

---

**PRACE**

**Instytutu Ceramiki  
i Materiałów Budowlanych**

---

***Scientific Works***  
of Institute of Ceramics  
and Building Materials

---

**Nr 22**  
(lipiec–wrzesień)

Prace są indeksowane w BazTech i Index Copernicus

ISSN 1899-3230

**Rok VIII**

**Warszawa–Opole 2015**

---

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

Praca statutowa nr 501/OBT/ON007S14

PIOTR GĘBAROWSKI, KATARZYNA ŁASKAWIEC,  
MARTA SKORNIEWSKA

### **Badanie wpływu oddziaływania betonu komórkowego na środowisko**

Celem pracy jest uzyskanie informacji o oddziaływaniu ABK według technologii piaskowej i popiołowej na środowisko. Dla realizacji powyższego celu ustalono przeprowadzenie odpowiedniego zakresu badań. W programie ujęto oznaczenie w surowcach do produkcji ABK oraz w gotowym materiale zawartości metali ciężkich, a także siarki całkowitej oraz oznaczenie wymywalności tych metali i siarki poprzez ługowanie.

Badania wymywalności potwierdziły bardzo wysoki stopień związania metali ciężkich w betonie komórkowym, dzięki zawartości w jego strukturze takich faz, jak tobermoryt  $C_5S_6H_{5,5}$  i faza C-S-H. Dla odpadów (gruzu) z betonu komórkowego spełnione są wymagania dopuszczenia do składowania tego rodzaju materiałów na składowisku odpadów innych niż niebezpieczne i obojętne.

\*

Praca statutowa nr 501/OBT/ON005S14

PIOTR GĘBAROWSKI, KATARZYNA ŁASKAWIEC,  
MARTA SKORNIEWSKA

### **Optymalizacja czasu autoklawizacji betonu komórkowego**

Celem pracy jest zbadanie możliwości skrócenia czasu autoklawizacji masy betonu komórkowego. Analizowano wpływ długości fazy stałego ciśnienia autoklawizacji na właściwości fizykotechniczne i skład fazowy betonu komórkowego.

Badania prowadzono według technologii piaskowej (SW) dla wielu wariantów recepturowych, z zastosowaniem różnych dodatków. Proces autoklawizacji przebiega w temperaturze 180–200°C i ciśnieniu pary wodnej 1,1–1,3 MPa. Czas autoklawizacji jest zmienny i wynosi średnio od 10 do 14 godzin. Uzależniony jest on m.in. od gęstości betonu komórkowego oraz od objętości danego wy-

---

\* Tematy działalności statutowej zrealizowane w 2014 r. przez Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie.

robu. Proces autoklawizacji betonu komórkowego prowadzono według metody klasycznej w autoklawie badawczym w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych – Centrum Badań Betonów CEBET. Czas trzeciej fazy – utrzymania stałego ciśnienia – wynosił 4, 6 lub 8 godzin.

Badania wykazały, że:

- wytrzymałości na ściskanie ABK z zastosowanym dodatkiem przy tym samym czasie autoklawizacji wzrasta wraz ze wzrostem maksymalnego ciśnienia nasyconej pary wodnej podczas procesu;
- zmiana maksymalnego ciśnienia nasyconej pary wodnej przy czasie trwania III fazy autoklawizacji 6 godzin, nie powodowała znaczącej zmiany w ilości powstającej fazy C-S-H i tobermorytu;
- skrócenie czasu III fazy w badanym zakresie wpływa niekorzystnie na wytrzymałość na ściskanie.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON006S14

KATARZYNA ŁASKAWIEC, MAŁGORZATA PIOTROWICZ,  
PIOTR ROMANOWSKI, MARTA SKORNIEWSKA

### **Sekwestracja dwutlenku węgla w materiałach i wyrobach budowlanych**

Celem pracy było przeprowadzenie prac rozpoznawczych związanych z naturalnym procesem chemicznego wiązania CO<sub>2</sub> z atmosfery w betonie. Prace rozpoznawcze ukierunkowane zostały na określenie potencjału sekwestracyjnego CO<sub>2</sub> z atmosfery w odniesieniu do różnych odmian betonu (m.in. betonu kruszywowego, betonu komórkowego) oraz wpływu tego procesu na właściwości tych betonów.

Do badań wykonano próbki betonu zwykłego z kruszywem:

- 1) naturalnym, kruszywem naturalnym jest piasek i żwir frakcjonowany, frakcji 2–4 i 4–8 mm,
- 2) pochodzenia sztucznego, którym jest kruszywo lekkie Pollytag frakcji 1–5 i 4–8 mm,
- 3) z recyklingu, którym jest gruz betonowy frakcji 2–8 mm.

Próbki betonu, po dobie dojrzewania w formach, rozformowano i pielęgnowano przez 28 dni (zgodnie z normą PN-EN 12390-2:2011), następnie przechowywano je w laboratorium ( $T=20\pm 5^{\circ}\text{C}$ ) przez 14 dni.

Wykonano także próbki z autoklawizowanego betonu komórkowego odmiany 500, 600.

Próbki z betonu kruszywowego po okresie pielęgnacji i sezonowania oraz próbki z betonu komórkowego po autoklawizacji podzielono na 3 serie. Pierwszą serię

próbek umieszczono w laboratorium ( $T = 20 \pm 5^\circ\text{C}$ ), drugą w komorze wilgotnościowej ( $T = 20 \pm 2^\circ\text{C}$ ;  $\text{RH} = 50 \pm 5\%$ ), a trzecią w komorze karbonatyzacyjnej (stężenie  $\text{CO}_2 = 4 \pm 0,5\%$ ;  $T = 20 \pm 2^\circ\text{C}$ ;  $\text{RH} = 55 \pm 5\%$ ). Czas ekspozycji wynosił 6 miesięcy.

