

---

***PRACE***

---

**Instytutu Szkła, Ceramiki  
Materiałów Ogniotrwałych  
i Budowlanych**

---

***Scientific Works***  
of Institute of Glass, Ceramics  
Refractory and Construction Materials

---

**Nr 1**

ISSN 1899-3230

**Rok I**

**Warszawa–Opole 2008**

---

## I GT: SZKŁO I CERAMIKA (PG: Glass and Ceramic)

T e m a t T-30499/07

WENCEL ANDRZEJ

**Opracowanie nowych pobiałek ceramicznych o obniżonym koszcie zestawu surowcowego, spełniających wymagania krajowego przemysłu płytek ceramicznych**

(32 s., 12 tab., 3 rys., bibliogr.); maszyn.: Oddział Szkła, Kraków

Polski przemysł płytek ceramicznych w latach ubiegłych podlegał bardzo dynamicznemu rozwojowi, co doprowadziło do nasycenia rynku jego wyrobami. Rosnące koszty produkcji związane ze wzrostem cen energii, robocizny i materiałów do produkcji powinny skutkować wzrostem ceny gotowego produktu, jednak wytwórcy starają się utrzymać dotychczasowy poziom cen, który jest akceptowalny przez rynek. Producenci, by osiągnąć ten cel, żądają od dostawców obniżek cen materiałów do produkcji przy zachowaniu wszystkich wymagań jakościowych. Dotyczy to także naszych produktów, tj. pobiałek i angob ceramicznych wytwarzanych w Zakładzie Doświadczalno-Produkcyjnym Oddziału Szkła w Krakowie. Aby utrzymać się na rynku dostawców, należało dla krajowego przemysłu płytek ceramicznych podjąć się opracowania tańszych pobiałek i angob. Analiza kosztów wytwarzania pobiałek i angob wskazywała, że źródłem obniżki powinny być surowce stosowane do produkcji. W wyniku realizacji zamierzenia opracowano 10 nowych składów pobiałek i angob, odpowiadających wymaganiom odbiorców. Wdrożono do produkcji osiem rodzajów nowych produktów i do końca 2007 r. sprzedano łącznie 1502 t wyrobów. Opracowano karty technologiczne i specyfikacje materiałowe nowo opracowanych produktów.

Wprowadzenie do produkcji nowych asortymentów rozszerzyło ofertę produkcyjną Zakładu Doświadczalno-Produkcyjnego ISCMOiB Oddziału Szkła w Krakowie. Realizacja pracy pozwoliła na utrzymanie sprzedaży pobiałek i angob dla przemysłu płytkowego zarówno do firm, z którymi już współpracowano wcześniej, jak i pozyskanie do współpracy handlowej kolejnych, np. Ceramika Pilch w Jasienicy, JOPEX w Zabrze.

\*

T e m a t: T-304/07

GROCHAL ELŻBIETA

**Odzysk ołowiu z odpadów po obróbce wyrobów ze szkła kryształowego – opracowanie sposobu**

(26 s., 1 tab., 7 rys., bibliogr.); maszyn.: Oddział Szkła, Kraków

Produkcja wyrobów z ołowiowego szkła kryształowego, obok emisji do powietrza gazów spalinowych, charakteryzuje się wprowadzaniem związków ołowiu, arsenu, fluoru i siarki do wody, co wynika z procesu szlifowania i polerowania tych wyrobów szklanych zawierających w swym składzie szkodliwy tlenek ołowiu. Powstające odpady z polerowania chemicznego należą do grupy odpadów niebezpiecznych, głównie ze względu na zawartość ołowiu.

Celem badań było opracowanie sposobu odzysku ołowiu z odpadu po chemicznym polerowaniu wyrobów ze szkła kryształowego, zawierającego min. 24% tlenku ołowiu. Opracowano metodę odzysku ołowiu z odpadu, która polega na wstępnym przygotowaniu materiału poprzez oddzielenie osadu od ścieków i wypłukanie go do osiągnięcia pH ok. 3 ÷ 4, następnie przeprowadzeniu reakcji chemicznej tego materiału z roztworem sody w odpowiednich warunkach temperaturowych i pH, oraz odsączeniu i wysuszeniu otrzymanego osadu. Otrzymany w ten sposób osad, w formie węglanowych związków ołowiu, może być użyty jako surowiec do zestawu szklarskiego.

