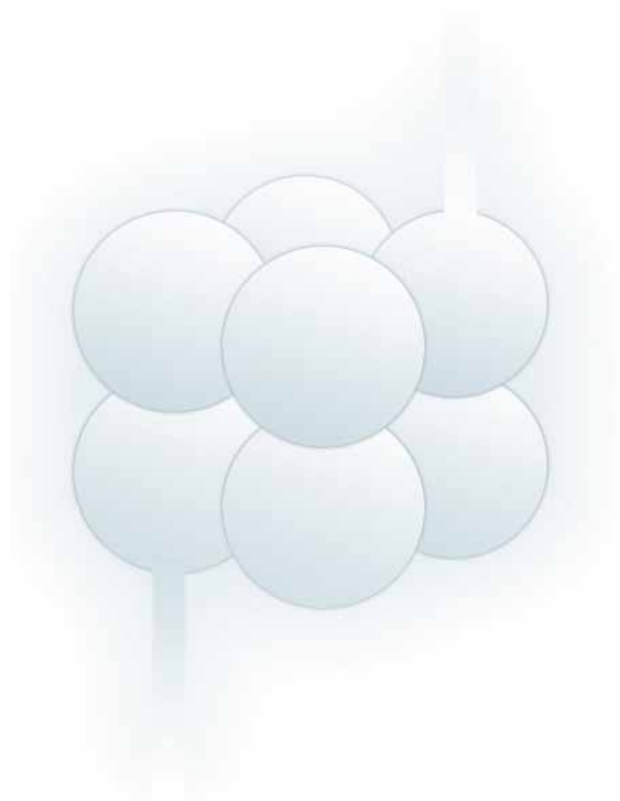




**Slovenská silikátová vedecko-technická spoločnosť**



# **SILIKÁTNIK 2008**

## SILIKÁTNIK 2008

Slovenská Silikátová Vedecko-Technická Spoločnosť  
Kocel'ova 15, 815 94 Bratislava, SLOVAKIA

Tel: +421-2-594 10 429

Fax: +421-2-594 10 444

<http://www.sss.sav.sk>

Vydavateľ:

SLOVENSKÁ SILIKÁTOVÁ VEDECKO-TECHNICKÁ SPOLOČNOSŤ, Bratislava  
vydanie vyšlo v náklade 50 ks o počte strán 149, november 2008

Tlač: VEDA, vydavateľstvo SAV, Dubravská cesta 9, 842 34 Bratislava

---

**Editoval:**

prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc.

Ing. Jaroslav Sedláček, PhD.

Doc. Ing. Karol Jesenák, PhD.

Anna Jurová

**Obsah**

---

- 5      **Editorial**
- 6      **Prejav prof. Šajgalíka pri preberaní Ceny SAV**
- 9      **Laboratórne zariadenie na dekantačnú frakcionáciu suspenzií**  
Karol Jesenák
- 15     **Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy**  
Karol Jesenák
- 29     **Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy**  
Karol Jesenák
- 51     **Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy**  
Karol Jesenák
- 75     **Keramika ako ju nepoznáme**  
Pavol Šajgalík, Miroslav Hnatko a Štefánia Lojanová
- 99     **Príprava konštrukčnej keramiky spekaním**  
Pavol Šajgalík a Zoltán Lenčéš
- 111    **História keramiky, skla a anorganických spojív na Slovensku po častiach**  
**Z dejín keramiky na Slovensku (časť 2.)**  
Rudolf Kopín
- 116    **„Projekt 3 in 1“**  
Ján Roháč
- 123    **Pasívne domy – nová generácia stavieb**  
Ľubica Šimkovičová

**VZDELÁVANIE A VÝSKUM V OBLASTI SILIKÁTOV**

---

- 137    **Ocenenie diplomových prác za rok 2008**
- 138    **Oddelenie keramiky, skla a cementu na FChPT STU v Bratislave**
- 141    **Práce obhájené na Katedre keramiky HF TU v Košiciach**

**ZO ŽIVOTA SSiVTS**

---

- 142    **Správa o činnosti SSiVTS za rok 2007**
- 143    **Zápisnica zo zasadnutia výboru SSiVTS**
- 146    **Zoznam členov**





## Predslov

---

Vážení členovia Slovenskej silikátovej vedecko-technickej spoločnosti,  
milí čitatelia Silikátnika,

v súčasnosti, aj napriek prebiehajúcej finančnej kríze, je témou dňa stimulácia ekonomického rastu prostredníctvom vedomostnej ekonomiky. Preložené do ľudskej reči ide o to, aby kilogramová cena výrobku obsahovala viac „vedomostí“ a menej suroviny, aby výrobky mali vyššiu pridanú hodnotu. Lahko sa to povie, ťažko realizuje. Úloha je jasná, čo však musíme preto urobiť? Odpoveď hľadajú vo všetkých vyspelých krajinách sveta. Asi neexistuje univerzálny recept. Vyspelý svet však aspoň naznačil rámcové podmienky, ktoré je potrebné splniť, aby sa tá-ktorá krajina na trajektóriu úspechu v dôsledku vedomostnej ekonomiky dostala. Zvýšené investície do vedy a vzdelávania! Ako je to u nás vieme všetci. Aby sme však sami seba v budúcnosti neobviňovali z toho, že sme sa aspoň nepokúsili upozorniť „kolegov“ politikov, tak sme do tohto čísla Silikátnika zaradili príhovor, ktorý som predniesol pri preberaní Ceny SAV v júni 2008 za prítomnosti ministra školstva a podpredsedu vlády pre vedomostnú spoločnosť, európske záležitosti, ľudské práva a menšiny.

Náplňou činnosti našej SSiVTS je rozvoj silikátových odborov vo výskume, vývoji a výrobe. Nezdá sa Vám, že je aj našou úlohou poskytnúť dostatok informácií kolegom z výroby o nových technikách a trendoch v oblasti silikátov? Aj preto je piate číslo Silikátnika venované niektorým metódam zisťovania veľkostného rozdelenia práškov a sitovaní v štyroch príspevkoch doc. Karola Jesenáka, ako aj všeobecnému úvodu do konštrukčných keramických materiálov z Ústavu anorganickej chémie. Exkurz do histórie výroby skla a keramiky z minulého čísla Silikátnika pokračuje v pútavom príspevku Ing. Kopína. Ing. Roháč nás vo svojom príspevku zase presvedčí, že technologické problémy sa dajú riešiť aj súčasne a nakoniec, nielen pre tých ktorí majú v pláne stavbu rodinného hniezda, Ing. Šimkovičová informuje o výhodách energeticky pasívnych domoch. Drobné informácie zo života spoločnosti a informácie výboru sú určené predovšetkým tým členom, ktorí nemajú prístup k vynovenej web stránke spoločnosti, ktorú odporúčam navštíviť ([www.sss.sav.sk](http://www.sss.sav.sk)).

Prajem Vám, aby čítanie Silikátnika prinieslo nielen poučenie ale aj zábavu.

prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc.

predseda SSiVTS



Vážené dámy, vážení páni,

je to mimoriadne slávnostný pocit, stáť pred tak vzácnym zhromaždením kolegov, predstaviteľov štátu, novinárov a hostí s jednou z Cien SAV za rok 2008 v ruke. Cena SAV je ohodnotením etapy výskumu, ktorá sa významným spôsobom zapísala do výsledkovej listiny SAV. Takéto situácie sú v živote vedeckého pracovníka vzácné a prejavujú sa zvýšeným tempom, potením, neistotou a ostýchavým prejavom pri pohľade na zástup významných hostí. Vedecký pracovník je však svojim zameraním realista a plesanie duše z úspechu je neodbytné vyrušované myšlienkou na každodennú realitu, aj keď niekedy tragikomickú. Nanešťastie sa to prihodilo teraz aj mne a vtip, ktorý mi napadá, nie a nie odísť. Iste ho poznáte, je o gazdovi, ktorý stojí nad zdochnutým koňom a strašne naňho nadáva, hromží a švihá nad ním zlostne bičom. Okoloidúci sused sa ho pýta, čo ho vedie k takejto zlosti. Gazda odpovie: ten hlúpy kôň zdochol práve vo chvíli, keď sa mi ho podarilo už takmer odučiť žrať.

Prečo práve tento neveselý vtip? Neviem, ale možno sa aj Vám zdá, že pripomína našu situáciu, postavenie vedy, ale aj školstva a vzdelávania u nás na Slovensku. Ekonomický tiger strednej a východnej Európy s rastom HDP viac ako 10 percent dáva na vedu menej ako pol percenta HDP! Priemerný plat vedeckého pracovníka v susednom Rakúsku je sedem násobkom toho, ktorý dostáva takýto pracovník u nás. Pritom vo vedeckej produkcii sme až na 50-tich percentách nemeckých kolegov, ktorí stoja svojich mecenášov šesťkrát viac, ako my. Máme garantov vysokoškolského štúdia, ktorí sa z ich absolútneho nedostatku kupujú ako paradajky na trhu, nemáme študentov technických a prírodovedných odborov, máme dvanásť priorít výskumu. A všetci vieme prečo, mladý učiteľ neuživí rodinu, vedný smer, ktorý nie je prioritou, zanikne. V podobných štatistikách by som mohol pokračovať ešte dlho, ale elementárny zákon hovorí, že rýchlosť hrachu odrazeného od zvislej steny je úmerná rýchlosti akou je na stenu vrhnutý. A navyše, už ma ten záchvat úprimnosti akosi prešiel, už je tu opäť ten povznášajúci pocit z ocenenia. Radosť z toho, že SAV je skutočným ostrovom pozitívnej deviácie s podmienkami motivujúcimi excelentný výskum (aj keď z veľkej časti odexperimentovaný v zahraničí), každoročne sa zvyšujúcim rozpočtom (aj keď o málo a po ťažkom boji) a zdravou konkurenciou pri každoročnom hodnotení. Úžasné je aj to, že väčšina ústavov akadémie nie je domovmi pre prestárlych vedeckých pracovníkov, ale sú živými mraveniskami s mladou generáciou (aj keď väčšinou žijúcou skupinovo v prenajatých



---

bytoch). Živým príkladom je aj to, že opäť bola udelená Cena SAV pre mladého vedeckého pracovníka do 35 rokov a tím mladých vedeckých pracovníkov z Ústavu anorganickej chémie, ktorí stoja vedľa mňa a ich priemerný vek je 32 rokov bol ocenený v hlavnej súťaži. Úžasné!

Na záver risknem ešte jeden vtip. Mladý žiačik dranká od otca husle, ten odpovie, že mu ich kúpi až sa naučí hrať. Chcel by som s pocitom hrdosti a zadosťučinenia, dúfam, že za nás všetkých, ktorí sme boli ocenení vyhlásiť, že na husle už hrať vieme...

## International Advisory Committee

Australia	X. Hu, D. Pezza
Belgium	G. van der Bost, F. Cardier
Brazil	E.D. Zanotto
Czech	J. Kozáček
China	D. Jiang
Denmark	K.A. Nielsen
Finland	T. Mätylä, J. Lähänkangas
France	A. Leicher, J.F. Baumard
Georgia	S. Korzadze
Germany	J.G. Heintich, M. Blauenberg
Greece	C. Sotiropoulos
Hungary	J. Szepietowski, K. Kovács
India	V.K. Srivastava
Iran	F. Montazeri
Italy	R. Zannoni, M.P. Mossino
Japan	S.I. Hirano, T. Kishi
Korea	H.D. Kim, D.S. Park
Latvia	L. Berzina
The Netherlands	L. Wijnhout, R. Metselaar
Norway	G. Aldanem, S. Pedersen
Poland	K. Haberman, Z. Pędziński
Portugal	A.M. Sousa Correira
Romania	M. Preda, A. Volcencu
Russia	V. Ganshin, V. Scherbakov
Serbia	N. Bezjak, S. Benkovic
Slovakia	P. Šajgalik, Z. Lenčošek
Slovenia	D. Šušteršič
Spain	J.J. Bakshi, M. Rodríguez
Sweden	H.O. Nilsson, I. Carlsson
Turkey	T. Yücel, H. Mandil
United Kingdom	D.P. Thompson, B. Lyy
USA	K.T. Faber, L.D. Pye

# ECERS

## Deadlines

Tentative Registration:	September 30, 2008
Abstract:	December 15, 2008
Early Registration:	March 31, 2009
Manuscript:	April 30, 2009

## Registration

Registration should be performed on-line by  
<http://www.ceramicspoland.pl/ecers2009>  
 (available from November 2007)

## Conference Venue

Auditorium Maximum  
 ul. Krupnicza 35  
 31-123 Cracow

## Conference Secretariat

Polish Ceramic Society  
 al. Mickiewicza 30  
 30-059 Cracow  
 tel. +48 12 617 23 97  
 fax +48 12 633 46 30  
 www: <http://galaxy.uci.agh.edu.pl/~ptcer>  
 e-mail: [pedzich@agh.edu.pl](mailto:pedzich@agh.edu.pl)

# ECERS

## 11th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society

Cracow,  
 21-25 June 2009

Cracow, 11th  
 21-25 June 2009

International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society

## Conference Objectives

The understanding of mechanical, thermal, chemical and functional properties of ceramic materials controlled by their microstructure and structure at atomic level is the main driving force for optimization and development of ceramic technology.

The aim of the Conference is to bring together experts, young scientists and manufacturers from the field of traditional and advanced ceramic materials, glass, binding materials and experimental techniques. This is the main ambition of this meeting to gather ceramists with a broad range of interest just to convey their experience and goals in this domain where a lot remains to be done.

## Conference Topics

1. Basic science
2. Electroceramics
3. Bioceramics
4. Engineering ceramics
5. Composites
6. Glass, glazes and enamels
7. Silicate ceramics and traditional materials
8. Binding materials (concrete and related materials)
9. Nanomaterials
10. Manufacturing and preparation techniques
11. Ceramic materials at work
12. Experimental techniques

## Call for papers

Abstracts of no more than 250 words must be submitted electronically by no later than December 15, 2008. Abstracts should be sent by:  
<http://www.ceramicspoland.pl/ecers2009>  
 (available from November 2007)

## Presentation

Oral and poster presentations are planned. Oral presentations will include plenary, invited, and contributed papers.

## Language

English is required for abstracts, papers, posters and oral presentations.

## Conference Fee

deadline March 30, 2009

	before	after
member of ECERS	550	650
non-member	650	750
student	250	300
accompanying person	150	150

(including 22% VAT)

## Executive Committee

### Conference Chairman

Krzysztof Haberman  
 Polish Ceramic Society  
 al. Mickiewicza 30  
 30-059 Krakow, Poland  
 +48 12 617 25 07  
[haberman@agh.edu.pl](mailto:haberman@agh.edu.pl)

### Vice Chairman

Jerry Liu  
 AGH University of  
 Science and Technology  
 al. Mickiewicza 30  
 30-059 Krakow, Poland  
 +48 12 617 20 40  
[liu@agh.edu.pl](mailto:liu@agh.edu.pl)

### Secretary

Zbigniew Pędziński  
 Polish Ceramic Society  
 al. Mickiewicza  
 30-059 Krakow, Poland  
 +48 12 617 23 97  
[pedzich@agh.edu.pl](mailto:pedzich@agh.edu.pl)

11th

International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society

Cracow,  
 21-25 June 2009





## Laboratórne zariadenie na dekantačnú frakcionáciu suspenzií

**Karol Jesenák**

Katedra anorganickej chémie, Prírodovedecká fakulta Univerzity Komenského

**Abstrakt.** Jednou z častých podmienok úspešného riešenia úloh orientovaných na priemyselné využívanie partikulárnych prírodných surovín je separácia niektorej z jej zložiek. Predkladaný článok popisuje konštrukčné riešenie poloautomatického sedimentačného zariadenia umožňujúceho v laboratórnych podmienkach realizovať frakcionácie relatívne veľkých množstiev vo vode nerozpustných partikulárnych látok. Zariadenie využíva princíp opakovanej separácie vrchnej časti suspenzie a umožňuje separovať frakcie s veľkosťou častíc od 2  $\mu\text{m}$  do 80  $\mu\text{m}$ .

**Kľúčové slová:** sedimentácia, frakcionácia, partikulárne látky, automatizácia

### ÚVOD

Frekventovaným problémom pri riešení výskumných úloh zameraných na priemyselné využívanie partikulárnych prírodných surovín je separácia ich jemných frakcií. Dôvod pre takúto separáciu je obvykle vyššia koncentrácia účinnej zložky práve v týchto frakciách. Napriek tomu, že pri priemyselných metódach je výrazná snaha vyhýbať sa takým technológiám, ktoré vyžadujú tepelne náročné odstraňovanie veľkých množstiev vody z finálnych produktov, pri laboratórnych separáciách používaných v rámci základného a aplikovaného výskumu nie je možné obísť metodiky založené na sedimentačnej frakcionácii vodných suspenzií. Pretože pre väčšinu moderných metód určených pre fyzikálnochemický popis tuhých látok obvykle postačujú množstvá vzoriek na úrovni niekoľkých desiatok miligramov, bolo by možné pre takéto separácie využívať sedimentačné zariadenia určené pre analýzu veľkosti častíc. Takéto riešenie však otvára problém reprezentatívnosti analyzovaných vzoriek vzhľadom ku primárnej surovine, ktorý vyplýva z mimoriadne nízkeho pomeru hmotnosti analyzovanej vzorky a hmotnosti pôvodnej suroviny. Štandardné riešenie tohto problému sa obvykle zakladá na splnení týchto troch podmienok:

- 1) použitie kvalifikovanej metódy odberu vzoriek,
- 2) realizácia veľkého počtu analýz a
- 3) aplikácia kvalifikovaného štatistického spracovania výsledkov analýz.



Táto cesta je časovo a finančne mimoriadne náročná a preto jedným z riešení tohto problému je znižovanie počtu analýz metódou zvyšovania množstva separovaných látok. Separácie „veľkých“ množstiev frakcií (v laboratórnych podmienkach) však často vyplýva aj z potreby ich využívania pre prípravu iných látok.

Napriek vyššie uvedeným dôvodom, nie je problém laboratórnej separácie veľkých množstiev látok natoľko exponovaný, aby vyústil do sériovej výroby komerčných laboratórnych zariadení tohto typu. V roku 1994 bola na autorskom pracovisku ukončená prvá verzia jednoúčelového laboratórneho zariadenia, určeného na automatickú separáciu jemných frakcií práškových materiálov [1]. S cieľom zvýšiť jeho prevádzkovú spoľahlivosť, bolo toto zariadenie niekoľkokrát rekonštruované [2, 3]. Predkladaný text popisuje súčasné technické riešenie a možnosti jeho využitia.

### **PRINCÍP SEPARÁCIE A POPIS TECHNICKÉHO RIEŠENIA**

Separáčne zariadenie je analógom tzv. dekantačnej metódy, ktorá sa v minulosti používala ako jedna zo sedimentačných metód analýzy veľkosti častíc [4]. Zariadenie pracuje na opakovanom odbere vrchnej časti sedimentujúcej suspenzie, pričom podmienky sedimentácie sa volia na základe vlastností požadovaných frakcií (definujú sa obvykle zrnitosťným zložením a (alebo) ich hustotou).

Schematický náčrt zariadenia ukazuje obr. 1; jeho reálny vzhľad je na obr. 2. Hlavnou časťou je sedimentačná nádoba z hrubostenného skla s objemom 50 l opatrená miešadlom. Spodná časť nádoby je cez ventil, ovládaný stlačeným vzduchom, napojená na kanalizačné potrubie. Dávkovanie frakcionovaných látok sa realizuje týmito spôsobmi:

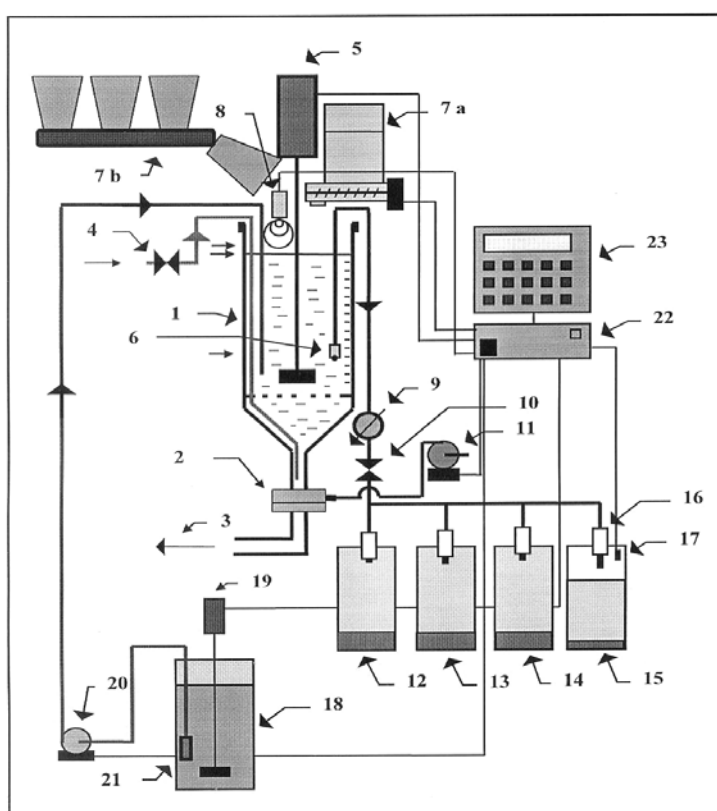
1. pásovým dávkovačom; tento spôsob sa využíva pri presnom dávkovaní látok obsahujúcich hrubozrnné častice s veľkosťou nad 2 mm,
2. skrutkovým dávkovačom, ktorý je určený pre dávkovanie jemnozrnných látok, s veľkosťou častíc nepresahujúcou 2 mm a
3. čerpaním vopred pripravenej homogénnej koncentrovanej suspenzie pomocou peristaltického čerpadla.

V prvom prípade je dávkovanie zabezpečené navážením presných množstiev frakcionovanej látky do výklopných nádob. V druhom a treťom prípade je množstvo vzorky regulované časovým intervalom chodu dávkovača. Plnenie sedimentačnej nádoby



## Laboratórne zariadenie na dekantačnú frakcionáciu suspenzií Karol Jesenák

zabezpečuje elektromagneticky ovládaný ventil, ktorý je napojený na bežný tlakový rozvod vody. Vyústenie plniacej trubice je lokalizované do hrdla výpustného ventilu. Toto riešenie zabraňuje upchávaniu ventilu a zároveň vytvára v nádobe vertikálne prúdenie, napomáhajúce homogenizácii obsahu sedimentačnej nádoby (pri synchronizácii doby otáčania miešadla a napúšťania vody do nádoby, bolo možné významne znížiť výkon použitého miešadla).



**Obr. 1.** Schematický náčrt separačného zariadenia: (1) sedimentačná nádoba, (2) výpustný pneumatický ventil, (3) napojenie na kanalizačné potrubie, (4) elektromagnetický ventil, (5) miešadlo, (6) trubica pre odber vrchnej časti suspenzie, (7a) skrutkový dávkovač, (7b) pásový dopravník, (8) snímač polohy hladiny, (9) kohút pre nastavenie prietoku, (10) elektromagnetický výpustný ventil, (11) vzduchové čerpadlo, (12, 13, 14, 15) zberné nádoby, (16) plavákový uzáver, (17) vodivostný hladinový snímač, (18) nádoba na koncentrovanú suspenziu, (19) miešadlo, (20) peristaltické čerpadlo, (21) plavákový ventil, (22) interfejs, (23) riadiaci počítač.

Hlavná časť plniacej trubice má sériu malých otvorov, ktoré slúžia na čistenie stien prázdnej nádoby. Sedimentáciu suspenzie možno realizovať v pitnej alebo deionizovanej vode.



Najčastejšie využívanou funkciou zariadenia je frakcionácia v pitnej vode. Frakcionácia v deionizovanej vode bola navrhnutá vzhľadom na všeobecne významné ovplyvňovanie koloidných vlastností častíc v dôsledku zmeny koncentrácie rozpustených solí. Preto bolo sedimentačné zariadenie lokalizované v blízkosti deionizačnej jednotky, odkiaľ sa voda prečerpáva peristaltickým čerpadlom zo zásobných nádob. Separácia frakcií sa realizuje vypúšťaním hornej časti suspenzie cez trubicu s plynule nastaviteľnou polohou. Prietok



**Obr. 2** Pohľad na hlavnú časť sedimentačného zariadenia

v trubici možno nastaviť ručne ovládaným ventilom, pričom sa prietok optimalizuje jednak s ohľadom na požiadavku skracovania doby vypúšťania suspenzie a jednak s ohľadom na znižovanie stupňa turbulencie kvapaliny v nádobe. Obe požiadavky sú však vzájomne protichodné a preto sa pri separácii jemných častíc volia nízke hodnoty prietoku, a naopak, pri separácii hrubozrnných frakcií, sa volia vysoké prietokové rýchlosti. Nádoby určené na separované frakcie sú umiestnené pod separačnou nádobou. Prevádzku zariadenia zabezpečuje riadiaca jednotka s ovládacím programom založeným na regulácii stabilne nastavených a voliteľných časových intervalov.

Prvá skupina intervalov zahŕňa dobu homogenizácie obsahu nádoby (chod miešadla), dobu vypúšťania nádoby a dobu jej vyplachovania. Niektoré stabilne nastavené intervaly riadiaceho programu sú výsledkom empirickej optimalizácie, ktorej cieľom bolo dosiahnuť bezporuchový chod zariadenia. Ako príklad možno uviesť vyriešenie problému súvisiaceho s vypúšťaním obsahu sedimentačnej nádoby. Ten spočíva v tom, že sediment upcháva hrdlo nádoby do tej miery, že nie je možné ju vypustiť jednoduchým otvorením výpustného ventilu. Programový krok „vypustenie nádoby“ sa preto realizuje súčasným otvorením výpustného ventilu a ventilu pre prívod vody (tým sa dosiahne uvoľnenie hrdla vypúšťacieho ventilu)



## **Laboratórne zariadenie na dekantačnú frakcionáciu suspenzií** **Karol Jesenák**

---

a zároveň spustením chodu miešadla, pričom jeho chod sa zastavuje ešte pred poklesom hladiny na úroveň lopatiek miešadla.

Do druhej skupiny regulovaných intervalov patrí interval medzi ukončením homogenizácie nádoby a začiatkom vypúšťania separovanej frakcie a intervaly prevádzky jednotlivých dávkovačov. Spätná väzba sa zaistuje sériou hladinových a polohových snímačov – medzi tieto patria aj dva bezpečnostné snímače, pomocou ktorých sa zariadenie vypína v prípade, ak hladina suspenzie prekročí najvyššiu úroveň stanovenú pre štandardný režim separácie. Tento prípad je vyhodnocovaný ako porucha zariadenia.

### **MOŽNOSTI VYUŽITIA**

Sedimentačné zariadenie možno využiť na frakcionáciu anorganických partikulárnych substrátov na základe rozdielnej veľkosti častíc alebo ich rozdielnej hustoty. Delenie látok na základe veľkosti častíc je možné realizovať v suspenziách, obsahujúcich častice s rozmerom od 1  $\mu\text{m}$  po 80  $\mu\text{m}$ . Zariadenie môže poskytovať jednak frakcie so zadanou hornou veľkosťou častíc a jednak úzke frakcie s definovanou hornou a dolnou veľkosťou častíc. Postupným oddeľovaním jemnozrnných frakcií možno suspenziu rozdeliť na sériu úzkych frakcií. Takéto delenie sa však môže realizovať iba v „poloautomatickom“ režime, ktorý vyžaduje manuálnu výmenu zberných nádob určených pre jednotlivé frakcie. Vzhľadom na veľké objemy spracovávaných suspenzií, plná automatizácia tohto procesu by si vyžadovala enormné nároky na využívanú pracovnú plochu. To bol hlavný dôvod pre zastavenie vývoja úplnej automatizácie procesu separácie. Hlavným doterajším využitím zariadenia bola separácia monominerálnych ílových frakcií.

### **ZÁVER**

Primárne dôvody, ktoré viedli k realizácii vyššie popísaného zariadenia, možno z odborného hľadiska hodnotiť ako legitímne. V dôsledku presmerovania vedeckovo-výskumného zamerania autorského pracoviska, sa však tieto dôvody stali neaktuálne a súčasne je jeho využitie na veľmi nízkej úrovni. Jednou z možností zvýšenia návratnosti vynaloženého úsilia by bola napríklad ponuka servisných služieb v oblasti sedimentačných separácií silikátových materiálov.



**Pod'akovanie:**

Za cenné pripomienky si dovoľujem poďakovať RNDr. Anne Olexovej, CSc. z Katedry fyzikálnej chémie Prírodovedeckej fakulty Univerzity Komenského v Bratislave.

**LITERATÚRA**

1. Jesenák K.: Laboratory device for sedimentation separation of powders, *Ceramics* 38, 35 (1994).
  2. Jesenák K., Hlavatý V.: Laboratory device for sedimentation of fine bentonit fractions, *Scripta Fac. Sci. Nat. Univ. Masarik Brun.*, *Geology* 28, 33 (2000).
  3. Jesenák K.: Zborník zo seminára „Prírodné a syntetické zeolity na Slovensku“, 14. 6. 2005, Bratislava, STU 5 (2005).
  4. Bernhardt C.: *Particle Size Analysis*, Chapman & Hall, London (1994).
- 

	<b>TECHNICKÁ UNIVERZITA</b> v Košiciach
	Hutnícka fakulta
	Katedra keramiky
<b>ÚSTAV GEOTECHNIKY SAV KOŠICE</b> - <b>SLOVENSKÁ SILIKÁTOVÁ VT SPOLOČNOSŤ</b> a <b>SLOVENSKÁ SKLÁRSKA SPOLOČNOSŤ</b> - pobočka <b>SLOVENSKEJ HUTNÍCKEJ SPOLOČNOSTI</b> <b>KOŠICE</b>	
Vás pozývajú na VIII . medzinárodnú konferenciu	
<b>PRÍPRAVA KERAMICKÝCH</b> <b>MATERIÁLOV</b>	
<b>Herľany</b> <b>23.-25. jún, 2009</b>	



## **Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy**

**Karol Jesenák**

Katedra anorganickej chémie, Prírodovedecká fakulta Univerzity Komenského

**Abstrakt.** Analýza na sitách je najstaršou a z hľadiska ceny analytických zariadení aj najlacnejšou metódou zisťovania veľkosti častíc tuhých látok. Táto metóda patrí medzi tzv. frakcionačné resp. separačné techniky analýzy. K najväčším výhodám tejto metódy patrí zisk reálnych vzoriek s definovaným rozmerom častíc. V tomto smere nemá analýza na sitách – v prípade heterogénnych partikulárnych látok – žiadnu konkurenčnú alternatívu. Najväčšou nevýhodou tejto metódy je jej deštruktívnosť, ktorá hrá významnú úlohu najmä pri analýze mechanicky málo odolných látok. Uvedený text je prehľadom najznámejších techník sitovej frakcionácie partikulárnych látok a granulátov.

**Kľúčové slová:** veľkosť častíc, suché sitovacie metódy, mokré sitovacie metódy, ultrazvukové metódy, mikrositá

### **OBSAH**

1. Úvod
2. Klasifikácia metód sitovej analýzy
3. Typy analytických sít
4. Metódy analýzy a technické riešenia
  4. 1. Zariadenia s pohyblivými sitami
  4. 2. Zariadenia s fixovanými sitami
5. Výber metódy analýzy
6. Iné metódy založené na mechanickej frakcionácii tuhých častíc
7. Záver

### **1. ÚVOD**

Analýza na sitách je najstaršou, najjednoduchšou a najlacnejšou metódou zisťovania veľkosti častíc tuhých látok. Táto metóda patrí do úzkej skupiny tzv. frakcionačných alebo separačných techník analýzy veľkosti častíc. Analýza na sitách je založená na využití sady sít so známou veľkosťou otvorov, ktorá sa zostavuje v smere gravitačného transportu analyzovanej látky do bloku s postupne znižujúcou sa veľkosťou otvorov. Tuhé látky sa môžu analyzovať buď v suchom stave alebo vo forme suspenzie. Po ukončení frakcionácie na každom site zostáva určitá časť z pôvodnej vzorky, ktorá obsahuje častice v medziach určených veľkosťou otvorov horného a dolného sita. Zvyšok na site sa zväží a výsledok sa vyhodnocuje ako hmotnosť frakcií s definovaným rozmedzím veľkosti častíc.



Výsledok sitových analýz v podobe hmotnostného obsahu jednotlivých frakcií a zároveň získ reálnej vzorky s definovaným rozmerom častíc patria k najväčším výhodám tejto metódy. V tomto smere nemá analýza na sitách inú konkurenčnú alternatívu, pretože vo všeobecnosti odvodenie hmotnostného obsahu z obsahu objemového, ktoré poskytuje väčšina optických metód, nie je u heterogénnych látok možné. Problémom je nemožnosť stanovenia hustoty zmesi látok priamo v suspenzii alebo prúde vzduchu.

Hlavnou nevýhodou analýzy veľkosti častíc na sitách je časová náročnosť a deštruktívnosť vzhľadom na zrnitostné zloženie vzorky. Druhá nevýhoda je exponovaná najmä u látok s nízkou mechanickou pevnosťou, u ktorých dochádza počas preosievania v dôsledku oteru zrn k výraznému zmenšovaniu veľkosti častíc. To znamená, že výsledok analýzy nezodpovedá reálnemu zloženiu prášku pred analýzou.

## 2. KLASIFIKÁCIA METÓD SITOVEJ ANALÝZY

Metódy stanovenia veľkosti častíc na sitách zahrňujú veľký počet známych postupov, ktoré možno rozdeliť na základe rôznych kritérií. Ako najbežnejšie kritériá sa pre klasifikáciu týchto metód používajú tieto:

1. Typ média, ktoré sa pri separácii tuhej látky využíva (zahŕňa dve možnosti):
  - a/ plynné (najčastejšie vzduch) a
  - b/ kvapalné (najčastejšie voda)
2. Charakteristika média (táto zahŕňa médiá):
  - a/ stacionárne a
  - b/ pohyblivé
3. Stav sít pri analýze (zahŕňa sitá):
  - a/ pohybujúce sa a
  - b/ statické (frakcionácia prebieha v dôsledku pohybu média)
4. Rozsah veľkosti otvorov v sitách (konvenčné kategórie zahŕňajú):
  - a/ kategóriu bežných sít (100  $\mu\text{m}$  – 6 cm) a
  - b/ kategóriu mikrosít (3  $\mu\text{m}$  – 100  $\mu\text{m}$ )





## Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy

Karol Jesenák



**Obr. 1** Tradičné komerčné zariadenie firmy FRITSCH GmbH určené pre suché preosievanie.

Na tradičných zariadeniach určených pre analýzu suchých látok, je séria kovových sít umiestnená na vibračnom stojane, ktorý je často vybavený reguláciou frekvencie a amplitúdy kmitov. Analytické sitá sú obvykle zapuzdrené do kruhových kovových rámov a spojenie medzi susednými sitami je riešené tak, aby blok sít tvoril rigidný súbor navzájom sa nepohybujúcich segmentov a zároveň, aby sa eliminoval únik vzorky cez priestor medzi jednotlivými sitami; často je toto spojenie riešené ako vzduchotesný spoj. Jedno z komerčných zariadení pre sitovú analýzu ukazuje obr. 1.

### 3. TYPY ANALYTICKÝCH SÍT

Vo všeobecnosti sa pre delenie tuhých látok môže používať veľké spektrum sít rôznej konštrukcie a veľkostí. Pre analýzu veľkosti častíc sa však používajú iba tri základné typy normalizovaných sít:

- a/ sitá s perforovanými kovovými platňami, ktoré sú určené pre analýzu hrubozrnných materiálov,
- b/ sitá s pravouhlou sieťou kovových vlákien a
- c/ sitá z perforovaných fólií s mikrootvormi, ktoré sú určené pre analýzu jemnozrnných práškov.

Prvý typ sít sa používa pre frakcionáciu látok s veľkosťou častíc nad 4 mm. Kovové platne sa líšia jednak v tvare otvorov, ktoré môžu byť kruhové alebo štvorcové a jednak v geometrii rozmiestenia otvorov (obr. 2).

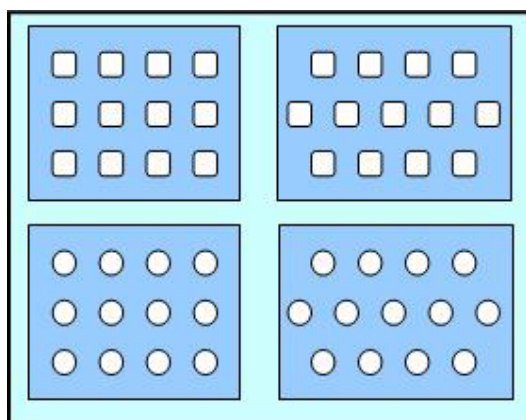
Druhý typ – kovové drôtové sitá (obr. 3), sa používajú obvykle pre prášky s veľkosťou častíc od 40  $\mu\text{m}$  do 4 mm. Kovové vlákna v sitách sú vyrobené z ocele, mosadze alebo fosforového bronzu. Ich hrúbka sa pohybuje od 25  $\mu\text{m}$  do 1,6 mm. Všeobecným znakom



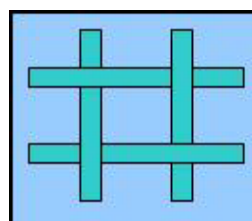
analytických sít je normalizovaná veľkosť otvorov, povolené maximálne odchýlky od tejto veľkosti, ako aj limitovaný počet otvorov s povolenou odchýlkou. U drôtených sít sa povolené odchýlky veľkosti otvorov pohybujú v rozsahu od 6 % do 30 %. Uvedená tolerancia sa zvyšuje so zmenšujúcou sa veľkosťou otvorov, čo súvisí s narastajúcimi technickými ťažkosťami pri výrobe veľmi jemných sít.

Pre analýzu práškov s veľkosťou častíc menšou ako 40  $\mu\text{m}$  sa obvykle používajú tzv. mikrosítá. Sú to kovové fólie, v ktorých otvory sa vytvárajú elektrochemickými metódami. Otvory na mikrosítách môžu byť kruhové alebo štvorcové, avšak v súčasnosti sa takmer

výlučne používajú sítá s otvormi štvorcovými. Otvory majú veľkosť od 3  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$ , takže prášky s časticami s veľkosťou od 40  $\mu\text{m}$  do 150  $\mu\text{m}$  je možné analyzovať ako pomocou mikrosít, tak aj pomocou „drôtených“ sít. Problém nízkej mechanickej pevnosti fólií používaných v mikrosítách, súvisiaci s ich malou hrúbkou, sa obvykle rieši kompozitnou dvojvrstvovou štruktúrou, v ktorej zvýšenie mechanickej pevnosti zabezpečuje „podporná“ hrubšia vrstva s väčšími otvormi (v porovnaní s otvormi v primárnej fólii). Nutnosť zlepšenia mechanickej vlastností mikrosít súvisí s ich vysokým odporom pri prúdení transportného média, ktorým môže byť vzduch alebo voda (všeobecne plyn alebo kvapalina). Celková plocha otvorov tvorí u veľmi jemných sít iba asi 3 až 25 % celkovej plochy sítá, pričom táto plocha sa zvyšuje u sít s väčšími otvormi. Napríklad u sít s veľkosťou otvorov 5  $\mu\text{m}$  je táto plocha 2,8 %, u sít s otvormi od 5  $\mu\text{m}$  do 80  $\mu\text{m}$  osciluje medzi 10 % a 15 % a u sít s otvormi 90  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$  predstavuje približne 20 % v prvom a 25 % v druhom prípade. Obvyklým



**Obr. 2** Obrázok ukazuje tvar a usporiadanie otvorov v sítách s perforovanými kovovými platňami.



**Obr. 3** Obrázok ukazuje pravouhlý spôsob tkania normalizovaných drôtených sít.



## **Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy**

Karol Jesenák

---

spôsobom zvýšenia rýchlosti preosievania cez veľmi jemné sitá je použitie ultrazvukového generátora.

### **4. METÓDY ANALÝZY A TECHNICKÉ RIEŠENIA**

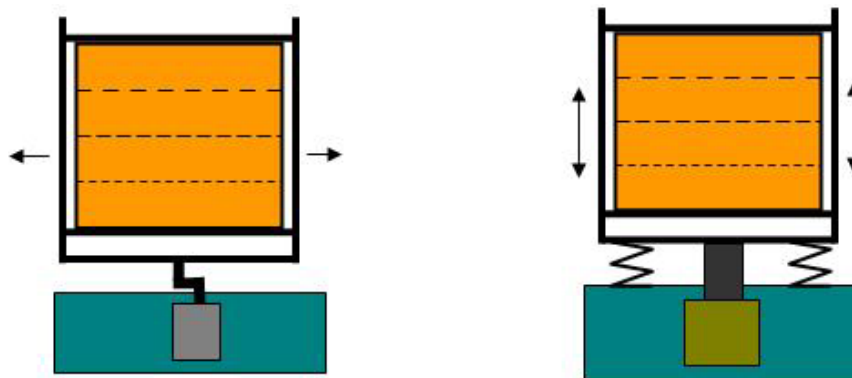
Ako bolo uvedené vyššie, jednou z možností klasifikácie sitových frakcionačných metód je pohyblivý alebo stacionárny stav sita a analogicky – pohyblivý alebo stacionárny stav preosievacieho média. Preosievacím médium sa tu chápe bezprostredné okolie tuhej látky, teda najčastejšie vzduch alebo voda. Z tohto hľadiska môžeme preosievacie zariadenia rozdeliť na dve hlavné skupiny:

- zariadenia, v ktorých sa frakcionácia realizuje na pohyblivých sitách a
- zariadenia, v ktorých dochádza k frakcionácii na fixovaných sitách.

#### **4. 1. Zariadenia s pohyblivými sitami**

Sú to klasické zariadenia, v ktorých sitá vykonávajú voľným okom pozorovateľný pohyb. Konštrukčne sú riešené tak, že rám, v ktorom sú sitá upevnené, je pohyblivo spojený s hnacou jednotkou. Do tejto skupiny sa nezaraďujú ultrazvukové zariadenia, pri ktorých sitá síce tiež vykonávajú pohyb, avšak vzhľadom na nízku amplitúdu tejto oscilácie sa tento pohyb vykonáva pri pevne fixovanej polohe sita.

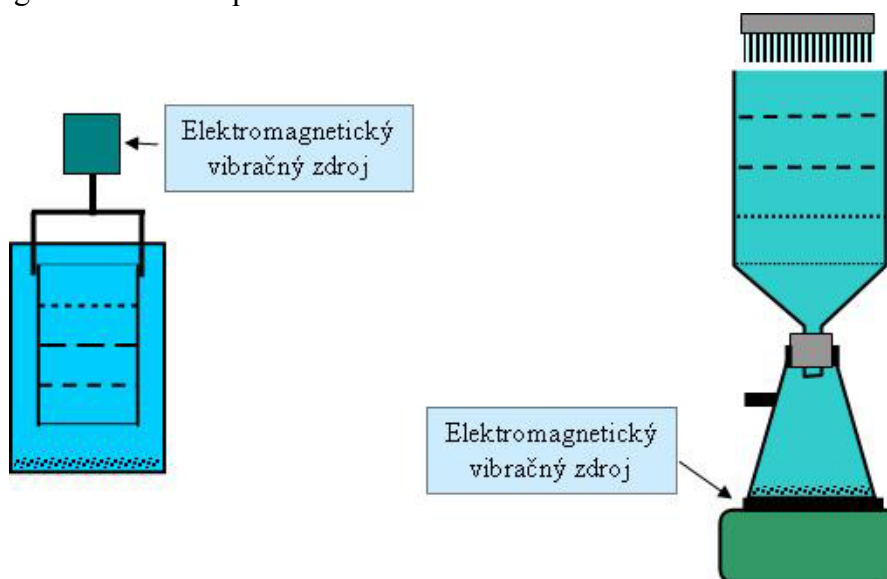
Pri týchto zariadeniach je možné ďalšiu subklasifikáciu urobiť na základe charakteru pohybu, ktorý sitá vykonávajú; tu existujú zostavy s plynulým otáčavým pohybom a zariadenia s vibračným pohybom. Pri vibračných systémoch existujú dve konvenčne stanovené kategórie tzv. pomalých a rýchlych zariadení. Kritériom tohto delenia je frekvencia použitých vibrácií. V prvom prípade je to 1 Hz až 5 Hz, v druhom 10 Hz až 50 Hz. Ďalším parametrom pre klasifikáciu týchto zariadení je charakter pohybu sit, ktorý zahŕňa pohyb horizontálny, pohyb vertikálny a pohyb s dráhou zvierajúcou s horizontálnou rovinou nejaký iný uhol ako v predchádzajúcich dvoch prípadoch. Poslednou dôležitou vlastnosťou zariadení s pohyblivými sitami je amplitúda oscilačného pohybu. Schémy konštrukčného riešenia zariadení v tejto skupine ukazuje obr. 4 a obr. 5.



**Obr. 4a** Obrázky ukazujú preosievanie v dôsledku horizontálneho otáčavého alebo vibračného pohybu (vľavo) a vertikálneho vibračného pohybu (vpravo).



**Obr. 4b** Komerčné zariadenie firmy FRITSCH GbmH s vibračným podstavcom s regulovateľnou amplitúdou kmitov.



**Obr. 5** Obrázok ukazuje dva spôsoby mokrého preosievania s rôznym umiestnením elektromagnetického vibračného zdroja.



## Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy

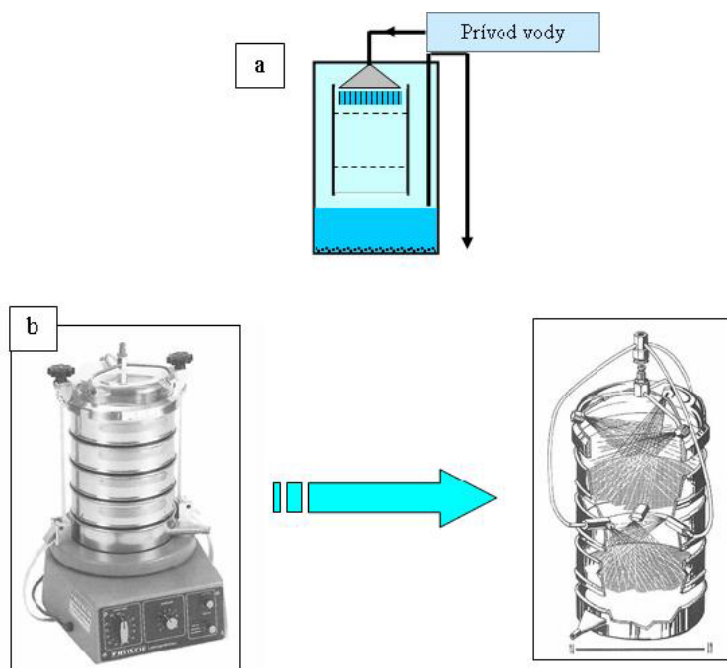
Karol Jesenák

### 4. 2. Zariadenia s fixovanými sitami

Pri týchto zariadeniach je sústava sít pevne spojená so stabilnou podložkou tak, aby prípadný sekundárne vyvolaný pohyb bol minimalizovaný. Do tejto kategórie patria tri skupiny zariadení:

1. ultrazvukové zariadenia,
2. zariadenia pre mokrú frakcionáciu a
3. zariadenia pre frakcionáciu v prúde vzduchu.

Medzi ultrazvukovými a ďalšími dvoma skupinami zariadení neexistuje zásadný rozdiel pretože, frakcionácia sa vo všetkých troch prípadoch realizuje primárne v dôsledku pohybu preosievacieho média. V prvom prípade je to však pohyb oscilačný, kým v ďalších dvoch prípadoch sa jedná o pohyb jednosmerný. Základnú schému zariadenia pre mokrú frakcionáciu ukazuje obr. 6 a. Tento spôsob frakcionácie sa používa iba v prípade, ak nie je možné použiť metódu mokrej vibračnej frakcionácie obr. 6 b.



**Obr. 6** Schéma zariadenia pre mokrú frakcionáciu (a); konkrétne riešenie komerčného zariadenia firmy FRITSCH GbmH (b).

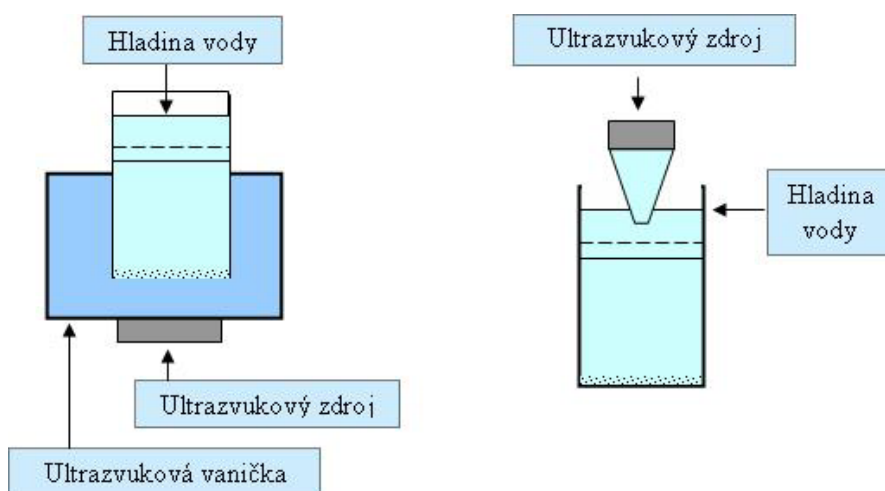
Ultrazvukové zariadenia sú hlavnými zástupcami aplikácie metód s fixovanými sitami a používajú sa najmä pri analýze jemnozrnných práškov pomocou mikrosít. Ultrazvukové zdroje sa využívajú ako pri suchej, tak aj pri mokrej frakcionácii.