Badanie przyspieszonej odporności na karbonatyzację badano według procedury podanej w projekcie normy CEN/TS 12390-12. Po 6 miesiącach przechowywania próbki poddano badaniom wytrzymałości na ściskanie. W celu oceny postępu procesu karbonatyzacji wykonano badania zawartości węgla i analizę XRD betonów przechowywanych w komorze karbonatyzacyjnej. Pomiar zawartości węgla wykonano przy pomocy analizatora G8 Galileo firmy Bruker.

Uzyskane efekty:

- Biorąc pod uwagę wyniki badań przeprowadzonych w warstwach powierzchniowych (0–2 mm) i warstwach pobranych ze środka próbek (4,5–5,0 cm), można stwierdzić, iż zarówno dla betonów zwykłych z kruszywem naturalnym, jak i dla betonów z kruszywem sztucznym potencjał sekwestracyjny jest podobny.
- Opierając się na wynikach badań XRD można domniemywać, że proces karbonatyzacji przebiegał intensywniej w betonie lekkim niż w betonie zwykłym z kruszywem naturalnym. W związku z tym dalszy proces sekwestracji  $\text{CO}_2$  będzie wolniejszy w betonie lekkim niż w betonie zwykłym.
- Badane próbki o boku 100 mm przez ok. 6 miesięcy w stężeniu  $\text{CO}_2 = 4 \pm 0,5\%$  pozwalają z zadowalającym przybliżeniem ustalić potencjał sekwestracyjny dla betonu zwykłego i dla betonu lekkiego.
- W betonie zwykłym z kruszywem z recyklingu, nieokreślony stan kruszywa (ze względu na ilość węgla) powoduje, że trudno wyciągnąć wnioski. Przyjęta metodyka uniemożliwia analizę potencjału sekwestracyjnego tego betonu, ponieważ kruszywo z gruzu betonu może karbonatyzować jedynie w tej strefie „nowego” betonu, w której zachodzi karbonatyzacja matrycy cementowej.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON003S14

PIOTR GĘBAROWSKI, PIOTR ZAJĄC, EWA SKOCZEK

### **Określenie zależności wybranych właściwości fizykotechnicznych autoklawizowanego betonu komórkowego od mikrostruktury i struktury porowatości oraz od składu fazowego**

Badania zostały wykonane dla 30 próbek autoklawizowanego betonu komórkowego wyprodukowanego według technologii piaskowej, pochodzącego z bieżącej produkcji z dwóch wytwórni z Polski. W celu określenia siły liniowego związku między poszczególnymi właściwościami i strukturą porowatości obliczono korelację. Biorąc pod uwagę wyniki badań wszystkich badanych próbek

betonu komórkowego i ich zależności, podjęto próbę opracowania modelu matematycznego dla następujących parametrów fizykotechnicznych:

- wytrzymałość na ściskanie,
- współczynnik przewodzenia ciepła,
- skurcz całkowity,
- absorpcja wody po 90 minutach.

\*

Praca statutowa nr 501/OBT/ON001S14

KATARZYNA ŁASKAWIEC, MARTA SKORNIEWSKA,  
PIOTR GĘBAROWSKI

### **Długoterminowa obserwacja autoklawizowanego betonu komórkowego (ABK) wyprodukowanego z zastosowaniem popiołów fluidalnych**

Badania pozwoliły na dokonanie obserwacji tworzenia się produktów reakcji chemicznych zachodzących w różnych warunkach przechowywania próbek (w suchym środowisku w temperaturze pokojowej oraz w środowisku wilgotnym). Do identyfikacji powstających produktów reakcji chemicznych zachodzących w badanych układach wykorzystano obserwacje mikroskopowe SEM-EDS oraz analizy XRD i DTA/TG. W badaniach nie stwierdzono obecności taumazytu. Badanie struktury jakościowo nie odbiega w swoich wynikach od prezentowanych w 2012 i 2013 r. ustaleń, stwierdzono, podobnie jak w poprzednich badaniach, występowanie w próbkach tobermorytu, hydrogranatów (katoit), kalcytu, kwarcu, mulitu i anhydrytu oraz scawtytu. W ciągu trzyletniej obserwacji zawartość uwodnionych faz krzemianu wapnia – typu tobermorytu – nieznacznie spada. Wzrasta stopień wykształcenia hydrogranatów, które występują licznie, przy czym ich rozmieszczenie w strukturze materiału jest równomierne. Badania gęstości i wytrzymałości na ściskanie pozwalają stwierdzić, że wytrzymałość na ściskanie ABK w przeciągu 3 lat jest na podobnym poziomie. Przeprowadzone trzyletnie badania właściwości fizykochemicznych betonów komórkowych pozwalają stwierdzić, że zastosowanie popiołu fluidalnego do produkcji ABK pozwala otrzymać beton komórkowy o dobrych parametrach użytkowych.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON002S14

KATARZYNA ŁASKAWIEC, MAŁGORZATA PIOTROWICZ,  
PIOTR ROMANOWSKI, GRZEGORZ ZAKRZEWSKI

### **Wpływ warunków pielęgnacji na kształtowanie trwałości betonu (etap trzeci)**

Na podstawie przeprowadzonych badań i analiz można sformułować następujące spostrzeżenia:

- przyjęcie wyższej klasy pielęgnacji pozytywnie wpływa na końcową wartość wytrzymałości betonu na ściskanie oraz głębokość penetracji wody pod ciśnieniem, niezależnie od użytego cementu;
- kluczowe znaczenie klasy pielęgnacji stwierdzono w odniesieniu do wyników badania mrozoodporności betonu. Im wyższa klasa pielęgnacji (dłuższy czas), tym mniejsze spadki wytrzymałości po 50 cyklach mrożenia (mrozoodporność wewnętrzna) i większa odporność na scaling (mrozoodporność zewnętrzna);
- napowietrzenie betonu ma korzystny wpływ na mrozoodporność betonu wewnętrzną, jak i saling, ale nadal parametr ten jest ściśle związany z przyjętą klasą pielęgnacji;
- nawet właściwa pielęgnacja nie jest w stanie zapewnić trwałości betonu, jeżeli skład jego jest nieodpowiednio dobrany ze względu na jego przeznaczenie (np. brak domieszki napowietrzającej, nieodpowiedni cement lub kruszywo).

