

## PRÍPRAVA PRÁŠKU $\text{LiTiZn}$ -FERITU ROZKLADOM Z AMORFNÉHO CITRANOVÉHO PREKURZORA

ANNA GRUSKOVÁ, JOZEF LIPKA\*, IGNÁC TÓTH\*

*Katedra teoretickej a experimentálnej elektrotechniky EF SVŠT, Vazovova 5, 812 19 Bratislava*

*\*Katedra jadrovej fyziky a techniky EF SVŠT, Vazovova 5, 812 19 Bratislava*

Došlo 25. 10. 1983

*Príprava feritového prášku z kvapalnej fázy poskytuje lepšiu chemickú homogenitu a dáva možnosť teplotného spracovania pri nižších teplotách než v prípade práškov pripravených keramikou cestou. Východiskový roztok pozostávajúci zo solí kovových iónov a kyseliny citrónovej odpovedal požadovanému zloženiu  $\text{LiTiZn}$  feritu s malými prídavkami Mn a Bi. Pri zahreve prebiehala postupne dehydratácia a rozklad amorfného citra nového prekurzora na kryštalické fázy. Po ukončení rozkladu organických zložiek prášok obsahoval 88,5 % železa vo forme oxidov, hematitu a hlavne spinelu. Ďalším teplotným spracovaním došlo k zániku niektorých fáz na úkor usporiadania spinelového typu.*

*Mössbauerova spektroskopía a röntgenová difrakcia potvrdili, že takto získaný prášok je zmesou Li feritu a hematitu a termogravimetrické merania ukázali, že nad určitou teplotou už nedochádza k úbytku hmotnosti.*

### ÚVOD

Magnetické vlastnosti mikrovlnných feritov sú okrem chemického zloženia závislé aj od ich mikroštruktúry. Preto sa hľadajú nové spôsoby prípravy feritových práškov, ktorými by sa dosiahla čo najvýhodnejšia mikroštruktúra (tvar, veľkosť zrna, porozita atď.). Technologický postup vychádzajúci z kvapalnej fázy zaručuje lepšiu chemickú homogenitu a vyššiu reaktivitu (zmiešavanie v atomárnej mierke) feritových práškov [1, 2]. Tento postup je založený na vzniku tuhého amorfného prekurzora po dehydratácii roztoku obsahujúceho soli požadovaných katiónov a polyfunkčnú karbonovú kyselinu. Prekurzor sa pri zahreve samovoľne rozkladá na oxidovú formu. Rôzne podmienky, za ktorých prebieha dehydratácia a rozkladný proces, vplývajú na rozptyl v homogenite a na vlastnosti oxidových produktov.

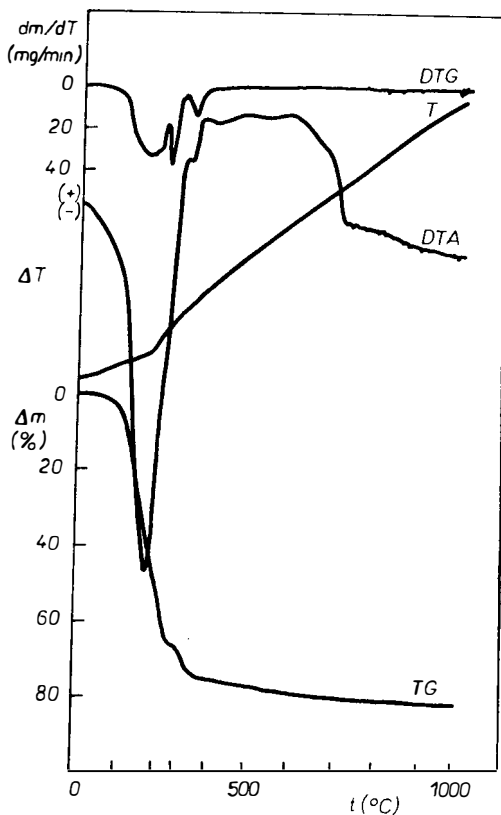
### PRÍPRAVA A POSTUP SKÚMANIA VLASTNOSTÍ FERITOVÉHO PRÁŠKU

Vzorky  $\text{LiTiZn}$  feritového prášku s malými prídavkami mangánu a bizmutu sa pripravili metódou termického rozkladu z amorfných solí [3, 4, 5]. Východiskovými surovinami boli vodné roztoky  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{LiNO}_3$ ,  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{TiCl}_4$  a kyselina citrónová. Na každý g-ión kovového iónu sa použila 1 g-mol kyseliny citrónovej. Homogénny roztok vytvorený zmiešaním sa odparoval do sucha pri 109 °C v odparovači pod miernym vákuom. Vzorky odobrané v jednotlivých fázach prípravy feritového prášku sme podrobili diferenčnej termickej analýze, termogravimetrii a derivačnej termogravimetrii. Fázová analýza vzoriek sa uskutočnila pomocou Mössbauerovej spektroskopie.

