

## SEDIMENTAČNÉ OBJEMY H-MONTMORILLONITOV

## I. Vplyv podmienok prípravy

PETER KOMADEL, BLAHOŠLAV ČÍČEL

*Ústav anorganickej chémie Centra chemického výskumu SAV, 842 36 Bratislava*

Došlo 25. 7. 1986

*Sedimentačný objem (SV) vysokonapučiavých materiálov pripravených z montmorillonitu Jelšový Potok úpravou v HCl pri 96 °C závisí od koncentrácie kyseliny a trvania kontaktu montmorillonitu s kyselinou. Najvyšší SV sa dosiahol po 15 minútovej reakcii s 1,5 mol. dm<sup>-3</sup> HCl. Predpokladá sa, že vysoký SV sa dosiahne prípravou H-montmorillonitu a adsorpciou aniónov na hranách kryštálov. Starutím materiálov s vysokým SV sa hodnoty SV znižujú. Predpokladá sa, že pokles SV je ovplyvnený spontánnou premenou H-montmorillonitu na (H, Al, Mg) — montmorillonit a zmenou rozdelenia povrchového náboja, ktorá je spojená s adsorpciou iónov na častiach ílu.*

## ÚVOD

Dôležitou vlastnosťou montmorillonitu je jeho schopnosť sorbovať vodu. Na-montmorillonit v kontakte s vodou zväčšuje svoj objem až 20krát [1]. Molekuly vody v systéme montmorillonit — voda môžu byť rozdelené do nasledujúcich skupín: molekuly v medzivrstvovom priestore vrátane tých, ktoré patria do koordinačných obalov vymeniteľných katiónov a tých, ktoré vyplňujú priestor medzi uvedenými obalmi, a molekuly vody medzi kryštálmi smektitu [2]. V systéme montmorillonit — voda je vzájomný pomer molekúl vody v jednotlivých skupinách ovplyvnený množstvom vody v systéme a medzivrstvovým katiónom.

Napučiavanie montmorillonitov môžeme rozdeliť na dve oblasti vzhľadom na hmotnostný pomer vody k montmorillonitu ( $m_w/m_m$ ). Ak  $m_w < 1,0$  hodnota medzivrstvovinej vzdialenosti  $d_{001}$  rastie stupňovito s rastúcim obsahom vody 0,95 → 1,24 → 1,54 → 1,90 nm. Pri  $m_w/m_m > 1$  medzivrstvinná vzdialenosť  $d_{001}$  rastie spojitou od 4,1 nm do 16,0 nm s rastúcim obsahom vody [1, 3]. Pozorovalo sa zväčšenie mriežkového parametra  $b$  Na-montmorillonitov s rastúcim obsahom vody až do  $m_w/m_m = 3,0$  [4, 5]. Lahav a Bresler [16] vysvetľujú zmenu parametra  $b$  zmenou uhla rotácie kyslíkokremíkových tetraédrov v dôsledku interakcie molekúl H<sub>2</sub>O s povrchovými kyslíkmi. Najvyšší stupeň napučovania monoiónového montmorillonitu Upton sa našiel pre Na- a Li-formy [5]. Napučovanie montmorillonitov sa znižuje s narastajúcou substitúciou v oktaédroch a s narastajúcou redukciou Fe<sup>3+</sup> → Fe<sup>2+</sup> a podľa [7—9] nesúvisí priamo s KVK alebo so zvyškovým záporným nábojom montmorillonitu.

Orientácia molekúl vody v medzivrstvovom priestore je ovplyvnená vymeniteľnými katiónmi a susediacimi povrchovými kyslíkmi. Vlastnosti tejto vody sa líšia od vlastností voľnej vody vzhľadom na rozdiely v polarizácii H—O—H väzieb. Rozdiely v chovaní vody v systéme montmorillonit — voda a voľnej vody sa znižujú pri rastúcom obsahu vody v systéme [10—12]. V prípade Na-montmorillonitov niektorí autori predpokladajú vysoký stupeň disociácie Na<sup>+</sup> iónov a za začiatok napučovania považujú hydrataciu týchto iónov [1, 3, 13], kým ďalší predpokla-

dajú nízky stupeň disociácie a podstatu napučievania vidia vo vzájomnom pôsobení vody a povrchu minerálu [14—16].