Wytop szkła kryształowego z zestawu zawierającego 20 g uzyskanego surowca na 100 g szkła potwierdził możliwość stosowania wysuszonego osadu bez obniżenia jakości szkła.

Opracowany odzysk ołowiu po chemicznym polerowaniu ołowiowego szkła kryształowego jest najlepszym sposobem na eliminację szkodliwego oddziaływania tego odpadu. Pozwoli producentowi szkła kryształowego uzyskać wymierne korzyści z tytułu zmniejszenia kosztów zakupu surowca wprowadzającego tlenek ołowiu do składu szkła i zlikwidować lub zminimalizować koszty związane z opłatami wytworzenia i neutralizacji odpadu i ochrony środowiska.

\*

Temat: T-30-500/07

ŻELAZOWSKA ELŻBIETA

**Organiczno-nieorganiczne materiały hybrydowe o właściwościach optoelektronicznych**

(47 s., 3 tab., 16 rys., bibliogr.); maszyn.: Oddział Szkła, Kraków

Przedmiotem prób i badań w ramach realizowanego tematu były materiały hybrydowe organiczno-nieorganiczne otrzymywane metodą zol-żel na bazie ortokrzemianu etylu (TEOS) i dodatków w postaci różnych związków organicznych, w celu modyfikacji ich właściwości strukturalnych i użytkowych. Badania objęły także materiały tlenkowe o składach i właściwościach mikrostrukturalnych, dobieranych pod kątem uzyskania materiałów przydatnych do urządzeń optoelektronicznych, takich jak elektrolity stałe do zaawansowanych powłok do oszkleń i litowych ogniw doładowczych, oraz na hybrydowe organiczno-nieorganiczne matryce do dalszego domieszkowania, by uzyskać właściwości luminescencyjne.

Na tym (I) etapie pracy przeprowadzono rozeznanie literaturowe dotyczące rodzajów materiałów podstawowych i domieszek w postaci tlenków metali, niezbędnych do uzyskania właściwości luminescencyjnych, oraz urządzeń do badania takich właściwości (spektrometrów fluorescencyjnych). Przedmiotem prac był dobór składu i procedur wytwarzania matryc hybrydowych bez domieszek i z domieszką litu oraz kalcynowane materiały tlenkowe, w tym domieszkowane metalami grup przejściowych. Do otrzymywania organiczno-nieorganicznych materiałów żelowych na matryce i elektrolity przewodzące jonami litu jako dodatki do ortokrzemianu etylu (TEOS) i prekursorów modyfikujące strukturę stosowano związki organiczne w postaci: poli(tlenku etylenu), poli(metyl metakrylanu), net-polyacrylic-*inter-net*-polysiloxanu acetylooctanu etylu, węgla pro pylenu, akrylanu butylu, metakrylanu etylu, tetrahydrofuranu oraz rozpuszczalniki organiczne. Do domieszkowania litem stosowano  $\text{LiClO}_4$ . Na bazie metody zol-żel oraz klasycznej syntezy chemicznej przeprowadzono próby otrzymywania tlenków mieszanych na bazie:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{WO}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CeO}_2$ , w tym spineli z udziałem litu  $\text{Li}_2[\text{M}_2]\text{O}_4$  ( $\text{M} = \text{Al}, \text{Zr}, \text{Ti}, \text{Mn}, \text{V}$ ), tj. związków o charakterze materiałów elektrodowych dla ogniw elektrochemicznych. Otrzymane materiały poddano badaniom mikrostrukturalnym i pierwiastkowej analizie chemicznej metodami SEM/EDAX (Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Analysis); badano przewodność elektryczną materiałów domieszkowanych litem. W ramach planowanej (II etap) kontynuacji zadania opracowane już procedury otrzymywania nanokrystalicznych materiałów tlenkowych i matryc zol-żelowych posłużą otrzymywaniu materiałów domieszkowanych metalami ziem rzadkich i badaniom luminescencji.