Vzorka označená  $F_{1a}$  bola odobraná pri zmene roztoku na viskóznou masu červenohnedého sklovitého vzhľadu, ďalšia vzorka  $F_{1b}$  sa odobrala pri teplote 230 °C. Rozklad prášku, ktorý sa získal rozdrtením a preosiatím amorfného prekurzora, prebiehal na hliníkovej podložke vyhrievanej infražiaričmi. Asi po hodinovom zahrievaní prášok sčernel. Vtedy sa odobrala vzorka  $F_{1c}$  (270 °C). Počas rozkladu teplota v priebehu 10 až 15 min stúpala na cca 410 °C. Vtedy dochádzalo k úniku splodín kyseliny citrónovej ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) a pyrolytickými reakciami vznikalo aj malé množstvo elementárneho uhlíka. V tomto štádiu čierny prášok postupne menil farbu cez šedobielu a po prehorení na červenohendú. Potom začala teplota klesať a asi po 30 min chladnutia sa odobrala vzorka označená  $F_2$ . Prášok sa ďalej kalcinoval v komorovej peci pri teplote 650 °C a izotermickej výdrž 2 h. Teplota bola zvolená na základe údajov uvedených v [6] a odobratá vzorka bola označená  $F_3$ .

Vzorky, odobraté pri teplotách 109, 230, 270, 410 a 650 °C sa preosiali cez sito s veľkosťou oka 40  $\mu\text{m}$  a takto pripravené sa merali na derivatografe a Mössbauerovom spektrometri.

Merania diferénčnej termickej analýzy, termogravimetrie a derivačnej termogravimetrie vzoriek sa vykonali na derivatografe maďarskej výroby typ OD-102.



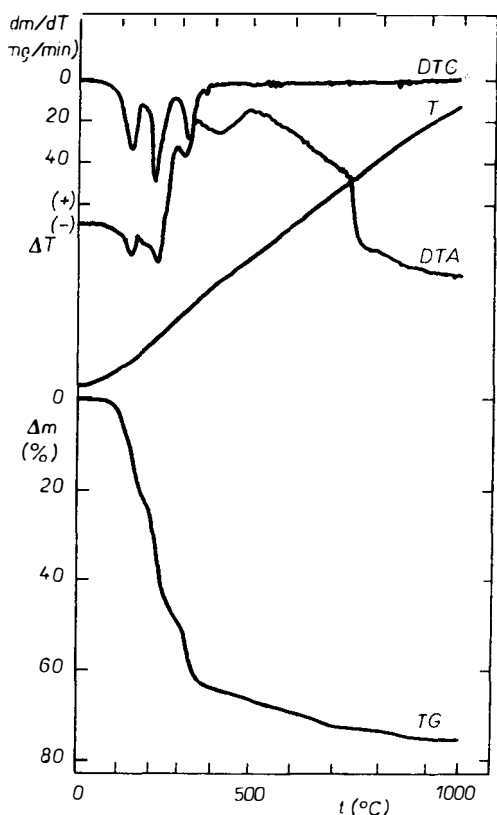
Obr. 1. Termozáznam vzorky  $F_{1a}$  odobratej pri teplote 109 °C.

Rýchlosť ohrevu bola  $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , meralo sa bez ochrannej atmosféry, v kelímku z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  s návažkom 600 mg.

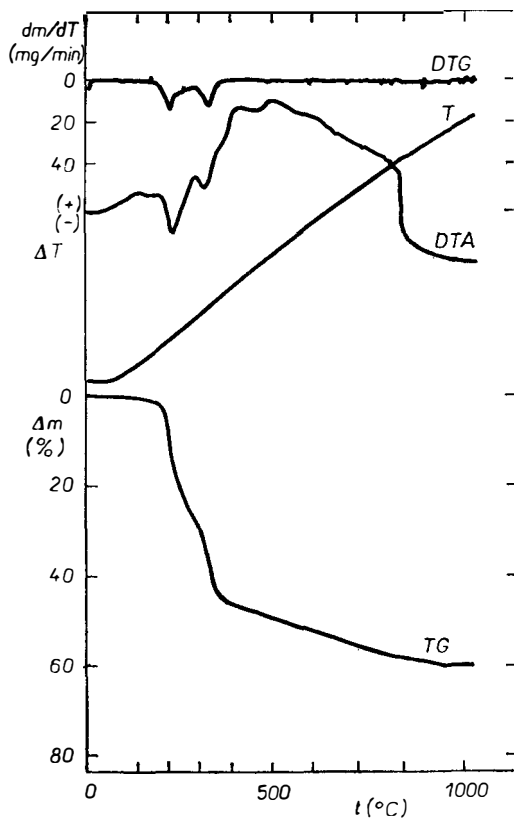
Mössbauerovu spektroskopiu sme použili na zistenie fázového zloženia zlúčenín obsahujúcich železo. Pre meranie Mössbauerových spektier sme použili spektrometer (KFKI, typ NTA-255, MLR), ktorý pracuje v režime konštantného zrýchlenia. Maximálna veľkosť zdroja voči absorbátoru bola  $10,5\text{ mm s}^{-1}$ . Zdroj gama žiarenia bol  $^{57}\text{Co}$  v Rh matrici.

