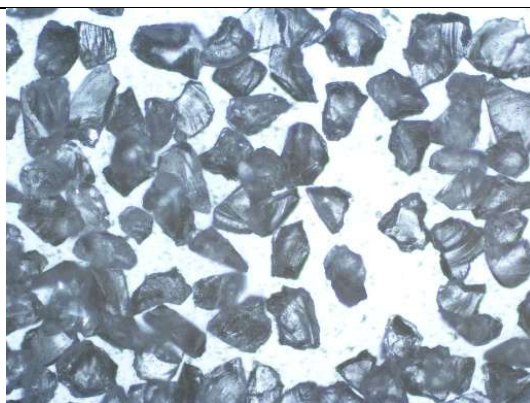


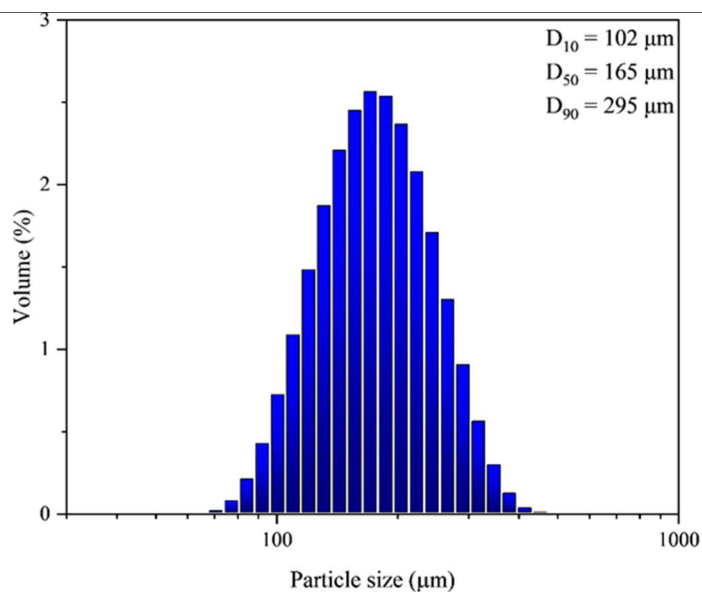
číslo výstupu	názov výstupu projektu Glass4Ever	kód pracovného balíku	dodanie výstupu
V2.1.	Report s popisom optimalizácie podmienok procesu plameňovej syntézy pre výrobu plných sférických častíc	NV2	M13

Analýza morfológie a veľkosti častíc:

Pripravený farmaceutický borosilikátový sklenený prášok bol následne analyzovaný pomocou optického mikroskopu a laserového analyzátora veľkosti častíc, aby sa potvrdila veľkosť častíc. Jednou z výziev, ktoré boli zaznamenané, bolo to, že po mletí majú častice veľkú dĺžku, ale malú šírku (Obrázok 1), a ak sa preosievanie vykonáva dlhší čas, tieto častice môžu prejsť aj cez sito. Napríklad pri analýze veľkosti častíc v rozmedzí 100 – 250 μm sme zistili, že 10 % častíc bolo väčších ako 255 μm (obr. 2). Preto bola dĺžka preosievania skrátená, aby prešli len častice, ktoré ľahko prepadnú cez požadované sito.



Obrázok 1. Snímky z optického mikroskopu získané z odpadových skiel.