T e m a t: 03/I/002/07

GEBEL ROMAN

**Opracowanie palety kolorystycznej dla systemu tintometrycznego**

(27 s.; 10 tab.; 15 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

System składający się z zestawu barwników lub pigmentów, z których poprzez mieszanie otrzymuje się szeroką paletę kolorów, nosi nazwę systemu tintometrycznego (kolorymetrycznego). W produkcji wyrobów ceramicznych jest wykorzystywany do przygotowywania materiałów zdobniczych z uwzględnieniem powtarzalności barw.

Polega na komputerowym przygotowaniu mieszanek pigmentów, farb bądź past na podstawie wcześniejszych pomiarów barw składników wyjściowych. Stosowanie mieszanek środków zdobniczych zmniejsza ilość dotychczas kupowanych preparatów barwnych. To wpływa na wzrost ekonomiki produkcji i poprawia działanie gospodarki magazynowej, a technologia automatycznego zestawiania kompozycji ceramicznych pozwala firmom ceramicznym na zapewnienie powtarzalności palety kolorystycznej.

W pracy wytypowano zestaw pigmentów ceramicznych, który mógłby być oferowany jako jednolita paleta do systemu tintometrycznego.

Barwa każdego pigmentu ceramicznego składa się z trzech kolorów podstawowych i czarnego w układzie CMYK (Cyan, Magenta, Yellow, black). Barwy pochodne można określać, podając proporcje podstawowych barw składowych. Korekta barwy polega na zmianie udziału kolorów podstawowych w mieszaniu.

Efektom przeprowadzonych badań jest zdefiniowanie zasad decydujących o ostatecznym kolorze mieszaniny pigmentów i wytypowanie z wytwarzanej w ISCMOiB palety pigmentów do systemu tintometrycznymi. Mieszanina wybranych pigmentów została określona potrzebami produkcyjnymi szkliva stosowanego w zakładzie płytek ceramicznych.

Wytypowany zestaw pozwala na otrzymanie szerokiego zakresu barw wyrobów ceramicznych i może być oferowany jako paleta pigmentów do systemu tintometrycznego.

\*

T e m a t: 03/I/003/07

GEBEL ROMAN, WARDA MAŁGORZATA

**Rozszerzenie palety środków zdobniczych, tj. pigmentów i farb o barwie szarej**

(49 s.; 14 tab.; 18 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Zakres prac nad otrzymaniem środków zdobniczych o barwie szarej obejmował weryfikację składów surowcowych pigmentów i wykonanie w skali półtechnicznej prób uzyskania dwóch pigmentów: szarego z odcieniem beżowym i szarego z odcieniem niebieskim oraz badania aplikacyjne wymienionych pigmentów do farb ceramicznych. Pigmenty zostały przetestowane jako komponenty do wytwarzania farb ceramicznych zarówno szkliwnych, jak i naszkliwnych. Wykonane badania potwierdziły odporność termiczną pigmentów i ich przydatność do wymienionych farb. Efektem końcowym pracy są wstępne założenia do technologii produkcji pigmentów szarych oraz otrzymywania nowych odcieni szarych farb do zdobienia wyrobów ceramicznych. Opracowane pigmenty i farby wzbogacą asortyment środków zdobniczych o barwie szarej.

\*

T e m a t: 03/I/001/07

MARECKA MAŁGORZATA

**Opracowanie założeń do technologii otrzymywania farb triadowych do zdobienia powierzchni szklanych**

(23 s.; 14 tab., 3 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Przedmiotem badań była synteza farb spełniających warunki druku triadowego na szkło; obejmowała syntezę topników i dobór pigmentów.

Ze względu na różne temperatury wypalania dekoracji w zależności od rodzaju szkła, jakość powierzchni farbowych była oceniana po wypaleniu dekoracji w czterech temperaturach: 560°C, 600°C, 650°C, 700°C. Wyniki badań potwierdziły celowość opracowania dwóch palet farbowych przeznaczonych do dekoracji wypalanych w przedziale temperatur 540–560°C i 600–720°C. Efektem wykonanych prac są założenia do technologii otrzymywania farb triadowych do zdobienia szkła.