Przeprowadzone badania potwierdzają, że przebieg początkowej pielęgnacji betonu jest kluczowy z uwagi na rozwój cech betonu charakteryzujących jego trwałość. Przyjęcie klasy pielęgnacji pozwalającej spełnić warunek wytrzymałości na ściskanie betonu może być niewystarczające ze względu na wymagania odnośnie do trwałości.

\*

Praca statutowa nr 501/003/ON12S14

BARBARA SYNOWIEC, DANUTA CHMIELEWSKA, ANNA KARAS, ROMAN GEBEL, IZA LECHNA

### **Opracowanie farb ceramicznych zapewniających tworzenie wielowarstwowych powłok z przestrzeni barwnej CMYK**

Celem projektu było opracowanie składu chemicznego czterokolorowego zestawu farb ceramicznych, wypalanych w zakresie temperatur 850–900°C. Problemem do rozwiązania było opracowanie składu chemicznego topnika bazowego do farb oraz dobór jakościowy i ilościowy pigmentów, w celu uzyskania farb yellow, cyan, magenta i black, zapewniających uzyskiwanie wielu odcieni na wydruku w wyniku mieszania podstawowych farb nadrukowanych jedna na drugą. Efektem końcowym jest opracowanie oferty farb do druku czterokolorowego wypalanych w zakresie temperatur 850–900°C.

W ramach prezentowanej pracy opracowano:

1. Bezołowiowy topnik stanowiący bazę dla bezołowiowych farb naszkliwnych. Opracowany topnik zapewnia dobre wyblyszczanie powierzchni farbowej wypalanej w zakresie temperatur 850–900°C zarówno w piecu rolkowym w czasie 55 minut (płytki ceramiczne), jak i w piecu komorowym w czasie 360 minut z przetrzymaniem w końcowej temperaturze 15 minut (porcelana). Wykazuje

również dobrą odporność chemiczną, co jest szczególnie istotne w przypadku farb nanoszonych na porcelanę. WRC topnika zapewnia powierzchni farbowej brak pęknięć włosowatych.

2. Opracowano receptury farb przeznaczonych do druku czterokolorowego na płytki ceramiczne i porcelanę. Wypaloną w warunkach brzegowych powierzchnię farbową naniesioną na płytkę ceramiczną i porcelanę oceniono pozytywnie pod kątem jakości powierzchni, wyblszczenia, odporności chemicznej. W systemie druku czterokolorowego uzyskano wiele odcieni.

3. Zastosowanie opracowanych zestawów farb czterokolorowych umożliwia wykonywanie barwnych wydruków na płytkach ceramicznych i porcelanie, które w wyniku nakładania tworzą barwne wielowarstwowe powłoki.

\*

Praca statutowa nr 501/OTC/ON015S14

ANDRZEJ ŁOSIEWICZ, TADEUSZ JAKUBIUK,  
HENRYK KULMACZEWSKI

### **Opracowanie parametrów technologii wytwarzania okładzinowych płytek specjalnych kształtowanych metodą prasowania z wykorzystaniem automatycznej prasy DORST TPA-45**

Celem realizacji zadania było zbadanie wpływu dodatków modyfikujących wysokoglinowy zestaw surowcowy, przeznaczony do prasowania osiowego okładzinowych płytek specjalnych z wykorzystaniem prasy DORST TPA-45 na właściwości fizyczne otrzymanego tworzywa. Zbadane były dodatki kształtujące mikrostrukturę tworzywa oraz dodatki stabilizujące operację formowania płytek, która ma istotny wpływ na właściwości fizykomechaniczne decydujące o właściwościach użytkowych płytek. Na podstawie wyników przeprowadzonych badań stworzony był optymalny skład i opracowane parametry technologiczne operacji jednostkowych wytwarzania płytek okładzinowych; było to praktycznym celem realizowanego zadania.

Zgodnie z celem pracy opracowano tworzywo ceramiczne w postaci granulatu na bazie tlenku glinu ( $Al_2O_3$ ) do zagęszczania osiowego w mechanicznej prasie Dorst TPA-45. Zoptymalizowano ilości dodatków wpływających na podwyższenie wytrzymałości mechanicznej otrzymanych wyprasek, wyznaczono parametry formowania (nacisk, liczba cykli na minutę, gramaturę zasypu tworzywa). Opracowano krzywą obróbki termicznej płytek. Wytworzono partię informacyjną płytek 150 sztuk 50 x 50 x 10 mm. Wykonana praca pozwoliła na opracowanie instrukcji technologicznej wytwarzania płytek okładzinowych metodą prasowania osiowego. Uruchomiona linia technologiczna pozwoli na zwiększenie zdolności produkcyjnej wytwarzania wysokoglinowych płytek okładzinowych

50 x 50 x 10 mm metodą prasowania osiowego. Dzięki temu rozszerzona będzie oferta produkcyjna zakładu.

\*

Praca statutowa nr 501/ONN/ON016S14

CECYLIA DZIUBAK, PIOTR TAŻBIERSKI, HENRYK KULMACZEWSKI,  
ELŻBIETA MIELNICKA

**Kompozyty glinowo-cerowe i glinowo-tytanowe tworzywa korundowego jako nowy materiał konstrukcyjny. Część 1: Modyfikacja tlenkiem ceru tworzywa korundowego i ocena jego właściwości wytrzymałościowych jako materiału balistycznego**

Celem pracy było badanie i ocena właściwości tworzywa korundowego o obniżonej temperaturze spiekania na skutek modyfikacji tlenkiem ceru, jako materiału o właściwościach topnikowych. Celem naukowym było określenie ilościowego wpływu dodatków  $\text{CeO}_2$  na właściwości mechaniczne i strukturalne tworzywa.

Badano warunki spiekania i właściwości otrzymanego tworzywa korundowego modyfikowanego związkami ceru.