Stupňovitý rast hodnôt  $d_{001}$  pre  $m_w/m_m < 1$  je spojený s tromi stupňami hydratácie medzivrstvového priestoru Na-montmorillonitu [1, 12]. Zmeny  $d_{001}$  pre hodnoty  $m_w/m_m > 1$  ukazujú, že príčinou pomerne presne definovanej strednej vzdialenosti medzi vrstvami 2 : 1 Na-montmorillonitu je ich rovnomerné rozptýlenie v celom objeme suspenzie [1, 3, 12, 17, 18] až do pomeru  $m_w/m_m \simeq 100$ . Pri týchto koncentráciách sú častice v suspenzii paralelne orientované. Pri starnutí čerstvo pripravených suspenzií sa menia ich vlastnosti vplyvom vytvárania rovnovážneho, prednostne orientovaného usporiadania častíc [17—21]. Pri koncentráciách montmorillonitu, kde  $m_w/m_m > 100$  sa vlastnosti suspenzie pri starnutí nemenia, pretože častice sú v trvalom neusporiadanom pohybe (Brownov pohyb) [19—21]. Autori [1, 3, 12, 17—21] sa zhodujú v tom, že štruktúra gélu typu plocha—hrana (Kartenhausstruktur), ktorú predpokladá van Olphen [22] je v géloch Na-montmorillonitu málo pravdepodobná.

Menej pozornosti sa v literatúre venuje napučievaniu H-montmorillonitov. Príčinou sú pravdepodobne problémy pri získavaní reprodukovateľných hodnôt  $d_{001}$  H-montmorillonitov [1]. Reprodukovateľné boli iba merania urobené v priebehu niekoľkých hodín po ukončení kontaktu s HCl.

Harward a Coleman [23] zistili, že potenciometrické titračné krivky dialyzovaného, alebo v 0,1 mol. dm<sup>-3</sup> HCl vyluhovaného, alebo roztokom AlCl<sub>3</sub> sýteného smektitu sú skoro identické a podobajú sa na potenciometrickú titračnú krivku iónomeniča v Al-cykle. Na druhej strane, ten istý smektit upravený iónomeničom v H-cykle alebo 1 mol. dm<sup>-3</sup> HCl má potenciometrickú titračnú krivku podobnú ako iónomenič v H-cykle. Predpokladá sa, že dialýzou a výmenou iónov v zriedených kyselinách vzniká (H, Al)-smektit s medzivrstvovým priestorom obsadeným hlavne Al<sup>3+</sup> iónmi. Ak sa použije úprava koncentrovanejšou kyselinou alebo H-iónomeničom, získa sa (H, Al)-smektit, ktorého medzivrstvový priestor je obsadený hlavne H<sup>+</sup> iónmi. Postupy, ktorými sa dá pripraviť (H, Al)-forma montmorillonitu obsahujúca menej ako 5% vymeniteľného Al<sup>3+</sup>, sú uvedené v literatúre [23—25]. Problémy s prípravou H-montmorillonitov a ich spontánna premena na (H, Al)-formy sú opísané v prácach [23—28].

Cieľom tejto práce je stanovenie možnosti prípravy materiálu s vysokou napučivosťou z montmorillonitu Jelšový Potok úpravou v kyseline chlorovodíkovej pri 96 °C, preskúšať vplyv podmienok úpravy a starnutia na sedimentačný objem a pokúsiť sa o vysvetlenie vlastností materiálu.

#### MATERIÁL A METÓDY

Použili sme montmorillonit Jelšový Potok, frakciu pod 2 μm nasýtenú Ca-iónmi. Jej kryštalochemický vzorec je



Röntgenovou difrakčnou analýzou sme nezistili prítomnosť iných minerálov.

5,0 g montmorillonitu sa vsypalo do 500 cm<sup>3</sup> HCl vyhriatej na 96 ± 2 °C a ponechalo sa určený čas reagovať. Suspenzia sa viackrát premiešavala. Tuhá fáza sa oddelila filtráciou a premyla 300 cm<sup>3</sup> vody a 150 cm<sup>3</sup> C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, vysušila pri 60 °C, rozdrvila tak, aby prešla cez sito 0,2 mm.

