

Dylatancyjna zawiesina ceramiczna i zastosowanie.

Przedmiotem wynalazku jest zawiesina o właściwościach dylatancyjnych na bazie krzemionki. Zawiesina może być stosowana do absorpcji energii w tkaninach wysokowytrzymałych, w odzieży ochronnej, do impregnacji tkanin aramidowych. Takie materiały stosowane są w technologii *liquid body armour*, tj. w technologii ciekłych pancerzy ceramicznych

Efekt dylatancyjny, zwany *zagęszczeniem przez ścinanie*, ma miejsce, gdy rosnąca szybkość ścinania indukuje wzrost lepkości układu – im większa szybkość ścinania, tym większa lepkość. Jest to efekt odwrotny w stosunku do rozrzedzania ścinaniem, zwanego dawniej efektem pseudoplastycznym, gdzie wraz z rosnącą szybkością ścinania maleje lepkość badanego układu. Ten drugi efekt jest częściej spotykany w układach o szerokim znaczeniu technologicznym, niemniej, efekt zagęszczania ścinaniem, ze względu na swą specyfikę, stwarza szerokie możliwości związane z jego potencjalnymi zastosowaniami. Ciekawym sposobem wykorzystania właściwości takich cieczy jest zaawansowany pancerz służący ochronie ciała żołnierza [Wetzel E.D., Lee Y.S., Egres R.G., Kirkwood K.M., Kirkwood J.E., Wagner N.J., The Effect of Rheological Parameters on the Ballistic Properties of Shear Thickening Fluid (STF) – Kevlar Composites. NUMIFORM 2004, Lee Y., Wetzel E., Egres Jr R., Wagner N., Advanced Body Armor Utilizing Shear Thickening Fluids Army Research Laboratory Aberdeen Proving Ground, 2009]. Tkaninę aramidową impregnuje się rozcieńczoną etanolem zawiesiną dylatancyjną, a po odparowaniu alkoholu, pojedyncze warstwy tkaniny składa się w kilkuwarstwowe pakiety w celu optymalizacji efektu ochronnego (opis patentowy US7226878). Ciekły pancerz ceramiczny powinien skutecznie chronić ciało żołnierza przed pociskami i możliwością zranienia nożem, bagnetem itp. W momencie ataku, szybkie, gwałtowne uderzenie w pancerz indukuje skokowy wzrost lepkości w warstwie cieczy dylatancyjnej, co w połączeniu z wytrzymałością tkaniny aramidowej nie pozwala rozerwać bądź uszkodzić pancerza, a co za tym idzie – także ciała człowieka. Wśród badaczy zajmujących się wykorzystaniem zawiesin o właściwościach dylatancyjnych temat ciekłych pancerzy ceramicznych cieszy się szczególnym zainteresowaniem, stąd duża ilość publikacji na ten temat. Warto na przykład wspomnieć o badaniach M. Zecera, który wraz z innymi badaczami z University of Delaware badał odporność tkaniny aramidowej zaimpregnowanej cieczą o właściwościach dylatancyjnych na pchnięcia nożem. Ciekły

komponent pancerza otrzymywano przez zmieszanie krzemionki o średniej wielkości ziarna 450 nm z poli(glikolem etylenowym) o masie molowej 200 g/mol. Udział krzemionki w objętości mieszaniny sięgał 52%. Koloidalna ciecz wykazywała gwałtowny wzrost lepkości przy wartości szybkości ścinania ok. 20 s^{-1} . [Decker, M.J., Halbach C.J., Nama C.H., Wagner N.J., Wetzel E.D., Stab resistance of shear thickening fluid (STF)-treated fabric *Composites Science and Technology*, 2007, **67**, 565–578]. Podobne badania prowadzili japońscy uczeni V.B.C. Tan, T.E. Tay i W.K. Teo. W swoich badaniach nad impregnacją włókien aramidowych za pomocą cieczy dylatancyjnych stosowali jednak wodne zawiesiny SiO_2 . Krzemionka (*Nissan Chemicals MP 1040*) o średnim rozmiarze ziarna 100 nm została zdyspergowana w wodzie za pomocą mieszadła magnetycznego i mieszana przez 3 h. Wodę wybrano ze względu na dobrą zwilżalność powierzchni włókien aramidowych Twaron®. Badano zawiesiny o stężeniu 20, 40, 50% wagowych krzemionki. Badania wykazały, że materiał aramidowy zaimpregnowany zawiesiną zagęszczaną ścinaniem zwiększał swoje zdolności ochronne. Optymalne efekty dawał sześciowarstwowy układ tkaniny aramidowej zaimpregnowanej zawiesiną o stężeniu krzemionki 40% wag.