#### DISKUSIA

Termozáznam z derivatografu vzorky  $F_{1a}$  je na obr. 1. Na snímanej termogravimetrickej krivke (TG) je vidieť výrazný úbytok hmotnosti. V rozsahu teplôt od  $100$  do  $280\text{ }^{\circ}\text{C}$  je tento úbytok až  $74,2\%$ . Úbytok hmotnosti sa môže prisúdiť strate hydrátovej vody a tiež rozkladu dusičnanov. Od teploty  $340\text{ }^{\circ}\text{C}$  do  $860\text{ }^{\circ}\text{C}$  sa hmotnosť znížila len o  $7,6\%$ . Pri ďalšom vzostupe teploty nedochádzalo už k úbytku hmotnosti, čo odpovedá ukončeniu tvorby oxidových fáz. Na obr. 1 sú navyše uvedené krivky z derivačnej termogravimetrie (DTG) a diferenčnej ter-



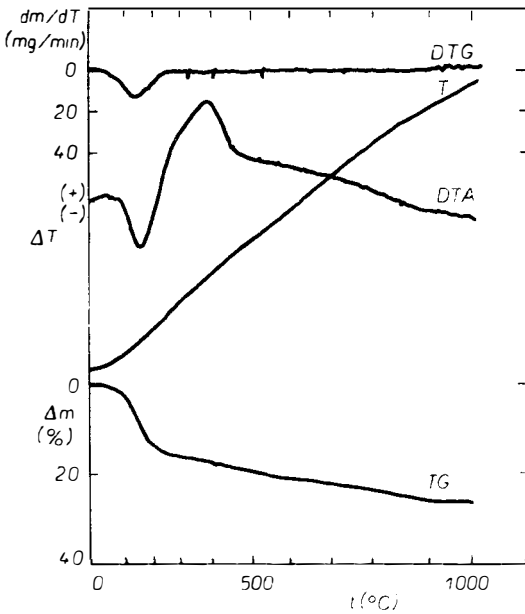
**Obr. 2. Termozáznam vzorky  $F_{1b}$  odobratej pri teplote  $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ .**



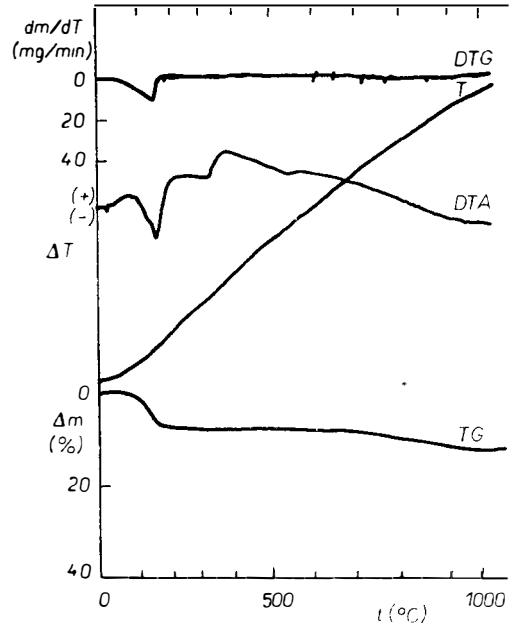
**Obr. 3. Termozáznam vzorky  $F_{1c}$  odobratej pri teplote  $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ .**

mickej analýzy (DTA). Na krivke DTA sa pri teplotách 140 °C a 320 °C prejavuje výrazný endotermický efekt. Rozmedzie teplôt 290 °C až 700 °C sa ťažko interpretuje, nakoľko sa tu prekrýva súčasne niekoľko prebiehajúcich dejov, ako rozklad organickej zložky kyseliny, horenie, odparovanie rozkladných produktov atď.

Termozáznamy na obrázkoch 2, 3, 4 a 5 odpovedajú vzorkám  $F_{1b}$ ,  $F_{1c}$ ,  $F_2$  a  $F_3$  a ich kvantitatívne vyhodnotenie je zhrnuté v tabuľke I. Výrazný úbytok hmotnosti na krivkách TG a endotermický efekt na krivkách DTA pri teplotách cca 130 °C sú pravdepodobne ovplyvnené reakciou vzoriek so vzdušnou vlhkosťou.



Obr. 4. Termozáznam vzorky  $F_2$  odobratej pri teplote 410 °C.



Obr. 5. Termozáznam vzorky  $F_3$  odobratej pri teplote 410 °C a kalcinovanej pri 650 °C s izotermickou výdržou 2 h.

