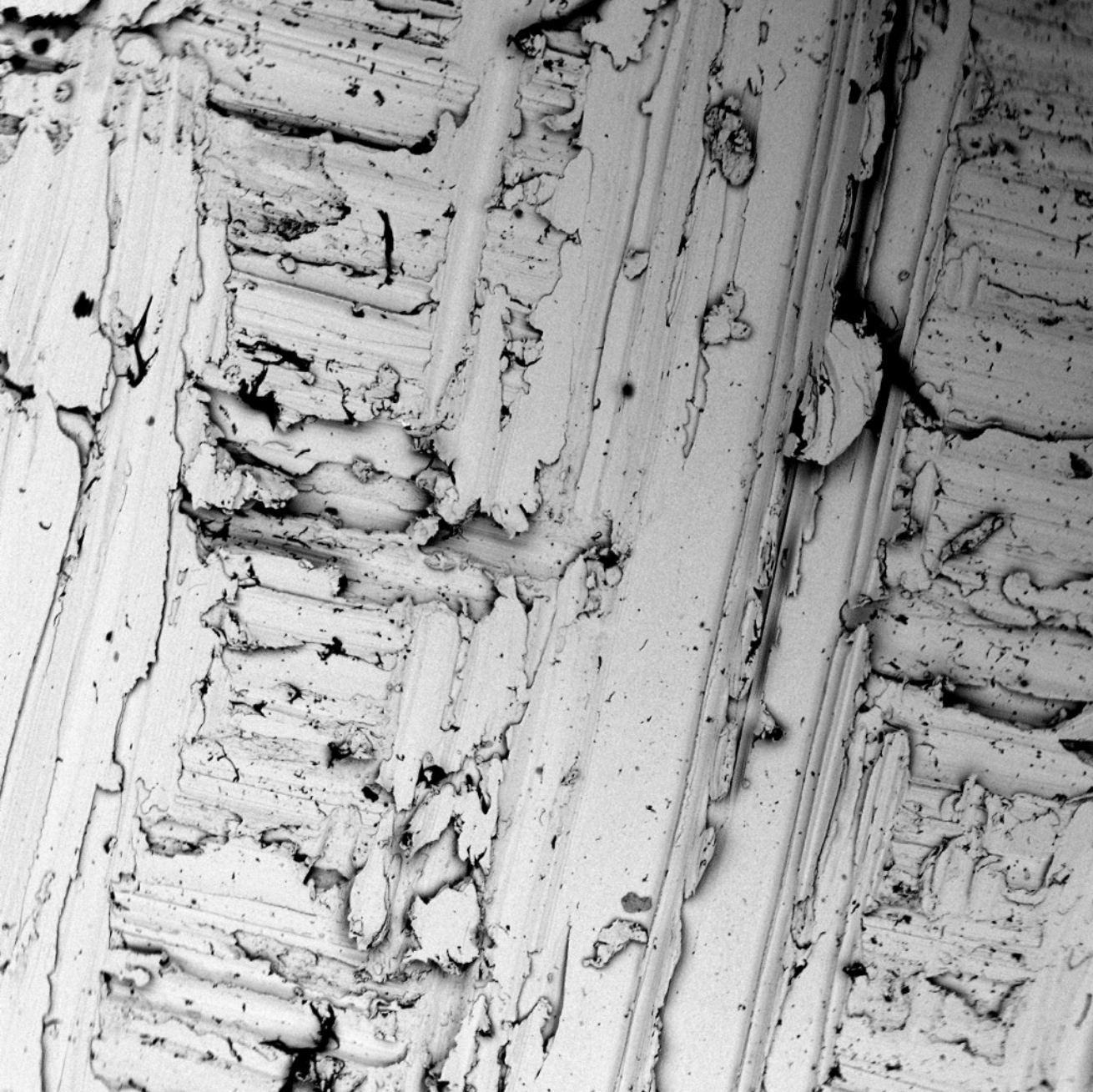


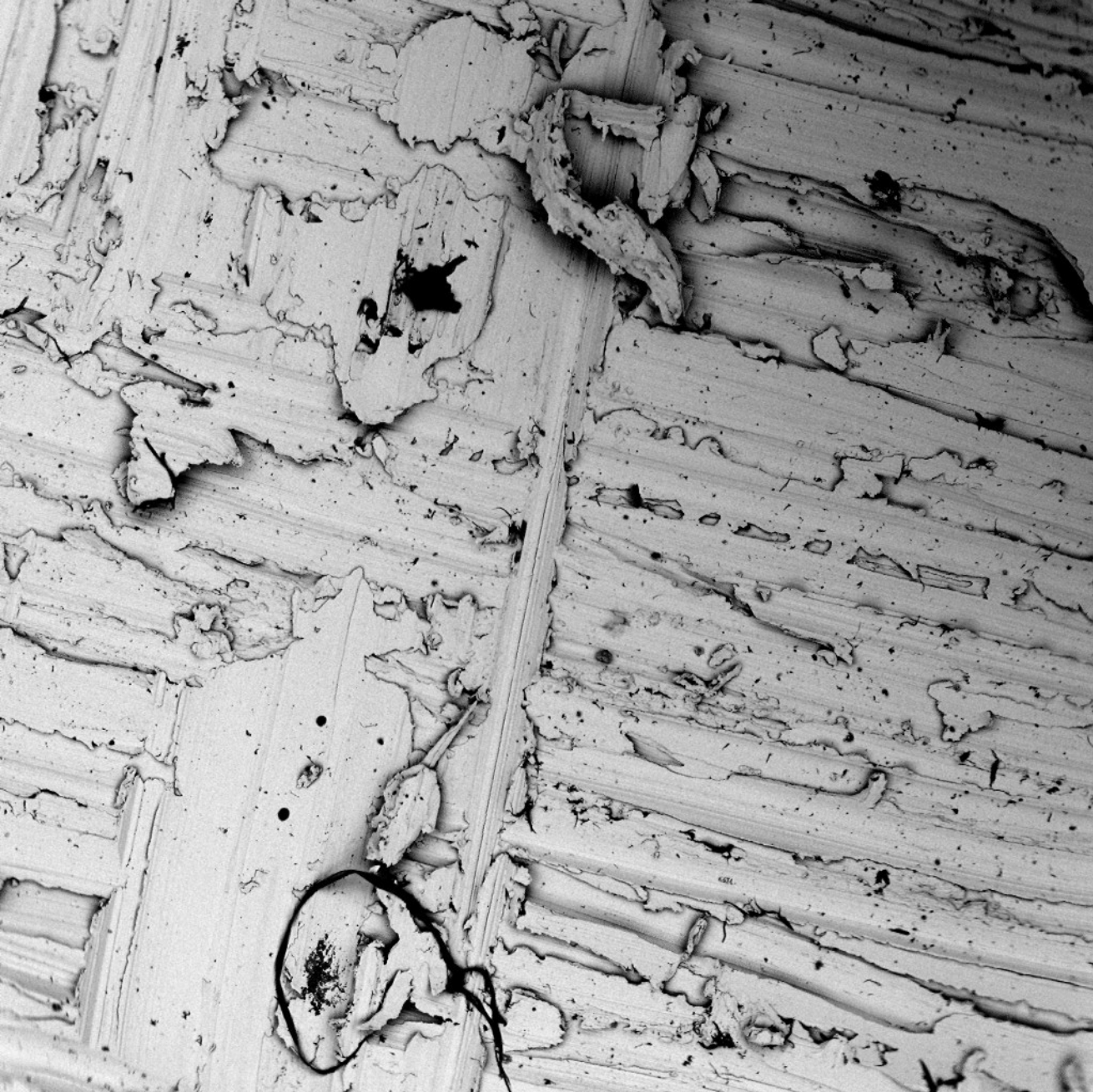


220µm

540x

446 µm







200µm

575x
419 µm





190µm

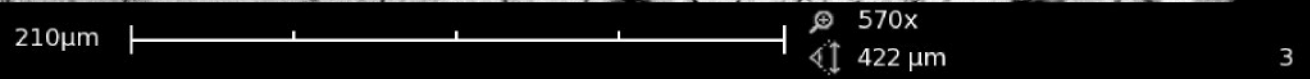
610x
395 µm

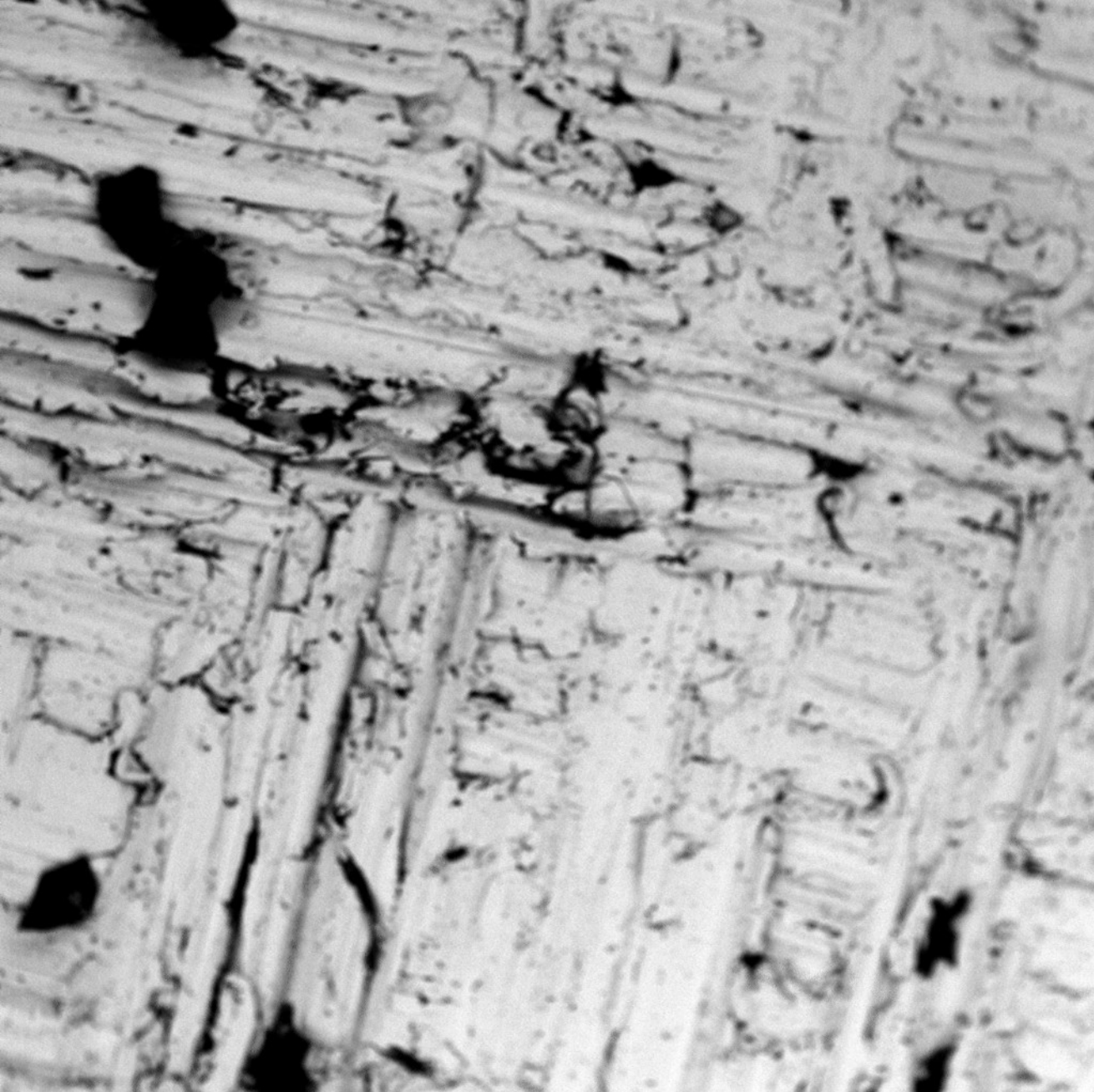


200µm

580x
414 µm

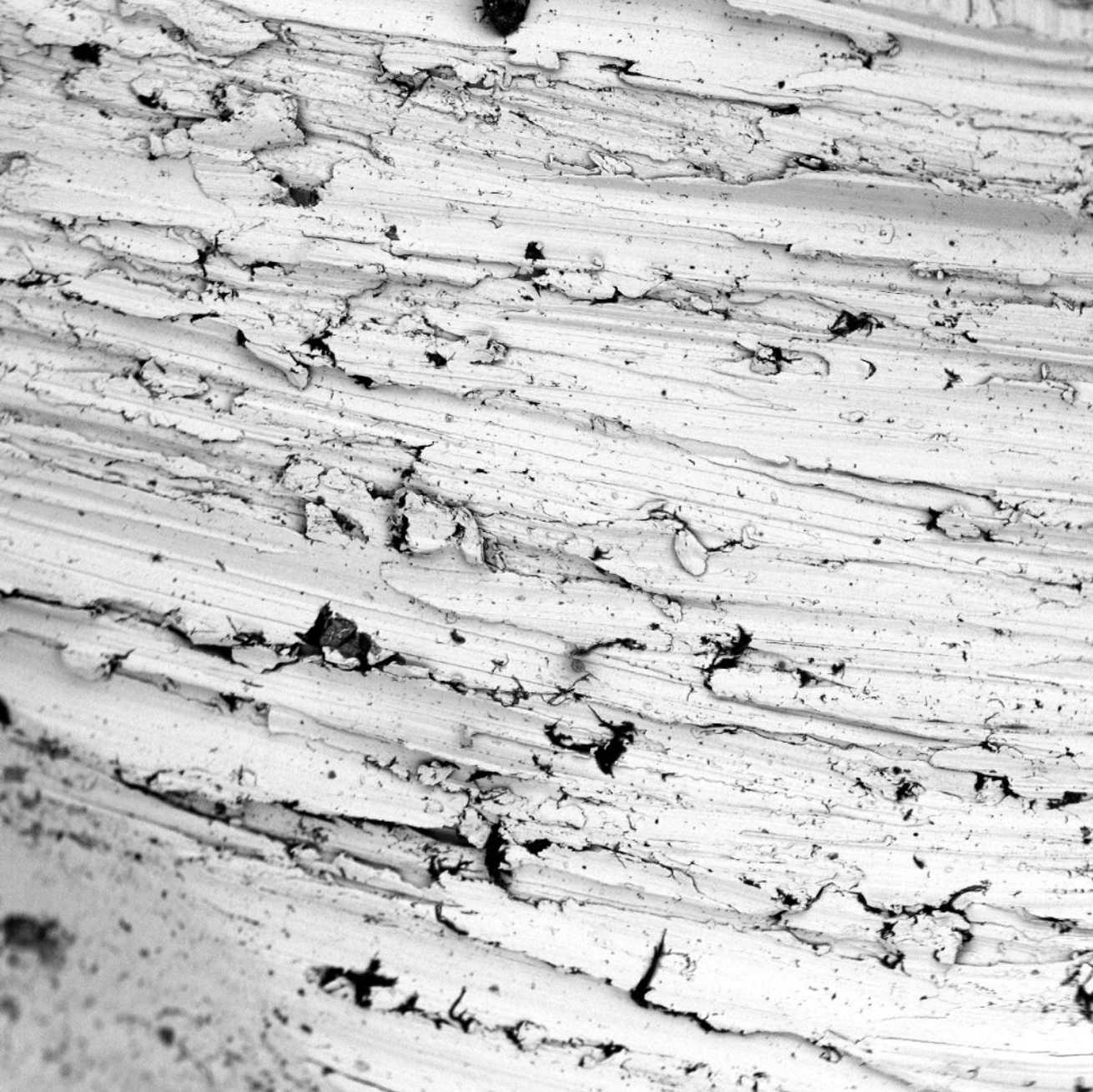






190µm

610x
395 µm



210μm

565x

426 μm





230µm

505x
478 µm

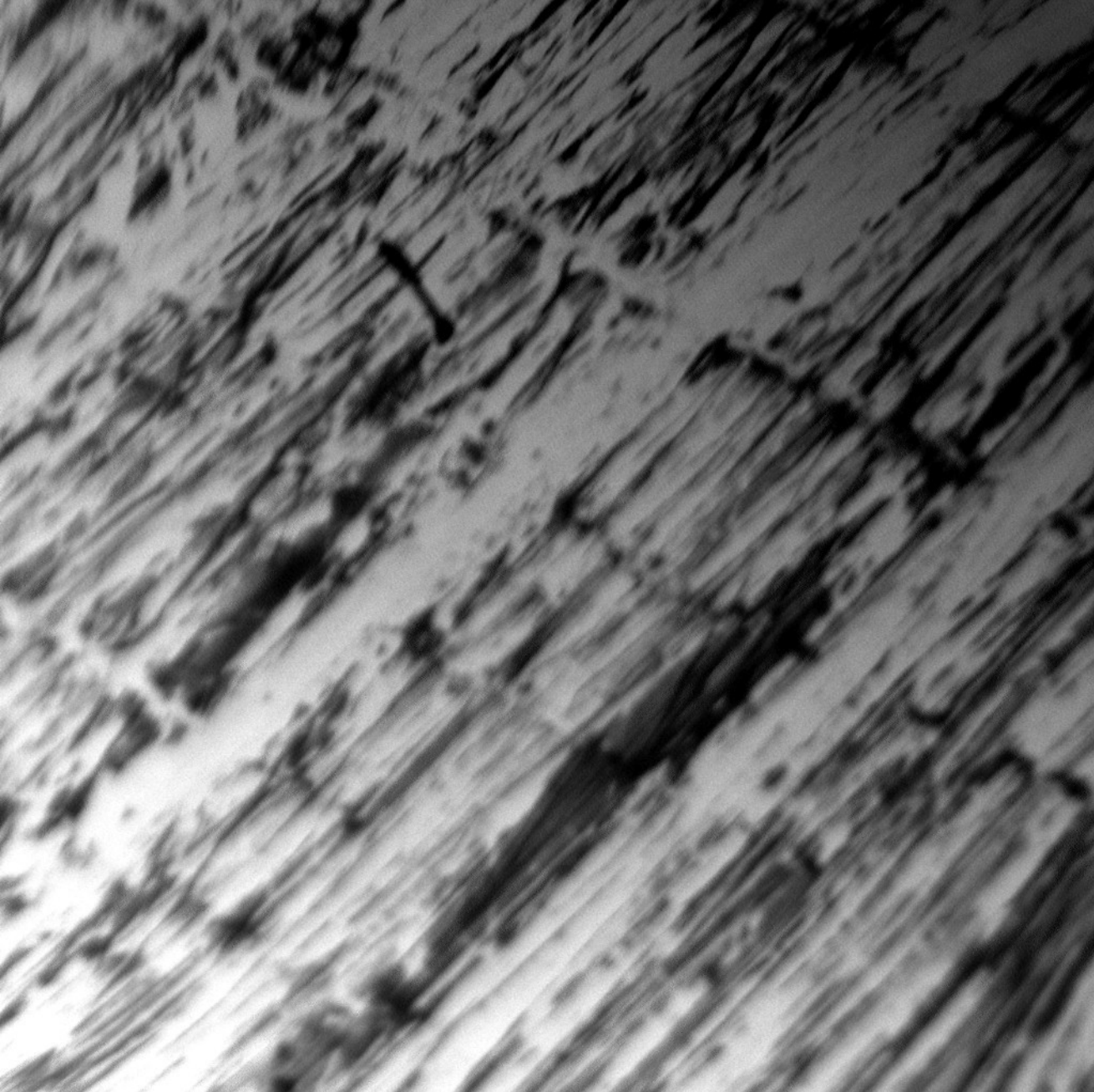


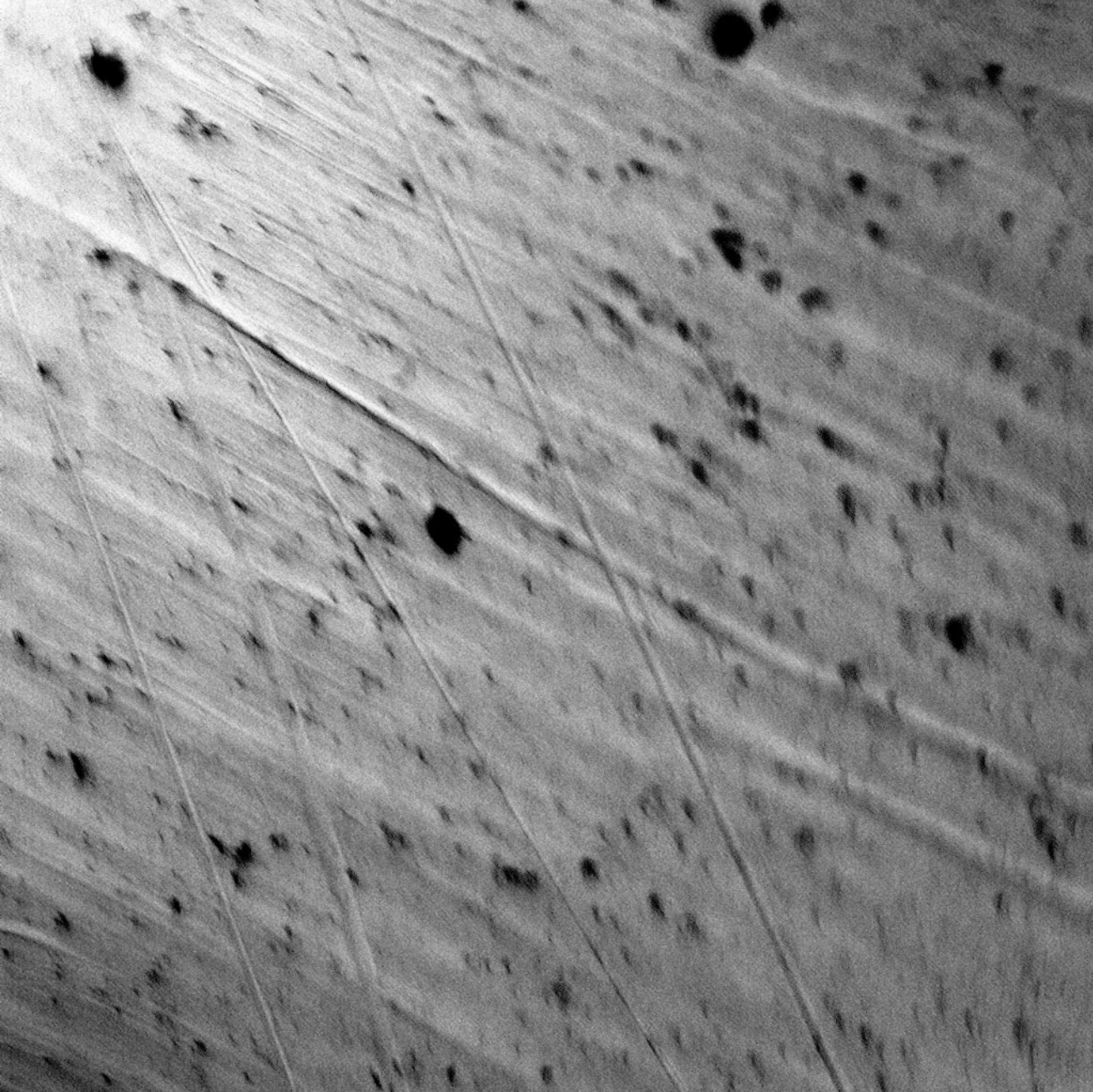




230µm

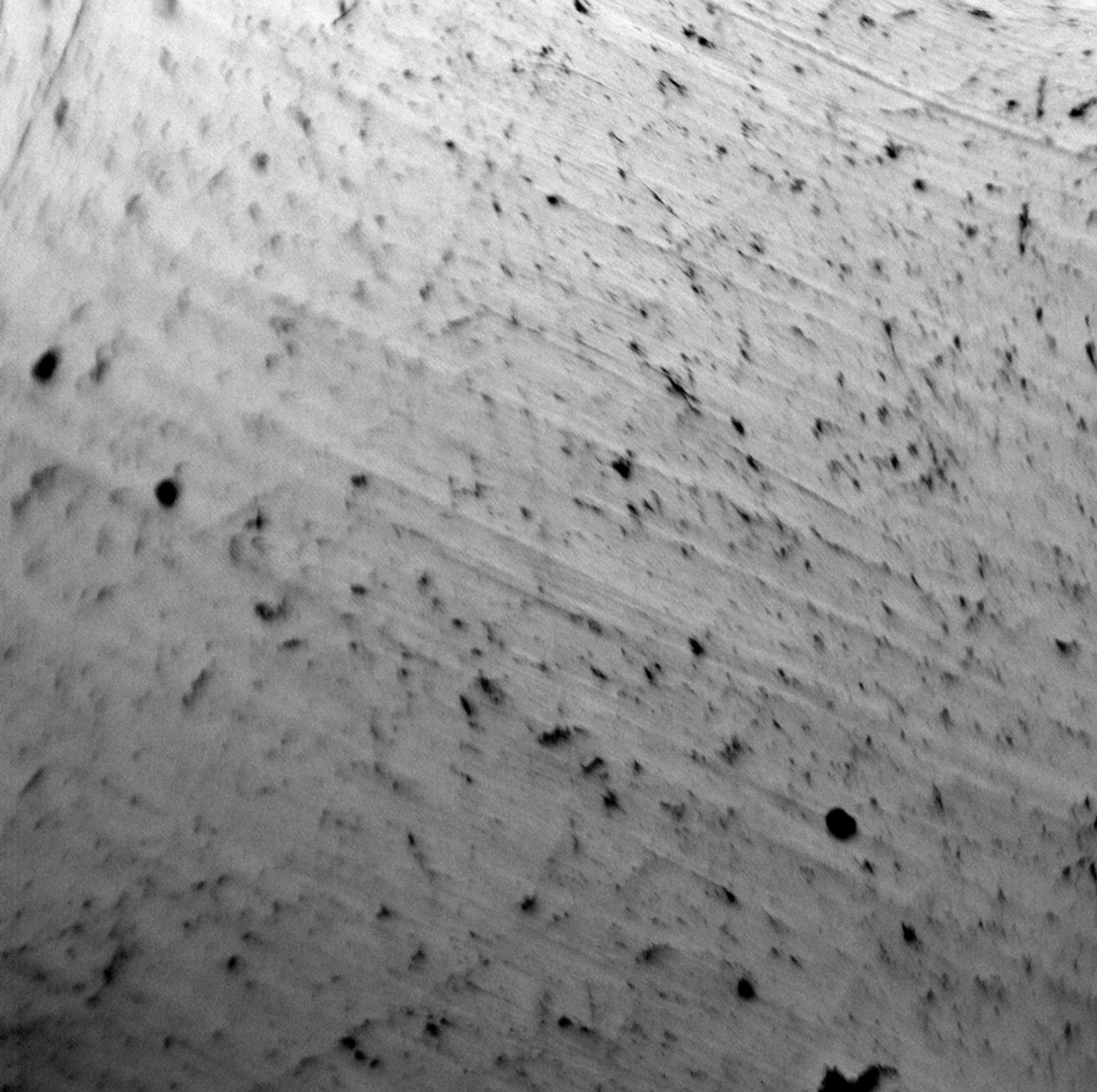
500x
479 µm





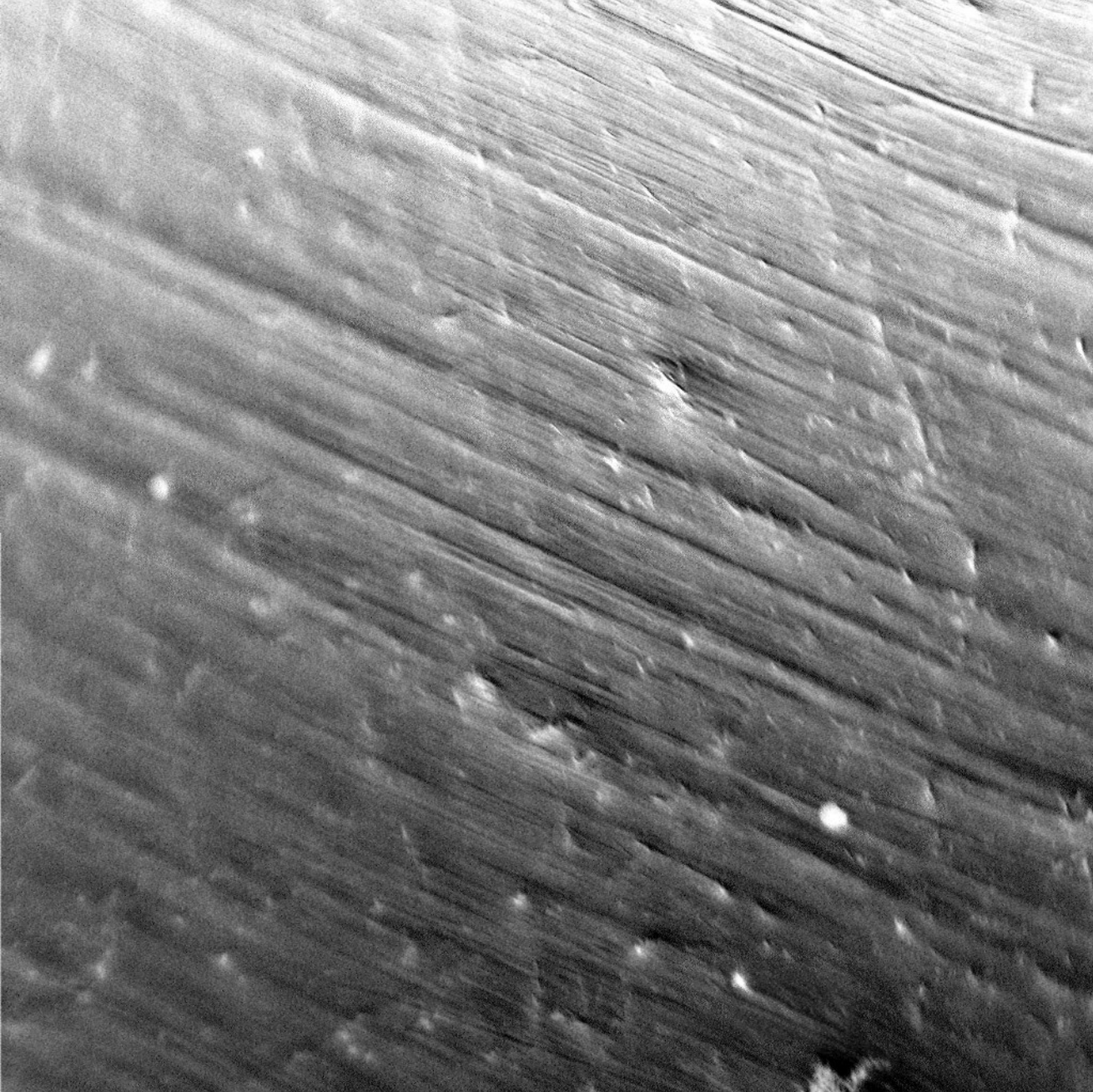
190µm

605x
397 µm



210µm

550x
436 µm

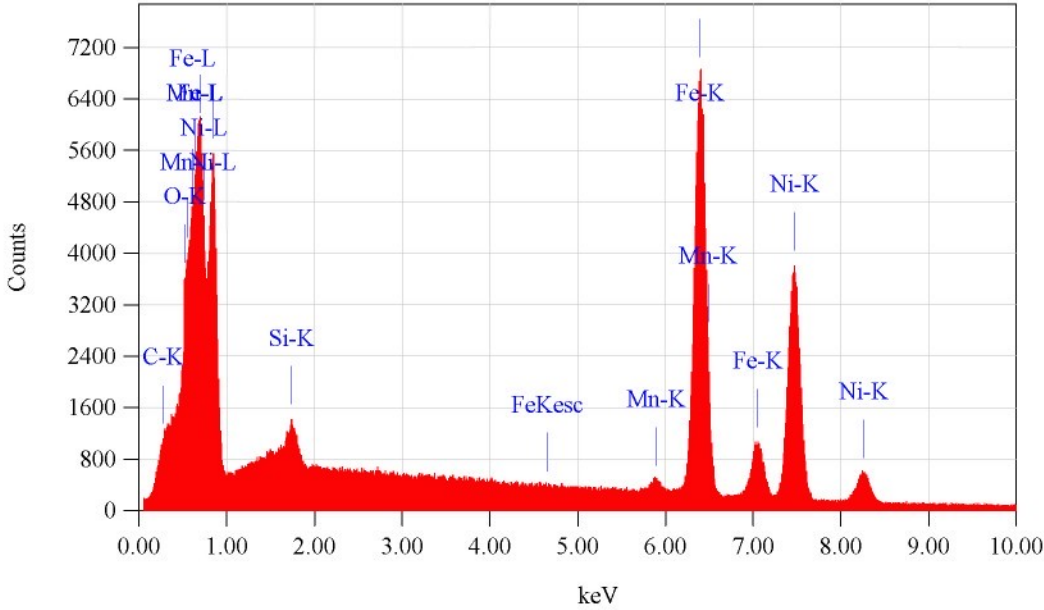
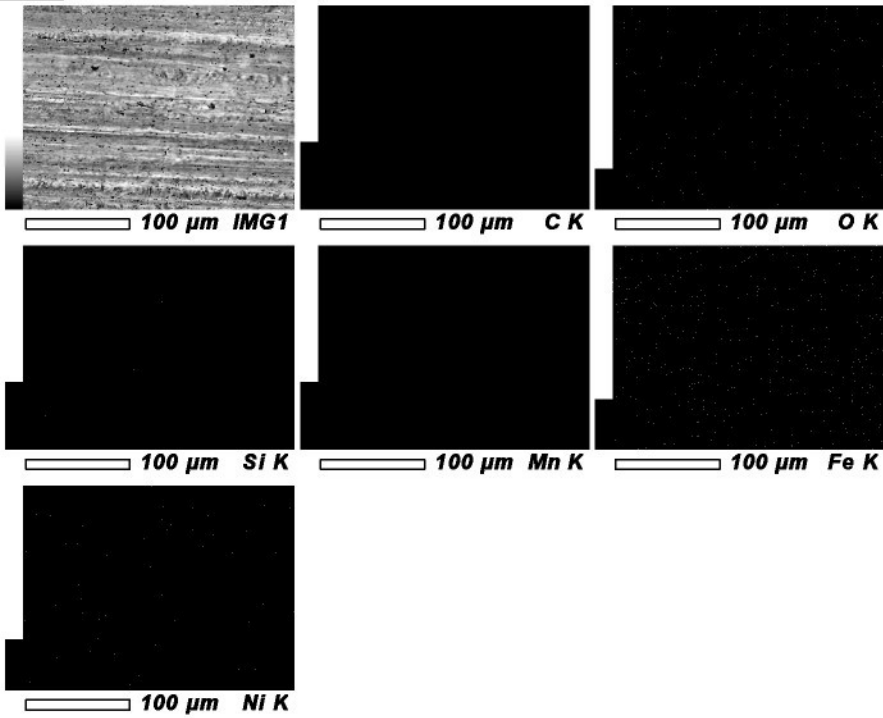


210μm

550x
436 μm

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

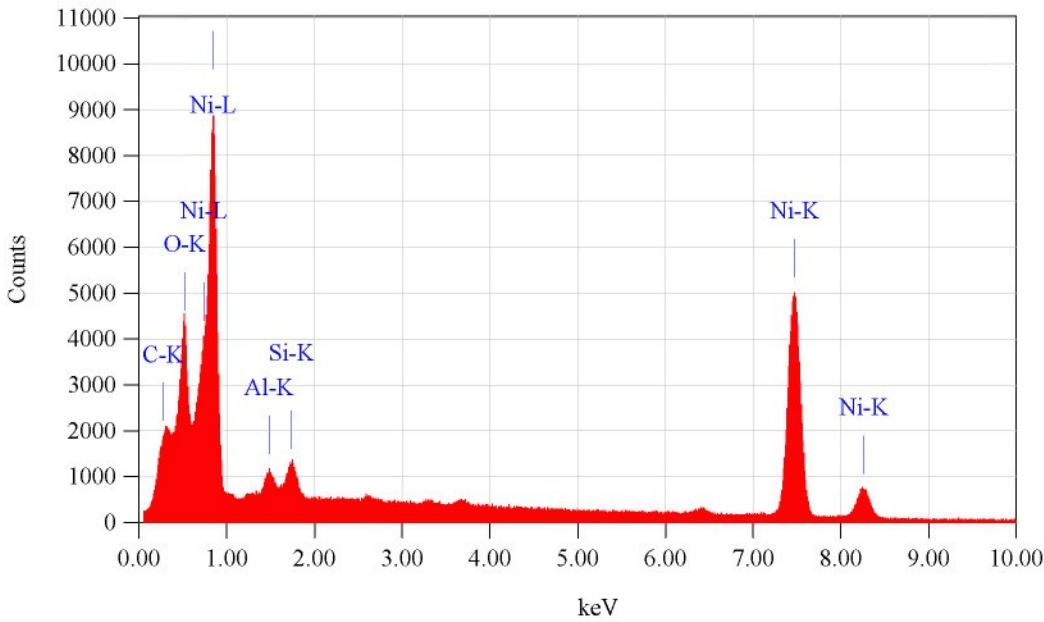
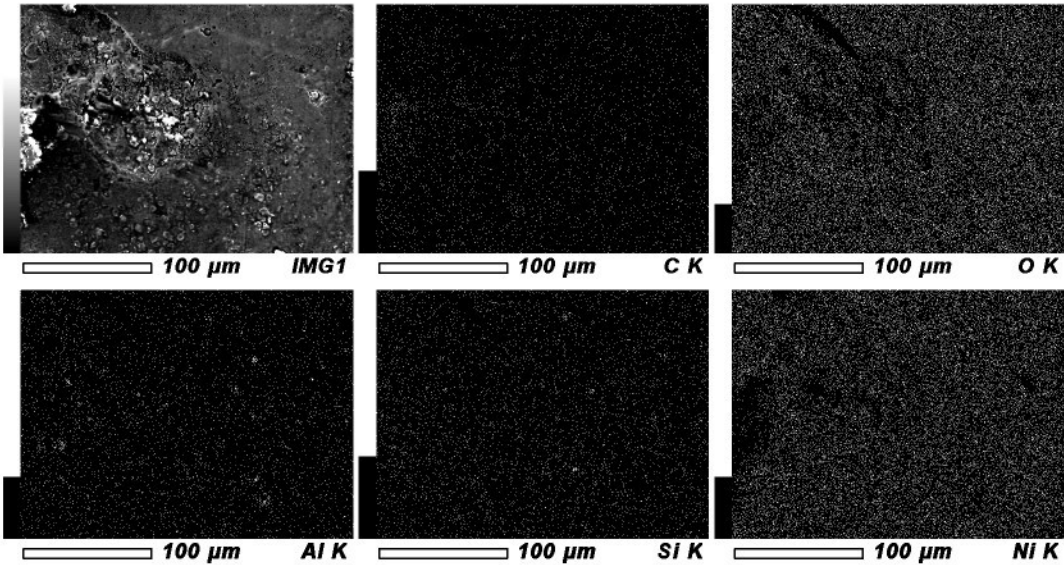
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



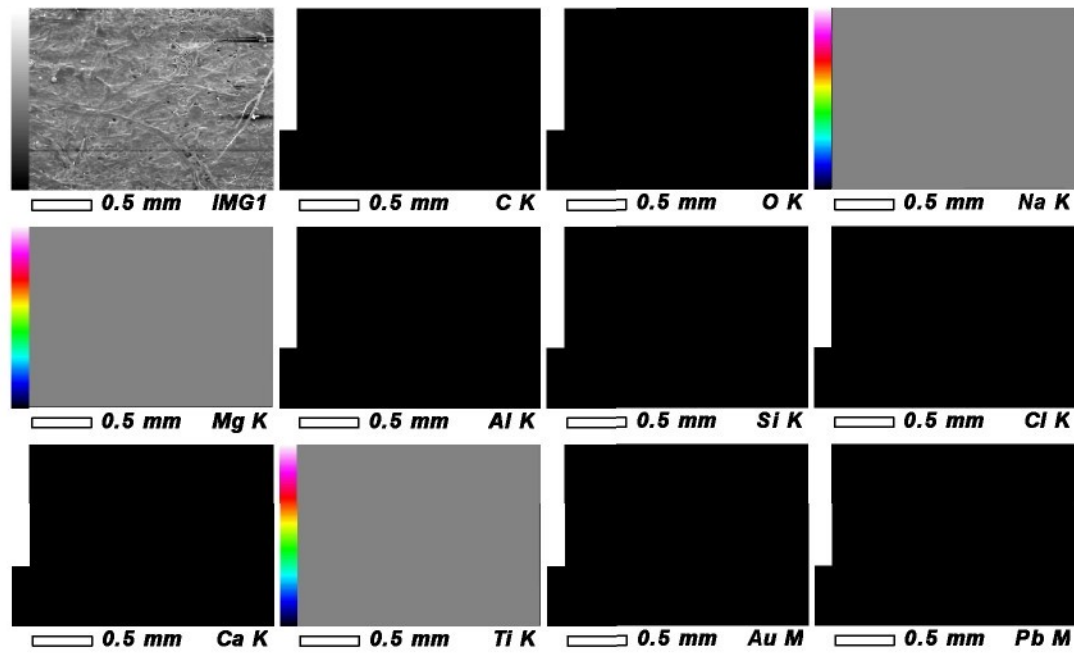
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 380.27 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2210 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

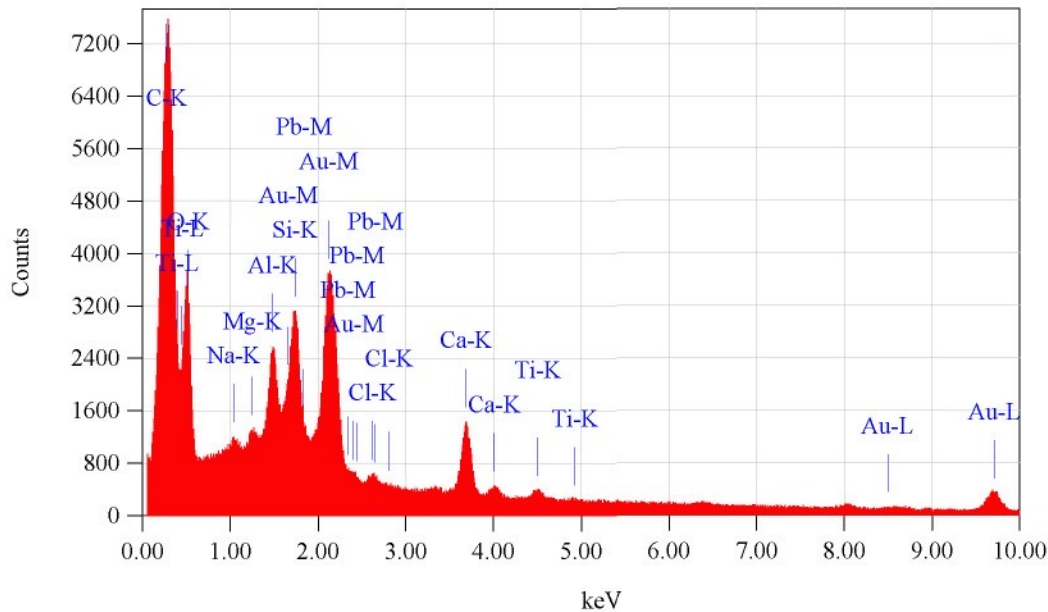


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 382.45 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1856 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