Oczywiście zastosowanie cieczy zagęszczanych ścinaniem do produkcji ciekłych pancerzy ceramicznych nie wyczerpuje możliwości aplikacyjnych efektu dylatancyjnego. Prowadzone są liczne badania związane z użyciem cieczy zagęszczanych ścinaniem jako medium roboczego w konstrukcjach przemysłowych czy biomedycznych, których głównym zadaniem byłoby absorbowanie energii uderzeń czy wstrząsów; mogą to być na przykład amortyzatory pojazdów mechanicznych czy urządzenia chroniące budynki przed wstrząsami sejsmicznymi.

Dużą popularnością wśród badaczy zajmujących się efektem dylatancyjnym w zawiesinach proszków ceramicznych cieszy się krzemionka – SiO_2 . Jako faza stała cieczy zagęszczanych ścinaniem jest ona łatwo dostępna, stosunkowo tania, lekka i twarda zarazem. W handlu dostępne są proszki krzemionkowe o różnym rozmiarze i kształcie ziarna. Badacze zajmujący się dylatacją w układach krzemionkowych wykorzystują zarówno mikroproszki [Wagner N.J., Dynamic properties of shear thickening colloidal suspensions, *Rheological Acta* 2003, **42**, 199–208], jak i nanoproszki [Newstein M.C., Wang H., Balsara N.P., Lefebvre A.A., Shnidman Y., Microstructural changes in a colloidal liquid in the shear thinning and shear thickening regimes, *Journal of Chemical Physics* 1999, **111**]. Wśród wspomnianych nanoproszków SiO_2 , do najczęściej stosowanych należą te otrzymywane metodą spalania chlorosilanów, o handlowej nazwie *Silica Fumed* [Wu Q., Ruan J., Huang B., Zhou Z., Zou J., Rheological behavior of fumed silica suspension in polyethylene glycol, *Journal of Central*

South University of Technology 2006, 13, 9784–1005, Yang H., Ruan J., Zou J., Rheological responses of fumed silica suspensions under steady and oscillatory shear, *Science in China Series E: Technological Sciences* 2009, 12, 845–860]

Fazą ciągłą w cieczach dylatancyjnych są najczęściej różne ciekłe związki organiczne, choć niektórzy badacze skupiają się także na układach częściowo lub całkowicie wodnych [Tan V.B.C., Tay T.E., Teo W.K., Strengthening fabric armour with silica colloidal suspensions *International Journal of Solids and Structures*, 2005, **42**, 1561–1576]. Niemniej, ze względu na wysoką prężność pary i małą lepkość, (szybka sedymentacja proszków), woda nie ma większego zastosowania w preparatyce cieczy dylatancyjnych. Większość badaczy stosuje różnego typu glikole i poliglikole, które są nietoksycznymi cieczami stabilnymi w temperaturze pokojowej o małej lepkości [Wind B., Killmann E., Adsorption of polyethylene oxide on surface modified silica - stability of bare and covered particles in suspension *Colloid and Polymer Science*, 1998, **276**, 903 – 912].

Efektywne właściwości zagęszczania ścinaniem można przykładowo uzyskać w układzie – nanokrzemionka (*Silica Fumed*) dyspergowana w poli(glikolu propylenowym) [Srinivasa R.R., Saad A.K., Shear Thickening Response of Fumed Silica Suspensions under Steady and Oscillatory Shear. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1997, **185**, 57-67].