So stúpajúcou teplotou spracovania sa prejavuje pokles hmotnosti, čo nasvedčuje, že dochádza k dotváraniu oxidovej fázy. Sledovanie priebehu TG krivky u vzorky odobratej pri teplote 650 °C poukazuje na to, že v rozmedzí teplôt 650 až 860 °C ešte dochádza k čiastočnému úbytku hmotnosti, a preto bude potrebné uvedenú oblasť podrobne analyzovať.

Endotermický efekt, ktorý sa môže pripísať úniku fyzikálne a chemicky viazanej vody a rozklad dusičnanov, sa prejavil na priebehoch DTA v intervale teplôt 140–320 °C. Od teploty 240 do 860 °C dochádza k rozsiahlej exotermickej zmene.

Celý experimentálny postup prípravy feritových práškov sme sledovali aj meraním Mössbauerových spektier od východiskového roztoku až po kalcináciu pri 650 °C.

Tabulka I

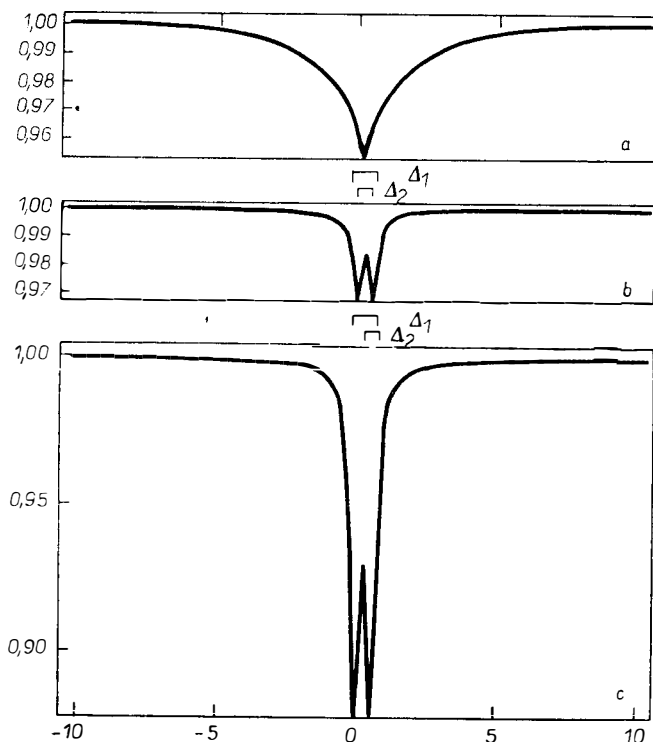
Kvantitatívne vyhodnotenie kriviek TG odpovedajúce vzorkám  $F_{1a}$ ,  $F_{1b}$ ,  $F_{1c}$ ,  $F_2$ ,  $F_3$ .

Vzorka	Teplota odobratia (°C)	Teplotný interval (°C)	Hmotnostný úbytok (%)
$F_{1a}$	109	100—280	74,2
		340—860	7,6
		nad 860	—
$F_{1b}$	230	100—350	63,0
		350—890	12,8
		nad 890	—
$F_{1c}$	270	180—350	45,0
		350—870	15,0
		nad 870	—
$F_2$	410	90—220	15,3
		220—910	10,8
		nad 910	—
$F_3$	650	100—180	7,5
		180—930	5,5
		nad 930	—

Mössbauerove spektrum východiskovej zložky obsahujúcej železo  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$  je na obr. 6a. Spektrum je tvorené jednou výrazne rozšírenou čiarou, čo je typické relaxačné spektrum (dôsledok spin—spinovej a spin—mriežkovej relaxácie) zlúčenín daného typu. Mössbauerove spektrá vzorky  $F_{1a}$  (109 °C) a vzorky  $F_{1b}$  (230 °C) sú na obr. 6b a 6c. Spektrá sme interpretovali ako superpozíciu dvoch kvadrupólov  $\Delta_1$ ,  $\Delta_2$ , ktoré svojimi parametrami (izomerným posunom a kvadrupólovým rozštiepením) jednoznačne odpovedajú trojmocnému železu v hydroxidových a amorfných zlúčeninách. Pri teplote 270 °C (vzorka  $F_{1c}$ , obr. 7a) sa v spektre okrem kvadrupólu  $\Delta_1$ ,  $\Delta_2$  objavuje kvadrupól  $\Delta_3$ , ktorý odpovedá dvojmocnému železu. Prítomnosť dvojmocného železa vo vzorke poukazuje na začiatok rozkladu organických zložiek zmesi.