Date : 1/12/2010
Resolution : 2048 x 1536

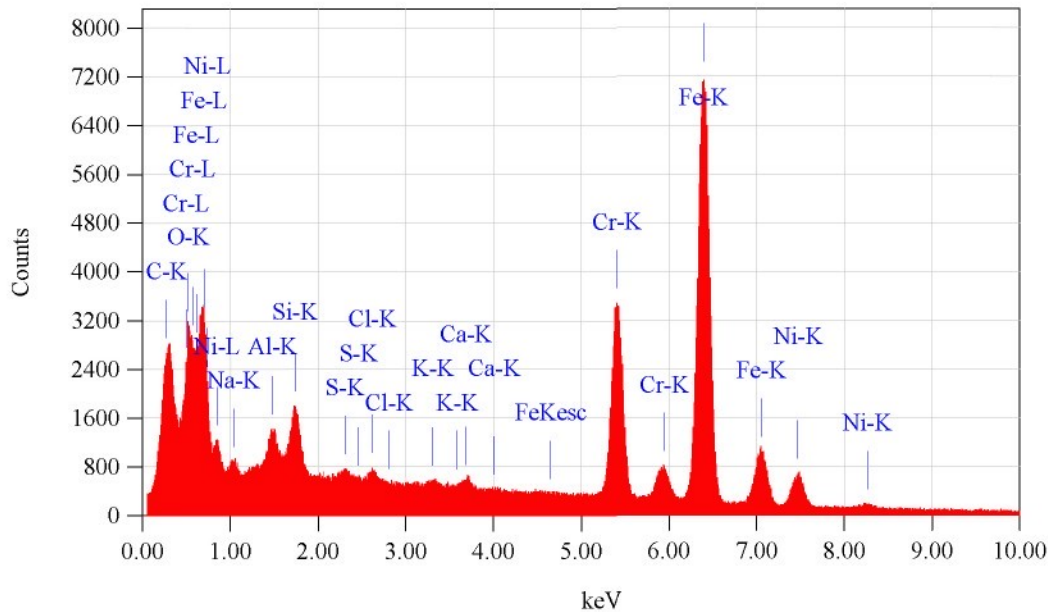
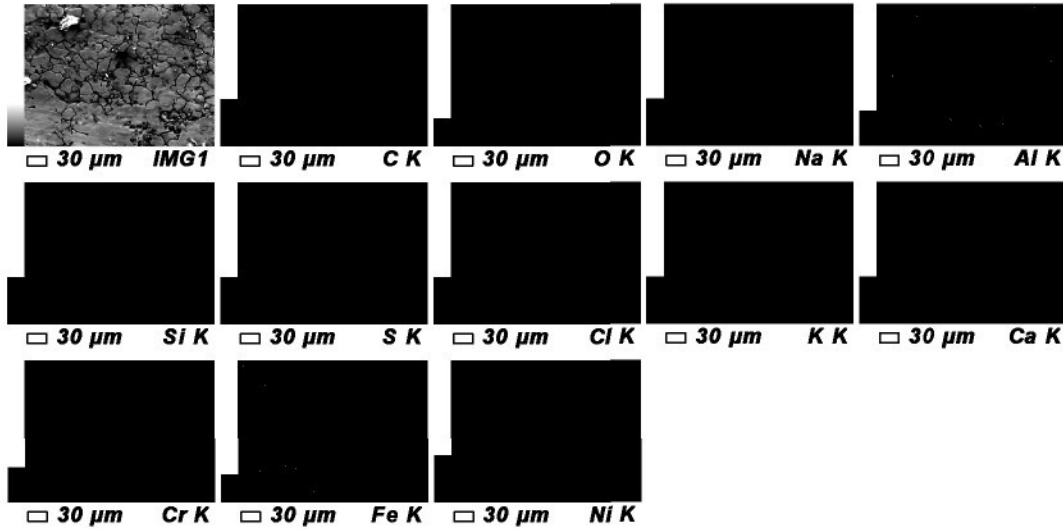
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 65
Dwell Time : 0.2 msec
Sweep Count : 2



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 736.07 sec
Live Time : 725.35 sec
Dead Time : 1 %
Counting Rate: 1043 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

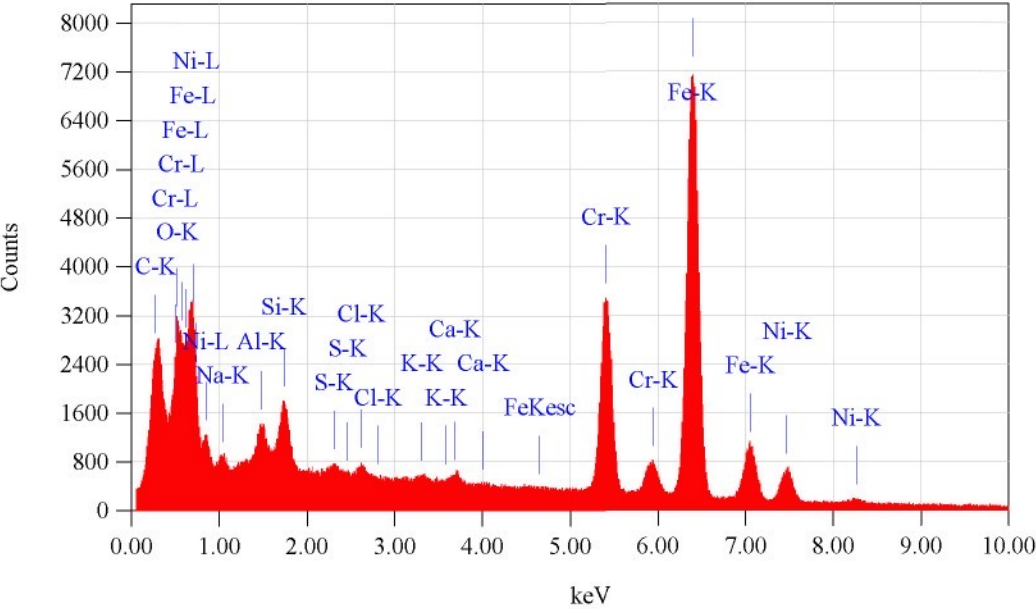
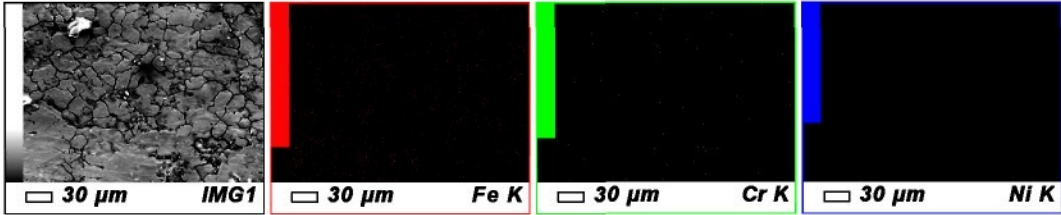
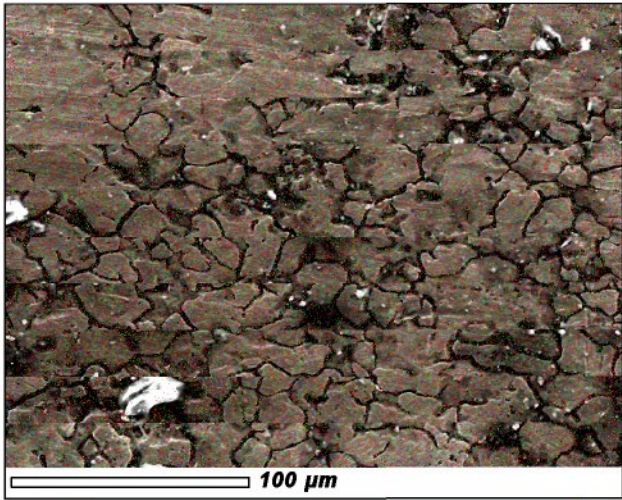
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.56 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2043 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

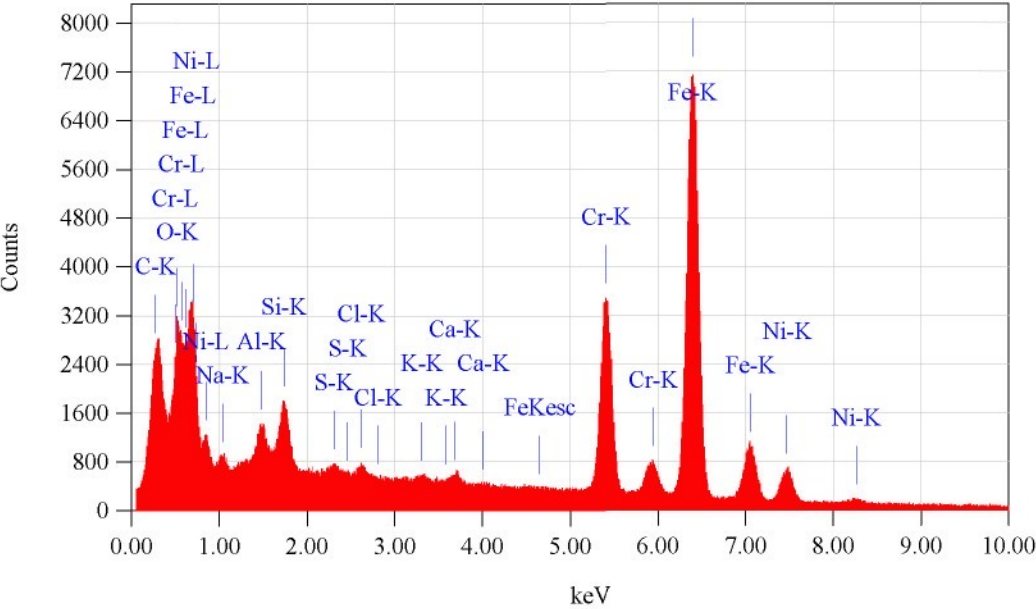
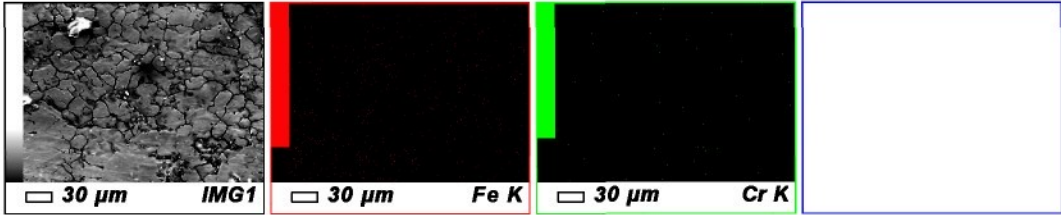
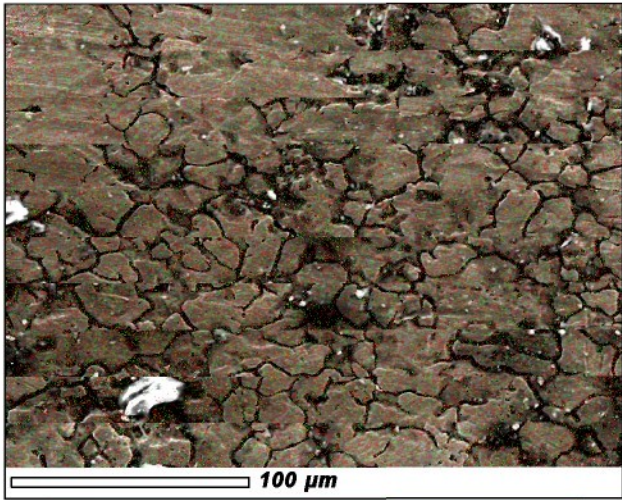
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.56 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2043 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

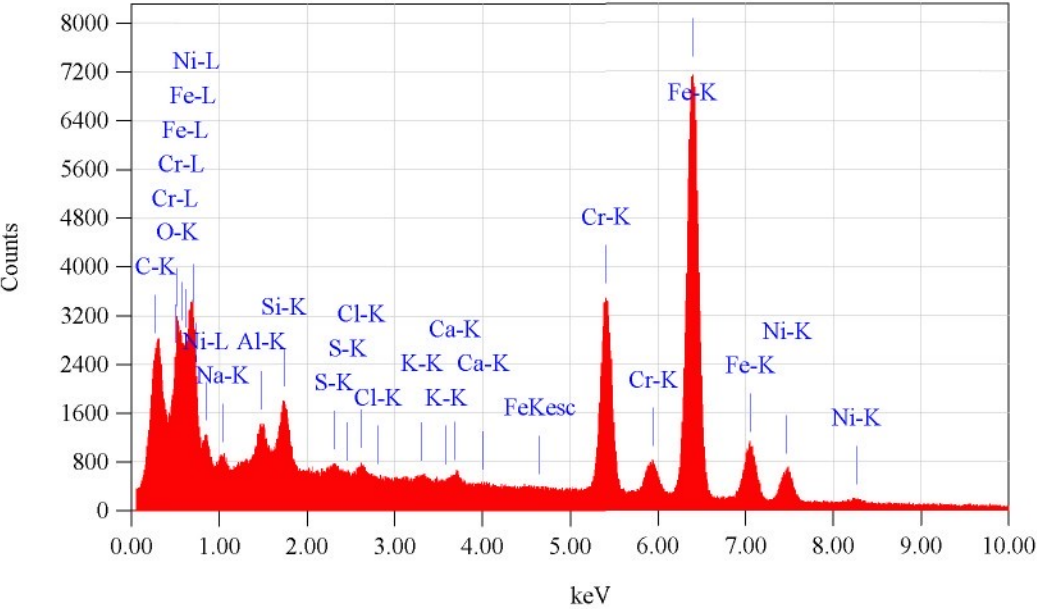
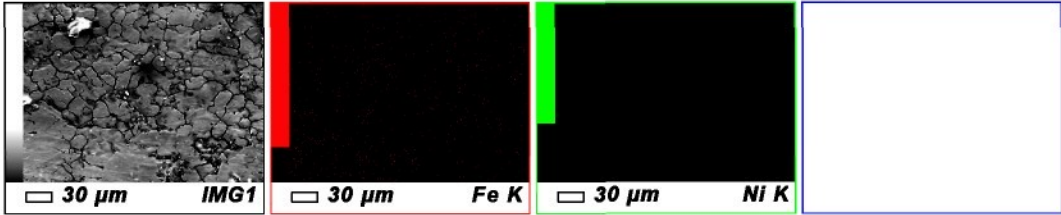
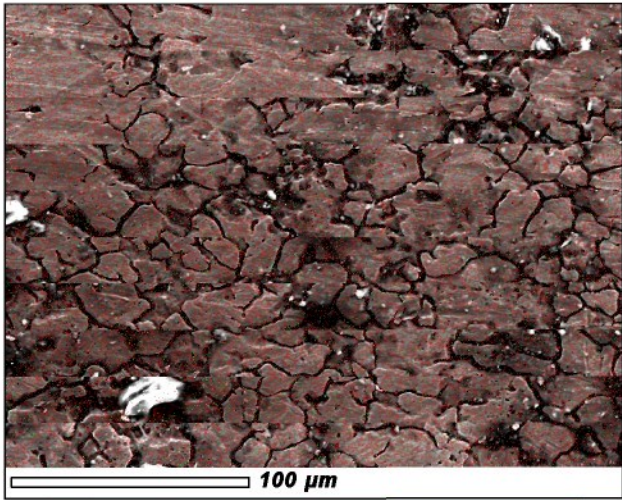
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.56 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2043 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