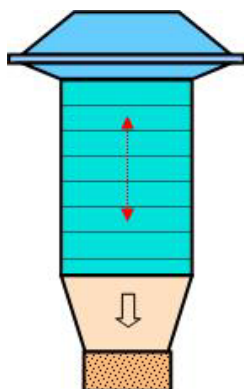
Prvý typ zariadení zahŕňa:

1. zariadenia s uzavretým vzduchovým stĺpcom a
2. zariadenia „otvorené“.

Relatívne málo známe sú také zostavy, v ktorých sa kombinuje využitie ultrazvukového zdroja spolu s vibračným pohybom. Schémy najčastejšie používaných ultrazvukových zariadení ukazuje obr. 7.



**Obr. 7a** Schéma zariadení pre mokrú ultrazvukovú frakcionáciu s rôznou lokalizáciou ultrazvukového zdroja.



**Obr. 7b** Schéma zariadenia pre suchú ultrazvukovú frakcionáciu; k separácii častíc dochádza v dôsledku vertikálneho oscilačného pohybu vzduchového stĺpca.

## 5. VÝBER METÓDY ANALÝZY

Frakcionácia partikulárnych látok na sitách je založená na splnení troch základných podmienok:

1. Existencii vysokej pravdepodobnosti, že každá častica sa počas preosievania dostane do bezprostrednej blízkosti otvorov v sitách. Táto podmienka je splnená pri dostatočnom vzájomnom pohybe jednotlivých častíc.
2. Častice s veľkosťou menšou ako je



## Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy

Karol Jesenák

---

veľkosť otvorov v sitách, týmto otvorom prechádzajú. To znamená, že sily, ktoré spájajú častice do aglomerátov, nie sú natoľko veľké aby bránili gravitačnému transportu častice cez otvor.

3. Častice s veľkosťou blížiacou sa veľkosti otvorov v site, tieto otvory trvalo neupchávajú, to znamená, že tieto častice sa v priestore otvoru vyskytujú s rovnakou pravdepodobnosťou ako ostatné častice.

Splnenie týchto podmienok (resp. miery ich splnenia), závisí od fyzikálnochemických vlastností častíc a vlastností okolitého média, ako aj od intenzity a spôsobu preosievania. Vo všeobecnosti pravdepodobnosť transportu častíc cez sito závisí najmä od:

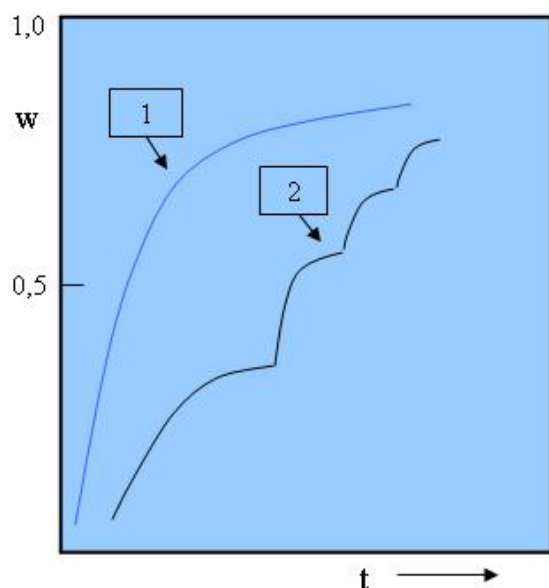
- počtu častíc,
- veľkosti resp. distribúcie častíc,
- tvarových charakteristík častíc,
- intenzity pohybu okolitého média a
- celkovej účinnej plochy sita a relatívnej plochy otvorov (vzhľadom k celkovej ploche sita).

Problém upchávania sit je všeobecným problémom frakcionácie tuhých látok na sitách, ale veľmi exponovaným sa stáva najmä pri frakcionácii jemnozrnných látok s veľkosťou častíc pod 100  $\mu\text{m}$ . Upchávanie sit závisí nielen od použitej metódy preosievania, ale aj od konštrukcie sit a doby ich používania. Druhý prípad súvisí s rozdielnym vplyvom prenosu pohybu primárneho zdroja na pohyb častíc. Tento prenos je rozdielny u sit s tuhým rámom a s rámom pružným a tiež u sit s napnutým a uvoľneným výpletom (charakteristické pre nové a staré sitá). Ilustráciu priebehu preosievacieho procesu pri upchávaní sit ukazuje obr. 8. Najdôležitejšími metódami eliminácie upchávania sit je použitie vibračného zdroja s pohybom orientovaným v smere transportu častíc (obvykle je to pohyb vertikálny pri horizontálnom uložení sit) a použitie obojsmerného prietoku vzduchu. Príkladom pre druhý prípad je ultrazvukové preosievanie na mikrositách.

Vo všeobecnosti výber metódy analýzy veľkosti častíc na sitách, ako aj výber optimálneho zariadenia, závisí od mnohých faktorov. Primárnu úlohu zohráva najmä charakter frakcionovanej vzorky – v prvom rade jej zrnitosťné zloženie, mechanické vlastnosti, tvar častíc, ich hustota a vzájomné adhézne sily, abrazívne vlastnosti, prípadne aj ich sorpčné vlastnosti, ktoré sa môžu prejaviť v zmene aglomeračnej schopnosti častíc pri



rôznej vlhkosti okolitého plynného média. Výber vhodnej metódy závisí od zrnitosti zloženia látky mimo iného aj preto, že optimálne množstvá analyzovaných látok sa výrazne



**Obr. 8** Obvyklý priebeh kriviek závislosti relatívnej hmotnosti vzorky prechádzajúcej otvormi sita ( $w$ ) od doby preosievania ( $t$ ). (1) sito sa neupcháva, (2) otvory v site sa cyklicky upchávajú a opätovne uvoľňujú.)

metód sitovej analýzy, sú veľmi často odlišné. Jeden z ďalších významných dôvodov súvisí s výraznými rozdielmi rôznych metodík pri odlíšení primárnych častíc od aglomerovaných celkov. U sitových metód je tento rozdiel jasný najmä v prípade použitia suchých a mokrych metód frakcionácie – častice v suchom stave a častice v suspenzii nie sú obvykle identické objekty. Veľmi často možno očakávať, že dokonca aj použitie tej istej metódy na rôznych zariadeniach poskytne odlišné výsledky. Tento problém často súvisí s deštruktívnym charakterom sitových metód. Stupeň frakcionácie je totiž časovo závislá veličina, čo znamená, že hmotnosť preosiatej frakcie sa zvyšuje s trvaním preosievania spočiatku takmer exponenciálne, avšak postupne sa výrazne znižuje (obr. 8.). Spomalenie je tým väčšie, čím viac sa približuje veľkosť častíc nad sitom veľkosti otvorov v sitách. Významnú úlohu tu zohráva aj upchávanie sít, ktoré zahŕňa jednak postupné znižovanie otvorov a jednak úplnú stratu ich permeability. Celkový dej upchávania pórov je výsledkom „rovnováhy“

zvyšujú smerom k hrubozrnnejším látkam. U jemnozrných látok s veľkosťou častíc pod  $50\ \mu\text{m}$  obvykle postačujú niekoľko gramové množstvá, naopak u hrubozrných látok s veľkosťou častíc nad  $5\ \text{mm}$ , sa obvykle analyzujú niekoľko kilogramové množstvá. Aj pri využití rovnakej metódy, je výber zariadenia v oboch prípadoch rôzny.

Veľký počet faktorov ovplyvňujúcich kinetiku a výsledok sitovej frakcionácie je hlavným dôvodom toho, že výsledky zrnitostného zloženia tej istej látky, pomocou rôznych





## **Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy**

Karol Jesenák

---

medzi upchávaním otvorov a ich „čistením“, ktorá je charakteristická nielen pre určitý typ metódy, ale aj pre určitý typ zariadenia. Napríklad samočistiaci efekt je typický pre tie metódy, pri ktorých nosné médium obojsmerne osciluje – napr. pri suchej ultrazvukovej frakcionácii. Naopak, rýchle upchávanie sa pozoruje u metód s jednosmerne pohybujúcim sa médium – prednostne kvapaliny pri mokrej frakcionácii. Vo všeobecnosti snaha o získanie skutočného hmotnostného obsahu určitej frakcie metódou predlžovania doby trvania preosievania posúva výsledok analýzy smerom ku zvyšovaniu obsahu menších častíc v dôsledku oteru vzorky.

Uvedené príčiny významných rozdielov analýzy veľkosti častíc na sitách nutne viedli k nevyhnutnosti štandardizácie týchto analýz. Význam takejto štandardizácie spočíva jednak v tom, že v dôsledku dobre nastavenej optimalizácie analýzy, poskytuje nielen relatívne dobrý výsledok vo vzťahu ku reálnej distribúcii častíc, ale zároveň redukuje zdroj chýb na systémové chyby danej metodiky. Štandardizácia metodík sitovej analýzy sa obvykle vzťahuje na veľmi úzky okruh látok a zahrňuje najmä výber konkrétneho komerčného zariadenia, čas trvania a podmienky frakcionácie, hmotnosť analyzovanej vzorky a metódu jej prípravy.

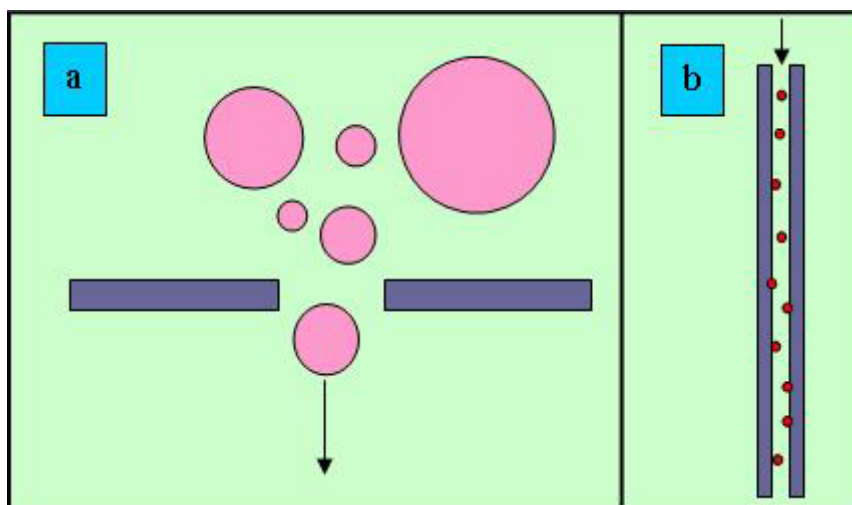
## **6. INÉ METÓDY ZALOŽENÉ NA MECHANICKEJ FRAKCIONÁCII TUHÝCH ČASTÍC**

Všeobecný princíp frakcionácie látok, založený na oddeľovaní rozmerovo odlišných častíc pri transporte cez maticu s jednotným rozmerom otvorov, je využívaný aj pri mnohých iných metódach. K takýmto metódam patrí najmä filtrácia, ultrafiltrácia a gélová chromatografia, ale aj niektoré menej známe metódy. Uvedené metódy sa zvyknú zaraďovať do skupiny tzv. mechanických metód. Niektoré z týchto metód využívajú pre separáciu častíc sitá, perforované membrány a pórovité vrstvy. Otázkou je, kde sa nachádza hranica, za ktorou je alebo nie je možné tieto metódy priradiť k metódam sitovej analýzy. Táto hranica je vymedzená termínom „sito“, ktorým sa konvenčne označuje perforovaná alebo tkaná tenká vrstva s veľkosťou otvorov nad 3  $\mu\text{m}$ . Táto definícia má charakter metódy výroby a možno ju označiť ako značne vágnu. Všeobecnou požiadavkou mechanických metód je to, že k frakcionácii dochádza jedine v dôsledku mechanického oddelenia veľkých častíc na otvoroch menších ako sú tieto častice. Takúto podmienku je možné realizovať iba na otvoroch



v tenkých fóliách (obr. 9). Pri frakcionácii na sitách a membránach je táto podmienka splnená. Naopak, pri ultrafiltrácii a chromatografických metódach, kde dĺžka otvoru o mnoho poriadkov prevyšuje veľkosť častice, sa pri frakcionácii výrazne uplatňujú sorpčné deje. Napriek tomu, sú tieto metódy legitímnymi metódami stanovenia veľkosti molekúl a koloidných častíc. Otázkou je však problém legitímnosti používania termínu „mechanická“ frakcionácia resp. mechanická metóda.

V tejto skupine metód predstavuje zaujímavú alternatívu stanovenie veľkosti častíc zo zmeny rýchlosti prietoku suspenzie cez mikrositá pri konštantnom tlakovom rozdiely na oboch stranách sita. Pri tejto metóde sa využíva rýchly pokles prietoku suspenzie obsahujúcej častice väčšie ako sú otvory na site. Analógom mokrej sitovacej metódy je frakcionácia na membránach s veľkosťou otvorov 0,05  $\mu\text{m}$  až 10  $\mu\text{m}$ . Zaujímavou metódou je tiež oddeľovanie častíc vo vodnej suspenzii, ktorá sa nechá pretekať cez jediný kruhový otvor s nastaviteľným priemerom. Praktická využiteľnosť tejto metódy je však veľmi obmedzená.



**Obr. 9** Mechanická frakcionácia partikulárnych látok je založená na prestupe častíc cez otvor známej veľkosti za predpokladu, že nedochádza k žiadnej chemickej interakcii medzi časticou a povrchom otvoru sita. Táto podmienka je obvykle splnená pri frakcionácii veľkých častíc ( $> 0,1 \mu\text{m}$ ), kde transportná dráha častice v otvore nie je veľká (a). Naopak, v kanáloch, kde dráha malých častíc vysoko prekračuje ich priemer, stúpa pravdepodobnosť separácie v dôsledku chemických a fyzikálnych interakcií (b). Tieto interakcie však často závisia tiež od veľkosti a tvaru častíc – avšak na inej rozmerovej úrovni ako v predchádzajúcom prípade.

**Analýza veľkosti častíc: II. Sitové metódy**Karol Jesenák

---

**7. ZÁVER**

Analýzu veľkosti častíc na sitách možno hodnotiť ako najjednoduchšiu metódu granulometrickej analýzy. Toto hodnotenie sa týka ako princípu, tak aj technickej realizácie zariadení, ktorá sa najvýraznejšie prejavuje na neporovnateľne nižšej cene, ako v prípade iných analyzátorov veľkosti častíc. Napriek jednoduchosti tejto metódy, konkrétne praktické aplikácie si vyžadujú veľmi kvalifikovaný výber použitej metodiky ako aj kvalifikovanú optimalizáciu jej realizácie.

**PodĎakovanie**

Ďakujem RNDr. Ľubomírovi Kuchtovi, PhD. za cenné rady a pripomienky, firme FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, SRN za povolenie publikovať v tomto texte obrázky z firemných katalógov (Obr. 1, 4 a 6b) a Vedeckej grantovej agentúre SR za finančnú pomoc - Grant VEGA 2/3102/23.

**POUŽITÁ LITERATÚRA**

1. Bernhardt C.: Particle Size Analysis, Chapman & Hall, London (1994).
2. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (1976).
3. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (2003).
4. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (2006).
5. Jelínek K. K.: Particle Size Analysis, John Wiley & Sons Inc., New York (1970).
6. Jesenák K.: Biológia, Ekológia, Chémia 2/2000, 16 (2000).
7. Jesenák K., Kuchta Ľ., Guller L., Fúsková J.: Mineralia Slovaca 29, 439 (1997).
8. Jesenák K.: Environmental Inorganic Chemistry, 2. vyd., Bratislava, Univerzita Komenského, ISBN 80-223-2072-2 (2005).
9. Müller H., Espig D.: Proceed. CHISA Praha (1987).
10. Stanley-Wood N.: Trends in particle characterisation. Proceed. 5th Particle Size Analysis., Bradford, 15. Sept. 1985, 3 (1985).
11. Svarovsky L., Mergan H. R.: Data reduction in fluid classification methods. Particle Character. 1, 167 (1984).

# 8<sup>TH</sup> PACIFIC RIM CONFERENCE ON CERAMIC AND GLASS TECHNOLOGY

Includes the 2009 Annual Meeting of the International Commission on Glass (ICG)



May 31 – June 5, 2009  
Hyatt Regency Vancouver  
Vancouver, British Columbia, Canada

[www.ceramics.org/pacrim8](http://www.ceramics.org/pacrim8)

**Call for Papers!**  
**Abstract Deadline: November 3, 2008**

Make your plans to participate in this conference which explores the latest issues facing the ceramic and glass technology community. Present your work to colleagues and join the global discussion with leading PACRIM experts. Submit your 150-word abstract today at [www.ceramics.org/pacrim8](http://www.ceramics.org/pacrim8).

Endorsed by:  
The Australian Ceramic Society  
The Ceramic Society of Japan  
The Chinese Ceramic Society  
The Korean Ceramic Society

Organized and Sponsored by:





## **Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy**

**Karol Jesenák**

Katedra anorganickej chémie, Prírodovedecká fakulta Univerzity Komenského

**Abstrakt.** Sedimentačné metódy patria medzi tradičné metódy analýzy veľkosti častíc. Sú založené na priamom vzťahu medzi veľkosťou častíc a sedimentačnou rýchlosťou v kvapaline. Tento vzťah je jasný a bezproblémovo použiteľný iba v prípade sedimentácie guľových častíc, ktorých hustota je konštantná vo všetkých zrnitostných frakciách. Preto sedimentačná analýza polydisperzných partikulárnych látok naráža na zásadné prekážky odvodenia veľkosti častíc zo sedimentačných rýchlostí. Na druhej strane významnou výhodou týchto metód je reálna frakcionácia analyzovaných látok. Vývoj sedimentačných metód smerom k bezkontaktnému stanoveniu obsahu častíc, na jednej strane urýchľuje analýzu, na druhej strane ju však zbavuje ich najväčšej výhody. Predkladaný text je krátkym prehľadom tradičných a moderných metód sedimentačnej analýzy.

**Kľúčové slová:** veľkosť častíc, sedimentácia, centrifugácia, fotoelektrické metódy, röntgenové difrakčné metódy

### **OBSAH**

1. Úvod
2. Všeobecné vlastnosti sedimentačných metód
3. Rýchlosť sedimentácie tuhej častice v kvapaline
4. Klasifikácia sedimentačných metód
5. Gravitačné metódy
  5. 1. Prírastkové metódy
  5. 2. Kumulatívne metódy
  5. 3. Metóda štartovacej čiary
6. Centrifugačné metódy
7. Príklad využitia sedimentačnej frakcionácie
8. Záver

### **1. ÚVOD**

Sedimentačné metódy stanovenia distribúcie veľkosti častíc sa označujú súhrnným názvom sedimentačná analýza. Hlavnou podmienkou pre použitie týchto metód je nerozpustnosť častíc v kvapaline, vzájomná nereaktivnosť častíc v kvapaline ako aj s kvapalinou a nižšia hustota častíc v porovnaní s hustotou kvapaliny.

Tieto metódy sú založené na vzťahu medzi rýchlosťou pohybu častíc v kvapalnom médiu a ich veľkosťou. Pretože hybnou silou pohybu častice je gravitácia, zaraďujú sa tieto metódy medzi tzv. gravitačné metódy. Medzi gravitačné metódy sa však zaraďuje aj centrifugácia resp. ultracentrifugácia, kde označenie „gravitačná metóda“ nie je opodstatnené.



Sedimentačná analýza môže, ale nemusí využívať reálne oddelenie jednotlivých frakcií. Rozdielna rýchlosť pohybu častíc v stĺpci kvapaliny však vždy spôsobuje ich separáciu a preto označenie frakčná alebo separačná metóda je legitímne. Prevažnú väčšinu metód sedimentačnej analýzy možno označiť ako jednoduché a lacné metódy. Výnimku z tohto pravidla však tvoria metódy, pri ktorých sa sedimentácia hodnotí na základe rozptylu alebo absorpcie elektromagnetického žiarenia. Tieto metódy je však možné zároveň klasifikovať aj ako metódy optické. Pri rozhodovaní medzi dvoma alternatívami – optická a sedimentačná metóda, je však rozhodujúca frakcionácia častíc v dôsledku gravitácie.

## 2. VŠEOBECNÉ VLASTNOSTI SEDIMENTAČNÝCH METÓD

Sedimentačná analýza vo svojom základnom koncepte patrí medzi najstaršie metódy granulometrickej analýzy. Jej začiatky sa datujú približne do polovice devätnásteho storočia. V tomto období bolo možné registrovať prvé snahy o separáciu jemnozrnných frakcií pôd, ktoré v tej dobe ešte nebolo možné separovať na mikrositách. Neskôr, začiatkom dvadsiateho storočia, sa stal hlavným stimulom pre rozvoj sedimentačných metód výskum v oblasti koloidnej chémie. Hlavným medzníkom sedimentačnej analýzy bola akceptácia Stokesovej teórie a neskôr aj návrh jednoduchých sedimentačných zariadení, ako napríklad sedimentačných váh (v roku 1915), rôznych typov pipiet alebo využitie zmeny hustoty suspenzie počas sedimentácie pre zistenie veľkosti častíc. Väčšina prvých „prístrojov“ pre sedimentačnú analýzu bola prvýkrát využitá do roku 1930. Súčasné moderné metódy sedimentačnej analýzy sú zväčša založené na bezkontaktnom vyhodnocovaní sedimentačného procesu a ich hlavnou výhodou je to, že umožňujú frakcionáciu častíc realizovať vo veľmi malom kvapalinovom stĺpci (hodnotené na základe jeho geometrickej dĺžky). Dôsledkom skrátenia sedimentačnej dráhy častíc bolo významné zníženie časových nárokov na realizáciu týchto analýz a rozšírenie rozsahu ich použiteľnosti.

Napriek veľkému pokroku prístrojovej techniky pre sedimentačnú analýzu, k dôležitým výhodám tradičných sedimentačných metód patrí skutočnosť, že pre takéto analýzy je stále možno úspešne využívať lacné zariadenia, ktoré je možno realizovať aj bez veľkých technických nárokov priamo v laboratóriách. Takéto riešenia sú výhodné v prípadoch, ak sa nepredpokladá vysoká frekvencia ich využívania. K ďalšej všeobecnej výhode sedimentačných metód patrí buď ich jednoznačná nedeštruktívnosť (vzhľadom na



### **Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy**

Karol Jesenák

---

analyzovanú vzorku) alebo veľmi nízky stupeň deštruktívnosti, ktorý môže byť spojený s mechanickou homogenizáciou vzorky v suspenzii. Tento prípad nastáva iba u mechanicky málo odolných látok a (alebo) pri použití vysoko výkonných miešadiel. Preto voľbu podmienok dispergácie a homogenizácie takých látok je nutné optimalizovať s ohľadom na potenciálnu možnosť mechanickej deštrukcie častíc pri súčasnom zabezpečení požiadavky oddelenia jednotlivých častíc v agregátoch.

Všeobecné nevýhody sedimentačnej analýzy možno zhrnúť do troch bodov:

1. Až na niekoľko málo výnimočných prípadov je vzťah medzi veľkosťou častíc a sedimentačnou rýchlosťou komplikovaný; tento fakt spôsobuje značné odchýlky výsledkov sedimentačnej analýzy od reálnej distribúcie častíc. Sedimentačnú analýzu možno bezproblémovo použiť iba v prípadoch tvarovo homogénnych častíc rovnakej hustoty. Takúto podmienku spĺňa iba veľmi málo reálnych látok – sú to obvykle iba chemicky čisté látky alebo zmesi, v ktorých častice majú rovnaké chemické zloženie nezávislé od ich veľkosti. Naopak, až na spomenuté výnimky, sú reálne partikulárne látky reprezentované heterogénnymi časticami, s nejednotným tvarom, hustotou a inými fyzikálnymi vlastnosťami. Kým prvé dve vlastnosti spôsobujú nejednoznačný vzťah medzi sedimentačnou rýchlosťou a veľkosťou častíc, zmena optických vlastností spôsobuje problém vyhodnocovania sedimentačného procesu v tých prípadoch, ak je založený práve na meraní týchto vlastností.

2. Sedimentačnú analýzu možno použiť iba vo veľmi úzkom rozsahu veľkosti častíc. Ten predstavuje u tradičných metód interval od približne 1  $\mu\text{m}$  do 50  $\mu\text{m}$ . Spodná hranica tohto intervalu je daná dispergáciou častíc v dôsledku Brownovho pohybu a je možné ju výrazne posunúť o niekoľko poriadkov centrifugačnými metódami. Charakter týchto metód sa však vymyká tradičnému chápaniu obsahu pojmu „sedimentačná“ metóda. Posun hornej hranice uvedeného intervalu možno docieľiť iba za cenu značného nárastu chýb analýzy. Tento problém súvisí s výrazným skracovaním sedimentačného času; napríklad pre častice s veľkosťou 70  $\mu\text{m}$  a hustotou cca 3  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ , predstavuje sedimentačná rýchlosť vo vode približne 40  $\text{cm}\cdot\text{min}^{-1}$ . To znamená, že v časovom intervale medzi homogenizáciou suspenzie a detekciou častice nie je možné uvažovať s lineárnou dráhou častíc – naopak v dôsledku doznievajúcej turbulencie pri počiatočnej homogenizácii sa táto dráha poriadkovo predlžuje. Dôsledkom toho je nepoužiteľnosť Stokesovho vzťahu. Predlžovaním sedimentačnej dráhy sa tento problém potláča iba veľmi nevýrazne za cenu výraznej komplikácie sedimentačného



zariadenia. Napriek tomu, niektoré analyzátory s fotoelektrickou detekciou častíc deklarujú horný rozsah použiteľnosti na úrovni 500  $\mu\text{m}$ .

3. Sedimentačná analýza patrí k časovo náročným metódam. Tento problém je exponovaný najmä v prípade klasických sedimentačných metód používaných pre analýzu jemnozrnných práškov s veľkosťou častíc pod 5  $\mu\text{m}$ . Na časovej náročnosti analýzy sa odráža aj skutočnosť, že počas analýzy je nutné precízne stabilizovať sedimentačné podmienky. Dôležité je zabezpečiť najmä konštantnú teplotu kvapaliny s cieľom zaistenia konštantnej hustoty, viskozity a obmedzenia konvekčného prúdenia.

### 3. RÝCHLOSŤ SEDIMENTÁCIE TUHEJ ČASTICE V KVAPALINE

Fakt že rýchlosť klesania tuhej častice v kvapaline je závislá od veľkosti častíc je všeobecne známa. Dobrú ilustráciu tohto vzťahu poskytuje v prírode pohľad na vrstvy mnohých sedimentárnych hornín, ako sú napríklad spevnené štrkopiesky, pieskovce a mnohé iné (obr. 1). To, že sedimentárne horniny sú alebo sa javia ako homogénne látky (napr. vápence alebo dolomity), je spôsobené relatívne častým výskytom malých a (alebo) rozmerovo homogénnych častíc v prírodných podmienkach alebo nehomogenitami na nízkej rozmerovej úrovni (napr. u ílových hornín).

Z hľadiska sedimentačnej analýzy predstavuje najjednoduchší prípad sedimentácia guľovej častice. V prípade že  $d$  je priemer častice,  $\rho$  je jej hustota a  $\rho_0$  je hustota kvapaliny, gravitačná sila pôsobiaca na časticu vyjadruje rovnica

$$F_1 = \frac{4}{3} \pi \frac{d^3}{8} (\rho - \rho_0) g$$

Proti tejto sile pôsobí v kvapaline s viskozitou  $\eta$  sila

$$F_2 = -3v\pi d\eta$$

Pri rovnosti oboch síl  $F_1$  a  $F_2$  je možné pre priemer častice odvodiť vzťah

$$d = \sqrt{\frac{18\eta v}{(\rho - \rho_0)g}}$$

Z uvedeného vyplýva, že za predpokladu konštantných vlastností kvapaliny (konkrétne jej viskozity a hustoty) a konštantnej hustoty častíc – nezávislej od ich veľkosti – je rýchlosť sedimentácie závislá iba od priemeru častíc. Táto rovnica zároveň určuje hranice použiteľnosti sedimentačnej analýzy na prípady tvarovo a hustotne homogénnych častíc.





### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

Zároveň táto závislosť platí iba pre prípad vzájomne nezávislého pohybu častíc – teda iba v prípade veľmi zriedených suspenzií. Tento fakt je nutné zohľadňovať aj pri návrhu sedimentačných zariadení, pretože aj v zriedených suspenziách sa jej koncentrácia v dôsledku sedimentácie zvyšuje smerom ku dnu sedimentačnej nádoby. Stanovenie hmotnostného obsahu vzorky je preto nutné realizovať v dostatočnej vzdialenosti od predpokladanej úrovne vrchnej časti sedimentu.

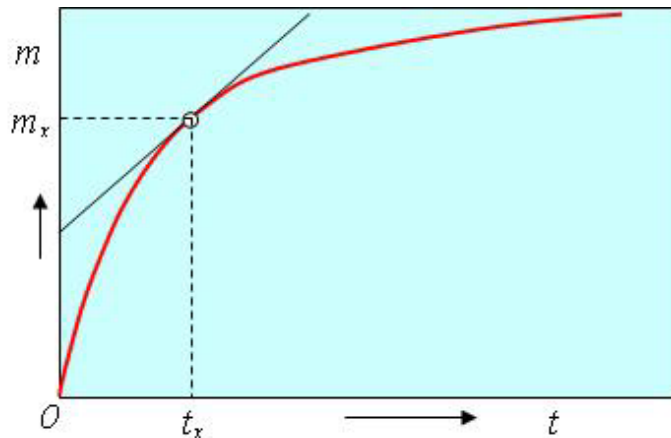
I keď vyššie uvedený vzťah medzi sedimentačnou rýchlosťou a veľkosťou častíc je odvodený iba pre najjednoduchší prípad guľovej častice, vo všeobecnosti je možné ho aplikovať aj na prípady pravidelných neguľových častíc. Pre tento účel sa zaviedol korekčný tvarový faktor  $K$ , ktorý sa môže zistiť výpočtom alebo experimentálne a je pre niektoré jednoduché tvary častíc k dispozícii v staršej odbornej literatúre. Do vyššie uvedeného vzťahu sa potom dosadzuje korigovaná hodnota  $d_e$ :

$$d_e = K \cdot d$$

Obvyklým výstupom sedimentačných experimentov je časová závislosť vysedimentovaného množstva  $m$  (obr. 2), ktorú možno pomocou vyššie uvedených vzťahov transformovať na kumulatívnu funkciu.



**Obr. 1** Ukážka sedimentačnej separácie anorganických častíc v dôsledku rôznej veľkosti a rôznej hustoty častíc. (Lokalita Sandberg pri Bratislave je pozostatkom treťohorného mora; vpravo je detailný záber.)



**Obr. 2** Typická časová závislosť vysedimentovaného množstva zo suspenzie polydisperzných častíc. Veľkosť častíc možno odvodiť zo smernice dotýčnic krivky.

#### 4. KLASIFIKÁCIA SEDIMENTAČNÝCH METÓD

Je niekoľko kritérií použiteľných pre delenie sedimentačných metód. K najčastejšie používaným patria tieto:

1. Poloha častíc na začiatku sedimentačného experimentu:
  - a/ častice sú homogénne distribuované v celom sedimentačnom priestore,
  - b/ častice sú koncentrované v tenkej vrstve na vrchu sedimentačného priestoru (termín „vrch“ je chápaný z pohľadu smeru zemskej príťažlivosti).
2. Spôsob stanovenia množstva resp. koncentrácie tuhých častíc:
  - a/ množstvo častíc sa meria v tenkej vrstve (prírastková metóda),
  - b/ meria sa celkové množstvo častíc pod určenou horizontálnou úrovňou (kumulatívna metóda).
3. Charakter síl spôsobujúcich separáciu častíc:
  - a/ gravitačné metódy,
  - b/ centrifugačné metódy.

Gravimetrické sedimentačné metódy je možné rozdeliť na dve skupiny:

- 1/ metódy, pri ktorých sa zisťuje množstvo nevysedimentovanej tuhej zložky v suspenzii,
- 2/ metódy, pri ktorých sa stanovuje množstvo vysedimentovanej časti suspenzie.

Metódy využívajúce absorpciu elektromagnetického žiarenia možno rozdeliť na:

- 1/ metódy využívajúce zoslabenie viditeľného žiarenia a
- 2/ metódy využívajúce zoslabenie  $\gamma$ -žiarenia.



## Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

K posledným metódam patrí aj metóda založená na spätnom odraze  $\beta$ -žiarenia.

### 5. GRAVITAČNÉ METÓDY

#### 5. 1. PRÍRASTKOVÉ METÓDY

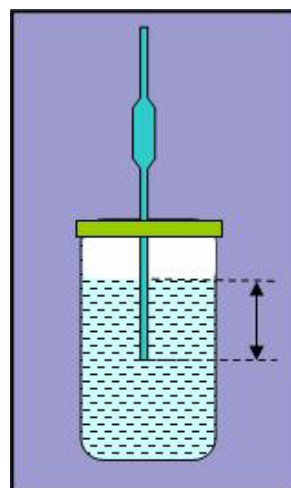
##### Gravimetrické pipetové metódy

Tieto metódy sú založené na periodickej separácii malých množstiev suspenzie zo sedimentačnej nádoby. Následne, po vysušení suspenzie, sa gravimetricky stanoví obsah tuhej zložky v odobratej suspenzii. Odber konštantných objemov suspenzie sa realizuje obvykle v rovnakých časových intervaloch a výsledok experimentu je k dispozícii najčastejšie vo forme časovej závislosti zmeny koncentrácie suspenzie. Túto závislosť je možné s použitím Stokesovho vzťahu transformovať na kumulatívnu alebo distribučnú krivku. Tradičným experimentálnym zabezpečením sú rôzne typy pipiet. Tieto možno rozdeliť do troch kategórií:

- Pipety, ktoré sú situované v hornej časti sedimentačnej nádoby. Podľa polohy ústia pipety existujú pipety:
  - a/ s fixnou polohou ústia pipety a
  - b/ s variabilnou polohou ústia pipety,
- pipety situované v dolnej časti sedimentačnej nádoby a
- pipety s ústím lokalizovaným v bočnej časti sedimentačnej nádoby.

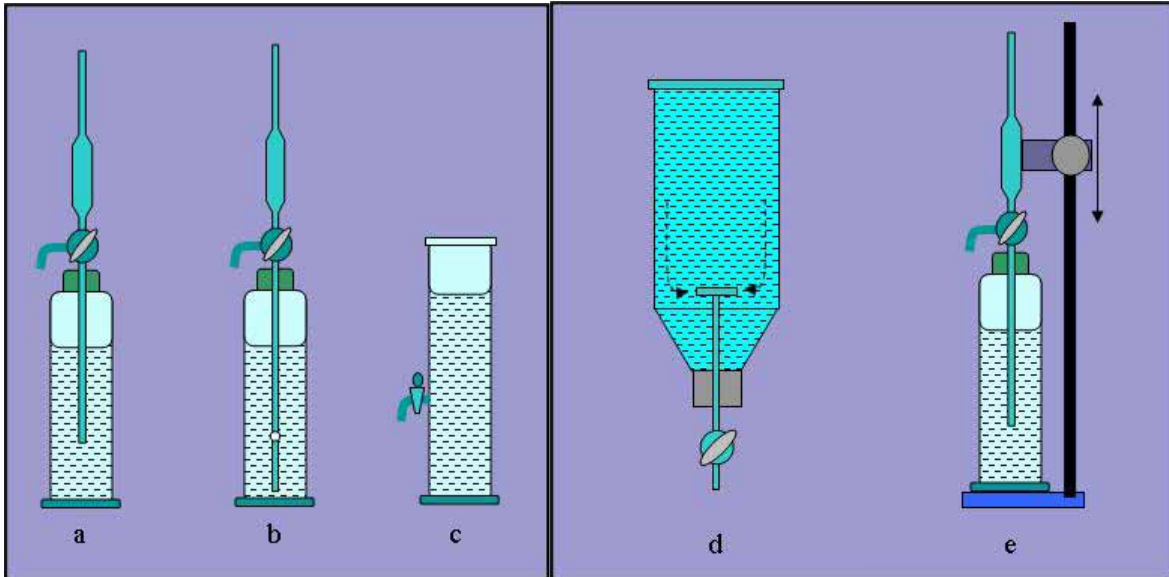
Uvedené typy pipiet ukazujú obr. 3 a 4. Niektoré sedimentačné nádoby majú dvojitý plášť, ktorým možno pomocou termostatu udržiavať konštantnú teplotu suspenzie. Veľkou výhodou gravimetrických metód je, že poskytujú reálne frakcie východiskovej látky, ktoré sú k dispozícii pre ich ďalšiu fyzikálnochemickú analýzu. Z hľadiska analýzy veľkosti častíc je však optimálne redukovať objem odoberanej suspenzie

tak, aby obsah tuhej zložky práve postačoval na spoľahlivé gravimetrické stanovenie. Problémy vyplývajúce z nenulových objemov analyzovaných suspenzií, ako napríklad vznik



**Obr. 3** Najjednoduchší variant odberu vrchnej časti suspenzie pomocou pipety.

turbulencie suspenzie v sedimentačnej nádobe počas odberu, alebo široký interval jednotlivých frakcií, riešia bezkontaktné metódy stanovenia tuhej zložky v suspenzii.



**Obr. 4** Náčrty pipiet určených pre sedimentačnú analýzu. Odber vrchnej časti suspenzie (a, b, c, e), odber spodnej časti suspenzie (d), pipeta s variabilnou polohou (e).

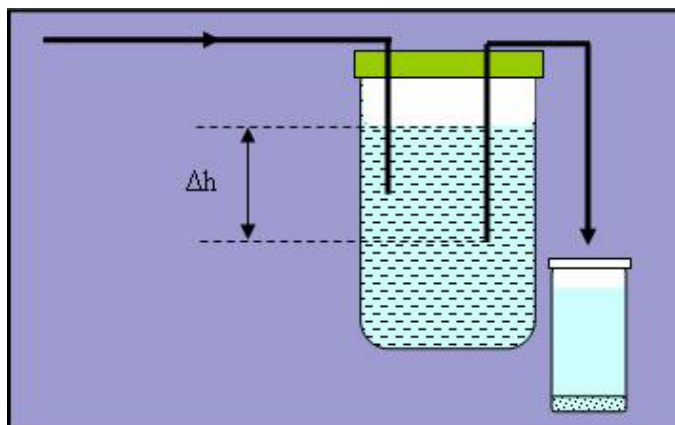
### Dekantačná metóda

Dekantačná metóda je experimentálne najjednoduchšou sedimentačnou metódou. Napriek tomu, že ako analytická metóda sa v súčasnosti takmer nepoužíva, jej využitie je výhodné pre separáciu takých frakcií, ktoré sú pod hranicou použiteľnosti bežných sitových metód. Separácie jemných frakcií silikátových surovín s veľkosťou častíc pod  $50\ \mu\text{m}$  až  $80\ \mu\text{m}$  sú typickým využitím tejto metódy. Dekantačná metóda ako analytická metóda je založená na rovnakom princípe ako pipetové metódy; hlavný rozdiel je však v tom, že postupné oddeľovanie jednotlivých frakcií sa realizuje cyklickým doplňovaním sedimentačnej nádoby na pôvodný objem suspenzie. Mimoriadny úspech zaznamenáva táto metóda najmä pri laboratórnych separáciách ílových frakcií z ich materských hornín. Princíp dekantanej metódy ukazuje obr. 5.



### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák



Obr. 5. Dekantačná metóda sedimentačnej analýzy.

#### Metódy založené na stanovení hustoty suspenzie

Tento typ metód je založený na vzťahu medzi koncentráciou tuhých častíc a hustotou suspenzie. Hustota suspenzie je daná vzťahom

$$\varphi = \frac{m_s + m_f}{V_s + V_f} = c_v(\rho_s - \rho_f) + \rho_f$$

kde  $c_v$  objemová koncentrácia tuhých častíc (objem tuhej častíc v objemovej jednotke suspenzie),  $c_m$  je hmotnostná koncentrácia tuhých častíc,  $m_s$  je hmotnosť tuhých častíc,  $m_f$  je hmotnosť kvapaliny a  $V_s$  a  $V_f$  sú príslušné objemy častíc a kvapaliny. Experimentálnym podkladom pre analýzu veľkosti častíc je získanie časovej závislosti hustoty suspenzie počas sedimentácie. Meranie je jednoduché, pretože sa redukuje iba na odčítavanie hustoty ponorným hustomerom v zvolených časových intervaloch. Využitie tejto metódy kulminovalo od konca Druhej svetovej vojny asi až do roku 1960.

#### Fotoelektrické metódy

Fotoelektrické metódy sú v súčasnosti najvyužívanejším spôsobom bezkontaktného stanovenia objemovej koncentrácie častíc v suspenzii. Základný princíp týchto metód je založený na vyhodnotení znižovania intenzity svetelného lúča po prechode suspenziou (obr. 6). Transmitancia výsledného žiarenia ( $T$ ) sa riadi Lambertovým-Beerovým zákonom

$$\ln T = \ln \frac{I_A}{I_E} = -A_v c_v L$$

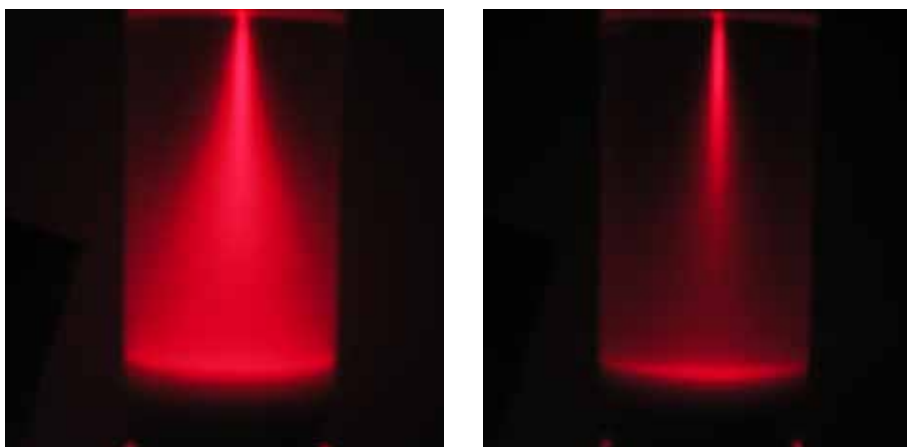
kde  $I_E$  je intenzita primárneho lúča,  $I_A$  je intenzita prechádzajúceho lúča,  $A_v$  je rozptylový koeficient vzťahovaný na objemovú jednotku tuhých častíc,  $c_v$  je objemová koncentrácia



častíc v suspenzii a  $L$  je hrúbka vrstvy kvapaliny resp. suspenzie. Rozptylový koeficient  $A_v$  je ovplyvňovaný jednak veľkosťou častíc a jednak je závislý od tzv. extinkčného koeficienta, ktorý je závislý od vlnovej dĺžky, optických vlastnostiach tuhej a kvapalnej zložky suspenzie a uhla dopadajúceho primárneho žiarenia. Hlavný problém fotoelektrických metód spočíva práve v ťažkostiach stanovenia hodnoty extinkčného koeficienta, ktorého hodnoty sú v prípade heterogénnych tuhých látok obvykle odlišné pre rôzne veľké častice. Prípád, že chemické a fázové zloženie každej častice je rovnaké, je zo štatistického pohľadu výnimočný. Vo všeobecnosti sú tri možné riešenia uvedeného problému:

- predpokladá sa nemennosť extinkčnej funkcie,
- priebeh extinkčnej funkcie sa stanoví experimentálne,
- priebeh extinkčnej funkcie sa vypočíta z dostupných fyzikálnych parametrov tuhej látky.

Väčšina analyzátorov veľkosti častíc, založených na vyhodnocovaní zoslabenia intenzity primárneho lúča, (teda nielen sedimentačných analyzátorov) využíva softvér s implementovaným algoritmom výpočtu podľa Mieho teórie. Jej podstatou je stanovenie priebehu extinkčnej funkcie a výpočet distribúcie veľkosti častíc. Z užívateľského hľadiska je podstatné, či je alebo nie je nutné medzi vstupné parametre zahrnúť index lomu analyzovaných častíc.



**Obr. 6** Ilustrácia závislosti rozptylu laserového lúča od veľkosti častíc. V nádobách je 5 % vodná suspenzia kaolinitu s časticami s veľkosťou pod  $60 \mu\text{m}$  v dvoch rôznych časových intervaloch od ukončenia jej homogenizácie.

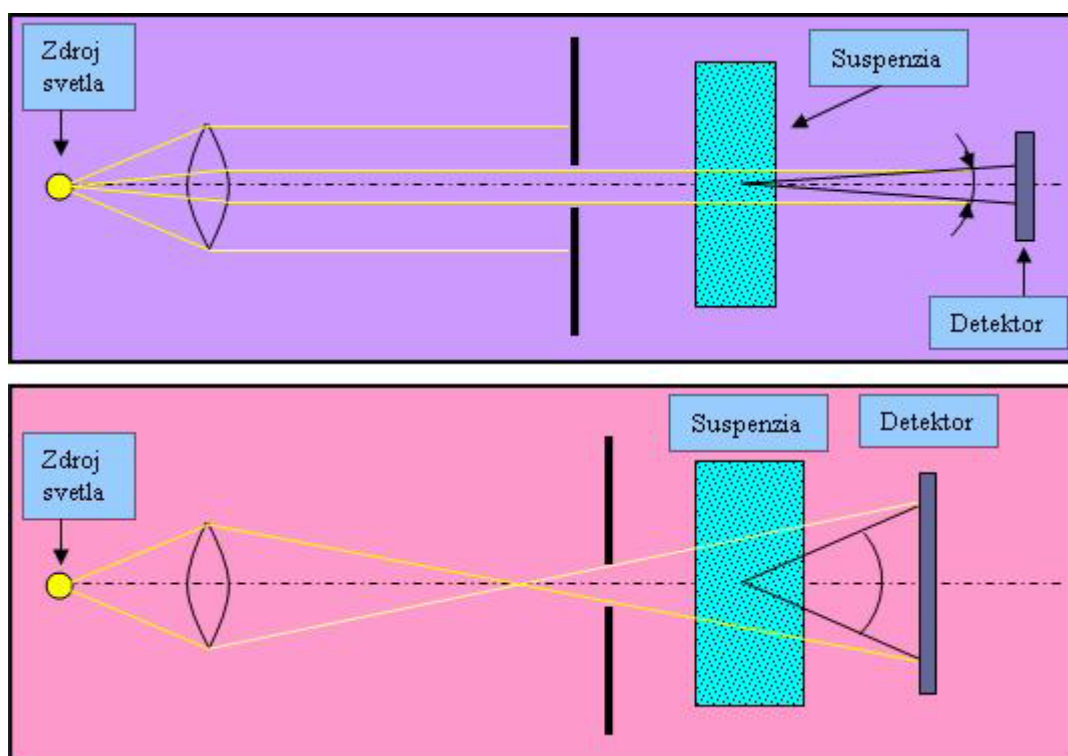
Z hľadiska konštrukcie možno fotosedimentometre rozdeliť na nízkoúhlové a širokouhlové prístroje (obr. 7). Nízkoúhlový analyzátor je navrhnutý tak, že z primárneho



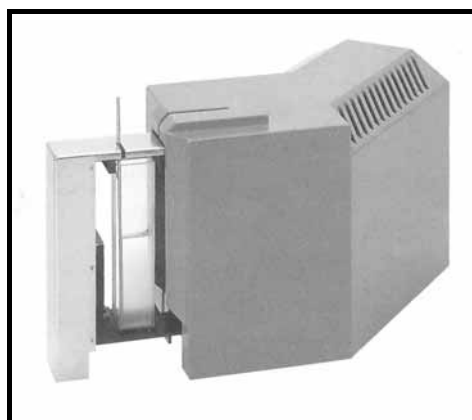
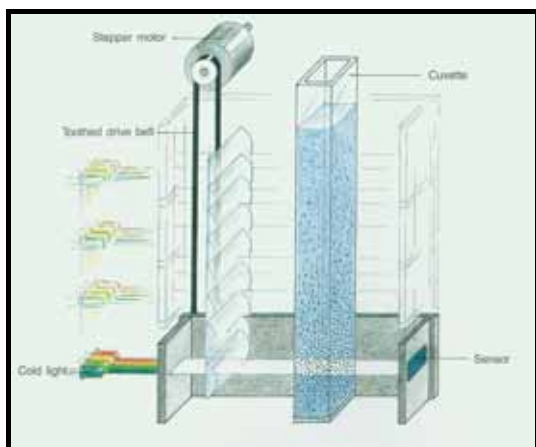
### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

zdroja svetla sa vytvorí pomocou optického člena paralelný zväzok, z ktorého sa štrbinou vyčlení úzky lúč. Po prechode suspenziou sa z rozptýleného žiarenia na štrbine znova vymedzí časť určená pre detekciu žiarenia. Vzdialenosť štrbiny od kyvety a detektora je nastavená tak, aby uhol žiarenia dopadajúceho na detektor neprevyšoval hodnotu  $3^\circ$ . V širokouhlových prístrojoch dopadá na kyvetu zväzok rozptýlených lúčov, ktoré sú priamo po rozptyle na časticiach suspenzie zachytávané detektorom pod uhlom obvykle neprevyšujúcim  $40^\circ$ . V praxi sa ujali prístroje oboch typov, pričom nie je možné formulovať jednoznačné výhody jedného alebo druhého typu analyzátorov. Jeden zo starších typov fotosedimentometrov ukazuje obr. 8.