Mössbauerove spektrum vzorky  $F_2$  odobratej po ďalšom stupni rozkladu pri teplote 410 °C je na obr. 7b. Zložitosť nameraného spektra poukazuje na prítomnosť väčšieho počtu pozícií železa v rôznych kryštalografických polohách. Spektrum sa dá analyzovať ako superpozícia ôsmych sextetov s rôznymi hyperjennými poliami,  $H_1$  až  $H_8$ , a dvoch kvadrupólov  $\Delta_1$  a  $\Delta_2$ . Kvadrupóly  $\Delta_1$  a  $\Delta_2$  s celkovým relatívnym obsahom 11,5 % majú rovnaké hodnoty parametrov ako u predchádzajúcej vzorky. To nasvedčuje tomu, že pri danej teplote nedochádza k úplnému rozkladu amorfnej zložky. Zbytok železa (88,5 %) sa vo vzorke vyskytuje vo forme oxidov, pričom zložky hyperjenných polí svojimi parametrami odpovedajú hematitu a železu umiestnenému v spinelovej mriežke. Vzhľadom na značný rozptyl hodnôt hyperjenných polí nie je možné vylúčiť prítomnosť niektorých hydroxidov prípadne magnetitu, t. j. defektného spinelu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , ktorý sa pri vyššej teplote ľahko rozkladá na hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) [7].

Mössbauerove spektrum vzorky  $F_3$  (odobratej po rozklade pri teplote  $650^\circ\text{C}$  a izotermickej výdrží 2 h) je uvedené na obr. 7c. I bez podrobnej analýzy vidieť, že v porovnaní s predchádzajúcou vzorkou obsahuje menej fáz. Spôsobené je to pravdepodobne tým, že pri vyššej teplote výpalu dochádza k zániku niektorých fáz na úkor usporiadania spinelového typu. Toto spektrum sa môže interpretovať ako superpozícia kvadrupólu  $\Delta_2$  a siedmych sextetov s  $H_1$ — $H_7$ .



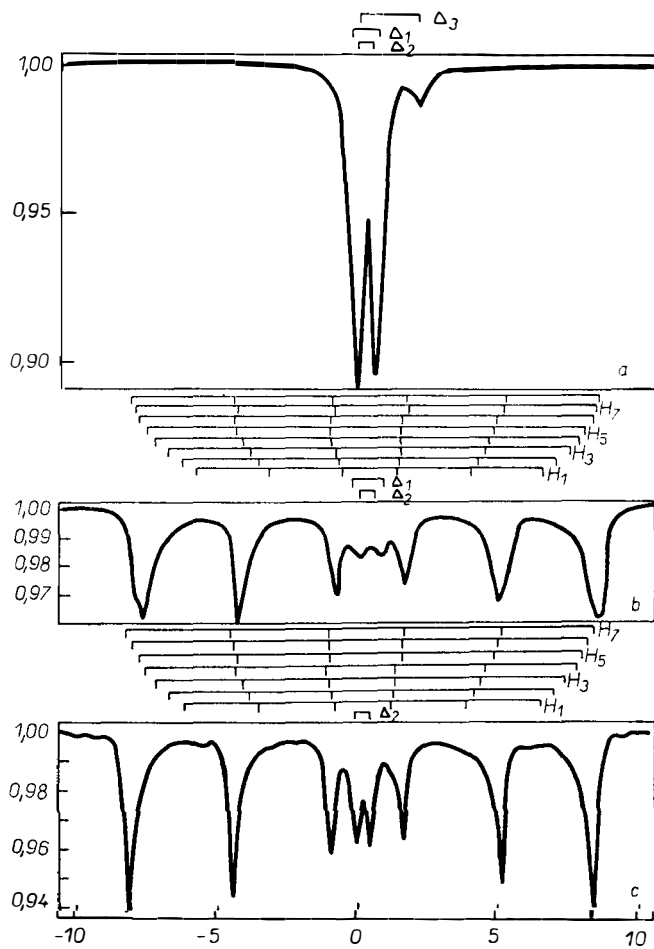
Obr. 6. Mössbauerove spektrá. Východisková zložka obsahujúca železo  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$  (a); vzorka  $F_{1a}$  (b); vzorka  $F_{1b}$  (c);

Hodnoty parametrov (izomerného posunu, kvadrupólového rozštiepenia, efektívnych magnetických polí) a ich rozptyl nasvedčuje, že železo sa vo vzorke vyskytuje jednak v pôvodnej amorfnej fáze ( $\Delta_2$ ), v hematite a v spinelovej fáze.