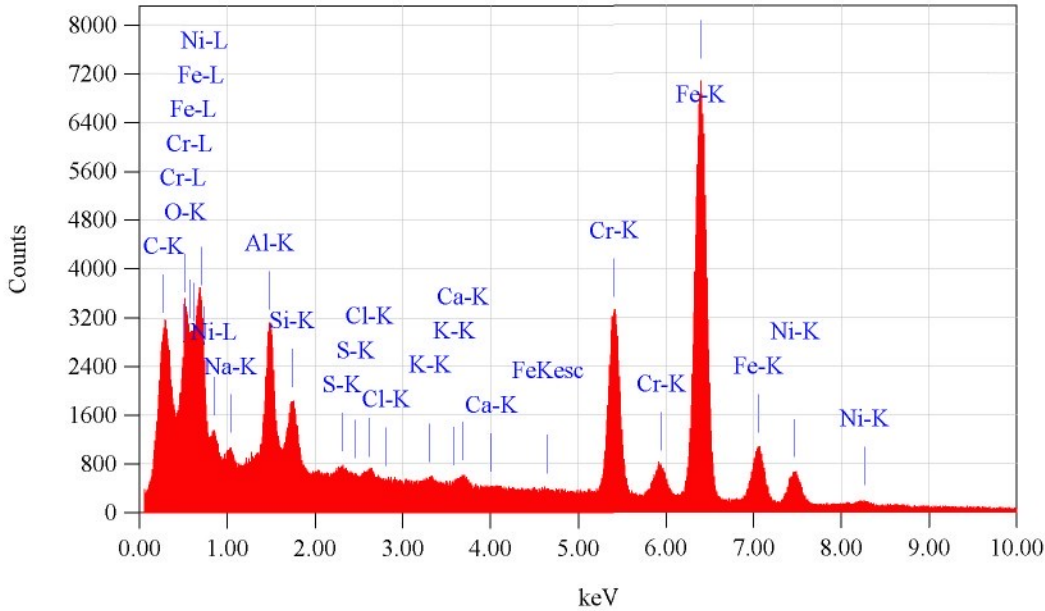
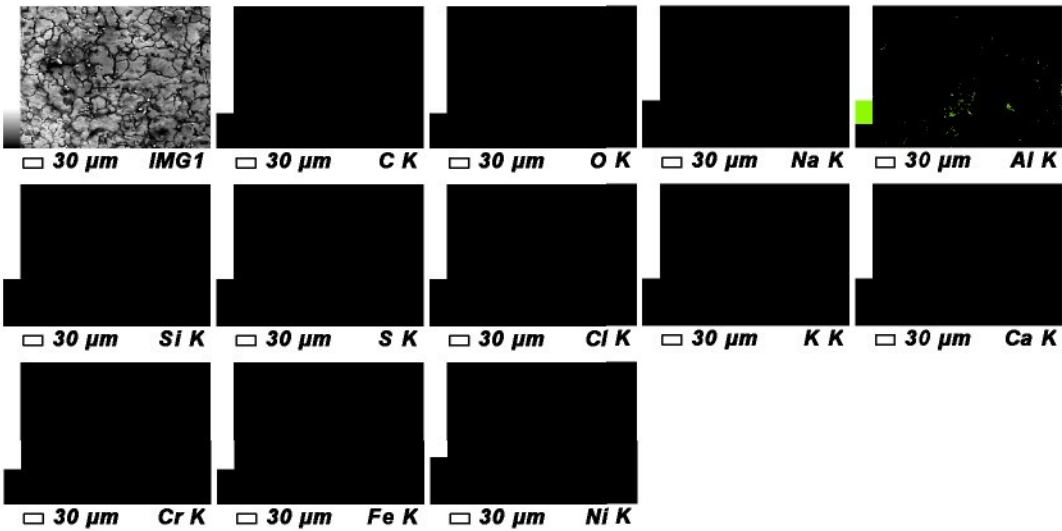
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.56 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2043 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

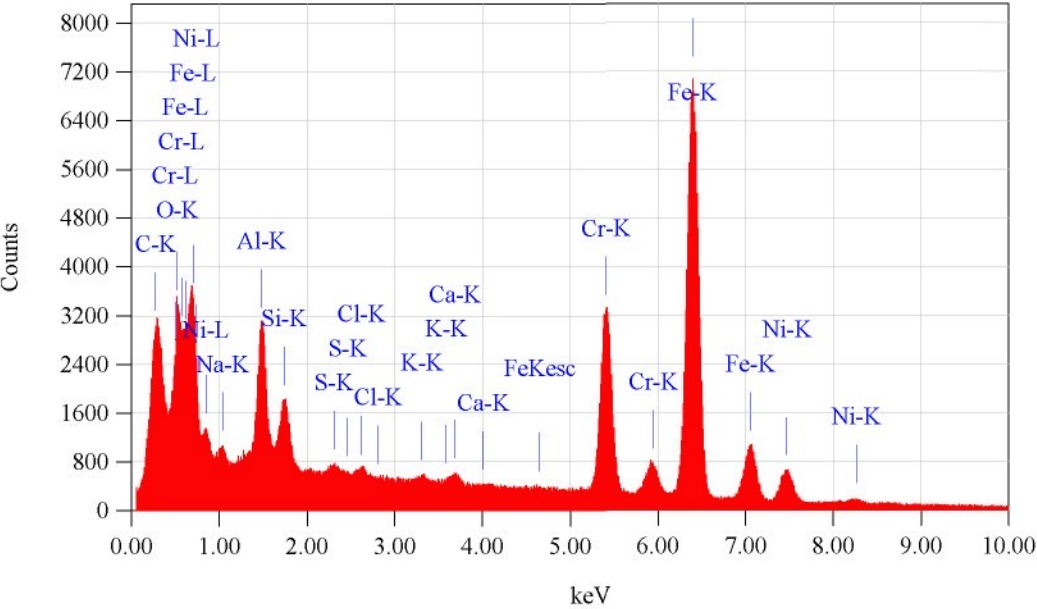
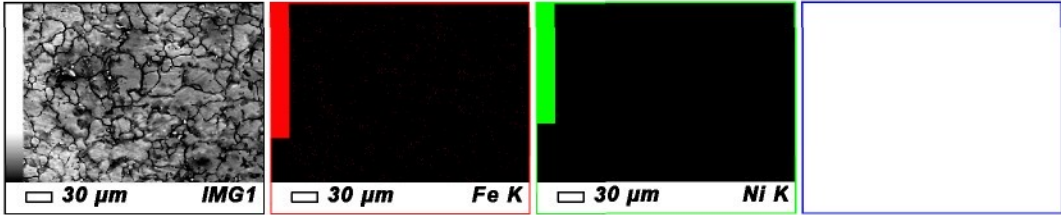
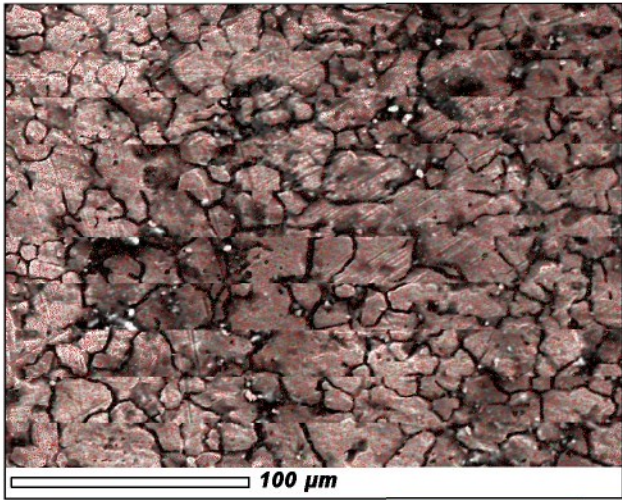
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.05 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2138 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

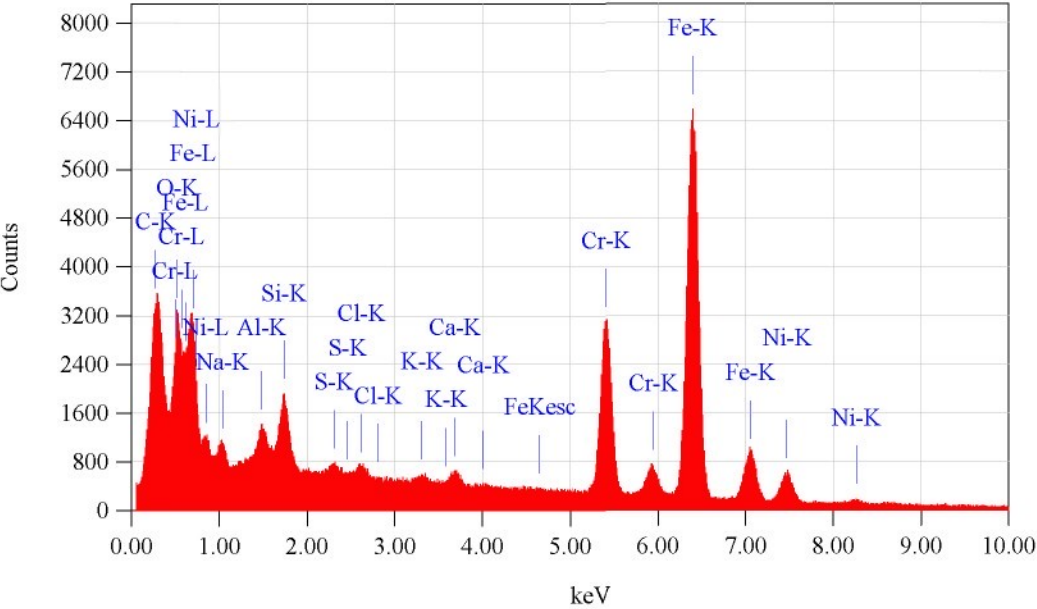
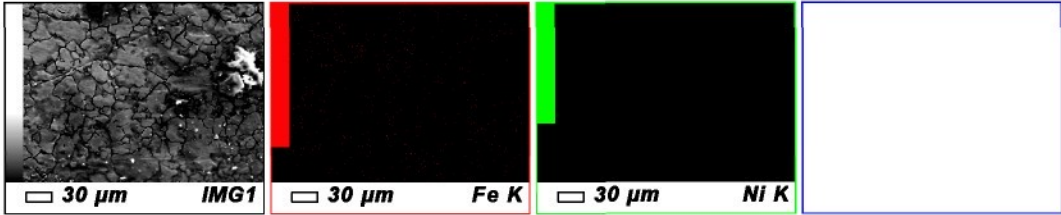
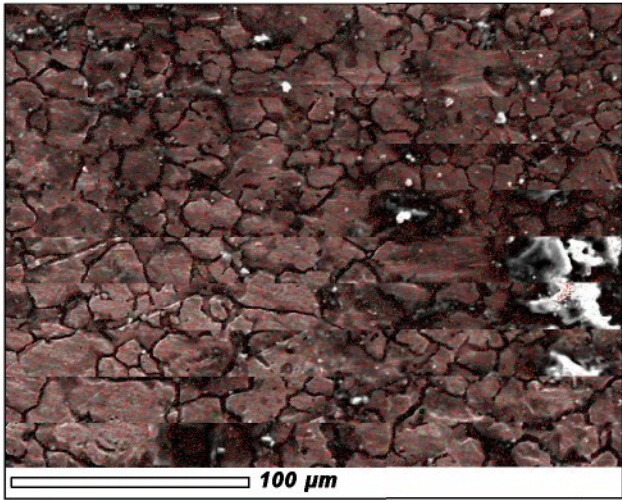
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.05 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2138 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



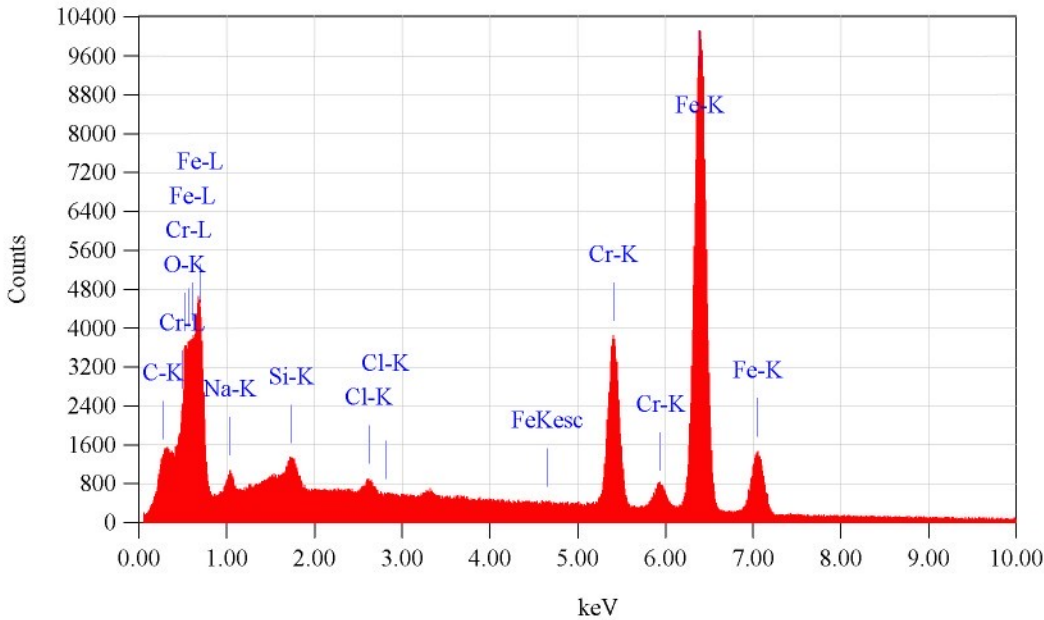
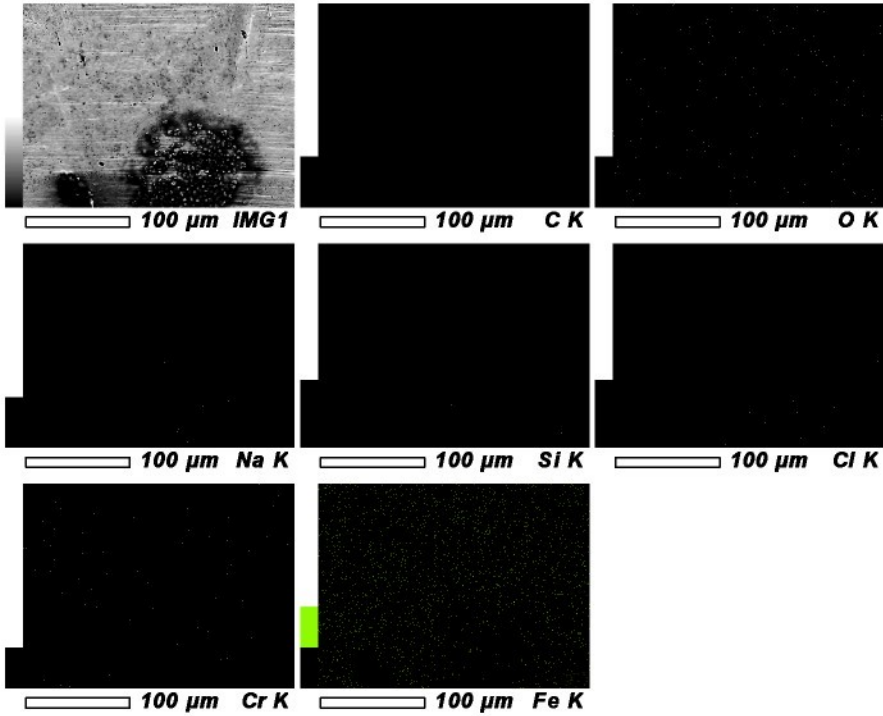
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.85 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2010 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
C K *	Excluded					
O K *	Excluded					
Na K *	Excluded					
Al K *	Excluded					
Si K *	Excluded					
S K *	Excluded					
Cl K *	Excluded					
K K *	Excluded					
Ca K *	Excluded					
Cr K	5.411	18.54	0.17	19.74		20.3890
Fe K	6.398	71.70	0.26	71.06		70.3998
Ni K *	7.471	9.76	0.48	9.20		9.2112
Total		100.00		100.00		

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
C K *	Excluded					
O K *	Excluded					
Na K *	Excluded					
Al K *	Excluded					
Si K *	Excluded					
S K *	Excluded					
Cl K *	Excluded					
K K *	Excluded					
Ca K *	Excluded					
Cr K	5.411	18.23	0.19	19.41		20.0655
Fe K	6.398	72.02	0.28	71.39		70.7315
Ni K *	7.471	9.75	0.52	9.20		9.2030
Total		100.00		100.00		

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.72 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2179 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

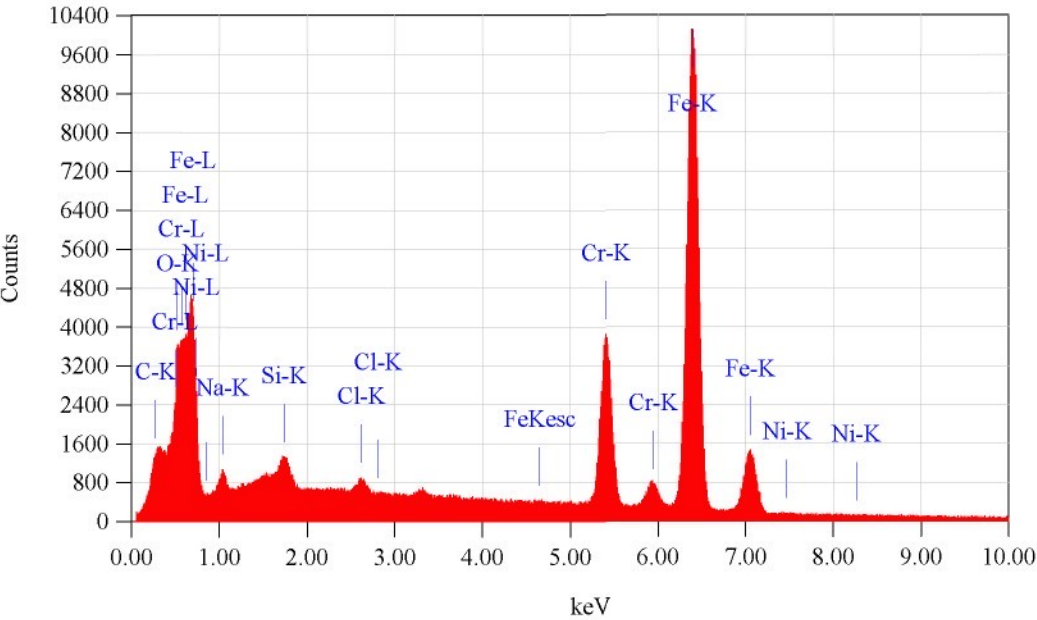
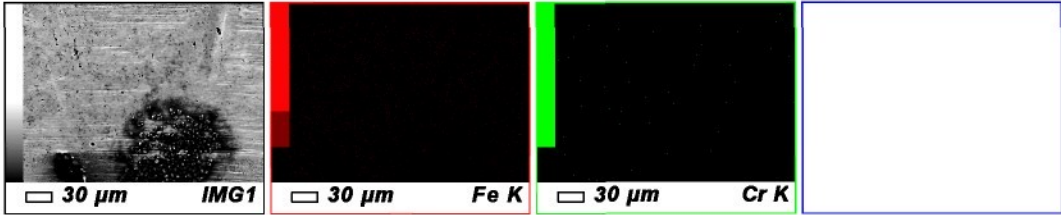
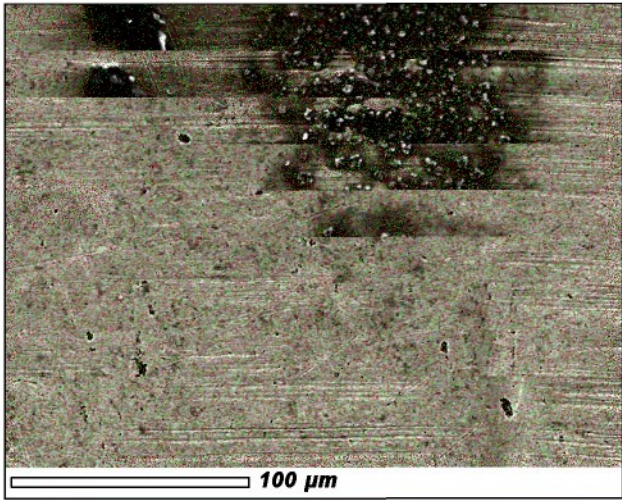
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2207

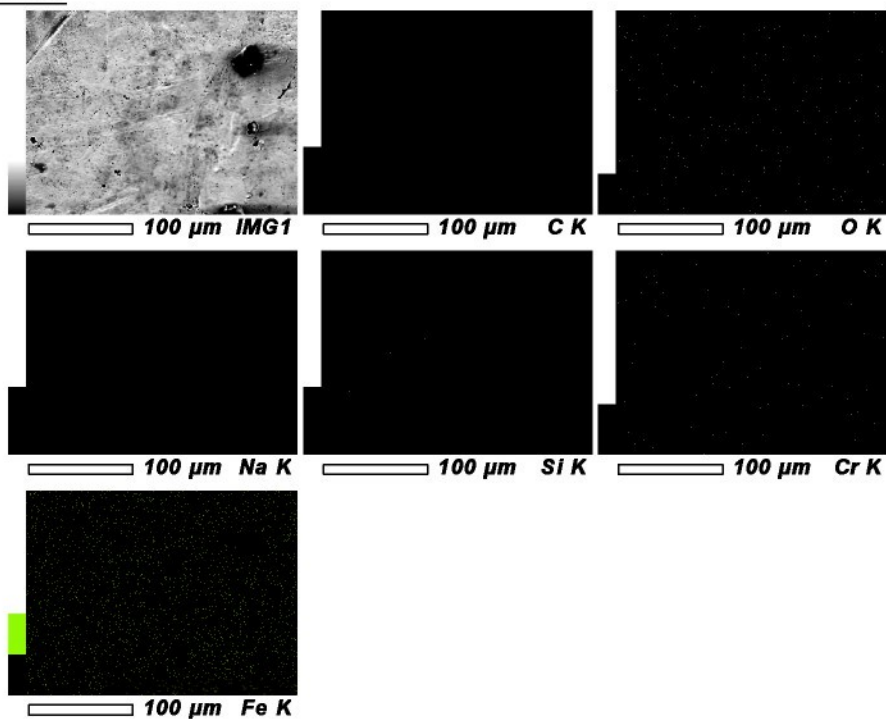
Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass%	Cation	K
Cr K*	5.411	16.07	0.18	17.06				18.0280
Fe K	6.398	83.93	0.28	82.94				81.9720
Total		100.00		100.00				

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

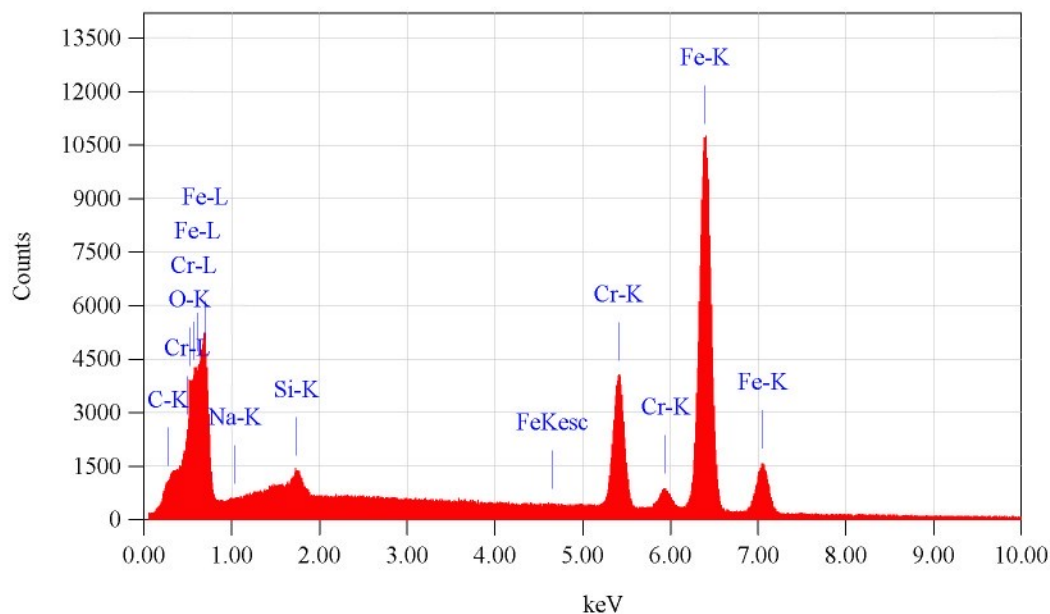


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.72 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2179 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

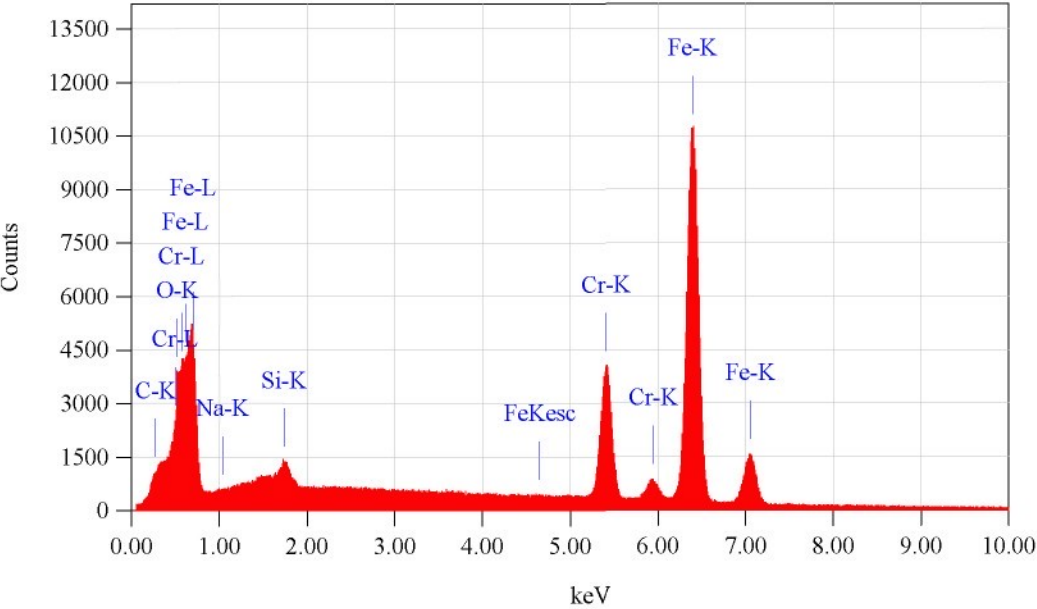
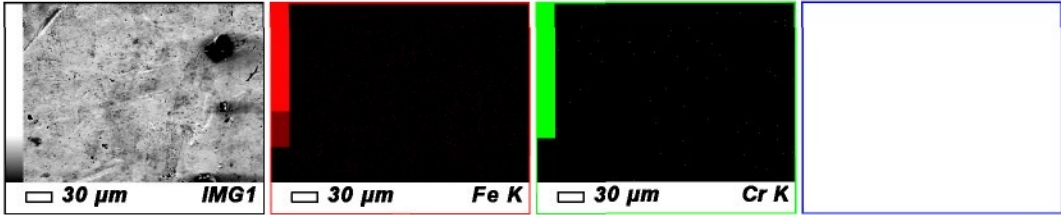
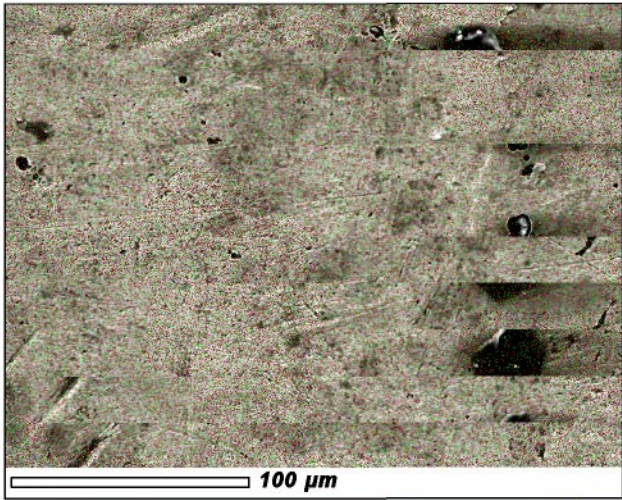
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



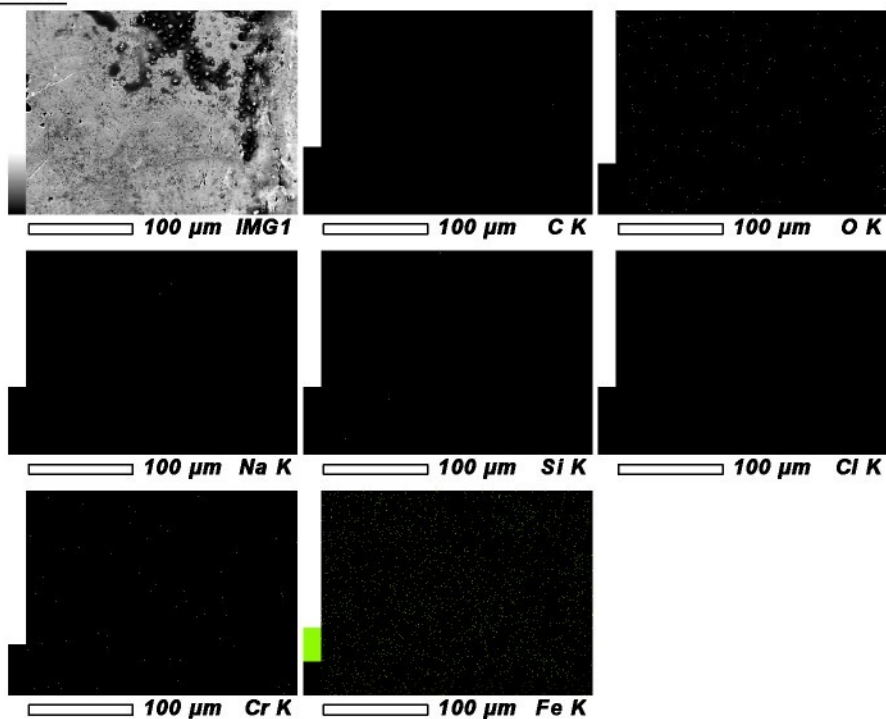
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.31 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2237 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

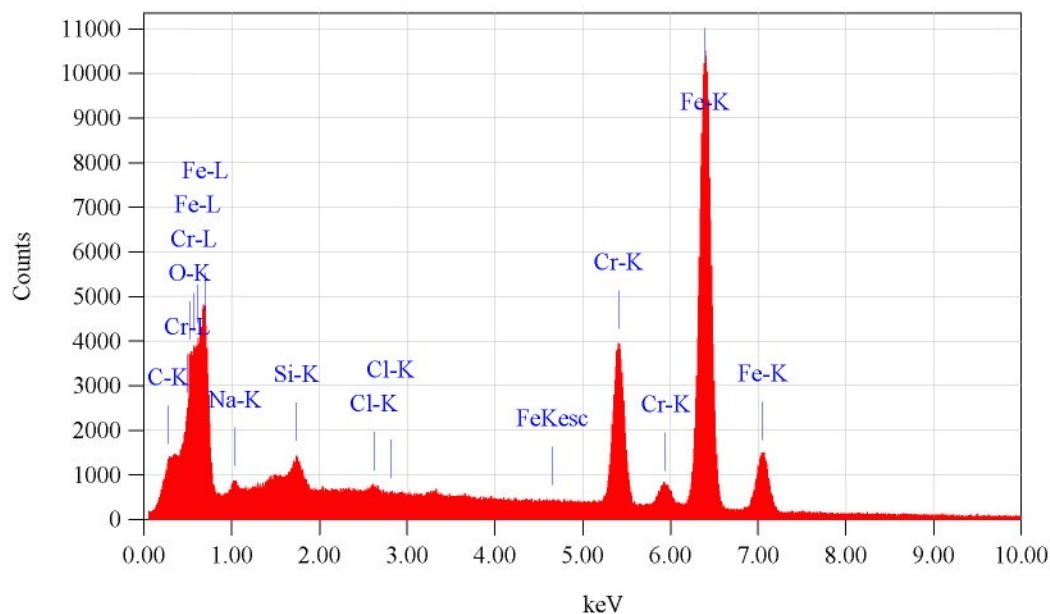


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.31 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2237 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