Sedimentačný objem sa stanovoval voľným postupným vsýpaním 400 mg vzorky

do 25 cm<sup>3</sup> destilovanej H<sub>2</sub>O v odmernom valci (25 cm<sup>3</sup>). Vzorka sa pridala vždy, keď predchádzajúca dávka klesla na dno. Objem gélu (*SV*) sa odčítal 2 hodiny po začiatku vsýpania a prepočítal na 1 g. *SV* sa stanovil 3 až 4 hodiny po ukončení úpravy kyselinou. Robili sa vždy aspoň dve paralelné merania, ktoré sa od ich priemernej hodnoty nelíšili o viac ako  $\pm 5\%$ .

Pre výskum starnutia boli vzorky uložené v zatvorených skúmavkách pri teplote miestnosti.

#### VÝSLEDKY A DISKUSIA

*SV* montmorillonitu Jelšový Potok (JP 1) po úprave v 1,0; 1,5; 3,0 a 6,0 mol . dm<sup>-3</sup> pri 96 °C a rôznom trvaní kontaktu s kyselinou sú uvedené v tabuľke I. Najvyššie *SV* sa dosiahli pri všetkých použitých časoch pre montmorillonit upravovaný 1,5 mol . dm<sup>-3</sup> HCl. Závislosti sedimentačného objemu od trvania kontaktu s kyselinou ( $SV = f(t)$ ) sú podobné pre všetky použité koncentrácie HCl. Majú dve maximá — prvé pri 3 minútach, druhé pri 10 alebo 15 minútach. Medzi nimi leží minimum pri  $t = 6$  alebo 8 minút. Pre  $t > 15$  minút sedimentačné objemy klesajú s narastajúcim trvaním kontaktu s kyselinou. Pokles je rýchlejší v prípade 3,0 a 6,0 mol . dm<sup>-3</sup> HCl ako pri 1,0 a 1,5 mol . dm<sup>-3</sup> HCl. Prvé maximum je vždy pri najkrajšom trvaní reakcie (použitý postup nedovoľuje kratší kontakt vzorky s kyselinou ako 3 minúty). Predpokladáme, že skutočné lokálne maximum na závislostiach  $SV = f(t)$  leží pri  $t \in (0; 3)$  minút. To znamená, že premena nenapučiavého na napučiavý montmorillonit je veľmi rýchla. Môžeme ju porovnať s rýchlosťou výmeny medzivrstvových katiónov v montmorillonitoch, ktorá prebehne na viac ako 75 % za 3 sekundy [29]. Zatiaľ počas rozkladu siete oktaédrov montmorillonitu Jelšový Potok pri 96 °C je asi 5,5 h v 6 mol . dm<sup>-3</sup> HCl a asi 13 h v 1,5 mol . dm<sup>-3</sup> HCl. Rozpúšťanie siete tetraédrov je ešte pomalšie [9, 30]. Tak v prvých minútach kontaktu medzi montmorillonitom a HCl prebehne výmena  $Ca^{2+} \rightarrow 2H^+$  v medzivrstvovom priestore, ale rozsiahlejší rozklad siete oktaédrov alebo tetraédrov neprebehne. Montmorillonit, ktorý vzniká úpravou, má pôvodné zloženie vrstvy, ale v medzivrství má hydratované oxóniové ióny. Zdá sa, že toto vytvára vhodné podmienky pre nasledujúcu hydrataciu a napučiavanie. Vplyv adsorpcie iónov na povrchu montmorillonitu na napučiavanie bude diskutovaný na inom mieste.

Čím dlhšie trvá reakcia, tým viac dochádza k rozkladu štruktúry montmorillonitu. Nevysýtený záporný náboj štruktúry sa pritom znižuje a spôsobuje aj zníženie stupňa hydratacie medzivrstvia [31]. Výsledky uvedené v tab. I. ukazujú, že sa sedimentačný objem systematicky znižuje, ak kontakt s kyselinou trvá 15 a viac minút. Tento pokles bol výraznejší, ak sa použila 6,0 a 3,0 mol . dm<sup>-3</sup> HCl ako pri použití 1,0 a 1,5 mol . dm<sup>-3</sup> HCl.