**Obr. 7** Schémy optických častí nízkoúhlových (horný obrázok) a širokouhlových fotosedimentátorov (dolný obrázok).



**Obr. 8** Fotosedimeter firmy FRITSCH GbmH

### RTG difrakčné a $\gamma$ -lúčové sedimentometre

Základný princíp RTG difrakčných a  $\gamma$ -lúčových analyzátorov je v oboch prípadoch podobný ako u fotoelektrických analyzátorov. Prvýkrát bolo RTG žiarenie využité pre analýzu veľkosti častíc už v r. 1954. Napriek tomu, že táto metóda nepatrí v súčasnosti k často používaným, analyzátory pracujúce na tomto princípe sú stále v ponuke niektorých svetových výrobcov. Podobné hodnotenie sa týka aj  $\gamma$ -lúčových sedimentometrov. Tieto sa líšia predovšetkým v zdrojoch  $\gamma$ -žiarenia. Ich hlavnými parametrami sú intenzita žiarenia a polčas rozpadu. Okruh doteraz využívaných zdrojov zahŕňa najmä rádionuklidy Am 241, Pm147/Al.

### 5. 2. KUMULATÍVNE METÓDY

Kumulatívne sedimentačné metódy analýzy veľkosti častíc (na rozdiel od prírastkových metód) poskytujú informácie o celkovom množstve vysedimentovanej fázy. Z hľadiska charakteru experimentálneho riešenia existujú dve skupiny metód:

- metódy, pri ktorých sa stanovuje množstvo vysedimentovaných častíc,
- metódy, pri ktorých sa stanovuje množstvo častíc zostávajúcich v suspenzii.

#### Metódy stanovenia sedimentovaného množstva

**Sedimentačné váhy.** Najznámejším reprezentantom prvej skupiny metód sú sedimentačné váhy (obr. 9). Variácie technických riešení sedimentačných váh sú zamerané na znižovanie podielu častíc, ktoré prepadávajú štrbinou medzi stenou sedimentačnej nádoby a miskou váh,

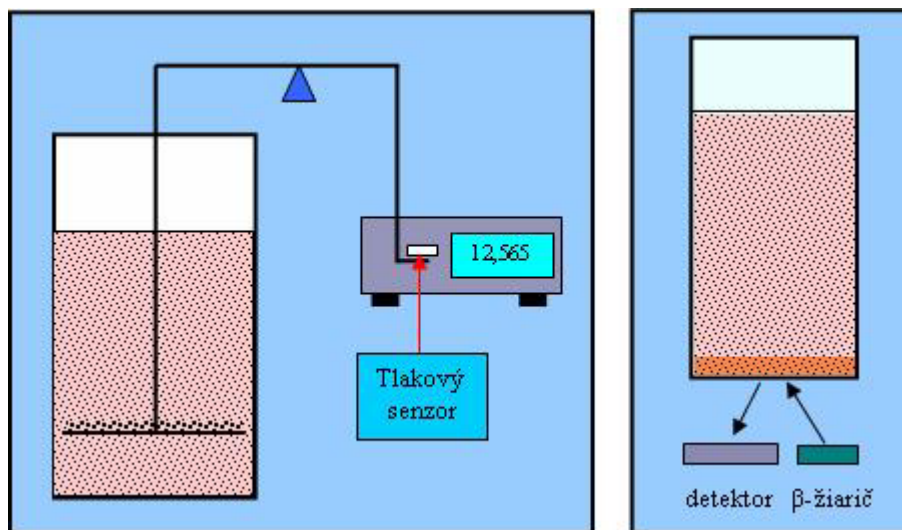




### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

potlačenie závislosti vplyvu zmeny hustoty suspenzie a redukciu konvekčných prúdov kvapaliny počas sedimentácie.



**Obr. 9** Stanovenie sedimentu pomocou sedimentačných váh (ľavý obrázok) a pomocou vyhodnotenia spätného  $\beta$ -žiarenia (pravý obrázok).

**Registrácia spätného  $\beta$ -žiarenia.** Táto metóda je založená na poznatku, že intenzita odrazeného  $\beta$ -žiarenia je v určitom intervale závislá od hrúbky vrstvy sedimentu. Pretože však táto intenzita je primárne závislá najmä od atómového čísla atómov tvoriacich štruktúru častíc, je táto metóda vhodná najmä na analýzu chemicky homogénnych vzoriek. Prístroje sú konštruované tak, že ako zdroj, tak aj scintilačný detektor sú umiestnené na dne sedimentujúcej nádoby (obr. 9).

#### Metódy stanovenia suspendovanej fázy

Množstvo nevysedimentovaných častíc v suspenzii možno stanoviť týmito metódami:

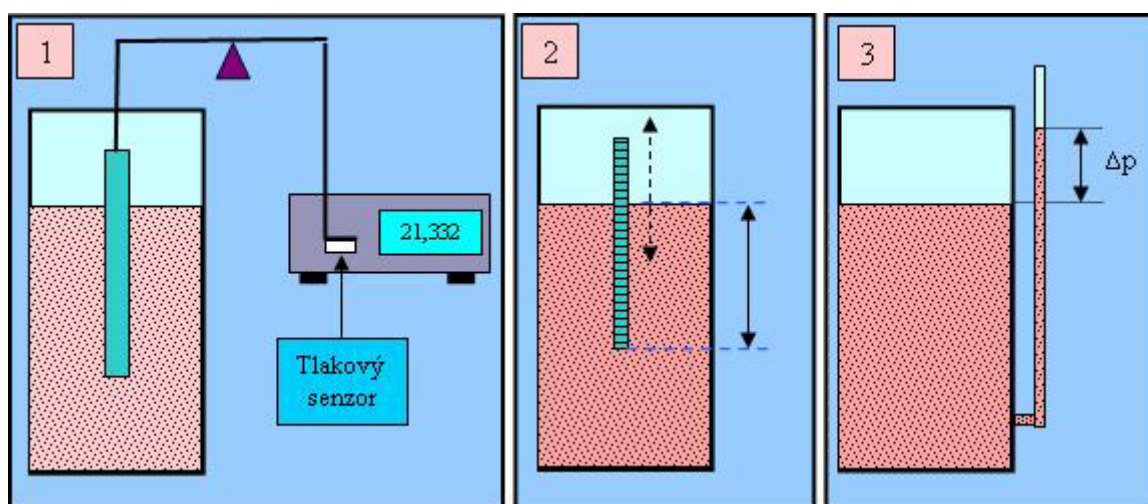
- manometrickou,
- metódou merania hustoty resp. vztlaku suspenzie,
- dekantačnou metódou.

Prvá metóda je založená na zmene tlaku suspenzie v závislosti od jej koncentrácie. Podkladom pre zistenie distribučnej krivky je časová závislosť zmeny tlaku  $\Delta p$ . Distribúcia veľkosti častíc je daná vzťahom

$$Q = \frac{1}{\Delta p_0} \left[ \Delta p - t \frac{d\Delta p}{dt} \right]$$

kde  $t$  je čas a  $p_o$  je počiatkový tlak suspenzie. Experimentálne využívanie tejto metódy vyžaduje použitie veľmi presných manometrov. Od roku 1919, keď bola táto metóda prvýkrát publikovaná, došlo k obrovskému pokroku v metódach merania tlaku. Citlivosť súčasných manometrov dovoľuje túto metódu využívať aj ako prírastkovú metódu.

Princíp všetkých vyššie spomenutých metód znázorňuje obr. 10. Metóda využitia ponorných váh a hustomerná metóda sú v zásade rovnaké metódy, odlišujúce sa v meraní vztlaku pri konštantnej a variabilnej hĺbke ponoru telesa.



**Obr. 10** Kumulatívne metódy sedimentačnej analýzy. Metódy založené na stanovení vztlaku ponoreného telesa (1, 2) a manometrická metóda (3).

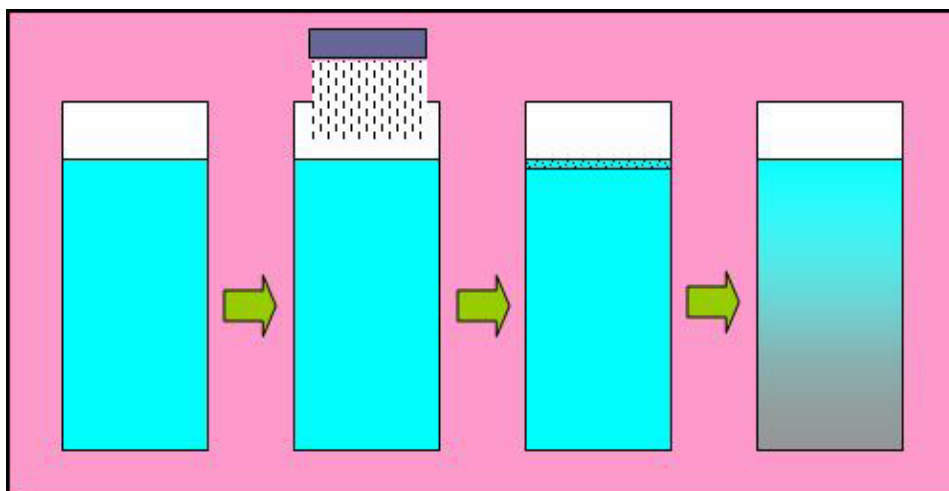
### 5. 3. METÓDA ŠTARTOVACEJ ČIARY

Metóda štartovacej čiary (line-start method) je založená na sledovaní sedimentačného procesu, ktorý sa zahajuje jednorázovou dávkou tuhej partikulárnej látky na hladinu kvapaliny (obr. 11). V minulosti sa považovala táto metóda za veľmi perspektívnu, ale jej hlavný problém spočíva v zabezpečení rovnomernej sedimentácie častíc, to znamená v splnení požiadavky dosiahnutia rovnakej sedimentačnej dráhy pre častice s rovnakou veľkosťou. V tomto ohľade je kritickou fázou tejto metódy prechod častíc vrchnou časťou kvapaliny. V dôsledku nerovnomerného dávkovania, (ktoré nie je možné nikdy uskutočniť v nenulovom čase) a rôznej rýchlosti zmáčania častíc, je nehorizontálna sedimentácia často evidentná už na



### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák



**Obr. 11** Metóda štartovacej čiary.

začiatku sedimentácie. Tento typ sedimentácie má u mnohých látok charakter typicky chaotických dejov, čo znamená, že veľmi malé a zároveň nevládnuteľné nerovnomernosti dávkovacieho procesu vyvolávajú veľké a nereprodukateľné zmeny sedimentácie.



**Obr. 12** Ilustrácia nerovnomernej sedimentácie častíc - zmes montmorillonitu a manganistanu draselného.

Prejavuje sa to obvykle vytváraním vertikálnych prúdov častíc s vysokou koncentráciou (obr. 12). Tento problém je tým exponovanejší, čím jemnejšie sú častice a čím menší je rozdiel medzi hustotou častíc a hustotou kvapaliny. Obrovskú úlohu tu hrá aj fyzikálnochemický charakter interakcie medzi povrchom častíc a kvapalinou. Experimentálne riešenia navrhované pre metódu štartovacej čiary sa v minulosti sústreďovali na zvládnutie rovnomerného dávkovania práškov. Obvykle sa pre tento účel využívali rôzne typy jemných sít a perforovaných alebo pórovitých platní. Ďalšou metódou zlepšenia výsledkov je predlžovanie sedimentačnej dráhy častíc. Obvyklý spôsob zisťovania vysedimentovaného množstva bolo použitie sedimentačných váh, stanovenie objemu sedimentu alebo fotometrické



stanovenie koncentrácie častíc. Použitie sedimentačných váh má na rozdiel od iných metód (uvedených v predchádzajúcich častiach) tú výhodu, že počiatočná fáza sedimentácie nie je ovplyvňovaná turbulenciou kvapaliny, ktorá je nutná pre homogenizáciu suspenzie. Druhá metóda naráža na všeobecný problém zistenia vzťahu medzi objemom sedimentu a distribúciou častíc. Rozšírenie použiteľnosti tejto metódy pod hranicu 1  $\mu\text{m}$  je možné dosiahnuť frakcionáciou častíc v prúde vzduchu alebo iného plynu.

### 6. CENTRIFUGAČNÉ METÓDY

Centrifugačné metódy riešia predovšetkým problém vysokej spodnej hranice tradičných sedimentačných metód, ktorá sa pohybuje na úrovni 1  $\mu\text{m}$ . Deklarovaná výhoda skracovania času analýzy je iluzórna, pretože na dobe analýzy sa v oboch prípadoch podieľa najmä príprava merania. Zisk významného zníženia veľkosti analyzovaných častíc je obvykle kompenzovaný mimoriadnym nárastom ceny zariadení.

Rýchlosť pohybu častíc v dôsledku odstredivej sily je daná vzťahom

$$U = \frac{\omega^2 r}{g}$$

kde  $\omega$  je uhlová rýchlosť rotora a  $r$  je polomer otáčania. Zrýchlenie pôsobiace na časticu závisí od jej polohy od stredu otáčania ( $b = \omega^2 r$ ) a Stokesov vzťah nadobúda tvar

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\Delta\rho}{18\eta} \omega^2 r x^2$$

kde  $\Delta\rho$  je rozdiel hustoty kvapaliny a častice a  $\eta$  je viskozita kvapaliny a  $x$  je veľkosť častíc. Podkladom pre získanie distribučných kriviek je získanie distribúcie koncentrácie častíc v závislosti od geometrickej vzdialenosti od stredu otáčania (v jednotnom čase) alebo získanie časovej závislosti koncentrácie častíc v rovnakom mieste od stredu.

Centrifugačné metódy sa vo svojej podstate nelíšia od klasických sedimentačných metód, takže existujú „centrifugačné“ prírastkové, kumulatívne a „line-start“ analógy týchto metód. Na druhej strane, technická realizácia týchto metód je výrazne náročnejšia ako u metód pôvodných. Súvisí to s tým, že odber suspenzie, zistenie hmotnosti sedimentovaného podielu, ale aj bezkontaktné zistenie koncentrácie tuhej zložky je nutné realizovať počas



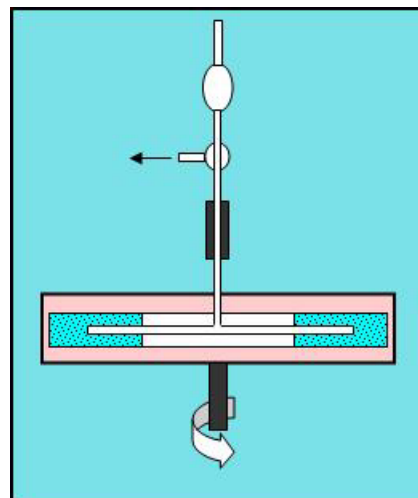
### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

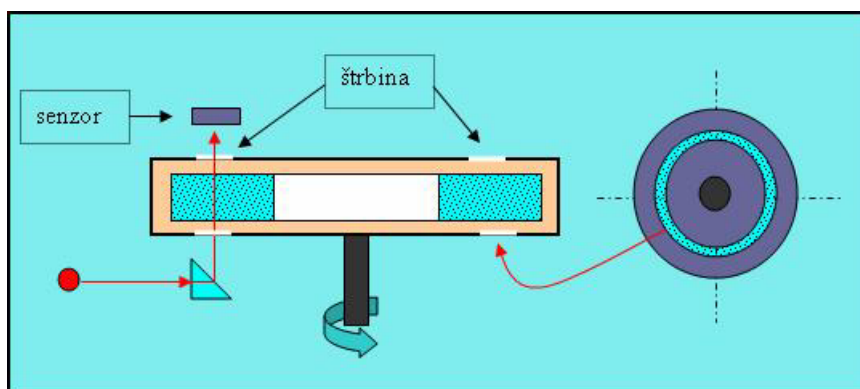
vysokorýchlostného pohybu rotora. Odstredivky pre sedimentačnú analýzu možno rozdeliť na dve skupiny:

- odstredivky s kyvetami,
- odstredivky diskové.

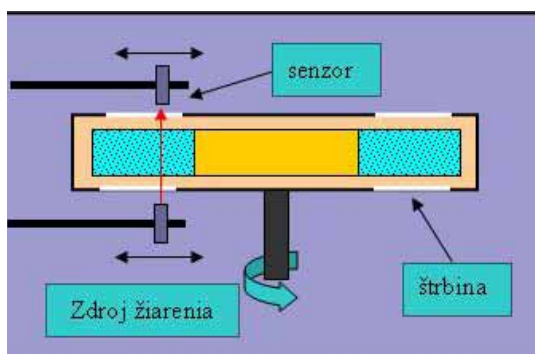
Prehľad technických riešení odstrediviek pre sedimentačnú analýzu ukazujú obr. 13 až obr. 18. Tento prehľad je však skôr dokumentom o histórii vývoja sedimentačnej analýzy, pretože v súčasnosti sa používajú už iba zriedkavo.



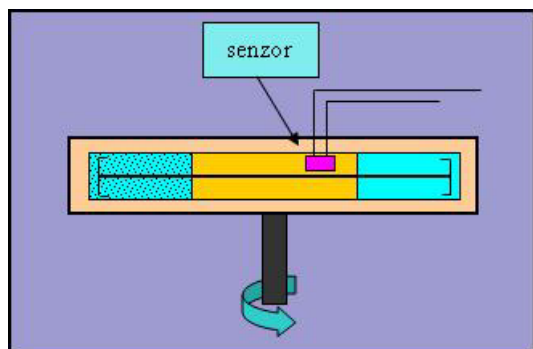
**Obr. 13** Náčrt kontinuálneho odberu frakcií suspenzie v odstredivke.



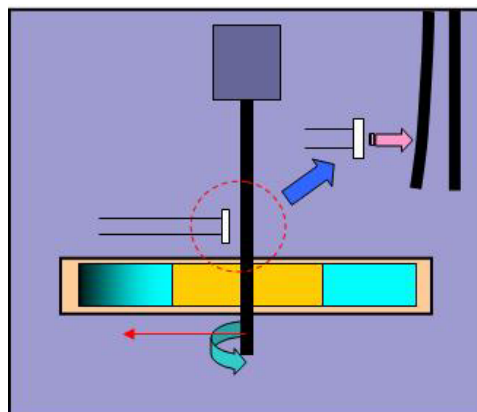
**Obr. 14.** Princíp fotosedimentačnej diskovej odstredivky.



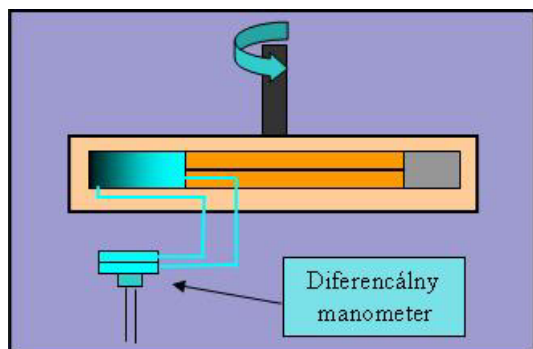
**Obr. 15** Schéma RTG- a  $\gamma$ -lúčových diskových sedimentačných odstrediviek.



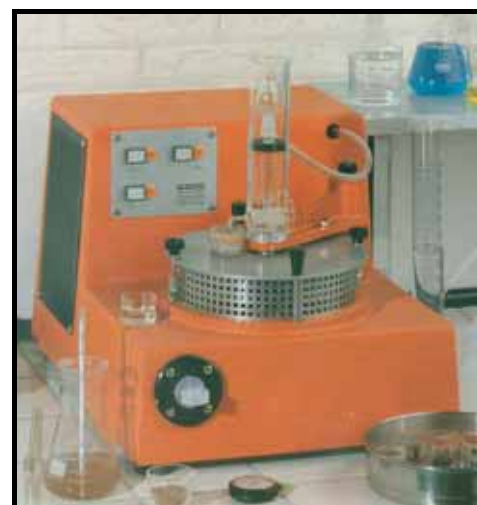
**Obr. 16** „Centrifugačný“ analóg sedimentačných váh. Koncentrácia sedimentujúcej látky sa určuje z rozdielu dostredivých síl v kyvetách so suspenziou na jednej strane a s čistou kvapalinou na strane druhej.



**Obr. 17** Odstredivka s nevyváženými kyvetami. Sedimentácia tuhej zložky suspenzie sa registruje podľa veľkosti vychýlenia pohyblivého rotora.



**Obr. 18** Manometrická metóda aplikovaná na centrifugačnú sedimentačnú analýzu.



**Obr. 19** Andreasenova pipeta v spojení s odstredivkou umožňujúca analyzovať častice s veľkosťou od 0,05 do 10  $\mu\text{m}$ . (Komerčný produkt firmy FRITSCH GmbH).

## 7. PRÍKLAD VYUŽITIA SEDIMENTAČNEJ FRAKCIONÁCIE

Ako jeden z mnohých príkladov využitia sedimentačnej frakcionácie partikulárnych látok možno uviesť frakcionáciu suspenzií ílových minerálov vo vode. Zriedené suspenzie ílových hornín veľmi často obsahujú hlavný hmotnostný podiel vo frakciách s rozmerom



### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

častíc 2  $\mu\text{m}$  až 60  $\mu\text{m}$  a to je jeden z dôvodov prečo sa tento spôsob frakcionácie používa pri získavaní jemných frakcií ílov. Tab. 1 ukazuje charakteristiky zrnitostných frakcií jednej z ílových hornín (bentonitu), ktoré sa získali dekantačnou metódou. (Vid'. obr. 5). Frakcie boli analyzované pomocou laserového analyzátora veľkosti častíc (SALD –2001, SHIMADZU Corp.) Podmienky sedimentácie boli navrhnuté tak, aby sa získali častice s hornou veľkosťou častíc 1  $\mu\text{m}$ , 2  $\mu\text{m}$ , 5  $\mu\text{m}$  atď. až 80  $\mu\text{m}$  (hodnoty uvedené v ľavom stĺpci tabuľky). Tabuľka jasne ilustruje nesúlad medzi Stokesovým rozmerom (teda výstupom, ktorý by poskytovala sedimentačná analýza) a veľkosťou, ktorú poskytuje uvedená optická metóda. Laserová metóda analýzy častíc ukazuje prítomnosť dva až päť násobne väčších častíc ako by zodpovedalo ich sedimentačným rýchlostiam. Tento rozdiel zostáva výrazný aj v prípade zanedbania 5 % podielu najväčších častíc, ktoré by sa mohli pričítať uľpeniu častíc na stenách sedimentačnej nádoby a ich následnému uvoľneniu pri opakovanej dekantácii. Príčiny tohto nesúladu môžu byť rôzne avšak variabilita špecifickej hmotnosti a variabilita tvaru častíc sa na ňom podieľajú iba v malej miere, pretože v uvedenom rozsahu zrnitostí sa tieto vlastnosti menia s veľkosťou častíc iba veľmi nevýrazne.

**Tab. 1** Zrnitostná charakteristika sedimentačne oddelených frakcií bentonitu z lokality Stará Kremnička – Jelšový potok (Slovensko), s použitím metódy difrakcie laserového lúča:  $S$  – horný rozmer častíc vo frakcii odvodený zo Stokesovho vzťahu;  $d_{99\%}$  a  $d_{95\%}$  – horná veľkosť častíc vo frakcii, s vylúčením jednoprotnej resp. päťprotnej skupiny najväčších častíc.)

Frakcia $S / (\mu\text{m})$	Median $(\mu\text{m})$	Modal $M / (\mu\text{m})$	$M/S$	$d_{99\%}$ $(\mu\text{m})$	$d_{99\%}/S$	$d_{95\%}$ $(\mu\text{m})$	$d_{95\%}/S$
< 1	1,63	1,53	1,53	4,99	4,99	4,42	4,42
< 2	3,01	3,81	1,91	7,52	3,76	5,85	2,93
< 5	4,58	5,50	1,10	12,51	2,50	10,03	2,00
< 10	6,51	9,51	0,95	25,13	2,51	19,11	1,91
< 20	12,55	23,73	1,19	57,34	2,87	42,63	2,13
< 30	17,63	28,49	0,95	93,49	3,12	65,16	2,17
< 40	28,20	49,30	1,23	116,31	2,91	114,45	2,86
< 50	35,12	49,30	0,91	187,96	3,76	137,85	2,76
< 60	42,66	71,06	1,18	193,18	3,22	148,97	1,76
< 80	43,03	85,32	1,07	194,25	2,43	141,13	1,76



### 8. ZÁVER

Sedimentačné metódy patria k metódam, ktoré ešte v nedávnej minulosti boli dominantne využívané pre analýzu veľkosti častíc v mnohých oblastiach chémie, geológie a pedológie. V súčasnosti sedimentačnú analýzu vytlačajú iné metódy, ktoré z hľadiska presnosti, rýchlosti a komfortu merania, ako aj možností využitia, predstavujú oproti týmto tradičným metódam výrazný pokrok. Na druhej strane sedimentácia zostáva jednou z mála metód (a v niektorých prípadoch dokonca aj jedinou metódou), ktorá je použiteľná pre separáciu jednotlivých zrnitostných frakcií partikulárnych látok. Pre optimalizáciu frakcionácie je možné využiť mnohé z vyššie popísaných laboratórnych prístrojov, ako aj príslušný teoretický podklad k tejto problematike.

#### Pod'akovanie

Ďakujem RNDr. Ľubomírovi Kuchtovi, PhD. za cenné rady a pripomienky, firme FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, SRN za povolenie publikovať v tomto texte obrázky z firemných katalógov (Obr. 1, 4f a 8) a Vedeckej grantovej agentúre SR za finančnú pomoc - Grant VEGA 2/3102/23.

#### POUŽITÁ LITERATÚRA

1. Andreasen A. H. M., Lundberg J.: Ber. dt. Keram. Gesellsch. 11, 5, 312 (1930).
2. Andreasen A. H. M.: Kolloidchemische Beihefte. Bd. 27, 349 (1929).
3. Bailey R. J., Lines R. W.: Proceed. Conf. On Particle Size Analysis, Loughborough, 15. Sept. 1966, 222 (1966).
4. Bernhardt C.: Particle Size Analysis, Chapman & Hall, London (1994).
5. Bernhardt C.: Particle size analysis of heterogeneous powders by sedimentation. Part. Charakter. 1, 121, (1984).
6. Bernhardt C., Lippek E.: Silikattechn. 244, 134 (1973).
7. Bernhardt C.: Part and Part. Syst. Charact. 8, 209, (1991).
8. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (1976).
9. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (2003).
10. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (2006).
11. Chung H. S., Hogg R.: Powder Technology 41, 3, 211 (1985).
12. Chodakov G. S., Judkin Ju. P.: Sedimentacionnyj analiz vysokodisperznych sistem. Moskva: Chiija (1980).
13. Jesenák K.: Biológia, Ekológia, Chémia 2/2000, 16 (2000).





### Analýza veľkosti častíc: III. Sedimentačné metódy

Karol Jesenák

14. Jesenák K.: Sborník z "9. Konferencie o speciálných anorganických pigmentech a práškových materiáloch" 13. 10. 2007, Pardubice, Fakulta chemicko-technologická, Univerzita Pardubice (2007).
15. Jesenák K., Kuchta L., Guller L., Fúsková J.: Mineralia Slovaca 29, 439 (1997).
16. Jelínek K. K.: Particle Size Analysis, John Wiley & Sons Inc., New York (1970).
17. Odén S.: Intern. Mitt. für Bodenkunde 5, 257 (1915).
18. Simmons A.: International Labmate 23, 18 (1993).
19. Ye-Mon Chen, Shan-Won Doo: Powder Technol. 48, 23 (1986).
20. Wiegner G. A.: Landwirtschaft. Versuchsstationen Bd. 91, 41 (1919).

## Veríme tradícii, tvoríme hodnoty



Murivo



Preklady



Nosníky



Stropné vložky



Vencovky



PEZINSKÉ TEHELNE - PANELÁREŇ, a.s.

Tehelná 9, 902 01 Pezinok

Tel./fax: 033/641 39 87, tel.: 033/641 29 60

E-mail: info@pezinske-tehelne.sk

Web: www.pezinske-tehelne.sk

**TermoBRIK**

To najlepšie pre Vašu stavbu



**MSV 2009**

## **51. mezinárodní strojírenský veletrh**

Důlní, hutní, slévárenská, keramická a sklářská technika  
Materiály a komponenty pro strojírenství  
Pohony, hydraulika a pneumatika, chladičův technika a klimatizace  
Plasty, gumárenství a chemie  
Kovoobráběcí a tvářecí stroje, nářadí, povrchové a tepelné úpravy, svářecí stroje  
Energetika a silnoproudá elektrotechnika  
Elektronika, automatizace a měřicí technika  
Ekotechnika  
Výzkum, služby, instituce

[www.bvv.cz/msv](http://www.bvv.cz/msv)



## **5. mezinárodní veletrh dopravy a logistiky**

Dopravní technika  
Manipulační technika  
Skladovací technika  
Montážní stroje a zařízení  
Obalové materiály, balicí technika  
Služby pro dopravu  
Komunikační, informační a řídicí systémy pro logistiku  
Výzkum, inženýrské a projekční služby pro logistiku

[www.bvv.cz/translog](http://www.bvv.cz/translog)

# **14.–18. 9. 2009**

**Brno – Výstaviště**



## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

**Karol Jesenák**

Katedra anorganickej chémie, Prírodovedecká fakulta Univerzity Komenského

**Abstrakt.** Optické metódy analýzy veľkosti častíc zahŕňajú jednak metódy priame, pri ktorých sa analyzuje veľkosť a vlastnosti jednotlivých objektov v obrazovom zázname a metódy, pri ktorých sa získavajú informácie o distribúcii veľkosti častíc na základe teoretických modelov medzi rozmerom častíc a optickými vlastnosťami svetla prechádzajúceho médiom obsahujúceho tieto častice. Výhodou prvej skupiny metód je získanie priamych a detailných informácií o veľkosti, tvare a iných vlastnostiach známeho počtu jednotlivých častíc; ich nevýhodou sú značné časové nároky na samotné meranie a tiež na prípravu vzoriek. Výhodou druhej skupiny metód sú naopak veľmi nízke nároky na prípravu vzoriek a veľmi krátke doby realizácie analýz. Predkladaný text obsahuje stručné informácie jednak o optických metódach analýzy veľkosti častíc, ale aj o metódach, ktoré nie je možné zaradiť do tejto kategórie, avšak vzhľadom na podobnosť fyzikálnej podstaty analýz je takéto ich zaradenie logicky zdôvodniteľné.

**Kľúčové slová:** optické metódy, skenovacia sondová mikroskopia, laserová difrakčná analýza

### OBSAH

1. Úvod
2. Priame metódy
  2. 1. Optická, elektrónová a transmisná mikroskopia
  2. 2. Skenovacia sondová mikroskopia
3. Nepriame metódy
  3. 1. Laserová difrakčná analýza
    3. 1. 1. Prechod svetla disperznou sústavou
    3. 1. 2. Laserové analyzátory veľkosti častíc
  3. 2. RTG difrakčná analýza
4. Záver

### 1. ÚVOD

Optické metódy predstavujú v súčasnosti najčastejšie využívanú skupinu metód analýzy veľkosti častíc. Tieto zahŕňujú jednak tradičné metódy optickej mikroskopie, ktoré sa začali využívať onedlho po vynáleze optického mikroskopu (v r. 1590) a zároveň veľmi moderné a vysoko sofistikované metódy, využívajúce náročnú prístrojovú techniku. Optické metódy je možné rozdeliť na dve skupiny tzv. priamych a nepriamych metód. Prvá skupina zahŕňa tie metódy, pri ktorých sa analyzuje priamo fotografický alebo elektronický záznam obrazu.



Druhá skupina metód zahŕňa tie metódy, pri ktorých sa pre analýzu využíva vzťah medzi veľkosťou častíc a vlastnosťami rozptýleného žiarenia. V druhom prípade sa veľkosť častíc odvodzuje na základe teoretických modelov charakterizujúcich tento vzťah. Kým prvú skupinu metód je možné využiť takmer vo všetkých prípadoch analýzy veľkosti častíc, druhá skupina metód sa využíva najmä pri analýze partikulárnych látok.

## **2. PRIAME METÓDY**

### **2.1. Optická, elektrónová a transmisná mikroskopia**

Táto časť predkladaného textu je venovaná všeobecným vlastnostiam týchto metód a nezaobera sa prípravou vzoriek a technickou stránkou získavania obrazu. Význam mikroskopických metód pre analýzu veľkosti častíc spočíva najmä v tom, že na rozdiel od väčšiny iných metód, ktoré poskytujú iba čiastkové informácie o veľkosti častíc, tieto metódy sú naopak zdrojom informácií priamych a detailných. K takýmto informáciám patrí napríklad najväčší, najmenší, priemerný a najčastejšie sa vyskytujúci rozmer častíc, plošné alebo objemové zastúpenie jednotlivých úzkych frakcií, tvarové charakteristiky častíc, ich celková plocha, obvod a konečne známy počet analyzovaných častíc. Všeobecný názov metód zaoberajúcich sa vyhodnocovaním mikroskopických obrazových záznamov sa nazýva mikroskopická obrazová analýza, resp. všeobecne – obrazová analýza. Táto metóda však presahuje problematiku analýzy veľkosti častíc, pretože sa zaoberá aj inými ako rozmerovými charakteristikami identifikovaných objektov. K takýmto patrí najmä ich farba, ktorá môže pomôcť pri popise mineralogického zloženia hornín alebo pri charakterizácii rôznych priemyselných anorganických, ale aj organických látok.

Granulometrická analýza sa v minulosti zakladala na „manuálnom“ premeriavaní jednotlivých častíc pomocou kalibrovannej stupnice nachádzajúcej sa v zornom poli mikroskopov. Výraznou nevýhodou tohto spôsobu analýzy bola mimoriadna časová náročnosť, dôsledkom čoho sa stávalo získavanie zrnitostných charakteristík pre štatistické súbory častíc veľmi problematické. Mimoriadne ťažká bola takáto analýza u tvarovo heterogénnych častíc, pretože vyžadovala premeriavať každú časticu v mnohých smeroch; minimálne a maximálne rozmery častíc sa takto získali aproximatívnym spôsobom. Napriek tomu sa táto metodika využíva v niektorých oblastiach vedy až doteraz.



## **Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy**

Karol Jesenák

---

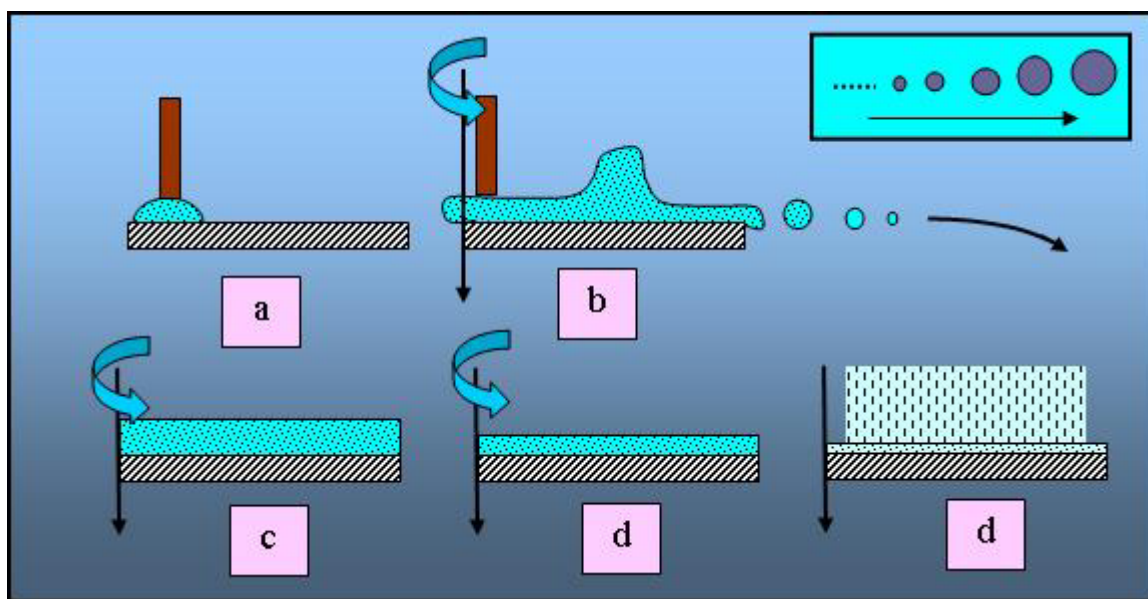
Moderná obrazová analýza sa zakladá na počítačovej analýze obrazov v elektronickej forme, čo umožňuje v krátkom čase charakterizovať obrovské súbory častíc. Okrem snímacieho systému, obvykle založenom na zaznamenaní obrazu CCD kamerami, je základnou podmienkou pre takúto analýzu aj počítačový softvér, ktorý môže byť určený buď pre široké a nešpecifikované použitie, alebo pre riešenie obmedzeného okruhu veľmi špecifických úloh. Ako príklad pre druhý spôsob využitia možno uviesť rozpoznávanie rôznych typov buniek na základe veľkosti a tvaru, ktoré sa často využíva v medicíne a biológii.

Napriek nespochybniteľným výhodám priamych optických metód, nepatria tieto metódy z hľadiska aplikačného komfortu medzi ideálne. Všeobecne možno konštatovať, že z pohľadu časových nárokov je najkritickejšou časťou analýzy obvykle príprava vzoriek, i keď samotné snímání obrazu nemožno tiež hodnotiť ako časovo nenáročné. Obvykle platí, že nároky na prípravu vzoriek stúpajú so zvyšujúcim sa rozlíšením použitej metodiky. U optickej mikroskopie nie sú tieto nároky obvykle veľké, avšak u elektrónovej a transmisnej mikroskopie je nutné využívať rôzne špeciálne metodiky, ako napr. naparovanie kovových vrstiev alebo vyhotovenie ultratenkých rezov. V prípade organických ale aj mnohých anorganických látok, môžu mať tieto metodiky na vzorku deštruktívny vplyv.

Všeobecne platné zvyšovanie nárokov na prípravu vzoriek súvisí najmä s výrazným znižovaním hĺbky ostrosti so zvyšovaním zväčšenia. U kompaktných vzoriek analyzovaných pri veľkom rozlíšení je preto nutné zabezpečiť dostatočnú planaritu analyzovaného povrchu napríklad brúsením a leštením. U partikulárnych látok je možné tento problém riešiť vytvorením tenkých filmov deponovaných na rôznych podložkách.

Všeobecným problémom priamych optických metód je získanie takých vzoriek, ktoré splňujú požiadavku reprezentatívnosti vzhľadom na celú pôvodnú šaržu. Túto požiadavku je možné splniť veľmi ťažko. Tento problém síce existuje aj pri iných metódach, avšak pri priamych optických metódach, ktorými sa analyzujú vzorky s hmotnosťou niekoľkých mikrogramov alebo miligramov, je tento problém veľmi exponovaný. Všeobecne je tento problém tým väčší, čím menšie častice sa analyzujú. Obvyklé riešenie problému mimoriadne nízkej hodnoty pomeru hmotnosti analyzovanej vzorky a hmotnosti celej šarže sa zakladá na štatistickom spracovaní veľkého počtu analýz, pričom algoritmus úkonov spojených s odberom vzoriek sa dôsledne optimalizuje. Takáto optimalizácia úkonov, ako aj metód

spracovania výsledkov analýz, sú predmetom veľkého počtu odborných prác z veľmi rozdielnych oblastí chémie a iných vied. V priemysle má odber vzoriek často charakter záväzných a niekedy aj normalizovaných postupov. Tieto postupy určujú kedy, kde a akým spôsobom sa má vzorka odoberať a zároveň akým spôsobom sa má aj skladovať. Takýto postup je však časovo mimoriadne náročný, a preto nie je možné ho využívať pri priebežných analýzach takých priemyselných medziproduktov, ktoré sa počas technologického procesu okamžite ďalej spracovávajú. Jednu z možných komplikácií, ktoré sú spojené s problémom prípravy vzoriek partikulárnych látok pre priame optické pozorovanie, predstavuje príprava homogénnych vzoriek zo suspenzií. Snaha o vytvorenie plošne homogénneho filmu je vždy sťažovaná nerovnomernou separáciou jednotlivých častíc a často aj ich spätnou agregáciou. Tento problém je možné čiastočne riešiť pomocou spin-coating metódy, ktorá sa zakladá na dávkovaní suspenzie do stredu rotujúceho disku, avšak aj pri tejto metóde dochádza k vzájomnej separácii častíc s rôznou veľkosťou a s rôznou hustotou. Problém nerovnomernej distribúcie častíc a jeho riešenie pomocou spin-coating metódy názorne ukazuje obr. 1.



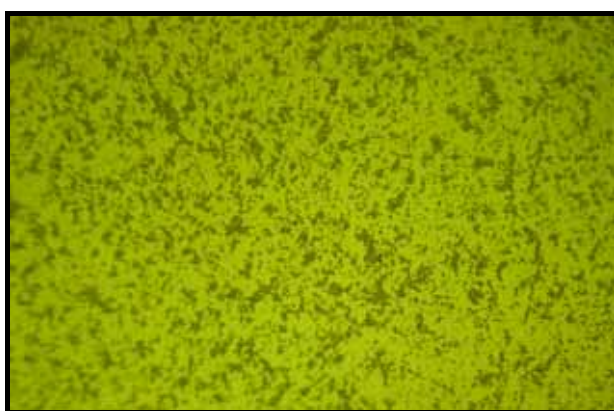
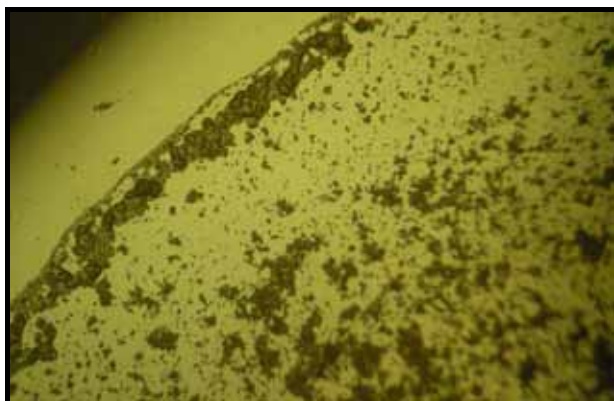
**Obr. 1** Problém plošnej nehomogenity častíc partikulárnych látok je možné čiastočne riešiť metódou spin-coating, avšak aj pri tejto metóde dochádza k vzájomnej separácii častíc s rôznou veľkosťou a s rôznou hustotou (obrázok vpravo hore).

Problém nerovnomernej distribúcie častíc a jeho riešenie pomocou spin-coating metódy názorne ukazuje obr. 2. Ďalšia komplikácia môže vyplývať z jednosmernej orientácie častíc.



## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

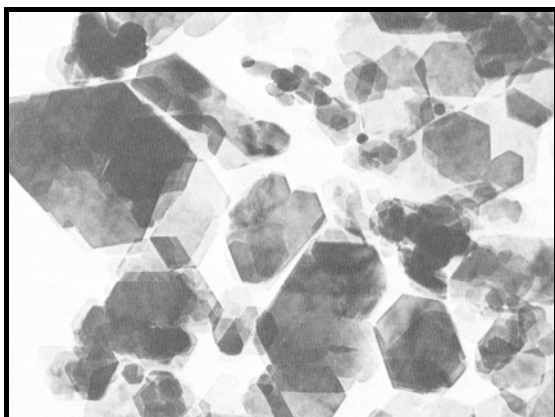
Karol Jesenák



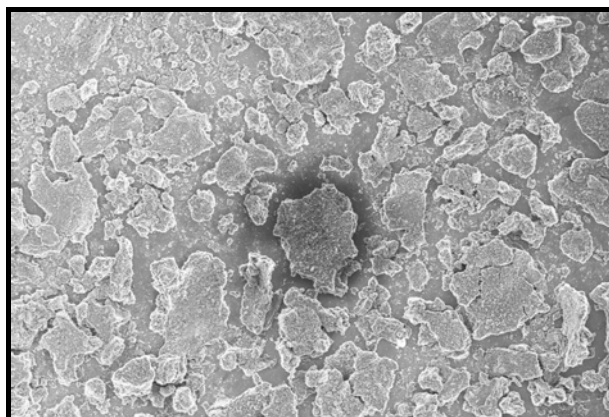
**Obr. 2** Ilustrácia problému plošnej nehomogenity partikulárnej látky. Obrázky ukazujú mikroskopické snímky ílového minerálu montmorillonitu, naneseného zo zriedenej vodnej suspenzie vo forme kvapky (hore) a metódou spin-coating (dole).

Tento problém je tým exponovanejší, čím väčšie sú rozmerové diferencie častice v rôznych smeroch. Extrémny prípad sú v tomto smere častice s vláknitým alebo folióznym tvarom (obr. 3). Analýzu je potom nutné vykonať so vzorkou, ktorá je orientovaná v dvoch navzájom kolmých smeroch. Úplne zásadným problémom priamych optických metód je potreba rozhodovania o tom, ktorý objekt je možné považovať za jednotlivú časticu a ktorý za aglomerát. Tento problém názorne ilustruje obr. 4, na ktorom sú zobrazené mikrokryštalické častice ílovej horniny bentonitu. Ako vstupný údaj pre vyhodnocovací softvér pre rozmerovú analýzu je nutné zadať minimálnu veľkosť kontaktnej plochy dotýkajúcich sa „častíc“, pod ktorou sa oba objekty budú považovať za

samostatné častice. Takéto rozhodovanie má však vždy veľmi subjektívny charakter a výsledky zrnitostnej analýzy mení významným spôsobom. Snaha o mechanickú alebo o chemickú separáciu častíc má však vzhľadom na pôvodné zloženie vzorky často deštruktívny charakter, pretože obvykle nie je možné oddeliť častice tak, aby nedošlo k ich poškodeniu. Napriek vyššie uvedeným nevýhodám, predstavujú priame optické metódy veľmi často jedinú alternatívu pre testovanie a kontrolu iných, podstatne rýchlejších a komfortnejších metód.



**Obr. 3** Ilustrácia problému jednosmernej orientácie plošných objektov. (Na obrázku sú kryštalinity ílového minerálu kaolinitu.)



**Obr. 4** Obrázok ilustruje problém odlíšenia častice a aglomerátu. Akákoľvek zmena v definovaní kontaktnej zóny medzi jednotlivými objektami zásadne mení výsledok obrazovej analýzy (pozdĺžny rozmer snímaného objektu je 1mm).

## 2. 2. Skenovacia sondová mikroskopia

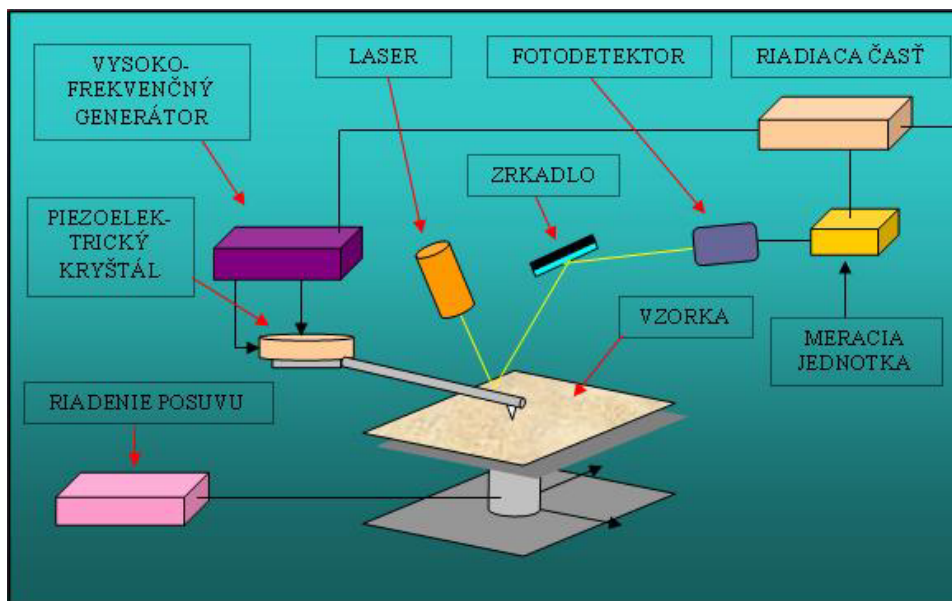
Skenovacou sondovou mikroskopiou (Scanning Probe Microscopy) sa označuje súbor moderných metód, ktoré sú založené na veľmi presnom snímaní polohy jemného meracieho hrotu, kopírujúceho povrch analyzovanej tuhej látky. Môže ísť o techniky, ktoré priamo registrujú vertikálny profil vzorky, takže výsledkom je priama informácia o morfológii povrchu. Častice sú potom identifikované ako „výstupky“ od základnej roviny. Takýto prípad je veľmi častý u povrchov elektronických súčiastok, kde sa častice vytvárajú depozíciou z plynnej fázy, takže sa jedná o reálne častice natavené na povrch podložky alebo sa získavajú selektívnym leptaním povrchu. Podobný charakter môžu mať filmy pre elektronické a optoelektronické využitie vytvárané sál-gélovými metódami. Metóda umožňujúca zisťovať morfológiu povrchov na vyššie uvedenom princípe sa nazýva atómová silová mikroskopia (AFM – Atomic Force Microscopy) a je ňou možné určiť morfológiu povrchu vodivých aj nevodivých vzoriek. Príprava vzoriek nie je obvykle náročná a meranie sa môže realizovať ako pri laboratórnej teplote, tak aj pri nízkych a vysokých teplotách. Schému zariadenia pre atómovú silovú mikroskopiou ukazuje obr. 5. Jeho hlavnú časť tvorí ostrý, zužujúci sa hrot s polomerom špičky pohybujúcim sa od 2 do 20 nm, ktorý je upevnený na pružnom





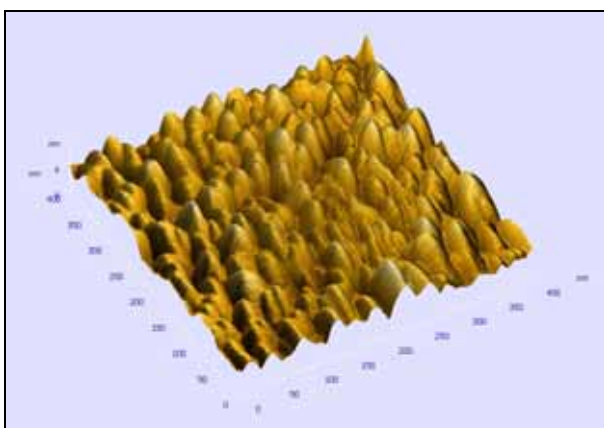
## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

Karol Jesenák

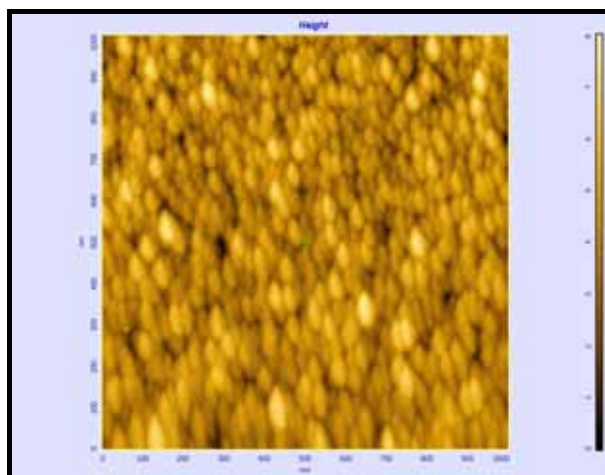


**Obr. 5** Schéma atómového silového mikroskopu (resp. všeobecne atómového sondového mikroskopu).

pohyblivom nosníku. Interakčné sily medzi hrotom a povrchom vzorky sa prenášajú na nosník s piezoelektrickým kryštálom a jeho pohyb sa opticky sníma fotodetektorom po odraze laserového lúča na nosníku. Príklad využitia AFM metódy pre charakterizáciu povrchu tenkých filmov na báze  $\text{TiO}_2$ , ktoré sa pripravujú sál-gélovými technikami ukazuje obr. 6. a obr. 7.