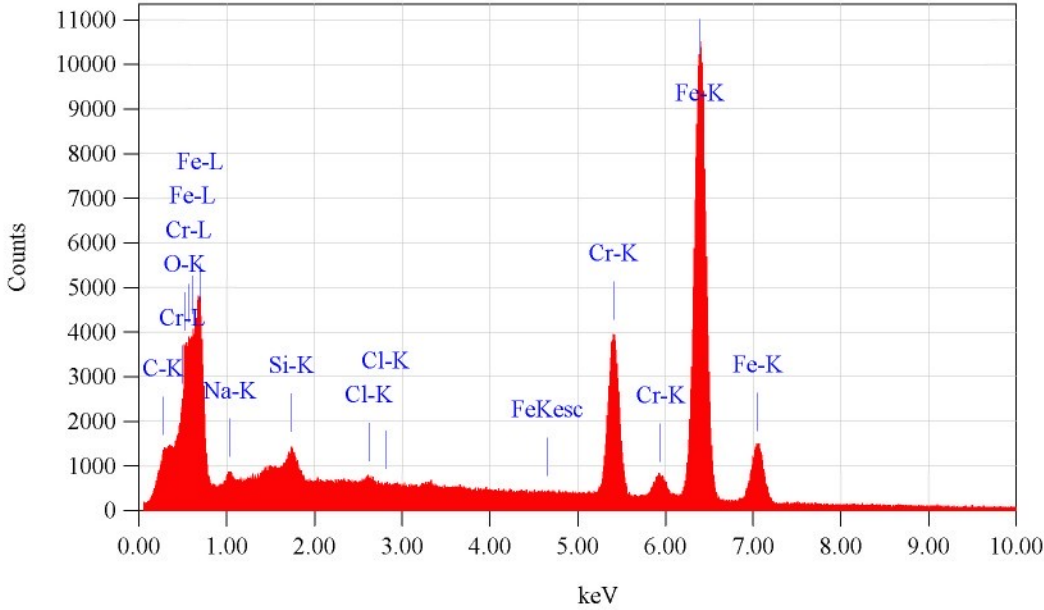
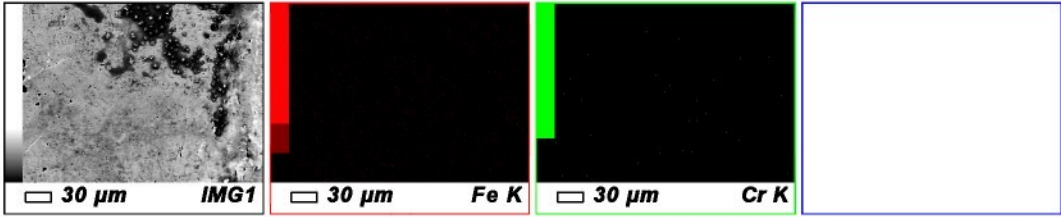
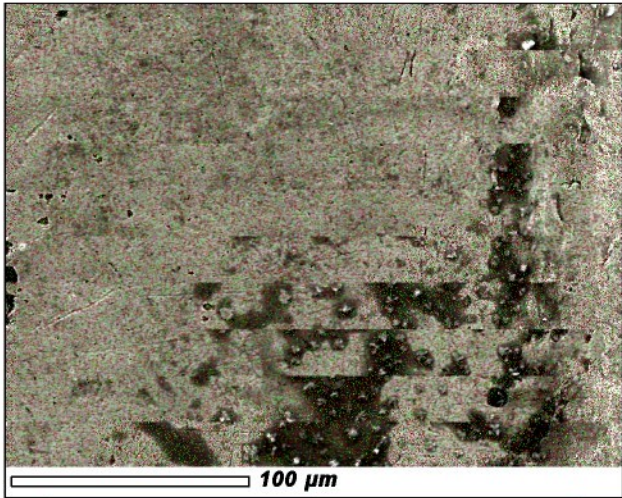
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.43 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2216 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

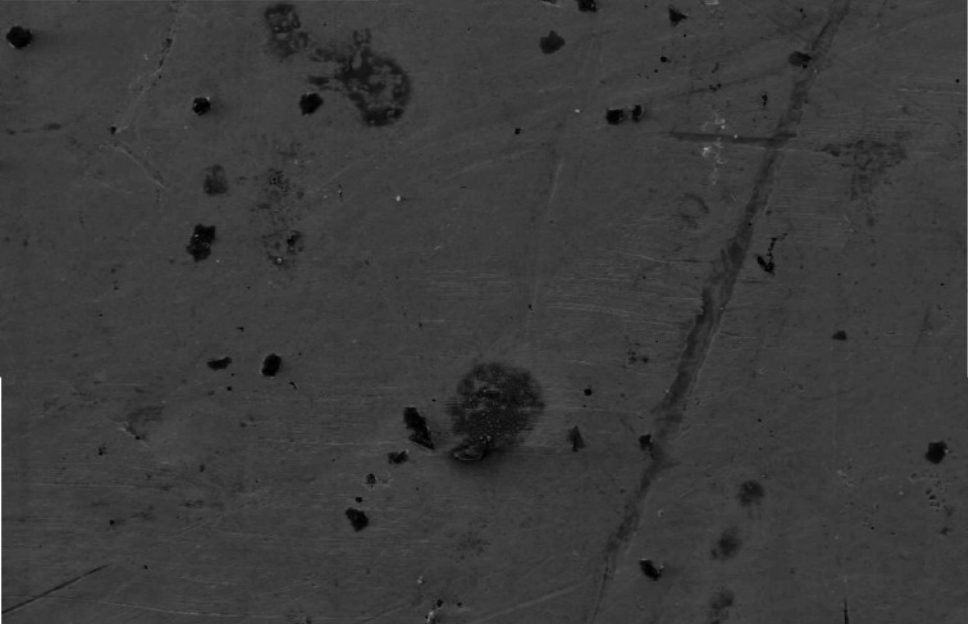


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.43 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2216 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Element		(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
Cr K *	5.411	16.07	0.18	17.06			18.0280
Fe K	6.398	83.93	0.28	82.94			81.9720
Total		100.00		100.00			

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
C K *	Excluded					
O K *	Excluded					
Si K *	Excluded					
Cr K *	5.411	16.21	0.16	17.21		18.1805
Fe K	6.398	83.79	0.25	82.79		81.8195
Total		100.00		100.00		

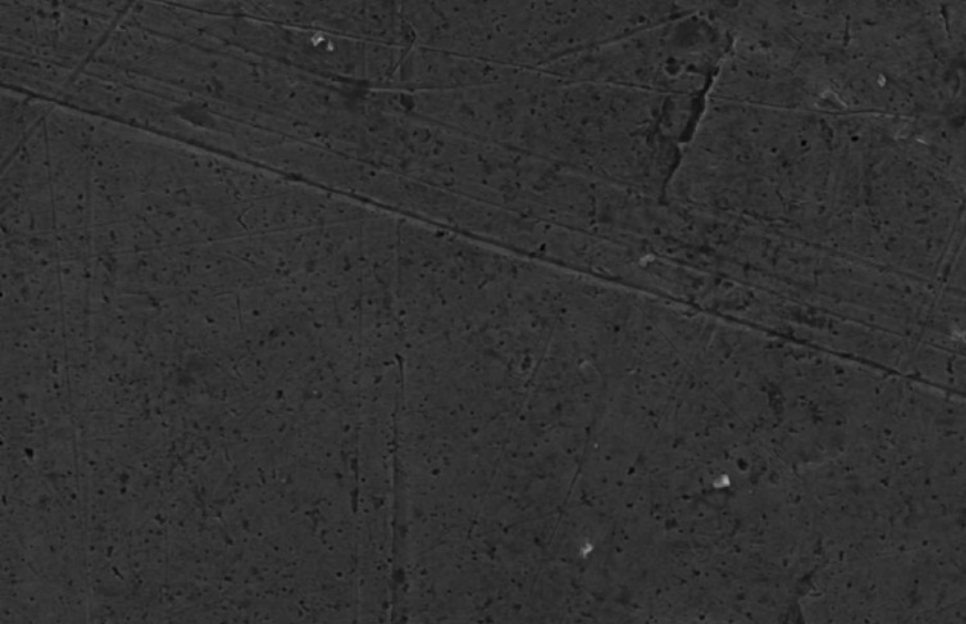
Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
C K *	Excluded					
O K *	Excluded					
Na K *	Excluded					
Si K *	Excluded					
Cl K *	Excluded					
Cr K	5.411	16.15	0.16	17.14		18.1100
Fe K	6.398	83.85	0.24	82.86		81.8900
Total		100.00		100.00		



15kV

X100  100µm

10 68 SEI



15kV

X1,000

10 μ m

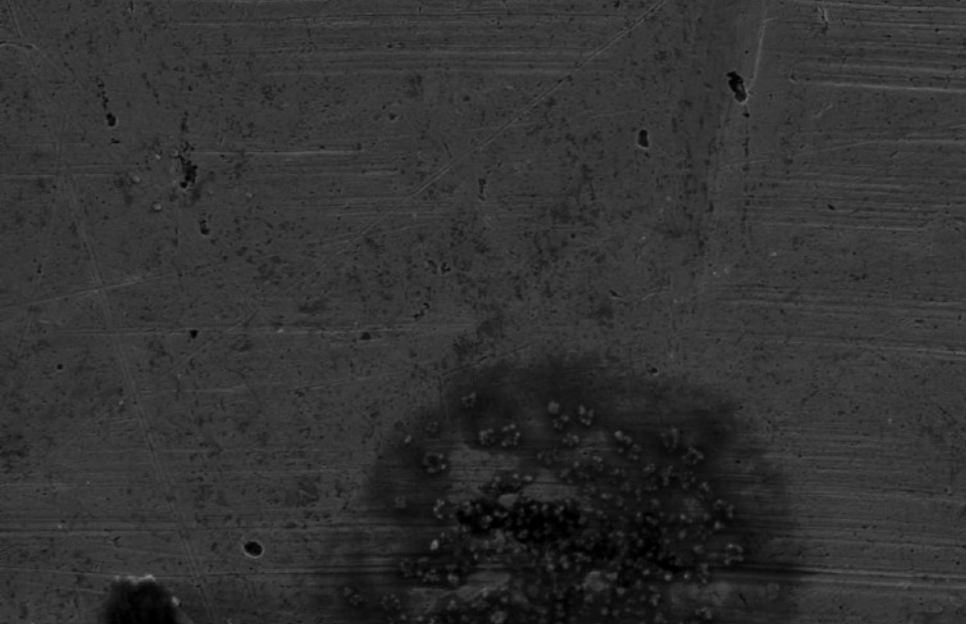
10 68 SEI



15kV

X250 100μm

10 68 SEI



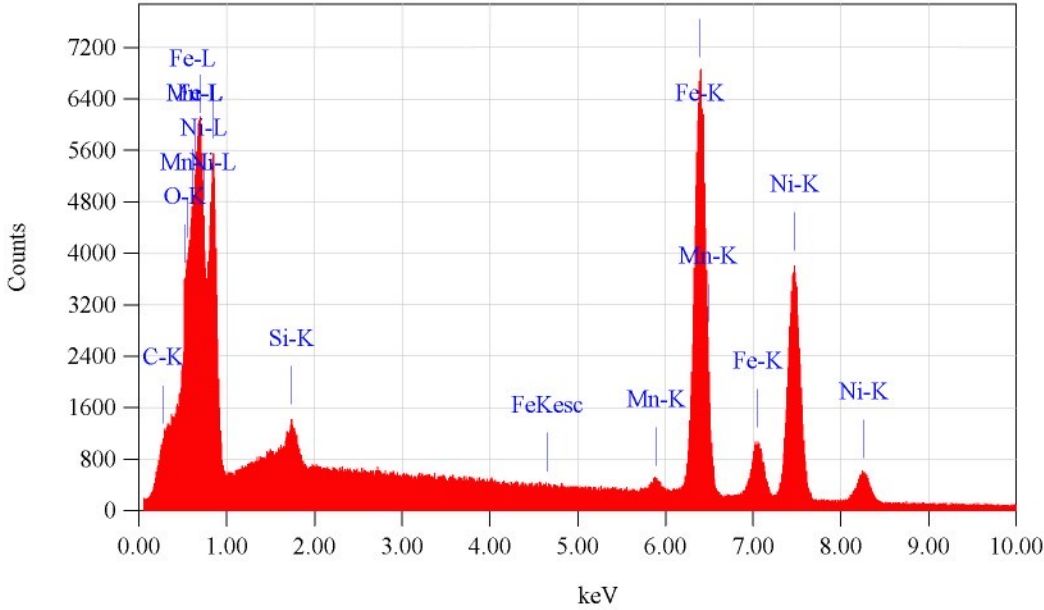
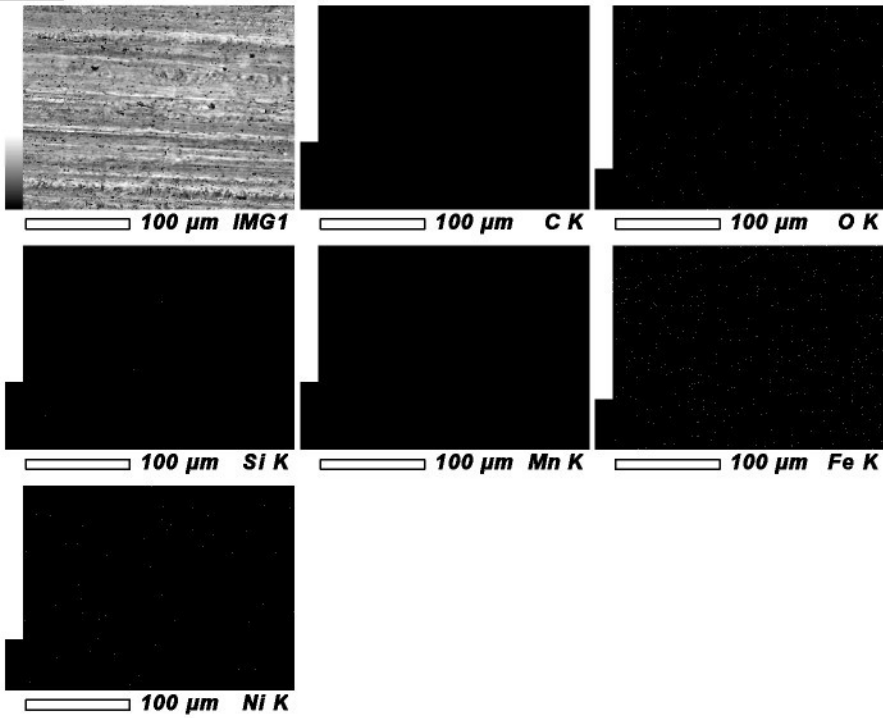
15kV

X500 50µm

10 68 SEI

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

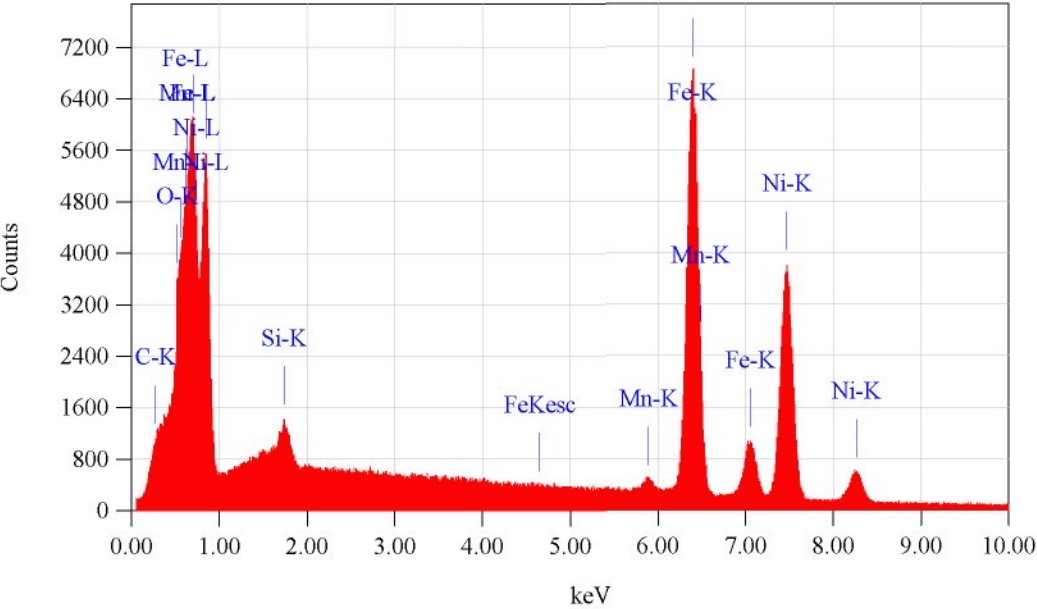
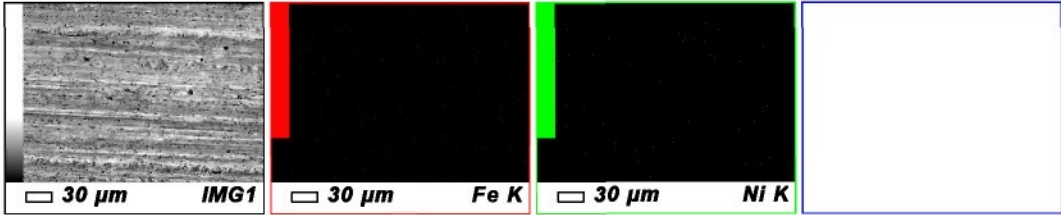
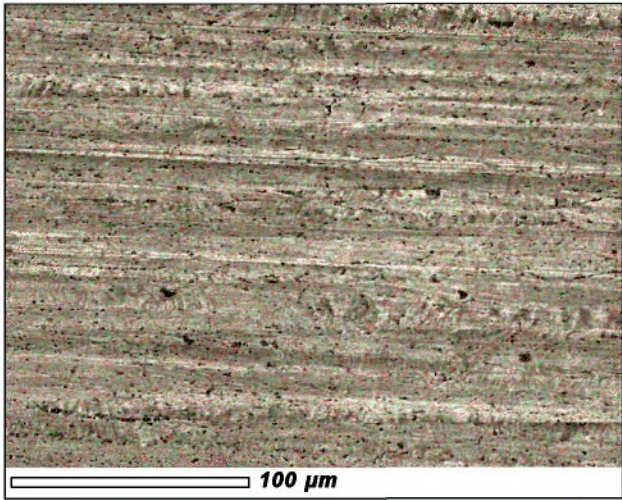
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



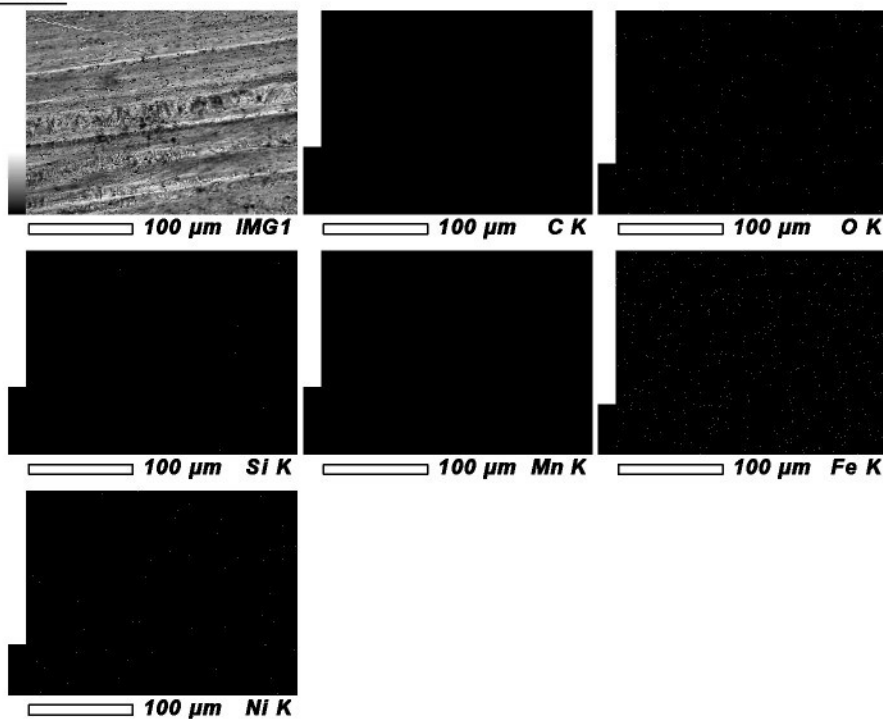
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 380.27 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2210 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

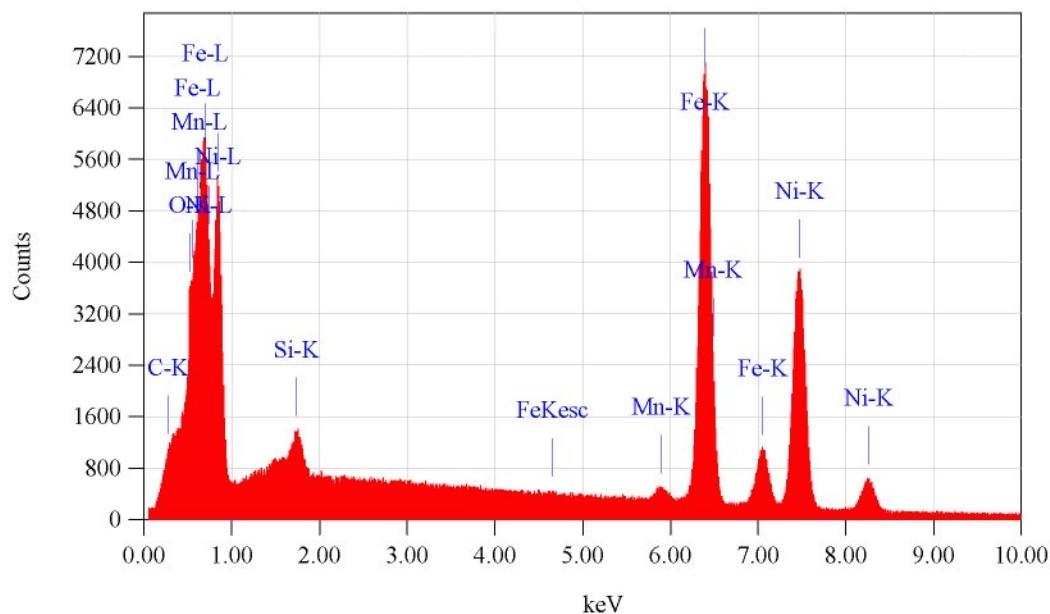


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 380.27 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2210 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

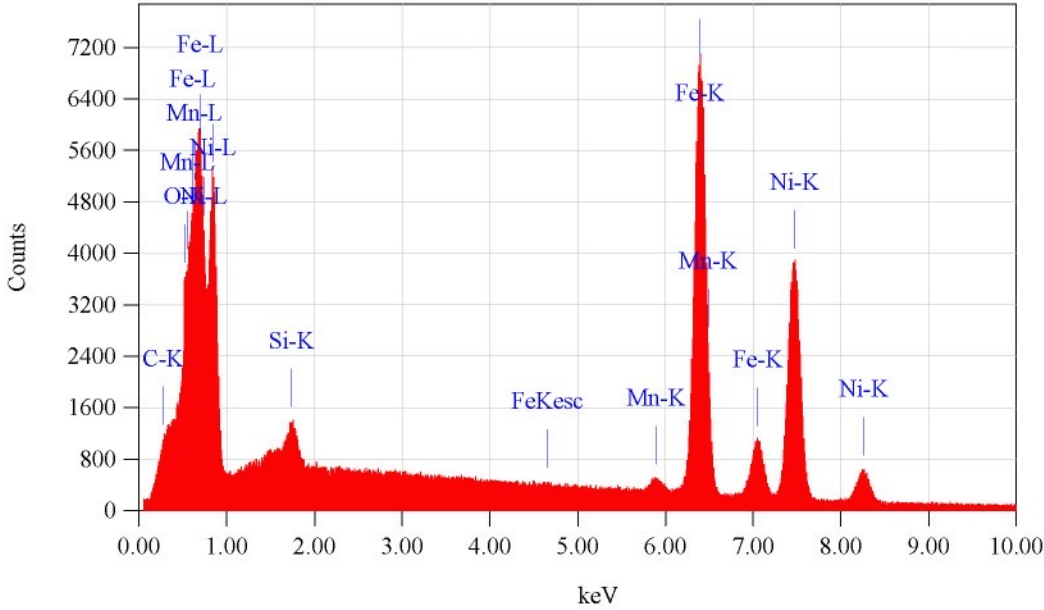
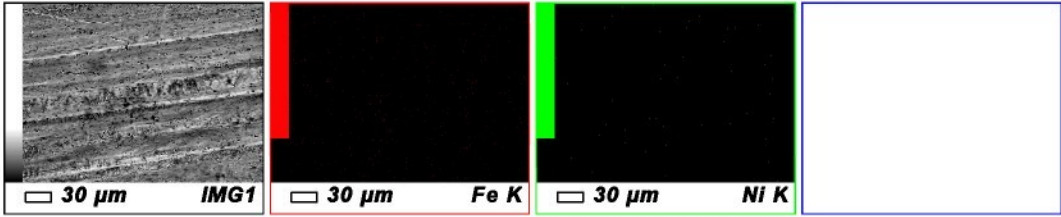
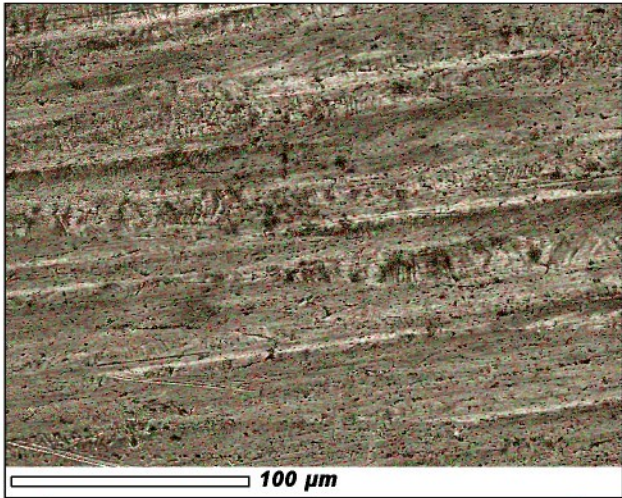
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.36 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2228 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

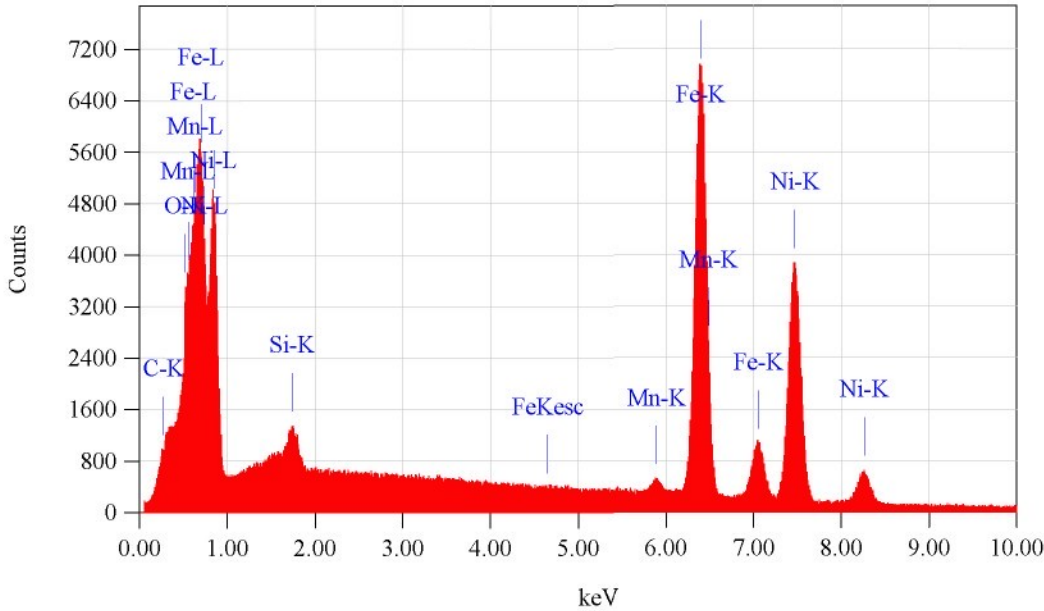
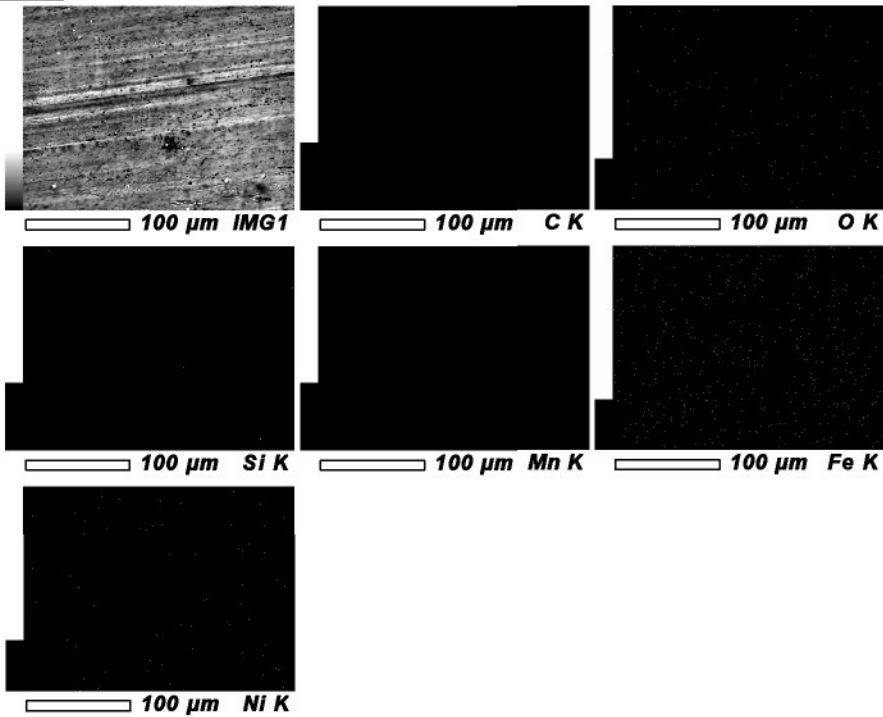
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.36 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2228 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

