

číslo výstupu	názov výstupu projektu Glass4Ever	kód pracovného balíku	dodanie výstupu
V2.3.	Report popisujúco chemické a fyzikálne vlastnosti pripravených mikrosfér	NV2	M15

1. Chemické zloženie vyrobených sklenených mikrosfér.

Chemické zloženie vyrobených sklenených mikrosfér, pripravených z farmaceutického skleneného odpadu, bolo stanovené pomocou energeticky disperznej röntgenovej spektroskopie (EDS). Získané elementárne zloženie bolo kvantitatívne vyhodnotené a porovnané s počiatočným zložením farmaceutického skleneného odpadu pred procesom flame-synthesis, ako je uvedené v Tabuľke 1. EDS analýza bola vykonaná s cieľom overiť, či počas vysokoteplotnej sferoidizácie v plameni a následného rýchleho ochladenia došlo k zmenám v chemickom zložení.

Tabuľka 1: Chemická analýza v hmot.% pre prekursor a pre pripravené sférické častice.

Composition in wt% of glass precursor and GM obtained by SEM-EDS:

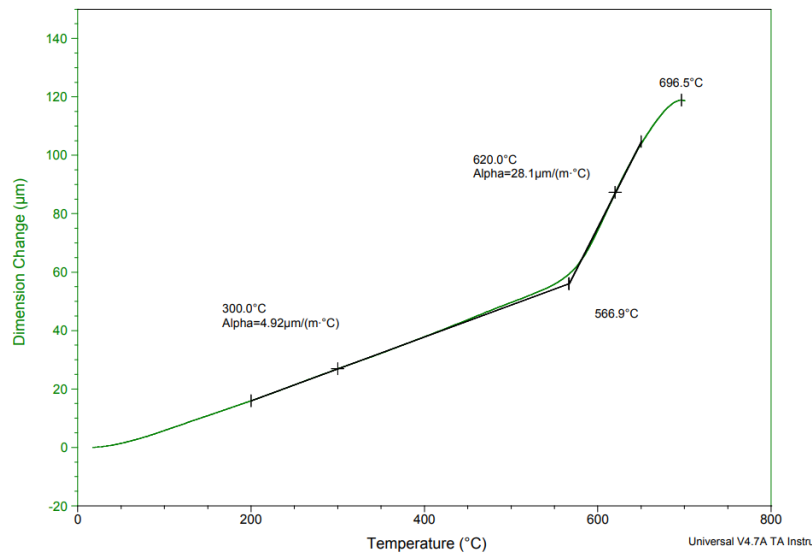
	Glass Precursor	GM
SiO ₂	71,7	79
B ₂ O ₃	9,8	9
Na ₂ O	6,5	4,5
Al ₂ O ₃	6,7	6
K ₂ O	1,3	0
CaO	1,1	1,7

2. Termická analýza a podmienky prípravy vzorky na termickú analýzu

Prvom kroku bolo realizované pretavenie vzorky v laboratórnych podmienkach pre prípravu vzorky o presných rozmeroch pre termickú analýzu. Taviaci experiment bol realizovaný v taviacej peci, kde bola použitá rýchlosť ohrevu 10°C/min na teplotu tavenia (T_m) = 1650 °C po dobu 60 min. Ako taviaci kelímok bol použitý PtRh10. Počas výdrže 60 min pri teplote tavenia bola homogenita taveniny zabezpečená ručným miešaním. Po homogenizácii bola tavenina zohriata na teplotu vhodnú vylievania 1730°C s cieľom znížiť viskozitu pre odliatie taveniny na kovovú formu a následne presunutá do muflovej peci na zabezpečenie chladenia na laboratórnu teplotu. Z vychladenej vzorky skla bola pripravená vzorka pre TMA analýzu pomocou rezania a leštenia na rozmery 20x20x5mm.