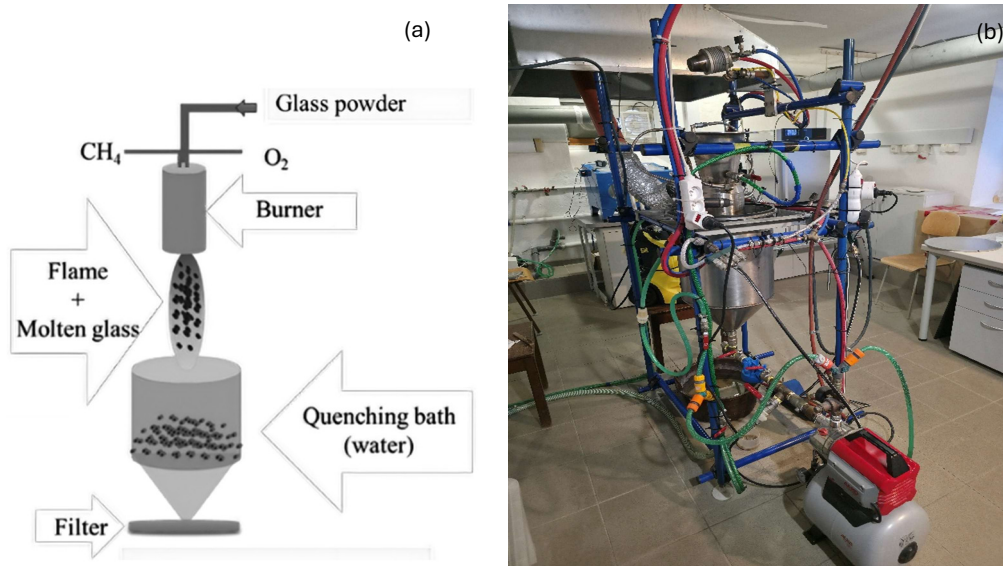


Obrázok 2. Analýza veľkosti častíc pripraveného prekurzoru.

2. Príprava plných sklenených mikroguličiek:

V zariadení na syntézu plameňom, znázornenom na obr. 3, sa pripravený sklenený prášok (prekurzor) dávkuje – prostredníctvom dávkovacieho zariadenia do vysokoteplotného plameňa ($\text{CH}_4\text{-O}_2$). Keď sa sklenené častice dostanú do plameňa, rýchlo sa zahrejú, až sa roztopia a vytvoria roztavené kvapôčky. Vďaka povrchovému napätiu roztaveného skla tieto kvapôčky prirodzene nadobúdajú guľovitý tvar – konfiguráciu s najnižšou povrchovou energiou. Keď roztavené sklenené kvapôčky opustia plameň, vstupujú do chladiacej zóny, ktorou je v tomto prípade vodný kúpeľ, kde prechádzajú rýchlym ochladením. Výsledkom sú plné guľovité sklenené mikroguličky, ktoré sa potom oddelia od chladiacej kvapaliny filtráciou a zhromaždia sa na ďalšie použitie.

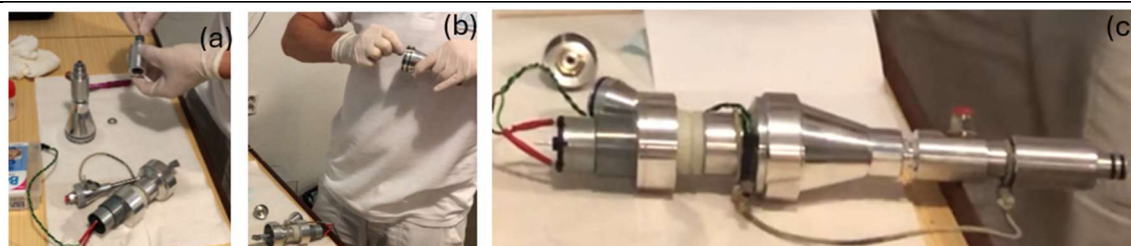
Veľkosť, morfológia a vnútorná štruktúra plných mikroguličiek závisia vo veľkej miere od vzájomne súvisiacich parametrov: distribúcia veľkosti častíc pôvodného prášku (jemnejšie prášky sa topia a sféroidizujú konzistentnejšie), teplota plameňa a konfigurácia prúdu plynu, rýchlosť, akou sa prášok vkladá do plameňa, a podmienky chladenia. Správne nastavenie týchto parametrov zabezpečuje výrobu jednotných, sférických, amorfných sklenených mikroguličiek.



Obrázok 3. Schéma (a) procesu syntézy plameňom a (b) zariadenia vyvinuté na pracovisku FunGlass.

Podrobná metodika syntézy plameňa je nasledovná:

Pred každým experimentom sa dodržiava nasledujúci protokol čistenia a prípravy. Najskôr sa keramické filtre čistia umiestnením do ultrazvukovej kúpeľa na dve hodiny. Ďalej sa čistí celé zariadenie: systém na vkladanie vzoriek sa rozmontuje a všetky komponenty sa vyčistia aby sa zabránilo ku kontaminácií.



Obrázok 4. Čistiaci proces dávkovacieho zariadenia; (a) čistenie, (b) mazanie a (c) opätovná montáž systému na vkladanie vzoriek.

V tabuľke 1 sú uvedené základné parametre plameňovej syntézy na prípravu sférických častíc z odpadového skla typu borosilikátové.

Tabuľka 1. Podmienky plameňovej syntézy na prípravu sférických častíc z borosilikátového skla.