\*

T e m a t: 03/I/004/07

BIERNAT MONIKA

**Badanie możliwości wprowadzenia do procesu wytwarzania kalki ceramicznej zaprawiacza reagującego na promieniowanie UV w celu podwyższenia efektywności tego procesu**

(16 s.; 7 tab.; 5 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Przedmiotem badań były wydruki farb naszkliwnych produkowanych w Zakładzie Środków Zdobniczych z udziałem mieszaniny stosowanego w druku kalki ceramicznej zaprawiacza 63/23 z czterema zaprawiaczami UV firmy Ferro, różniącymi się reaktywnością i konsystencją.

W wyniku badań ustalono, że czas schnięcia kalki na etapie suszenia przed lakowaniem można skrócić przez zastosowanie jako zaprawiacza mieszaniny zaprawiacza fotoutwardzalnego z tradycyjnym zaprawiaczem oleistym. Opracowana mieszanina jest kompatybilna z powszechnie stosowanym lakiem L 406 firmy Heraeus, podczas gdy same zaprawiacze fotoutwardzalne nie wykazują tej cechy. Wraz ze wzrostem czasu naświetlania elastyczność powłok farbowych maleje. Jakość powierzchni farbowej po wypaleniu jest zróżnicowana i zależy od składu farby.

\*

T e m a t: 02/I/002/07

JAEGERMANN ZBIGNIEW, MICHAŁOWSKI SŁAWOMIR

**Próby polepszenia aktywności biologicznej pianek korundowych poprzez modyfikację ich powierzchni**

(25 s.; 7 tab.; 12 rys., bibliogr.); masz.: ISCMOiB, Warszawa

W opracowaniu skoncentrowano się na podniesieniu bioaktywności i wytrzymałości na ściskanie pianek korundowych poprzez pokrycie ich powierzchni warstwą szkielek bioaktywnych. Aby zrealizować podjęty temat, przygotowano próbki badawcze, tj. lite krążki i pianki korundowe pokryte warstwą szkielek bioaktywnych. Zbadano właściwości fizyczne i mechaniczne pianek, a także określono podstawowe właściwości nałożonych warstw; zanalizowano mikrostrukturę otrzymanych materiałów oraz zbadano ich zachowanie w czasie inkubacji w sztucznym osoczu krwi. Na tej podstawie wykazano, że warstwa bioszklek 45S5 w istotny sposób podnosi wytrzymałość na ściskanie pianek korundowych, a tworzywo korundowe pokryte warstwą szkielek 45B15S5 uzyskuje cechy bioaktywne w badaniu w SBF.

T e m a t: 02/I/001/07

KARAŚ JOANNA

**Wstępne badania dla otrzymywania giomerów jako materiałów do odbudowy i wypełniania ubytków w stomatologii zachowawczej**

(24 s., 6 tab.; 10 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

W ramach pracy dokonano szerokiego przeglądu literatury światowej ze względu na giomery, które są nowością w skali światowej. Wykonano również próby otrzymania wypełniacza do giomerów będącego całkowicie przereagowanym szkło-jonomerem oraz próby otrzymania wypełniaczy będących powierzchniowo-przereagowanymi szkło-jonomerami.

Wybrane wypełniacze, otrzymane z materiałów szkło-jonomerowych, jak i inne dotychczas stosowane do otrzymywania kompozytów, poddano silanizacji w różnych warunkach, by uzyskać dobre połączenie z matrycą organiczną opracowywanych giomerów i z ich udziałem. Wykonano szereg prób otrzymania giomerów, z różnym udziałem wagowym tak przygotowanych wypełniaczy, na bazie dwóch matryc z różnych monomerów. Otrzymano również kompozyty jako materiały porównawcze. Przeprowadzono badania wytrzymałości na zginanie otrzymanych giomerów i przedstawiono ich ocenę pod kątem przydatności do określonych zastosowań w stomatologii.