Termické správanie pripravenej vzorky skla boli analyzované pomocou termo-mechanického analyzátora (TMA Q400, verzia 22.2). Toto zariadenie umožňuje presné meranie rozmerových zmien v závislosti od teploty a bežne sa využíva na stanovenie teploty mäknutia, teploty

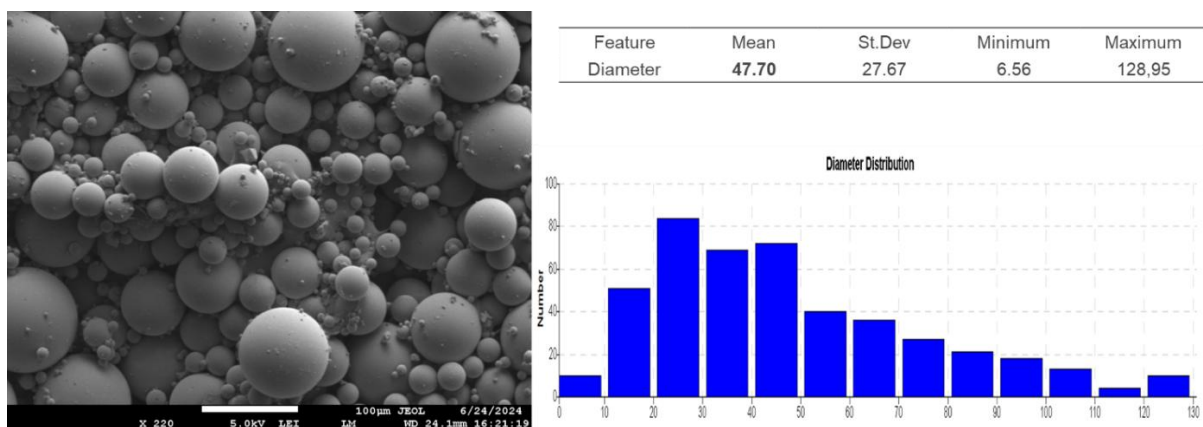
skleného prechodu a ďalších termických vlastností súvisiacich s deformáciou skiel, ako je znázornené na Obrázku 1.



Obrázok 1. TMA záznam pomocou ktorého je možné určiť: tepelnú rozťažnosť pod a nad T_g , transformačnú teplotu a teplotu mäknutia dilatometrickej.

3. Morfológická charakterizácia a analýza veľkostného rozdelenia sklenených mikrosfér

Sklenené mikrosféry vyrobené z borosilikátového farmaceutického skleneného odpadu (Batch 3, veľkosť častíc <125 µm) metódou flame synthesis boli charakterizované s cieľom vyhodnotiť ich morfológiu, kvalitu povrchu a rozdelenie veľkosti častíc. Morfológia a štruktúrne znaky vyrobených mikrosfér boli skúmané pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie (SEM), ako je uvedené na Obrázku 2. SEM snímokovanie potvrdilo úspešnú sferoidizáciu nepravidelných častíc skleneného prášku po prechode vysokoteplotným plameňom. Okrem SEM analýzy bolo rozdelenie veľkosti častíc získaných sklenených mikrosfér stanovené pomocou optickej mikroskopie v kombinácii s digitálnou analýzou obrazu. Reprezentatívne SEM snímky boli zaznamenané pri viacerých zväčšeniach a priemery častíc boli merané pomocou softvéru na spracovanie obrazu pre určovanie veľkosti častíc. Tento prístup umožnil presné štatistické vyhodnotenie rozdelenia veľkosti mikrosfér na základe veľkého počtu častíc.