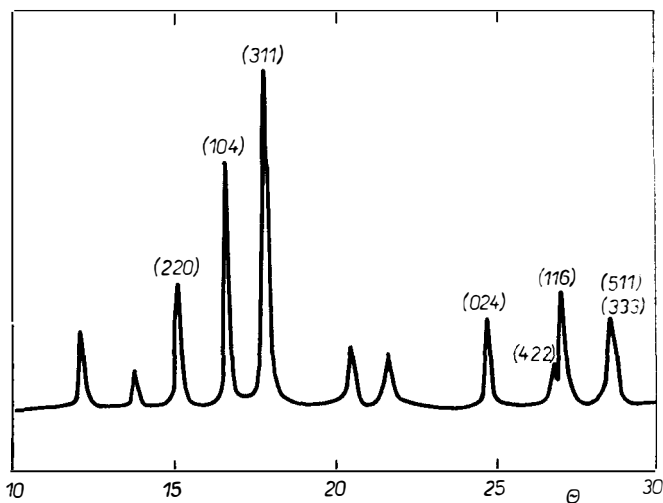
Z porovnania spektier vzoriek odobratých po rozklade pri  $410^\circ\text{C}$  a  $650^\circ\text{C}$  vidieť, že vzorka pri  $650^\circ\text{C}$  obsahuje takmer dvojnásobné množstvo hematitu. Pravdepodobne to spôsobuje prostredie s prebytočným obsahom kyslíka. Z poznatkov uvedených v tejto práci možno usúdiť, že dané teploty a doby trvania rozkladu nie sú postačujúce na vznik požadovanej jednofázovej spinelovej štruktúry.

Skutočnosť, že vzorka pri teplote  $650^\circ\text{C}$  je zmesou Li feritu a  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , potvrdila aj röntgenová difrakcia, záznam uvedený na obr. 8.

*Príprava prášku LiTiZn-feritu rozkladom z amorfného citranového prekurzora*



*Obr. 7. Mössbauerove spektrá. Vzorka  $F_{1c}$  (a); vzorka  $F_2$  (b); vzorka  $F_3$  po kalcinácii 650 °C/2 h (c).*



*Obr. 8. Röntgenový difrakčný záznam. Vzorka  $F_3$  po kalcinácii 650 °C/2 h.*

## ZÁVER

Preskúmala sa možnosť prípravy LiTiZn feritového prášku mokrou (chemickou) cestou, ktorá poskytuje v porovnaní s keramikou metódou viaceré výhody. Metódami diferenčnej termickej analýzy, termogravimetrie a derivačnej termogravimetrie sme sa pokúsili objasniť procesy dehydratácie, rozkladu dusičnanov a deštrukciu organickej kyseliny pri teplotách 109, 230, 270, 410 a 650 °C. Zistili sme, že hmotnostný úbytok pri teplote 109 °C sa pohybuje v intervale od 74,2 do 81,8 %, pri teplote 650 °C od 7,5 do 13,0 % a nad teplotou 930 °C už k úbytku hmotnosti nedochádza. Analýza výsledkov Mössbauerovej spektroskopie ukázala, že feritový prášok pripravený uvedeným spôsobom obsahuje pri teplote 650 °C až 85,5 % spinelovej fázy a hematitu.

Z porovnania priebehu kriviek DTA u vzorky pripravenej mokrou cestou a vzorky pripravenej keramikou cestou vidieť, že k teplotnému spracovaniu feritového prášku prvým spôsobom postačuje až o 200 °C nižšia teplota [8].

Naviac u tohoto spôsobu prípravy nie je potrebné mletie, čo predstavuje významný energetický zisk.

## Literatúra

- [1] Johnson D. W., Jr.: Am. Cer. Soc. Bull. 60, 221 (1981).
- [2] Johnson W. and Gallagher P. K.: *Processing Before Firing*, str. 125, red. G. J. Onoda Jr. and L. L. Hench, Wiley & Sons, New York 1978.
- [3] Marcilly C., Courty P., Delmon B.: J. Am. Cer. Soc. 53, 56 (1970).
- [4] Lal R., Ramakrishnan, P.: Trans. Ind. Cer. Soc. 38, 166 (1979).
- [5] Koppens L.: *Science of Ceramics* 8, 101. British Ceramic Society, Stoke-on-Trent, 1976.
- [6] Courty P., Ajot H., Marcilly Ch., Delmon B.: Powder Technology 7, 21 (1973).
- [7] Baškirov Š. Š., Liberman A. B., Sinjavskij V. J.: *Magnitnaja mikrostruktura ferritov*, str. 154, Izdatelstvo Kazanskogo universiteta, Kazaň 1978.
- [8] Grusková A.: Písomná minimová práca, KTEE, EF SVŠT, Bratislava 1982.

ПОЛУЧЕНИЕ LiTiZn ФЕРРИТОВОГО ПОРОШКА  
РАЗЛОЖЕНИЕМ ИЗ ЦИТРАТОВОГО ПРЕКУРЗОРА

Анна Грускова, Йозеф Липка\*, Игнац Тот\*

Кафедра теоретической и экспериментальной электротехники ЭФ

Словацкого политехнического института, 812 19 Братислава

\*Кафедра ядерной физики и техники ЭФ

Словацкого политехнического института, 812 19 Братислава

Исследуется возможность получения LiTiZn ферритового порошка мокрым (химическим) путем. В предлагаемой работе рассматривается дегидратация растворов, содержащих лимонную кислоту и соли металлов, прежде всего нитратов, и их разложение. На основании термогравиметрических измерений нельзя заметить дефект массы, когда температура достигает 930 °C, что является свидетельством окончательного образования оксидов. Процесс разложения цитратового прекурсора при 109, 230, 270, 410 и 650 °C исследовался с помощью спектроскопии Мессбауера, показывающей, что начало образования магнитной фазы имеется при температуре 410 °C. Ферритовый порошок, полученный при 650 °C, содержит приблизительно 85,5 % шпинельной фазы и гематита. Из сопоставления полученных термограмм следует, что температуры до 650 °C и время разложения 2 часа оказываются недостаточными для образования шпинельной структуры.