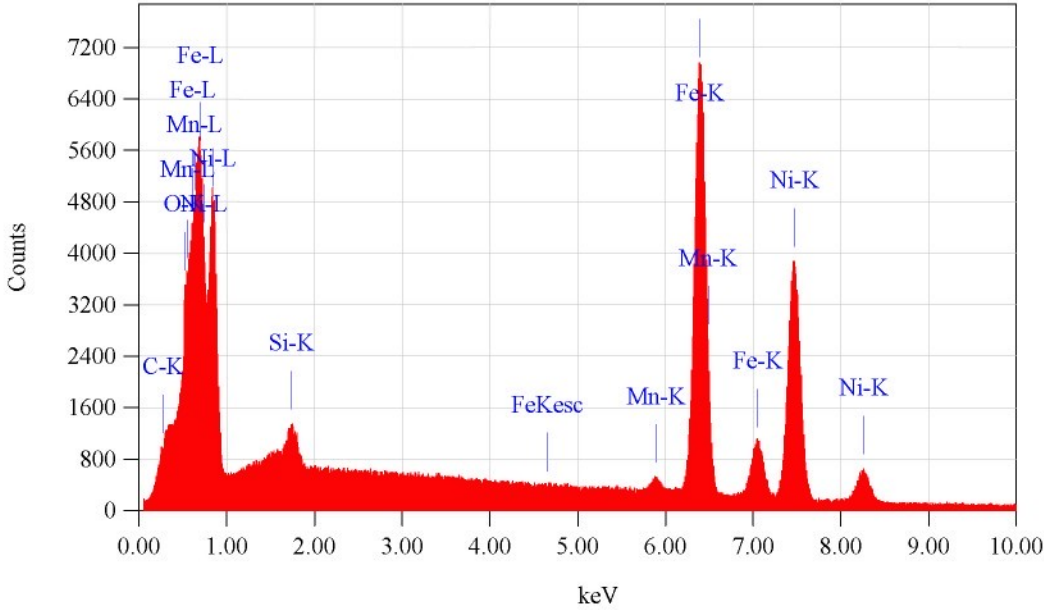
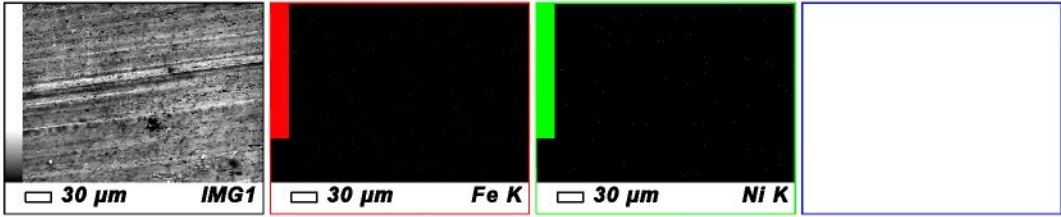
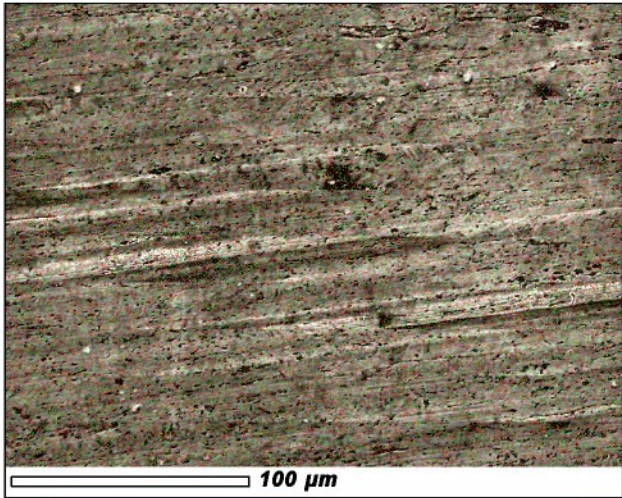
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.64 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2188 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

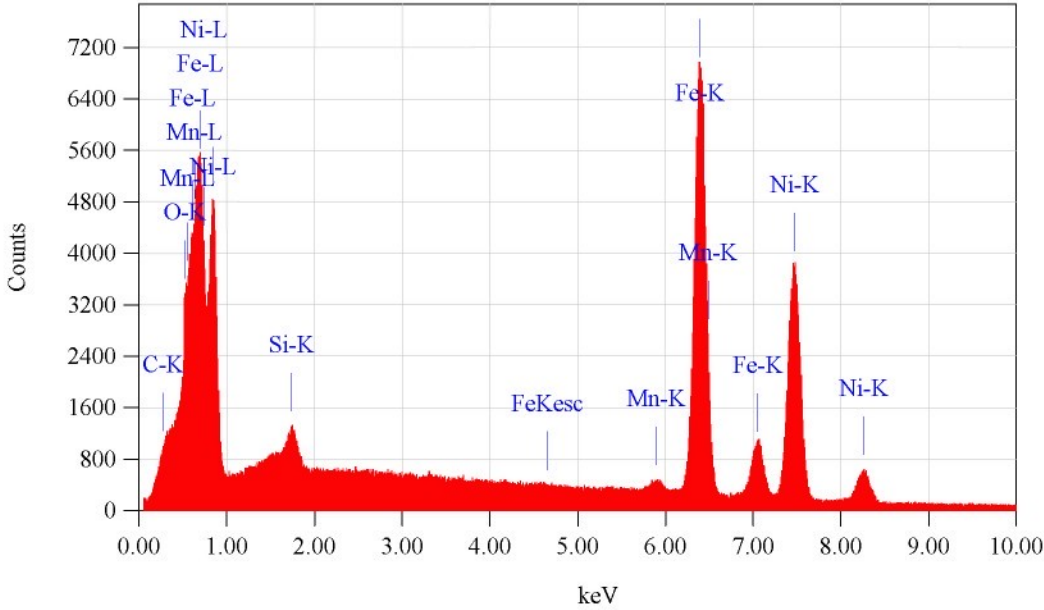
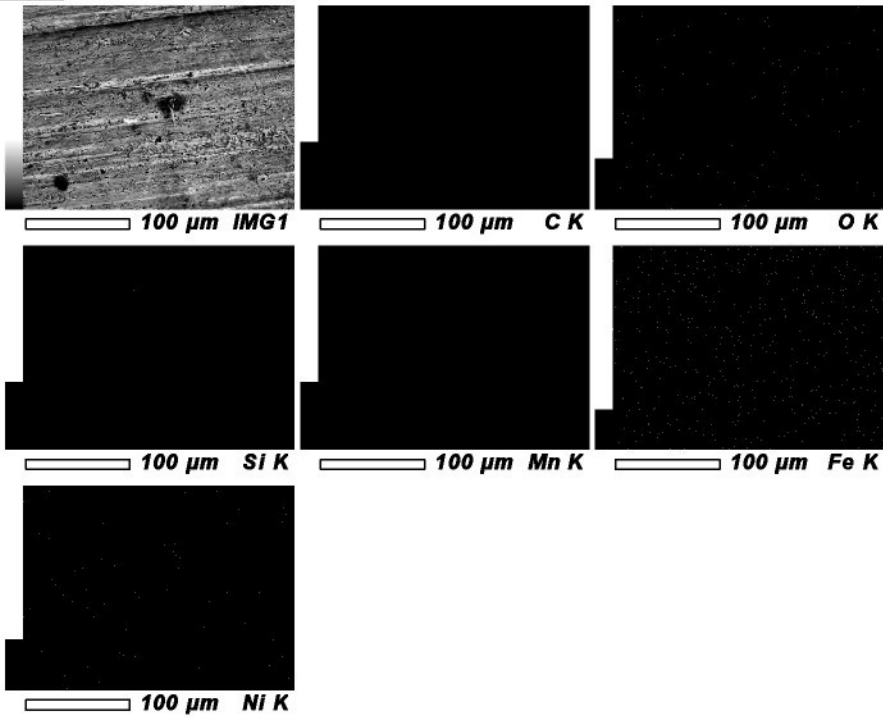
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.64 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2188 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

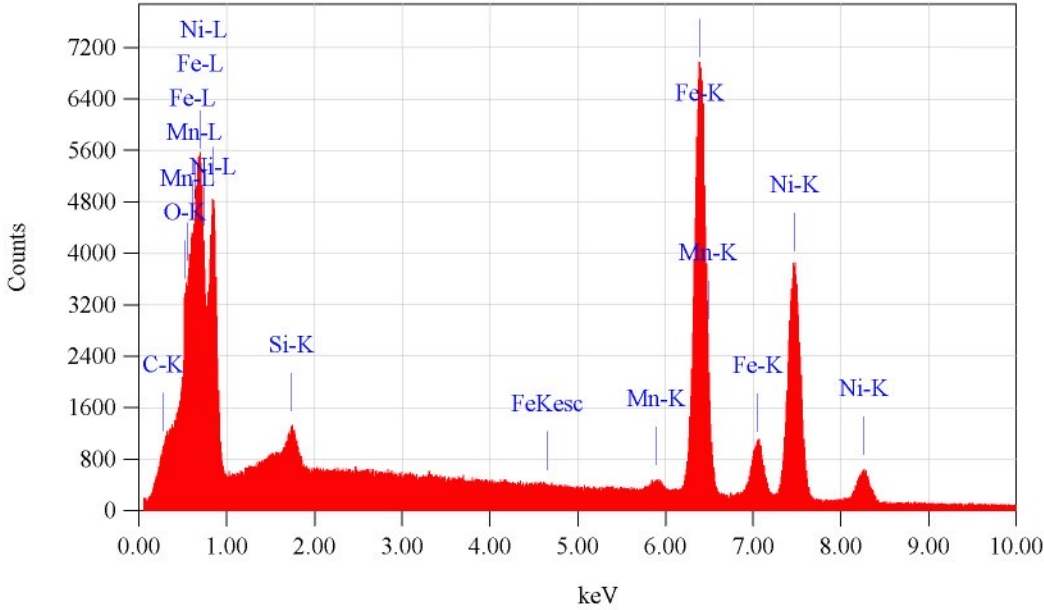
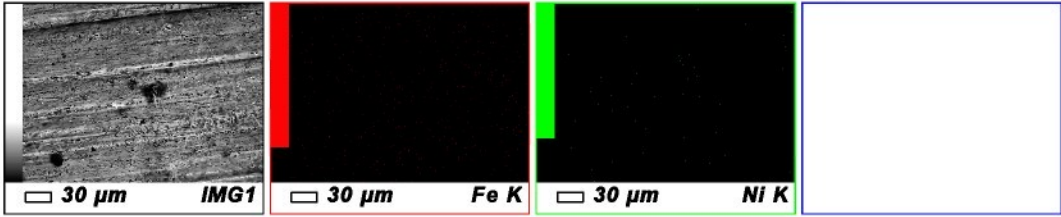
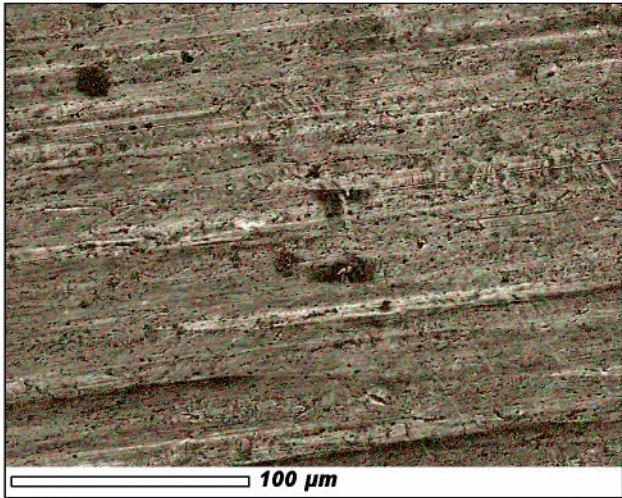
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.81 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2157 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 380.81 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2157 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
Fe K	6.398	50.09	0.32	51.34		52.1009
Ni K *	7.471	49.91	0.60	48.66		47.8991
Total		100.00		100.00		

15kV

X100  100μm

10 40 SEI

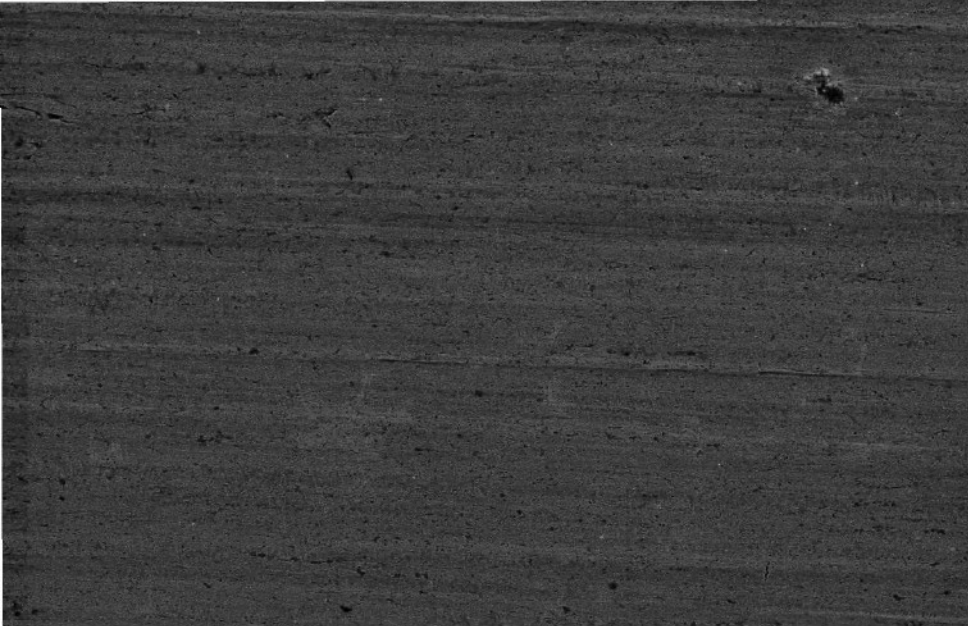


15kV

X1,100

10µm

10 40 SEI



15kV

X250 100µm

10 40 SEI



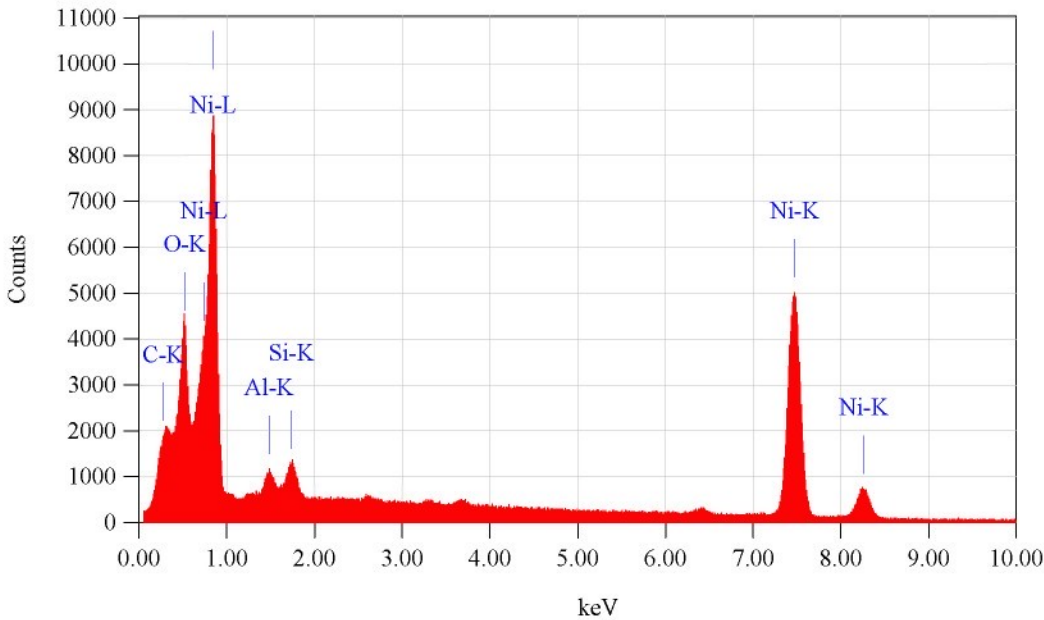
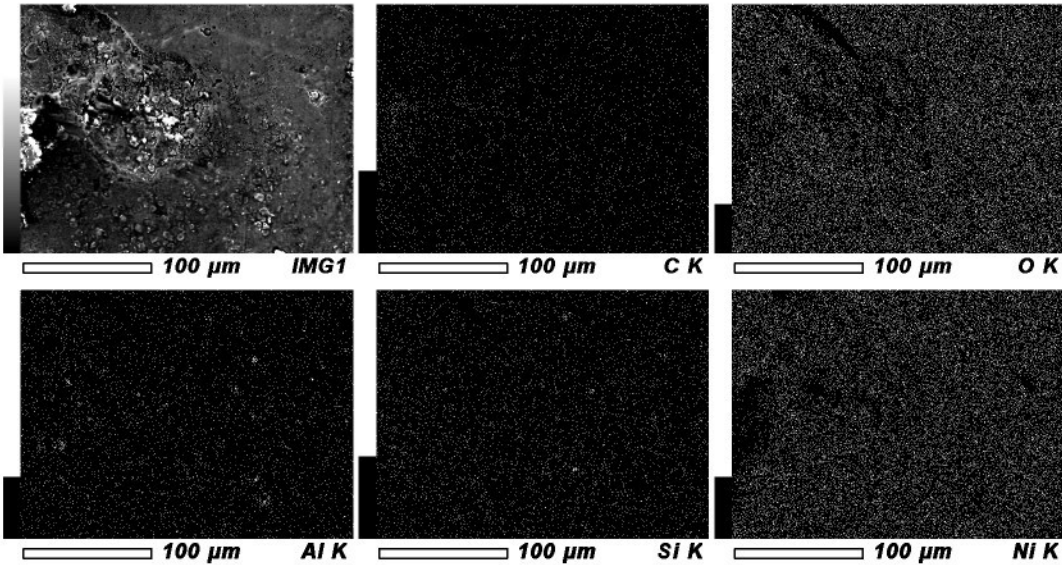
15kV

X500 50µm

10 40 SEI

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

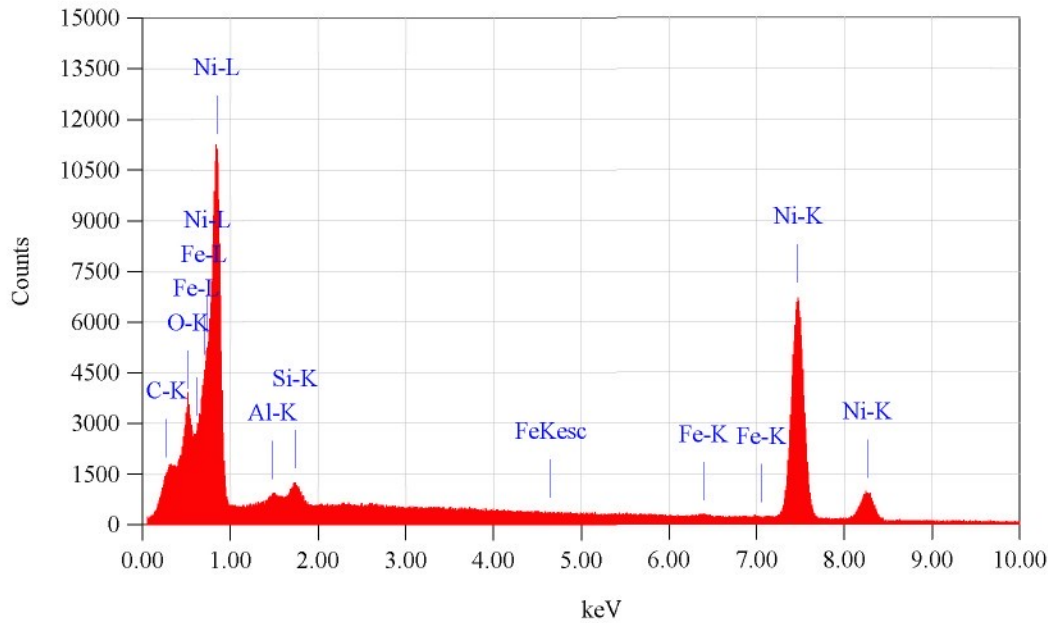
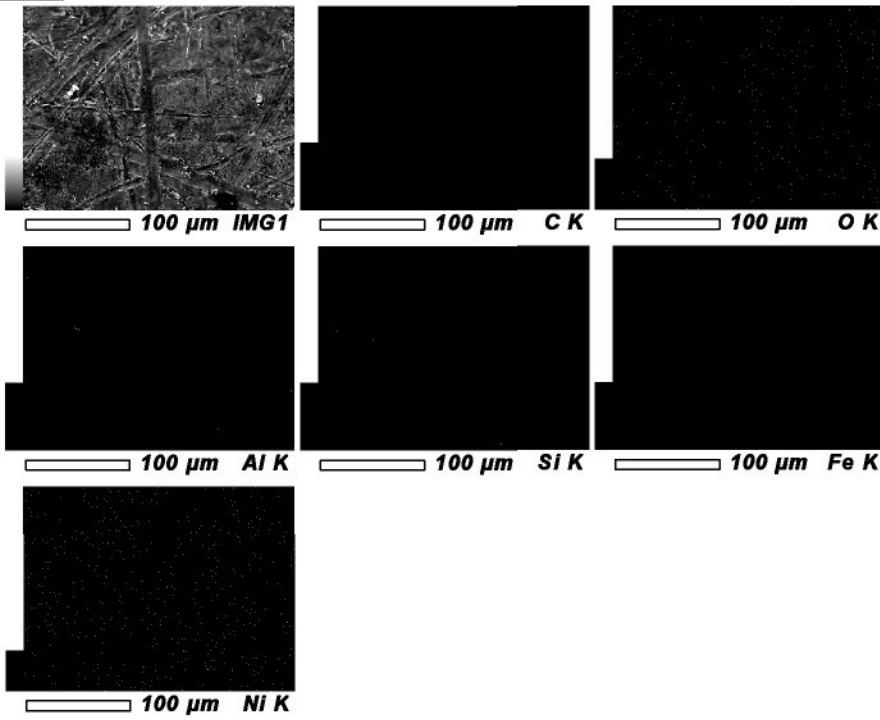
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 382.45 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1856 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

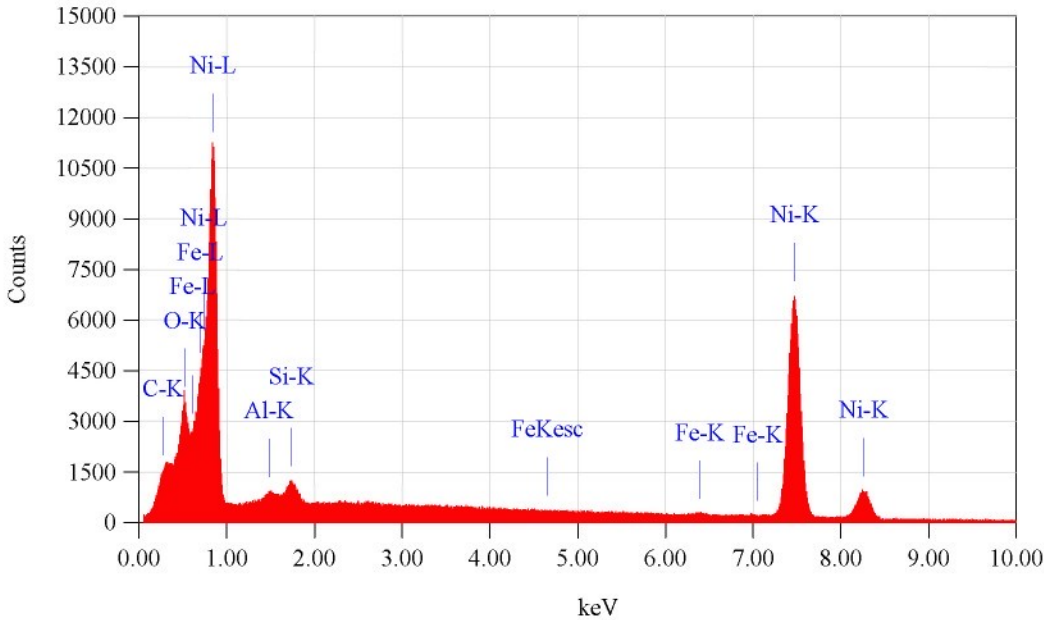
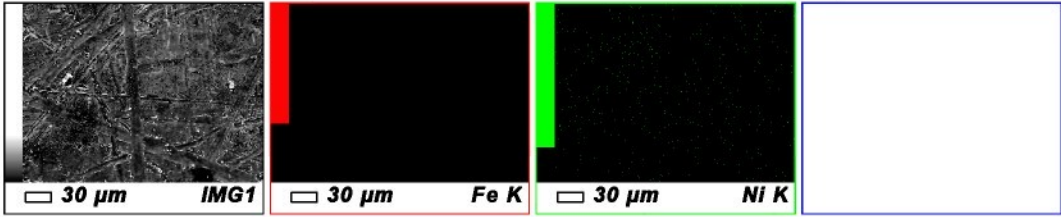
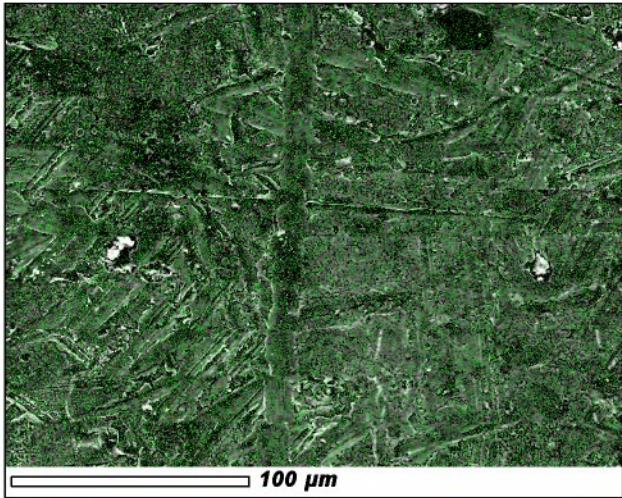
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.24 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2113 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.24 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 2113 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

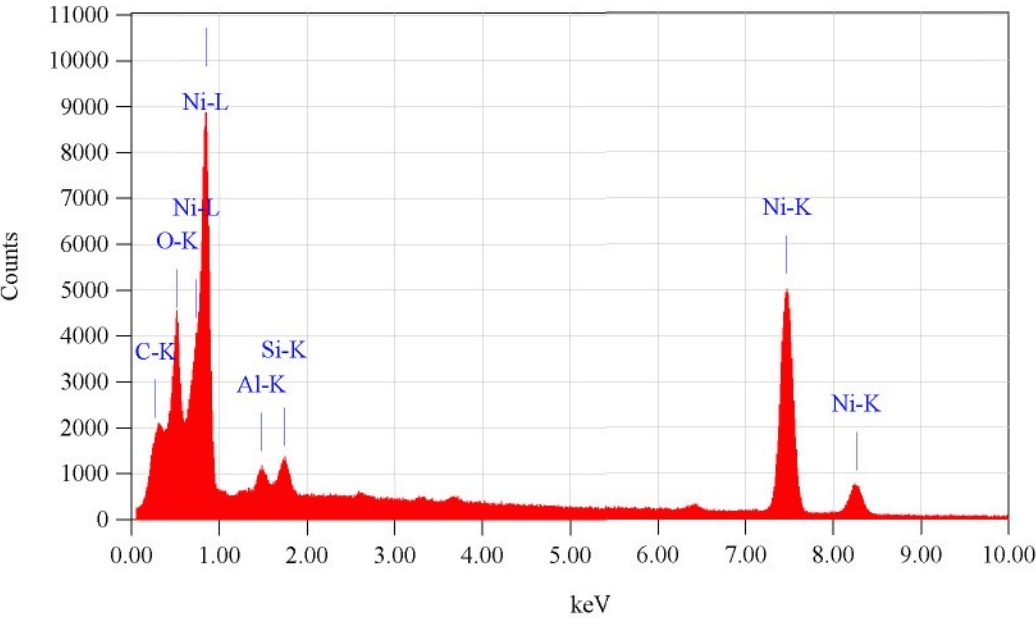
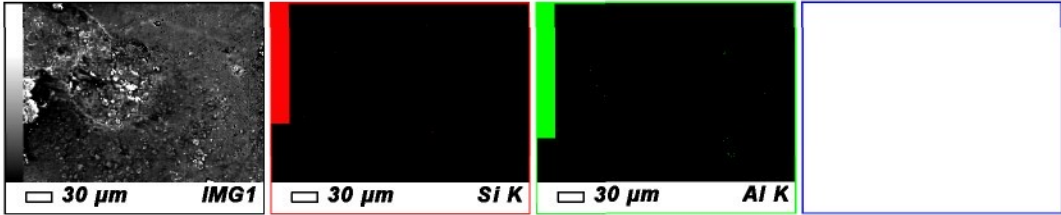
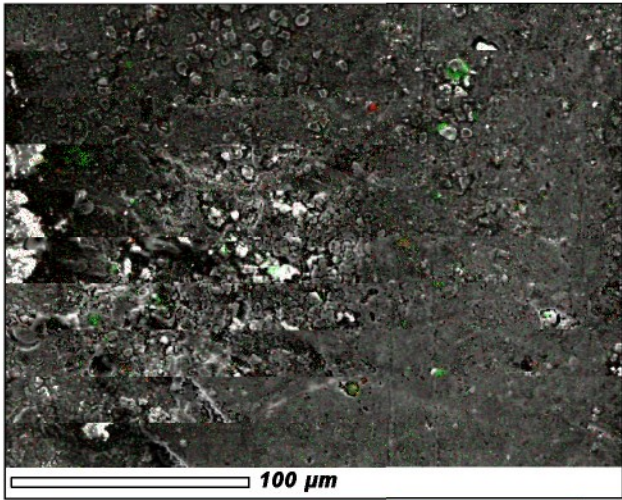
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3144

Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass%	Cation	K
Fe K	6.398	0.42	0.37	0.44				0.5138
Ni K	7.471	99.58	0.79	99.56				99.4862
Total		100.00		100.00				

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

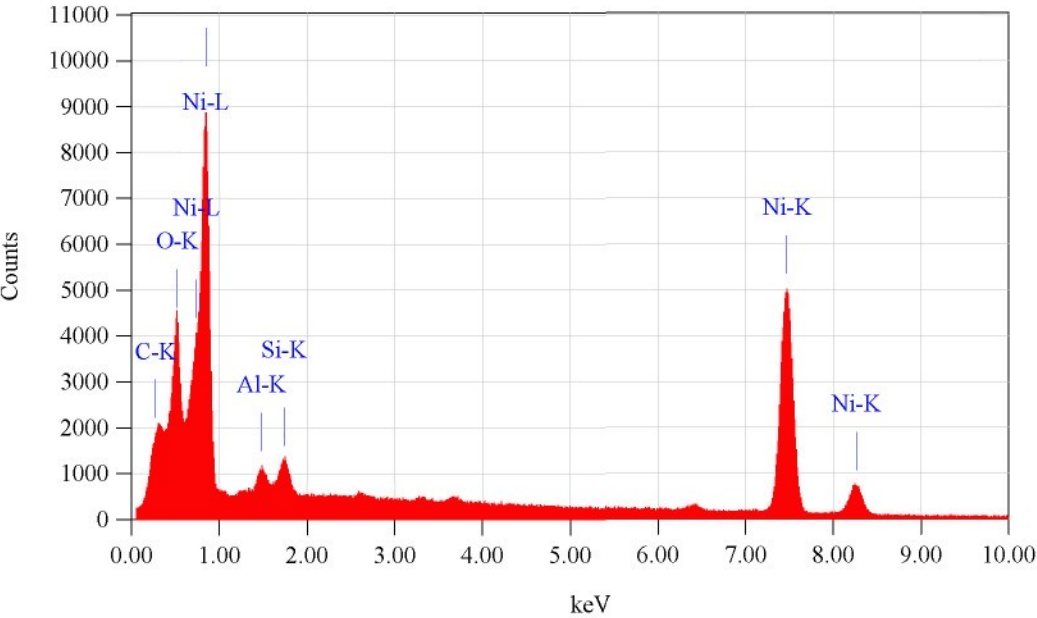
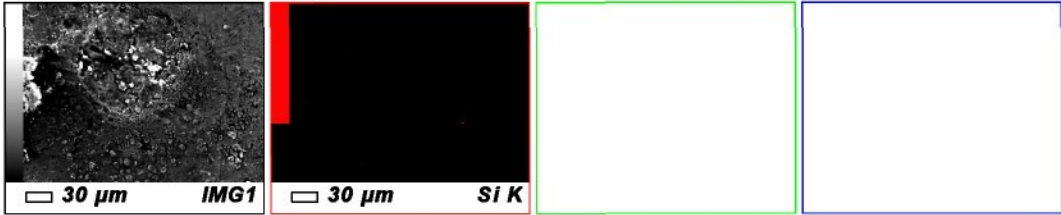
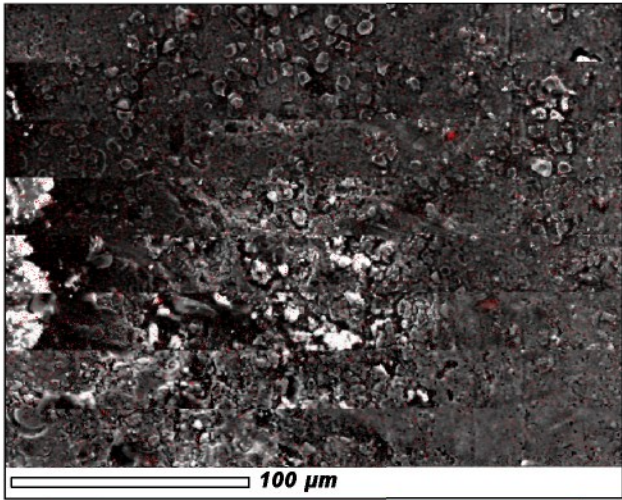
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 382.45 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1856 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

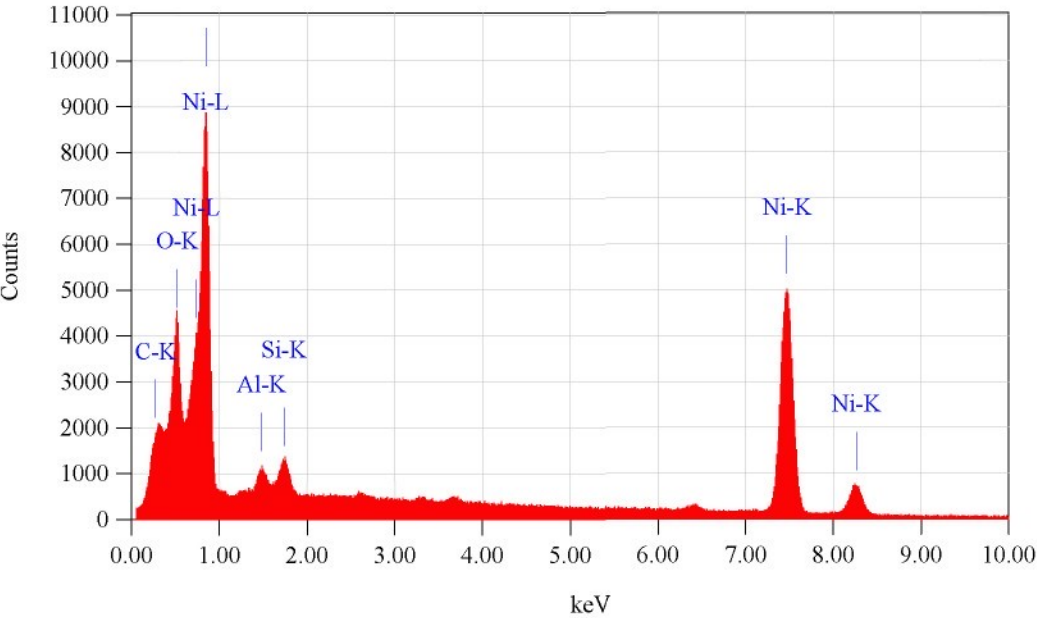
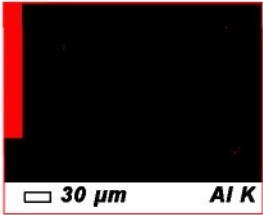
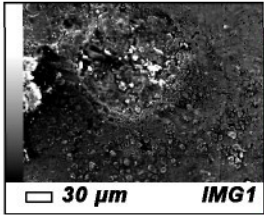
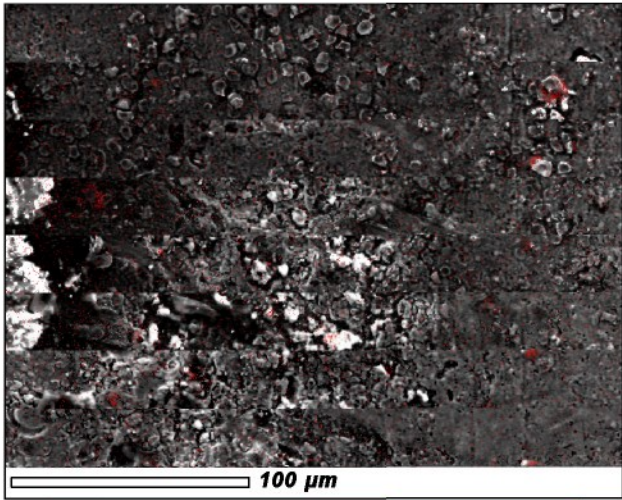
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 382.45 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1856 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

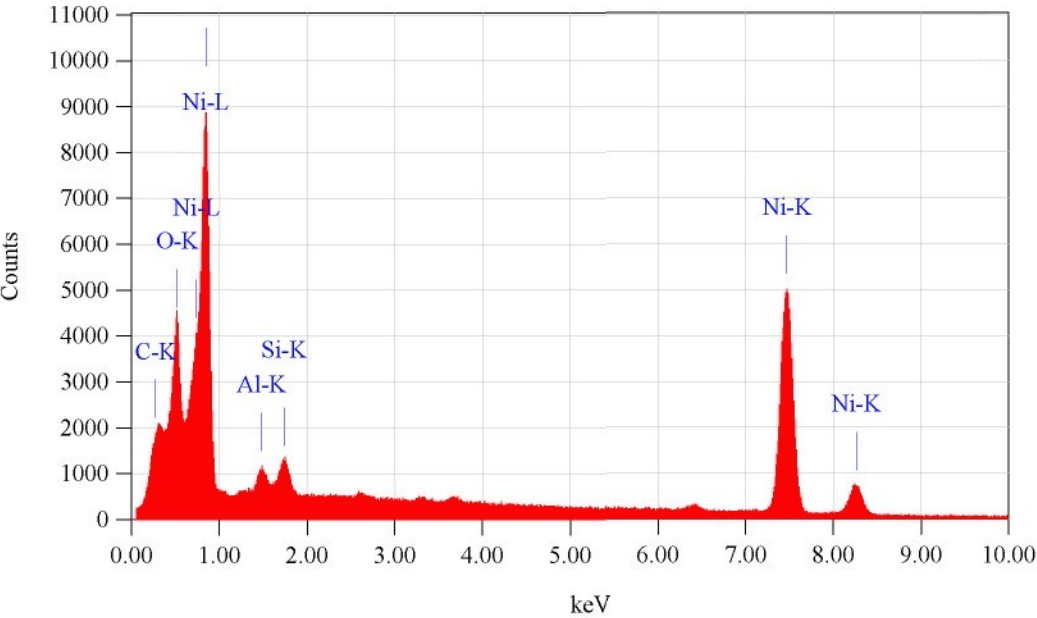
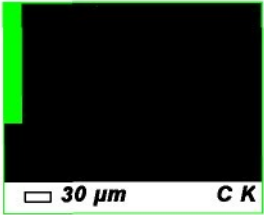
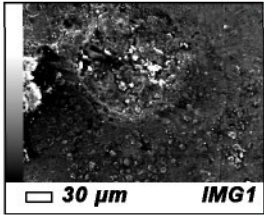
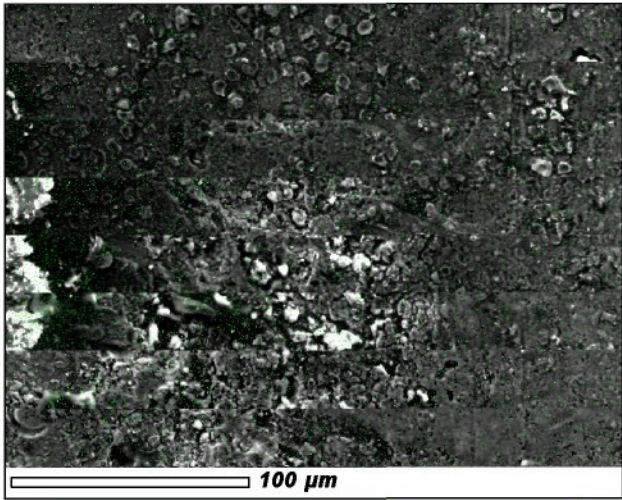
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



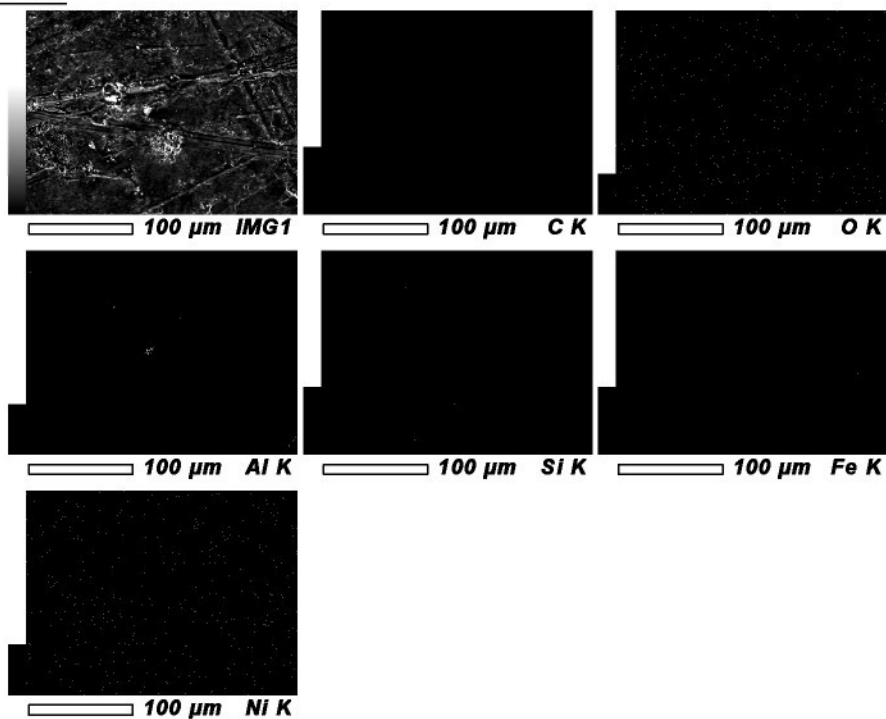
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 382.45 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1856 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

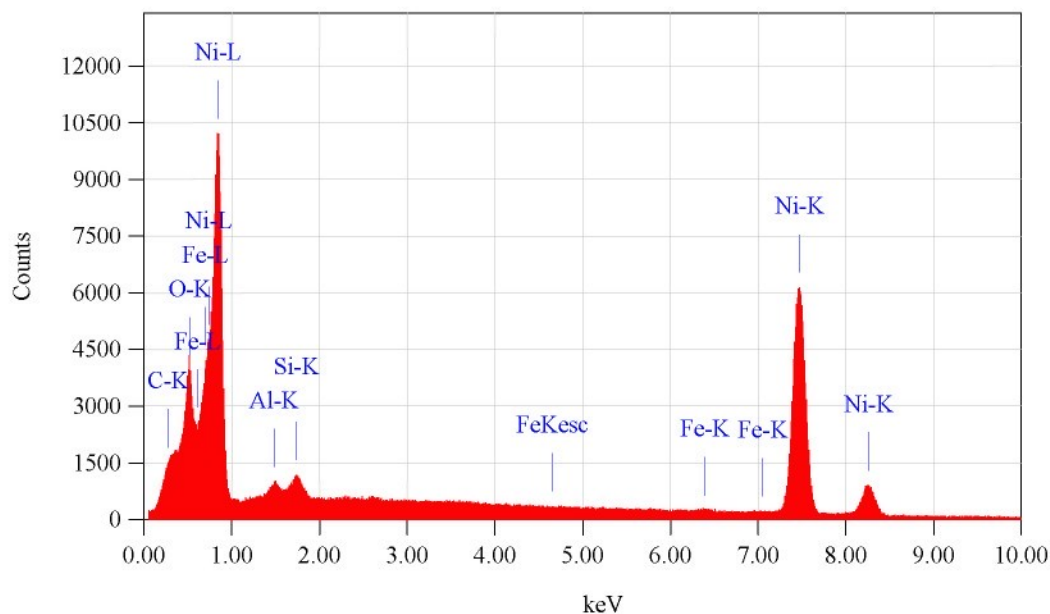


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.11 sec
Live Time : 382.45 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1856 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

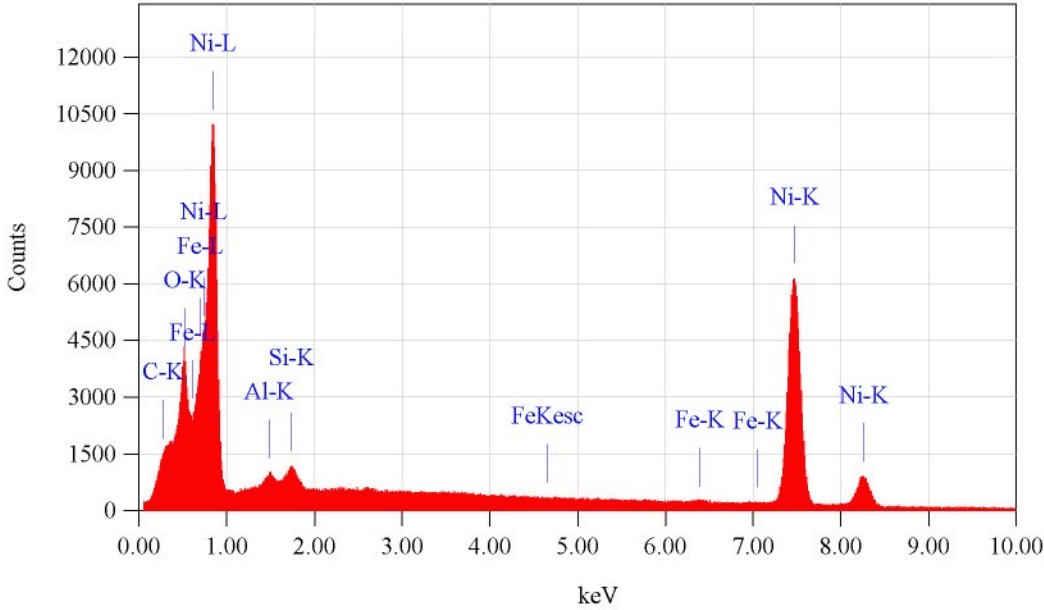
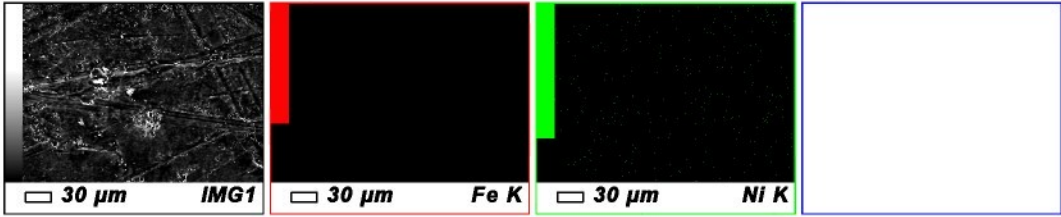
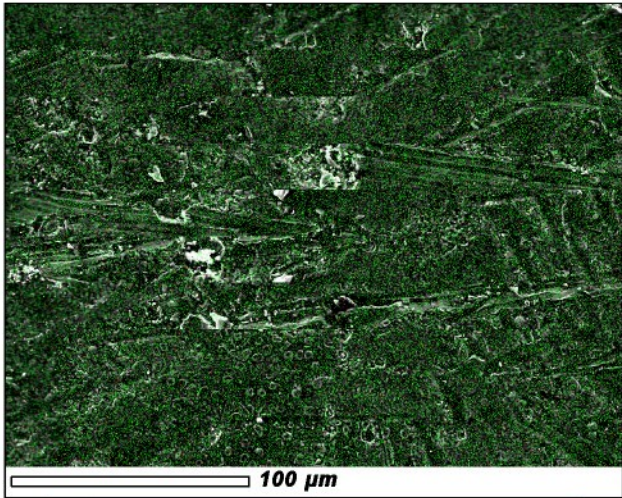
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



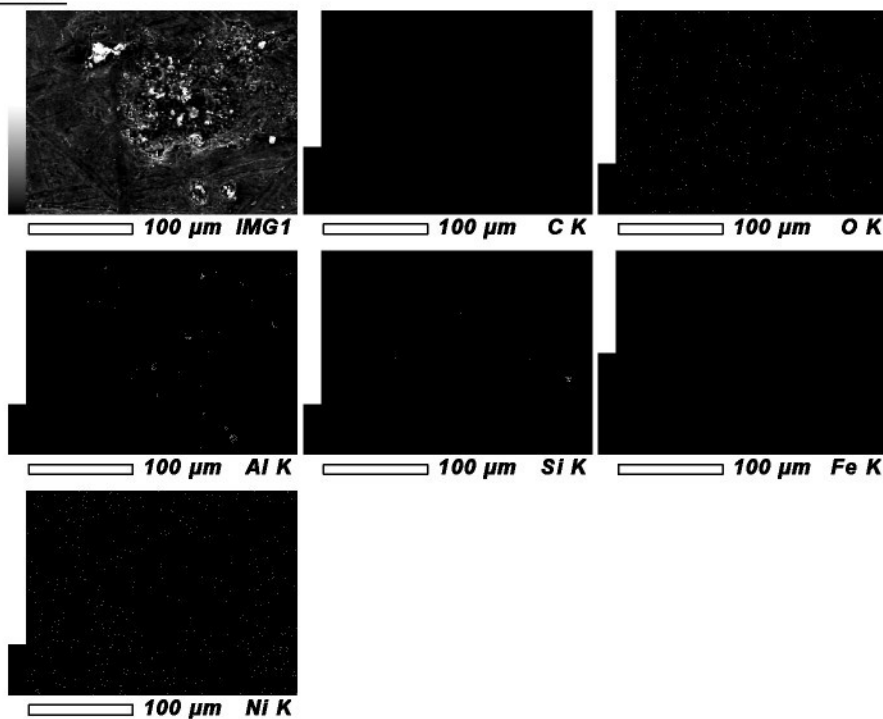
Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.60 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2038 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5

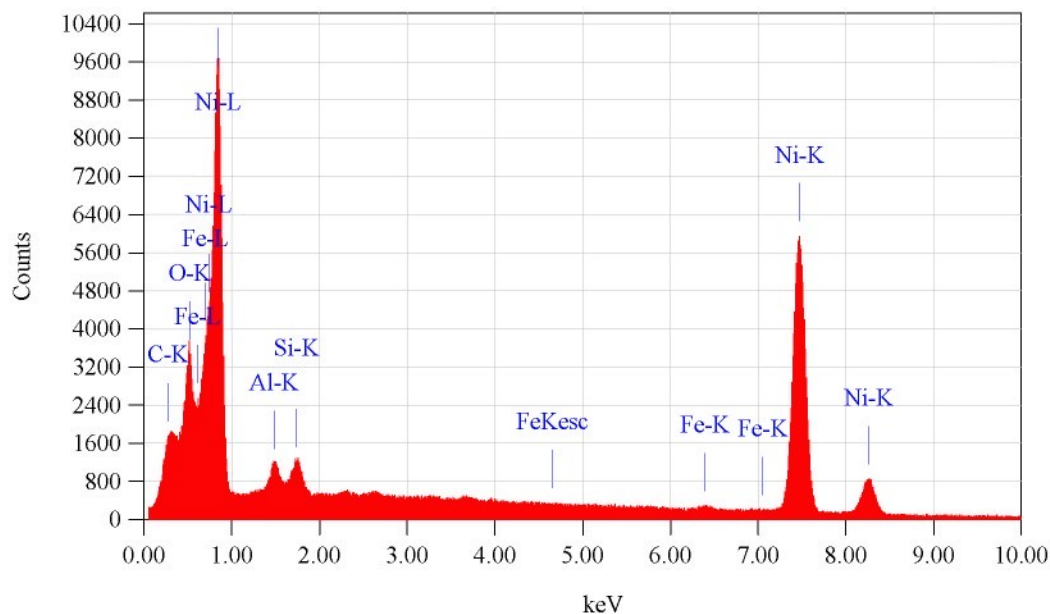


Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.60 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 2038 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

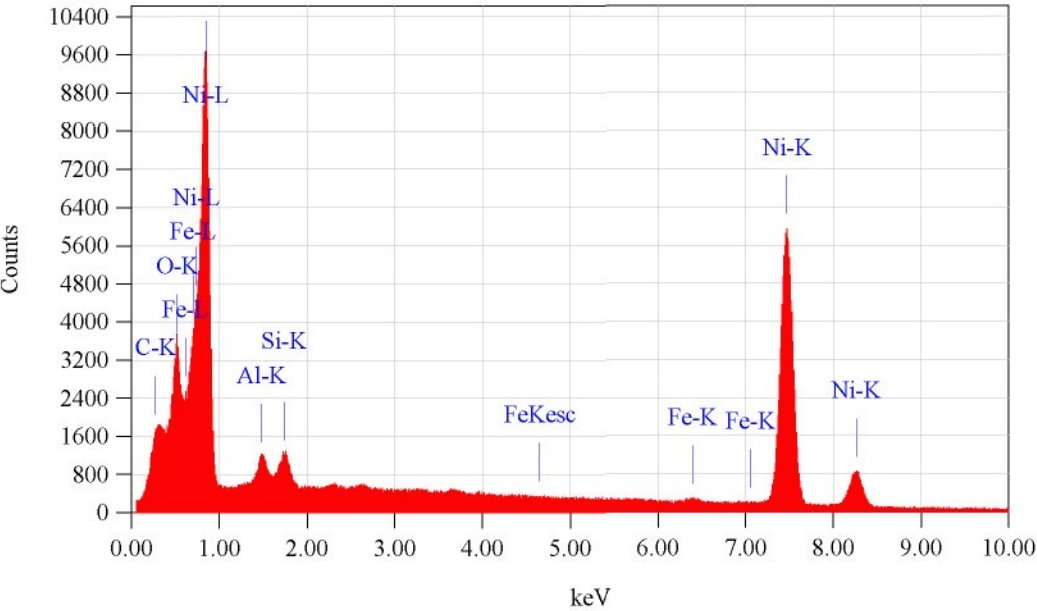
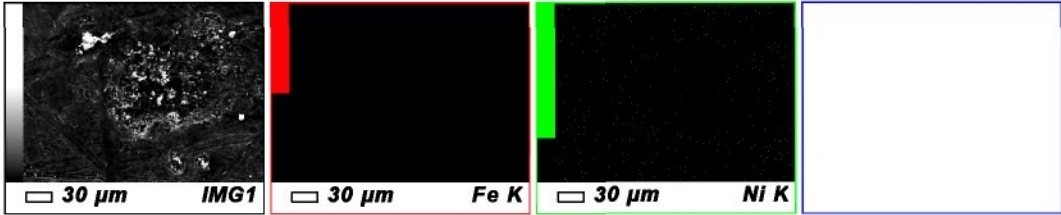
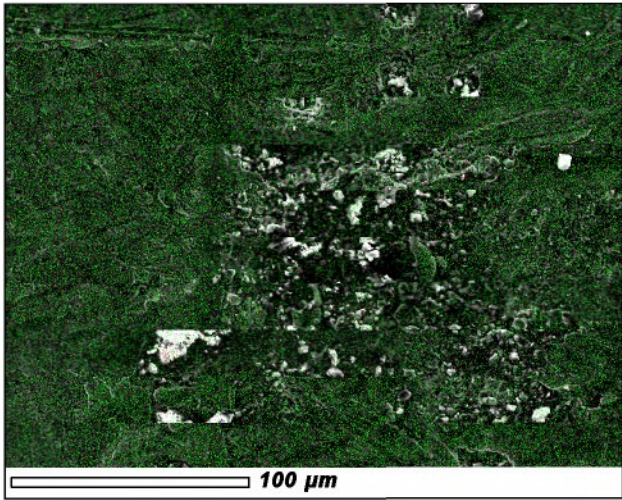
Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.94 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1968 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

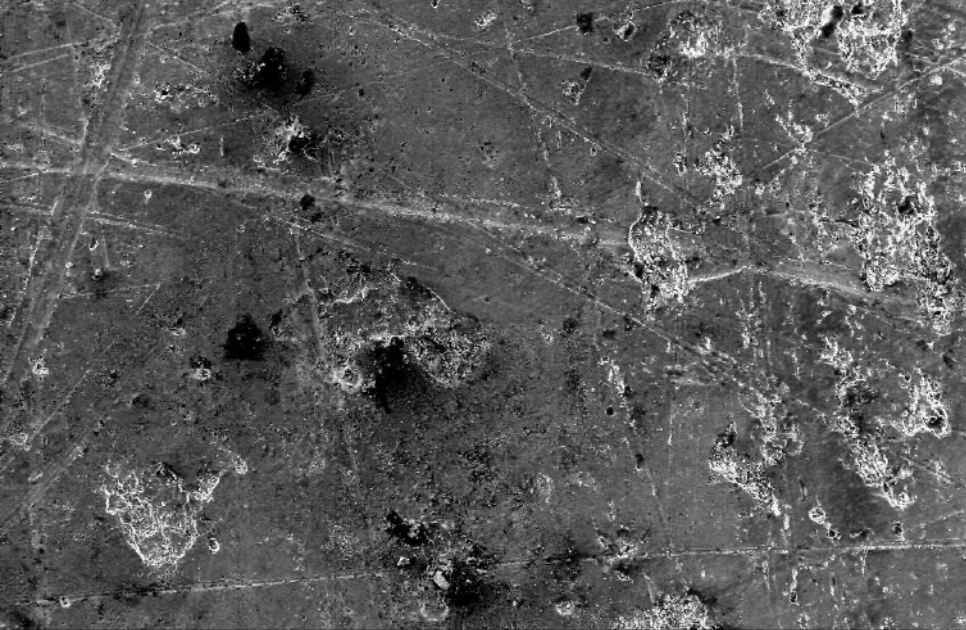
Date : 1/12/2010
Resolution : 1024 x 768

Instrument : 6380(LA)
Acc. Volt. : 15 kV
Magnification : x 500
Dwell Time : 0.1 msec
Sweep Count : 5



Acquisition Parameter
Instrument : 6380(LA)
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 393.21 sec
Live Time : 381.94 sec
Dead Time : 2 %
Counting Rate: 1968 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