W znanych z literatury zawiesinach o właściwościach dylatancyjnych stosuje się przede wszystkim proszki krzemionki o jednolitym rozmiarze i kształcie ziarna. Dzięki temu możliwe jest uzyskanie zawiesin o dużym stopniu homogeniczności w całej objętości cieczy. Proszki krzemionkowe stosowane są przede wszystkim dlatego, gdyż są łatwo dostępne, stosunkowo tanie oraz możliwe jest stosunkowo łatwo wytwarzanie takich proszków o różnorodnych kształtach.

Zawiesiny na bazie krzemionki są stabilne i przy odpowiednim doborze składników można uzyskać ciecze zagęszczane ścinaniem, które są w stanie poprawić wytrzymałość balistyczną tkanin. Przy aplikacjach praktycznych bardzo ważna jest jednak także masa zawiesiny. Istnieje także stała potrzeba doskonalenia właściwości reologicznych takich zawiesin.

Zgodnie z wynalazkiem wyżej zdefiniowane problemy zostały rozwiązane dzięki zastosowaniu w zawiesinie polimerowych mikrosfer wypełnionych gazem. Mikrosfery takie charakteryzują się wysokim stopniem elastyczności. Ekspandowane mikrosfery można w łatwy sposób skompresować, a po zwolnieniu nacisku odzyskują swoją pierwotną objętość. Dzięki elastyczności mikrosfery mogą być wielokrotnie poddawane obciążeniu bez ryzyka zniszczenia. Przykładem znanych mikrosfer wypełnionych gazem są mikrosfery znane z

opisów zgłoszeń patentowych WO2010072663, WO2007142593, WO2007091961, WO2007091960, WO2004072160, WO0183100.

Dylatancyjna zawiesina ceramiczna, w której krzemionka jest zdyspergowana w ciekłym związku organicznym, według wynalazku charakteryzuje się tym, że zawiera mieszaninę nanokrzemionki i elastycznych, suchych polimerowych mikrosfer ekspandowanych wypełnionych gazem, o średniej wielkości cząstek od 15 do 85 μm , oraz o gęstości od 25 do 70 kg/m^3 , przy czym udział krzemionki wynosi od 7 do 40% obj. w stosunku do objętości całej zawiesiny ceramicznej, a całkowite stężenie fazy stałej w zawieszynie wynosi od 15 do 70% obj.

Korzystnie zawiesina zawiera nanokrzemionkę o nominalnym średnim rozmiarze ziarna od kilku do kilkuset nanometrów (3-500 nm).

Korzystnie zawiesina zawiera nanokrzemionkę otrzymaną metodą rozpyłową.

Korzystnie jako ciekły związek organiczny zawiesina zawiera glikol i/lub poliglikol, najkorzystniej poli(glikol propylenowy).

Korzystnie stosuje się glikole polipropylenowe o masach molowych 400, 425 i 725 g/mol.

Kolejnym aspektem wynalazku jest zastosowanie dylatancyjnej zawiesiny ceramicznej według wynalazku do absorpcji energii w tkaninach wysokowytrzymałych.

Korzystnie zawieszinę stosuje się do absorpcji energii w odzieży ochronnej, najkorzystniej do impregnacji tkanin polimerowych, w tym aramidowych.

Zawieszinę ceramiczną według wynalazku otrzymuje się w ten sposób, że nanokrzemionkę dysperguje się w poli(glikolu propylenowym), po czym w tak otrzymanej zawieszynie dysperguje się elastyczne mikrosfery wypełnione gazem.

W zawieszynie według wynalazku wykorzystano elastyczne mikrosfery wypełnione gazem o bardzo małej gęstości i różnych wielkościach cząstek. Ten rodzaj mikrosfer nie był dotychczas stosowany w celu otrzymania cieczy dylatacyjnych. Okazało się, że ich dodatek pozwala na dwukrotne zmniejszenie gęstości i ceny powstałej zawiesiny oraz na znaczącą poprawę jej właściwości. Zawiesiny o właściwościach dylatacyjnych według wynalazku charakteryzują się znacznym skokiem lepkości. Zastosowanie mieszaniny proszków nanokrzemionki i elastycznych mikrosfer wypełnionych gazem w poli(glikolu propylenowym), pozwala na sterowanie skokiem lepkości – pozwala zmieniać wartość szybkości ścinania, przy której pojawia się nagły wzrost lepkości układu. Wartość efektywnego wzrostu lepkości zależy przede wszystkim o stężenia fazy stałej w zawieszynie. Im wyższe stężenie nanokrzemionki i mikrosfer, tym wzrost lepkości jest większy. Stosunek