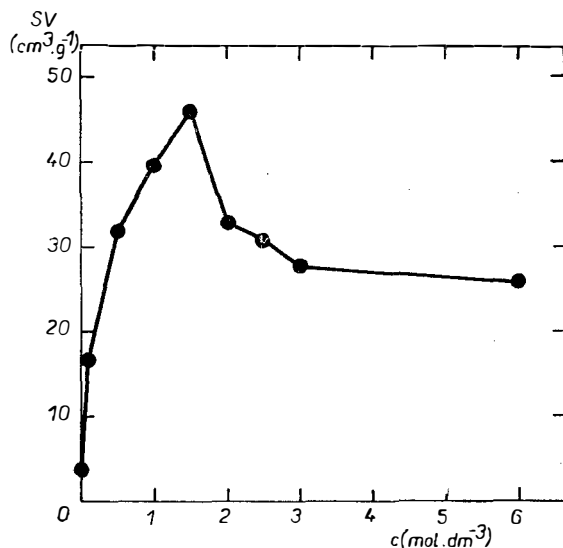
Sedimentačné objemy montmorillonitu JP 1 upraveného 10 minút pri 96 °C v HCl, ktorej koncentrácia sa menila od 0,01 do 6,0 mol . dm<sup>-3</sup>, sú uvedené na obr. 1. V porovnaní s pôvodným materiálom sa pri úprave 0,01 mol . dm<sup>-3</sup> HCl nepozoroval žiadny rozdiel *SV*. Produkt reakcie s 0,1 mol . dm<sup>-3</sup> HCl už mal vyšší sedimentačný objem, ktorý rástol ďalej až po koncentráciu 1,5 mol . dm<sup>-3</sup>. Je to pravdepodobne spojené so vzrastom pomeru H/Al vo vymeniteľných pozíciách. Pri koncentrácii 1,5 mol . dm<sup>-3</sup> HCl sa zrejme dosiahol najvýhodnejší pomer H/Al a najvhodnejšie povrchové vlastnosti montmorillonitu pre rýchle napučiavanie a tvorbu gélu.

Ďalší rast koncentrácie kyseliny má negatívny vplyv na tvorbu *SV*. Merané hodnoty *SV* pre 2—6 mol . dm<sup>-3</sup> HCl pomaly klesajú, ale rozdiely nie sú veľké.

Tabuľka I

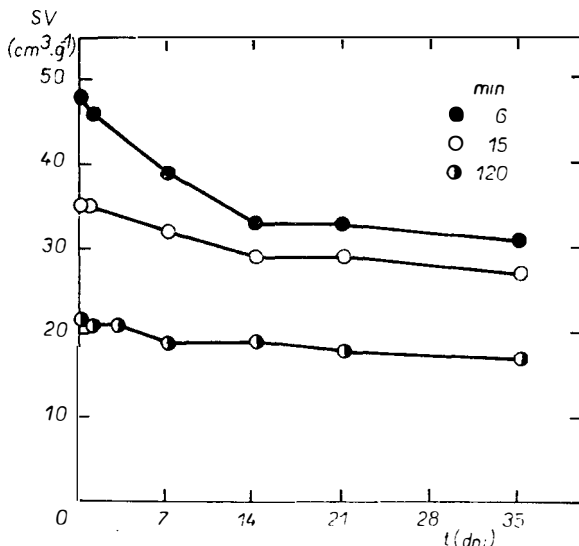
Sedimentačné objemy montmorillonitu JP 1 upravovaného v 1,0; 1,5; 3,0 a 6,0 mol . dm<sup>-3</sup> HCl pri 96 °C pre rôzne trvanie reakcie

Čas [min]	Koncentrácia HCl [mol . dm <sup>-3</sup> ]			
	1,0	1,5	3,0	6,0
	SV [cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> ]			
3	32	42	28	27
6	23	35	21	24
8	26	35	22	—
10	40	46	23	26
15	—	48	—	22
20	—	45	22	—
30	20	41	—	17
45	—	—	16	—
60	15	25	—	14
90	—	—	6	—
120	14	22	4	4



Obr. 1. Vzťah medzi sedimentačným objemom montmorillonitu JP 1 aktivovaného 10 min pri 96 °C a koncentráciou kyseliny (HCl).