No	Glass	Quantity (g)	Rest (g)	CH ₄ Needle valve (No.)	O ₂ Needle valve (No.)	Vacuum (hPa)	Spacer (mm)
Exp.1	Borosilicate	15	-	845	635	-3	2.5
Exp.2	Borosilicate	15	-	845	635	-3	2.5
Exp.3	Borosilicate	20	-	845	635	-2.0	2.5
Exp.4	Borosilicate	40	8.2	845	635	-1.8	1.2
Exp.5	Borosilicate	40	0	845	635	-1.8	1.2
Exp.6	Borosilicate	50	14.5	845	635	-1.8	1.2
Exp.7	Borosilicate	30	-	845	635	-1.8	1.2
Exp.8	Borosilicate	30	4	845	635	-1.7	1.2
Exp.9	Borosilicate	30	-	845	635	-1.7	1.2
Exp.10	Borosilicate	40	-	845	635	-1.7	1.2
Exp.11	Borosilicate	40	8	845	635	-1.7	1.2
Exp.12	Green Glass	40	3	845	635	-2.0	1.2
Exp.13	Green Glass	40	-	845	635	-1.8	1.2



Obrázok 5. Proces plameňovej syntézy.

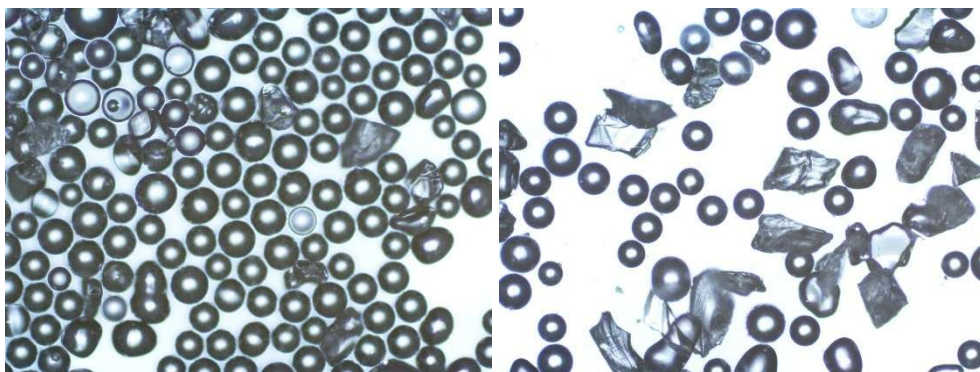
V poslednom kroku nastáva filtrácia pripravených častíc cez Büchnerovú banku a lievnik. Počase filtrácie vákuum sa udržiava po krátku dobu, aby sa čiastočne vysušili zachytené mikroguličky, a potom sa dokončí sušenie v sušiarňi, ako je znázornené na obr. 6.



Obrázok 6. Filtrácia sušenie pripravených sférických častíc (a) zariadenie na vákuovú filtráciu na zber mikroguličiek, (b) sušenie vzoriek v sušiarňi.

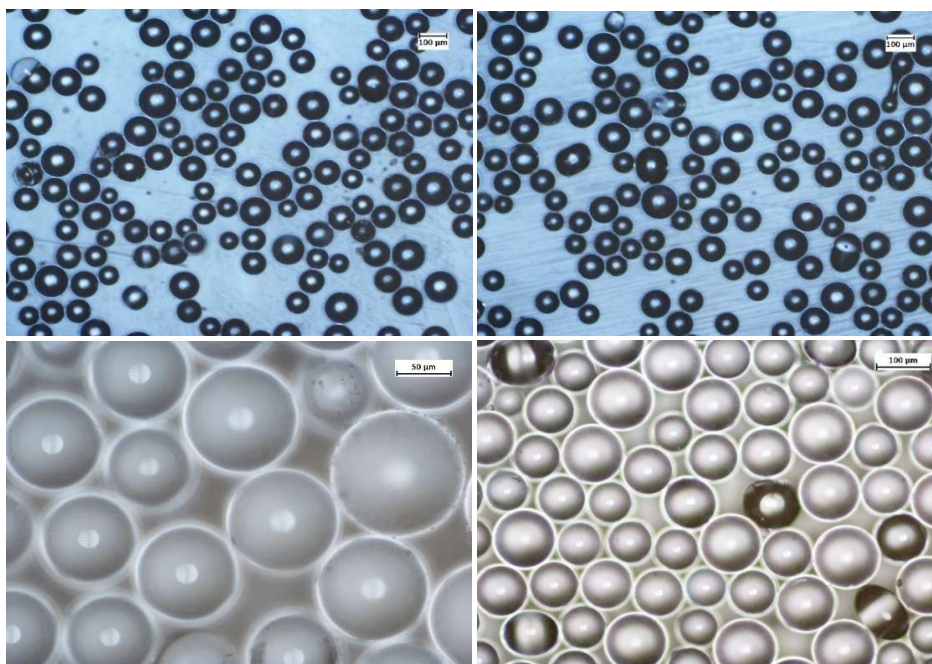
2.6 Optická mikroskopia vyrobených sférických častíc