Mieszanka tlenku glinu i związków ceru w ilości 5% mas. w przeliczeniu na  $\text{CeO}_2$  daje tworzywo korundowe, którego spiekanie następuje w niższej temperaturze ( $1550^\circ\text{C}$ ), a otrzymany produkt ma lepsze parametry użytkowe (np. wyższa wartość wytrzymałości mechanicznej) niż odpowiedni materiał korundowy niemodyfikowany wypalany w tej temperaturze. I dotyczy to obydwu odmian badanego tlenku glinu (Ex33, GB1). Obniżenie temperatury spiekania przypisuje się topnikowym właściwościom związków ceru. Za pomocą badań mikroskopowych w strukturze kompozytu korundowo-cerowego w obszarze oddziaływania ziaren  $\text{CeO}_2$  stwierdzono występowanie drobnych, obłych ziaren o zaokrąglonych kształtach. Taka jakość mikrostruktury powoduje, że tworzywa otrzymane w niskich temperaturach mają zadowalający stopień spieczenia, określony pomiarami nasiąkliwości i porowatości, oraz wyższe wartości wytrzymałości mechanicznej niż „czyste” tworzywo korundowe. W wyniku badań rentgenowskich w składzie fazowym tworzywa zidentyfikowano obok korundu dwie odrębne fazy zawierające cer:  $\text{CeO}_2$  i  $\text{CeAl}_{11}\text{O}_{28}$  o różnym stopniu zdyspergowania. Tworzywo korundowe z dodatkiem 5% związków ceru (w przeliczeniu na  $\text{CeO}_2$ ) daje kompozyt o różnym stopniu zdyspergowania tlenku i glinianu ceru. Sposób i jakość rozproszenia tych faz dodatkowych w tworzywie zależy od rodzaju i właściwości modyfikatora (tlenek, sole) i ma bezpośredni wpływ na cechy fizykomechaniczne modyfikowanego tworzywa. Dla otrzymanych tworzyw wyznaczono moduł Younga i wytrzymałość mechaniczną na ściskanie. Na tym etapie badań nie udało się znaleźć korelacji otrzymanych wyników ze składem chemicznym tworzyw.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON017S14

GUSTAW KONOPKA, BEATA MARCINIAK-MALISZEWSKA

### **Opracowanie metodyki rentgenowskiej ilościowej analizy fazowej mieszanin krzemianów warstwowych o strukturze nieuporządkowanej**

Celem projektu było opracowanie metodyki rentgenowskiej ilościowej analizy fazowej mieszanin krzemianów warstwowych o zróżnicowanym stopniu nieuporządkowania struktury krystalicznej.

W ramach projektu zakupiono wzorce materiałów, w tym wzorce krzemianów warstwowych, z których sporządzono mieszaniny o ustalonym składzie. Przygotowanie próbek obejmowało separację grawitacyjną w celu możliwie najwyższego stopnia oczyszczenia zakupionych wzorców z domieszek minerałów nieilastych. Wyseparowane próbki były analizowane metodą dyfrakcji rentgenowskiej, a ich obraz dyfrakcyjny został zapisany jako wzorec i wykorzystany w późniejszych badaniach przygotowanych mieszanin wieloskładnikowych. Próbki wzorcowe i mieszaniny były analizowane z wykorzystaniem posiadanego oprogramowania TOPAS v4.2 i TOPAS v5.0 oraz DIFFRAC EVA, co pozwoliło na wykorzystanie metody Rietvelda oraz innych metod polegających na dopasowywaniu zmierzonego obrazu dyfrakcyjnego względem obliczonego na podstawie zadanych parametrów strukturalnych.

Zarejestrowano obraz dyfrakcyjny zakupionych wzorcowych krzemianów warstwowych. Następnie dla każdego z nich dokonano numerycznej kalkulacji współczynnika ZM, pozwalającego na dokonanie ilościowej analizy danego składnika w oparciu o metodę PONKCS kompatybilną z posiadanym oprogramowaniem. Dokładność i precyzję wybranej metody analitycznej (metoda Rietvelda rozszerzona o PONKCS) testowano na przygotowanych mieszaninach kilku minerałów ilastych. Wyniki szczegółowe podano w publikacji. Uzyskane wyniki pozwoliły na wdrożenie w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych wcześniej nie stosowanej metody analizy struktur nieuporządkowanych. Powstała także biblioteka zarejestrowanych widm wzorcowych, pozwalająca na szybką analizę typowych mieszanin minerałów ilastych stosowanych jako surowce ceramiczne. W ramach przeprowadzonych prac opracowano optymalną metodykę badawczą, co umożliwia także stopniowe rozszerzanie bazy struktur o nowe związki identyfikowane w trakcie bieżącej pracy.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON018S14

GUSTAW KONOPKA, BEATA MARCINIAK-MALISZEWSKA

### **Opracowanie metodyki rentgenowskiej ilościowej analizy fazowej cementów, betonów oraz cementów stomatologicznych z wykorzystaniem metody Rietvelda**

Celem projektu jest opracowanie metodyki rentgenowskiej ilościowej analizy fazowej cementów, betonów oraz cementów stomatologicznych z wykorzystaniem metody Rietvelda.

W ramach projektu, na początkowym etapie, sprawdzono wpływ zróżnicowanych ustawień parametrów dyfraktometru rentgenowskiego na jakość otrzymanego obrazu dyfrakcyjnego i dokonano wyboru optymalnych warunków eksperymentu. Następnie zarejestrowano wzorzec klinkieru cementowego i określono dokładność oraz precyzję stosowanej metody badawczej. W dalszym etapie zmierzono obrazy dyfrakcyjne kilku serii próbek różnego typu, zawierających fazy klinkierowe i cementowe. Próbki analizowano z wykorzystaniem metody Rietvelda przy użyciu programu TOPAS v4.2. Wybrano modele struktur najlepiej pasujące do uzyskanych wyników i udokładniono wybrane parametry struktury krystalicznej i mikrostruktury, dążąc do uzyskania możliwie najwyższego podobieństwa obliczonego sygnału dyfrakcyjnego do obrazu zmierzonego. W badanych próbkach oznaczono zawartość zidentyfikowanych faz krystalicznych oraz sumaryczną zawartość substancji amorficznej.