- Рис. 1. Термограмма пробы F<sub>1a</sub>, взятой при температуре 109 °С.*  
*Рис. 2. Термограмма пробы F<sub>1b</sub>, взятой при температуре 230 °С.*  
*Рис. 3. Термограмма пробы F<sub>1c</sub>, взятой при температуре 270 °С.*  
*Рис. 4. Термограмма пробы F<sub>2</sub>, взятой при температуре 410 °С.*  
*Рис. 5. Термограмма пробы F<sub>3</sub>, взятой при температуре 410 °С и кальцированной при температуре 650 °С с изотермической выдержкой 2 часа.*  
*Рис. 6. Спектры Мессбауера. Исходная составная часть, содержащая железо Fe((NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 9 H<sub>2</sub>O (a); проба F<sub>1a</sub>(b); проба F<sub>1b</sub> (c).*  
*Рис. 7. Спектры Мессбауера. Проба F<sub>1c</sub>(a); проба F<sub>2</sub>(b); проба F<sub>3</sub> после кальцирования 650 °С/2 часа (c).*  
*Рис. 8. Рентгеновская дифракционная запись. Проба F<sub>3</sub> после кальцирования 650 °С/2 часа.*

## THE PREPARATION OF LiTiZn FERRITE POWDER BY THE DECOMPOSITION OF AN AMORPHOUS CITRATE PRECURSOR

Anna Grusková, Jozef Lipka\*, Ignác Tóth\*

*Department of Theoretical and Experimental Elektrotechnics, Slovak Technical University, 812 19 Bratislava*

*\*Department of Nuclear Physics and Technology, Slovak Technical University, 812 19 Bratislava*

The possibility of the preparation the LiTiZn ferrite powder by the wet (chemical) method was reconsidered. The paper concerns the dehydration of solutions containing citric acid and metal salts, preferably nitrates and their decomposition. According to thermogravimetric measurements the mass losses are not detectable as the temperature reaches 930 °C thus indicating termination of the oxides formation. The decomposition of the citric precursor at 109, 230, 270, 410 and 650 °C was investigated by Mössbauer spectroscopy analysis which showed the beginning of the magnetic phase formation at 410 °C. The ferrite powder obtained at 650 °C contains about 85,5 % of the spinel phase and hematite. From the comparison of the thermograms obtained it follows that temperatures up to 650 °C and decomposition times  $\leq 2$  hours are not sufficient for the formation of the single phase spinel structure.

- Fig. 1. The thermogram of specimen F<sub>1a</sub> withdrawn at 109 °C.*  
*Fig. 2. The thermogram of specimen F<sub>1b</sub> withdrawn at 230 °C.*  
*Fig. 3. The thermogram of specimen F<sub>1c</sub> withdrawn at 270 °C.*  
*Fig. 4. The thermogram of specimen F<sub>2</sub> withdrawn at 410 °C.*  
*Fig. 5. The thermogram of specimen F<sub>3</sub> withdrawn at 410 °C and calcined at 650 °C for 2 h.*  
*Fig. 6. Mössbauer spectra. The starting component contained iron Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 9 H<sub>2</sub>O (a); specimen F<sub>1a</sub> (b); specimen F<sub>1b</sub> (c).*  
*Fig. 7. Mössbauer spectra. Specimen F<sub>1c</sub> (a); specimen F<sub>2</sub> (b); specimen F<sub>3</sub> after presintering at 650 °C for 2 h (c).*  
*Fig. 8. X-ray diffraction pattern. The specimen F<sub>3</sub> after presintering at 650 °C for 2 h.*

---

V časopise Sdělovací technika č. 3, r. 1983, s. 93 je uveřejněn článek autorů Ing. Zdeňka Provozníka a Ing. Stanislava Snopka „ČÍSLICOVÝ DETEKTOR SPALITELNÝCH LÁTEK s měřicím zesilovačem AS 526“. Autoři popisují funkci i konstrukční řešení přenosného číslicového detektoru spalitelných látek (nedopalů), určeného ke kontrole spalovacích procesů ve sklářských tavicích pecích. Přístroj umožňuje velmi rychle a operativně zjistit celkový obsah nespálených plynných složek ve spalínách a uskutečnit včasny regulační zásah na hofácích. Přístroj splnil všechny požadavky kladené na něj při jeho návrhu, tj. jednoduchost, snadná obsluha, minimální údržba a spolehlivá funkce v náročných provozních podmínkách. Podle sdělení autorů přístroj plně nahradí dosud používané Orsatovy přístroje.