**Obr. 6** Obrázok ukazuje povrch hladkého  $\text{TiO}_2$  filmu, vytvoreného sál-gélovou metódou, získaný metódou atómovej silovej mikroskopie.



**Obr. 7** AFM snímka toho istého objektu ako na predchádzajúcom obrázku. Analýzu veľkosti častíc je možné realizovať pomocou obrazovej analýzy.



Pomocou ďalších metód skenovacej sondovej mikroskopie sa zisťujú zmeny rôznych, obvykle magnetických, optických alebo elektrických vlastností povrchov. Pretože však tieto zmeny sú vždy výsledkom zmien chemického alebo fázového zloženia, môže sa jednať aj v prípade rovinných štruktúr o jasne identifikovateľné častice. K takýmto metódam skenovacej sondovej mikroskopie patrí napríklad magnetická silová mikroskopia (MFM), elektrostatická silová mikroskopia (EFM), laterálna silová mikroskopia (LFM) alebo kapacitná skenovacia mikroskopia (SCM).

Z hľadiska analýzy veľkosti častíc možno hodnotiť vyššie popísané metódy skenovacej sondovej mikroskopie ako veľmi užitočné, avšak ich použitie je obmedzené iba na analýzu častíc tvoriacich povrch veľmi hladkých povrchov. Veľkosť takýchto častíc obvykle nepresahuje hranicu niekoľkých nanometrov.

### **3. NEPRIAME METÓDY**

#### **3. 1. Laserová difrakčná analýza**

Laserová difrakčná analýza patrí v súčasnosti k najpoužívanejším metódam analýzy veľkosti častíc. Nasledovný text uvádza niekoľko všeobecných informácií súvisiacich s touto metódou.

##### **3. 1. 1. Prechod svetla disperznou sústavou**

Vo všeobecnosti pri prechode svetla cez prostredie obsahujúce nejaké častice dochádza k týmto dejom:

- absorpcii svetla na časticiach,
- absorpcii svetla na okolitom (disperznom) prostredí a
- rozptylu svetla na časticiach.

Zákonitosti, ktorými sa riadi prechod svetla cez sústavu obsahujúcu častice, závisia predovšetkým od veľkosti týchto častíc, alebo presnejšie – od vzájomného pomeru veľkosti častice a vlnovej dĺžky prechádzajúceho svetla. Z tohto hľadiska môžu nastať tri kvalitatívne odlišné prípady, ktoré sa zásadným spôsobom zohľadňujú aj pri metódach stanovenia veľkosti častíc:

- 1) Priemer častice je vzhľadom k vlnovej dĺžke svetla malý.
- 2) Priemer častice je porovnateľný s vlnovou dĺžkou svetla.
- 3) Priemer častice je väčší ako vlnová dĺžka svetla.



## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

Karol Jesenák

Prvý prípad, keď veľkosť častíc je menšia ako cca 1/20 vlnovej dĺžky svetla, zahŕňa dve možnosti. Prvá, častice sú pod hranicou 1 nm. Táto veľkosť je pod úrovňou bežného chápania termínu „častica“ pretože systém obsahujúci takéto častice sa považuje za homogénny. Reprezentatívnym príkladom takého systému sú pravé roztoky. Druhá možnosť je, keď veľkosť častíc presahuje cca. 1 nm. V prvom prípade je intenzita žiarenia prechádzajúca cez sústavu závislá jednak od vlastností samotných častíc a jednak od ich koncentrácie. Uvedenú skutočnosť popisuje Lambertov-Beerov zákon:

$$I = I_0 10^{-\varepsilon cd}$$

kde  $I_0$  je intenzita primárneho žiarenia,  $I$  je intenzita prechádzajúceho žiarenia,  $\varepsilon$  je mólový absorpčný koeficient (teda parameter súvisiaci s vlastnosťami častice),  $c$  je koncentrácia častíc a  $d$  je geometrická dráha svetla (hrúbka kvety). Uvedený vzťah vyjadruje vzájomnú súvislosť medzi intenzitou prechádzajúceho žiarenia a mólovou hmotnosťou a je základom tradičnej metódy pre určovanie mólovej hmotnosti látok.

V prípade, že častice majú veľkosť viac ako 1 nm a menej ako cca 1/20 vlnovej dĺžky svetla (teda jedná sa o opticky nehomogénnu sústavu), prechádzajúce svetlo sa zoslabuje prednostne v dôsledku rozptylu na časticiach (na rozdiel od predchádzajúceho prípadu). Termínom „rozptyl“ sa tu chápe zmena dráhy primárneho lúča v dôsledku ohybu alebo odrazu. Intenzitu žiarenia prechádzajúceho cez plošnú jednotku je možno vyjadriť formálne veľmi podobným vzťahom ako v prípade Lambertovho-Beerovho zákona:

$$I = I_0 e^{-\tau d}$$

V tomto vzťahu je  $\tau$  je tzv. koeficient turbidity, avšak na rozdiel od mólového absorpčného koeficientu závisí už aj od veľkosti a tvaru častíc, čo je základný predpoklad pre využitie pri metódach analýzy veľkosti častíc. Okrem veľkosti a tvaru častíc, je koeficient turbidity závislý aj na vlnovej dĺžke prechádzajúceho svetla a polarizovateľnosti častíc. Dôvod, prečo zoslabenie intenzity primárneho žiarenia závisí na polarizovateľnosti častíc je ten, že primárne elektromagnetické žiarenie indukuje v dispergovaných časticiach dipóly s rozdielnym dipólovým momentom od molekúl okolitého prostredia. Častice v dôsledku vybudenia primárnym svetlom emitujú žiarenie s rovnakou vlnovou dĺžkou. Výsledkom je zmena rýchlosti šírenia svetla, pričom zvyšovanie tejto rýchlosti je spojené s nárastom



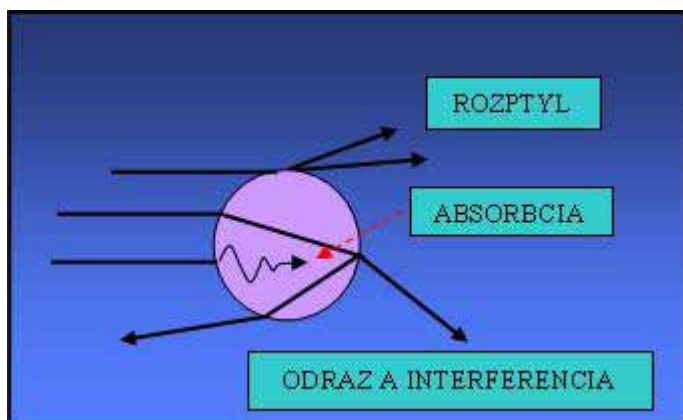
polarizovateľnosti častíc. Jasnejší vzťah medzi koeficientom turbidity  $\tau$ , vlnovou dĺžkou svetla  $\lambda$  a polarizovateľnosťou  $\alpha$  vyjadruje Rayleighov vzťah:

$$\tau = A \frac{V}{\lambda^4} \alpha^2$$

kde  $v$  je objemová koncentrácia častíc (počet častíc v objemovej jednotke) a  $A$  je konštanta závislá na indexe lomu dispergujúceho prostredia. U častíc guľového tvaru je polarizovateľnosť úmerná tretej mocnine ich polomeru ( $\alpha = 4\pi\epsilon r^3$ ), takže koeficient turbidity je úmerný šiestej mocnine polomeru častíc. Vyššie uvedený vzťah zároveň poukazuje aj na výrazný nárast rozptylu svetla pri kratších vlnových dĺžkach.

Z hľadiska analýzy veľkosti častíc metódou difrakcie viditeľného žiarenia sú zaujímavé dva posledné prípady, keď priemer častíc je porovnateľný s vlnovou dĺžkou primárneho žiarenia a prípad, keď priemer častíc je väčší ako vlnová dĺžka primárneho žiarenia.

V prvom prípade je vzťah medzi intenzitou rozptýleného svetla a veľkosťou častíc dosť



**Obr. 8** Mieho teória predpokladá, že každá častica, na ktorú dopadne svetlo, sa chová ako rezonančný oscilátor, pričom berie do úvahy, že pri interakcii so svetelným lúčom dochádza k rozptylu, odrazu, absorpcii, lomu a interferencii svetla.

zložitý, pretože na rozdiel od prípadu druhého, pri interakcii primárneho lúča s časticou dochádza okrem spätného odrazu k absorpcii, interferencii a prestupu svetla cez časticu, ktorý je spojený s minimálne dvojnásobným lomom na vstupe a výstupe z častice. Všeobecne sa interakcia primárneho lúča na takýchto časticách označuje termínom Mieho rozptyl. Situáciu názorne ilustruje obr. 8.

Teoretický model tohto rozptylu

rozpracoval nemecký fyzik Gustav Mie a publikoval ho v roku 1908. Charakteristickou črtou tohto modelu je to, že častica sa považuje za rezonančný oscilátor emitujúci žiarenie tej istej frekvencie ako má primárne svetlo a že zohľadňuje absorpciu a prestup svetla cez časticu. V práci z r. 1908 G. Mie navrhol matematické riešenie pre homogénny systém guľových



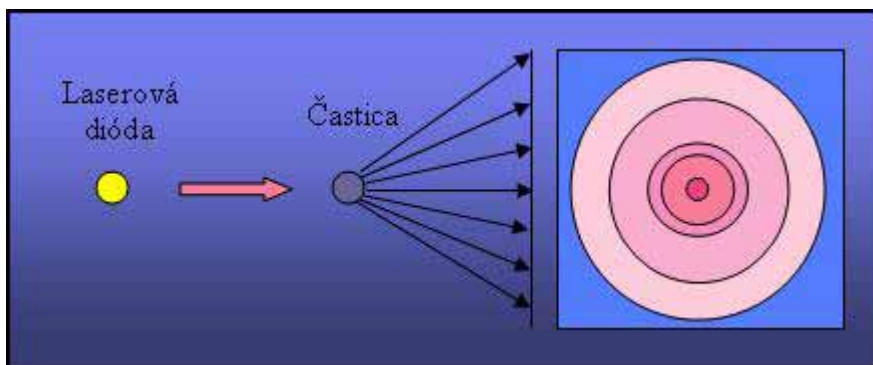
## **Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy**

Karol Jesenák

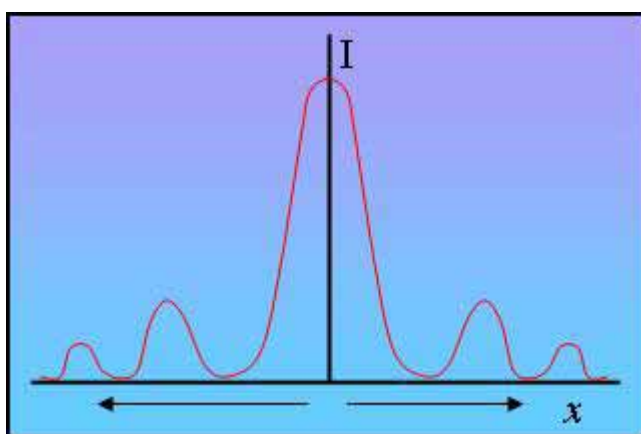
---

častíc, ktoré je založené na použití Maxwellových rovníc a využívajúce tzv. komplexný index lomu častice. Jedná sa o komplexné číslo, ktorého reálnu časť tvorí štandardný index lomu častice a imaginárna časť reprezentuje absorpciu žiarenia. Základná idea algoritmu navrhnutého výpočtu je súčasťou väčšiny moderných laserových analyzátorov. Z užívateľského hľadiska je dôležité, že do vstupných parametrov pre vyhodnocovacie programy je potrebné zaradiť index lomu častíc, index lomu prostredia (teda kvapalného alebo plynného média) a absorpčný koeficient častíc. Databáza týchto údajov je obvyklou súčasťou počítačového softvéru všetkých moderných analyzátorov.

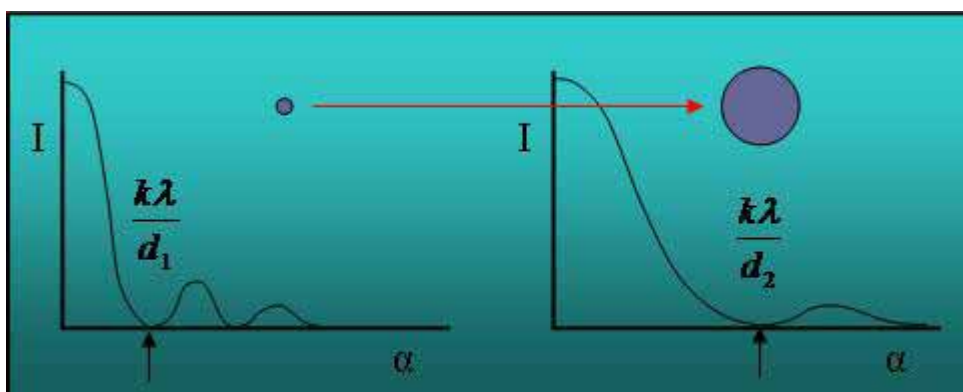
Druhý prípad – keď veľkosť častíc výrazne prekračuje vlnovú dĺžku svetla, je z hľadiska analýzy veľkosti častíc jednoznačne jednoduchším prípadom. Predpokladá sa, že častica je nepriehľadná a teda neuplatňuje sa absorpcia, interferencia a lom svetla. Difrakčný obrazec vytváraný za časticou tvoria sústredné kruhy, tvorené striedaním niekoľkých maxím a miním (obr. 9). Asi 75 % energie svetla za časticou je sústredená v centrálnej časti obrazca, potom intenzita klesá smerom od stredu kruhu (obr. 10). Poloha miním na krivke závislosti intenzity od uhla rozptylu je jednoznačne závislá od veľkosti častíc (obr. 11), čo umožňuje z charakteristík žiarenia získať informácie o ich veľkosti. Metóda sa nazýva Fraunhoferova aproximácia; názov metódy je odvodený od mena významného nemeckého fyzika Josepha von Fraunhofera, ktorý ako prvý spozoroval difrakciu svetla na mriežke. Pri analýze veľkého súboru častíc sa využíva skutočnosť, že častice s rovnakou veľkosťou konvergujú svetelný lúč do toho istého bodu. Na rozdiel od Mieho rozptylu, nie je nutné poznať optické charakteristiky analyzovaných častíc. Hranica použitia Mieho a Fraunhoferovho modelu sa s ohľadom na obvykle používané svetelné zdroje v analyzátoroch, pohybuje v rozmedzí od 3  $\mu\text{m}$  do 50  $\mu\text{m}$ . Na prvý pohľad je zrejmé, že analýza častíc nad touto hranicou má jasnú výhodu v absencii podmienky znalosti optických vlastností analyzovaných látok. Naopak, analýza častíc pod touto hranicou naráža na dva možné problémy: 1) neznalosť týchto vlastností (obvyklý prípad u nových látok) a (alebo), 2) heterogenitu týchto vlastností (táto je obvyklá u zmesí rôznych látok).



**Obr. 9** Vznik sústredných kruhov je spojený s ohybom svetla na sférických časticiach výrazne väčších ako je vlnová dĺžka primárneho svetla.



**Obr. 10** Asi 75 % energie difrakčného žiarenia guľovej častice je sústredená do stredú difrakčného obrazca, potom prudko klesá so stúpajúcou veľkosťou difrakčného uhla.



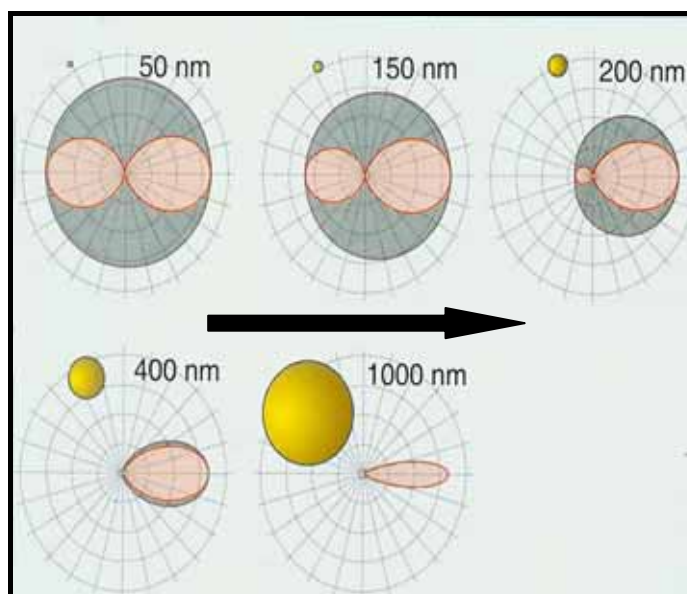
**Obr. 11** Poloha miním na krivke závislosti intenzity difraktujúceho žiarenia od uhla rozptylu je jednoznačne závislá na veľkosti častíc.



## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

Karol Jesenák

Širší pohľad na problém vzťahu medzi vlnovou dĺžkou svetla a veľkosťou častíc ukazuje obr. 12, na ktorom je vidieť radiačné obrazce častíc s rôznou veľkosťou. Tento obrázok ukazuje znižovanie uhla rozptýleného žiarenia so stúpajúcou veľkosťou častíc. Ilustráciu vzťahu medzi veľkosťou častíc a uhlom rozptylu názorne ukazuje obr. 13.



**Obr. 12** Obrázok ukazuje zmenu tvaru radiačných obrazcov v závislosti od ich veľkosti. Šípka ukazuje smer primárneho žiarenia

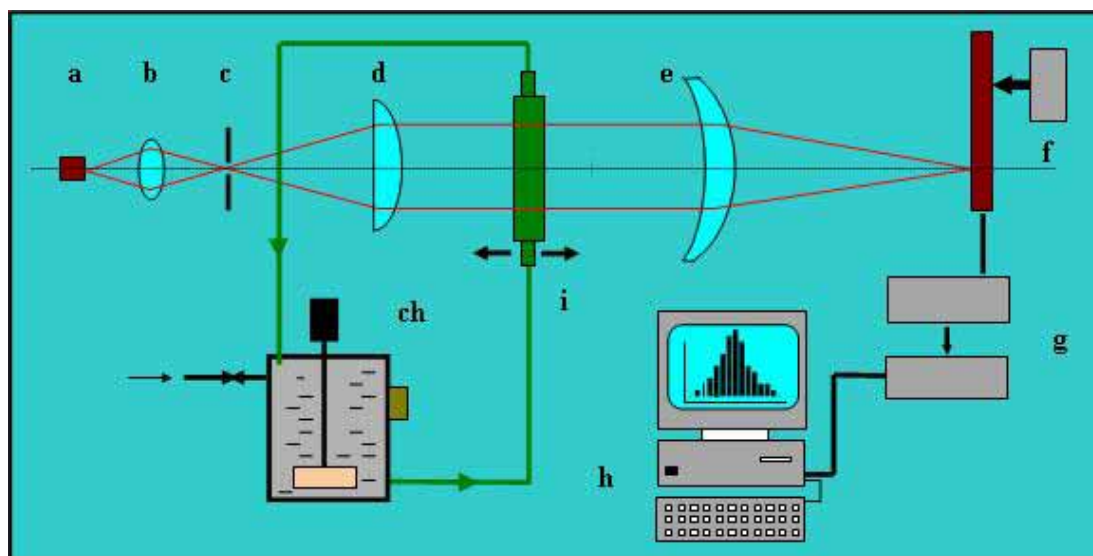


**Obr. 13** Obrázok názorne ilustruje výraznú závislosť uhla rozptylu viditeľného svetla od veľkosti častíc. Na obrázku je sklenená nádoba so zriedenou vodnou suspenziou obsahujúcou častice od 200 nm do 50  $\mu\text{m}$ . V dôsledku sedimentácie, veľkosť a koncentrácia častíc exponenciálne stúpa smerom ku dnu nádoby.

### 3. 1. 2. Laserové analyzátory veľkosti častíc

Analýza veľkosti častíc založená na vyhodnocovaní rozptylu viditeľného svetla predstavuje v súčasnosti najprogressívnejšiu metódu charakterizácie zrnitostného zloženia partikulárnych látok. I keď teoretické základy pre vyhodnocovanie parametrov svetla prechádzajúceho cez disperzné prostredie, pre analýzu veľkosti častíc boli položené už v roku 1908, ich širšie využitie bolo spojené až s výrazným pokrokom výpočtovej techniky v posledných pätnástich rokoch, ale aj s vývojom technickej úrovne prístrojov.

Súčasný laserové analyzátory sú schopné analyzovať častice s veľkosťou od  $0,01 \mu\text{m}$  do  $2 - 6 \text{ mm}$ , čo znamená, že pri použití laserových diód emitujúcich žiarenie s vlnovou dĺžkou  $466 \text{ nm}$  a hélium-neónových laserov s vlnovou dĺžkou  $633 \text{ nm}$ , využívajú pre analýzu obidva vyššie spomenuté modely vyhodnocovania rozptylových obrazcov.



**Obr. 14** Schéma laserového analyzátora veľkosti častíc. (a) zdroj laserového svetla (napr. hélium-neónová dióda), (b, c, d, e) optická časť, (f) mnohokanálový detektor s polohovým mechanizmom, (g) analógovo-digitálny prevodník s elektronickou komunikačnou jednotkou, (h) počítač (PC alebo zabudovaný v prístroji), (i) prietoková kvjeta, pohyblivá v smere svetelného lúča, (ch) dispergačná nádoba s ultrazvukovým zdrojom a čerpadlom.

Jedno z konštrukčných riešení laserových analyzátorov ukazuje obr. 14. Vzorka vo forme prášku alebo suspenzie sa dávkuje do nádoby s miešadlom. Pre lepšiu dispergáciu je táto nádoba byvkle vybavená ultrazvukovým zdrojom. Z nádoby sa vzorka prečerpáva do



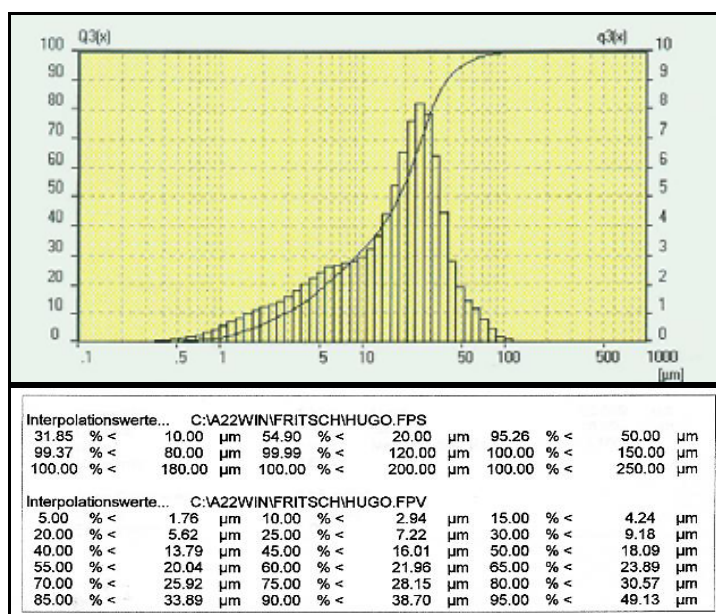


## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

Karol Jesenák



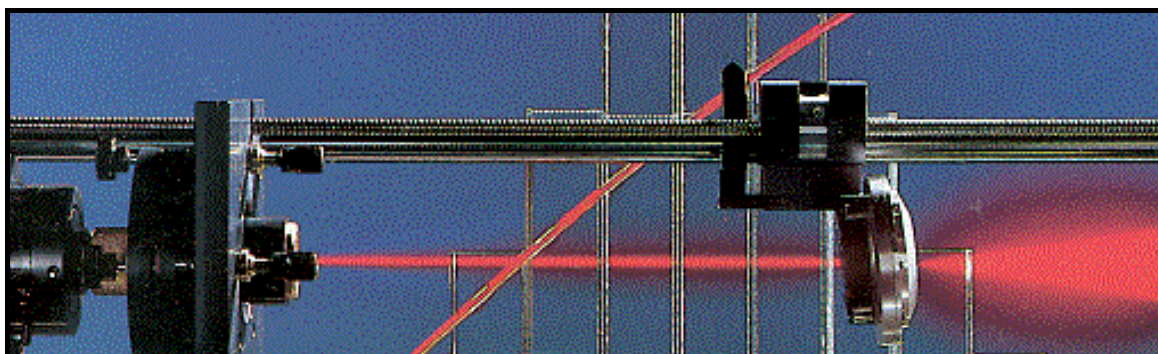
**Obr. 15** Prietoková kyveta laserového analyzátora veľkosti častíc Analysette 22 od firmy FRITSCH GmbH.



**Obr. 16** Typický výstup laserových analyzátorov veľkosti častíc predstavuje distribučný histogram s kumulatívnou krivkou a podrobná detailná tabuľka udávajúca obsah jednotlivých úzkych frakcií. Na obrázku sú výsledky analýzy komerčného bentonitového produktu. (Použitý prístroj: SALD – 2001, SHIMADZU Corp., Kyoto, Japonsko).

opticky priehľadnej kyvety (obr. 15.). Kolmo na kyvetu je nasmerovaný laserový lúč, ktorý sa rozptyľuje na časticiach v kyvete a difrakčný obrazec sa sníma mnohokanálovým detektorom. Zabudovaný počítač vyhodnocuje namerané dáta jednak vo forme distribučnej krivky a jednak vo forme podrobnej tabuľky udávajúcej objemový obsah jednotlivých úzkych frakcií a niektoré štandardné štatistické údaje (obr. 16). Meranie je veľmi rýchle a nároky na prípravu vzoriek sú minimálne. Súčasné špičkové zariadenia dokážu realizovať granulometrickú analýzu suchých práškov a suspenzií v priebehu desiatich sekúnd až dvoch minút. Požadovaný objem analyzovanej látky sa pohybuje od 2 ml do 5 ml; v niektorých prístrojoch postačuje mať k dispozícii iba 1 μl vzorky. Obvyklý objem dispergačnej jednotky je približne 50 ml, ale vo výnimočných prípadoch môže byť iba cca 1ml. Väčšina súčasných zariadení má možnosť analyzovať suché prášky priamo dávkovaním

do prúdu vzduchu. Pretože rozptylové uhly na časticiach sa výrazne líšia u veľkých a malých častíc, je plocha na ktorú dopadá rozptylový kužeľ v oboch prípadoch veľmi odlišná. Tento problém sa rieši rôznymi spôsobmi. V prvom prípade môže mať kyveta so vzorkou stabilnú polohu; poloha senzorov je tiež stabilná. V tomto prípade sú senzory lokalizované tak, aby pokryli celý rozsah rozptylových uhlov – teda vzdialenosť okrajových senzorov je veľká. Druhé riešenie počíta s „malou“ detekčnou plochou.



**Obr. 17** Obrázok ukazuje posuvný mechanizmus zabezpečujúci horizontálny pohyb prietokovej kyvety s analyzovanou suspenziou v prístroji Analysette 22 od firmy FRITSCH GmbH.

V tomto prípade je možné dosiahnuť rovnaké rozlíšenie veľkých a malých častíc buď obojstranným posuvom kyvety so vzorkou v smere primárneho lúča (obr. 17), alebo vertikálnym pohybom detekčnej časti (kolmým na primárny lúč). Možné je aj použitie oboch spôsobov súčasne. Posun kyvety (resp. detekčnej časti prístroja) sa realizuje pomocou presných krokových motorov otáčajúcich špirálovú osku držiaka so vzorkou (resp. detektorom). Veľký geometrický rozsah posunu kyvety je zodpovedný za značný pozdĺžny rozmer tých prístrojov, ktoré využívajú práve tento princíp detekcie, a ktoré zároveň majú široký rozsah veľkosti analyzovaných častíc (obr. 18).



**Obr. 18** Moderný laserový analyzátor Analysette 22 (FRITSCH GmbH) je schopný analyzovať partikulárne látky s veľkosťou častíc od 0,01  $\mu\text{m}$  do 2000  $\mu\text{m}$ .



## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

Karol Jesenák

---

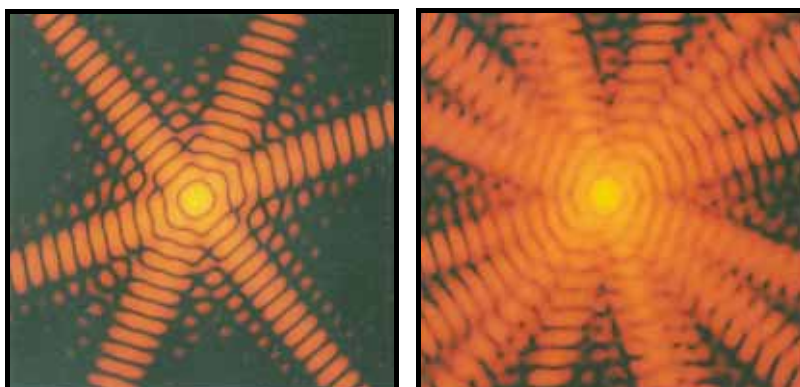
Značne komplikované matematické riešenie vzťahu medzi veľkosťou častíc a charakteristikami difraktujúceho žiarenia pomocou Mieho teórie vyvoláva prirodzené pochybnosti o reálnej využiteľnosti tejto metódy. Tieto pochybnosti však rozptyľuje skutočnosť, že všetky laserové analyzátory sa priebežne testujú na vybraných súboroch častíc so známou veľkosťou. Pre tento účel sa obvykle používajú normalizované zmesi obsahujúce častice guľového tvaru. Ich veľkosť sa kontroluje priamymi optickými metódami.

Všeobecné výhody laserovej metódy možno zhrnúť do troch bodov:

- 1) Rozsah veľkostí častíc, pre ktoré možno tieto analyzátory využiť, je zaujímavý práve z hľadiska obvyklých požiadaviek pre charakterizáciu väčšiny partikulárnych látok.
- 2) Nároky na prípravu vzoriek sú obvykle nízke a príprava je časovo nenáročná.
- 3) Meranie je veľmi rýchle.

Všetky tri výhody sa podieľajú na tom, že laserová analýza veľkosti častíc je v súčasnosti bezkonkurenčnou metódou pre charakterizáciu práškov s časticami od 0,01  $\mu\text{m}$  do cca. 1 až 5 mm. Napriek univerzálnosti tejto metódy je nutné si uvedomiť jej obmedzenia pri analýze častíc v spodnej časti uvedeného intervalu (teda pod hranicou cca. 50  $\mu\text{m}$ ). Tieto spočívajú v potrebe zadávania optických vlastností analyzovaných látok. Korektné splnenie tejto podmienky sa obvykle obmedzuje iba na súbor opticky homogénnych látok. Druhý problém (podobný ako u všetkých ostatných metód), spočíva v subjektívnom rozhodovaní o podmienkach prípravy vzoriek pre analýzu a o podmienkach dispergácie častíc v samotnom analyzátore. V druhom prípade sa jedná najmä o to, či sa analýza má uskutočniť v prúde vzduchu alebo v suspenzii. Ak sa analyzuje suspenzia, je nutné rozhodnúť, či sa má alebo nemá použiť ultrazvukový zdroj (prípadne ako dlho má pôsobiť), alebo či je alebo nie je nutné použiť dispergačné činidlo; v prípade že áno, aká látka sa má pre tento účel použiť.

Ako nadštandardná výbava analyzátorov veľkosti častíc od firmy FRITSCH GmbH sa v poslednej dobe objavil softvér, umožňujúci vyhodnotiť tvarovú charakteristiku častíc na základe jediného spoločného merania. Túto funkciu je možné využiť v intervale veľkostí 2  $\mu\text{m}$  až 600  $\mu\text{m}$  a pri podmienke obmedzeného počtu jasne tvarovo odlišiteľných častíc. Základom takého riešenia je priblíženie meracej kyvety so vzorkou smerom k detekčnej časti prístroja. obr. 19. ukazuje ilustračný difrakčný záznam častíc s tvarom kocky.



**Obr. 19** Nadštandardnou výbavou laserového analyzátoru Analysette 22 (FRITSCH GmbH) je softvér umožňujúci vyhodnotiť tvarové charakteristiky častíc. Obrázok ukazuje difrakčný záznam jedinej častice s tvarom kocky (hore) a piatich rovnakých častíc toho istého tvaru (dole).

## 2. 2. RTG difrakčná analýza

Röntgenová difrakčná analýza je jednou z ďalších metód využiteľných pri analýze veľkosti častíc. Nízokuhlový rozptyl RTG žiarenia je principiálne podobný ako rozptyl viditeľného žiarenia. Vzťah medzi veľkosťou častíc a vlastnosťami difraktujúceho žiarenia je možno ilustrovať na častici guľového tvaru. V takom prípade je amplitúda RTG žiarenia pre časticu s polomerom  $r$  vyjadrená rovnicou:

$$E = \int_0^r 4\pi r^2 \sigma \frac{\sin kr}{kr} dr = N\Phi(kr)$$

kde  $\sigma$  je elektrónová hustota častice,  $k = 2\pi\varepsilon/\lambda$ ,  $\varepsilon$  je rozptylový uhol a  $N$  je počet elektrónov vzťahovaný na jednu časticu. Intenzitu pre  $M$  častíc možno vyjadriť vzťahom:

$$I = MN^2\Phi^2(kr)$$

Funkciu  $\Phi(kr)$  možno využiť vynesением závislosti  $\log I$  oproti  $\varepsilon^2$ . Sklon získanej priamky:

$$m = -\frac{3.44r^2}{\lambda^2}$$

dovoľuje vypočítať priemernú hodnotu polomeru  $r$ . Pre látku, ktorá však neobsahuje rovnaké častice (rovnako veľké) nie je vzťah medzi  $\log I$  a  $\varepsilon^2$  lineárny, čo sa v konečnom dôsledku odráža na zväčšení chýb.

Najčastejšie používanou metódou využívajúcou RTG difrakciu je Scherrerova metóda, ktorá sa zakladá na poznatku, že ostrosť difrakčných píkov práškových materiálov závisí od



## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

Karol Jesenák

veľkosti kryštalinitov. Kryštalinitom sa tu chápe častica, ktorá je tvorená monokryštálom alebo častica zložená (obr. 20). Veľkosť častíc  $d$  je možné odvodiť zo vzťahu:

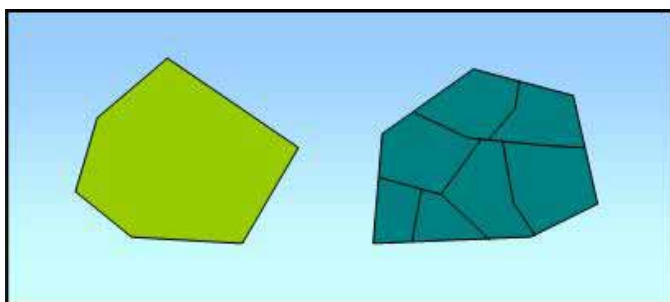
$$d = \frac{K\lambda}{\beta \cos \Theta}$$

$K$  je konštanta blízka jednej,  $\lambda$  je vlnová dĺžka,  $\beta$  je rozšírenie difrakčnej čiary a  $\Theta$  je difrakčný uhol.

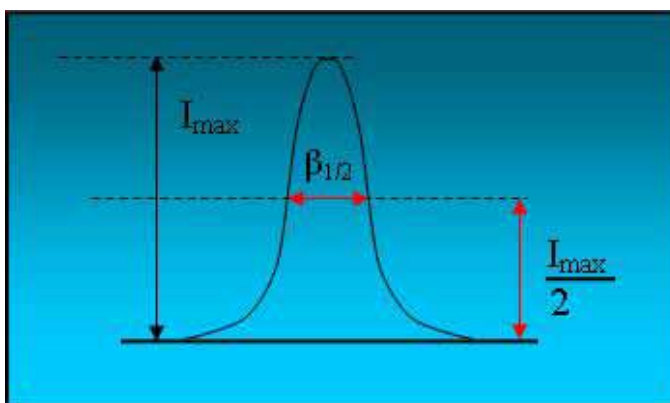
Všeobecný dôvod prečo je šírka difrakčných píkov závislá od veľkosti častíc (kryštalinitov) spočíva v tom, že podmienka difrakcie určená Braggovou rovnicou:

$$n\lambda = 2g \sin \Theta$$

(v ktorej je  $n$  celé číslo a  $g$  je vzdialenosť medzi dvoma difraktujúcimi rovinami) je splnená aj v tom prípade, že uhly sa nepatrne odchyľujú v oboch smeroch od hodnoty  $\Theta$ .



**Obr. 20** Častica tvorená jediným monokryštálom (vľavo) a častica pozostávajúca zo súboru kryštalinitov.



**Obr. 21.** Obrázok ilustrujúci pojem „polšírka“.

hranicou pohybujúcou sa okolo 300 nm, pri stredných uhloch sa znižuje na cca 100 nm. Problém tejto metódy spočíva v tom, že konštanta  $K$  vo vyššie uvedenom vzťahu môže nadobúdať rozdielne hodnoty v závislosti na tvare častíc a orientácii reflektujúcich rovín.

Základným vstupným údajom pre Scherrerovu metódu je rozšírenie difrakčného píku. Rozšírenie sa definuje dvoma možnými spôsobmi. V prvom prípade je definované ako rozšírenie píku v polovičnej výške jeho maximálnej intenzity (obr. 21).

V druhom prípade, takzvané integrálne rozšírenie je definované vzťahom:

$$\frac{\int I_{2\theta} d2\theta}{I_{\max}}$$

Rozsah použitia RTG difrakcie Scherrerovou metódou závisí na veľkosti uhla  $\Theta$ ; pri veľkých uhloch je horná veľkosť častíc limitovaná



RTG difrakčné metódy patria do súboru metód využiteľných pre analýzu veľkosti častíc, avšak ich použitie sa v súčasnosti obmedzuje na veľmi špeciálne prípady kryštalických a tvarovo homogénnych látok. Ako príklad možno spomenúť zisťovanie veľkosti častíc rutilu a anatasu (dve alotropické formy  $\text{TiO}_2$ ), deponovaných vo forme tenkých vrstiev na povrchu rôznych materiálov. Takúto aplikáciu však nemožno hodnotiť ako typickú metódu analýzy veľkosti častíc.

#### 4. ZÁVER

Optické metódy analýzy veľkosti častíc predstavujú rozsiahly súbor metód výrazne sa líšiacich v možnostiach ich praktického využitia. Pri analýze partikulárnych silikátových surovín a priemyselných produktov majú dominantné postavenie nepriame metódy, najmä však metódy založené na rozptyle viditeľného svetla. Laserové difrakčné analyzátory sú v súčasnosti najrozšírenejším prístrojovým vybavením pre tento typ analýz. Priame optické metódy sa využívajú najmä pri charakterizácii vysoko sofistikovaných produktov, ktoré sa obvykle vyznačujú výrazne menším rozptylom veľkosti častíc v porovnaní s prírodnými anorganickými látkami. Druhé významné použitie priamych optických metód predstavuje charakterizácia kalibračných štandardov pre všetky nepriame metódy analýzy. Na všeobecnú otázku optimálneho výberu analytickej metódy neexistuje žiadna odpoveď, pretože tento výber vždy závisí na od vlastností analyzovanej látky a konkrétnych požiadaviek na presnosť, reprodukovateľnosť a požadovanú rýchlosť metódy.

#### Pod'akovanie

Ďakujem RNDr. Ľubomírovi Kuchtovi, PhD. za cenné rady a pripomienky, firme FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, SRN za povolenie publikovať v tomto texte obrázky z firemných katalógov (Obr. 12, 15, 17 - 20) a Vedeckej grantovej agentúre SR za finančnú pomoc - Grant VEGA 2/3102/23.

#### POUŽITÁ LITERATÚRA

1. Bernhardt C.: Particle Size Analysis, Chapman & Hall, London (1994).
2. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (1976).
3. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (2003).
4. Fritsch, Katalóg produktov firmy FRITSCH GmbH, Idar-Oberstein, BRD (2006).
5. Guller L., Beňuška J., Mráz P.: General Physiology and Biophysics 18, 93 (1999).
6. [http://de.wikipedia.org/wiki/Joseph\\_von\\_Fraunhofer](http://de.wikipedia.org/wiki/Joseph_von_Fraunhofer)

**Analýza velikosti částic: IV. Optické metody**Karol Jesenák

---

7. [http://en.wikipedia.org/wiki/Gustav\\_Mie](http://en.wikipedia.org/wiki/Gustav_Mie)
8. Jakubovský J., Guller L., Černá M., Balážová K., Polák Š., Jakubovská V., Babál P.: Acta Histochemica Vol. 104, 4, 353 (2002).
9. Jelínek K. K.: Particle Size Analysis, John Wiley & Sons Inc., New York (1970).
10. Jesenák K.: Biológia, Ekológia, Chémia 2/2000, 16 (2000).
11. Jesenák K., Kuchta L., Guller L., Fúsková J.: Mineralia Slovaca 29, 439 (1997).
12. Jesenák K.: Sól-gélové metody, 1. vyd., Bratislava, Univerzita Komenského (2005).
13. Kozlovská B., Schlosser P., Plecenik T., Gregor M., Čaplovičová M., Jesenák K., Kuchta L., Kúš P., Plecenik A., Plesch G.: Solid State Surfaces and Interfaces, Extended Abstract Book, Bratislava, Institute of Physics SAS, 59 (2006).
14. Mesíková Ž., Trojan M., Šulcová P.: Ceramics-Silikáty 49/1, 28 (2005).
15. Okruhlicová L., Ujházy E., Mach M., Sotníková R., Tribulová N., Guller L., Dubovický M.: Pathology Research and Practice Vol. 199, 677, (2003).
16. Šulcová P., Trojan M., Šolc Z.: Dyes and Pigments 37, 65 (1998).
17. Šulcová P.: Netradiční keramické pigmenty, Habilitační práce, Univerzita Pardubice, (2002).
18. Šulcová P., Trojan M.: Thermal analysis of pigments based on Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, J. Thermal Anal. and Calorimetry 84/3, 737-740 (2006).
19. Trojan M., Šolc Z., Novotný M.: Pigments, Kirk-Othmer Encyclopedia of Chem. Technol., Vol. 17, J. Wiley and Sons Inc., New York (1996).

## Krátka informácia o osobnostiach, ktoré boli spomenuté v súvislosti s difrakčnými metódami analýzy veľkosti častíc

### Joseph von Fraunhofer



Joseph von Fraunhofer patrí k najvýznamnejším nemeckým fyzikom a je považovaný za zakladateľa spektroskopie hviezdnych telies. Narodil sa v roku 1787 v bavorskom Straubingu ako jedenáste a posledné dieťa sklárskeho majstra Franza Xavera Fraunhofera. Svoju životnú dráhu začal v manufaktúre na výrobu skla a vo veľmi krátkej dobe sa stal jedným z najlepších odborníkov na výrobu veľkých šošoviek a hranolov. Napriek tomu, že ako dieťa nenavštevoval žiadnu školu, vypracoval sa na významného vedca a konštruktéra

optických prístrojov a ďalekohľadov. Skonštruoval niekoľko zariadení na presné rezanie skla a brúsenie šošoviek. Prvýkrát vypočítal vlnovú dĺžku rôznych farieb svetla. Pri testovaní šošovky (v r. 1814) spozoroval, že slnečné spektrum pretínajú tenké tmavé čiary. Pre pozorovanie týchto čiar zhotovil prvý presný spektrometer a z pozorovaných 524 sa mu podarilo zistiť vlnové dĺžky 324 čiar. Tmavé čiary v spektrách hviezd, ktoré sú spôsobené absorpciou žiarenia v chladných povrchových vrstvách hviezdy, a na základe ktorých možno presne určiť aj ich chemické zloženie, sa označujú ako Fraunhoferove čiary. V roku 1823 identifikoval tieto čiary aj v spektre hviezdy Sírirus. Príčinu vzniku týchto čiar síce nepoznal, avšak svojim objavom sa zapísal do histórie spektrálnej analýzy. (Priamu príčinu vzniku spektier odhalili nemeckí vedci R. W. Bunsen a G. Kirchhoff až v roku 1859.) Ako je známe, spektrálna analýza slúži dnes jednak na laboratórnu analýzu veľkého počtu rôznych látok, ale tiež na určenie zloženia rôznych nedostupných objektov, najmä však hviezd. Spektrá hviezd zároveň poskytujú informáciu o ich teplote a relatívnej rýchlosti vzhľadom k Zemi (Dopplerov jav.).

K druhej najvýznamnejšej zásluhe J. Fraunhofera patrí objavenie difrakčnej mriežky a popis ohybu svetla pri prechode malými otvormi. I keď analýzou veľkosti častíc sa nikdy nezaoberal, s touto problematikou je zviazaný práve cez teóriu ohybu svetla na hranách malých otvorov. Jasný matematický model tohto javu ponúkol francúzsky inžinier Augustin Jean Fresnel v roku 1821 a to práve v tom istom roku, ako bola dánskym fyzikom H. Ch. Ørstedom prvýkrát zverejnená teória o elektromagnetickej povahe svetla.

V roku 1819 sa J. Fraunhoferovi podarilo vyrobiť na tú dobu výnimočný objektív s priemerom 244 mm pre refrakčný ďalekohľad vo hviezdárni v Dorpade vo vtedajšom Rusku. (Dnes sa Dorpad volá Tartu a nachádza sa na území Estónska). Po prevoze bol refraktor kompletizovaný v roku 1824. Ďalekohľad pracoval so 175 až 700 násobným zväčšením a pomocou tohto ďalekohľadu zistil v nasledujúcich troch rokoch astronóm F. G. W. Struve





## Analýza veľkosti častíc: IV. Optické metódy

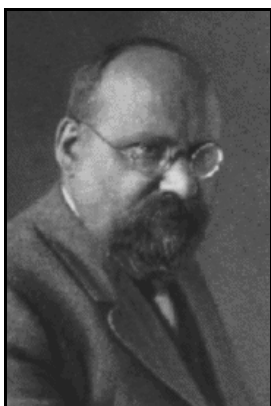
Karol Jesenák

---

vzdialenosť viac ako 3000 dvojitých hviezd. (Friedrich Georg Wilhelm von Struve – ruský Vasilyj Jakovlevič Struve, bol významný astronóm pôsobiaci na univerzite a observatóriu v Tartu a patril do päťgeneračnej rodiny významných nemecko-baltských astronómov. Preslávil sa najmä objavmi a výskumom dvojitých hviezd.)

J. Fraunhofer sa stal v roku 1823 členom Bavorskej akadémie vied a profesorom jej Fyzikálneho kabinetu. V roku 1824 bol povýšený do šľachtického stavu. Zomrel 7. júna v roku 1826 na tuberkulózu a je pochovaný v Mníchove. Jeho meno nesie mnoho nemeckých a svetových inštitúcií, najmä však škôl a vedeckých ústavov. V SRN bola založená veľká Fraunhoferova spoločnosť (presne: Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung), ktorá združuje 56 vedeckých inštitúcií so širokospektrálnym odborným zameraním, zamestnávajúca približne 12 500 vedeckých a technických pracovníkov.

## Gustav Adolf Feodor Wilhelm Ludwig Mie



Skrátene „Gustav Mie“ bol významný nemecký fyzik a matematik. Narodil sa v roku 1869 v Rostoku. Študoval matematiku a fyziku na univerzite v Rostoku a v rámci štúdia absolvoval prednášky z chémie, zoológie, geológie, mineralógie, astronómie, logiky a metafyziky. Ako 22 ročný získal doktorát z matematiky na univerzite v Heidelbergu. Jeho vedecká dráha na poli teoretickej a experimentálnej fyziky pokračovala na univerzitách v Göttingene, Greifswalde, Halle a Freiburgu. Výpočty, týkajúce sa rozptylu elektromagnetického žiarenia na homogénnych dielektrických časticiach, urobil počas svojho pôsobenia v Greifswalde a v konečnej forme boli publikované v roku 1908. Termíny „Mieho rozptyl“ (Mie scattering) a „Mieho parameter“ (Mie parameter) sú najznámejšími výrazmi spojenými s jeho menom. Menej známou skutočnosťou je, že jeho meno nesie jeden z kráterov na povrchu Marsu. Okrem prác týkajúcich sa rozptylu svetla napísal aj niekoľko vedeckých článkov z oblasti elektromagnetizmu a teórie relativity. Zomrel 13. februára v roku 1957 vo Freiburgu.