W ramach przeprowadzonych prac dokonano optymalizacji procesu rejestracji dyfraktogramów od próbek zawierających fazy klinkierowe i cementowe (w tym cementy stomatologiczne). Udoskonalono techniki przygotowania próbek do badań i wybrano odpowiedni wzorzec wewnętrzny do oznaczania zawartości fazy amorficznej ( $Al_2O_3$  oraz  $CaF_2$ ). Określono błąd metody, jej precyzję i dokładność. Ponadto rozszerzono posiadaną bibliotekę struktur krystalicznych o nowe dane literaturowe, co pozwoliło na uzyskanie dokładniejszych wyników pomiarów. Do biblioteki wprowadzono m.in. wiele struktur krystalicznych, powstających w momencie hydratacji faz klinkierowych. Szczegółowy opis przeprowadzonych badań znajduje się w artykule przesłanym do publikacji. Uzyskane wyniki są na bieżąco wykorzystywane w trakcie analiz licznych próbek cementów, betonów i cementów stomatologicznych powstających w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych. Możliwe jest zaadaptowanie metody badawczej praktycznie do każdego typu cementu i betonu, co pokazały przeprowadzone badania bardzo różnorodnych materiałów. Wyniki z niniejszego projektu wykorzystano w artykule naukowym do czasopisma „Cement, Wapno, Beton”.

Praca statutowa nr 501/OTL/ON019S14

AGNIESZKA DUCKA, AGNIESZKA DRYŃSKA, JOANNA LEWICKA,  
URSZULA REGAD

**Badanie składu chemicznego surowców ceramicznych i materiałów glinokrzemianowych metodą fluorescencji rentgenowskiej w celu rozszerzenia zakresu akredytacji o ww. metodę**

Celem pracy było zaprojektowanie aplikacji w oprogramowaniu spektrometru Axios, dzięki której możliwe jest analizowanie materiałów glinokrzemianowych metodą fluorescencji rentgenowskiej.

W trakcie realizacji pracy zaprojektowano aplikację do oznaczania składu chemicznego glinokrzemianów. Przygotowano serię wzorców i przeprowadzono kalibrację spektrometru. Następnie wykonano serię pomiarów dla skaleni, glin i kaolinów. Otrzymane wyniki porównano z danymi uzyskanymi w Laboratorium Badań Materiałów Ogniotrwałych Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych Oddziału Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach, biorącym udział w badaniu międzylaboratoryjnym.

Pozytywny wynik porównań międzylaboratoryjnych świadczy o poprawności działania stworzonej aplikacji oraz o odpowiednich kompetencjach personelu wykonującego badania składu chemicznego surowców ceramicznych metodą fluorescencji rentgenowskiej.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON020S14

AGNIESZKA DUCKA, AGNIESZKA DRYŃSKA, JOANNA LEWICKA,  
URSZULA REGAD

**Opracowanie metody do oznaczania wapnia w glinie z wykorzystaniem metod: absorpcji atomowej, potencjometrii oraz fluorescencji rentgenowskiej. Część 2: Ocena wiarygodności wyników oznaczania wapnia ww. metodami poprzez badania porównań międzylaboratoryjnych**

Celem pracy było zdefiniowanie, która z wybranych metod oznaczania CaO w glinach pozwala osiągnąć wiarygodne wyniki.

W trakcie realizacji pracy wykonano oznaczenia zawartości CaO w glinach ww. metodami, zgodnie z instrukcjami opracowanymi w pierwszym etapie. Następnie przekazano próbki do laboratoriów biorących udział w badaniach porównawczych tzn. do Centralnego Laboratorium Chemicznego Państwowego Instytutu Geologicznego, Laboratorium Badawczego Ceramiki i Materiałów Budowlanych przy ul. Kupieckiej 4 oraz Laboratorium Badań Materiałów Ogniotrwałych Oddziału Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.

Wyniki zawartości CaO otrzymane metodami absorpcji atomowej AAS, fluorescencji rentgenowskiej XRF i potencjometrii EJS różnią się pomiędzy laboratoriami biorącymi udział w porównaniu międzylaboratoryjnym. W metodzie AAS wiarygodne wyniki otrzymano przy zawartości CaO powyżej 1,5%. W metodzie XRF w całym zakresie różnice są nieznaczne, mogą być spowodowane indywidualnymi ustawieniami i kalibracją spektrometrów. Jest to metoda dająca najpewniejsze wyniki. W metodzie EJS wyniki różnią się bardzo i odbiegają od tych uzyskanych innymi metodami. Nie jest to odpowiednia metoda do oznaczania zawartości wapnia w tego rodzaju próbkach.

\*

Praca statutowa nr 501/OTL/ON021S14

URSZULA REGAD, AGNIESZKA DUCKA, JOANNA LEWICKA, JACEK KAMIŃSKI

### **Badanie wpływu mrozu na wytrzymałość na ściskanie elementów murowych ceramicznych typu HD**

Celem pracy było określenie wpływu mrozu na wytrzymałość elementów murowych ceramicznych typu HD.

Realizując ww. temat, oznaczono gęstość brutto zakupionych elementów murowych ceramicznych i zakwalifikowano je do typu HD lub LD. Wybrane próbki typu HD zostały podzielone na dwie grupy. Część próbek poddano oznaczeniu wytrzymałości na ściskanie (próbki porównawcze). Druga część próbek została poddana cyklicznemu zamrażaniu–odmrażaniu, a następnie oznaczono ich wytrzymałość na ściskanie. Sprawdzone jaki wpływ na wynik końcowy wytrzymałości na ściskanie oraz znormalizowanej wytrzymałości na ściskanie ma cykliczne zamrażanie i odmrażanie próbek. Badaniom poddano elementy murowe pełne i drążone ceramiczne.