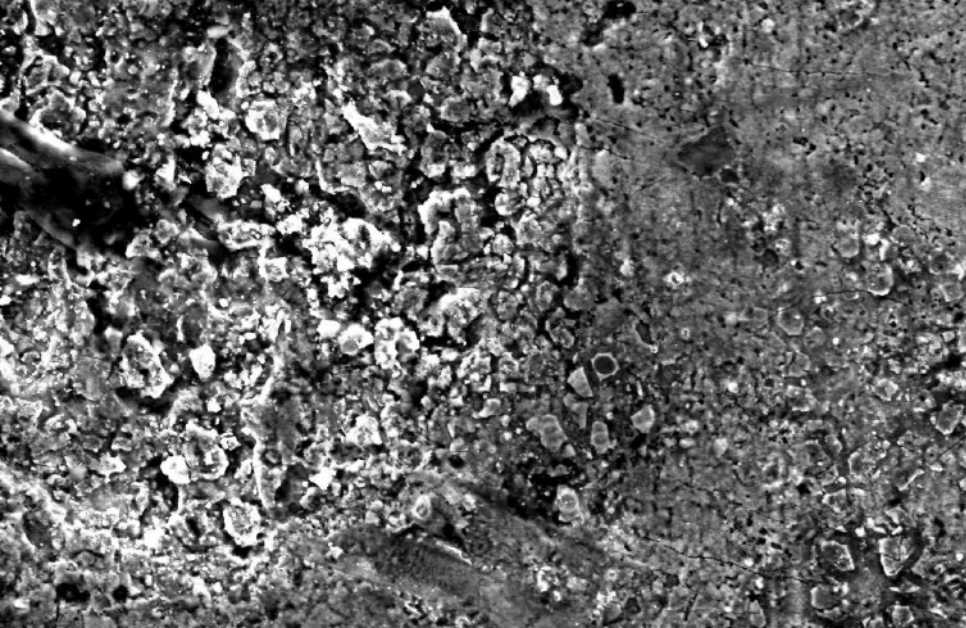
Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass% Cation K
Fe K	6.398	0.42	0.37	0.44		0.5138
Ni K	7.471	99.58	0.79	99.56		99.4862
Total		100.00		100.00		



15kV

X100  100μm

10 50 SEI



15kV

X1,000

10 μ m

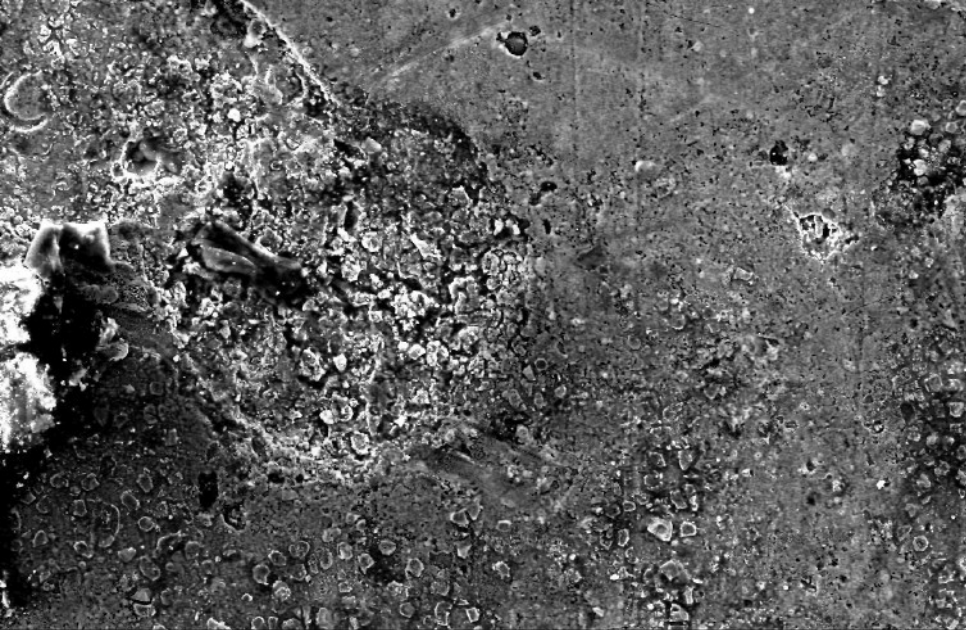
10 50 SEI



15kV

X250 100μm

10 50 SEI



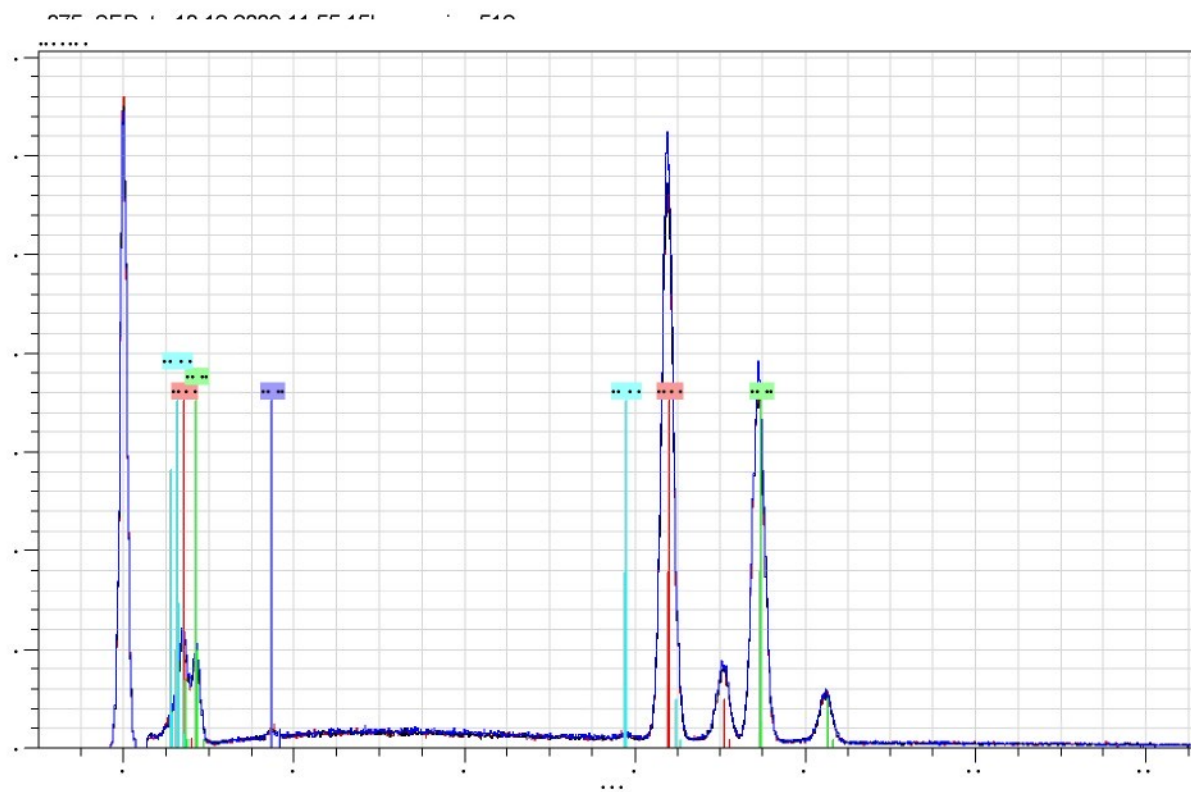
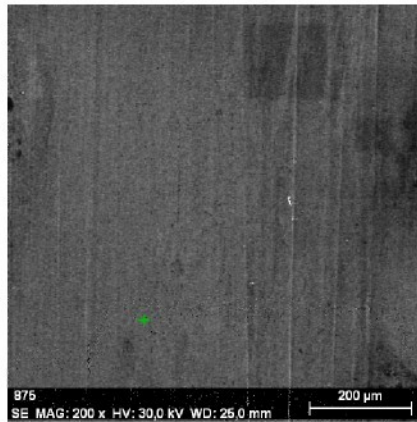
15kV

X500 50µm

10 50 SEI

Application Note

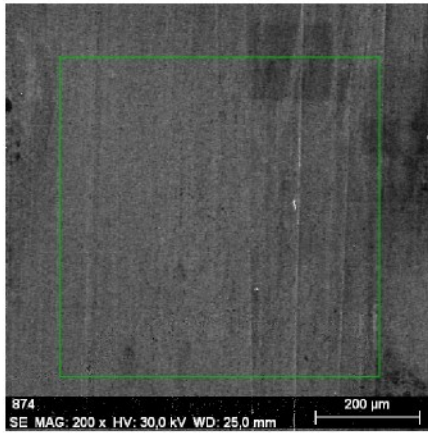
Company / Department



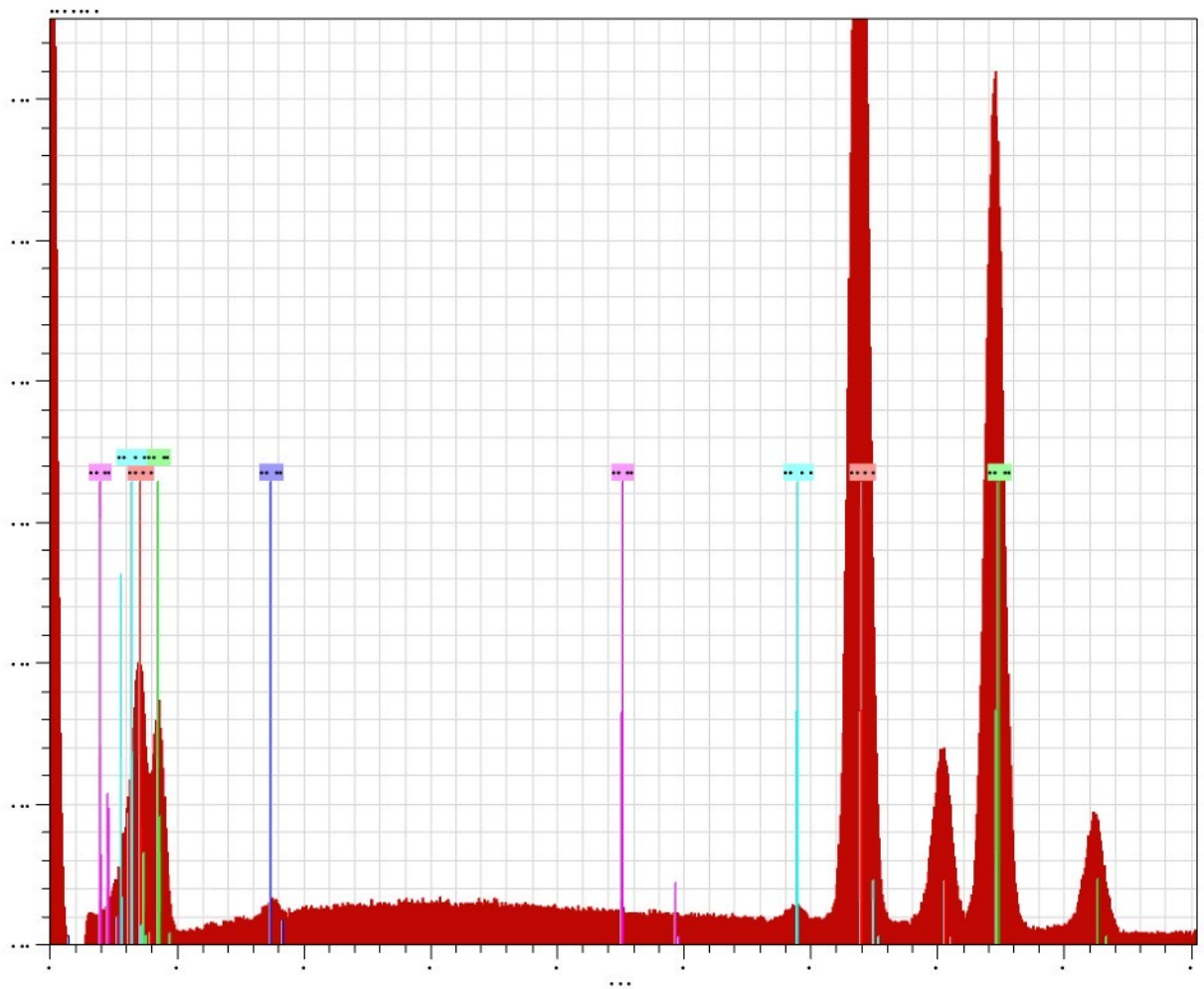
Date: 18.12.2009 11:44:45

Mass percent (%)

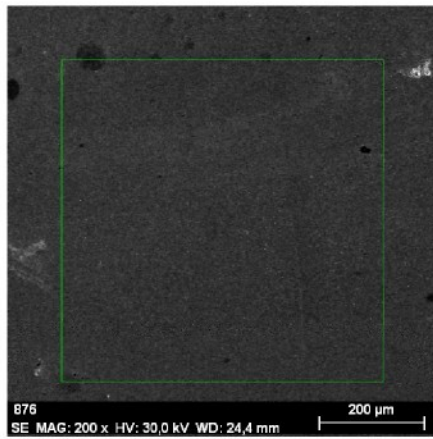
Spectrum	Si	Mn	Fe	Ni
3	0,44	0,39	54,62	53,99
2	0,72	0,36	56,18	54,21
1	0,64	0,46	56,44	53,91
Mean value:	0,60	0,41	55,75	54,03
Sigma:	0,14	0,05	0,98	0,16
Sigma mean:	0,08	0,03	0,57	0,09



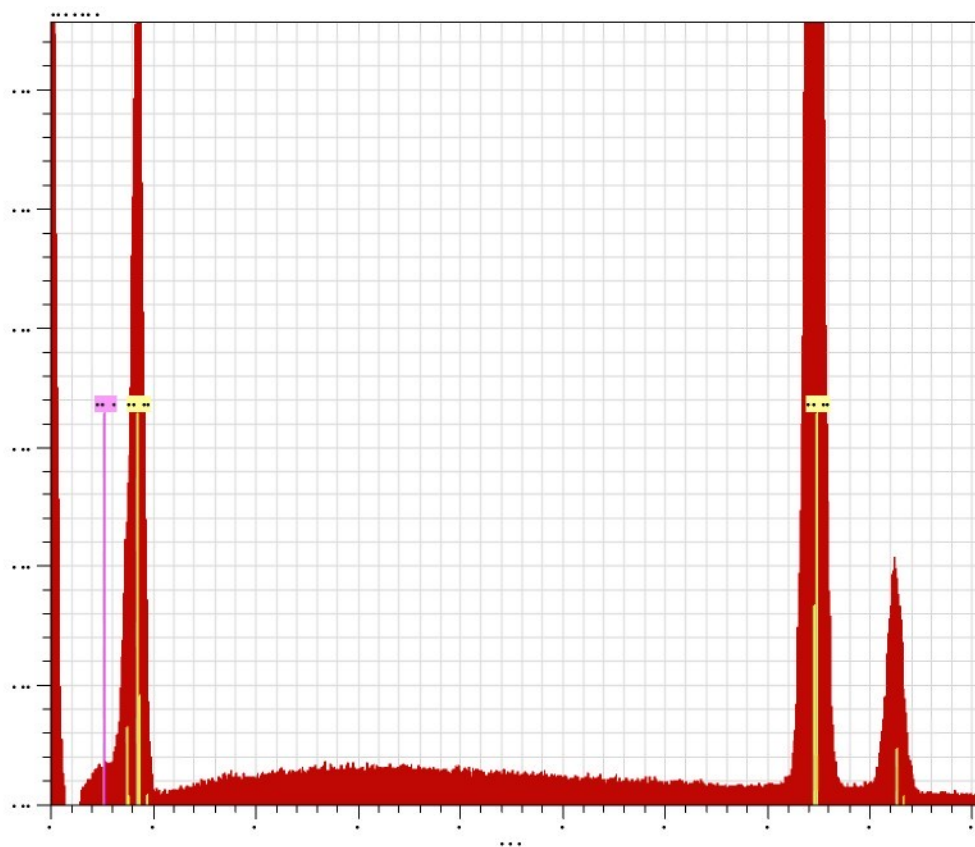
874_SEDate:18.12.2009 11:37:02Image size:512
x 512Mag:200xHV:30,0kV



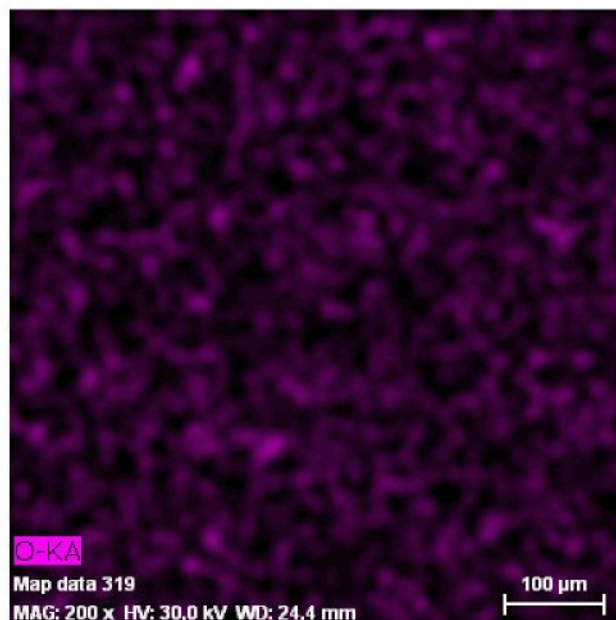
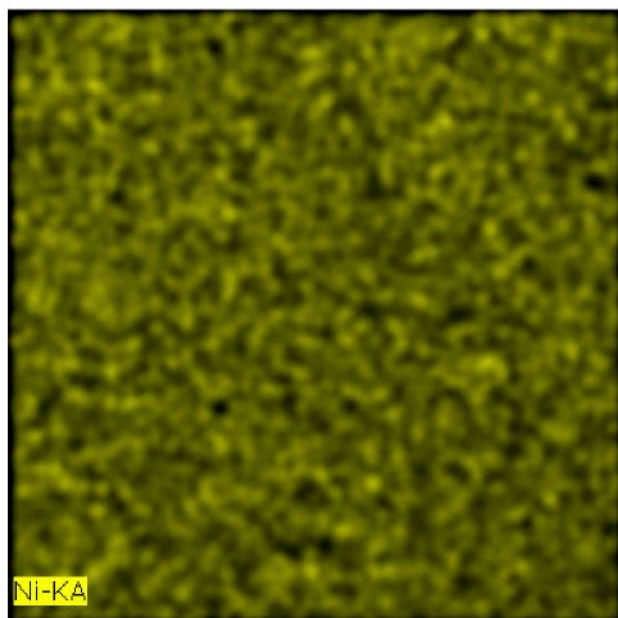
El	AN	Line	unn. C [mass %]	norm. C [mass %]	Atom. C [At.%]
Si	14	K-series	0,56	0,51	1,03
Ti	22	K-series	0,10	0,09	0,11
Mn	25	K-series	0,53	0,48	0,50
Fe	26	K-series	55,13	50,27	51,21
Ni	28	K-series	53,36	48,65	47,16



876_SEDate:18.12.2009 12:09:24Image size:512
x 512Mag:200xHV:30.0kV



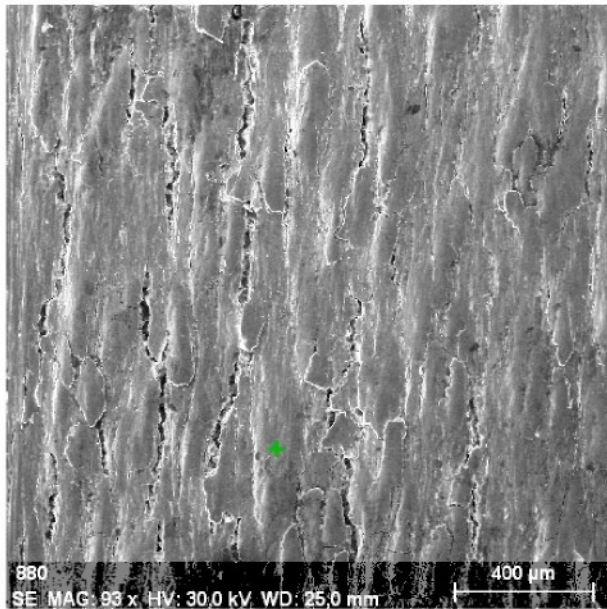
El	AN	Line	unn. C [mass %]	norm. C [mass %]	Atom. C [At. %]
O	8	K-series	3,35	3,16	10,70
Ni	28	K-series	102,53	96,84	89,30
Total::			105,9 %		



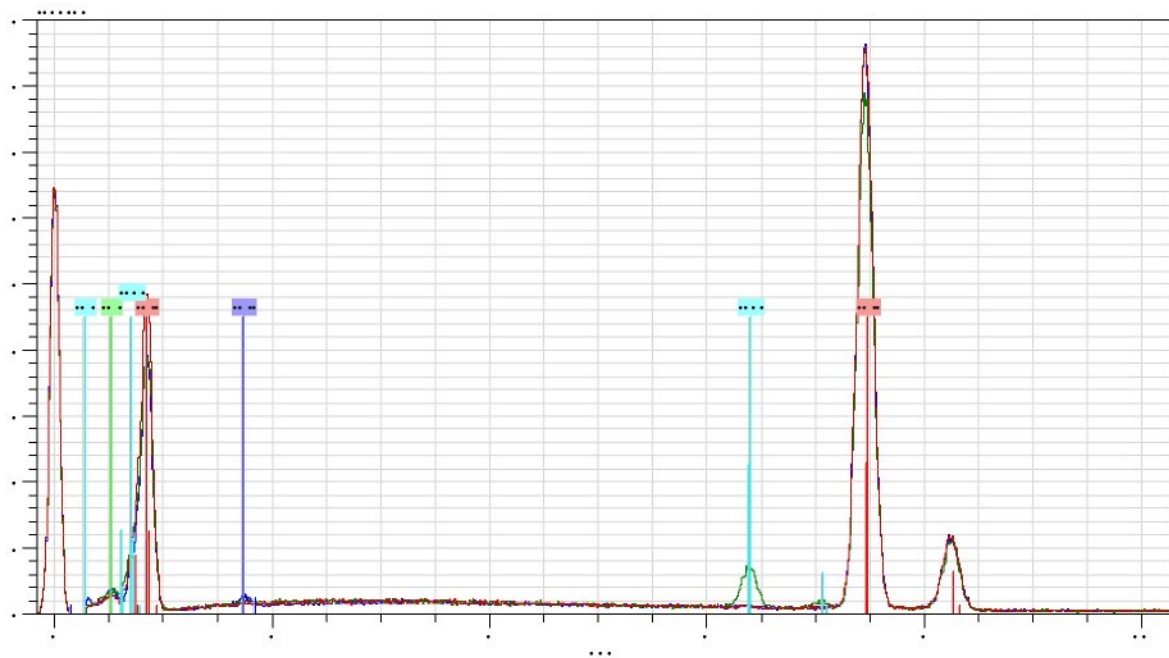
Ni-KA, O-KA Date: 18.12.2009 12:09:24
Image size: 384 x 384
Mag: 200x
HV: 30.0 kV

Application Note

Company / Department



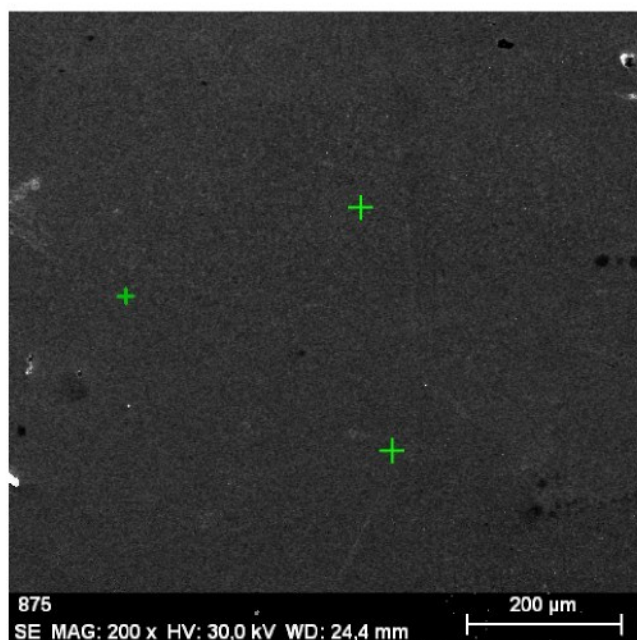
880_SEDate:18.12.2009 13:39:28Image size:512 x
512Maq:93.226736xHV:30.0kV



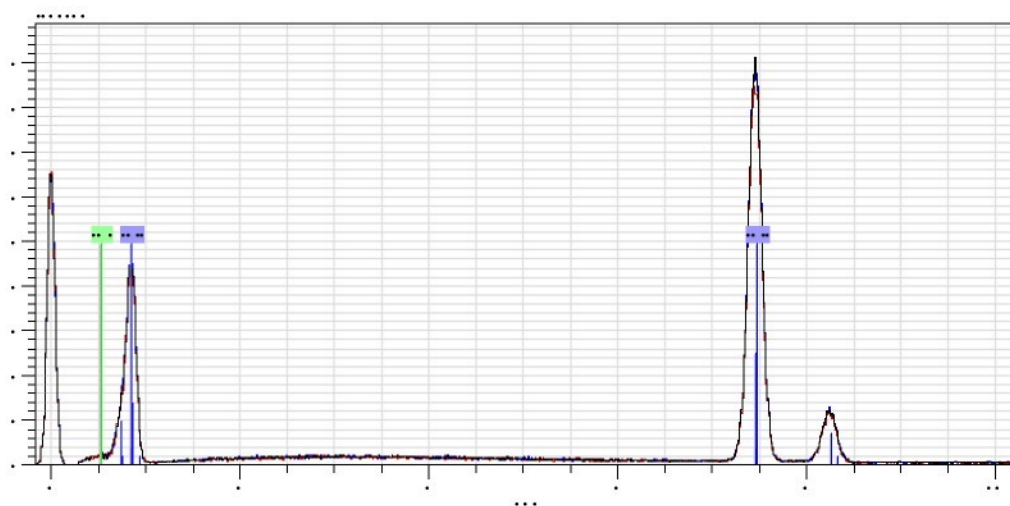
Date:18.12.2009 13:39:28

Atomic percent (%)

Spectrum	C	O	Si	Fe	Ni
vrstva3	- 14,48	-	-	- 85,52	
vrstva2	- 17,06	-	3,53	79,41	
vrstva1	7,01	13,06	1,92	-	78,02
Mean value:	2,34	14,86	0,64	1,18	80,98
Sigma:	4,04	2,03	1,11	2,04	3,99
Sigma mean:	2.34	1.17	0.64	1.18	2.30



875 SEDate:18.12.2009 12:04:36Image size:512 x 512Mag:200xHV:30.0kV



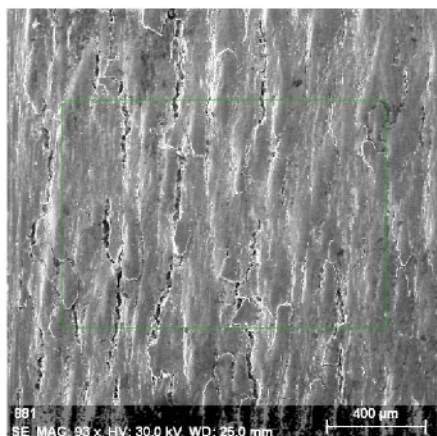
Date: 10-12-2000 11:50:02

Atomic percent (%)

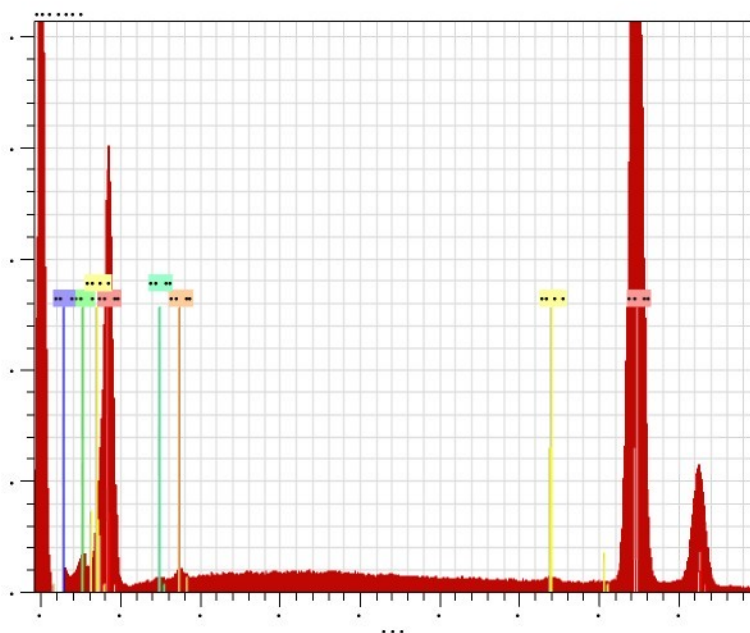
Spectrum	O	Ni
3	10,70	89,30
2	11,41	88,59
1	11,55	88,45
Mean value:	11,22	88,78
Sigma:	0,45	0,45