### **Doc. Ing. Karol Jesenák, PhD.**

\*1951 Bratislava

Katedra anorganickej chémie,  
Prírodovedecká fakulta Univerzity  
Komenského

Mlynská dolina CH-2, 842 15 Bratislava

[jesenak@fns.uniba.sk](mailto:jesenak@fns.uniba.sk)

tel.: (02) 602 96 - 374

Po ukončení štúdia na Chemicko-technologickú fakultu SVŠT v Bratislave v roku 1974, nastúpil na Katedru anorganickej chémie Prírodovedeckej fakulty Univerzity Komenského ako odborný asistent, kde pracuje doteraz. Zaoberá sa výskumom

vlastností ílových minerálov a ich praktickým priemyselným využitím, čo viedlo k návrhu a k realizácii priemyselnej výroby bentonitov modifikovaných organickými látkami v Kremnici. Hlavné využitie týchto látok reprezentovali antisedimentačné aditíva, ktoré predstavovali dlhú dobu jediné kvalifikované priemyselné produkty spracovania bentonitov na Slovensku. Príprava materiálov metódou sól-gél, ktorej sa venuje od roku 1990, bola aj v tomto prípade korunovaná úspechom v podobe vývoja detektorov Vavilovo-Čerenkovovho žiarenia na báze SiO<sub>2</sub>-aerogélu (vysoko pórovitú formu oxidu kremičitého), realizácii priemyselnej výroby SiO<sub>2</sub>-aerogélu v Ruskej federácii ako aj spoluautorstva patentovo chráneného riešenia inkorporácie fluorescenčných farbív do aerogélov. Vyššie spomenuté detektory boli úspešne využité na urýchľovačoch v GSI Darmstadt, CERN Geneva a SÚVJ Dubna. V súčasnosti pracuje na vývoji rôznych fotokatalyticky účinných materiálov na báze oxidu titaničitého a na syntéze uhlíkových nanorúrok na anorganických maticiach. Je odborníkom v oblasti superkritického sušenia anorganických materiálov určených pre optické a elektronické aplikácie.

Prednáša niekoľko špecializovaných odborných predmetov, z ktorých najvýznamnejšie sú sól-gélové metódy, prírodné hlinítokremičitany, environmentálna anorganická chémia, technológia špeciálnych anorganických materiálov, chemická informatika a chemická literatúra. Je autorom šiestich vysokoškolských učebných textov a jednej monografie. Napísal viac ako dvesto odborných textov. Svojimi päťdesiatimi prácami vo vedecko-populárnych a pedagogických časopisoch patrí k najproduktívnejším propagátorom chémie na Slovensku. Je autorom textov a prednášok parodujúcich abnormality v živote slovenskej akademickej obce a zároveň aj jeho chyby vlastné.



## Keramika ako ju nepoznáme

**Pavol Šajgalík, Miroslav Hnatko a Štefánia Lojanová**  
Ústav anorganickej chémie SAV

Keramika predstavuje širokú triedu materiálov líšiacich sa chemickým zložením, štruktúrou a vlastnosťami. Zvyčajne sa pripravuje z východiskových práškov spekaním. Existuje mnoho definícií, ktoré charakterizujú keramiku. Väčšinou závisia od škály materiálov, ktoré sú zahrnuté pod pojem keramika. Pokiaľ táto škála materiálov zahŕňa iba tradičnú a pokročilú keramiku, tak by definícia mohla znieť nasledovne: „*Keramika je polykryštalický pevný materiál, zložený predovšetkým z anorganických zlúčenín nekovového charakteru, vyrobený z prírodných materiálov alebo z chemicky pripravených práškov s definovanou zrnitosťou*“. Táto definícia zahŕňa tradičnú keramiku (porcelán, cement, tehly), ako aj nové keramické látky – tzv. pokročilú (technickú) keramiku. V prípade, že pojem keramika zahŕňa aj sklo, definícia by bola podstatne iná. Skupina tradičnej keramiky zahŕňa umeleckú, úžitkovú, zdravotnícku (predovšetkým porcelán), stavebnú, elektrotechnickú a žiaruvzdornú keramiku, ktorá sa pripravuje prevažne z prírodných surovín. Pre prípravu pokročilej keramiky sa využívajú výlučne syntetické látky a podľa spôsobu použitia ju možno rozdeliť na *konštrukčnú, funkčnú* a na *biokeramiku*.

Tento príspevok si kladie za úlohu priblížiť čitateľovi spôsob prípravy a vlastnosti nových pokročilých keramických materiálov, ktoré sa využívajú v rôznych oblastiach ľudského života. Bude orientovaný na pokroky, ktoré sa v posledných rokoch v oblasti výskumu a vývoja dosiahli, ako aj na perspektívu širšieho využitia moderných keramických materiálov.

### História keramiky



**Obr. 1** Věstonická venuše.

Archeologické nálezy ukazujú, že prvé snahy človeka o spracovanie hliny sú veľmi staré, no nemožno ich úplne presne časovo vymedziť. Naši predkovia si z hliny vytvárali rôzne ozdoby v podobe sošiek a amuletov. Pravdepodobne najstarší doposiaľ nájdený keramický artefakt je soška Věstonickej venuše, **Obr. 1**. Jej pôvod sa datuje do obdobia pred 25 000 rokmi. Věstonická venuša bola vymodelovaná z ílu pomiešaného s popolom z kostí a následne vypálená v ohni [1]. Potreba vyrábať nádoby prišla až neskôr a to v čase, keď človek prestal putovať, v čase, keď sa usadil a začal uvedomele pestovať plodiny a chovať domáce zvieratá. Najstarší nájdený keramický



črep z nádoby sa datuje do 8. tisícročia pred našim letopočtom [2]. Keramické nádoby plnili funkciu zásobníkov vody a rôznych potravín. Z vysokou pravdepodobnosťou to bola náhoda, keď človek zistil, že ak vysušenú hlinenú nádobu vystaví účinkom ohňa, stane sa pevnejšou a natoľko hutnou, že je možné v nej uchovať aj kvapalinu. Výpalom zmenil plastickú, ľahko tvarovateľnú hlinu na hutný, kameňu podobný materiál. Už vtedy išlo o prvé zámerné spracovanie anorganickej látky na materiál s novými vlastnosťami a tento krok možno považovať za počiatok materiálových technológií.

Uvedený poznatok sa neskôr (4 – 3 tis. r. pr.n.l.) začal uplatňovať pri výrobe keramického stavebného materiálu. Terakotové architektonické detaily, škridle a vodovodné rúry poznáme z obdobia starovekého Grécka a Ríma, kde sa rozšírilo najmä použitie tehál na mosty a akvadukty. Novinkou v oblasti archeologických výskumov v súvislosti s keramikou je aj teória francúzskeho chemika Josepha Davidovitsa, podľa ktorej netreba za stavbou pyramíd hľadať mimozemšťanov, ani žiadnu supercivilizáciu, ba ani desaťtisíce ťažko drúcich otrokov. Davidovits tvrdí a aj to dokazuje, že pyramídy sú postavené z umelého kameňa (keramika), ktorý vyrábali priamo na mieste, teda na plošine neďaleko dnešnej Gízy [3].

Skutočná náuka o materiáloch, t.j. oblasť poznania súvislostí medzi tvorbou, štruktúrou a vlastnosťami materiálov, sa začína pomaly rozvíjať až začiatkom 19. storočia, ale stále sa vychádza viac z empirických poznatkov, z intuície a zručnosti ako z rozpracovanej teoretickej koncepcie problému. Neskorší vznik nových technológií si vyžadoval oveľa širšie spektrum nových materiálov s predpísanými vlastnosťami, čo súviselo s rozvojom náuky o materiáloch. Vzrástol aj záujem o *pokročilú keramiku* a to hlavne pre jej výnimočné vlastnosti a pre faktory, ako: dostupnosť prvkov, resp. východiskových látok, nižšia energetická náročnosť prípravy a priaznivejšie ekologické aspekty v porovnaní napr. s neželeznými kovmi. Začiatok éry pokročilej keramiky by sme mohli datovať od roku 1893, keď sa započala výroba veľkých množstiev karbidu kremičitého (SiC) technickej čistoty Achesonovým spôsobom. Ide o karbotermicú redukciu oxidu kremičitého (kremenný piesok) uhlíkom (v podobe koksu) v elektrickej peci s uhlíkovou elektródou v jej strede. Výsledkom je materiál, ktorý sa vo veľkej miere využíva na výrobu brúsnych papierov s rôznou jemnosťou.



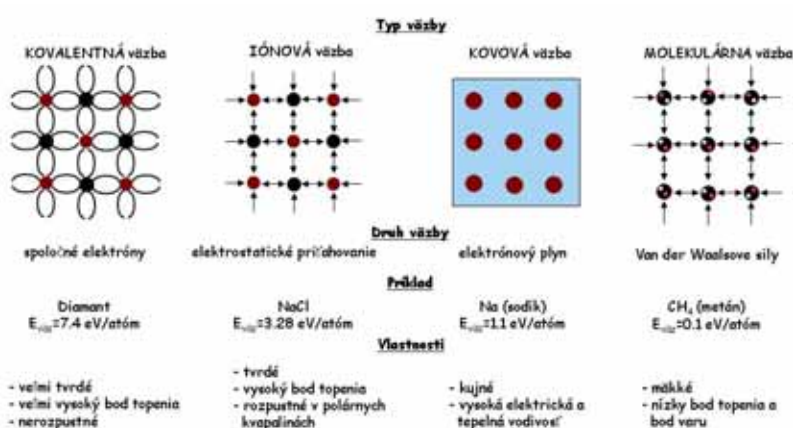
## Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

### Progresívna keramika

Vlastnosti progresívnej keramiky, tak ako každého materiálu, vyplývajú z jej chemického a fázového zloženia, z charakteru väzieb na atomárnej úrovni (schematicky zobrazené na **Obr. 2**) a stability štruktúry jednotlivých fáz a ich rozhraní.

Keramika je polykryštalický materiál, kde stavebnými jednotkami sú kryštály, ktoré sú zložené z pravidelne usporiadaných častíc (atómy, ióny, molekuly, a i.). Klasifikácia kryštálov podľa charakteru väzby je niekedy nepresná najmä preto, že v jednom kryštáli sa môže vyskytnúť viac druhov typických väzieb alebo ich prechodné formy. Často hovoríme o kryštáloch s prevládajúcim charakterom väzby, napríklad nitrid kremičitý je kryštálom s prevládajúcim charakterom kovalentnej väzby, iónový charakter väzby je minoritný. Jednotlivé typy chemických väzieb s výnimkou Van der Waalsových síl, sa zúčastňujú na stavbe v prírode poznaných alebo synteticky pripravených kryštálov. Typickým predstaviteľom kryštálu s kovalentnou väzbou je diamant. Uhlík má štyri valenčné elektróny a môže s ďalšími atómami uhlíka vytvoriť štyri elektrónové dvojice s presnou priestorovou orientáciou. Opakovaním tohto vzoru môže kryštál narásť takmer do ľubovoľných rozmerov. Ako vyplýva z obrázku 2, každý typ väzby sa vyznačuje inou väzobnou energiou označenou  $E_{váz.}$ . Ako je vidno, väzobná energia je rôzna pre rôzne typy, najsilnejšia je kovalentná väzba a najslabšie sú väzby založené na Van der Waalsovských silách.



**Obr. 2.** Schematické zobrazenie typov väzieb.

Z predošlého vyplýva, že kryštály, ktoré sa v polykryštalickej keramike nachádzajú vo forme zŕn, do veľkej miery určujú jej vlastnosti. Okrem kryštálov (zŕn) ako stavebných jednotiek polykryštalického keramického materiálu, aj fázy nachádzajúce sa na



hraniciach zrn významnou mierou prispievajúcou k finálnym vlastnostiam materiálu. Z toho vyplýva, že výsledné vlastnosti keramiky sú nelineárnou kombináciou vlastností fáz, z ktorých sa skúmaný keramický materiál skladá.

Hlbšie poznanie súvislostí aj javov vedúcich k formovaniu mikroštruktúry, ktorá je definovaná objemovým a tvarovým rozdelením kryštalických a amorfných fáz v materiáli, viedlo k zlepšeniu najmä mechanických a lomových vlastností keramiky. Zvýšenie úrovne poznania vzťahu medzi mikroštruktúrou a vlastnosťami umožnilo, že sa keramika začala využívať aj v podmienkach účinku ťahových napätí pri zachovaní tradičných vlastností ako sú žiaruvzdornosť, tvrdosť, oteruvzdornosť a chemická odolnosť. Látková báza pre výskum a vývoj keramických materiálov zahŕňa najmä oxidy ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  a iné), karbidy ( $\text{SiC}$ ,  $\text{WC}$ ,  $\text{TiC}$ ,  $\text{NbC}$  a iné), nitridy ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{BN}$ ,  $\text{SiAlON}$ ,  $\text{TiN}$ ,  $\text{AlN}$  a iné), boridy ( $\text{TiB}_2$ ,  $\text{ZrB}_2$ ,  $\text{HfB}_2$ ,  $\text{LaB}_6$  a iné) a ich zmesi. Keramika na báze týchto látok vyniká vysokými pevnosťami až do vysokých teplôt, tvrdosťou, odolnosťou voči opotrebeniu, chemickou stálosťou aj v agresívnych prostrediach, nízkymi koeficientmi trenia a nízkou hustotou. Tento súbor vlastností naznačuje možnosti jej uplatnenia pre nízko- a vysokoteplotné aplikácie v strojárstve, metalurgii a zlievarenstve, automobilovom priemysle, energetike, chémii, robotike, medicíne a v neposlednom rade v kozmickej technike.

Príprava keramických materiálov je zložitý proces vyžadujúci mnoho poznatkov z rôznych odborov. Pri návrhu a príprave konkrétneho keramického výrobku je preto nevyhnutná spolupráca viacerých odborných skupín. Výber majoritnej fázy keramického materiálu a fáz na hraniciach zrn (ich prípadná modifikácia) súvisí s predpokladanou aplikáciou a vyžaduje poznanie vlastností kryštálu (zrna), fáz na hraniciach zrn, ktoré sa odvíjajú od prevládajúceho charakteru väzby, elektrónovej a kryštalovej, resp. amorfnej štruktúry. Tento proces súvisí s výberom, syntézou a charakterizáciou vstupných práškov, kde sa uplatňujú najmä chemické a analytické disciplíny. V tejto etape vývoja keramického výrobku sa uplatňujú predovšetkým výsledky prírodovedného bádania základného výskumu. Ďalším krokom je homogenizácia a formovanie výrobku za studena („surový výrobok“). Zhutnenie „surového výrobku“ v procese spekania nasleduje po tvarovaní výrobku za studena. Tento krok je, okrem iného, zodpovedný za formovanie mikroštruktúry, ktorá má rozhodujúci vplyv na výsledné vlastnosti materiálu. Pôvodný práškový výlisok sa mení spekaním pri zvýšenej teplote na tuhý. Tento proces je komplikovaný tým, že súčasne

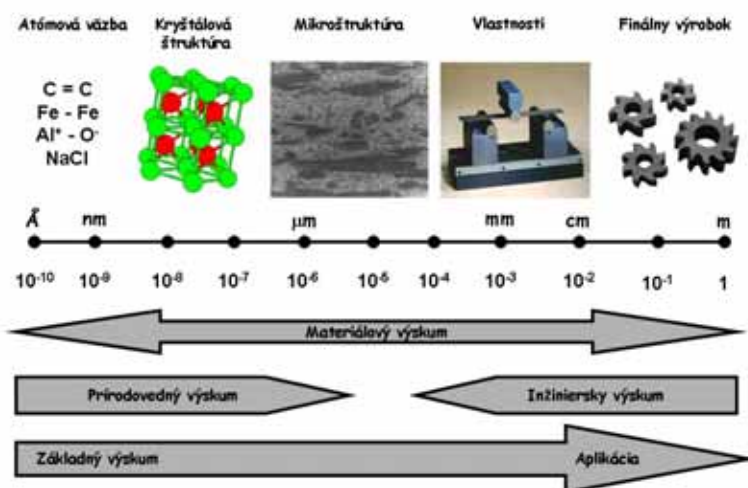


## Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

prebieha mnoho vzájomne si konkurujúcich dejov, ako sú napríklad reorganizácia častíc vedúca k zhutneniu a rozklad fáz vedúci naopak k znižovaniu hutnosti a zmene chemického zloženia materiálu. Možno ovplyvniť a riadiť tieto procesy? Áno, ale len s obmedzeným množstvom prostriedkov, ako sú prídavky spekania, teplota, čas spekania a zloženie atmosféry v peci. Preto je nevyhnutné dokonalé poznanie všetkých procesov prebiehajúcich počas spekania. V tejto časti prípravy výrobku sa uplatňuje predovšetkým fyzikálna chémia a materiálové vedy a je zrejмый prechod od základného k aplikovanému výskumu. Zvyčajne prvou úlohou je pripraviť výrobok s nulovou zvyškovou pórovitosťou, to znamená s maximálnou hutnosťou. Navyše je veľmi dôležitý vzťah medzi mikroštruktúrou a vlastnosťami výrobku. Mikroštruktúra definuje zloženie, tvar a usporiadanie základných stavebných kameňov výrobku.

Už v tejto etape vstupujú do procesu inžinierske vedy, najmä konštruktérské tímy navrhujúce budúci tvar výrobku pre konkrétnu aplikáciu, kde aplikovaný výskum hrá dominantnú úlohu. Táto etapa vývoja a výroby keramického výrobku je významná aj preto, že keramika je tvrdosťou blízka diamantu a finálne opracovanie hutných keramických výrobkov je zdĺhavý, technicky a finančne náročný krok. Konečné použitie keramického výrobku



**Obr. 3** Schematické znázornenie procesu výskumu a vývoja keramickej súčiastky.

## Konštrukčná keramika

V oblasti strojárskoho priemyslu sa využíva predovšetkým pasívny charakter (stálosť štruktúry) *konštrukčnej keramiky* pri mechanickom a tepelnom zaťažení ako aj jej odolnosť

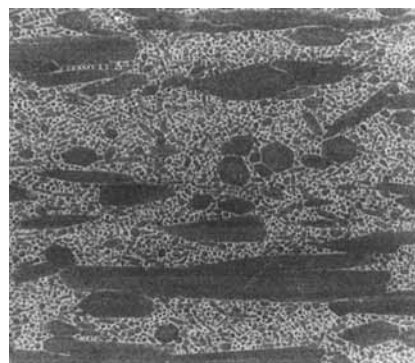
v praxi predchádza dlhé obdobie testov, vzhľadom na konštrukčné aplikácie týchto výrobkov, najmä zisťovanie mechanických vlastností a spoľahlivosti. Snahou o schematické znázornenie tohto zložitého multidisciplinárneho procesu je **Obr. 3**.



v chemicky agresívnom prostredí. Bod topenia týchto materiálov je v mnohých prípadoch vyšší ako 2000 °C. Jedným z predstaviteľov keramických materiálov je aj nitrid kremičitý ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Je to polykryštalický materiál skladajúci sa z majoritných a minoritných fáz. Majoritnou sú zväčša monokryštály beta modifikácie nitridu kremičitého a minoritnou zvyčajne amorfné oxynitridové fázy nachádzajúce sa na hraniciach zŕn, **Obr. 4**.

V posledných 40 rokoch sa  $\text{Si}_3\text{N}_4$  veľmi intenzívne študoval, keďže bol pokladaný za najvážnejšieho kandidáta na vysokoteplotné konštrukčné aplikácie. Tieto očakávania boli naplnené iba čiastočne v dôsledku nízkej spoľahlivosti keramických výrobkov.

Nitrid kremičitý existuje v dvoch kryštalických modifikáciách označovaných  $\alpha$  a  $\beta$ . Obe formy sú hexagonálne pričom parameter  $c$   $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  je cca dvojnásobný ako v  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ . V roku 1999 bol pripravený



**Obr. 4** Mikroštruktúra  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

aj kubický nitrid kremíka ( $c$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) za extrémnych podmienok. Najvýznamnejším aspektom v priebehu fázovej transformácie je to, že sa rovnoosé zrná  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  transformujú na predĺžené ihličkovité  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  zrná. Mikroštruktúra  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  je uvedená na **Obr. 4**. V dôsledku zmeny morfológie zŕn je pevnosť a lomová húževnatosť  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  vyššia v porovnaní s  $\alpha$  fázou. Niektoré vlastnosti  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  sú uvedené v **Tab. 1**.

**Tabuľka 1** Vybrané fyzikálne vlastnosti  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Hustota	$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	3,18
Disociačná teplota	°C	1830
Youngov modul pružnosti	GPa	320
Pevnosť v ťahu	MPa	700-1500
Poissonové číslo		0,26
Lomová húževnatosť	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	5-10
Tvrdosť (HV)	GPa	16*
Tepelná rozťažnosť	$10^{-6} \text{ K}^{-1}$	3,1
Tepelná vodivosť	$\text{W}(\text{mK})^{-1}$	20-180
Merný odpor	$\Omega \text{ cm}$	$10^{12}$
Max. teplota použitia	°C	1500

\* $\text{HV}(\beta\text{-Si}_3\text{N}_4) = 16 \text{ GPa}$ ,  $\text{HV}(\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4) = 21 \text{ GPa}$





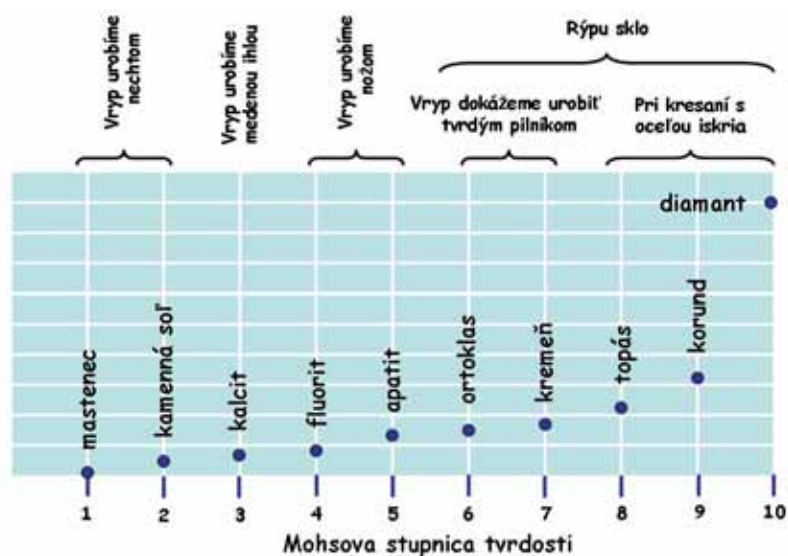
## Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

Vlastnosti výrobkov z  $\text{Si}_3\text{N}_4$  sa výrazne líšia podľa obsahu  $\alpha$  či  $\beta$  fázy.  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  má vyššiu tvrdosť ( $\text{HV} = 21 \text{ GPa}$ ), kým  $\beta$  modifikácia vyššiu pevnosť a lomovú húževnatosť. Z tohoto dôvodu má širšie uplatnenie v praxi  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Konečné fázové zloženie produktu možno ovplyvniť teplotou spekania a obsahom prísad.

Výrobky z  $\text{Si}_3\text{N}_4$  sa pripravujú beztlakovým spekaním alebo žiarovým lisovaním za prítomnosti kvapalnej fázy pri teplote  $1750\text{-}1800^\circ\text{C}$ . Ďalším spôsobom je reakčné spekanie výliskov z kremikového prášku v atmosfére dusíka (RBSN = Reaction Bonded Silicon Nitride).  $\text{Si}_3\text{N}_4$  pripravený RBSN metódou má horšie mechanické vlastnosti v porovnaní so žiarovo lisovaným materiálom v dôsledku značnej zvyškovej pórovitosti (nad 10%), má však veľmi dobrú odolnosť voči vysokoteplotnému tečeniu, keďže sa na zhutňovanie nepoužívajú spekacie prísady, ktoré mäknú pri vysokých teplotách (nad  $1350^\circ\text{C}$ ).

Keramika na báze nitridu kremičitého sa vyznačuje vysokou tvrdosťou a oteruvzdornosťou. V Mohsovej stupnici tvrdosti sa syntetické keramické materiály nachádzajú na najvyšších miestach, v oblasti medzi korundom a diamantom, **Obr. 5**.



**Obr. 5** Mohsova stupnica tvrdosti.

Ďalší významný parameter, ktorým sú tieto materiály charakterizované je Youngov modul pružnosti ( $E$ ). Je to materiálová konštanta resp. tenzor, ktorý charakterizuje mieru elastickej deformácie pri naložení mechanického napätia na skúmaný predmet. Je definovaná vzťahom medzi napätím ( $\sigma$ ), ktoré sa na daný materiál vyvíja a jeho elasticou deformáciou ( $\varepsilon$ ):

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$



Keramické materiály sa vyznačujú vysokými hodnotami Youngovho modulu pružnosti, s tým súvisí aj nízka miera ich elastickej deformácie.

Pre porovnanie sú v **Tab. 2.** uvedené stredné hodnoty modulov pružnosti niektorých materiálov. Youngov modul pružnosti závisí od kryštálovej štruktúry a od typu väzby (molekulárna, kovová, iónová, kovalentná väzba, schematicky boli zobrazené na **Obr. 2**) v danom materiáli. Materiál so silnou medziatómovou väzbou bude mať vysokú hodnotu modulu pružnosti a naopak, materiál so slabou väzbou nízku hodnotu.

**Tabuľka 2** Stredné hodnoty modulu pružnosti E (25°C) pre niektoré dôležité konštrukčné materiály.

	Priemerná hodnota modulu pružnosti, E
	GPa
<b>Guma</b>	0.0035 – 3.5
<b>Grafit</b>	6.9
<b>NaCl</b>	44.2
<b>Sklo</b>	69
<b>ZrO<sub>2</sub></b>	138
<b>Železo</b>	197
<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	304
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	380
<b>SiC</b>	414
<b>TiC</b>	462
<b>Diamant</b>	1035

Automobilový priemysel vyznačujúci sa svojou životaschopnosťou a snahou získať si zákazníka bol a je v mnohých oblastiach pionierom aplikácií nových materiálov a technológií. Do veľkej miery to platí aj o vývoji a výskume konštrukčnej keramiky do automobilového motora.

Účinnosť automobilového motora nie je vyššia ako 30 percent. Vzhľadom na to, že v princípe ide o tepelný stroj, hlavným dôvodom nízkej efektívnosti výbušného motora je veľký odvod tepla jeho chladením. Chladenie je nevyhnutné, pretože zliatiny, z ktorých je konštruovaný motor, majú nízku pracovnú teplotu. Pri výbuchu pohonnej zmesi vo výbušnej komore je teplota 800 - 1000 °C, kým teplota chladiacej zmesi je nižšia ako 100 °C. Znamená to, že chladenie spôsobuje výrazné zníženie efektívnosti výbušného motora. Predstava o adiabatickom motore pracujúcom pri vysokej teplote, ostane snom dovtedy, kým kovové materiály, ktoré majú vysokú teplotnú rozťažnosť a relatívne nízku teplotu topenia (menej ako



### Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

1000 °C), nenahradia pri konštrukcii motorov vhodnejšie materiály. Prípravou nových syntetických materiálov sa tento sen konštruktérov čoraz viac približuje realite. Medzi významných predstaviteľov syntetických materiálov patria pokročilé keramické materiály (*advanced ceramics*), ktoré sa vyznačujú vysokou tvrdosťou, oteruvzdornosťou, nízkou hustotou a nízkym koeficientom teplotnej rozťažnosti.

V súvislosti s týmito materiálmi sa do konštrukcie celokeramického výbušného motora vkladali veľké nádeje. Jeho hlavnou prednosťou mala byť vysoká pracovná teplota, ktorá by zabezpečila veľmi vysokú účinnosť. Malo ísť o motor pracujúci bez chladiaceho média. Veľa sa o konštrukcii tohto motora diskutovalo v Japonsku. V Číne ho dokonca skonštruovali. No len málo skúseností z jeho činnosti preniklo na verejnosť. Dá sa predpokladať, že tento zámer skončil pre keramiku fiaskom. Nie však úplne. Napriek tomuto neúspechu bol neskôr navrhnutý tzv. hybridný motor. Ide o motor, ktorý má veľkú časť súčiastok z rôznych keramických materiálov. Skonštruovali ho vo firme ISUZU v Japonsku, **Obr. 6**. Náhradou



**Obr. 6** Hybridný motor od firmy ISUZU.

časť motora súčiastkami z keramiky možno znížiť odvod tepla z pracovnej komory, a tým zvýšiť účinnosť hybridného motoru z 30 na 60 percent! Ide predovšetkým o tie časti motora, ktoré sú najviac tepelne a mechanicky namáhané, ako napríklad sací a výfukový ventil, hlavica turbodúchadla, hlava piestu, piestne krúžky, vnútorná stena valca, čap spájajúci piest a ojnicu.

Efekt použitia keramických častí motora ilustruje príklad keramického ventilu.

V prvom rade je keramický ventil z nitridu kremičitého ľahší ako kovový. Hustota ocele je  $7.9 \text{ kg/m}^3$ , kým hustota nitridu kremičitého je iba  $3.2 \text{ kg/m}^3$ , **Obr. 7**. Tento fakt je dôležitý pri konštrukcii kľukového hriadeľa, ktorý zabezpečuje pohyb ventilov. Vzhľadom na ich nižšiu zotrvačnú hmotnosť, môže byť aj kľukový hriadeľ a s ňou súvisiace časti motora menšie. Tým možno ušetriť 4 - 10 kg



hmotnosti motora v závislosti od počtu ventilov. Ďalšou nesporne významnou prednosťou použitia keramických ventilov je podstatné zníženie zaťaženia životného prostredia. Emisie oxidu uhoľnatého klesnú o 20 percent, emisie uhľovodíkov o 30 percent a emisie rakovinotvorného  $\text{NO}_x$  klesnú až o 80 percent. Navyše keramické ventily významne znižujú hlučnosť motora. Jeden motor s kovovými ventilmi spôsobí toľko hluku ako 12 motorov s keramickými

ventilmi! Vyššia teplota spaľovacieho procesu nemá za následok len menšie množstvo emisií, ale pozitívne ovplyvňuje aj spotrebu pohonných látok, ktorá klesne až o 5 percent. Tieto výsledky potvrdila experimentálna prevádzka 1 700 automobilov triedy C s keramickými ventilmi nemeckej firmy Daimler Benz.

Experiment sa skončil absolútnym potvrdením predností keramických ventilov. Napriek tomuto priaznivému výsledku sa však so sériovou výrobou automobilov s keramickými ventilmi v blízkej budúcnosti nepočíta. Dôvodom je cena. Keramický ventil je ešte stále oveľa drahší ako jeho kovový predchodca. No japonská firma ISUZU oznámila na tento rok sériovú výrobu a predaj hybridných motorov. Tie však predbežne nebudú montované do automobilov, ale budú slúžiť ako stacionárne turbíny produkujúce elektrickú energiu. Tento krok znamená významný prelom vyspelej keramiky do priemyselnej výroby. Je nepochybné, že ďalšie rozšírenie ich použitia nebude na seba dlho čakať.

Ďalším predstaviteľom rodiny keramických materiálov sú materiály na báze karbidu kremičitého ( $\text{SiC}$ ). Niektoré vlastnosti keramiky na báze karbidu kremičitého sú uvedené v **Tab. 3**.

Vlastnosťami sa nepatrne líšia od nitrídu kremičitého, a preto si našli v automobilovom priemysle iné uplatnenie. Ide predovšetkým o brzdne kotúče a doštičky, ktoré sú prakticky nezničiteľné. Kým doteraz používané doštičky treba každých 20 000 až 40 000 km vymeniť, v závislosti od charakteru jazdy vodiča, keramické kotúče a doštičky z karbidu kremika majú dlhšiu životnosť ako sám automobil **Obr. 8**. Brzdy typu C (keramické) predstavujú brzdový



**Obr. 7** Porovnanie hmotnosti keramického a kovového ventilu.



## Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

system s výnimočne vysoko účinnými diskami vyrobenými z keramického materiálu spevneného vláknami.

**Tabuľka 3** Vybrané fyzikálne vlastnosti SiC.

Hustota	$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	3,21
Disociačná teplota	$^{\circ}\text{C}$	2300
Youngov modul pružnosti	GPa	400-450
Pevnosť v ťahu	MPa	500
Poissonové číslo		0,16
$K_{\text{IC}}$	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	2,5 - 4,0
Tvrdosť	GPa	20 - 27
Tepelná rozťažnosť	$10^{-6}\text{ K}^{-1}$	4,5
Tepelná vodivosť	$\text{W}(\text{mK})^{-1}$	90 – 120*
Merný odpor	$\Omega\text{ cm}$	$10^5$
Max. teplota použitia	$^{\circ}\text{C}$	2100

\* pre SiC monokryštál  $490\text{ W}(\text{mK})^{-1}$



**Obr. 8** Keramický brzdový systém.

Keď sa doštičky typických diskových brzd použijú na konvenčných oceľových diskoch, generuje sa teplo. Výskumný tím spoločnosti DaimlerChrysler uvažoval, že ak sa teplovzdorné doštičky úspešne používali na kozmických lodiach, mali by byť vhodné aj pre brzdové komponenty automobilov.

Výsledkom bol vysoko účinný systém brzd C-BRAKE, ktorý využíva keramické disky. Táto inovatívna technológia, ktorá sa už využila napríklad v SLR McLaren spoločnosti Mercedes-Benz, ponúka

jedinečnú brzdnu schopnosť a odolnosť proti strate brzdnej schopnosti v prípade brzdenia pri vysokých rýchlostiach. Výnimočná tepelná odolnosť a dlhodobá trvanlivosť keramických brzd im zabezpečuje extrémne dlhú životnosť pri nízkej údržbe, pričom vôbec nekorodujú. Doplnkovou výhodou týchto high-tech brzd je, že sú ľahšie ako konvenčné oceľové verzie a teda významne prispievajú k zlepšeniu dynamických parametrov a potešenia z jazdy.

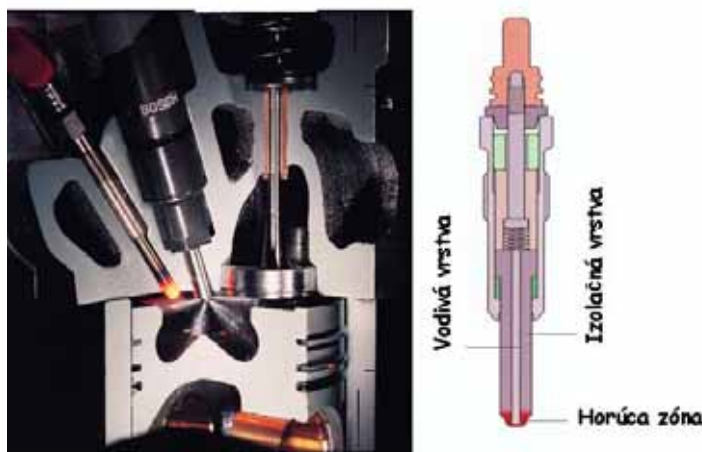


Iné uplatnenie vlákien resp. keramickej vaty karbidu kremíka je pri tlmení hluku vo výfuku. Tlmiče na báze karbidu kremíka sú až trikrát účinnejšie ako doteraz používané. Keramická zapaľovacia sviečka je ďalším významným reprezentantom keramiky v motore. Celokeramická sviečka je vyrobená z keramiky pripravenej z organometalických polymérnych prekursorov. Hlavný komponent v horúcej zóne je oxykarbidová keramika, **Obr. 9**. Takáto sviečka ma vyššiu teplotu žeravenia pri nižšom vstupnom prúde a navyše má rýchlejšiu odozvu aj pri veľmi nízkych vonkajších teplotách prostredia  $\sim -20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , má takmer nekonečnú životnosť. Trh zapaľovacích sviečok je pritom obrovský. Pre zaujímavosť, len firma BOSCH vyrába vyše milióna zapaľovacích sviečok denne.

Je teda možné pripraviť celokeramický motor? Asi nie. Realitou sú však hybridné motory s čoraz zvyšujúcim sa podielom keramických súčastí. Kým

v súčasnosti vyrábané motory obsahujú približne 15 až 20 percent keramických súčiastok, predpokladá sa nárast ich podielu až na 50 percent. Zdá sa, že budúcnosť automobilov je neodvratne spätá s vyspelou keramikou. Pre nás to znamená nádej na automobilmi nezaťažené životné prostredie.

Ďalším príkladom aplikácie konštrukčnej keramiky môže byť sústružnícky nôž vybavený keramickým rezným nástrojom, **Obr. 10**. Kým doteraz používané rezné nástroje na báze tvrdokovov sú vhodné na bežné obrábanie materiálov, nové viac efektívne technológie si vyžadujú iný prístup, pretože cena obrábania prevyšuje cenu samého materiálu.



**Obr. 9** Keramická sviečka firmy Robert Bosch.



**Obr. 10** Sústruh vybavený keramickým rezným nástrojom firmy CeramTech, Nemecko.

**Keramika ako ju nepoznáme**

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

Napríklad výroba brzdového bubna automobilu vyžaduje 15 sústružníckych operácií, z ktorých 13 sa vykonáva keramickým nástrojom. Dôvod je jednoduchý - keramické nástroje majú vyššiu životnosť a efektívnosť v porovnaní s nástrojom z tvrdokovu. Vypočítaná úspora času na výrobu jedného výrobku obrábaného keramickým rezným nástrojom je až 35 percent, čo sa prejaví poklesom celkovej ceny výrobku o 50 percent. Vzhľadom na syntetický charakter keramických rezných nástrojov možno meniť ich chemické zloženie pre konkrétny typ obrábaného materiálu, a tým zvyšovať ich efektívnosť.

Napríklad keramické rezné nástroje na báze nitridu kremičitého ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) sa používajú na obrábanie železnej zliatiny, oceľ je obrábaná reznými nástrojmi na báze oxidu hlinitého ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Ďalším extrémne tvrdým, žiaruvzdorným keramickým materiálom s nízkou hustotou je aj karbid titaničitý, (TiC). Vzhľadom je to čierny prášok s plošne centrovanou kubickou kryštálovou štruktúrou typu NaCl. Komerčne sa tiež využíva na výrobu rezných nástrojov. Bežne sa používa na prípravu cermetov (samostatná skupina materiálov, kombinácia keramiky s kovmi), ktoré sú často použité v strojoch s vysokými rýchlosťami rezania. Rezné doštičky bez obsahu volfrámu môžu byť vyrobené z cermetu z karbidu titaničitého v Ni-Co matici, čím sa podstatne zvyšuje rýchlosť rezania, precíznosť a hladkosť obrobku. Nano prášok TiC sa využíva ako oteruvzdorný materiál, ďalej na výrobu mlecích telies a výrobu taviacich téglikov. Transparentný TiC je veľmi dobrý optický materiál. Tento materiál (TiC) sa niekedy tiež nazýva ako high-tech keramika a používa sa ako ochranný štít proti teplu pri prechode raketoplánu do atmosféry. Vyleštený sa môže použiť tiež pri výrobe hodínok s odolnosťou proti poškrabaniu.

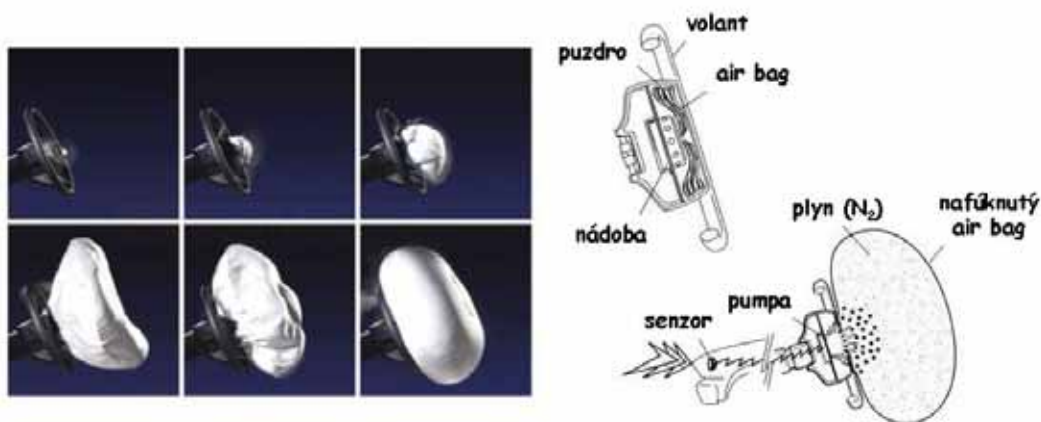
**Funkčná keramika**

Do skupiny progresívnej keramiky patrí aj *funkčná keramika*. Funkčná keramika má aktívny charakter, pod čím rozumieme zmenu jej elektromagnetických vlastností následkom zmeneného usporiadania atómov, iónov a elektrónov (zmena štruktúry) účinkom vonkajších síl, resp. polí. Patria sem materiály s magnetickými, dielektrickými, piezoelektrickými, segneto-, fero- a pyroelektrickými, odporovými, vodivými i polovodičovými vlastnosťami. Funkčná keramika je využívaná pri výrobe integrovaných obvodov, procesoch prenosu, regulácie a premeny rôznych druhov energií, najčastejšie v oblasti elektroniky a elektrotechniky, optiky a optoelektroniky. Ako príklad je možné spomenúť hutný nitrid hlinitý (AlN), ktorý sa pripravuje voľným spekaním pri teplotách 1600-1900 °C v atmosfére



dusíka. Jeho dominantné použitie je v elektrotechnickom priemysle. Od roku 1985 sa záujem výskumníkov a konštruktérov o AlN rapídne zvýšil, keďže sa začal používať ako základný substrát v mikroelektronike vďaka dobrým izolačným vlastnostiam a vysokej tepelnej vodivosti (160 W/m.K). V súčasnosti sa uvažuje aj o nitríde kremičitom pre tento druh použitia. AlN sa vo veľkej miere využíva v optoelektronike ako dielektrická vrstva v optických pamäťových médiách, ako čipová karta, kde je dôležitá práve vysoká teplotná vodivosť (elektrické motory, senzory, vysokofrekvenčné moduly, súčiastky telekomunikačných a výskumných satelitov, vojenský priemysel). Použitie AlN je obmedzené do teploty 800°C v dôsledku silnej oxidácie nad touto teplotou. Špeciálnymi technikami upravená mikroštruktúra keramiky na báze nitrídu kremičitého umožnila pripraviť substráty s tepelnou vodivosťou ~ 150 W/m.K, [4]. Prednosťou nitrídu kremičitého oproti nitrídu hlinitému je jeho lepšia odolnosť voči oxidácii ako aj vyššia pevnosť.

Ďalšími významnými reprezentantmi z rodiny funkčných keramických materiálov sú keramické materiály s perovskitovou štruktúrou, ktoré sa vyznačujú silným piezoeffectom. Piezoelektrický efekt je jav, pri ktorom v kryštalických dielektrikách (napr. kremeni) vzniká mechanickou deformáciou elektrický náboj. Naopak, elektrické pole v týchto dielektrikách vyvoláva mechanickú deformáciu. Mimoriadne intenzívne je skúmaná keramika na báze titanátu olovnato-zirkoničitého (PZT - lead zirconate titanate). Jednou zo súčasných a aktuálnych oblastí využitia tejto keramiky je opäť automobilový priemysel. Ľahko predstaviteľné je použitie keramiky na báze titanátu olovnato-zirkoničitého v airbagoch. Pri mechanickom namáhaní (náraze) dôjde u PZT keramiky k deformácii, ktorá má za následok vznik elektrického impulzu a aktivácii airbagu v kabíne motorového vozidla, **Obr. 11**.



**Obr. 11** Vznik elektrického impulzu a aktivácia airbagu v kabíne motorového vozidla.



**Keramika ako ju nepoznáme**

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

Ďalšou aplikáciou týchto materiálov je piezoelektrický vstrekovací systém pre vznetové motory. Tento systém zabezpečuje veľmi rýchlu odozvu na pokyn vodiča ako aj vysokú životnosť. V súčasnosti sú vyvíjané podobné materiály, v ktorých sa nahrádza toxické olovo inými prvkami pri zachovaní podobných vlastností.

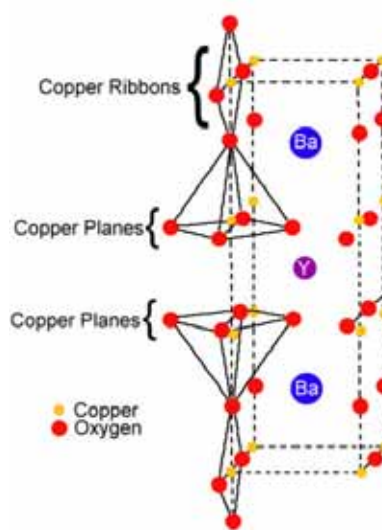
V 40-tych rokoch minulého storočia bolo zistené, že niektoré keramické materiály sa správajú ako feroelektriká a vykazujú spontánnu polarizáciu v prítomnosti elektrického poľa. Tieto materiály sú tiež zo skupiny perovskitov a sú charakterizované Curie teplotou, nad ktorou strácajú feroelektrické vlastnosti. Feroelektrické látky sa vyznačujú doménovou štruktúrou. Domény sú spontánne polarizované, navzájom hraničiace oblasti v látke. Pri vložení látky do elektrického poľa o určitej intenzite sa domény natáčajú v smere elektrického poľa a menia svoje hranice. Miera natočenia domén do smeru elektrického poľa je charakterizovaná vektorom polarizácie. Pri zmene smeru poľa na opačný sa hodnota vektora polarizácie mení podľa hysteréznej krivky. Feroelektrické látky sú vlastne nelineárne dielektriká a vykazujú veľmi vysokú hodnotu dielektrickej konštanty, a preto sa predovšetkým používajú v elektrotechnickom priemysle na výrobu kondenzátorov. Vysoká hodnota dielektrickej konštanty je nutná hlavne pri súčasných trendoch miniaturizácie elektronických súčiastok. Jedným z významných reprezentantov, ktorý vykazuje feroelektrické vlastnosti je aj keramika na báze bariumu titanátu,  $\text{BaTiO}_3$ . Štúdium vzťahu mikroštruktúry, zloženia a dielektrických vlastností je predmetom základného ako aj aplikovaného výskumu. V súčasnosti sú predmetom výskumu tuhé roztoky stroncia v báriume titanáte,  $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ .

Ďalšou významnou skupinou funkčných keramických materiálov sú vysokoteplotné supravodiče. Sú to materiály, ktoré na rozdiel od kovových supravodičov prechádzajú do supravodivého stavu (stav bez elektrického odporu) už pri teplotách kvapalného dusíka ( $T_c = 77 \text{ K} = -196 \text{ °C}$ ) kým pri kovových supravodičoch je tento stav dosiahnutý až pri teplotách kvapalného hélia ( $T_c = 4,2 \text{ K} = -269 \text{ °C}$ ). Hlavným a najviac skúmaným materiálom je keramika častokrát označovaná skratkou YBCO so zložením  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , ktorej supravodivosť bola objavená v roku 1987. Štruktúra tohto kryštálu je na **Obr. 12**, ide o vrstevnatú perovskitovú štruktúru, hranica každej vrstvy je oddelená  $\text{CuO}_4$  vrstvou. V medzivrstvách sa nachádzajú atómy bária a yttria.



Významným problémom keramických supravodičov je pomerne nízka prúdová hustota, ktorá súvisí s polykryštalickým charakterom ich mikroštruktúry. Kým samotné zrná/kryštály YBCO vykazujú vysokú prúdovú hustotu ( $10^7$  A/cm<sup>2</sup> v nulovom magnetickom poli), prítomnosť hraníc zrn tento parameter významne znižuje (zvyčajne až o dva rády). Z tohto dôvodu je výskum keramických supravodičov orientovaný na zvýšenie prúdovej hustoty polykryštalických materiálov a zjednodušenia spôsobu ich výroby. Druhý hlavný cieľ je pripraviť supravodiče s čo najvyššou kritickou teplotou prechodu do supravodivého stavu. V súčasnosti asi najštudovanejší keramický materiál s  $T_c = 32$  K = - 241 °C je diborid horečnatý, MgB<sub>2</sub>. Jeho výhodou je pomerne široká oblasť stability, jednoduchá príprava a predovšetkým vysoká prúdová hustota, až  $10^6$  A/cm<sup>2</sup> v nulovom magnetickom poli.

Vysokoteplotné supravodiče sa používajú ako vinutia vo výkonných magnetoch, ktoré sú schopné generovať vysoké magnetické polia niekoľko desiatok až stoviek Tesla. Tieto sú zväčša využívané na magnetickú levitáciu, ktorá umožňuje prekonávať gravitáciu prostredníctvom magnetického poľa. Tento efekt je využívaný napríklad pri konštrukcii železničných vozňov, ktoré počas dráhy levitujú nad povrchom koľajníc, a teda majú zanedbateľný valivý odpor, **Obr. 13**.