Uzyskane wyniki pozwoliły na przeprowadzenie analiz, z których wynika, że cykliczne zamrażanie i odmrażanie elementów murowych ceramicznych powoduje zmniejszenie wytrzymałości na ściskanie oraz znormalizowanej wytrzymałości na ściskanie, spadek zarówno wartości wytrzymałości na ściskanie, jak i znormalizowanej wytrzymałości na ściskanie po badaniu odporności na zamrażanie–odmrażanie nie przekracza 20%, co jest zgodne z wymaganiami normatywnymi. Z przeprowadzonej analizy wynika, że zakres spadku wartości wytrzymałości na ściskanie i znormalizowanej wytrzymałości na ściskanie jest szeroki, a zależy od rodzaju elementu murowego. Otrzymane wyniki wskazują również, że niepewność pomiaru wytrzymałości na ściskanie i znormalizowanej wytrzymałości na ściskanie po badaniu odporności na zamrażanie–odmrażanie zwiększa się.

\*

Praca statutowa nr 501OBC/ON009S14

JOANNA KARAŚ, ZBIGNIEW JAEGERMANN, LIDIA CIOŁEK,  
ANNA CZARNY, EWA ZACZYŃSKA, MARIA BOBROWSKA

### **Ocena biologiczna in vitro nowych biomateriałów stomatologicznych wytwarzanych z koloidami nanosrebra i nanozłota**

Ponieważ znane jest działanie bakteriobójcze srebra i złota, zdecydowano się na próbę wytworzenia nowej grupy biomateriałów do stosowania w stomatologii odtwórczej, zawierającej cząstki nanosrebra i nanozłota w celu nadania im właściwości bakteriobójczych. Celem realizacji niniejszego projektu była ocena cytotoksyczności i aktywności przeciwbakteryjnej nowych cementów w porównaniu z cementami wytworzonymi bez dodatku ww. metali.

Do zarobienia cementów zastosowano roztwory koloidalne srebra i złota, a także dodatek bioszkieł zawierających nanosrebro. Badanie oparto na cemencie szkło-jonomerowym zarabianym wodą o symbolu GJ-S2/W. Jako bioszkieł zawierających nanosrebro użyto dwóch rodzajów szkieł otrzymanych metodą zol-żel o symbolach P0-Ag i Z8, i zawartości  $\text{Ag}_2\text{O}$  odpowiednio 1,0% i 3,5%. Do przygotowania cementów zarabianych roztworami koloidalnymi (GJ-S2/W-Ag i GJ-S2/W-Au) użyto roztworów koloidalnych niejonowego srebra (stężenie 250 ppm, nr serii 2012.09.24A) i niejonowego złota (stężenie 200 ppm, nr serii 2013.05.06A) wyprodukowanych przez firmę Nano-Koloid Sp. z o.o. Cementy z dodatkiem bioszkieł ze srebrem powstały przez dodatek proszków bioszkieł ze srebrem do proszku podstawowego w proporcji 2000:1 i zarobieniu ich wodą (GJ-S2/W-P0 i GJ-S2/W-Z8). Jako próbkę odniesienia przygotowano podstawowy cement zarabiany wodą destylowaną (GJ-S2/W). Przeprowadzono badania podstawowych właściwości użytkowych wytworzonych cementów – czasu wiązania i wytrzymałości na ściskanie, a także zbadano mikrostrukturę cementów poprzez obserwację przełamów w mikroskopie skaningowym. Badania cytotoksyczności wykonano metodą bezpośredniego kontaktu w Zakładzie Immunobiologii Instytutu Immunologii i Terapii Doświadczalnej PAN we Wrocławiu, zgodnie z normą ISO 10993-5 – Biologiczna ocena wyrobów medycznych. Część 5 – Badania cytotoksyczności: metody in vitro. Badanie działania przeciwbakteryjnego przeprowadzono metodą rozcieńczeń z wykorzystaniem mikroorganizmów pochodzących z Polskiej Kolekcji Mikroorganizmów: *Pseudomonas aeruginosa* oraz *Staphylococcus aureus*.

Wyniki badania czasu wiązania cementów wykazały, że zarabianie cementów roztworami koloidalnymi nie wpływa na zmianę czasu wiązania, natomiast dodatek bioszkieł ze srebrem wydłuża czas wiązania o ok. 40–45%. Rodzaj roztworu do zarabiania cementu nie wykazał istotnego wpływu na wytrzymałość, natomiast dodatek bioszkieł z nanosrebrem w niewielkim stopniu obniża wytrzymałość cementów na ściskanie. Po 48 i 72 godzinach inkubacji wszystkie rodzaje

badanych cementów wykazywały cytotoksyczność w stopniu słabym lub umiarkowanym. Po 24 godzinach jedynie cementy zarobiane roztworami koloidalnymi (GJ-S2/W-Ag i GJ-S2/W-Au) nie wykazywały działania cytotoksycznego. Badania świadczą o tym, że dodatek nanosrebra do cementów nie spowodował istotnych zmian stopnia cytotoksyczności w stosunku do cementu podstawowego (GJ-S2/W). Badania działania bakteriobójczego wykazały, że największą skutecznością cechują się cementy GJ-S2/W-P0-Ag i GJ-S2/W-Ag, nieco gorsze działanie wykazywały materiały GJ-S2/W-Z8 i GJ-S2/W-Au, a najsłabsze cement zarobiony wodą GJ-S2/W.

\*

Praca statutowa nr 501/OBC/ON010S14

ZBIGNIEW JAEGERMANN, JOANNA KARAŚ, LIDIA CIOŁEK,  
ZDZISŁAW WIŚNIEWSKI, SŁAWOMIR MICHAŁOWSKI

### **Opracowanie wstępnych założeń otrzymywania materiałów gipsowych i kalcytowych wykazujących działanie bakteriobójcze**

Celem prac badawczych było opracowanie wstępnych założeń otrzymywania wszczepialnych materiałów gipsowych i kalcytowych wykazujących działanie bakteriobójcze. Istotą zadania było dobranie sposobu dotowania materiałów gipsowych i kalcytowych metalicznym nanosrebrem oraz przeprowadzenie badań ich skuteczności przeciwbakteryjnej.