Zmeny sedimentačného objemu pre vzorky upravované 6, 10 a 120 minút v 1,5 mol . dm<sup>-3</sup> HCl pri 96 °C v priebehu ich starnutia sú na obr. 2. Ve všetkých prípadoch s narastajúcim časom uloženia po úprave merané hodnoty SV klesajú. Po 35 dňoch stranutia predstavovali namerané hodnoty 77% (6 min), 65% (10 min) a 77% (120 min) sedimentačných objemov čerstvých vzoriek.



Obr. 2. Zmeny sedimentačného objemu pri starnutí pre montmorillonit JP 1 aktivovaný 6, 15 a 120 min v  $1,5 \text{ mol dm}^{-3}$  HCl pri  $96^\circ\text{C}$ .

Predpokladá sa, že zmenšovanie sedimentačného objemu pri starnutí je ovplyvnené hlavne dvoma procesmi, premenou H-montmorillonitu na (H, Al, Mg)-montmorillonit a zmenou rozloženia povrchového náboja. Spontánny prechod H- na (H, Al, Mg)-montmorillonit opísali viacerí autori (napr. [1, 23–28]). Aldrich a Buchanan [24] pozorovali tento proces pri montmorillonite Clay Spur aj po vysušení vo vákuu. Zistili, že množstvo vymeniteľného  $\text{Al}^{3+}$  vzrástlo z  $0,07 \text{ mol kg}^{-1}$  na  $0,38 \text{ mol kg}^{-1}$ . Proces samovoľnej premeny bol opísaný ako reakcia pseudoprvého poriadku [27]. Pretože Al-forma montmorillonitu JP 1 má nízky sedimentačný objem ( $4 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ ), táto premena môže výrazne ovplyvniť zmeny sedimentačných objemov pri starnutí. Pozoroval sa aj pokles sedimentačného objemu pri starnutí materiálov po vibračnom mletí [32]. Zmenšenie  $SV$  bolo najrýchlejšie v priebehu prvých 6 hodín po ukončení mletia. Po ôsmich dňoch systém dosiahol konštantú hodnotu  $SV$ . Presné vysvetlenie tohto procesu autori neuvádzajú. Spomína sa však vznik elektrostatického náboja na povrchu montmorillonitových kryštálov v priebehu mletia ako jedna z možných príčin poklesu  $SV$ . Častice, nabité nábojom rovnakého znamienka, sa rýchlo rozptýlia po hladine vody a v dôsledku rýchlej hydratácie tvoria objemné vločky. Podobné chovanie sa pozorovalo pri úprave v HCl. V tomto prípade vzniká povrchový náboj adsorpciou iónov na plochách a hranách kryštálov montmorillonitu.

#### ZÁVER

Predložené výsledky ukazujú, že z montmorillonitu Jelšovský Potok sa dajú pripraviť materiály s extrémne vysokým sedimentačným objemom (až  $48 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ ). Následujúci pokles  $SV$  pri starnutí sa vysvetľuje ako dôsledok najmenej dvoch procesov, samovoľnej premeny H-montmorillonitu na (H, Al, Mg)-montmorillonit a vyrovnávaním nehomogénneho rozloženia povrchového náboja (adsorbovaných iónov) po

celom povrchu častíc. Experimentálne dáta potvrdzujú existenciu samovoľnej premeny H-montmorillonitov v suchom materiáli. Preukázal sa aj vplyv použitej koncentrácie kyseliny a trvania reakcie na sedimentačný objem upravovaných materiálov.