**Obr. 12** Štruktúra kryštálu YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> [5]



**Obr. 13** Levitujúci vlak Linimo.



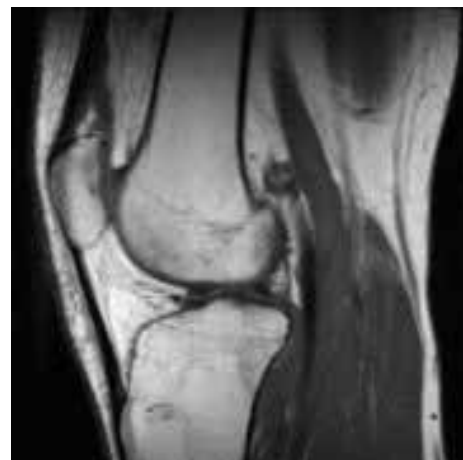
## Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

Používajú sa napríklad aj v počítačových tomografoch a prístrojoch na diagnostiku pomocou magnetickej rezonančnej spektroskopie. Supravodivé magnety umožňujú zvýšiť kontrast a kvalitu snímku, čo umožňuje presnejšiu diagnostiku, **Obr. 14**.

### Biokeramika

Biomateriály sú organické a anorganické syntetické materiály použité v medicíne na náhradu alebo obnovu mäkkých a tvrdých tkanív formou implantátov. Hlavné skupiny biomateriálov sú kovy, polyméry, keramika a kompozity. Vlastnosti biomateriálov závisia od ich aplikácie a funkcií, ktoré majú splniť v organizme po implantácii. Snaha ľudí nahradiť kostné tkanivo je tu už veľmi dávno a najznámejším príkladom je archeologický nález z Peru, kde bola objavená neolitická náhrada čelnej kosti zlatou doštičkou. Podmienkou je, aby látka vložená do živého tkaniva, ako napríklad spomenutá zlatá doštička, nebola toxická pre živé bunky, nevyvolávala zápalovú reakciu, nepôsobila mutagénne a nebola karcinogénna. Ak spĺňa túto podmienku je biokompatibilná. Podľa stupňa interakcie so živým tkanivom môžu byť tieto materiály bioinertné alebo bioaktívne (hovorí o tom index bioaktivity  $I = 100 / \text{počet dní potrebných na vytvorenie väzby medzi kostným tkanivom a polovicou povrchu implantátu}$ ). V posledných rokoch sa v tejto oblasti významne začínajú uplatňovať predovšetkým keramické materiály, ktoré úspešne napodobňujú výhody biologických materiálov. Biokompatibilita keramických materiálov je priamym výsledkom ich chemického zloženia, ktoré obsahuje ióny nachádzajúce sa bežne vo fyziologických prostrediach ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ , atď.) a tiež ióny, ktoré vykazujú minimálnu toxicitu pre tkanivá ( $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{2+}$ ). Bioinertná keramika sa používa hlavne na mechanicky namáhané aplikácie (korund, oxid zirkoničitý, zirkoničitokorundová keramika) alebo ako nízkoenergetické povlaky (pyrolitický C resp. DLC – diamond like carbon). Naopak bioaktívna keramika sa používa na mechanicky nízko-zátťažové aplikácie (napr. výplne z hydroxiapatitu  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ , a sklokeramiky) alebo ako biodegradovateľné materiály (v organizme sa



**Obr. 14** Snímka kolena z prístroja využívajúceho magnetickú rezonanciu.



rozpúšťajú a poskytujú potrebné častice na regeneráciu tvrdých ako aj mäkkých tkanív, napr. trikalcium fosfát - TCP).

Spoločným problémom všetkých *bioinertných materiálov* a z nich vyrobených náhrad kostí tkvie v tom, že sú pevnejšie ako ľudské kosti a majú podstatne vyšší Youngov modul pružnosti. V **Tab. 4** sú uvedené niektoré z fyzikálno-mechanických vlastností keramických materiálov na báze  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{ZrO}_2$  spolu s vlastnosťami kortikálnej kosti. Youngov modul pružnosti kortikálnej kosti je cca 20 GPa alebo nižší. Všetky keramické materiály používané pre mechanicky namáhané aplikácie vykazujú hodnoty medzi 200 GPa až 400 GPa.

**Tabuľka 4** Porovnanie fyzikálnych vlastností  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a PSZ biokeramiky s kortikálnou kosťou.

	<b>Keramika s vysokým obsahom <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b>	<b>PSZ</b>	<b>Kortikálna kosť</b>
<b>Zloženie (percento hmotnosti)</b>	$\text{Al}_2\text{O}_3 > 99,8$	$\text{ZrO}_2 > 97$	-
<b>Hustota (<math>\text{g/cm}^3</math>)</b>	$> 3,93$	5,6-6,12	1,6-2,1
<b>Pevnosť v ohybe (MPa)</b>	550	1200	50-150
<b>Youngov modul (GPa)</b>	380	200	7-25
<b>Lomová húževnatosť (<math>\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}</math>)</b>	5-6	15	2-12

Elastická nesúrodosť medzi kosťou (nízky Youngov modul pružnosti) a keramickým implantátom (vysoký Youngov modul pružnosti) vedie pri mechanickom namáhaní k rozdielnej deformácii kosti a implantátu, a tým v konečnej fáze k aseptickému uvoľneniu implantátu prípadne k jeho vylomeniu. Preto pri vývoji nových biomateriálov je potrebné hľadať také riešenia, aby implantáty mali podobné vlastnosti ako tkanivá, ktoré nahradia. Ak sú rozdiely vo vlastnostiach značné, tak materiál implantovaný do tkaniva významne ovplyvní jeho správanie.

Keramika na báze  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (vysokočistý, polykryštalický, jemnozrnný) a zhúževnatý  $\text{ZrO}_2$  (TZP a Mg-TZP) sú keramické materiály, ktoré sa používajú ako hlavice pri úplných náhradách bedrových kĺbov predovšetkým vďaka výborným tribologickým vlastnostiam. Oba typy keramických materiálov patria do skupiny bioinertných materiálov, ktoré nereagujú s telovými tekutinami.

Oxid hlinitý je inertný materiál, vyvoláva malú, ak nie žiadnu odozvu od okolitého tkaniva. Telo ho vníma ako cudzorodý materiál a izoluje ho vytváraním vrstvy neadherentného vláknitého tkaniva okolo implantátu. Hutný, čistý ( $> 99,5\%$ )  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  bol prvou biokeramikou, ktorá sa klinicky použila. Niektoré zubné implantáty sú zhotovené



### Keramika ako ju nepoznáme

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

z kryštalického zafíru, ale väčšina aplikácii je pripravená z jemnozrnného polykryštalického  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ku ktorému sa pridáva malé množstvo Mg (<0,5%), ktorý zabraňuje nadmernému rastu zŕn počas spekania. Hlavné použitie tejto biokeramiky je v oblasti náhrad stehenného, poprípade kolenného kĺbu. Pri náhrade stehenného kĺbu sa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  používa ako hlavica v spojení s kovovým kmeňom, **Obr. 15**. Acetabulárne lôžko, v ktorom je hlavica implantátu



**Obr. 15** Keramické hlavice stehenného kĺbu spolu s kovovým kmeňom.

kĺbu stehennej kosti uložená, je vyrobené z UHMWPE (polyetylénu s veľmi vysokou molekulovou hmotnosťou). Stupne opotrebenia  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na UHMWPE sú 20-krát menšie ako stupne opotrebenia kovu na UHMWPE, z čoho vyplýva, že dochádza k menšej produkcii tribologických úlomkov. Porézna  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramika sa môže použiť aj na náhradu veľkých častí kostí, ktoré boli odstránené z príčin, akými sú rakovina alebo

štiepna zlomenina. V tomto prípade keramika môže mať tvar prstencov, koncentrovaných okolo kovového čapu vloženého do centra chýbajúcej kosti. Pórovitosť materiálu podporuje aj infiltráciu kostného tkaniva do štruktúry oxidu hlinitého (vrastanie kostného tkaniva do pórov).

Oxid zirkoničitý PSZ (PSZ – čiastočne stabilizovaný  $\text{ZrO}_2$ ) má v porovnaní s  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vyššiu pevnosť v ohybe, lomovú húževnatosť (vysoká hodnota je dôležitá v rámci stehenných hlavíc), nižšiu hodnotu Youngovho modulu a menšiu schopnosť povrchu byť dokonale vyleštený. Výskyt tribologických úlomkov z implantátu pri opotrebení je hlavným faktorom zlyhávania náhrad stehenných kĺbov. Väčšina stehenných hlavíc je vyrobená z 97 mol.%  $\text{ZrO}_2$  a 3 mol.%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Jedná sa o tzv. TZP (tetragonálny polykryštalický oxid zirkoničitý) a ponúka lepšie mechanické vlastnosti. Stupeň opotrebenia PSZ na UHMWPE je nízky, ale dostatočne vysoký na to, aby sa objavovali tribologické úlomky pri aplikáciách. Štúdie ukázali, že hodnota koeficienta trenia medzi  $\text{Al}_2\text{O}_3$  lôžkom a  $\text{ZrO}_2$  hlavice sú oveľa menšie, ako medzi keramikou a UHMWPE a výsledné opotrebenie je medzi nimi takmer nulové.

Súčasná generácia kladie stále väčší dôraz na estetiku svojho vzhľadu, je to aj jeden z dôvodov intenzívneho výskumu v klinickej praxi používaných keramických implantátov



zubov. Keramika patrí dnes k najznámejším a najlepším materiálom v zubnej technike. Zavedením nových technológií je možné použiť oxid zirkoničitý ako základný materiál pre korunky, mostíky a teleskopy ako alternatívu zlata alebo iných materiálov. Celokeramické zuby z oxidu zirkoničitého sú biokompatibilné, a preto ich aj náš organizmus dobre znáša. Ďalej je to príjemný pocit, ktorý nie je sprevádzaný alergickými či nežiaducimi reakciami, ako sú napr. príchut' kovu alebo sfarbenie ďasien. Celokeramický chrup zo  $ZrO_2$  má podobnú svetelnú priehľadnosť ako prírodný zubný materiál. Preto sú keramické zuby na nerozoznanie od prírodných. Proces vyhotovenia umelého chrupu je riadený počítačovou technikou, čo zaručuje štandardnú kvalitu a klinickú úspešnosť.

Spoločnou charakteristikou *bioaktívnych skiel a keramiky* je ich časovo závislá kinetická modifikácia povrchu, ktorá sa objavuje okamžite po implantácii. Povrch vytvára vrstvu biologicky aktívneho hydroxyuhlíčanapatitu (HCA), ktorá zabezpečuje spojenie s tkanivom. HCA fáza, ktorá sa vytvorí na bioaktívnom implantáte, je ekvivalentná chemicky i štruktúrne minerálnej fáze na kosti.

Materiály, ktoré sú bioaktívne, rozvíjajú adherentné rozhranie s tkanivom, ktoré odoláva veľkým mechanickým silám. V mnohých prípadoch adhézna medzifázová sila (pevnosť) je rovnaká alebo väčšia ako kohézna sila implantátu alebo tkaniva naviazaného na implantovaný materiál. Biokeramika na báze fosforečnanu vápenatého sa používa v medicíne už viac ako 30 rokov. Použitie zahŕňa zubárstvo, perkutánne (kožou prenikajúce) aplikácie, ortopédiu, otorinolaryngológiu a iné. Používajú sa rôzne stupne fosforečnanov vápenatých v závislosti od toho, či je potrebný resorbovateľný alebo bioaktívny materiál. Stabilita fosforečnanu vápenatého závisí značne od teploty a prítomnosti vody, a to či už v priebehu prípravy alebo použitia. Pri teplote ľudského organizmu sú stabilné len dva fosforečnany vápenaté v kontakte s telovými tekutinami: pri  $pH < 4,2$  stabilný je  $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$  (dicalcium fosfát) a pri  $pH > 4,2$  je stabilným  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  (hydroxyapatit, HA). Pri vyšších teplotách existujú aj iné fosforečnany vápenaté:  $Ca_3(PO_4)_2$  ( $\beta$ -tricalcium fosfát, TCP) a  $Ca_4P_2O_9$  (tetracalcium fosfát). Mechanické vlastnosti fosforečnanov vápenatých významne ovplyvňujú ich aplikácie ako implantáty. Hodnoty síl v ťahu a tlaku a odolnosť materiálu voči únave závisia od pórovitosti materiálu, pričom pórovitosť môže byť prítomná v podobe mikropórov alebo makropórov. Weibullov modul HA-implantátov vo fyziologických roztokoch má nízku hodnotu, čo značí nízku spoľahlivosť počas ťahového zaťaženia. Následkom toho, klinické využitie

**Keramika ako ju nepoznáme**

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

biokeramiky na bázach fosforečnanov vápenatých môže byť v podobe: práškov, malých implantátov v strednom uchu, zubných implantátov so spevňujúcim kovom, povlakov na kovových implantátoch, bioaktívnej zložky v kompozite polymér-bioaktívna keramika a iné.

Kombináciou dvoch alebo viacerých chemicky odlišných fáz oddelených rozhraním vzniká *bioaktívny kompozitný materiál*. Z pravidla je navrhnutý tak, aby mal skombinované tie najlepšie vlastnosti tých komponentov, z ktorých je zložený. Pre biomedicínske kompozity je nevyhnutná predovšetkým kombinácia biologickej kompatibility a mechanických vlastností materiálu, teda kombinácia bioinertného materiálu s dobrými mechanickými vlastnosťami, ktorý by obsahoval bioaktívnu zložku či už na jeho povrchu alebo v jeho objeme. Biokompozity možno klasifikovať z dvoch hľadísk. Ak vezmeme maticu materiálu ako základ klasifikácie, rozlišujeme tri druhy biomedicínskych kompozitov:

- kompozit s polymérou maticou, napr. HA/HDPE (vysoko hutný PE),
- kompozit s kovovou maticou, napr. HA/Ti,
- kompozit s keramickou maticou, napr. sklo/HA.

Ak za základ delenia považujeme bioaktivitu, potom biomedicínske kompozity delíme na:

- bioinertné kompozity, napr. uhlík/uhlík,
- bioaktívne kompozity, napr. nehrdzavejúca oceľ/biosklo,
- bioresorbovateľné kompozity, napr. TCP/PHB (polyhydroxybutyrát)

Využívanie bioaktivity biokeramických častíc v kompozitoch viedlo k výskumu a následnému objaveniu nových materiálov, akými sú bioaktívny kostný cement a bioaktívne zubné materiály. Tieto nové materiály so začlenenými biokeramickými časticami môžu spôsobiť formovanie tkaniva s nimi susediaceho a nakoniec vybudovať pevnú väzbu s takto novovytvoreným tkanivom.

**Nanokeramické materiály – dvere do budúcnosti?**

Nanomateriály sú tvorené časticami s veľkosťou  $10^{-9}$  metra, čo je približne stotisícina hrúbky ľudského vlasu. Ako také umožňujú meniť správanie látok. Napríklad základné vlastnosti bežných polykryštalických betónov určujú objemové vlastnosti kamienkov a spojiva medzi nimi. Ak sa znížia rozmery kamienkov na úroveň nanočastíc, úplne sa zmenia charakteristiky betónu. Platí to pre každý polykryštalický materiál. V princípe ide o to, že zmenšením stavebných jednotiek dochádza k zmene pomeru medzi ich objemom a povrchom



v prospech zväčšenia povrchu. Vlastnosti fáz tvoriacich spojivo začnú byť určujúce. Týmto spôsobom je napríklad možné urobiť z pevného, avšak krehkého keramického materiálu pružinu, ako aj iné látky s netradičnými vlastnosťami. Nanočastice sú medzistupňom v stavebných kameňoch hmoty - atómov a molekulách - a v pevných hmotách, v ktorých atómy a molekuly tvoria viac či menej usporiadanú štruktúru. Nie sú to však ani molekuly, ani hmoty v pevnej fáze, ale usporiadané nanočastice, ktoré vykazujú celkom nové vlastnosti, v ktorých sa kovy menia na polovodiče alebo na optické materiály. Sú mysliteľné nekonečné variácie, keď z nesmierneho množstva nekovových anorganických látok sa vyrobia nanočastice a tieto prilnú do iných materiálov, ako je sklo, plasty alebo keramika. Takýmto spôsobom vznikajú nanokompozity, ktoré umožňujú vlastnosti materiálov doslova ušit' na mieru. Možnosti využitia nanomateriálov sú obrovské. Záhada samočistiacich budov spočíva v tom, že sú postavené z materiálov s nanovýbežkami, ktoré neumožnia dažďovej kvapke prilnúť na povrchu. Všetka nečistota tak stečie. Rovnakým spôsobom možno vyrobiť košeľu, na ktorej nezostanú žiadne škvrnky, keď sa poleje červeným vínom. Už v roku 1992 boli predstavené tenké priesvitné povlaky nanosené na sklo, plasty, kov a mramor. Odpudzujú nečistoty a zároveň odolávajú oteru. Priemyslovo sa už používa povlak, ktorý nanosený na okenné sklo pôsobí ako tepelný štít. Tento povlak sa pri teplote vyššej ako 1000°C mení na sklovitý materiál s vysokou pevnosťou. Použitie tohto materiálu našlo uplatnenie pri výrobe ľahkých a nerozbitných skiel s nepoškoditeľným povrchom do okuliarov. Skúmajú sa materiály, ktoré v reakcii na svetlo alebo elektrické impulzy, menia svoju priesvitnosť. Vyvíjajú sa zvlášť jemné filtre, ktoré automaticky zatvárajú svoje póry, keď zaregistrujú prítomnosť určitých plynov. Tak ako v minulých desaťročiach elektronika nahradila mechanické technológie, nanotechnológia môže v určitých oblastiach učiniť elektroniku zastaranou. Procesy, ktoré dnes vyžadujú elektronické riadenie, veľmi pravdepodobne budú kontrolované inteligentnými materiálmi. Veľmi perspektívnou oblasťou sú magnetické nanočastice, ktoré možno využiť pri liečbe nádorových ochorení. Po ich privedení k tumoru možno pomocou magnetického poľa nanočastice rozkmitať, vďaka tomu zahrievajú a lokálne ničia rakovinové bunky. Ďalším príkladom sú uhlíkové nanotrúbky. Ide o materiál, ktorý svojou pevnosťou prevyšuje všetko, čo doteraz ľudstvo poznalo.



**Keramika ako ju nepoznáme**

P. Šajgalík, M. Hnatko, Š. Lojanová

**Literatúra**

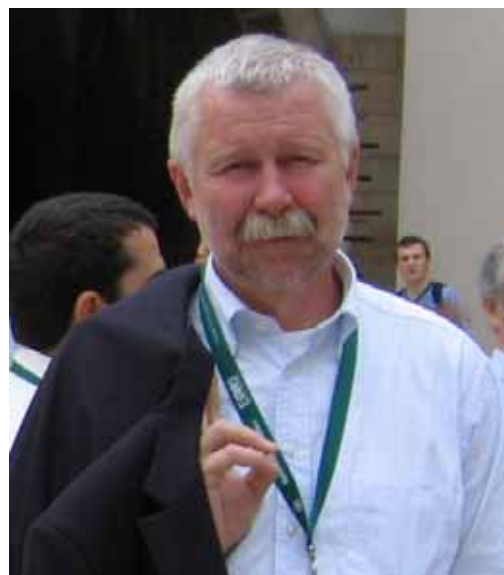
- [1] <http://www.ceramics.org>
- [2] Pánek, Z., Figuš, V., Haviar, M., Ličko, T., Šajgalík, P., Dusza, J. Konštrukčná keramika. Bratislava: R&D print, 1992, s. 45. ISBN 80-85488-00-0.
- [3] The Pyramids: An Enigma Solved: Prof. Joseph Davidovits, Frédéric Davidovits, Second Revised Edition ©2000, ISBN 2-902933-07-X.
- [4] Y. Zhou, X. Zhu, K. Hirao, Z. Lences: Sintered Reaction-Bonded Silicon Nitride with High Thermal Conductivity and High Strength, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 5 [2] 119-126 (2008).
- [5] <http://www.uploud.wikimedia.org/wikipedia/en/6/69/Ybco002.jpg>

**Prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc.**

Ústav Anorganickej Chémie  
Slovenskej Akadémie Vied  
Dúbravská Cesta 9  
845 36 Bratislava  
SLOVENSKO

<http://www.uach.sav.sk/>

Tel: +421 02 5941 0400  
Fax: +421 02 5941 0444  
e-mail: [uachsajg@savba.sk](mailto:uachsajg@savba.sk)



Profesor Pavol Šajgalík je od roku 1999 riaditeľom ÚACH SAV a zároveň vedúcim oddelenia keramiky na tomto ústave. Je odborníkom v oblasti výskumu a vývoja anorganických materiálov so špecializáciou na konštrukčnú keramiku na báze oxidov, nitridov a karbidov. Zaoberá sa štúdiom vzťahov medzi mikroštruktúrou a mechanickými vlastnosťami keramických a keramicko-kovových kompozitov, procesmi fázových transformácií a mikroštruktúrného dizajnu nových typov multifunkčných kompozitov so samodetekčnou schopnosťou. Je odborníkom v príprave hutných materiálov metódami ako: horúce lisovanie, horúce izostatické lisovanie, reakčné spekanie a iné.



**Ing. Miroslav Hnatko, PhD**

Ústav Anorganickej Chémie  
Slovenskej Akadémie Vied  
Dúbravská Cesta 9  
845 36 Bratislava  
SLOVENSKO

<http://www.uach.sav.sk/>

Tel: +421 02 5941 0415  
Fax: +421 02 5941 0444  
e-mail: [uachmiho@savba.sk](mailto:uachmiho@savba.sk)



Miroslav Hnatko, PhD je členom oddelenia keramiky na ÚACH SAV od roku 1997, kedy nastúpil na doktorandské štúdium. Názov jeho dizertačnej práce bol: „Keramické materiály na báze  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a  $\text{SiC}$  pre vysokoteplotné aplikácie“. Od roku 2002 je zamestnancom ústavu a naďalej sa venuje príprave neoxidovej keramiky. Zaoberá sa štúdiom vzťahov medzi mikroštruktúrou a mechanickými vlastnosťami keramických kompozitov, procesmi fázových transformácií a mikroštruktúrneho dizajnu týchto materiálov. Je odborníkom v príprave hutných materiálov metódami ako: horúce lisovanie a tlakové spekanie (GPS-gass pressure sintering).

---

**Ing. Štefánia Lojanová**

Ústav Anorganickej chémie  
Slovenskej Akadémie Vied  
Dúbravská Cesta 9  
845 36 Bratislava  
SLOVENSKO

<http://www.uach.sav.sk/>

Tel: +421 02 5941 0428  
Fax: +421 02 5941 0444  
e-mail: [uachlost@savba.sk](mailto:uachlost@savba.sk)



Ing. Štefánia Lojanová je doktorandkou na oddelení keramiky ÚACH SAV. Názov jej dizertačnej práce je: „Keramické nanokompozity pripravené reakciami in situ.“ Zaoberá sa štúdiom vzťahov medzi mikroštruktúrou a mechanickými vlastnosťami keramických kompozitov na báze  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , procesmi fázových transformácií a mikroštruktúrneho dizajnu týchto materiálov. Je odborníčkou v príprave hutných materiálov metódou horúceho lisovania.



## PRÍPRAVA KONŠTRUKČNEJ KERAMIKY SPEKANÍM

Pavol Šajgalík, Zoltán Lenčoš

Ústav anorganickej chémie, Slovenská akadémia vied, Dubravská cesta 9, 845 36 Bratislava

### Spekanie

Spekanie je proces, pri ktorom sa z keramických práškov pripravujú keramické materiály. Výsledné vlastnosti telesa pripraveného spekaním závisia predovšetkým od fyzikálno-chemických vlastností východiskového prášku a spôsobu prípravy. Vzhľadom na použité východiskové látky je nutné voliť "vhodné" podmienky spekania tak, aby výsledný materiál dosahoval požadované vlastnosti. Treba poznať vzťah medzi podmienkami spekania (formovanie telesa za studena, teplotný režim spekania, atmosféra v peci, jej tlak, vhodný zásyp, atď.) a mechanizmami, ktoré vedú k spájaniu individuálnych častíc prášku a vytvoreniu pevného telesa.

### Štádiá spekania

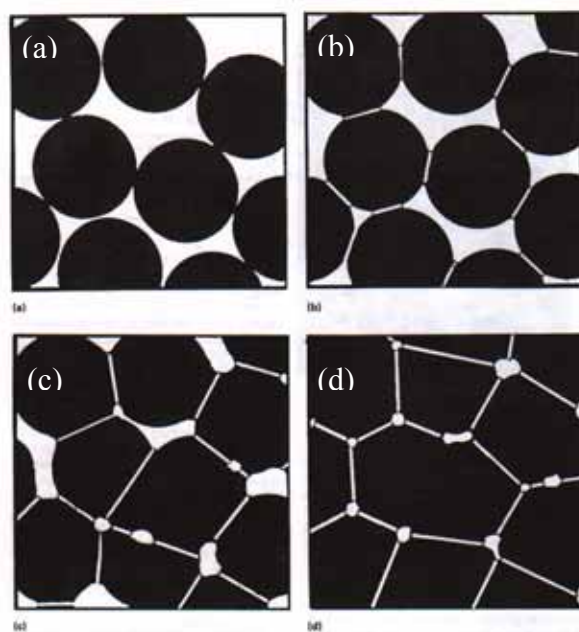
Proces spekania sa delí do štyroch štádií:

- nulté štádium spekania,
- počiatočné štádium spekania,
- stredné štádium spekania,
- konečné štádium spekania.

Štádiá spekania sú schematicky znázornené na obr. 1.

#### Nulté štádium spekania

Je to proces formovania telesa z prášku za studena. Počas tohto štádia sa formuje východisková mikroštruktúra, rozdelenie veľkosti a tvaru pórov, vytvárajú sa nové kontakty medzi časticami východiskového prášku (obr. 1a).



**Obr. 1** Štádiá spekania: a) nulté, b) počiatočné, c) stredné, d) konečné.



### Počiatkové štádium spekania

V počiatkovom štádiu je na teleso aplikovaná teplota a v prípade potreby aj tlak. Individuálne častice východiskového telesa si zachovávajú svoju identitu, formujú sa však medzi nimi krčky, ktoré ich navzájom spájajú. Za ukončenie počiatkového štádia spekania sa považuje stav, keď sa teleso zhutní približne o 5% (obr. 1b).

### Stredné štádium spekania

Do stredného štádia spekania sa počítajú zmeny do hutnosti cca 0,92, čo znamená, že teleso dosiahlo objemovú hmotnosť rovnajúcu sa 92% teoretickej hustoty východiskovej látky. V tomto štádiu spekania sa na zmene mikroštruktúry podieľa prevažne objemová a hraničná difúzia (zhutňovacie procesy), resp. rast zŕn (obr. 1c). V strednom a konečnom štádiu spekania je rozhodujúcou charakteristikou pórovitosť telesa. *Pórovitosť* je definovaná ako pomer objemu pórov v telese k celkovému objemu telesa.

### Konečné štádium spekania

Konečné štádium sa začína vtedy, keď sa póry v rohoch zŕn uzatvárajú, stávajú sa izolovanými v dôsledku pokračujúceho zhutňovania telesa (obr. 1d). Toto štádium je sprevádzané rastom zŕn, za určitých podmienok (nevhodné rozdelenie veľkosti a tvaru pórov) však môže nastať v konečnom štádiu spekania aj rast pórov.

### ***Vývoj mikroštruktúry počas spekania***

Počas spekania v kvapalnej aj v tuhej fáze sa uplatňujú mechanizmy vedúce nielen k spájaniu častíc východiskovej látky, ale aj k zmene tvaru jednotlivých častíc. Malé častice vo výlisku postupne miznú, veľké častice rastú na úkor malých, póry sa zmenšujú v dôsledku pôsobenia mechanizmov prispievajúcich k zhutneniu a v dôsledku reorganizácie častíc, ktorá je pozorovaná aj v prípade spekania v tuhej fáze. Tento mechanizmus prevláda najmä v prípade spekania v prítomnosti kvapalnej fázy. Podstatný rozdiel je v tom, že v prípade spekania v prítomnosti kvapalnej fázy zrná rastú difúziou cez kvapalnú fázu.

Rýchlosť rastu zŕn v prítomnosti kvapalnej fázy môžu ovplyvniť tri procesy:

- rozpúšťanie,
- difúzia,
- kryštalizácia.



## Príprava konštrukčnej keramiky spekaním

P. Šajgalík, Z. Lenčoš

---

### *Vplyv prísad a atmosféry na spekanie*

#### **Spekanie v tuhej fáze**

Materiály používané v konštrukčnej keramike, či už oxidové ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ) alebo neoxidové ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{AlN}$ ,  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{TiN}$  a pod.) sa vyznačujú pevnosťou a stálosťou aj pri pomerne vysokých teplotách až do  $1500^\circ\text{C}$ . Majú buď vysoké teploty topenia, alebo sa pri vysokých teplotách rozkladajú ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiC}$ ). Za účelom aktivácie procesu spekania čistého práškového materiálu, ktorý prebieha mechanizmami v tuhej fáze, teória spekania ponúka tri možnosti. Prvou je zvýšenie teploty, druhou použitie jemnejších práškov a tretou je aplikácia vonkajšieho tlaku na spekajúci systém. Keďže je spekanie v tuhej fáze energeticky veľmi náročné, málokedy vedú tieto metódy k želanému výsledku, akým je hutný keramický materiál.

#### **Spekanie v prítomnosti kvapalnej fázy**

Pojmom kvapalná fáza sa rozumie taký prídavok ku spekanému materiálu, ktorý je pri teplote spekania v kvapalnom stave. Kvapalná fáza musí pri teplote spekania svojimi vlastnosťami splňať tieto predpoklady:

musí zmáčať všetky povrchy tuhej fázy,

zrná tuhej fázy (spekaného materiálu) musia byť v kvapalnej fáze čiastočne rozpustené.

Ak by kvapalná fáza nezmáčala všetky povrchy tuhých zrn a tieto by boli vo vzájomnom kontakte, muselo by za účelom priblíženia sa stredov dvoch spekajúcich zrn dôjsť k transportu materiálu v tuhej fáze.

#### **Vplyv atmosféry**

Vplyv atmosféry na spekanie konštrukčných keramických materiálov je možné chápať komplexne v spojitosti s konkrétnym spekaným materiálom a prípadne použitým prídavkom. Oxidové materiály sa spekajú vo vzdušnej atmosfére a neoxidové v bezkyslíkovej atmosfére. Obzvlášť dôležité je presne kontrolovať parciálny tlak dusíka pri spekaní kompozitov skladajúcich sa z nitridov a karbidov (napr. kompozit  $\text{SiC} + \text{Si}_3\text{N}_4$ ), aby nedochádzalo k rozkladu keramickej matrice.

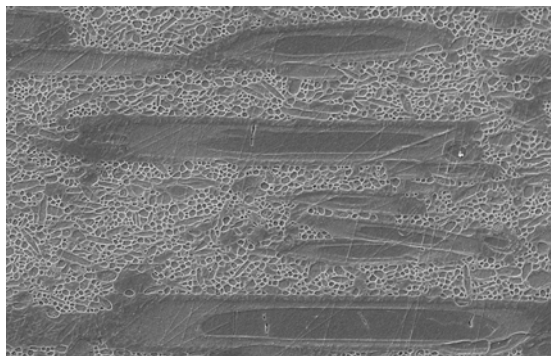


### Požiadavky na mikroštruktúru keramických materiálov

Nie je možné vytvoriť univerzálny keramický materiál, ktorý by mal vlastnosti použiteľné v širokom spektre aplikácií. Požiadavka na výslednú mikroštruktúru sa teda odvíja od predpokladanej oblasti aplikácie keramického výrobku.

Obecné požiadavky na mikroštruktúru keramických polykryštalických materiálov je možné zhrnúť nasledovne: *Optimálna mikroštruktúra zvyčajne pozostáva zo submikrónových zŕn predĺženého tvaru, s homogénne rozloženými minoritnými fázami a neobsahuje nadkritické defekty.*

Vzhľadom na to, že mikroštruktúra materiálu sa vyvíja v komplikovanom procese spekania, je nevyhnutné dokonalé poznanie fyzikálno-chemických procesov prebiehajúcich pri spekaní. Pri príprave definovanej mikroštruktúry keramických materiálov na báze nitridu kremičitého a oxidu hlinitého sa najčastejšie využíva fakt, že výsledné kryštalografické zloženie týchto materiálov zodpovedá ich vysokoteplotným modifikáciám. Je to  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  pre nitrid kremičitý a  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  pre oxid hlinitý. Pri transformácii nízokoteplotných modifikácií na vysokoteplotné modifikácie týchto látok počas procesu spekania je možné ovplyvniť



**Obr. 2** Mikroštruktúra  $\text{Si}_3\text{N}_4$  získaná očkovaním východiskovej zmesi zárodkami  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$

nukleáciu a rast novej fázy a tým aj tvar a distribúciu zŕn v mikroštruktúre. Na obr. 2 je mikroštruktúra  $\text{Si}_3\text{N}_4$  získaná očkovaním východiskovej zmesi zárodkami vysokoteplotnej  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  fázy. Dosiadnutá mikroštruktúra, pozostáva zo zŕn ihličkovitého tvaru. *Očkovanie, teplotný režim a prídavky spekania* sú najdôležitejšími prostriedkami používanými pri tvorbe definovaných mikroštruktúr. V tabuľke 1 sú tieto prostriedky vymenované.



## Príprava konštrukčnej keramiky spekaním

P. Šajgalík, Z. Lenčoš

**Tabuľka 1** Možnosti ovplyvňovania mikroštruktúry keramických materiálov

Požadovaný efekt	$\text{Si}_3\text{N}_4$	$\text{Al}_2\text{O}_3$
Predĺžené častice	očkovanie $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$	očkovanie $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ + prídavok $\text{La}_2\text{O}_3$ resp. $\text{Ce}_2\text{O}_3$
Zabránenie rastu zŕn	minimálne množstvo prídavkov spekania (< 5 hm. %) prídavok submikrónového SiC, rýchly ohrev, nízka teplota a čas spekania	spekanie bez prítomnosti kvapalnej fázy prídavok submikrónového MgO, SiC rýchly ohrev a nízka teplota a čas spekania
Podpora rastu zŕn	východiskový prášok s minimálnym obsahom $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ , vysoký objemový podiel prídavkov spekania (> 8 hm. %) vysoká teplota spekania	spekanie v prítomnosti kvapalnej fázy vysoká teplota a čas spekania
Zníženie počtu defektov	homogenizácia východiskovej zmesi za mokra sitovanie východiskového prášku spekanie v dusíkovej atmosfére	homogenizácia východiskovej zmesi za mokra sitovanie východiskového prášku

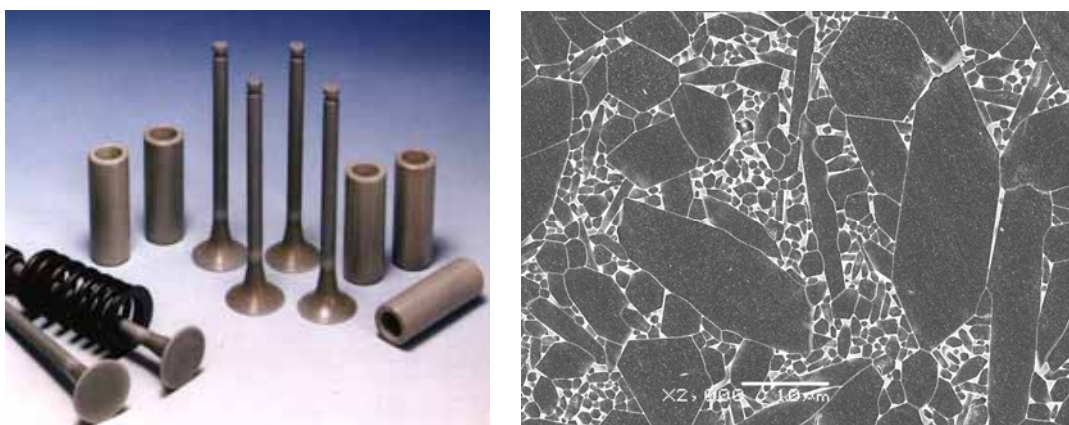
### Mikroštruktúra keramiky

Slovo mikroštruktúra je odvodené od slova štruktúra. Štruktúra je spôsob usporiadania celku (telesa) z elementárnych stavebných jednotiek. Ešte donedávna boli za základné stavebné jednotky látok považované atómy a molekuly. Nové poznatky, najmä vo fyzike elementárnych častíc, priniesli zmenu pohľadu na základné štruktúrne jednotky látok. Základnými stavebnými jednotkami látok nie sú atómy a molekuly, ale elementárne častice oveľa menších rozmerov. Tento rozvoj poznania vo fyzike spôsobil, že zaužívaná definícia pojmu štruktúra látok vzťahovaná na atómy a molekuly už v zásade nezodpovedá predstave o stavbe látok. Napriek tomu, slovo štruktúra si dodnes zachovalo svoj pôvodný význam, t.j. usporiadanie látok z atómov a molekúl. Rozvoj poznania a zjemňovanie rozmerov základných stavebných kameňov štruktúry látok sa odrazil v zavedení a používaní rôznych prívlastkov k slovu štruktúra. Vznikli nové pojmy, ktoré charakterizujú usporiadanie látky na konkrétnej rozmerovej úrovni, sú to napríklad: elektrónová štruktúra, nano-štruktúra, hyper-štruktúra, a iné, s ktorými sa stretávame v rôznych oblastiach prírodných vied.

Takýmto istým spôsobom vznikol aj pojem mikroštruktúra. Je to pojem používaný pri charakterizácii usporiadania polykryštalických materiálov, pri ktorých je základnou stavebnou



jednotkou zrno majoritnej fázy polykryštalickej látky, ktoré má zvyčajne rozmery niekoľko mikrometrov. Z uvedeného môžeme zostaviť definíciu: pod pojmom *mikroštruktúra* rozumieme objemové, priestorové a tvarové usporiadanie fáz tvoriacich polykryštalickej materiál. Fázy sa delia na majoritné a minoritné, zvyčajne sú majoritné fázy aj fázami kryštalickými. Na obr. 3 je mikroštruktúra keramického materiálu na báze nitridu kremičitého, z ktorého je vyrobený ventil do výbušného motoru. Majoritnou fázou v tomto prípade sú kryštály  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  (tmavá fáza) a minoritnou fázou nachádzajúcou sa na hraniciach zrn je oxynitridové sklo (svetlá fáza). V obecnom slova zmysle je pri vyššie uvedenej definícii mlčky predpokladané, že pod pojmom fáza sa rozumie nielen tuhá látka, ale aj plynná fáza (pór), resp. ľubovoľná iná stavebná jednotka vyplňajúca priestor v polykryštalickej materiáli. Ide predovšetkým o *defekty*, ktoré môžu mať charakter zhukov, nečistôt, nehomogenít v hustote či priestorovom usporiadaní fáz (fázová segregácia).



**Obr. 3** Mikroštruktúra keramického ventilu do výbušného motoru na báze  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Vlastnosti polykryštalickej materiálov závisia od ich mikroštruktúry. Sú to nielen mechanické vlastnosti, ale aj elektrické, tepelné, magnetické a optické. Z tohto hľadiska je mikroštruktúra kľúčovým parametrom pri syntéze týchto látok s ohľadom na vlastnosti požadované pre ich aplikácie v praxi.

Je veľa charakteristík, ktorými je definovaná mikroštruktúra keramiky. Základnými však sú:

- objemová hmotnosť,
- kvantitatívna mikroštruktúrna analýza,
- fázová analýza.





## Príprava konštrukčnej keramiky spekaním

P. Šajgalík, Z. Lenčoš

### Objemová hmotnosť

Objemová hmotnosť je jedným z najdôležitejších parametrov polykryštalických keramických materiálov pre konštrukčné aplikácie. Zvyčajná požiadavka je, aby objemová hmotnosť výrobku bola totožná/blízka teoretickej hustote keramického materiálu, tzn. výrobok by mal mať nulovú pórovitosť.

Metódy používané na meranie objemovej hustoty sú založené na Archimedovom zákone a meraní vztlakovej sily. Ako kvapalné médium sa používa voda alebo ortuť. Rovnica pre výpočet hustoty meraním vztlakovej sily vo vode je nasledovná:

$$\rho_t = (\rho_v \cdot m_0) / (m_0 - m_v)$$

kde  $m_0$  je hmotnosť vzorky na vzduchu,  $m_v$  je hmotnosť vzorky vo vode,  $\rho_v$  je hustota vody pri teplote merania, a  $\rho_t$  je objemová hmotnosť.

### Kvantitatívna mikroštruktúrna analýza

Štúdium mikroštruktúry z hľadiska kvantity (zastúpenie jednotlivých fáz, ich tvarové a priestorové rozdelenie) je na objemových vzorkách možné len na naleštených výbrusoch, ktoré sú zviditeľnené leptaním.

#### Leptanie

Leptanie je operácia nevyhnutná na zviditeľnenie mikroštruktúry keramického materiálu. Existuje množstvo postupov na leptanie keramických materiálov. V tabuľke 2 sú stručne zhrnuté postupy používané pre  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramiku.

**Tabuľka 2** Podmienky leptania  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Leptacia metóda	$\text{Si}_3\text{N}_4$	$\text{Al}_2\text{O}_3$
plazmochemicky	$\text{CF}_4 + \text{O}_2$	-
tepelne	1250 °C/vákuum	1300-1400 °C
chemicky	HPO <sub>3</sub> / 250 °C HF / 20 °C NaOH / 300-350 °C K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + NaF / 900 °C KOH + NaOH + LiOH / 200°C	HPO <sub>3</sub> / 250 °C V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> / 900 °C KHSO <sub>4</sub> / 300 °C

Mikroštruktúra je zvyčajne pozorovaná pomocou mikroskopie, vzhľadom na to, že základné stavebné jednotky tvoriace mikroštruktúru (zrná, fázy na hraniciach zrn a na styku viacerých z nich) nie sú voľným okom pozorovateľné.



### Mikroskopia

Na získanie obrazu mikroštruktúry sa používa optická a elektrónová mikroskopia. Na charakterizáciu keramických materiálov sa používa reflexná i transmisná mikroskopia.

*Optickú mikroskopiú* je možné použiť nielen na charakterizáciu tvaru jednotlivých fáz tvoriacich mikroštruktúru, ale v zásade aj na ich odlišenie. Rozlíšenie fáz pomocou optickej mikroskopie je založené na fakte, že odrazivosť rôznych látok je rôzna. Navyše absorpcia určitých častí polarizovaného viditeľného svetla umožňuje jednotlivé fázy odlišiť farebne.

*Elektrónová mikroskopia.* Princíp elektrónového mikroskopu je založený na fakte, že elektróny majú podobne ako svetlo vlnový charakter. Urýchlený elektrón interaguje so skúmanou látkou a vyvoláva mnohonásobnú odozvu tejto látky. Ide o interakcie, ktoré sú zhrnuté v tabuľke 3.

Všetky tieto reakcie skúmanej látky na dopadajúce elektróny sa dajú použiť na jej charakterizáciu, či už jej zobrazenie alebo určenie fázového zloženia.

Väčšina elektrónových mikroskopov pracujúcich v reflexnom móde (SEM - Scanning Electron Microscope, v Slovenčine REM - rastrovací elektrónový mikroskop) je vybavených detektorom RTG žiarenia. Existujú dva druhy týchto detektorov: EDX (**E**nergy **D**ispersive **X**-ray) a WDX (**W**ave **D**ispersive **X**-ray). Kým EDX meria energiu vyžiareného röntgenovského lúča, WDX určuje priamo vlnovú dĺžku RTG žiarenia. WDX pracuje na princípe difrakcie neznámeho žiarenia na známom monokryštále. WDX je schopné rozlíšiť aj veľmi ľahké častice skúmanej látky, zvyčajne je možné pomocou WDX identifikovať prvky až po bór.

**Tabuľka 3** Rastrovacia elektrónová mikroskopia (REM)

<b>Reflexný mód</b>	<b>Informácia</b>	<b>Transmisný mód</b>	<b>Informácia</b>
primárne odrazené elektróny	atómové číslo	primárne elektróny	atómové číslo
sekundárne emitované elektróny	topografia vzorky	sekundárne elasticky emitované elektróny	topografia vzorky
RTG žiarenie	fázové zloženie	RTG žiarenie	fázové zloženie
luminiscenčné žiarenie	fázové zloženie	neelasticky emitované elektróny	fázové zloženie
Augerove elektróny	fázové zloženie povrchu vzorky	-	-

V transmisnom móde pracujúca elektrónová mikroskopia (TEM - Transmission Electron Microscope) má možnosť analýzy fázového zloženia pomocou EELS (**E**lectron



## Príprava konštrukčnej keramiky spekaním

P. Šajgalík, Z. Lenčoš

---

Energy Loss Spectroscopy). Táto metóda je založená na meraní energie primárnych elektrónov, ktoré odovzdali časť svojej kinetickej energie elektrónom skúmanej vzorky (neelasticky emitované elektróny). Touto metódou je možné analyzovať rozmerovo veľmi subtílné časti vzorky. Väčšinou sa metóda EELS používa na analýzu hraníc zŕn a minoritných fáz v nich.

## Fázová analýza

### *Prášková difrakčná analýza*

Z analytického hľadiska majú najväčší význam metódy, pri ktorých röntgenové žiarenie difraktuje na polykryštalickej vzorke. Tieto metódy sa súhrne označujú ako práškové, prípadne polykryštalicke, pretože vzorka je skúmaná najčastejšie vo forme prášku. Princíp analytického využitia práškovej difrakčnej röntgenografie možno zhrnúť do nasledujúcich bodov:

- každá kryštalická látka (fáza) poskytuje svoj charakteristický práškový röntgenogram,
- v zmesi difraktuje každá fáza nezávisle, takže výsledný röntgenogram je superpozíciou röntgenogramov jednotlivých fáz a
- intenzita difrakčných línií každej z fáz je úmerná množstvu fáz v zmesi.

Najdôležitejšími aplikáciami práškovej difrakčnej metódy sú kvalitatívna a kvantitatívna fázová analýza. Analyticky využívanými veličinami sú polohy difrakčných línií, ktoré sú charakterizované medzirovinnými vzdialenosťami a intenzitami týchto línií. Okrem toho možno práškovou difrakčnou metódou skúmať rovnovážne stavové diagramy, určovať zvyškové napätia v pevných látkach, stanovovať veľkosti častíc, hrúbky povlakov, textúru materiálov atď.

### *Kvantitatívna fázová analýza*

V súčasnej dobe je popísaných takmer 10 miliónov chemických zlúčenín a tento počet sa ročne zvyšuje asi o 450 tisíc nových látok. Zatiaľ čo chemická elementárna analýza je schopná identifikovať rádovo 100 prvkov, kvalitatívna fázová difrakčná analýza rozlišuje medzi viac než 50 tisícami tabelovaných fáz. Najlepšou RTG práškovou databázou je v súčasnosti PDF (Powder Diffraction File), ktorý bol najprv v správe ASTM (American Society for Testing and Materials) a ktorý od roku 1971 spravuje a periodicky dopĺňuje JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards). Súbor obsahuje asi 55 tisíc



štandardov a každoročne pribúda presne 2000 nových štandardov. Staré údaje sú neustále preverované, doplňované a korigované. Každý štandard má pridelené číslo, tzv. JCDPS Diffraction File, ktoré je až šesťmiestne. Pod týmto číslom je uvedená súhrnná informácia: názov fázy, chemická značka, resp. vzorec, hodnoty  $d$ ,  $I$  a ďalšie dôležité kryštalografické, chemické a fyzikálne údaje vrátane literárnych odkazov. Databázu možno zakúpiť napr. na optickom disku, súčasne s jej každoročnou aktualizáciou. Na účinnú manipuláciu so súborom PDF sú vyvinuté vyhľadávacie programy.

Vzhľadom na to, že úspešnosť fázovej analýzy závisí na kvalite práškových dát štandardov (hodnotách  $d$  a  $I$ ), sú v súčasnej dobe kritériá pre ich publikovanie a zaradenie do súboru PDF veľmi náročné.

Medza detekovateľnosti fázy v zmesi je pri RTG práškovej kvalitatívnej analýze asi 5%. Je nutné však podotknúť, že RTG kvalitatívna fázová analýza má nezastupiteľnú úlohu, napr. pri štúdiu polymorfných modifikácií.

### Literatúra

1. Z. Pánek, V. Figuš, M. Haviar, T. Ličko, P. Šajgalík, J. Dusza, Konštrukčná keramika. Bratislava: R&D print, 1992, s. 45. ISBN 80-85488-00-0.
2. S.J. Scheider Jr., et al., „Ceramics and Glasses“, Engineered Materials Handbook, ASM, (1991).
3. F.L. Riley, „Silicon Nitride and Related Materials“, *J. Am. Ceram. Soc.*, 83 (2000) 245-65.
4. B.H. Mussler, W.C. Jonson, „Advanced Materials and Powders“, *Am. Ceram. Soc. Bulletin*, 6 (2000) 45-56.



## Príprava konštrukčnej keramiky spekaním

P. Šajgalík, Z. Lenčoš

---

### Ing. Zoltán Lenčoš, PhD.

Ústav anorganickej chémie  
Slovenská akadémia vied  
Dúbravská cesta 9  
845 36 Bratislava  
Slovensko

<http://www.uach.sav.sk/>

Tel.: + 421-2-59410-408

Fax: +421-2-59410-444

E-mail: [Zoltan.Lences@savba.sk](mailto:Zoltan.Lences@savba.sk)



Ing. Zoltán Lenčoš, PhD. je samostatným vedeckým pracovníkom a členom vedeckej rady ÚACH SAV.