● ● ● ● ● ● ● ● ●

• • • • •

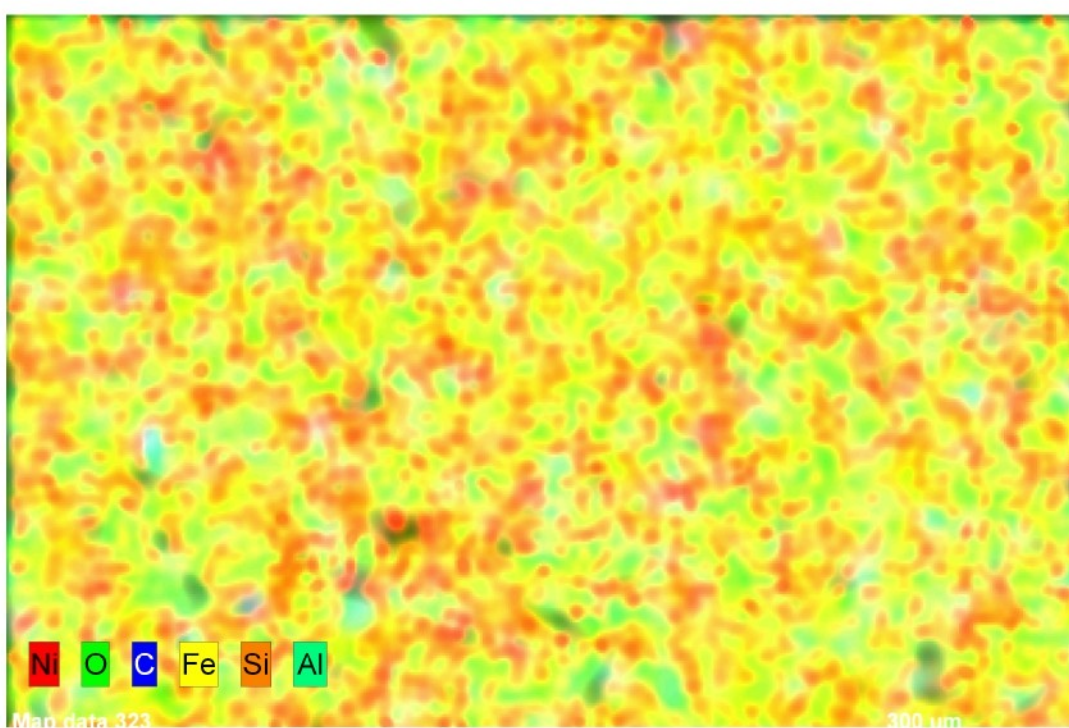


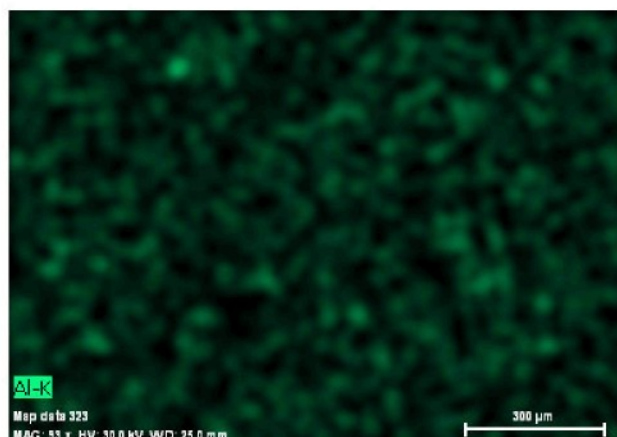
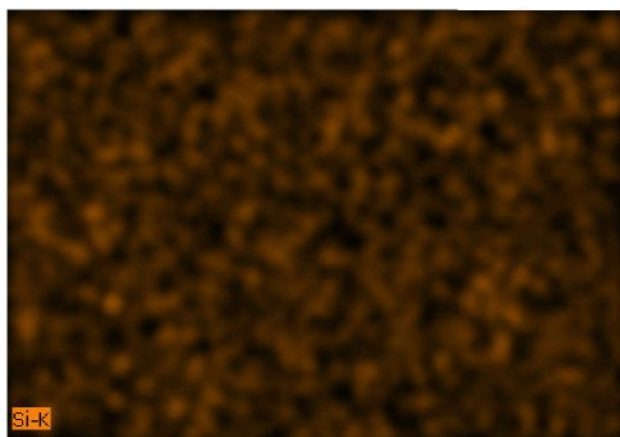
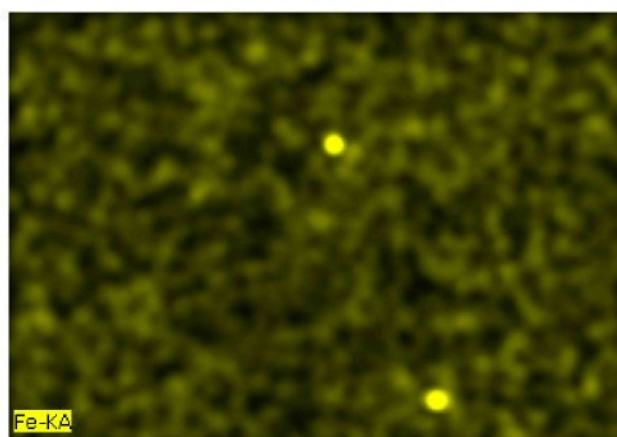
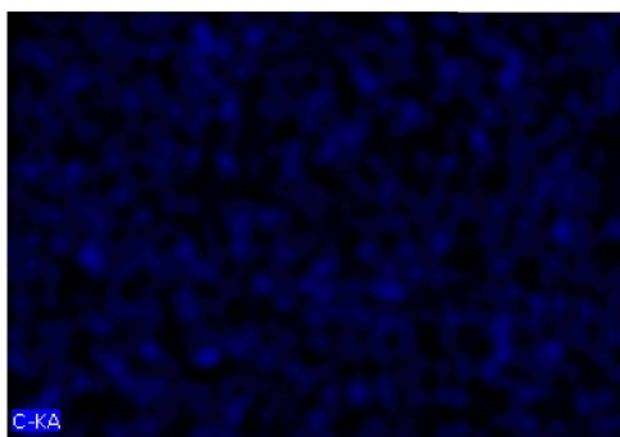
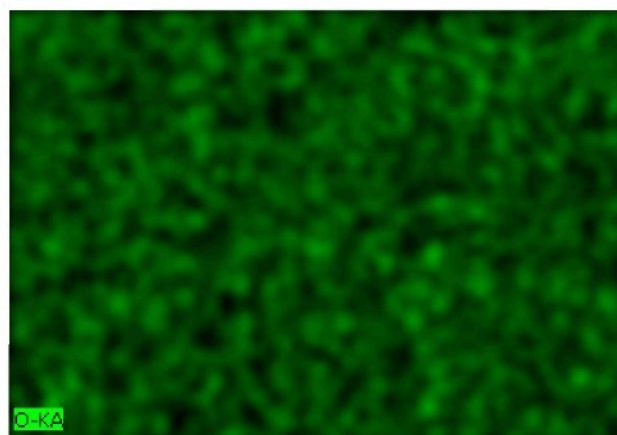
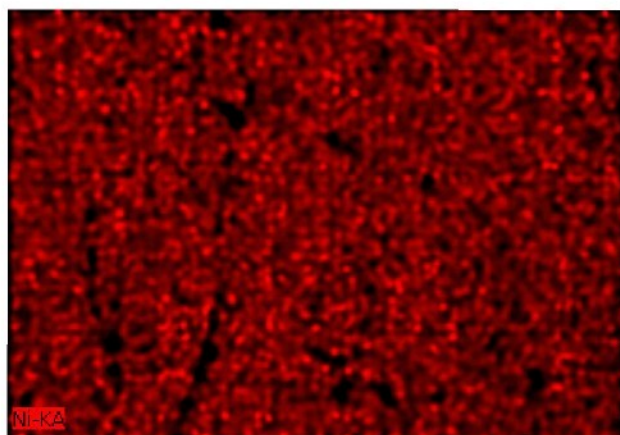
881_SEDate:18.12.2009 13:45:35Image size:512 x 512Mag:93,226736xHV:30,0kV



El	AN	Line	norm. C [mass %]	Atom. C [At.%]
C	6	K-series	1,53	6,40
O	8	K-series	3,54	11,12
Al	13	K-series	0,53	0,98
Si	14	K-series	0,62	1,11
Fe	26	K-series	0,36	0,33
Ni	28	K-series	93,43	80,07

Map data 323Date:18.12.2009 13:41:02Image size:386 x 271Mag:93,226736xHV:30,0kV

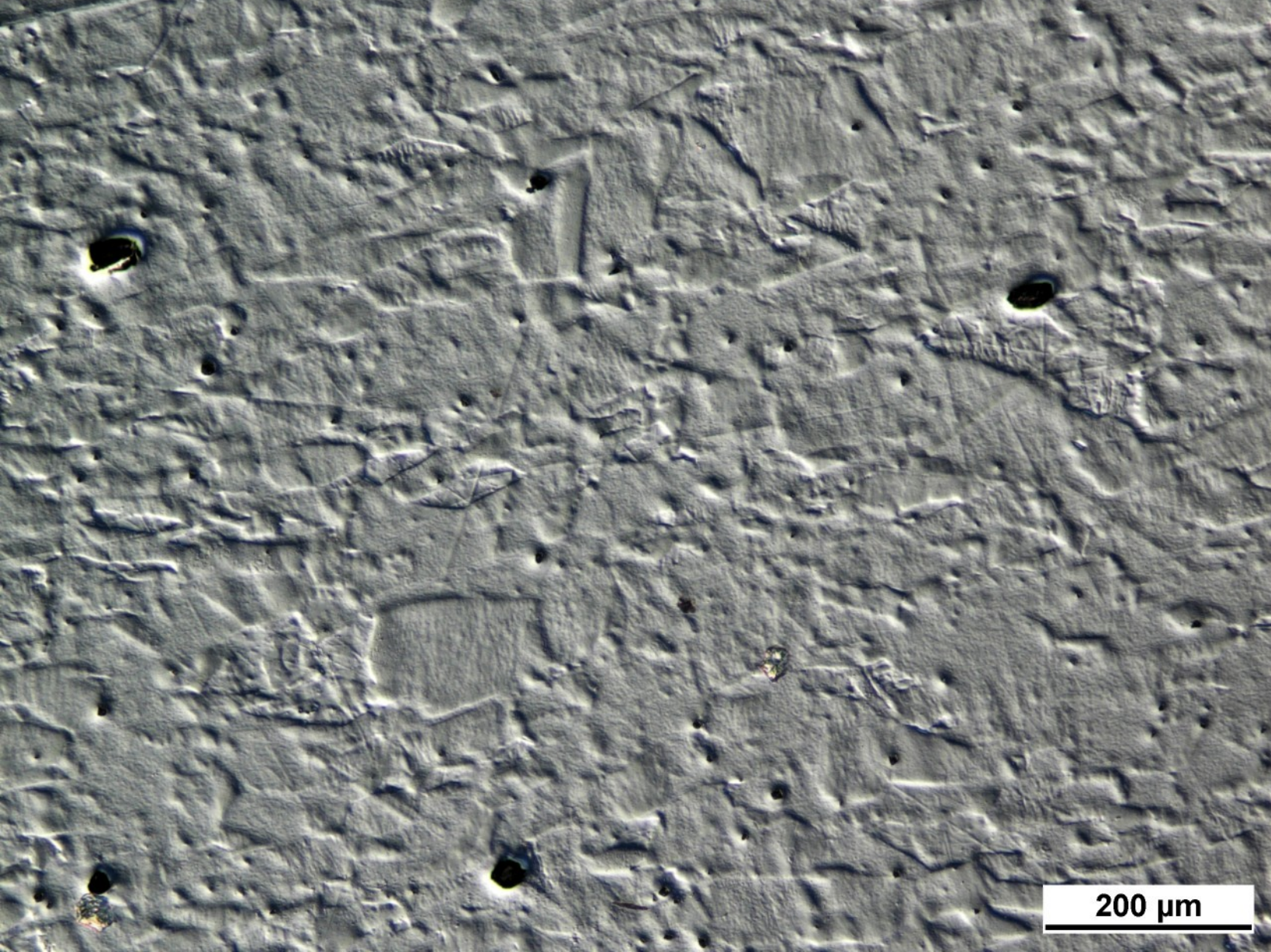




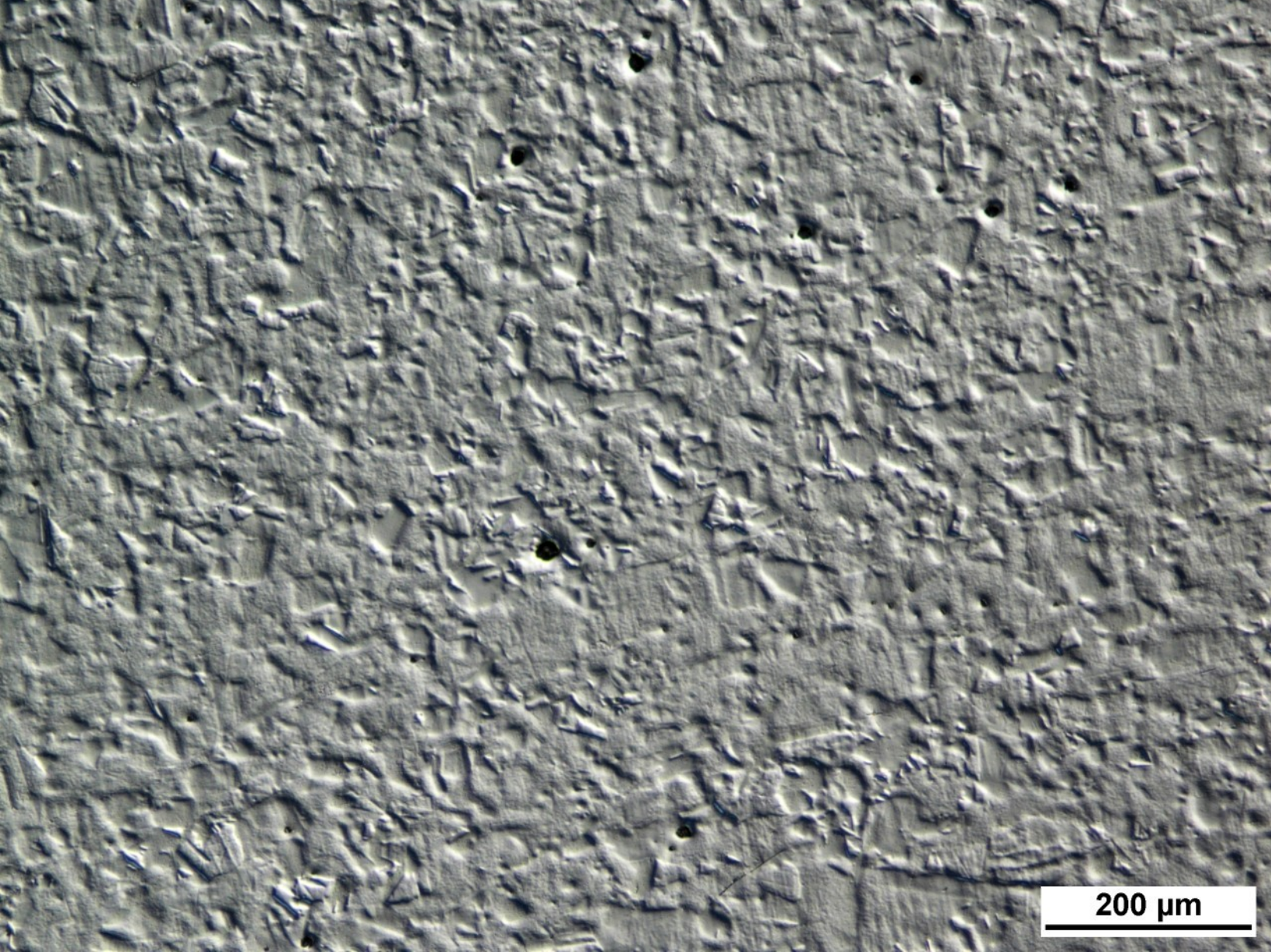
Ni-KA, O-KA, C-KA, Fe-KA, Si-K, Al-K
 Date: 18.12.2009 13:45:35
 Image size: 386 x 271
 Mag: 93,226736x
 HV: 30,0kV

Spectrum: 3

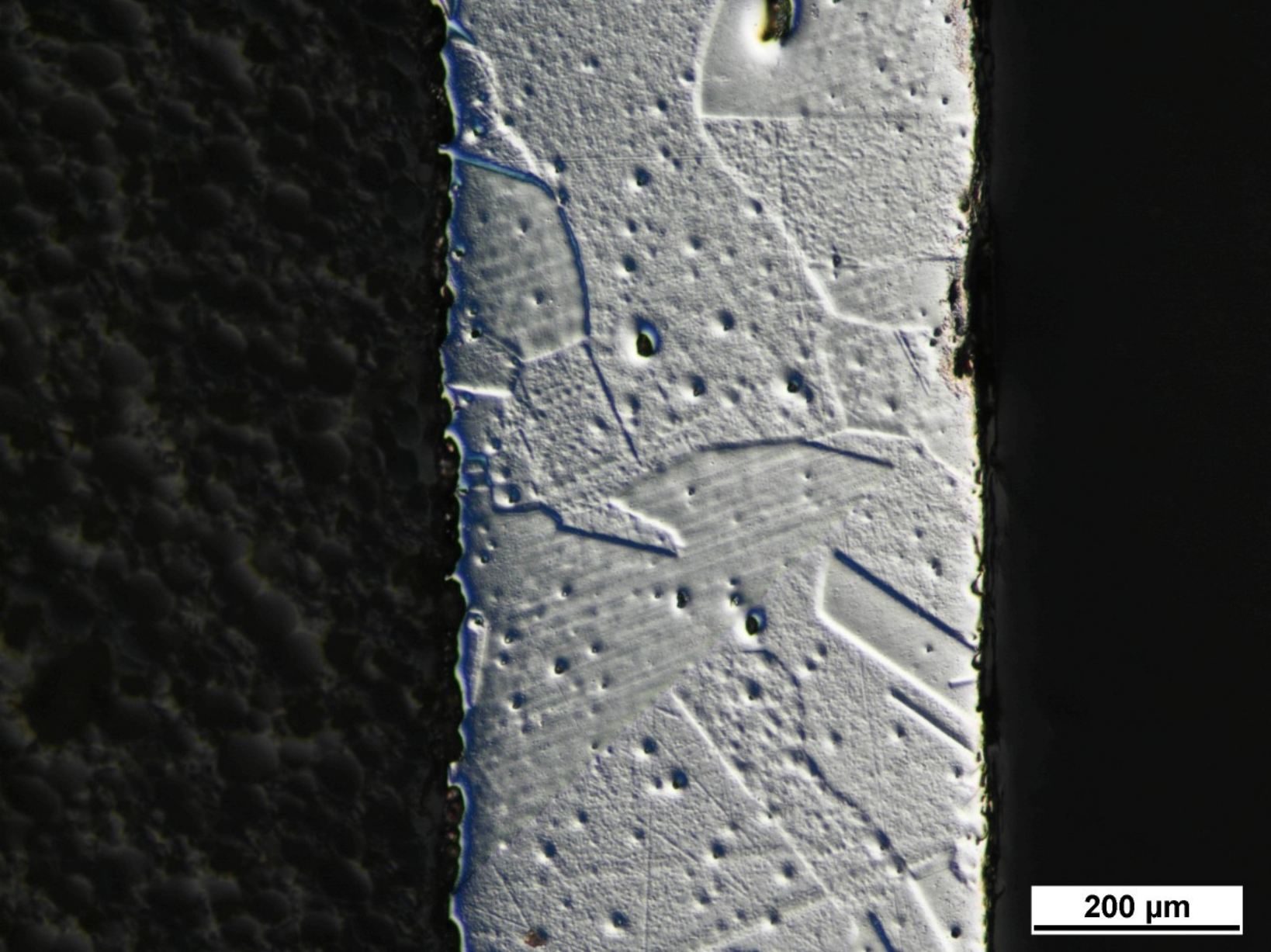
Element	Series	norm. C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]	Error [%]
Iron	K-series	49,98	51,06	1,4
Nickel	K-series	49,43	48,06	1,3
Silicon	K-series	0,27	0,55	0,0
Manganese	K-series	0,32	0,33	0,1
Total:		100,00	100,00	



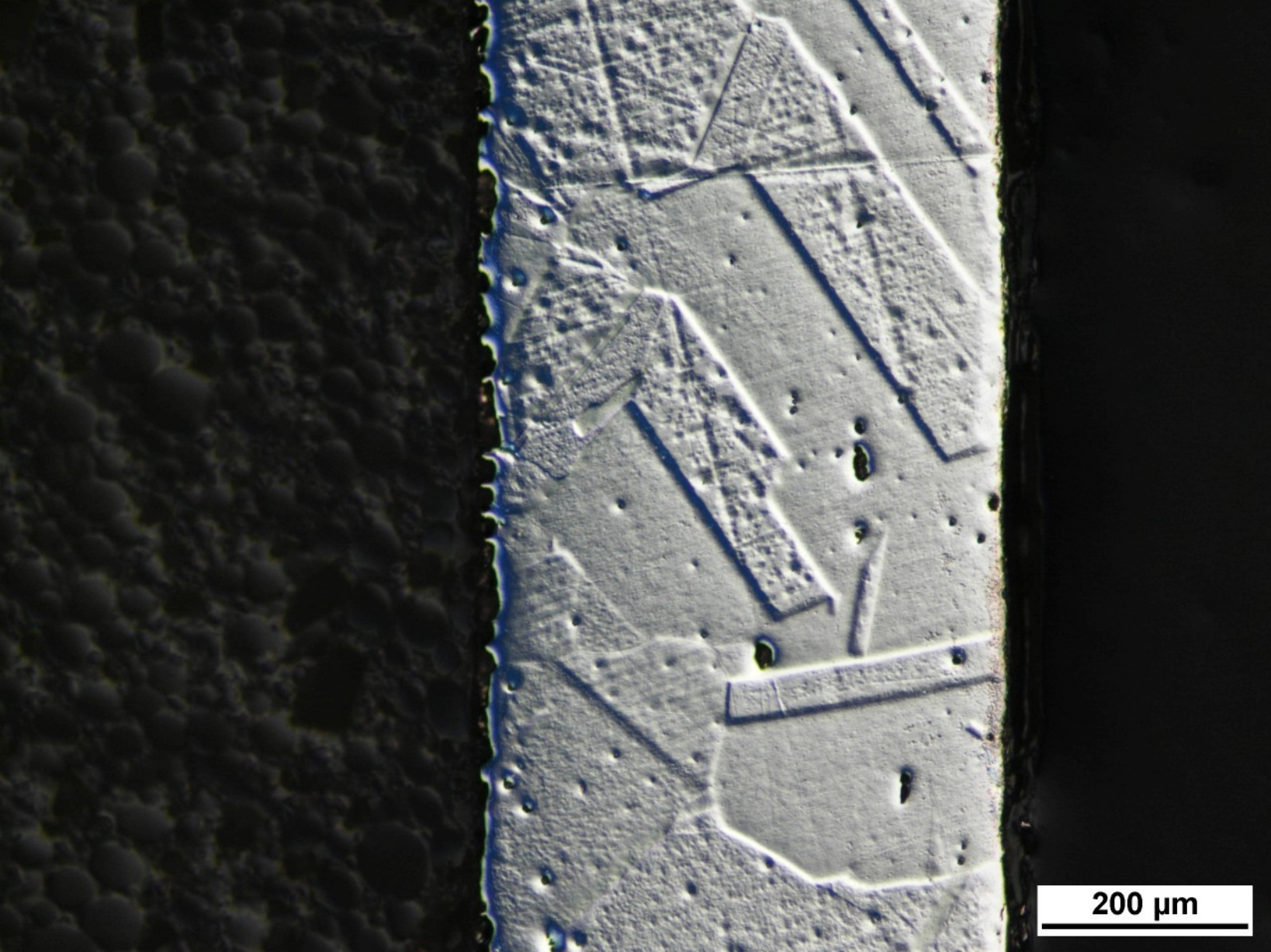
200 μm



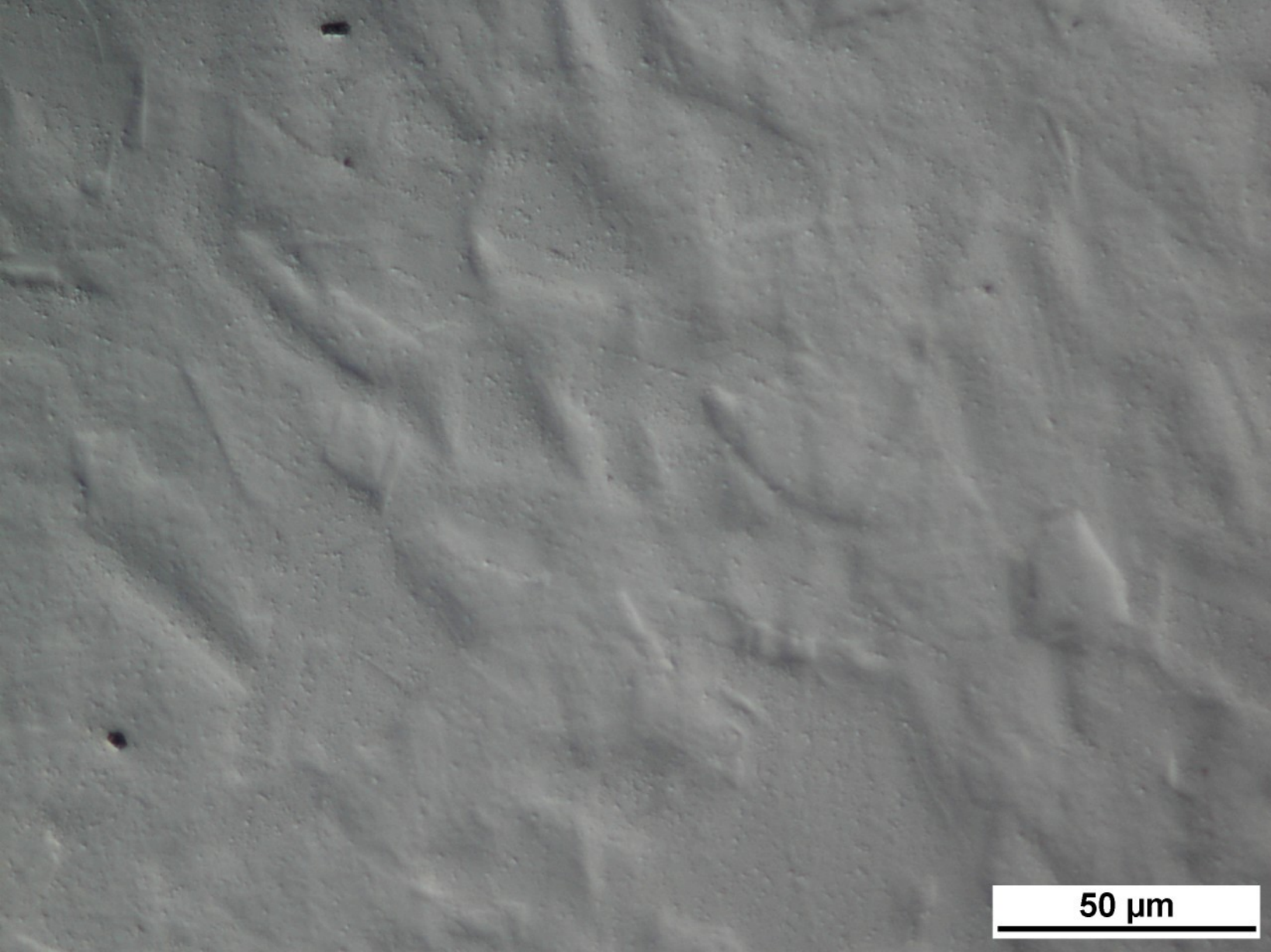
200 μm



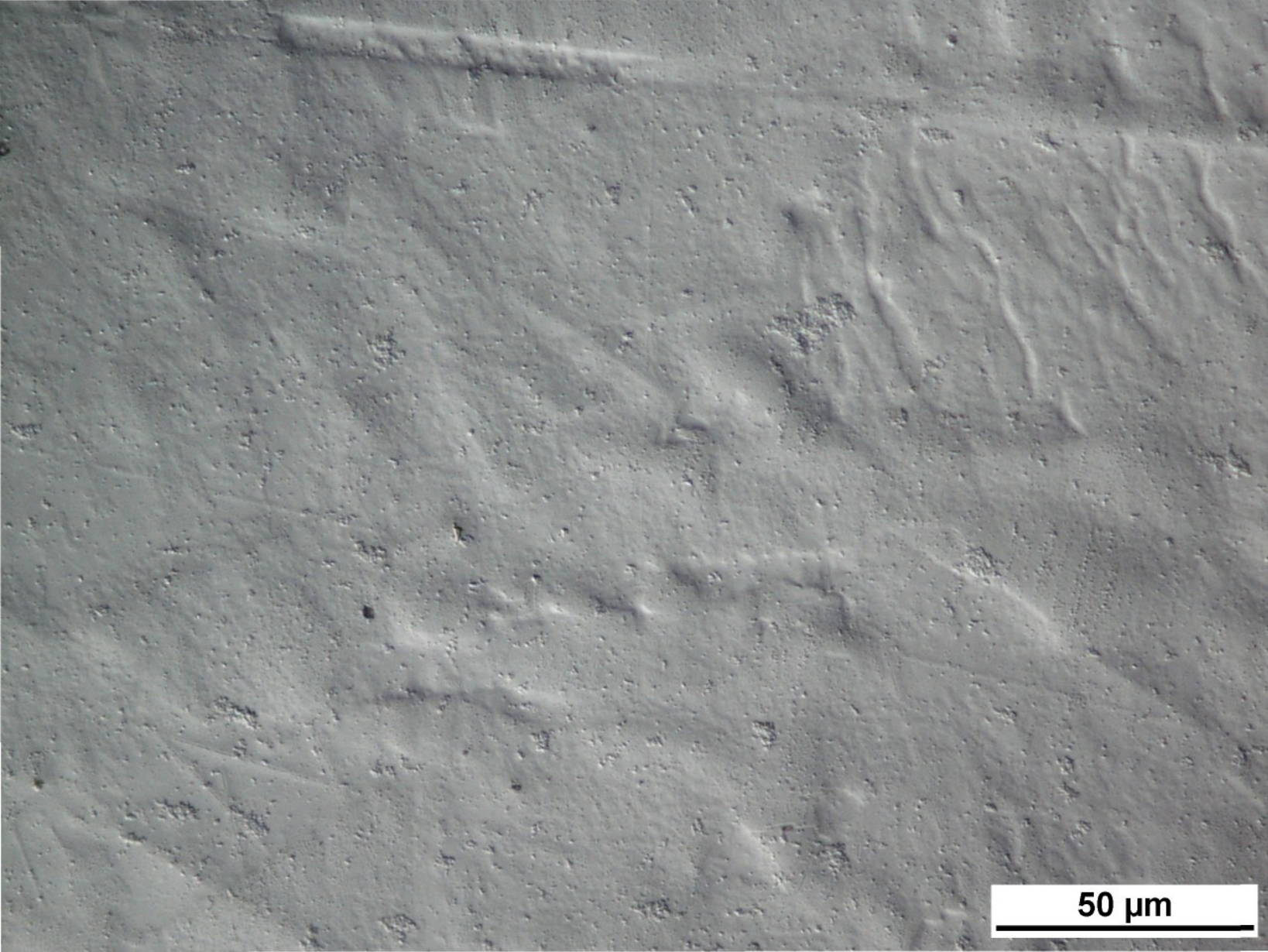
200 μm



200 μm



50 μm



50 μm































ILMENIT

z řeky J

-FeTiO₃ ⇒



