#### Literatúra

- [1] Norrish K.: *Disc. Faraday Soc.* 18, 120 (1954).
- [2] Hougardy J., Stone W., Fripiat J. J.: *Proc. Int. Clay Conf. Mexico*, 191 (1975).
- [3] Fukushima Y.: *Clays Clay Min.* 32, 320 (1984).
- [4] Ravina I., Low P. F.: *Clays Clay Min.* 20, 109 (1972).
- [5] Ravina I., Low P. F.: *Clays Clay Min.* 25, 201 (1977).
- [6] Lahav N., Bresler E.: *Clays Clay Min.* 21, 249 (1973).
- [7] Foster M. D.: *Amer. Mineral.* 38, 994 (1953).
- [8] Davitz J. C., Low P. F.: *Clays Clay Min.* 18, 325 (1970).
- [9] Stucki J. W., Low P. F., Roth C. B., Golden D. C.: *Clays Clay Min.* 32, 357 (1984).
- [10] Low P. F.: *Soil. Sci. Soc. Am. J.* 43, 651 (1979).
- [11] Del Pennino U., Mazzega E., Valori S., Alietti A., Brigatti M. F., Poppi L.: *J. Colloid Interface Sci.* 84, 301 (1981).
- [12] Sposito G., Prost R.: *Chem. Rev.* 82, 553 (1982).
- [13] Sposito G., Prost R., Gaultier J. P.: *Clays Clay Min.* 31, 9 (1983).
- [14] Low P. F., Margheim J. F.: *Soil Sci. Soc. Am. J.* 43, 473 (1979).
- [15] Low P. F.: *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44, 667 (1980).
- [16] Low P. F.: *Soil Sci. Soc. Am. J.* 45, 1074 (1981).
- [17] Rand B., Pekenc E., Goodwin J. W., Smith R. W.: *JCS Faraday I.* 76, 225 (1980).
- [18] Callaghan I. C., Ottewill R. H.: *JCS Faraday Disc.* 57, 110 (1974).
- [19] Viani B. E., Low P. F., Roth C. B.: *J. Colloid Interface Sci.* 96, 229 (1983).
- [20] Ramsay J. D. F.: *J. Colloid Interface Sci.* 109, 441 (1986).
- [21] Avery R. G., Ramsay J. D. F.: *J. Colloid Interface Sci.* 109, 448 (1986).
- [22] van Olphen H.: *Disc. Faraday Soc.* 82, (1951).
- [23] Harward M. E., Coleman N. T.: *Soil Sci.* 78, 181 (1954).
- [24] Aldrich D. G., Buchanan J. R.: *Soil Sci. Soc. Proc.* 22, 281 (1958).
- [25] Turner R.: Ph. D. Thesis, Univ. California, Davis (1964).
- [26] Coleman N. T., Craig D.: *Soil Sci.* 91, 14 (1961).
- [27] Barshad I., Foscolos A. E.: *Soil Sci.* 110, 52 (1970).
- [28] Loeppert R. H., Zelazny L. W., Volk B. G.: *Clays Clay Min.* 34, 87 (1986).
- [29] Malcolm R. L., Kennedy V. C.: *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 33, 247 (1969).
- [30] Osthaus B.: *Clays Clay Min.* 4, 301 (1956).
- [31] Kerns R. L., Mankin C. J.: *Clays Clay Min.* 16, 73 (1968).
- [32] Čičel B., Novák I.: *Z. Geol. Wissen.* (in Press).

## СЕДИМЕНТАЦИОННЫЕ ОБЪЕМЫ Н-МОНТМОРИЛЛОНИТОВ 1. ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПРИГОТОВЛЕНИЯ

Петер Комадел, Благослав Чичел

*Институт неорганической химии Центра химического исследования САН,  
842 36 Братислава*

Из монтмориллонита Елшовы Поток можно приготовить материалы с экстремально высоким седиментационным объемом (до  $48 \text{ см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$ , табл. I). Последующее понижение седиментационного объема при старении (рис. 2) объясняется недостатком по крайней мере двух одновременно протекающих процессов, самопроизвольного превращения Н-монтмориллонита в (Н, Al, Mg)-монтмориллонит и выравниванием неомогенного распределения поверхностного заряда (адсорбированных ионов) по всей поверхности частиц. Экспериментальные данные являются свидетельством существования самопроизвольного превращения в сухом материале. Быо доказано также влияние используемой концентрации кислоты (рис. 1) и длительности реакции (табл. I) на седиментационный объем обрабатываемых материалов.

Рис. 1. Отношение между седиментационным объемом монтмориллонита JP 1, активированного 10 мин. при температуре 96 °C и концентрацией кислоты (HCl).

Рис. 2. Изменения седиментационного объема при старении для монтмориллонита JP 1, активированного 6, 15 и 120 мин. в 1,5 мол. дм<sup>-3</sup> HCl при температуре 96 °C.