Venuje sa príprave a charakterizácii hutnej konštrukčnej keramiky na báze  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{SiAlON}$ ov a ternárnych nitridov; príprave vrstevnatých kompozitov s multifunkčnými a samodetekčnými vlastnosťami; príprave nanokompozitov z organo - kovových prekurzorov; príprave kovo - keramických kompozitov *in situ* reakciami; príprave konštrukčnej keramiky s vysokou tepelnou vodivosťou; príprave pórovitej neoxidovej keramiky, ako aj príprave nitridovej keramiky s luminiscenčnými vlastnosťami.

---

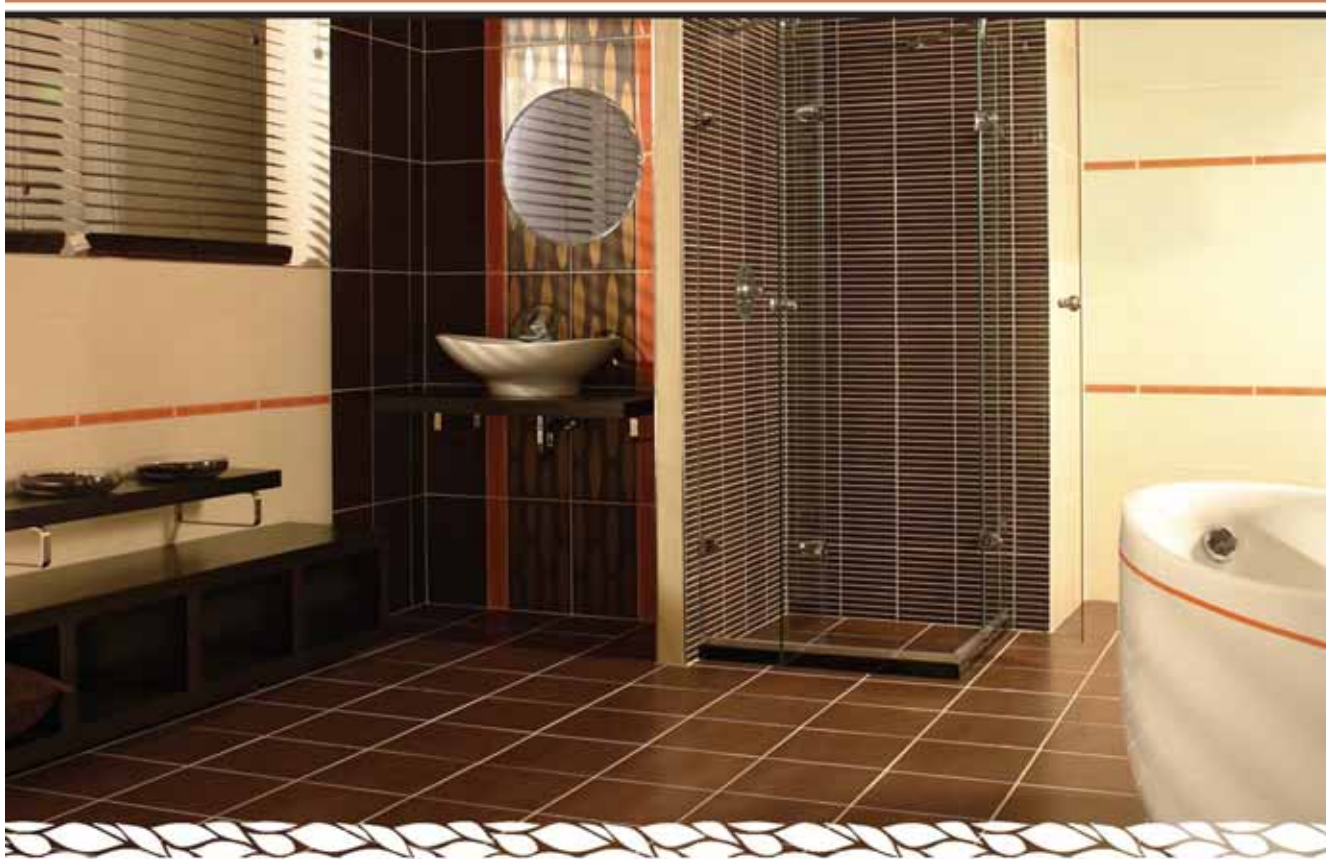


# Ciocolatta aranciata

...Stávnatá kombinácia



kerkovic collection 2008



www.kerko.sk

FREMNÉ PREDAJNE - Bratislava 02/442 57 152 Košice 055/678 28 94 Lehotka pod Brehmi 045/676 22 45 Liptovský Mikuláš 044/562 19 78  
 Lučenec 02/609 66 321 Michalovce 056/606 96 11 Nádžda 038/542 33 99 Prieľany 033/774 10 80 Prešov 051/771 02 70

Banská Bystrica IRV STAVBO 043/413 11 48 Bratislava EKSTAVMAN 02/593 82 606, DOMEYI - IN 02/642 82 148, BALMARIOT 02/381 114 82, SODULIP 03/432 010 11 Brevno BARBOT SLONKA 048/811 18 12  
 Dunajská Streda FRIEDHALD 031/602 23 94, GERMAN PLUS 031/65 60 801 Bana TONI 042/444 12 69 Košice TONEX Plus 032/773 18 03 Keľme ROBINERK 056/833 12 67, BAKIRA 055/729 83 47, KERAMKA BOHATA,  
 Kofrovník Čičmác BELAX 056/83 22 601 Martin OKER 043/423 82 10 Námestovo GARBIAR 043/502 01 02 Nitra TONEX Plus 037/606 56 60, STAVSTROJ 037/602 37 36 Nová Zámky STAVIMPEX BÉTON 035/642 44 27  
 Pustínok BRU-NOR 0903 483 200 Poprad TERMOMEDIA 098/776 71 46, TANDEM 052/787 80 07 Považská Bystrica STAVO 042/434 02 63 Prešov KERAMKA BOHATA 051/748 80 41 Púchovská KERAMAT 049/542 39 75  
 Ružomberok ORENŠTAVE 044/432 26 16, HYDRO 044/435 33 46 Senica INTERIO 034/651 68 22 Šarvaský STAVSTROJ 031/789 07 87 Spišská Nová Ves ASCONA 053/442 12 57 Sľaňka BALZORI 031/770 43 21  
 Topoľčany FRIEDHALD 031/608 21 28 Trnava KLSA 033/564 80 80 Tyrzobán GARBIAR 043/532 36 72, 043/502 01 02 Zlaté Moravce PRAMOS 037/642 87 41 Zvolen TECHNIX 045/532 40 50 Žilina SODULIP SR 041/507 30 55



## História keramiky, skla a anorganických spojív na Slovensku po častiach

### Z dejín keramiky na Slovensku (časť 2.)

#### Rudolf Kopín

Po druhej svetovej vojne nastal obrovský rozmach najmä priemyselnej, ale aj občianskej výstavby, ktorý si vyžiadal prednostne zabezpečiť stavebníctvo stavebnými látkami. Najväčšie disproporcie sa vynárali v nedostatku tzv. ušľachtilej stavebnej keramiky, ako sú keramické dlaždice, pórovinové i slinuté obkladačky, kanalizačná kamenina a sanitárna keramika. Pre riešenie tejto problematiky sa najprv vykonal geologický prieskum na zabezpečenie domácej surovinovej základne a po jeho úspešných výsledkoch došlo na Slovensku k založeniu a rozvoju výroby aj stavív tohto druhu keramiky. Pre zabezpečenie týchto zámerov došlo v roku 1961 k založeniu národného podniku Keramické závody Michalovce s dočasným sídlom vedenia podniku v Košiciach, ktoré sa po čase od roku 1966 stali aj stálym sídlom podniku. Zaregistrovaná ochranná známka podniku „KERKO“ vznikla



**Obr. 4** Pohľad na továrenské objekty keramickej a perlitovej výroby v Michalovciach v 70. a 80. rokoch 20. storočia.

z pôvodného pomenovania prvej výrobnéj kapacity stavebnej keramiky na Slovensku pod názvom „Keramokombinát Michalovce“ a nie z názvu „Keramika Košice“, ako sa to vo verejnosti rozšírilo. Pri zámerovom zabezpečovaní slovenskej surovinovej základne sa našim agilným geológom, okrem keramických surovín, podarilo nájsť aj dovtedy málo známe

perlitové suroviny, ktoré potom umožnili rozvinúť u nás aj výrobu netradičných perlitových tepelnoizolačných stavív. Bohatou investičnou výstavbou sa v priebehu pätnástich až dvadsiatich rokov vybudovala značná výrobná báza tohoto priemyselného odvetvia. Boli vystavané závody v Michalovciach, v Košiciach, v Lučenci, v Tomášovciach pri Lučenci,



v Lehôtke pod Brehmi pri Žiari nad Hronom, v Bratislave, v Lozorne, v Šaštíne-Strážach a v Šajdíkových Humenciach pri Senici.



**Obr. 5** Formovanie kameninových rúr vertikálnymi vákuovými lismi a ich automatizovaný transport na sušenie a finalizujúce vypálenie v Tomášovciach v 80. rokoch 20. storočia.

V osemdesiatych rokoch 20. storočia výrobné závody tohto podniku s počtom okolo 2 280 pracovníkov ročne vyprodukovali výrobky v hodnote 444 mil. korún, získaných z realizácie okolo 2,6 mil. m<sup>2</sup> pórovinných obkladačiek, okolo 1,4 mil. m<sup>2</sup> keramických dlaždíc, okolo 580 tis. m<sup>2</sup> glazovaných a dekorovaných dlaždíc, okolo 40 tis. ton kanalizačnej kameniny, okolo 40 tis. ton upraveného surového perlitu, okolo 335 tis. m<sup>3</sup> expandovaného perlitu, okolo 10 tis. m<sup>3</sup> hydrofobizovaného expandovaného perlitu, okolo 300 tis. m<sup>2</sup> perlitových plošných

tepelnoizolačných statív, okolo 10 tis. m<sup>3</sup> hutníckych izolačných dosiek, okolo 280 tis. ton triedených zlievarenských pieskov a okolo 490 tis. m<sup>3</sup> stavebných pieskov. Z celkovej produkcie podniku vyše 50 % sa realizovalo na zahraničných trhoch. Keramické závody Košice, od roku 1988 už ako štátny podnik, existoval až do roku 1990, kedy v rámci celospoločenskej národohospodárskej prestavby došlo k osamostatneniu závodu na výrobu pórovinných obkladačiek v Lučenci, z ktorého vznikol druhý slovenský keramický podnik s názvom Novohradská keramika, š.p., Lučenec a s názvom ochranej známky „NOVOKER“.

V roku 1990 sa v michalovskom závode Keramických závodov, š. p., Košice inštalovalo aj zariadenie na brúsenie a leštenie povrchu dlaždicových výrobkov s ročnou kapacitou 100 tis. m<sup>2</sup> leštených dlaždíc, ktoré sa dovtedy vyrábali len na štyroch miestach na svete. V roku 1991 sa v rámci čiastočnej rekonštrukcie vystavala v tomto závode nová linka





## Z dejín keramiky na Slovensku (časť 2.)

R. Kopín

---

na výrobu pórovinových obkladačiek s ročnou kapacitou výroby 1,6 mil. m<sup>2</sup>. Takto sa výroba obkladačiek dostala aj do Michaloviec. V rámci privatizácie štátnych podnikov od roku 1994 sa košický podnik stal súkromnou akciovou spoločnosťou s názvom firmy „KERKO, a. s., Košice“ a s názvom ochrannej známky „KERKO SLOVAKIA“.

Podobná zmena sa udiala aj v druhom keramickom podniku v Lučenci. Vzniknutá súkromná akciová spoločnosť prijala názov firmy a jej ochrannej známky „NOVOKER“. V roku 1996 aj NOVOKER, a. s., Lučenec obohatila svoju výrobnú kapacitu o univerzálnu výrobnú linku aj na výrobu pórovinových obkladačiek aj na výrobu keramických dlaždíc s ročnou produkciou 1,5 mil. m<sup>2</sup> obkladových stavív.

V priebehu roka 1996 sa výroba ušľachtilej stavebnej keramiky na Slovensku rozšírila aj o produkciu glazovaných a dekoračných dlaždíc a obkladačiek vo výrobní súkromnej firmy „DOMART, s. r. o., Bojnice“. Ročná produkcia tunajšej výroby sa podľa druhu objednaných obkladových stavív pohybovala od 400 tis. do 600 tis. m<sup>2</sup>, z ktorej sa značná časť aj exportovala.

Od roku 1997 produkciu ušľachtilej stavebnej keramiky na Slovensku obohatila aj ďalšia novovzniknutá privata výrobná-obchodná spoločnosť „KERAMIKA BIELA HORA, s. r. o., Michalovce“. Predmetom činnosti tejto firmy okrem povrchovo špeciálne upravených a zdobených obkladových stavív je aj výroba keramických výrobných más pre točiarenskú i odlievaciu technológiu výroby umeleckej keramiky.

Dokompletizovanie sortimentu produkcie ušľachtilej stavebnej keramiky na Slovensku, to jest aj zavedenie výroby sanitárno-hygienickej keramiky, nastalo až v prvej polovici deväťdesiatych rokov 20. storočia. Koncom roka 1993 vznikla v Bratislave privata firma „KERSAN“, ktorá vo svojej vybudovanej fabrike začala v roku 1995 s výrobou sanitárnej keramiky s dennou produkciou 2 000 kusov výrobkov. V tejto továrni pracovalo okolo 160 zamestnancov. – Prakticky súčasne v roku 1993 vznikla v Nitre firma „SANKER“, ktorá od roku 1997 vo vybudovanej fabrike taktiež zaviedla výrobu sanitárnej keramiky s ročnou kapacitou 3 500 kusov výrobkov. Sortiment výrobkov v oboch továrňach tvorili umývadlá, stĺpy, záchodové misy, nádrže, bidety, pisoáre, výlevky, drezy a príslušné doplnkové výrobky. V rámci integrácie výrobcov sanitárnej keramiky sa do konca roka 1998 nitrianska firma SANKER stala súčasťou holandského keramického koncernu SPHINX GUSTAVSBERG v Maastrichte a v ďalších rokoch existovala pod názvom „SPHINX GUSTAVSBERG



SANKER, s. r. o., Nitra“. Po tejto fúzii ďalšími investíciami nitrianska fabrika bola zväčšená a jej technologické zariadenia zmodernizované, čím sa podarilo docieľiť vysokú kvalitu výrobkov a tak, okrem domáceho, ovládnuť aj geograficky blízke zahraničné trhy.

Začiatky výroby porcelánu na Slovensku spadajú do prvej polovice päťdesiatych rokov 20. storočia. V roku 1951 bol zriadený národný podnik s názvom „Prvá slovenská porcelánka“ s dočasným sídlom vedenia v Nitre. Výstavba porcelánky sa uskutočnila v katastri obce Nové Sady – miestna časť Čab, okr. Nitra, kam sa po čase presťahovalo aj podnikové riaditeľstvo z Nitry. Plánovaná výroba technického a elektrotechnického porcelánu tu začala v roku 1955. Suroviny pre túto výrobu sa prevažne dovážali z Čiech, časť pochádzala z domácich zdrojov. V roku 1960 v rámci účelovej odvetvovej reorganizácie došlo k strate samostatnosti tohto podniku a Prvá slovenská porcelánka sa stala jedným zo siedmich závodov podniku „Elektroporcelán Louny“. V tomto období sa v čabianskej porcelánke vyrábali hlavne plášťové a plnojadrové elektroizolátory pre veľmi vysoké napätie. V rokoch 1977 až 1978 nastalo tejto fabrike rozsiahle zmodernizovanie technológie výroby, pričom sa zaviedol aj spôsob izostatického lisovania výrobkov aj počítačové riadenie výrobného procesu. Výsledkom sprogresívneho techniky a technológie bolo výrazné skrátenie trvania technologického cyklu výroby z predchádzajúcich 21 dní na 5 – 6 dní, pričom uplatnenou automatizáciou sa až na polovicu znížila prácnosť pri najťažších ručných úkonoch, znížila sa energetická náročnosť výroby, zvýšila sa rozmerová presnosť výrobkov, výrazne sa znížila nepodarkovosť a dosiahnutá vysoká kvalita výrobkov umožnila konkurencieschopnosť celej produkcie aj na náročnom svetovom trhu. V nových spoločenských podmienkach sa v roku 1990 aj Elektroporcelán Čab osamostatnil a začal znovu existovať ako samostatný štátny podnik, neskôr akciová spoločnosť „IZO ČAB“. V roku 1991 sa táto fabrika v privatizačnom procese stala súčasťou rakúskej holdingovej spoločnosti „FRAUENTHAL KERAMIK, AG“, ktorá je materskou firmou najväčšieho združenia výrobcov elektroizolátorov v Európe, známeho aj pod názvom skupina „CERAM“. Elektroporcelánka v Čabe dostala firemný názov "CERAM ČAB, a. s., Nové Sady“. Prostredníctvom tejto fúzie sa produkcii tejto slovenskej porcelánky otvorili dvere na mnohé, predtým nedostupné, zahraničné trhy. Elektroporcelánové výrobky s ochrannou známkou „CERAM SLOVAKIA“ sa stali známymi na všetkých kontinentoch, pričom sa najviac zvýšil ich export do USA. Sortiment vyrábaných elektroizolátorov bol veľmi pestrý, okolo 300



## Z dejín keramiky na Slovensku (časť 2.)

R. Kopín

---

typov, od linkových izolátorov pre nízke napätie až po plášťové a podperné izolátory pre veľmi vysoké napätie. Postupnou modernizáciou sa výroba ďalej zefektívňovala a ročná kapacita výroby sa zvýšila na cca 4 tisíc ton výrobkov vo viac ako 400 sortimentných typoch. Akciová spoločnosť CERAM ČAB získala v roku 1993, ako jedna z prvých firiem na Slovensku, aj medzinárodný certifikát za zavedený systém riadenia kvality. Koncom 20. storočia hodnota produkcie dosahovala až 300 miliónov korún pri zníženom počte už len okolo 250 pracovníkov. Úspechy akciovej spoločnosti CERAM ČAB boli v roku 1998 ohodnotené aj udelením Ceny Slovenskej republiky za kvalitu výrobkov.

Pre slovenský keramický priemysel zostalo ešte v snoch zavedenie výroby aj úžitkového porcelánu. Koncom 20. storočia existovali už vážne zámery na výstavbu aj takejto porcelánky, ale k realizácii zatiaľ z viacerých príčin nedošlo.

---



### Ing. Rudolf Kopín, CSc.

Rudolf Kopín sa narodil v roku 1931. Po maturite na gymnáziu v Michalovciach absolvoval štúdium na Chemicko-technologickú fakultu Slovenskej vysokej školy technickej v Bratislave.

S diplomom inžiniera odboru technológie keramiky, skla a maltovín nastúpil v roku 1956 ako odborný pracovník na rezortnú Priemyselnú školu tehliarsku v Batizovciach pri Poprade. V roku 1960 prešiel pracovať do Michaloviec ako člen Ministerstvom stavebníctva zriadenej odbornej skupiny pre založenie a výstavbu keramického priemyslu na Slovensku. Bol spoluzakladateľom Výskumno-vývojovej základne keramiky v Michalovciach, kam potom prešiel aj pracovať ako výskumno-vývojový pracovník a od roku 1967 až do roku 1992 bol riaditeľom tejto inštitúcie. V roku 1981 získal kvalifikačný stupeň vedeckotechnického pracovníka. Počas svojej aktívnej činnosti bol autorom vyše stovky domácich i zahraničných publikácií vrátane jedenástich patentov a vynálezov a dvoch odborných kníh.

Po odchode do dôchodku napísal „Dejiny keramiky na Slovensku od praveku po dnešok“, ktoré knižne vyšli v roku 1999. Dnes je členom Únie slovenských novinárov, pôsobí ako publicista a venuje sa aj vyhľadávaniu historických prameňov v rámci projektu „Slovenský Zemplín dávno a dnes“.



### **„Projekt 3 in 1“**

**PPC Čab, a.s.**

**Ján Roháč**

Riadenie procesov a ich zlepšovanie sa stalo v poslednom období jedným z rozhodujúcich prvkov zvyšovania výkonnosti podnikov. Prístup k zlepšovaniu procesov sa však líši od organizácie k organizácii. Niektoré si volia cestu postupného zlepšovania, napr. pomocou Kaizenu, iné volia cestu veľkých skokov – reinžiniering. Všetky tieto metódy sú všeobecne známe a zdá sa, že už nič nové sa nedá o nich povedať. Ale predsa je rozdiel uplatňovať metódy zlepšovania v procesoch s krátkou priebežnou dobou (doba medzi vstupom a výstupom) a dobou, ktorá sa počíta na týždne a v procesoch, ktoré sú ovplyvnené mnohými paradigmami. Jedným z takýchto procesov je aj výroba technického porcelánu. Súčasné turbulentné prostredie však núti aj týchto výrobcov robiť opatrenia, ktoré nie sú tradičné.

PPC Čab, a.s. je súčasťou skupiny PPC Insulators, ktorá patrí do koncernu SEVES.

PPC Čab, a.s. vyrába izolátory, ktoré sa používajú najmä na výrobu elektrických prístrojov, napr. odpojovačov, bleskoistiiek, meracích transformátorov a pod. Menšia časť výrobkov sa dodáva priamo energetickým podnikom.

Podnik má v súčasnosti vyše 300 zamestnancov, ročné tržby 600 mil. Sk pri výrobe 6500 ton. Najväčšími trhmi sú USA, Švédsko, Španielsko, Taliansko, Česko a Francúzsko.

Ak vychádzame z našej vízie: „Chceme sa stať jednou z najlepších slovenských firiem a prvou voľbou svetových nákupcov izolátorov v Európe“, ako aj z poslania: „Na základe spôsobilosti procesov budeme dodávať spoľahlivosť a zapríčiňovať spokojnosť zákazníkov, zamestnancov, akcionárov a spoločnosti“, musíme neustále zlepšovať všetky procesy.

Požiadavky na kvalitu našich výrobkov sa neustále zvyšujú, konkurencia sa zosilňuje. Ak chceme byť úspešní, treba spĺňať nároky zákazníkov a ostatných zainteresovaných strán.

Na trhu je väčší dopyt po výrobkoch s vyššími mechanickými pevnosťami a pre vyššie napäťové hladiny.

Dosiahnutie vyšších mechanických pevností výrobkov si vyžiadalo implementovať keramickú hmotu s vyššími mechanickými pevnosťami pri súčasnom skvalitnení jej prípravy.



### „Projekt 3 in 1“

Ján Roháč

---

Z tohto dôvodu sme sa rozhodli vymeniť doteraz používanú hmotu C 120 za hmotu C 130 a investovať do nových kalolisov. Pri výmene kalolisov bolo potrebné úplne odstaviť výrobu na 14 dní. Vtedy prišla na svet myšlienka opravy tunelovej pece v rovnakom čase, lebo v posledných rokoch sa vyskytli v tunelovej peci havárie zapríčinené jej zlým technickým stavom. Zároveň by bolo neefektívne udržiavať ju v chode s minimálnym výkonom.

Tak vlastne vznikol „Projekt 3 in 1“, ktorý obsahoval 3 podprojekty:

1. Výmena kalolisov,
2. Implementácia hmoty C 130,
3. Oprava tunelovej pece.

Poviete si: čo je na tom zvláštne?

Treba si uvedomiť, že tieto projekty prebiehali v rovnakom čase s cieľom minimalizovať straty spôsobené odstavením výroby.

Nie je nám známe, že by niektorá keramická fabrika realizovala projekt v takomto rozsahu.

Všetky tri podprojekty sú projektmi, ktoré obyčajne človek pracujúci v keramickom priemysle zažije len jedenkrát za život. A aby sa vykonávali v rovnakom čase, to už je skôr rarita.

Obáv sme mali naozaj dosť už aj vzhľadom na spomínané paradigmy a obmedzený potenciál ľudských a finančných zdrojov, keďže dva z týchto projektov neboli rozpočtované (zmena hmoty a oprava pece).

Bolo potrebné prekonať tieto paradigmy:

- Zloženie keramickej hmoty sa nemení skokom, ale postupne.
- Tunelová pec týchto rozmerov (užitočná šírka 1m, výška 2m, dĺžka 121m) sa nikdy nevypína. Ak sa vypne, nikto ju nedostane do pôvodného stavu.

Prekonať tieto bariéry sa dá len dobrou a systematickou prípravou celého projektu. Celý tím našich pracovníkov detailne pripravoval jednotlivé kroky projektov, zvažoval možné riziká, konzultoval s externými pracovníkmi, dodávateľmi a sesterskými organizáciami v koncerne.



### Realizácia „Projektu 3 in 1“

#### Výmena kalolisov

„Projekt 3 in 1“ štartoval výmenou kalolisov. Niekoľko mesiacov trvala príprava projektu nových kalolisov a výber dodávateľa. Odstránenie piatich starých kalolisov a postavenie dvoch nových, väčších, trvalo celkom 14 dní. Museli sme umiestniť podpornú konštrukciu do suterénu, vzhľadom na nižšiu nosnosť podlahy v mieste nových kalolisov.

Čo sa dosiahlo výmenou kalolisov?

- Zníženie ich počtu,
- zvýšenie výkonu o 20 % pri zachovanej dobe kalolisovania,
- zníženie rozptylu vlhkosti keramickej hmoty po kalolisovaní,
- odstránenie fyzickej práce (automatické vyprázdňovanie kalolisov),
- zlepšenie pracovného prostredia a bezpečnosti práce,
- jednoduchšie „prezliekanie“ kalolisov.

Slovenský dodávateľ tohto zariadenia splnil všetky naše technické požiadavky a hlavne dokázal celý projekt realizovať v dohodnutom čase. Výmena kalolisov prebehla hladko a prekročila naše očakávanie, hoci dodávateľia museli zápasit' so stiesnenými priestormi, najmä pri transporte.



Staré a nové pracovisko kalolisov



„Projekt 3 in 1“  
Ján Roháč

---

### Implementácia hmoty C 130

Implementácia hmoty C 130 sledovala dva základné ciele:

1. zvýšenie mechanickej pevnosti,
2. zníženie strát zvýšením výťažnosti (pôvodná hmota C 120 bola veľmi náchylná k tvorbe trhlín).

Postupné úpravy hmoty C 120 výmenou jednotlivých surovín, respektíve zmenou ich pomeru, nevedli k želanému efektu. Z tohto dôvodu sme sa nakoniec rozhodli pre hmotu C 130, osvedčenú v našej sesterskej fabrike v Nemecku, ktorá bola v rámci koncernu vyhodnotená ako hmota s najlepšimi parametrami. Pred konečným rozhodnutím sme uskutočnili veľa experimentov na kritických výrobkoch. Len táto etapa projektu trvala dlhšie ako 18 mesiacov. Bolo to obdobie, kedy sme naozaj maximálne vyťažili všetkých pracovníkov laboratória, lebo bez dôkladnej analýzy a poznání vlastností hmoty by sme sa neodvážili k takémuto dôležitému kroku.

Po odstavení kalolisov sme začali pripravovať už len novú hmotu C 130. Vo veľmi krátkom čase sa podarilo nájsť optimálny cyklus kalolisovania a postupne sa doladujú ostatné procesy.

Doteraz boli potvrdené naše očakávania v týchto oblastiach:

1. Zvýšila sa mechanická pevnosť hmoty na skúšobných telieskach i výrobkoch.
2. Nezaznamenali sme žiadne trhliny, ktoré zapríčiňovali podstatnú časť nepodarkovosti pri použití hmoty C 120.

### Oprava tunelovej pece

Oprava tunelovej pece bola rozdelená na tri etapy:

- vychladenie pece,
- oprava pece ,
- nábeh na teploty.

Chladienie pece trvalo 7dní po vypnutí posledného horáka. Najťažšie sa znižovali teploty pod 400°C. Obavy z toho, že pec nebude včas pripravená na opravu externou firmou sa z hodiny na hodinu zosilňovali. Museli sme použiť externé zdroje chladienia, aby sme dosiahli zníženie teplôt. Až po vychladení pece sme mohli vidieť skutočný rozsah poškodenia. Bol to zvláštny pocit poprechádzať sa po prázdnej tunelovej peci a vidieť ju



zvnútra. Naozaj sa to málokedy podarí, lebo naša pec pracovala non stop od roku 1982. Tomuto okamihu však predchádzala dôkladná príprava a zvažovanie všetkých možností so snahou zabrániť nepredvídateľným okolnostiam. Podarilo sa nám to takmer na 100%.

Po vychladnutí pece niekoľko externých firiem opravovalo výmurovku, horáky, oceľovú časť pece, prípojky horákov, elektrické rozvody, atď. Z pôvodne plánovaných 10 dní sa opravu podarilo skrátiť na 8 dní. Tento čas sme maximálne využili aj na opravu a údržbu ostatných zariadení súvisiacich s výpalom.

Najvýznamnejšie časti opravy tunelovej pece:

- Výmena oceľových tesniacich žľabov - cca 60m
- Výmena horákov v žiarovom pásme – 40ks
- Výmena oceľových traverz – 7ks
- Úprava oceľových chladičov
- Utesnenie dilatačných špár
- Nový elektrický panel a káblovanie
- Úprava vstupnej clony
- Vycentrovanie koľajníc
- Výmena predných dverí
- Očistenie stien a stropu pece

Tento zoznam nie je ani zďaleka vyčerpávajúci.

Zapálenie tunelovej pece sa uskutočnilo v deň zapálenia olympijského ohňa (8.8.2008). Táto etapa prebehla bez akýchkoľvek prekvapení. Po siedmich dňoch sme boli pripravení na zasunutie prvého výrobku do pece. Dnes môžeme povedať že tunelová pec po oprave nespôsobuje žiadne problémy a naše výrobky spoľahlivo vypaľuje.



Príklad prasknutého a vysunutého horákového bloku



Odpálené horákové úchytky





„Projekt 3 in 1“  
Ján Roháč



Opravený horák



Zdeformovaný a opravený pieskový tesniaci žľab



Zdeformovaná a opravená raverza

### **Záver**

Na „Projekt 3 in 1“ sme vynaložili cca 12 mil. Sk. Tieto peniaze, vložené do nákupu kalolisov, implementácie hmoty C 130 a opravy tunelovej pece, sa určite veľmi rýchlo vrátia. Všetci účastníci tímu sú presvedčení o užitočnosti celého projektu a majú dobrý pocit z toho, že vynaložené „nadúsilie“ nebolo márne. Mali sme možnosť zažiť niečo výnimočné, čo sa tak často neopakuje a nikto takýto komplexný projekt v našej branži nerobil. Znovu sa potvrdilo tvrdenie, že úspech projektu závisí od dobrej prípravy a dobrej komunikácie tímov. To sa u nás potvrdilo. Všetky termíny boli dodržané, spolupráca s externými organizáciami bola veľmi dobrá. Zároveň sa podarilo prelomiť aj niekoľko paradigiem, čo nás posunulo o ďalší krok vpred.



## **Pasívne domy – nová generácia stavieb**

**Eubica Šimkovicová**

Energy Concept s. r. o., Líščie údolie 68, 841 04 Bratislava

V oblasti ekologickej a ekonomickej udržateľnosti predstavuje spotreba energie budov jeden z najdôležitejších faktorov. Budovy spotrebujú približne 40% energie, pričom najväčšie nároky na energie sú spojené s vykurovaním, chladením a osvetlením. V období, kedy sú klimatické zmeny a ich dôsledky neustále analyzované v médiách a kedy vysoké náklady na energie zaťažujú spotrebiteľov, stavíme ešte stále budovy, ktoré zbytočne plytvajú energiami. Termín „pasívny dom“ sa udomácnil už aj na Slovensku. Mnoho ľudí už vie, že sú to veľmi úsporné nízkoenergetické domy, využívajúce na svoju prevádzku energiu pomocou efektívnych technológií. Pasívne domy sú ohľaduplné voči životnému prostrediu a pritom ponúkajú komfort a nadštandardnú kvalitu obytného prostredia, pomerne malé zvýšenie investičných nákladov sa vracia v prevádzkových úsporách.

### **PRINCÍP PASÍVNEHO DOMU**

- Má výborné tepelno izolačné a tesniace vlastnosti obalovej konštrukcie.
- Má mimoriadne nízku potrebu tepla na vykurovanie – do 15 kWh/ m<sup>2</sup>.a.

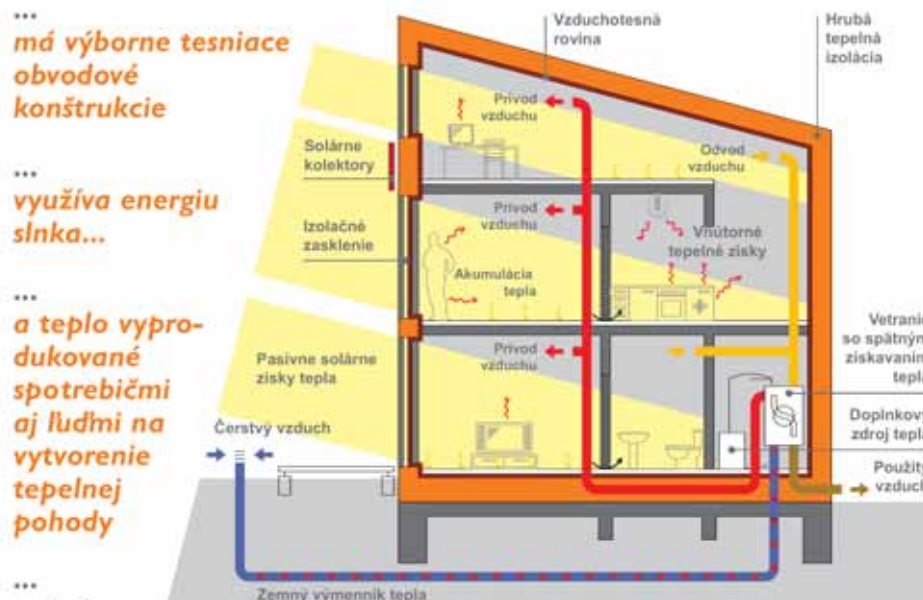
Vďaka dokonalej „obálke“ domu (výrazne hrubšej tepelnej izolácii obvodových stien, strechy i podláh, výborne izolujúcim oknám a tesnosti konštrukcie) má takýto dom mimoriadne nízku potrebu tepla na vykurovanie.

- Nepotrebuje bežný vykurovací systém, ale riadené vetranie so spätným získavaním tepla (rekuperáciou).

Nevyhnutnou súčasťou pasívnych domov je systém riadeného vetrania so spätným získavaním tepla, ktorý zabezpečuje stály prívod čerstvého vzduchu a odsávanie vzduchu vydýchaného a znečisteného. Pre názornosť na vykúrenie miestnosti s plochou 10 m<sup>2</sup> v energeticky pasívnom dome stačí tepelný výkon 100 wattov, teda výkon jednej žiarovky „stovky“ (alebo desiatich sviečok).

- Využíva energiu slnka a teplo z interných zdrojov (vyprodukované spotrebičmi a ľuďmi) na vytvorenie tepelnej pohody.
- Vyžaduje detailne prepracovaný projekt a precízne zrealizovanú stavbu.

Kvalita má prioritu! Nedoriešené konštrukčné detaily či nekvalitné prevedenie stavebných prác spôsobujú úniky tepla, ktoré sú v pasívnom dome neprijateľné.



Obr. 1 Schematické znázornenie princípu pasívneho domu

**Pri návrhu pasívneho domu treba brať do úvahy nasledovné parametre**

### Merná potreba tepla

vyjadruje, aké množstvo tepla na jednotku úžitkovej plochy treba počas roka dodať na udržanie tepelnej pohody v budove. Stanovuje sa v kilowatthodinách na meter štvorcový úžitkovej plochy za rok ( $\text{kWh/m}^2 \cdot \text{a}$ ). Na výpočet mernej potreby tepla na vykurovanie používame špecializovaný program PHPP, vyvinutý v Passivhaus Institut v nemeckom Darmstade.

### Potreba primárnej energie

je výpočtom stanové množstvo „paliva“, ktoré musí byť použité, aby sme zaistili energiu potrebnú na prevádzku budovy. Závisí od použitého energetického média – napr. na jednu kWh elektriny z verejnej siete potrebujeme zhruba 3 kWh tepelnej energie z paliva.

### Prechod vzduchu netesnosťami – neprievzdušnosť konštrukcie

zväčšuje tepelnú stratu vetraním, preto sa ho snažíme minimalizovať. Tesnosť konštrukcie ovplyvňuje intenzitu výmeny vzduchu v dome, ktorú overujeme testom simulujúcim pôsobenie vetra, tzv. BlowerDoor testom, čo umožní opraviť netesné miesta.



## Pasívne domy – nová generácia stavieb

Ľubica Šimkovicová

### Celková spotreba energie

predstavuje energiu potrebnú na prevádzku všetkých technických zariadení objektu určených na vykurovanie, ohrev vody, vetranie, osvetlenie, varenie a ostatných bežných zariadení.

### Kategórie domov podľa ročnej mernej spotreby

kategória domu	merná spotreba tepla v kWh/m <sup>2</sup> .a
STARŠIA VÝSTAVBA	cca 200
SÚČASNÉ NOVOSTAVBY	cca 100
ENERGETICKY ÚSPORNÝ DOM	50 – 70
NÍZKOENERGETICKÝ DOM	30 – 50
„TROJLITROVÝ“ DOM	15 – 30
ENERGETICKY PASÍVNY DOM	5 – 15
„NULOVÝ“ DOM	menej ako 5

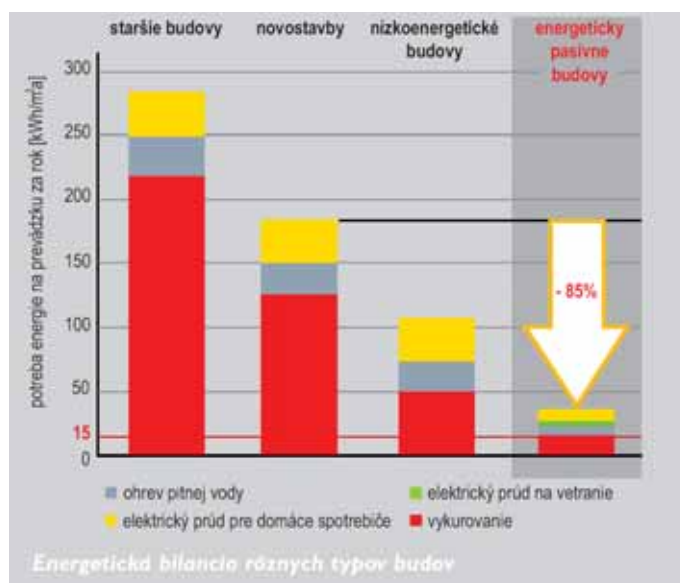
## AKO STAVAIŤ PASÍVNE DOMY

### Konštrukcie pasívnych domov

Pri stavbe pasívneho domu možno použiť všetky bežné typy nosných a obvodových konštrukcií, niektoré z nich však umožňujú splnenie špecifických nárokov pasívneho domu jednoduchšie a efektívnejšie. Obalové konštrukcie musia zabezpečiť obmedzenie prechodu tepla, obmedzenie prieniku vzduchu cez netesnosti a obmedzenie vplyvu tepelných mostov.

### Masívne konštrukcie obvodových a nosných stien

majú výhodu vo vyššej akumulačnej schopnosti, avšak ich tepelnoizolačné vlastnosti pre EPD nepostačujú. Musia sa z vonkajšej strany dopĺňať relatívne hrubou vrstvou tepelnej izolácie. Dobrú akumulačnú schopnosť majú len skutočne masívne konštrukcie. Moderná dierovaná tehla či pórobetónová tvárnica neakumulujú toľko tepla ako kameň, betón, plné či vápenno-



Obr. 2 Energetická bilancia rôznych typov budov



pieskové tehly. Masívne murivo používame len v staticky nevyhnutných rozmeroch (spravidla do 25 cm), aby celková hrúbka steny zbytočne nenarastala.

### **Ľahká drevená konštrukcia obvodových stien,**

kde takmer celú hrúbku steny tvorí tepelná izolácia, je pre pasívne domy výhodným riešením. V typickom prípade nosnosť zabezpečujú drevené stĺpiky, z vnútornej aj vonkajšej strany opláštené doskami na báze dreva, pričom priestor medzi nimi vyplňa tepelná izolácia. Akumulačnú schopnosť v týchto domoch zabezpečujú masívne podlahy, vnútorné steny a priečky. Aj montované drevostavby majú podobnú konštrukciu, len pripravenú vopred vo výrobní hale v podobe väčších panelov. Vybudovanie hornej stavby napr. rodinného domu v takom prípade trvá iba niekoľko dní. Iste nie je náhoda, že práve drevostavby predstavujú viac ako polovicu všetkých zdokumentovaných pasívnych domov v Rakúsku.

K ľahkým obvodovým konštrukciám patria aj steny zo slamených blokov – sú lacné a dobre izolujú. Ich ochranu pred poveternosťnými vplyvmi, škodcami i ohňom zabezpečujú spravidla hrubé hlinené omietky, ktoré zároveň zlepšujú akumuláciu týchto stien a „ozdravujú“ klímu vo vnútri domov, čo ocenia najmä astmatici a alergici. Slamené bloky boli použité v projektoch experimentálneho charakteru napríklad v Rakúsku a v Českej republike.

Pri výstavbe pasívnych domov sa používa aj systém tzv. strateného debnenia – najčastejšie z polystyrénových tvárnic. Umožňuje relatívne jednoduchú a rýchlu výstavbu



vyskladaním stien z tvárnic a vyplnením ich dutín betónom, avšak z hľadiska stavebnej biológie nepatrí k najvhodnejším konštrukčným systémom. Pri použití tohto stavebného systému pre EPD treba rešpektovať odporúčané riešenie detailov, inak sa nevyhneme tepelným mostom.

Obr. 3 Pasívny rodinný dom Stupava. Foto: Björn Kierulf



## **Pasívne domy – nová generácia stavieb**

Ľubica Šimkovicová

---

### **Účinná izolácia všetkých „obalových konštrukcií“ domu**

Všetky „obalové konštrukcie“ domu musia byť veľmi dobre (z pohľadu bežnej výstavby až extrémne) tepelne zaizolované. Presná hrúbka izolácie sa určuje výpočtom, pohybuje sa okolo 30 cm, v konštrukcii strechy môže byť až 40 cm hrubá a dôkladne treba zaizolovať aj podlahu k zemine či suterénu.

### **Konštrukcie striech**

majú mať podobné alebo lepšie parametre obmedzenia prechodu tepla ako steny – obvykle stačia bežné riešenia so zväčšenou hrúbkou izolácie. Vhodné sú jednoduché tvary striech, aby nepribudli ochladzované plochy a zložité detaily (napríklad zalomenia okolo vikierov). Bežné konštrukcie strešných okien nie sú pre výstavbu EPD vhodné a iste aj preto má pomerne veľa pasívnych domov plochú či pultovú strechu. Na strešnej krytine tu príliš nezáleží, riešenie s vegetačnou strechou však v lete pomáha chrániť podstrešné priestory pred prehriatím.

### **Izolácia podlahy**

V pasívnom dome sú aj malé straty tepla smerom do zemin neprijateľné, preto aj do podlahy kladieme okolo 20 cm izolácie. Zároveň však musíme vylúčiť tepelné mosty v pätách stien či stĺpov, napr. ich podložením vrstvou penového skla. Premízaníu základu bránime tepelnou izoláciou po jeho obvode.

### **Obmedzenie tepelných mostov**

je jedno z principiálnych opatrení pri návrhu EPD. Tepelný most je miesto v obalovej konštrukcii, kadiaľ uniká podstatne viac tepla, než v jeho okolí. Záleží na odbornosti projektanta a realizačnej firmy, ako vo vzájomnej spolupráci dokážu tieto slabé miesta konštrukcie vyriešiť a maximálne eliminovať.

### **Akumulačná schopnosť konštrukcií**

zmierňuje teplotné výkyvy v interiéri. Akumuláciou sa ukladá teplo do masívnej hmoty a po ochladení prostredia sa toto teplo uvoľňuje. V lete sa tak spomaľuje prehrievanie domu, v zime akumulácia napomáha pasívnemu využitiu slnečnej energie na vytvorenie tepelnej pohody.



### VÝPLŇOVÉ KONŠTRUKCIE – OKNÁ A DVERE

Kvalitné okná musia mať zasklenie aj rámy s vysokou tepelnoizolačnou schopnosťou. Zároveň musí zasklenie dobre prepúšťať energiu slnka. V zime ju potrebujeme vpustiť dovnútra, v lete, naopak, zatienením chránime interiér pred prehrievaním.

#### **Dobrá tepelnoizolačná schopnosť**

okien a zasklených stien je nevyhnutnou podmienkou dosiahnutia štandardu EPD. Súčiniteľ prestupu tepla okna (teda zasklenia a rámu spolu!)  $U_w$  by mal byť menší ako  $0,85 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$ . Pre splnenie tejto požiadavky potrebujeme izolačné trojsklá (alebo dvojsklá s vloženou izolačnou fóliou) vyplnené kryptónom alebo argónom, s  $U_g$  0,7 alebo menším. Takéto zasklenia zabezpečia vysokú kvalitu vnútorného prostredia: teplota na vnútornom povrchu okna neklesá pod  $17^\circ\text{C}$ , čo vylučuje nepríjemné sálanie chladu od zasklenia aj spád studeného vzduchu popri ňom.

Kvalitné zasklenie však nestačí. Vynikajúce parametre musia mať aj okenné rámy! Tie často predstavujú 20 až 30 % plochy okna. Ich súčiniteľ prechodu tepla  $U_f$  má byť 0,80  $\text{W/m}^2\text{K}$  alebo menej. Pre porovnanie: bežne používané rámy majú  $U$  medzi 1,60 a 2,20. Z energetického hľadiska je priaznivejšie mať čo najmenší podiel rámov: pri rovnakej ploche zasklenia je výhodnejší menší počet väčších okien, pomôžu aj prípadné pevné a bezrámové zasklenia.

#### **Poloha okna v konštrukcii**

je tiež dôležitá – všeobecne môžeme povedať, že okno v EPD sa osadzuje do roviny tepelnej izolácie. Tiež je výhodné čiastočne prekryť okenný rám tepelnou izoláciou. Ak niektoré okná navrhujeme ako neotváracie, treba pamätať na spôsob ich umývania. Samozrejmosťou je dôkladné utesnenie okna v konštrukcii pomocou špeciálnych lepiacich pásovk.

#### **Južná orientácia okien**

V zime sú dostatočne oslnené len južne orientované okná, ktoré nič netieni, preto v pasívnych domoch prevládajú južné zasklenia. Je potrebné, aby zasklenia prepúšťali do interiéru aspoň polovicu energie slnečného žiarenia – koeficient  $g$  (solárny faktor zasklenia) by teda mal byť väčší než 0,5. Potom získame počas slnečných zimných dní dokonca viac tepla, ako cez ne v noci stratíme. Slnko nás za oknom hreje, aj keď je vonku mráz.





### **Pasívne domy – nová generácia stavieb**

Ľubica Šimkovicová

---

#### **Účinné tienenie**

V lete sa snažíme tepelné zisky zo slnka znížiť, vonkajšie zatienenie okien je preto nevyhnutnosťou. Možností tienenia je viac: na južnej strane sú účinné presahy konštrukcie (strechy, balkóny, pergoly či markízy), veľmi často používame vonkajšie žalúzie (aj na východných a najmä západných fasádach). Nadmernému prehrievaniu v letných mesiacoch môže zabrániť aj rôzna kvalita zasklení podľa orientácie k svetovým stranám, napríklad „determálne“ sklá na západnej strane.

#### **Vstupné dvere**

pasívneho domu možno prirovnať k dverám na chladničke – dobre tesnia a izolujú. Zároveň musia spĺňať aj bezpečnostné a estetické požiadavky.

### **TECHNICKÉ ZARIADENIA**

#### **Riadené vetranie s rekuperáciou a vzduchotesnosť**

Vetrací systém zabezpečuje stály prívod čerstvého vzduchu. V zime je privádzaný vzduch ohrievaný teplým vzduchom, ktorý je odvádzaný z interiéru cez rekuperačný výmenník tepla. Na vykúrenie pasívneho domu potom už postačí dodať malé množstvo tepla. Aj v lete pomôže riadené vetranie udržať príjemné prostredie v dome. Aby vetranie dobre fungovalo (a aby nám prievan cez škáry nespôsobil zbytočné tepelné straty), musíme vhodnými konštrukciami a kvalitnou realizáciou stavby zabezpečiť tesnosť konštrukcie domu, ktorú overujeme BlowerDoor testom.

Riadené vetranie so spätným získavaním tepla, tzv. rekuperáciou, minimalizuje tepelné straty vetraním, ktoré sa na celkovej tepelnej strate pri bežných budovách podieľajú viac ako 40%. Odvádza odpadový vzduch a jeho teplo odovzdáva privádzanému vzduchu. Vetracia jednotka s rekuperáciou znižuje tepelné straty vetraním. Účinnosť rekuperačného výmenníka by mala byť aspoň 80%.

#### **Vetrací systém**

zároveň zabezpečuje účinné teplovzdušné vykurovanie priestorov, pasívny dom iné kúrenie nepotrebuje. Niektoré systémy využívajú aj cirkuláciu časti vetracieho vzduchu - výhodou je zlepšenie vlhkostných pomerov a rovnomerný rozvod tepla z miestnych zdrojov (kozub, preslnená miestnosť) do celého domu.



Čerstvý vzduch je do obytných miestností privádzaný jednotlivými vzduchovými potrubiami. Odpadový vzduch je zo sociálnych zariadení, kuchyne, prípadne šatníka odvádzaný cez odsávacie ventily rozvodmi uloženými v strope do vetracej jednotky. V rekuperačnom výmenníku je teplo odpadového vzduchu odovzdávané čerstvému privádzanému vzduchu, pričom nedochádza k ich vzájomnému premiešaniu. Ochladený odpadový vzduch je potom odvádzaný do exteriéru.