Mikroguličky pripravené s použitím vstupnej veľkosti častíc medzi 100 – 250 μm boli analyzované pomocou optickej mikroskopie (obr. 7). Zistili sme prítomnosť nepravidelných častíc a mikroguličiek. Zároveň sa zistilo že veľký podiel nepravidelnej častice s veľkosťou nad 150 μm sa nepremenila na sférickú formu kvôli obmedzeniam systému plameňovej syntézy, t. j. teplota plameňa a homogenita teplotného poľa. Preto bola veľkosť vstupných častíc znížená na 80 – 125 μm , aby sa zabezpečilo, že všetky nepravidelné častice sa premenia na sférické (obr. 8-10).

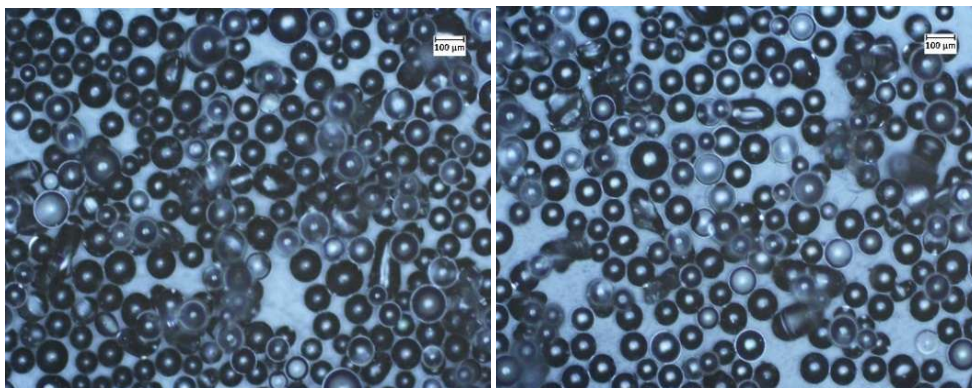


Obrázok 7. Zmes nepravidelných a mikroguličiek vyrobená s použitím vstupnej veľkosti častíc 100 – 250 μm .

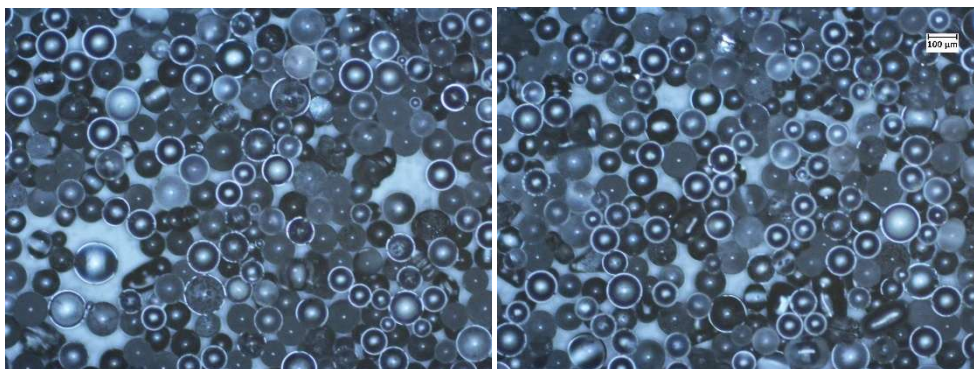
NEG sklo



Obrázok 8. Mikroguličky skla NEG s veľkosťou častíc medzi 80 – 125 μm .

NIPRO sklo

Obrázok 9. Mikroguličky zo skla NIPRO s veľkosťou častíc medzi 80 – 125 μm.

Green JM sklo

Obrázok 10. Mikroguličky zo zeleného borosilikátového skla s veľkosťou častíc medzi 80 – 125 μm.