*Kasa*

Vernante Pennitalia pobočka americké PPG Industries dala do provozu v Salermu v Itálii linku na výrobu plaveného skla. Vyrábí se na ní stavební a automobilové sklo v množství 100 t denně. Je to již druhá linka na výrobu plaveného skla této firmy v Itálii.

V závodě Bridgend v jižním Walesu v Anglii patří firmě Sony bude zdvojnásobena výroba baněk pro barevnou televizi na 240 tisíc kusů ročně. Baňkami budou zásobovány závody firmy Sony na výrobu obrazovek v Anglii a v NSR.

Firma Pilkington zrušila výrobu optického vlákna v závodě St Asaph a bude vyrábět finančně pro ni výhodnější kabely a systémy s optickými vlákny. Optické vlákno bude nyní nakupovat ve Francii za třetinu svých výrobních nákladů.

*Staněk*

**NOVÁ GENERÁCIA ŽIARUVZDORNÝCH HMOT.** Nové vylepšené vláknité materiály boli rozpracované vo firmách Lockheed a NASA. Sú to trojzložkové kompozitné materiály. Spoločnosť Lockheed vyvinula materiál HTP (high thermal performance) a skladá sa z vlákien vysokočistého  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{BN}_3$ . Kompozit má 2–3× vyššiu pevnosť v ohybe ako vláknitý  $\text{SiO}_2$ , pričom hustota je o 10 % nižšia. Pracovná teplota materiálu je 1 412 °C, krátkodobó môže byť materiál vystavený i vyššej teplote.

Spoločnosť NASA vyvinula FRCI — 12, ktorý je zložený z vlákien  $\text{SiO}_2$ , vlákien bórokremičitých a iC. Hustota materiálu je 309,5–332  $\text{kg/m}^3$ , kritická pevnosť je 4 690–10 140 kPa. Obsah kristobalitu < 10 %. Weinbullova analýza kritickej pevnosti označila pravdepodobnosť zlyhania materiálu pod pevnosť 4 480 kPa hodnotou 1,5 %.

Ceram. Eng. Sci. Prov. 1983, 4 (7–8).

*I. Vojtaššák*

**VÝVOJ VĚDY A TECHNOLOGIE HYDRAULICKÝCH POJIV DO ROKU 2000.** Konferenci na toto téma uspořádala Royal Society of London 16. a 17. února 1983 v Londýně. Cílem bylo předpovědět směry výzkumu a vývoje ve výrobě a zpracování cementu. Ukázalo se, že praxe žádá vyřešení tří hlavních úkolů:

1. Zdokonalit dnešní způsoby výroby a zpracování slínku tak, aby se lépe využilo jeho hydraulických schopností.

2. Využít ve výrobě a zpracování cementu pevných průmyslových odpadů, zejména popílků a sádrovce, které ničí naše životní prostředí.

3. Vyvinout na bázi portlandského slínku nové materiály, které by měly takové vlastnosti, aby nahradily jiné konstrukční materiály, zejména kovy, jejichž výroba je náročnější z hlediska surovin a energie.

Všichni účastníci se shodli na tom, že vyřešení těchto problémů je možné, dokonce nadějně, že však výzkum v této oblasti má dosud většinou charakter soustavných empirických zkoušek, které nepřispívají k pochopení podstaty jevů využívaných při zpracovávání pojiv. Pokrok lze očekávat až tehdy, bude-li objasněna podstata procesu zpevňování pojiv a jejich pevnosti.

V řadě referátů vynikajících odborníků byl vyložen současný stav poznání těchto problémů a rozpory v názorech, které dosud existují. Současně byly ukázány v praxi využití úspěchy, kterých bylo dosaženo díky pokroku v základním výzkumu.

Je to především vývoj nových materiálů, který se snaží o zvýšení lomové houževnatosti a pevnosti v tahu. Sleduje několik cest:

1. Vývoj materiálů kompozitních s cementovou maticí a vláknitou výztuží.

2. Materiálů označovaných MDF (Macro Defect Free), neobsahujících makroskopické poruchy zejména velké póry, které jsou hlavní příčinou nízké pevnosti a houževnatosti betonu.

3. Materiálů se sníženou porozitou a optimálním rozdělením velikostí pórů označovaných DSP (Densified Systems containing homogeneously arranged ultrafine Particles), které jsou připravovány tuhnutím suspenze cementu, v níž větší část prostorů mezi zrny vyplňují kulové částice ultrajemného nekystalického  $\text{SiO}_2$  (0,1  $\mu\text{m}$ ), nahrazující vodu. Při použití vhodné ztekucující přísady jsou takové suspenze dobře tvarovatelné, poněvadž je však jejich vodní součinitel nízký, dosahují po ztvrdnutí vysokých pevností a znamenité odolnosti vůči korozi.

Všechny tři způsoby byly realizovány v praxi a lze očekávat jejich další slibný vývoj.

*Šatava*