Do przygotowania materiałów gipsowych wykorzystano półwodny siarczan wapnia odmiany  $\alpha$ , natomiast do przygotowania materiałów kalcytowych użyto, opracowanego w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych, tworzywa opartego na węglanie wapnia domieszkowanego fluorkiem litu. Do przygotowania próbek badawczych materiałów gipsowych wykorzystano roztwór koloidalny niejonowego srebra (stężenie 250 ppm, nr serii 2012.09.24A) wyprodukowanego przez firmę Nano-Koloid Sp. z o.o., natomiast do przygotowania próbek materiałów kalcytowych użyto – opracowanych w Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych – dwóch rodzajów szkieł otrzymanych metodą zol-żel o zawartości  $\text{Ag}_2\text{O}$  odpowiednio 1,0% i 3,5%. Przygotowano pięć rodzajów próbek gipsowych i osiem rodzajów próbek kalcytowych. Przeprowadzono badania właściwości fizycznych: gęstości pozornej, porowatości całkowitej i wytrzymałości na ściskanie. Ocenę mikrostruktury wykonano w oparciu o obserwacje przełamów próbek kalcytowych w mikroskopie skaningowym. Przeprowadzono także analizy rozkładu pierwiastków na powierzchni przełamów metodą mikroanalizy EDS. Na podstawie wyników tych badań wybrano 5 rodzajów materiałów do badań skuteczności przeciwbakteryjnej. Badanie działania przeciwbakteryjnego przeprowadzono metodą rozcieńczeń z wykorzystaniem mikroorganizmów pochodzących z Polskiej Kolekcji Mikroorganizmów: *Pseudomonas aeruginosa*

oraz *Staphylococcus aureus* w Zakładzie Immunobiologii Instytutu Immunologii i Terapii Doświadczalnej PAN we Wrocławiu.

W ramach pracy wybrano sposób dotowania materiałów kalcytowych bioszkłami, otrzymanymi metodą zol-żel, zawierającymi metaliczne nanosrebro. Opracowano sposób otrzymywania materiałów kalcytowych ze srebrem poprzez domieszkowanie proszku kalcytu bioszkłami ze srebrem. Otrzymano materiały o odpowiednich właściwościach fizycznych. Materiały gipsowe dotowano nano-cząstkami srebra poprzez zarobienie gipsu wodnymi roztworami koloidalnymi niejonowego srebra. Badania wykazały dobre cechy użytkowe i właściwości fizyczne tak przygotowanych materiałów gipsowych. Analizy z użyciem wybranych bakterii potwierdziły, że wszystkie badane materiały zawierające srebro cechują się działaniem bakteriobójczym. Wykazano, że właściwości przeciwbakteryjne badanych próbek zależą zarówno od ich składu chemicznego, jak i od rodzaju użytych bakterii. Materiały kalcytowe charakteryzowały się nieco większą aktywnością przeciwbakteryjną niż materiały gipsowe, zarówno w stosunku do szczepu *P. aeruginosa*, jak i *S. aureus*. Różnice między działaniem przeciwbakteryjnym poszczególnych materiałów gipsowych nie były duże, ale najlepsze działanie przeciwbakteryjne wykazywał materiał SC-AG2.

\*

Praca statutowa nr 501/OBC/ON011S14

LIDIA CIOŁEK, JOANNA KARAŚ, EWA ZACZYŃSKA, ANNA CZARNY, BOGUSŁAWA ŻYWICKA, MARIA BOBROWSKA

**Badanie wpływu składu chemicznego na bioaktywność in vitro oraz bakteriobójczość bioszkle należące do układu  $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$  dotowanego Mg, Sr, Au**

Celem przeprowadzonych badań było określenie wpływu składu chemicznego na bioaktywność in vitro oraz bakteriobójczość bioszkieł z układu  $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$  dotowanych Mg, Sr i Au.

W ramach pracy opracowano pięć bioszkieł z ww. układu  $\text{CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$  dotowanych wymienionymi pierwiastkami. Bioszkieło o składzie chemicznym: 70% mas.  $\text{SiO}_2$ , 25% mas. CaO, 5% mas.  $\text{P}_2\text{O}_5$ , w którym 5% mas.  $\text{SiO}_2$  wprowadzono winylo(trimetoksy)silanem stanowiło materiał odniesienia. W bioszkłach zawierających MgO i SrO udział tych tlenków zmniejszono z 2% do 1% wag. Do syntezy bioszkieł zastosowano niskotemperaturową metodę zol-żel. Jako substratów użyto: tetraetoksylian (TEOS), winylo(trimetoksy)silan, azotan wapnia czterowodny, fosforan trietylowy, azotan strontu oraz azotan manganu sześciowodny. Natomiast bioszkieła ze złotem wytworzono wprowadzając dodatek roztworu niejonowego złota koloidalnego o stężeniu 0,02% wag. lub roztworu koloidalnego o stężeniu 0,0065% wag. będącego produktem handlo-

wym. Roztwory reakcyjne mieszano przy użyciu mieszadła magnetycznego do 3 godzin, a następnie przetrzymywano przez 20 godzin w warunkach otoczenia. Prowadzone syntezy obejmowały przygotowanie roztworów, fazę żelowania w temperaturze 40°C, fazę suszenia w temperaturach 60°C, 80°C i 120°C, a następnie kalcynację uzyskanego produktu w temperaturze 600°C.