Obr.4: Pasívna materská škôlka vo Viedni, dole detail vzduchotechnického potrubia.  
Foto: Ľubica Šimkovicová

### **Zemný výmenník tepla**

počas vykurovacieho obdobia predhrieva čerstvý vzduch privádzaný k vetracej jednotke a slúži zároveň ako protimrazová ochrana. V lete je naopak možné využiť ho na ochladenie privádzaného vzduchu.

### **Vzduchotesnosť obalových konštrukcií**

Ak budova nie je vzduchotesná, teplo uniká všetkými netesnosťami v obvodovom plášti, čo znamená plytvanie čoraz drahšou energiou. Dokonca, aj keď sa zdá, že obvodový plášť je takmer dokonale vyhotovený, ešte stále sa v ňom nachádzajú netesnosti, voľným okom neviditeľné. Veľmi dôležité je taktiež zamedziť prieniku a kondenzácii vodných pár vo vnútri konštrukcie.

Vzduchovú nepriepustnosť obvodového plášťa budovy overujeme stanovením celkovej



Obr. 5 BlowerDoor test  
Foto: Vladimír Šimkovic



## Pasívne domy – nová generácia stavieb

Ľubica Šimkovicová

intenzity výmeny vzduchu  $n_{50}$  pri tlakovom rozdiel 50 Pa v zmysle normy STN EN 13829. Pri prirodzenom vetraní budovy sa požaduje hodnota  $n_{50} = 4,5/h$ , to znamená, že sa celkový objem testovaného priestoru vymení 4,5 krát za hodinu. V budovách s núteným vetraním je to najviac  $n_{50} = 1,5/h$ , pri nútenom vetraní so spätným získavaním tepla rekuperáciou najviac 1,0/h a v budovách sa zvlášť nízkou potrebou tepla na vykurovanie -pasívne domy najviac 0,6/h

### Test vzduchotesnosti budovy, tzv. BlowerDoor test

Test je nevyhnutný pre zistenie hodnoty intenzity výmeny vzduchu budovy  $n_{50}$ . Umožní stanoviť tepelnú stratu a návrh optimálneho systému na zabezpečenie tepelnej pohody. Intenzita výmeny vzduchu pre pasívny dom :  $n_{50} \leq 0,6 / \text{hod}$ .

BlowerDoor test umožňuje aj lokalizovať a odstrániť netesnosti ešte pred ukončením stavby, pokiaľ je ešte možné vykonať technologické či stavebné úpravy. Pomocou meracieho zariadenia sa v dome vytvorí tlakový rozdiel 50 Pa (zodpovedajúci silnému vetru), počas ktorého sa meria množstvo unikajúceho vzduchu v pomere k objemu domu za hodinu, ako aj prúdenie vzduchu cez netesnosti v plášti budovy.



Obr. 6 Meranie prúdenia vzduchu

Foto: Vladimír Šimkovic

## ZDROJE ENERGIE

Na pokrytie zvyškovej potreby tepla a na prípravu ohriatej pitnej vody môžeme využiť rôzne zdroje tepla. Prioritu majú obnoviteľné zdroje energie, ktoré prispievajú k ochrane životného prostredia.

### Solárne termické kolektory

Slúžia najmä na prípravu ohriatej pitnej vody, pričom v našej klimatickej oblasti dokážu dodať 60 až 70 % potrebného tepla. V zimnom období pri dostatku slnečného žiarenia podporia aj vykurovanie objektu.



### **Tepelné čerpadlá**

Dokážu znížiť spotrebu elektrickej energie na vykurovanie a prípravu ohriatej pitnej vody na tretinu až pätinu. Tieto zariadenia veľmi efektívne využívajú teplo prostredia – vody, pôdy alebo vzduchu. Poskytujú vysoký užívateľský komfort. Kvalita a efektívnosť tepelných čerpadiel je charakterizovaná výkonovým číslom, čo je pomer medzi dodanou elektrickou energiou a získanou tepelnou energiou.

### **Kotle na biomasu**

Vykurovanie drevom alebo drevenými briketami je pomerne bežný spôsob. Toto palivo je viac-menej všade dostupné. Novinkou sú pelety, ktoré sa vyrábajú podobne ako brikety, lisovaním suchej biomasy bez akéhokoľvek pojiva, pod vysokým tlakom.

### **Kachle a kozuby**

Využívajú obnoviteľný zdroj energie – biomasu. V pasívnom dome kvôli zachovaniu vzduchotesnosti privádzame vzduch do spaľovacej komory osobitným prívodom priamo z exteriéru. Komín musí byť tiež tesný a bez tepelných mostov pri prechode cez obvodový plášť.

### **Piecky na bioalkohol**

Zaujímavým riešením sú piecky na bioalkohol. Produktom horenia bioetanolu je len CO<sub>2</sub> a vodná para, preto tieto piecky nepotrebujú komín.

### **Solárne fotovoltaické kolektory**

Premieňajú slnečné žiarenie priamo na elektrickú energiu vďaka využitiu polovodičov najbežnejšie na báze kremíka. Aj keď je vstupná investícia zatiaľ vysoká, mnohé pasívne domy vo svete si práve touto technológiou zlepšujú svoju energetickú bilanciu. Poznáme aj domy, ktoré prebytočnú elektrickú energiu nespotrebovanú na svoju prevádzku odvádzajú do rozvodnej elektrickej siete. Fotovoltické



Obr. 7 Pasívna budova, mestský úrad v Ludesch, Rakúsko, strecha s fotovoltaickými panelmi  
Foto: Vladimír Šimkovic

**Pasívne domy – nová generácia stavieb**Ľubica Šimkovicová

---

systémy nevyžadujú priame slnečné žiarenie – vyrábajú elektrickú energiu aj pri oblačnom počasí.

**MATERIÁLY**

Vhodný výber materiálu má ďalší vplyv na zníženie spotreby energie a emisie CO<sub>2</sub> počas prevádzky budovy. Hodnotenie materiálov z ekologického hľadiska je veľmi náročné, pretože je veľa faktorov, ktorými zaťažujú okolie pri výrobe a doprave. Preto sme sa sústredili na kľúčové parametre.

**Zabudovaná primárna energia, tzv. „šedá energia“**

je to údaj, ktorý v sebe zahŕňa množstvo spotrebovanej primárnej energie, v MJ, v danom materiáli. Ide o energiu vynaloženú na získanie suroviny, výrobu a dopravu materiálu.

**Emisie CO<sub>2</sub> ekv. (potenciál globálneho otepľovania)**

Zahŕňa emisie látok prispievajúcich ku skleníkovému efektu. Kyslíčnik uhličitý sa vzhľadom k najväčším množstvám používa ako ekvivalent.

Koľko CO<sub>2</sub> merané v kg bolo uvoľnené pri výrobe materiálu? Nie každý materiál produkuje CO<sub>2</sub>. Zníženie CO<sub>2</sub> sa dá dosiahnuť napr. viazaním CO<sub>2</sub> v dreve alebo v iných dorastajúcich surovinách, ktoré počas rastu absorbovali viac CO<sub>2</sub>, ako uvoľnila napr. výroba.

**Potenciál zasírovania SO<sub>2</sub>ekv. (okyselovanie životného prostredia)**

Ako ekvivalent sa používa oxid siričitý, ale údaj zahŕňa aj ďalšie plyny podieľajúce sa na acidifikácii, predovšetkým oxid dusíka a amoniak.

Tento menej známy ale tiež dôležitý údaj nám dáva informácie o nezvratnom procese zasírovania okolia priemyslenou produkciou. Plyny reagujú a viažu sa v atmosfére s vodou a dopadajú na Zem predovšetkým v podobe kyslých dažďov. Tie následne vedú k poškodzovaniu vodných, lesných a pôdných ekosystémov, ako aj budov.

**Materiály pre nosné konštrukcie**

Ak porovnáваме rôzne masívne materiály treba si všimnúť výrazne rozdielne hrúbky materiálov potrebných pre porovnateľnú nosnú konštrukciu. Teda množstvo použitého materiálu je často rozhodujúcim faktorom. Pálená tehla, rovnako ako cement a železo v betónovej konštrukcii, má veľa zabudovanej energie. Ako pomerne dobré riešenie pre pasívne domy sa ponúkajú vápennopieskové tehly – nielen spotrebujú podstatne menej energie pri výrobe ako pálená tehla, ale svojou pevnosťou vyhovujú statickým požiadavkám aj v menších



hrúbkach. Hlina by bola ideálnym materiálom, pevnosť však získava až pri väčších hrúbkach, čo je pre pasívne domy skôr nevýhodné. Prímеси do betónu, ako napr. keramzit, mierne zlepšujú tepelný odpor betónu a znižujú vynaložené množstvo primárnej energie. Výhodou plynosilikátových tvárnic je kombinácia lepšieho tepelného odporu s pevnosťou vhodnou pre rodinné domy do výšky 2,5 poschodia.

Ako alternatíva k masívnej konštrukcii sa ponúkajú ľahké stavby z dreva. Stojková konštrukcia je nesmierne šetrná, čo sa týka množstva použitého materiálu. Výhodu dreva je, že počas rastu absorbuje veľa CO<sub>2</sub> a viaže ho v drevenej hmote – preto sú uvedené hodnoty CO<sub>2</sub> negatívne. Na druhej strane má priemyselné spracované lepené drevo pomerne vysoký obsah šedej energie na kg. Aj napriek tomu majú dobrý pomer medzi pevnosťou a váhou. Výhoda ľahkej konštrukcie je, že nosná konštrukcia v sebe môže zahrnúť aj tepelnú izoláciu a tým šetrí celkovú hrúbku konštrukcie.

Použitie jedného alebo druhého materiálu treba staticky posúdiť. Pri vyšších budovách sa iné riešenia ako armovaný betón neponúka. Vtedy treba nosnú konštrukciu minimalizovať a presadzovať využitie iných alternatívnych materiálov tam, kde to je možné.

### **Materiály pre tepelné izolácie**

Tepelné izolácie sú pre pasívne domy najdôležitejším stavebným prvkom. Na to, aby sme objektívne porovnali rôzne materiály, prepočítali sme ich na rovnakú izolačnú schopnosť  $U=0,1$ .

Vo všeobecnosti sa dá konštatovať, že kontaktná fasáda je menej vhodná ako izolácia určená na vyplnenie dutín. Pri hrúbke izolácie nad 30cm treba riešiť problém kotvenia. Niektoré izolácie sa nedajú aplikovať na veľkých fasádach kvôli požiarnej riziku. Väčšia hmotnosť kamennej vlny vedie k pomerne veľkému množstvu zabudovanej primárnej energie týchto izolácií, aj keď majú iné kladné vlastnosti ako nehorľavosť a paropriepustnosť. Výborné vlastnosti má korok, ktorý je zároveň aj CO<sub>2</sub> negatívny. Ideálne riešenie je aj izolácia z minerálnej peny, tá však na Slovensku ešte nie je dostupná.

Izolácia dutín umožňuje využitie izolačných materiálov s menšou hmotnosťou, čo má priaznivý vplyv na zabudované množstvo PE a CO<sub>2</sub>. Pri hrúbkach izolácii potrebných pre pasívne domy však treba vždy zvážiť aj spôsob kotvenia, aby izolácia v dutine časom neklesla. Nafúkaná celulóza preto vyžaduje v stenách hustotu nad 60kg, aby dlhodobo

**Pasívne domy – nová generácia stavieb**Ľubica Šimkovicová

---

nedošlo k sadaniu materiálu. Napriek tomu má z dôvodu výroby z recyklovaného materiálu priaznivé hodnoty.

Z prírodných materiálov pripadajú do úvahy ľanové a konopné izolácie, pričom konopná rastlina sa dá využívať v celosti a nevyžaduje pesticídy pri pestovaní. Vlna je veľmi zaujímavá izolácia aj preto, že dokáže viazať vlhkosť až do 1/3 vlastnej váhy a to ju robí ideálnou izoláciou do inštalačných rovín. Zároveň nepotrebuje protipožiarne úpravu. Dobré hydroskopické vlastnosti preukazujú aj ostatné izolácie z prírodných materiálov. Rôznorodý pôvod prírodných materiálov a dopravné vzdialenosti treba zväžiť osobitne.

Izolácia do podláh alebo pod základy vyžaduje zase odolnosť voči vlhkosti. V takýchto podmienkach neodporúčame použiť prírodné materiály, pokiaľ podlaha nie je zdvihnutá nad terén. Pasívne domy aj tu vyžadujú dobré izolačné vlastnosti, preto je náročne nájsť vhodné riešenie. Ponúkajú sa dve riešenia – podlahový polystyrén alebo hydrofobizovaný perlit, ak sa izoluje nad základovou doskou a penové sklo, ak sa izoluje pod základovou doskou. Drvené penové sklo môže v niektorých prípadoch viesť aj k zníženiu množstva použitého betónu pri zakladaní stavby, treba teda zhodnotiť energetickú náročnosť zakladania ako celku.

Neexistuje jednoduché riešenie – izoláciu treba zvoliť aj podľa vybranej nosnej konštrukcie a často je výhodná kombinácia aj dvoch či troch materiálov. Vtedy ale treba mať na zreteli separáciu stavebného materiálu pri likvidácii budovy.

**PROTIPOŽIARNE LÁTKY**

Do väčšiny prírodných izolačných materiálov (okrem ovčej vlny) je nutné pridať protipožiarne látku. Borax ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), ktorý je bežne používaný na tento účel sa môže nahradiť napr. síranom horečnatým. Ešte treba poznamenať, že drevovláknité dosky, celulóza a kompaktná slama nehoria dobre – na povrchu sa vytvára zuhoľnatená škrupina, ktorá aktívne bráni prístupu kyslíka a šíreniu ohňa.

**POVRCHY**

Vetranie v zime spôsobuje zníženie relatívnej vlhkosti vo vnútri budovy. Studený vzduch s relatívnou vlhkosťou 60% klesá až na 20% rel. vlhkosti pri 20°C. Priemerná rodina vyprodukuje denne asi 4-5 litrov vlhkosti, napr. sprchovaním, praním atď. Počas zimného obdobia sa však vyvetrá aj 8-10 litrov denne a rozdiel treba kompenzovať.



Väčšina prírodných materiálov má tu výhodu, že vie v sebe udržať vlhkosť – napr. drevo, hlina, vlna atď. Tieto materiály majú preto aj vysokú hodnotu tepelnej kapacity (voda má až 2,1kJ/kg/k) a v izolačnej vrstve aktívne prispievajú k predĺženiu fázového posunu (rýchlosť ktorou teplo prešľupuje cez konštrukciu).

Vnútorne povrchy, napr. z hlíny, majú schopnosť regulovať vlhkosť v dome, a ak je zabudované dostatočné množstvo vody v stavbe, je z čoho čerpať vlhkosť aj počas zimných mesiacov. Napriek tomu prichádza počas tohto obdobia k zníženiu vlhkosti v pasívnom dome, avšak v menšej miere. Preto je dôležité podľa možnosti neuzatvoriť ani drevené povrchy (namiesto laku použiť oleje).

Použiť prírodné materiály v dome je samozrejme vždy vhodné, znižujú sa emisie rôznych prchavých látok a vytvára sa zdravšia vnútorná klíma. Zároveň sa výrazne znižuje množstvo zabudovanej energie, interiér predsa len pozostáva zo stoviek m<sup>2</sup> rôznych plôch, ktoré treba upraviť.

**zdroj: Inštitút pre energeticky pasívne domy, [www.iepd.sk](http://www.iepd.sk)**





## Ocenenie diplomových prác za rok 2008

---

Slovenská silikátová vedecko-technická spoločnosť každoročne oceňuje najlepšiu záverečnú prácu študentov slovenských technických univerzít z odboru, zamerania silikátov. V roku 2008 boli prihlásené práce vypracované na Technickej univerzite v Košiciach a Slovenskej technickej univerzite v Bratislave. Cena za najlepšiu prácu za rok 2008 bola udelená Martinovi Hreusovi za prácu „Príprava MgO zo serpentinitu karbonátovou metódou“. Anotácie prihlásených prác sú uvedené nižšie.

### **Príprava MgO zo serpentinitu karbonátovou metódou**

Vzpracoval: Martin Hreus

Školiteľ: doc. Ing. Pavol Vadász, CSc.

Práca sa zaoberá prípravou čistého MgO zo serpentinitu karbonátovou metódou. Pozornosť je venovaná tepelnej úprave serpentinitu z kinetického hľadiska a lúhovaniu v kyseline uhličitej. Cieľom bolo stanoviť optimálne podmienky tepelného spracovania serpentinitu a stanoviť časovú závislosť lúhovania na výťažnosť oxidu horečnatého. Práca tiež obsahuje technologický postup prípravy MgO.

### **Vplyv fosforečnanov vápenatých na vznik alitu v Portlandskom slinku**

Diplomant: Bc. Tomáš Ifka

Vedúci DP: doc. Dr. Ing. Martin T. Palou

Práca sa zaoberala vplyvom prítomnosti fosforečnanu vápenatého na vznik alitu v Portlandskom slinku z pohľadu využitia odpadov, konkrétne mäsovokostnej múčky, ako alternatívnych zdrojov energie (palív). Jedným z problémov je relatívne vysoký obsah  $P_2O_5$ , obsiahnutý v popole prevažne v podobe fosforečnanu vápenatého. Tento má tendenciu stabilizovať dikalciumsilikát a tým znižovať jeho schopnosť reagovať s voľným vápnom za vzniku alitu. Vplyv fosforečnanu vápenatého bol skúmaný chemickou analýzou (stanovenie voľného vápna), RTG-fázovou analýzou, elektrónovou mikroanalýzou a IČ spektroskopiou v závislosti od teploty výpalu modelového systému. Z výsledkov vyplýva, že s rastúcou teplotou výpalu (do  $1400^\circ\text{C}$ ) klesá obsah voľného vápna vo všetkých vzorkách pripraveného slinku v dôsledku reakcie v tuhej fáze. Nad teplotou  $1450^\circ\text{C}$  dochádza naopak k nárastu obsahu voľného vápna. Taktiež bolo zistené, že so zvyšovaním teplotou výpalu sa zvyšuje reaktivita surovinovej múčky.



### **Oddelenie keramiky, skla a cementu na FCHPT STU v Bratislave**

Predstavujeme Vám Oddelenie keramiky, skla a cementu – súčasť Ústavu anorganickej chémie, technológie a materiálov (ÚAČHTM), Fakulty chemickej a potravinárskej technológie STU v Bratislave

#### **Z histórie pracoviska**

Pracovisko vzniklo v roku 1965 vyčlenením z Katedry anorganickej technológie ako Katedra chemickej technológie silikátov. V roku 1991 bol jeho názov zmenený na Katedru keramiky, skla a cementu, na ktorej pôsobili také významné osobnosti, ako napríklad prof. Jozef Matejka, prof. Ing. Dr. Vladimír Šiške a prof. Ing. Viktor Jesenák, CSc.

V súčasnosti je vedúcim oddelenia doc. Ing. Miroslav Jamnický, PhD a riaditeľom ÚAČHTM je prof. Ing. Pavel Fellner, DrSc.

**Štúdium na FCHPT STU** je trojstupňové. Podrobné študijné programy možno nájsť na webovej stránke fakulty: <http://www.fchpt.stuba.sk/>. Naše zameranie možno študovať, ak si študent vyberie študijný program chemické technológie, a v rámci neho príslušnú kombináciu voliteľných predmetov. Je dôležité poznamenať, že študenti, ktorí majú záujem o prehĺbenie vedomostí v danom vednom odbore pokračujú obvykle v 3. stupni vysokoškolského štúdia – v doktorandskom štúdiu, ktoré má naša fakulta akreditované v 19. študijných odboroch.

Z celkového počtu viac ako tisíc absolventov katedry – oddelenia keramiky, skla a cementu ukončilo za celú históriu jej existencie túto formu štúdia už takmer 50 inžinierov, viacerí aj zo zahraničia (India, Vietnam, Alžírsko, Čad).

#### **O pár mesiacov sa študenti – nastávajúci maturanti budú rozhodovať, na akú vysokú školu si podajú prihlášku. Prečo by sa mali rozhodnúť práve pre našu fakultu, prípadne náš študijný program?**

Napriek názvu pracoviska nepripravujeme študentov len pre uplatnenie v oblasti silikátov, ale aj pre aktuálne technológie, ktoré sú nevyhnutné pri príprave materiálov nových generácií, biomateriálov (bioimplantáty, náhrady kĺbov pre humánnu medicínu), nanokompozitov, nových anorganických spojív. Snažíme sa našich študentov pripraviť a vychovávať tak, aby pochopili vzťah medzi štruktúrou a vlastnosťami anorganických materiálov, čo považujeme pre ich budúcu – nielen výskumnú prácu – za veľmi dôležité.

#### **Aké je využitie materiálov, s ktorými sa počas štúdia bližšie oboznámia – s ich vlastnosťami a teoretickými a technologickými princípmi ich prípravy, respektíve výroby?**

Jedným z odvetví je stavebníctvo, v ktorom sa spotrebúva veľa silikátového materiálu, a to nielen tradičného cementu alebo vápna. V dnešnej dobe sa využívajú aj novodobé materiály, ktorých je veľký sortiment, napr: omietkové zmesi, tmely, špárovacie hmoty, atď. V minulosti, ale hlavne teraz sa práve v tejto oblasti priemyslu často využívajú druhotné



## Vzdelávanie a výskum v oblasti silikátov

---

suroviny a alternatívne palivá. Pretože ide o energeticky pomerne náročné odvetvia (výroba anorganických spojív, skla, alebo keramiky), v ktorých sa používajú teploty viac než tisíc stupňov, treba aj tu hľadať cesty, ako túto náročnosť znižovať. Naši absolventi nachádzajú uplatnenie aj v týchto oblastiach, a to ako výskumní pracovníci pri znižovaní energetickej záťaže tejto výroby.

### **Sú možnosti uplatnenia absolventov na pracovnom trhu dostatočné?**

Naši absolventi nachádzajú široké pracovné príležitosti nielen vo veľkých cementárňach, v sklárňach a keramických závodoch. Popri výrobe špeciálnych materiálov, taktiež klasických výrobkov ako je úžitkové sklo a úžitková keramika, práve takzvaná konštrukčná - progresívna keramika sa nevyrába vo veľkých závodoch, ale väčšinou sa realizuje v menších firmách, prípadne vo výskumných ústavoch. Podobne aj otázka biokeramiky - je to vývoj a výroba v malom, dá sa povedať presne na mieru pacientovi, čiže je to takmer laboratórna výroba. V tejto oblasti sa skúma využitie nových materiálov novými technikami. Takže naši absolventi majú uplatnenie aj v tejto oblasti. Veľa absolventov pracuje aj v oblasti školstva, vo výskume - na SAV, v rôznych analytických laboratóriách. Je zaujímavé, že pomerne veľký počet absolventov pracuje v oblasti životného prostredia, čo súvisí s už spomenutou problematikou využívania druhotných surovín a likvidáciou toxických odpadov, s ktorými sa pracovníci oddelenia a študenti v rámci svojich projektov tiež zaoberajú.

### **Spolupráca s priemyslom?**

Rovnako ako samotný ústav, aj oddelenie má dobré kontakty s väčšinou výrobných závodov v oblasti keramiky, skla a cementu na Slovensku. Naši študenti absolvujú pravidelne exkurzie po jednotlivých výrobných závodoch, v ktorých môžu vidieť aj zavádzanie progresívnych technológií. Sú to napríklad sklárne Trnave, v Lednických Rovniach, v Nemšovej, cementárne v Ladcoch, v Rohožníku a v mnohých ďalších závodoch a výskumných ústavoch. Spolupracujeme aj s Výskumným ústavom jadrových elektrární pri uskladňovaní jadrového odpadu. Spolupráca s priemyslom vyústila okrem riešenia technických a technologických problémov v jednotlivých závodoch aj do podpory praxí a diplomových prác. Vďaka prístrojovému vybaveniu má oddelenie bohatú spoluprácu pri riešení akútnych problémov v rôznych oblastiach, napríklad v stavebníctve, pri aplikácii rôznych prísad a hodnotenia ich vplyvu na vlastnosti a pod.

**Prístrojové vybavenie** pre svoju výskumnú prácu ako aj výučbu teda máme, prípadne sme spoluvlastníkmi prístrojov, ktoré sú umiestnené na iných pracoviskách, ako napr. na SAV. Prístroje na skúmanie mikroštruktúry, štruktúry, ďalších niektorých vlastností, ktoré sú nevyhnutné pre výskum vlastníme. Máme aj unikátne pece na výpal materiálov pri teplotách do 1800 °C. Z prístrojov, ktoré vlastníme, uvádzame napríklad: RTG difrakčný –práškový-analyzátor, rtg-mikroanalyzátor, riadkovací elektrónový mikroskop, prístroje na skúmanie termických vlastností látok, kalorimetre, UV-VIS spektrometer, žiarový mikroskop ako aj prístroje na sledovanie reologických vlastností materiálov.



**Spolupráca školy – oddelenia - so zahraničím je pre študentov tiež veľmi zaujímavá. Mnohí sa zaujímajú, či sa v priebehu štúdia môžu dostať do zahraničia na stáž, prípadne na nejaký vzdelávací pobyt.**

V minulom období niektorí naši študenti chodili na zahraničné stáže, kde napríklad vypracovávali časť svojej diplomovej práce. Naši doktorandi tiež pôsobia v zahraničí už dlhšie obdobie. Možností, ako poslať študenta do zahraničia je viacero. Najväčším problémom býva ich jazyková pripravenosť. Spolupracujeme so zahraničnými univerzitami a výskumnými ústavmi, napríklad v Česku, Poľsku, Maďarsku, Nemecku, v Anglicku, Taliansku, v Austrálii a v Alžírsku. V uplynulom období sme užšie spolupracovali aj so štátnou univerzitou v Pensylvánii (USA).

### **Výskumná činnosť na OKSC.**

S pedagogickou činnosťou na vysokej škole úzko súvisia aj aktivity pracoviska v oblasti vedy a výskumu (základný výskum, aplikovaný výskum, medzinárodné projekty). V súčasnosti sa v rámci základného výskumu orientujeme:

- na štúdium vplyvu  $P_2O_5$  na kvalitu cementového slinku. Táto problematika je stále aktuálna a súvisí s chorobou BSE a v tomto kontexte s bezodpadovou likvidáciou mäsovokostnej múčky,
- popri tom sa zúčastňujeme na výskume v oblasti biokompatibilných keramických materiálov,
- študujeme prípravu tenkých vrstiev resp. špeciálnych materiálov metódami sól-gél,
- sme súčasťou širšieho kolektívu, ktorý pod vedením riaditeľa ústavu rieši v širších súvislostiach problematiku výroby a vlastností  $Mg(OH)_2$ , predovšetkým ako plniva do polymérnych matric.

V oblasti aplikovaného výskumu je činnosť ešte pestrejšia, pretože sa riešia problémy možno menšieho rozsahu, nie v takých širokých súvislostiach, ale veľmi akútne, dôležité pre každodenný chod výroby, zlepšenia vlastností prípadne aplikácie rôznych materiálov.



## Vzdelávanie a výskum v oblasti silikátov

---

### Technická Univerzita v Košiciach

#### Hutnícka fakulta

#### Katedra keramiky

#### Bakalárske práce obhájené v roku 2008

Erika Gallová	Geopolymerné spojivá
Gabriel Bán	Anodická oxidácia Ti a Ti-zliatin, povrchová úprava
Adriana Szabóová	Možnosti prípravy pórpvitého MgO

#### Diplomové práce obhájené v roku 2008

BAČA Matúš	Štúdium viskozity smolných spojív
BENČOVÁ Katarína	Meranie teplotného gradientu pri sušení žiarobetónového telesa
HREUS Martin	Príprava čistého MgO zo serpentinitu karbonátovou metódou
OLEJÁR Igor	Vývoj zmesných bázičických hmôt pre pôdy EOP

#### Doktorandské štúdium na KK

Pozn.: Dňa 22.10. 2008 sa uskutočnia záverečné dizertačné skúšky

Ing. Petry Pulišovej - **Syntéza nanopráškov pre pokročilé aplikácie v technológii žiaruvzdorných materiálov**

Ing. Diany Horkavcovej - **Vplyv povrchových úprav Ti – substrátov na tvorbu hydroxyapatitu z roztoku**

MENO	TÉMA DIZ.PRÁCE	predpoklad. ukončenia štúdia
Ing. Ondrej Kamod'a	Korózia žiaruvzdorných materiálov v procese spaľovania komunálneho odpadu	30.9.2009
Ing. Michal Mikulajčík – ext. št.	Zvýšenie životnosti výmurovky pojazdného miešača	30.9.2011
Ing. Norbert Smekal – ext. št.	Štúdium pevnosti uhlíkovej väzby v ŽM	30.9.2011
Ing. Janka Martončíková	Štúdium sušenia žiarobetónu	30.9.2010
Ing. Helena Lukáčová	Stabilita a adhézia hydroxyapatitových povlakov vo vápenato-fosforečnanových roztokoch	30.9.2010
Mgr. Marianna Špáková	Využitie selektivity rozpúšťania pri úprave magnezitu	30.9.2011
Ing. Martin Hreus	Kinetika kyslého lúhovania serpentínu	30.9.2011



### **Správa o činnosti Slovenskej Silikátovej vedeckotechnickej spoločnosti za rok 2007**

V roku 2007 sa konali dve zasadnutia SSiVTS. Prvé zasadnutie výboru sa konalo 19. 06. 2007 v Herľanoch v rámci VII. Medzinárodnej konferencie *Príprava keramických materiálov*. Druhé zasadnutie výboru sa uskutočnilo 22. 11. 2007 v Bratislave.

SSiVTS je naďalej členom Európskej keramickej spoločnosti, kde platí i členský príspevok vo výške 300 EUR na jeden rok. Tento rok bol vydaný v poradí štvrtý zborník SILIKÁTNIK 2007.


V tomto roku bol zahájený tretí ročník súťaže o najlepšiu diplomovú prácu. Prvé miesto bolo odmenené vecnou cenou v hodnote 1000 Sk, ktorú získala Ing. Helena Lukáčová z Hutníckej Fakulty Technickej Univerzity v Košiciach za prácu *Stanovenie farebných odtieňov v keramickej praxi*.

Uskutočnila sa i súťaž doktorandov o reprezentanta SSiVTS na výročnom stretnutí Európskej keramickej spoločnosti v Berlíne 17. – 21. 06. 2007. Víťazkou sa stala Ing. Štefánia Lojanová z ÚACH SAV, Bratislava.

Spoločnosť v roku 2007 zrealizovala nasledujúce akcie:

1. ako spoluorganizátor medzinárodnej konferencie :*Advanced Research Workshop Engineering Ceramics 07, Smolenice 10. – 14. 05. 2007*
2. ako spoluorganizátorom VII. medzinárodného seminára: *Príprava keramických materiálov, Herľany, 18. - 20. 06. 2007*
3. Zorganizovanie odborných podujatí, seminárov a prednášok podľa požiadaviek členov. Uskutočnené boli dve akcie:
  - i. Prednáška: *Využitie elektrónovej mikroskopie (REM) v keramike. Hodnotenie kvality keramického črepu a glazúr pomocou REM*
  - ii. Odborný seminár v rámci ďalšieho vzdelávania pracovníkov silikátového priemyslu: *Lomové chovanie kompozitných materiálov s krehkou maticou.*  
*Lektor: Dr. Ivo Dlouhý*
4. Tretí ročník súťaže o najlepšiu diplomovú prácu
5. Súťaž adeptov o účasť na kongrese Európskej keramickej spoločnosti v Berlíne, február 2007
6. Vydanie zborníku SILIKÁTNIK.

Bratislava 13.02.2008

  
Prof. RNDr. Pavol Šajgank, DrSc.  
predseda



**Zo života SSIIVTS**

---

**Zápisnica**

**zo zasadnutia výboru SSIIVTS, ktoré sa uskutočnilo 22. 11. 2007 v ÚACH SAV,  
Dúbravská cesta 9, Bratislava**

*Prítomní:* prof. RNDr. Pavol Šajgalík (predseda), Ing. Eva Smrčková, CSc., Ing. Milan Harecek, Ing. Zoltán Lenčes, PhD., Anna Jurová

*Ospravedlnení:* Ing. Alexander Molnár, CSc., Ing. Jozef Staroň, DrSc.

**Program rokovania:**

1. Privítanie
  2. Správa o hospodárení a revízna správa za rok 2006
  3. Plán činnosti na rok 2008
  4. Informácia o aktivitách ECerS
  5. Príprava Silikátника 2008
  6. Rôzne, diskusia
1. Prof. P. Šajgalík – predseda SSIIVTS, privítal prítomných členov výboru a zároveň ospravedlnil Ing. A. Molnára, CSc. a Ing. J. Staroňa, DrSc., ktorí sa nezúčastnili na zasadnutí výboru zo zdravotných dôvodov. V úvode kladne zhodnotil splnenie plánu činnosti za rok 2007.
  2. Správu o hospodárení a revíziu správu predložila p. Jurová. Správa o hospodárení je prístupná na našej webovej stránke [www.sss.sav.sk](http://www.sss.sav.sk) v priečinku AKTUALITY.

Krátke zrekapitulovanie revíznej správy:

Príjmy v roku 2006 boli 90 132,70 Sk. Náklady na činnosť spoločnosti v r. 2006 boli 54 718,20 Sk. Výška finančných prostriedkov spoločnosti k 31. 12. 2006 bola 254 303,80 Sk. V tejto sume je zahrnutý zostatok na podúčte SILITECH vo výške 37 580,30 Sk. Stav na účte k 31. 12. 2006 bol 235 220,80 Sk a v pokladni 19 083,- Sk. Pri kontrole účtovných dokladov spoločnosti za r. 2006 sa nezistili nedostatky a možno konštatovať, že finančné prostriedky sa čerpali účelne. Revíziu hospodárenia vykonal Ing. Ondrej Kamod'a. Doklad o revíznej správe spolu s výkazmi účtovníctva je archivovaný u hospodárky p. Jurovej.

3. Plán činnosti na rok 2008:

a) *Seminár kvalítarov - cementári* zorganizujú: VÚSH Brno, Slovenská Silikátová VTS a Ústav anorganickej chémie SAV, ktorý bude uskutočnený v Smoleniciach 28. – 29. 02. 2008. Bližšie informácie budú dostupné na webovej stránke silikátovej spoločnosti.

b) 1-dňový seminár firmy BRUCKER (Ing. Kordík) *Seminár o RTG - fázovej analýze*, predbežný termín 10. 02. 2008, organizuje SSIIVTS – FCHPT. Termín a miesto seminára bude vyvesený na webovej stránke v priečinku Aktuality. 10% podiel zo zisku seminára



bude poukázaný na účet silikátovej spoločnosti. Za organizáciu seminára je zodpovedná Ing. Smrčková.

c) Propagácia technických vysokých škôl v regionálnych mestách, vo forme seminárov so študentmi stredných odborných škôl a gymnázií. Zámer propagácie technických vysokých škôl je získať väčší záujem študentov v pokračovaní vysokoškolského štúdia s technickým zameraním a tým získať viac kvalifikovaných odborníkov v rôznych technických oblastiach. Seminára sa uskutočnia v mestách:

Bratislava – zodpovedná Ing. Smrčková

Trenčín – zodpovedný doc. Galusek

Košice – zodpovedná doc. Plešingerová

Lučenec – zodpovedný Ing. Molnár

Garantom akcie je Ing. Smrčková

Termín: priebežne

Aktuálne informácie budú spresnené na webovej stránke spoločnosti. Zodpovedná: Ing. Smrčková, Jurová

Predpokladaný 2. cyklus prednášok zrealizujeme v rámci *Týždňa vedy a techniky* v novembri 2008.

d) Súťaž o najlepšiu diplomovú prácu ŠVOČ, jún 2008. Víťaz bude odmenený vecnou cenou v hodnote 1000,- Sk. Víťazná práca bude k dispozícii na webovej stránke spoločnosti.

e) Seminár *Eudovo-umeleckých keramikov*, termín bude spresnený na webovej stránke. Zodpovední: Ing. Smrčková, Ing. Hnatko, A. Jurová

f) Revitalizácia činnosti *Sekcie nerudných surovín SOPK* so sídlom v Lučenci a organizácia odbornej akcie *Nízko energetické montované domy*. Termín a informácie budú oznámené na webovej stránke. Zodpovedný: Ing. Molnár

g) EUROSILIKÁTNIK 2008 – medzinárodná konferencia zameraná na využívanie nerudných surovín. Miesto konania Lučenec, apríl – máj 2008. Zodpovedný za informácie: Ing. Molnár

#### 4. Informácia o aktivitách ECERS.

– Silikátová spoločnosť platí každý rok členský príspevok ECERS 300 EUR.

– Bola založená svetová federácia keramických spoločností ICF (International Ceramic Federation) V roku 2008 sa koná 2. kongres ICF vo Verone. Aktuálna webová adresa podujatia je uvedená na webovej stránke spoločnosti. Na kongrese budú silikátová spoločnosť zastupovať prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc. (predseda), Ing. Zoltán Lenčoš, PhD. Kongres ponúka možnosť účasti 5 študentov zo Slovenska. Veková





## Zo života SSiVTS

---

hranica účastníkov je 28 rokov. Každému študentovi – účastníkovi kongresu, poskytnie silikátová spoločnosť príspevok v sume 4000,- Sk.

### 5. Príprava *SILIKÁTNIKA 2008*.

V poradí štvrté vydanie ročenky Silikátnika, ktoré bude pod dohľadom odbornej skupiny *Keramika*

Zodpovední: prof. Šajgalík, Ing. Lenčoš

### 6. V poslednom bode rôzne zúčastnení členovia výboru jednomyseľne zvolili zástupkyňu do rady VTS Ing. Evu Smrčkovú, CSc.

Zástupca PPC Insulators a člen výboru Ing. Milan Harcek abdikoval na svoju funkciu a zároveň ukončil individuálne členstvo v Silikátovej spoločnosti. Predseda SSiVTS osloví generálneho riaditeľa Ing. I. Košalka MBA, aby sa vyjadril k potencionálnemu náhradníkovi a zástupcovi PPC Insulators v silikátovej spoločnosti.

Členovia výboru sa dohodli:

- na oživení činnosti *budovanie slovníka odbornej terminológie* na webovej stránke počas roku 2008.

Zodpovední: prof. Šajgalík, Ing. Lenčoš

- oživiť diskusné fórum

Zodpovedný: Ing. Sučík


- nájsť nového administrátora webovej stránky SSiVTS

Zodpovedná: A. Jurová

Členovia výboru jednomyseľne súhlasili s miestom konania zjazdu SSiVTS v roku 2008 v Košiciach. Termín bude spresnený na webovej stránke spoločnosti.

Zodpovední: prof. Šajgalík a A. Jurová

Zapísala: A. Jurová  
tajomníčka SSiVTS

  
prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc.  
predseda SSiVTS



### Zoznam individuálnych členov.

1. Ing. Anton Adamovič, TERMOSTAV, a. s., Bajkalská 30, 821 09 Bratislava, e-mail [termostav@termostav.sk](mailto:termostav@termostav.sk)
2. Ing. Oliver Kaboš, TERMOSTAV-Mráz, s. r. o., Priemyselňa 3, 042 99 Košice, e-mail [term@pobox.sk](mailto:term@pobox.sk)
3. Ing. Anna Kucková, Hutnícka fakulta TU, Letná 9, 042 00 Košice
4. Ing. Ferdinand Lendvaj, Dargovská 2, 040 01 Košice 1, e-mail [ferdol@pobox.sk](mailto:ferdol@pobox.sk)
5. Ing. Tibor Lohay, Krakovská 14, 040 11 Košice tel:055 646 1185, mobil 0905 946815, e-mail [tibor@lohay.sk](mailto:tibor@lohay.sk)
6. Ing. Ján Pisák, Jenisejská 16, Košice, t.č. 055/6744365
7. Ing. Miroslav Potančok, Soblahovská 35, 911 01 Trenčín
8. Ing. Dušan Sládek, Uralská 13, 040 12 Košice
9. Ing. Igor Ščambora, TERMOSTAV-Mráz, s. r. o., Priemyselňa 3, 042 99 Košice
10. doc. Ing. Miroslav Tatič, CSc., nám. L. Novomestského 1, Košice , t.č. 055/6222940, 0905 204286
11. Ing. Július Burkovský, Cementáreň Turňa, a.s., 044 02 Turňa nad Bodvou
12. RNDr. Dalma Gyepesová, CSc., ÚACH SAV, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava 45, e-mail [uachgyep@savba.sk](mailto:uachgyep@savba.sk)
13. Ing. Mária Jaklovská, Cementáreň Turňa, a.s., 044 02 Turňa nad Bodvou
14. Ing. Milan Januš, Považská cementáreň, a.s., 010 01 Lietavská Lúčka
15. Ing. Róbert Képes, Cementáreň Turňa, a.s., 044 02 Turňa nad Bodvou
16. Ing. Ján Man, Pezinské tehelne, a.s., 902 01 Pezinok
17. Ing. Zoltán Miklós, Wolkrova 15, 851 01 Bratislava 5
18. Ing. Alexander Molnár, PhD., ul. M. R. Štefánika 15, 984 01 Lučenec, tel. 0905 354299, mail [amingam@mail.t-com.sk](mailto:amingam@mail.t-com.sk)
19. Mgr. Katarína Révayová, Rovniakova 5, 010 01 Žilina, e-mail [revayovak@stonline.sk](mailto:revayovak@stonline.sk)
20. Mgr. Štefan Rychnavský, Brigádnická 1, 043 11 Košice
21. Ing. Rudolf Riník, KERKO, a.s., závod Dlaždice, 071 01 Michalovce e-mail [rudolf.rinik@lasselsberger.com](mailto:rudolf.rinik@lasselsberger.com)
22. Ing. Eva Smrčková, PhD., FCHPT STU, Radlinského 9, 812 37 Bratislava, e-mail [smrckova@chtf.stuba.sk](mailto:smrckova@chtf.stuba.sk)
23. Ing. Jozef Staroň, DrSc., Sokolská 10, 811 04 Bratislava
24. Ing. Ján Tabak, p. č. 120, 010 14 Brodno, Žilina

**Zo života SSiVTS**

---

25. Ing. Ivan Janotka, PhD., ÚSTARCH SAV, Dúbravská cesta 9, 845 03 Bratislava 45, e-mail Ivan.Janotka@savba.sk
26. Ing. Július Strigač, PhD. Považská cementáreň, a.s., Ul. J. Kráľa, 018 63 Ladce, e-mail strigac.j@pcla.sk
27. doc. Ing. Tarzicius Kuffa, PhD., Katedra chémie HF TU, Letná 9a, 042 00 Košice, e-mail Tarzicius.Kuffa@tuke.sk
28. doc. Ing. Beatrice Plešingerová, PhD., Katedra chémie HF TU, Letná 9a, 042 00 Košice, e-mail Beatrice.Plesingerova@tuke.sk
29. Ing. Gabriel Súčik, PhD., Katedra chémie HF TU, Letná 9a, 042 00 Košice, e-mail Gabriel.Sucik@tuke.sk
30. prof. RNDr. Klára Tkáčová, DrSc., Kavečianska 17, 040 01 Košice
31. prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc., ÚACH SAV, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava 45, e-mail uachsajg@savba.sk
32. Ing. Zoltán Lenčes, PhD., ÚACH SAV, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava 45, e-mail uachlenc@savba.sk
33. doc. Ing. Ladislav Fröhlich, PhD., Kurská 11, 042 00 Košice, t.č. 055/6714986, e-mail frohlich@tuke.sk
34. doc. Ing. Pavol Vadász, PhD., Hanojská 5, 040 13 Košice t.č. 055/6022806, e-mail Pavol.Vadasz@tuke.sk
35. Ing. Jaroslav Sedláček, PhD., Šustekova 14, 851 04 Bratislava, e-mail uachjase@savba.sk
36. Ing. Miroslav Hnatko, PhD., ÚACH SAV, Dúbravská cesta 9, 845 36 Bratislava, e-mail uachmiho@savba.sk
37. prof. Ing. Pavel Raschman, PhD., TU v Košiciach, Hutnícka fakulta, Katedra keramiky, Letná 9, 042 00 Košice, E-mail: Pavel.Raschman@tuke.sk; mobil: 0907 730007
38. Ing. Vladimír Remiáš, SE,a.s.-VYZ,závod, 919 31 Jaslovské Bohunice, e-mail remias@kredit.sk, tel. 033-5976344
39. Ing. Marian Durjančík, SLOVMAG a.s. Lubeník, e-mail durjancik@slovmag.sk, tel. 0905618 801, 058-4814101
40. Ing. Miroslav Klapáč, KERKOTHERM a.s., Hraničná 3 04017 Košice, e-mail kachle@stonline.sk, tel.0903 638893
41. doc. Ing. Dušan Galusek, PhD., Jedľová 25, 911 05 Trenčín, e-mail galusek@tnuni.sk
42. Ing. Štefánia Lojanová, Študentská 1458/21, 06901 Snina, e-mail uachlost@savba.sk
43. doc. Ing. Igor Štubňa, PhD., Wilsonovo Nabr.116, Nitra, 949 01, e-mail istuba@ukf.sk
44. Ing. Štefan Kovačík, Jasná 13 Lučenec, 984 01, Bloomsbury Pacific Slovakia a.s., Zvolenská cesta 2740, 98401 Lučenec, tel.0905 641837, e-mail kovaciks@novoker.sk
45. Mgr. Ľubomír Hric, PhD., Kpt. Nálepku 41. Levice 934 01, ÚACH-SAV, Dúbravská cesta 9, Bratislava, 845 36, e-mail uachlchr@savba.sk



46. Ing. Iveta Štyriaková, PhD., Americká trieda 3, Košice 040 13, Ústav geotechniky SAV, Watsonova 45, 043 53, Košice, e-mail bacil@saske.sk
47. Ing. Zoltán Horváth, Ľubovnianska 18, Bratislava 851 07, Termostav Bratislava s.r.o., Staviteľská 3, Bratislava 821 03, tel. 0905 501792, e-mail termostav@termostav.sk
48. RNDr. Pavol Malachovský, Kpt. Jaroša 15, Košice 040 22, Kerko a.s., Tomášiková 35, Košice 043 22, tel. 055 7969992, e-mail pavol.malachovsky@lasselsberger.sk
49. Ing. Ondrej Kamod'a, TU HF Katedra Keramiky, Park Komenského 3, 042 00 Košice, tel. 055 6022701, 0908 041 024, e-mail ondrej.kamoda@tuke.sk
50. Ing. Tomáš Plachký, ÚACH\_SAV, Dúbravská cesta 9, Bratislava 845 46 e-mail uachtpla@savba.sk
51. Ing. Linda Kipsová, ÚACH\_SAV, Dúbravská cesta 9, Bratislava 845 46 e-mail uachlink@savba.sk
52. Ing. Monika Mikoczyová, ÚACH\_SAV, Dúbravská cesta 9, Bratislava 845 46 e-mail uachmimi@savba.sk
53. Ing. Dagmar Galusková, Jedľova 25, 911 05 Trenčín, galuskova@tnuni.sk, tel. 032/7400251
54. Ing. Ľuboš Bača, PhD. , Štúrová 40, 901 01 Malacky, lubos.baca@arcs.ac.at
55. Ing. Slavomír Grodný, Sputnikova 12, 040 12 Košice, e-mail slavomir.grodny@hotmail.com
56. Ing. Stanislav Sekely, Horná 3, Šúrovce 919 25, sekely@alldeco.sk
57. Ing. Peter Lichvár, PhD., ul.28. Okt.č.1, Trenčín 911 01, lichvar@alldeco.sk
58. Ing. Františka Frajkorová, Obchodná 25/61, Sečovce 078 01, uachfran@savba.sk
59. RNDr. Milan Drábik, CSc., I. Bukovčana 30, Bratislava 841 07, uachmdra@savba.sk

### **Kolektívni členovia**

Refrako, s.r.o., Vstupný areál USSKe, 044 54 Košice  
generálny riaditeľ - Ing. Gabriel Torhány

Kerko,a.s., 040 01 Košice  
Pezinské tehelne, a.s., 902 01 Pezinok

PPC INSULATORS, a.s., Čab 268, 951 24 Nové Sady  
generálny riaditeľ - Ing. Ivan Košalko MBA

TONDACH SLOVENSKO, s.r.o ., Železničná 53, 900 31 Stupava  
Ing. Zoltán Lipták



## Slovenská silikátová vedecko-technická spoločnosť

Kočeľova 15, SK- 815 94 Bratislava, Slovak Republic  
Tel.: +421-2-59410 429, Fax: +421-2-59410 444

### PRIHLÁŠKA

Prilásujem sa za individuálneho člena Slovenskej silikátovej vedecko-technickej spoločnosti

Meno a priezvisko, titul .....

Adresa bydliska, PSČ .....

Adresa pracoviska, telefón, e-mail .....

Mám záujem o prácu v odbornej skupine, odbornej komisii: 1. Vzdelávanie.....  
2. Keramika.....  
3. Žiaromateriály.....  
4. Konštrukčné systavy.....

Dátum: .....

Podpis: .....



## Slovenská silikátová vedecko-technická spoločnosť

Kočeľova 15, SK- 815 94 Bratislava, Slovak Republic  
Tel.: +421-2-59410 429, Fax: +421-2-59410 444

### PRIHLÁŠKA

Prilásujeme sa za kolektívneho člena Slovenskej silikátovej vedecko-technickej spoločnosti

Inštitúcia/Firma .....

Adresa, PSČ .....

Telefón, Fax, e-mail .....

Kontaktná osoba  
Meno, e-mail, tel. ....

Dátum: .....

Podpis: .....