\*

T e m a t: 06/I/001/07

OZIEBŁO ARTUR, ŁUKASIK WOJCIECH, GAŚIŃSKI ARKADIUSZ

**Analiza mikrostruktury tworzyw wysokoglinowych produkowanych w ISiC z zastosowaniem technik SEM oraz analizy obrazu**

(27 s.; 1 tab.; 49 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Do analizy wykorzystano elektronowy mikroskop skaningowy Nova 200 Nano-SEM z emisją polową (FESEM) i spektrometrem energodispersyjnym EDAX (EDS) oraz wykonano opisy i obrazy mikrostruktury tworzyw ceramicznych na bazie na  $Al_2O_3$ .

Badania wykonano na materiałach krajowych i importowanych, w których określono wielkość krystalitów, sposób ich wzajemnego ułożenia i oddziaływania. Stosowna interpretacja właściwości materiału, np. ceramiki balistycznej, pozwoliła zidentyfikować sposób pęknięcia ceramiki podczas obciążeń dynamicznych.



Odpowiednie wykorzystanie zalet aparatu wraz z właściwym przygotowaniem próbek umożliwiło uzyskanie informacji o przebiegu niektórych operacji technologicznych, np. prasowania, spiekania.

Oprócz celów badawczych, w opracowaniu przedstawiono bardziej praktyczne metody wykorzystania technik SEM, np. do rozwiązania problemów produkcyjnych. Rozszerzenie pracy o zastosowanie metod SEM do rozwiązywania problemów produkcyjnych i badania surowców i granulatów jest uzasadnione, bowiem uzyskuje się dobry skutek w bardzo szybkim czasie. Przewidywana jest kontynuacja mikroskopowych badań materiałów o innych charakterystykach oraz prowadzenie szkoleń operatorów mikroskopu, by wyspecjalizować ich w profesjonalnej, rzetelnej interpretacji struktur szerokiego zakresu materiałów.

\*

T e m a t: 06/I/002/07

OZIEBŁO ARTUR

**Otrzymywanie porowatych kształtek korundowych z gradientem porowatości**

(30 s.; 5 tab.; 33 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Temat opracowano w dwóch aspektach: technologicznym, skupiającym się na poprawie technologii wytwarzania materiału porowatego oraz badawczym – opisującym mikrostrukturę otrzymanego materiału z wykorzystaniem nowo zakupionej aparatury badawczej.

W trakcie realizacji opracowano proces suszenia rozpyłowego granulatu korundowego zawierającego wypełniacz porotwórczy. Do opisu mikrostruktury wykorzystano skaningową mikroskopię elektronową oraz analizę obrazu.

\*

T e m a t: 06/I/003/07

OSUCHOWSKI MARCIN, JAKUBIUK TADEUSZ

**Synteza ceramicznych związków tlenkowych do zastosowania w ogniwach paliwowych**

(28 s.; 5 tab.; 25 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Opracowano syntezę ceramicznych związków tlenkowych do zastosowania w wysokotemperaturowych ogniwach paliwowych.

Zakres wykonanych prac do zrealizowania wymienionego celu obejmował: zbadanie składu fazowego tlenku tytanu, dyspersji rozmiaru cząstek tlenku tytanu,

wytypowanie i pomiar dyspersji rozmiaru cząstek dodatków modyfikujących, ustalenie czasu rozdrabniania tlenku tytanu oraz dodatków modyfikujących, zbadanie podstawowych parametrów fizycznych, takich jak: gęstości pozornej, porowatości, nasiąkliwości, skurczliwości wypalonego tworzywa tytanowego wraz z dodatkami modyfikującymi oraz zbadanie właściwości elektrycznych tworzywa tytanowego wypalonego z różnymi dodatkami modyfikującymi.