W wyniku przeprowadzonych prac stwierdzono, że badania niewykazujące cytotoksyczności na komórki L929, bioaktywnych bioszkieł z układu CaO-SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, dotowanych Mg, Sr lub Au, powinny być kontynuowane. Określona in vitro aktywność przeciwbakteryjna wskazuje, że badane bioszkieła wpływają na obniżenie liczby bakterii w stosunku do próbek kontrolnych. Właściwości przeciwbakteryjne badanych bioszkieł zależały od ich składu chemicznego i rodzaju bakterii.

\*

Praca statutowa nr 501/OPC/ON014S14

ALICJA PAPIER, MONIKA BIERNAT, IZABELA MIKOŁAJCZYK

### **Opracowanie poziomu wymagań i metod badań dla szkła warstwowego, hartowanego i emaliowanego, przeznaczonego do zastosowania w przemyśle meblarskim**

Celem pracy było określenie parametrów wytrzymałościowych, ustalenie poziomu wymagań i wybór metod ich sprawdzania, co pozwoli na określenie przydatności szkła do zastosowania w meblach poprzez wydawanie rekomendacji technicznych.

Na podstawie analizy norm dotyczących mebli – tj. PN-EN 14749:2007 – Meble mieszkaniowe i kuchenne do przechowywania oraz płyty robocze – wymagania dotyczące bezpieczeństwa i metody badań, odnoszącej się również do elementów mebli wykonanych ze szkła oraz normy PN-EN 14072:2006 – Szkło w meblach. Metody badań – stwierdzono, że w normach tych brak jest m.in. korelacji pomiędzy wymaganiami podanymi w normie PN-EN 14749 a metodami badawczymi według PN-EN 14072. Nie podano np. wysokości spadku przyrzędu do badania szkła zamontowanego poziomo (np. blatów szklanych, półek). Szczegółowy opis przyrzędu do badania nie przesądza o jego konstrukcji (rodzaj sprężyn, ich obróbka termiczna, i inne szczegóły techniczne, które mają zapewnić dość szczegółowe wymagania funkcjonalne). Należy również zaznaczyć, że norma PN-EN 14749 nie uwzględnia oceny jakości szkła. W związku tym, uzasadnione wydaje się być przeprowadzanie oceny jakości szkła i mechanicznych właściwości szkła hartowanego, emaliowanego hartowanego przewidzianego do zastosowania w meblach w oparciu o normę PN-EN 12150-1 – Termicznie hartowane bezpieczne szkło sodowo-wapniowo-krzemianowe. Definicje i opis, a dla szkła warstwowego według serii norm PN-EN ISO 12543, część 3, 4, 5 – Szkło warstwowe i bezpieczne szkło warstwowe. Do badania parametrów de-

cydujących o bezpieczeństwie szkła hartowanego i emaliowanego hartowanego, przewidzianego do zastosowania w meblach, wybrano metodę czteropunktowego zginania (wg PN-EN 1288-3) oraz metodę uderzeniowo-zginającą (metoda opracowana przez Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych Oddział Szkła i Materiałów Budowlanych w Krakowie). Metoda uderzeniowo-zginająca jest alternatywną metodą badania wytrzymałości mechanicznej szkła hartowanego i emaliowanego hartowanego, wykazująca korelację wytrzymałości na zginanie określonej metodą czteropunktowego zginania. Dla szkła warstwowego wybrano metodę badania kulą (wg PN-EN 14449). Do potwierdzenia zasadności wyboru metod badania parametru decydującego o bezpieczeństwie szkła hartowanego i emaliowanego hartowanego przeprowadzono badania wytrzymałości mechanicznej tych szkieł metodą uderzeniowo-zginającą i metodą czteropunktowego zginania. Zrealizowano je w zakładach polskich producentów szkła hartowanego i szkła emaliowanego hartowanego. Badanie przeprowadzono na 22 próbkach szkła hartowanego o wymiarach 360 x 1100 mm i grubościach od 3 do 19 mm i 18 próbkach szkła emaliowanego o grubości 4–19 mm. Próbkę zbadano metodą uderzeniowo-zginającą, a następnie analogiczne próbki zbadano metodą czteropunktowego zginania. Po badaniu metodą uderzeniowo-zginającą żadna z badanych próbek szkła hartowanego i emaliowanego hartowanego nie uległa rozbiciu. Po badaniu metodą czteropunktowego zginania wartość wytrzymałości mechanicznej na zginanie szkła hartowanego zawierała się w granicach od 245,2 do 149,2 N/mm<sup>2</sup>, a szkła emaliowanego w granicach od 180,9 do 89,6 N/mm<sup>2</sup>. Dla szkła hartowanego najwyższą wartość uzyskano dla próbki o grubości 3 mm. Najniższą wartością charakteryzowała się próbka o grubości 6 mm. Dla szkła emaliowanego hartowanego najwyższą wartość uzyskano dla próbki o grubości 3 mm. Najniższą wartością charakteryzowała się próbka o grubości 19 mm. Uzyskane wyniki badań spełniają założenia metody uderzeniowo-zginającej (żadna z badanych próbek nie uległa rozbiciu), a także spełniają wymagania normy PN-EN 12150-1, według której wytrzymałość mechaniczna dla szkła hartowanego powinna wynosić 120 N/mm<sup>2</sup>, a dla szkła emaliowanego hartowanego 75 N/mm<sup>2</sup>.

Wyznaczono metody badań parametrów decydujących o bezpieczeństwie szkieł przeznaczonych do zastosowania w meblach. Uzyskane wyniki badań potwierdziły zasadność wybranych metod badań szkła hartowanego i emaliowanego hartowanego. Ustalono, że metoda uderzeniowo-zginająca w stosunku do metody czteropunktowego zginania jest łatwiejszą do wdrożenia przez producentów, dającą bezpośredni wynik i niewymagającą wysokich nakładów finansowych. Ustalone wymagania pozwolą na rozszerzenie współpracy z producentami szkła hartowanego, emaliowanego hartowanego i warstwowego przeznaczonego do stosowania w meblach poprzez wydawanie rekomendacji technicznych. Rekomendacje techniczne będą pełnić ważną rolę w systemie dokumentów wspomagających certyfikację.