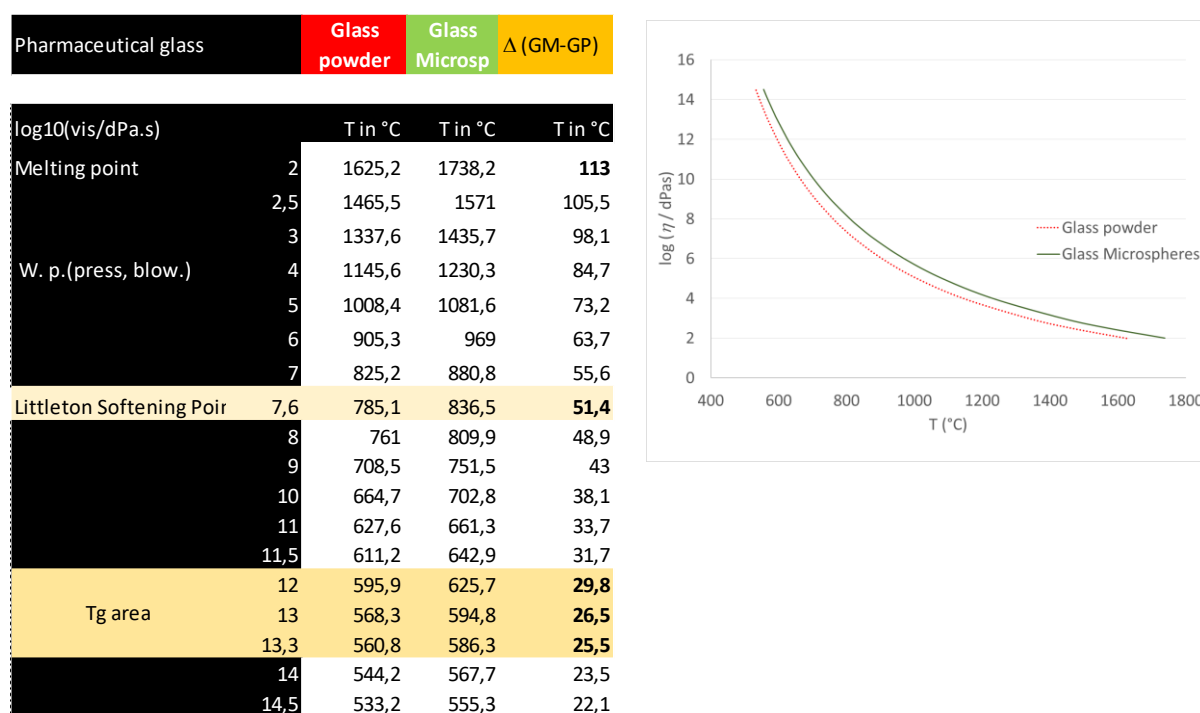


Obrázok 2. SEM snímky a rozdelenie veľkosti častíc vyrobených mikrosfér.

4. Vysokoteplná viskozita vyrobených sklenených mikrosfér

Vysokoteplotná viskozita vyrobených sklenených mikrosfér a pôvodného farmaceutického skleneného odpadu bola odhadnutá na základe ich chemického zloženia pomocou globálneho štatistického modelu viskozity skiel. Model bol implementovaný prostredníctvom platformy GlassProperties.com, ktorá na základe oxidového zloženia predikuje teplotnú závislosť viskozity s využitím validovaných empirických a štatistických databáz pre viaczložkové sklené systémy. Vypočítané krivky viskozita–teplota pre pôvodný sklenený odpad aj mikrosféry pripravené metódou flame synthesis boli použité na posúdenie potenciálnych štruktúrnych zmien vyvolaných vysokoteplotným spracovaním. Keďže viskozita silne závisí od konektivity sklenej siete a rozdelenia modifikátorov, aj mierne zmeny zloženia alebo štruktúrne prestavby počas tavenia a rýchleho ochladenia môžu viesť k merateľným rozdielom v spekaní vzoriek vo viskóznom toku.

Výsledky ukazujú, že krivka viskozity vyrobených sklenených mikrosfér je mierne posunutá k vyšším hodnotám v porovnaní s pôvodným sklom, ako je znázornené na Obrázku 3. Toto zvýšenie viskozity možno pripísať čiastočnej volatilizácii alkalických zložiek počas expozície plameňu a zvýšenej polymerizácii sklenej siete v dôsledku rýchleho ochladenia, ktoré obmedzuje štruktúrnu relaxáciu. Podobné správanie sa bežne pozoruje pri plameňom spracovaných silikátových a borosilikátových sklách, kde aj malé zmeny zloženia vedú k vyššej pevnosti skla a vyššej odolnosti voči viskóznemu toku.



Obrázok 3. Porovnanie závislosti viskozity od teploty pre vyrobené sklenené mikrosféry a pôvodný sklenený odpad.