\*

T e m a t: 06/I/004/07

DZIUBAK CECYLIA

**Synteza struktur perowskitowych do specjalnych zastosowań**

(32 s.; 7 tab.; 15 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB, Warszawa

Wykorzystano możliwość podstawiania do sieci perowskitu pierwiastków grup przejściowych, ziem rzadkich i lantanowców, co prowadzi do utworzenia szeregu związków o różnorodnych właściwościach elektrycznych, cieplnych, mechanicznych i barwiących. Badano warunki syntezy trzech grup związków perowskitowych, z przeznaczeniem jako materiał do wytworzenia elementu grzejnego oraz jako ceramiczne środki zdobnicze (pigmenty). W wyniku badań ustalono, że jedyne związki perowskitów o wzorze ogólnym  $A^{III}B^{III}O_3$  mogą być wykorzystane jako pigmenty. Ze względu na wysoką temperaturę syntezy tych tworzyw oraz długi czas przetrzymywania izotermicznego, ich produkcja może być ograniczona z powodów ekonomicznych.

\*

T e m a t: 08/I/001/2007

REGAD URSZULA

**Opracowanie metody oznaczania chromoforów niewbudowanych w strukturę pigmentów ceramicznych przy zastosowaniu aparatu spektrometrii atomowej wyposażonego w kuetę grafitową**

(22 s.; 14 tab.; 3 rys., bibliogr.); maszyn.: ISCMOiB w Warszawie

W produkcji pigmentów ceramicznych istnieje możliwość niecałkowitego wbudowania w strukturę pigmentu pierwiastków barwiących pigment, tzw. chromoforów.

Realizując temat, oznaczono ilość chromoforów niewbudowanych w strukturę pigmentów produkowanych w Zakładzie Środków Zdobniczych. Oznaczono

ilości chromoforów, takich jak: kobalt, nikiel, chrom i cynk. Do oznaczeń stosowano metodę absorpcji atomowej z atomizacją w kuwecie grafitowej. Wykonano oznaczenie bez modyfikatora oraz z modyfikatorem palladowym i magnezowym.

Otrzymane wyniki pozwoliły na opracowanie metody oznaczania chromoforów oraz dobór odpowiedniego modyfikatora.

\* \* \*

## II GT: MATERIAŁY OGNIOTRWAŁE (PG: *Refractory Materials*)

T e m a t: 3588/BT/2007

CZECHOWSKA KINGA

**Badania odporności kruchego pęknięcia ceramiki ogniotrwałej – wpływ sposobu pomiaru odkształcenia i powierzchni przelamu belek z karbem stosowanych w teście trójpunktowego zginania na wyniki oznaczeń pracy pęknięcia ( $\gamma_{\text{WOF}}$ )**

(17 s., 5 tab., 8 rys., bibliogr.); maszyn.: Oddział MO, Gliwice

Określono wpływ sposobu pomiaru odkształcenia i powierzchni przelamu belek prostopadłościennych (z wyrobów ogniotrwałych) zastosowanych w teście trójpunktowego zginania na wyniki oznaczeń pracy pęknięcia.

W ramach badań doposażono maszynę wytrzymałościową w ekstensometr do pomiaru ugięcia próbek przy testach na zginanie trójpunktowe, z możliwością pomiaru modułu sprężystości E. Pomiary odkształcenia – ugięcia – podczas testów wykonywano zarówno ekstensometrem, jak i bezpośrednio czujnikiem przemieszczającej się głowicy zginającej.

Badania przeprowadzono na belkach z karbem o wymiarach 25 x 25 x 150 mm, które wycinano z wyrobów ogniotrwałych. W badaniach testowano komercyjne wyroby glinokrzemianowe i zasadowe, charakteryzujące się wysoką, średnią i niską odpornością na szoki termiczne. Stwierdzono różnice pomiędzy wynikami oznaczeń pracy pęknięcia obydwoma zastosowanymi sposobami pomiaru. Pomimo uwzględnienia pracy związanej z odkształceniem się maszyny wytrzymałościowej, przy oznaczeniach bez ekstensometru wyznaczone wartości były zawyżone.

Wyniki posłużą do opracowania procedury badawczej dotyczącej oznaczania pracy pęknięcia WOF dla materiałów ogniotrwałych metodą trójpunktowego zginania prostopadłościennych belek z karbem.