## SEDIMENTATION VOLUMES OF H-MONTMORILLONITES I. THE EFFECT OF THE CONDITIONS OF PREPARATION

Peter Komadel, Blahoslav Čížek

*Institute of Inorganic Chemistry, Centre of Chemical Research  
of the Slovak Academy of Sciences, 842 36 Bratislava*

The Jelšový Potok montmorillonite is suitable for the preparation of materials with extremely large sedimentation volumes (up to 48 cm<sup>3</sup> · g<sup>-1</sup>, Table I). The subsequent decrease of sedimentation volume due to ageing (Fig. 2) is explained to be the result of two simultaneous processes, namely spontaneous conversion of H-montmorillonite to (H, Al, Mg)-montmorillonite, and equalization of the originally inhomogeneous surface charge distribution (that of adsorbed ions) all over the surface area of the particles. Experimental data bring evidence for the existence of spontaneous conversion in the dry material. The concentration of the acid employed (Fig. 1) and the time of the reaction (Table I) were also found to influence the sedimentation volume of the treated materials.

Fig. 1. Sedimentation volume of JP 1 montmorillonite activated for 10 minutes at 96 °C vs. the concentration of acid (HCl).

Fig. 2. Changes in sedimentation volume due to ageing for JP 1 montmorillonite activated for 6, 15 and 120 minutes in 1.5 mol · dm<sup>-3</sup> HCl at 96 °C.

CERAMIC MATERIALS AND COMPONENTS FOR ENGINES (Keramické materiály a součástky pro motory), Sborník z 2. mezinárodního sympozia, konaného 14. až 17. dubna 1986, Lübeck-Travemünde, NSR; vydaného Deutsche Keramische Gesellschaft e. V., Postfach 1226, D-5340 Bad Honnef 1; redigovali W. Bunk a H. Hausner, 1205 str., 423 obr., tabulek a fotografií, cena 145 DM.

Použití speciální keramiky pro součástky resp. větší části motorů je v současné době předmětem zájmu předních světových výrobců automobilů. Odpověď na otázku, jaký je současný stav v této oblasti a jaké problémy musí řešit vědeckovýzkumná základna a výrobci keramiky i konstruktéři motorů, byla předmětem jednání sympozia. Na sympoziu bylo prezentováno 134 příspěvků, jejich úplný text je obsažen v právě vydaném sborníku. Příspěvky jsou rozčleněny do 8 tematických okruhů s počtem příspěvků v jednotlivých okruzích uvedených v závorkách: 1. prášky—primární produkty (13), 2. výroba—technologie (29), 3. obrábění—spojování (10), 4. vlastnosti a mikrostruktura (36), 5. nedestruktivní hodnocení (16), 6. reprodukovatelnost a předpověď životnosti (10), 7. návrh součástek (18), 8. zkoušení motorů (2). V současné době je tato problematika nejvíce rozpracována v NSR, Japonsku a USA. Tomu odpovídá i počet příspěvků těchto států na sympoziu: NSR — 45, Japonsko — 29, USA — 28. Základní poznatky plynoucí z příspěvků lze charakterizovat následovně. Na výrobu součástek do motorů je nejčastěji aplikována keramika na bázi Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, SiC, částečně stabilizovaného ZrO<sub>2</sub> a Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>. Řízení výsledné mikrostruktury a tím i vlastností těchto materiálů závisí na stavu výchozích prášků a zvládnutí celé technologie jejich zpracování. Žádoucí jsou monodisperzní prášky se submikronovými částicemi, bez aglomerátů, s vysokou čistotou a fázovou stabilitou. Vlastnosti keramiky jsou dále ovlivňovány stavem na hranicích zrn. Práce v tomto směru se soustřeďují na potlačení obsahu skelné fáze na hranicích zrn cestou nalezení vhodných aditiv. Například v případě Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> způsobuje přidávek Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> krystalizaci skelné fáze a výsledkem je zvýšení pevnosti v ohybu materiálu o zhruba 100 MPa při teplotách 1000—1400 °C. U materiálů z částečně stabilizovaného ZrO<sub>2</sub> bylo zjištěno, že při dlouhodobé tepelné expozici při cca 1000 °C dochází k tepelnému stárnutí doprovázanému zhoršováním mechanických vlastností. Příčinou je fázový rozklad materiálu