mikrosfer do nanokrzemionki decyduje natomiast o szybkości ścinania, przy której ten nagły wzrost lepkości się pojawia. Im mniejszy jest dodatek nanokrzemionki, tym na ogół mniejszy maksymalny wzrost lepkości, ale wzrost ten pojawia się przy wyższych szybkościach ścinania. Zmieniając stężenie fazy stałej oraz zmieniając udział elastycznych mikrosfer wypełnionych gazem w zawieszynie można świadomie sterować charakterystyką reologiczną takich mas lejnych. Masy są znacząco lepsze od analogicznej masy bez udziału mikrosfer – ich wzrost lepkości jej znacznie większy.

Zastosowanie mikrosfer pozwoliło obniżyć gęstość wytworzonej cieczy zagęszczanej ścinaniem nawet dwukrotnie, jednocześnie poprawiając właściwości pochłaniania energii, a cena wytworzenia 1 dm³ cieczy również spadła niemal dwukrotnie.

Dla osiągnięcia celu wynalazku nie ma znaczenia rodzaj użytych mikrosfer, lecz ich właściwości fizyczne. Można zatem zastosować dowolne mikrosfery dostępne handlowo, o zdefiniowanych zgodnie z wynalazkiem parametrach i w określonej ilości. Istotne jest bowiem to, że w momencie uderzenia w ciecz zagęszczaną ścinaniem z dodatkiem mikrosfer, lepkość cieczy zagęszczanej ścinaniem rośnie odkształcając mikrosfery. Po zaniknięciu naprężenia mikrosfery wracają do swojego pierwotnego kształtu, gotowe ponownie odebrać energię. Ważne jest, aby stosować mikrosfery suche, gdyż kontakt higroskopijnej krzemionki z wodą negatywnie wpływa na właściwości zagęszczania ścinaniem.

W sposobie według wynalazku jako mikrosfery można wykorzystać handlowo dostępne jako Expancel® DE Microspheres (Dry Expanded). Z kolei nanokrzemionka jest tanim i handlowo dostępnym proszkiem. Poli(glikole propylenowe) stosowane jako dyspergenty wymienionych krzemionek należą do związków nietoksycznych dla człowieka i przyjaznych środowisku.

Przedmiot wynalazku został bliżej przedstawiony w przykładach wykonania.

Przykład 1.

P1-1

Do 50 g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie molowej 400 g/mol ogrzanej do 60°C wolno mieszając powoli dodawano 4,73 g *Fumed Silica* o średnicy ziarna 7 nm (FS7) oraz 4,73 g *Fumed Silica* 200-300 nm (FS200-300), aż do uzyskania stężenia 12,5% objętościowych fazy stałej (6,25% obj. FS7 i 6,25% FS200-300).

W celu ujednorodnienia, podczas mieszania dodatkowo oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 4 h. Tak otrzymana zawieszina była jednorodna w

całej swojej objętości. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej cieczy przedstawiono na rys. 1. Gęstość tak przygotowanej cieczy w 25 °C – 1,20 g/cm³.

P1-2.

Do 50 g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie molowej 400 ogrzanej do 60°C wolno mieszając powoli dodawano 9,46 g *Fumed Silica* 7 nm, oraz 9,46 g *Fumed Silica* 200-300nm, aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy stałej (12,5% obj. FS7 i 12,5% FS200-300). W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano ok. 49,5 cm³ jednorodnej zawiesiny o właściwościach dylatancyjnych. Następnie dodano 3,47 g mikrosfer *Expancel*® 461DE20d70 15-25 μm. Całkowite stężenie objętościowe fazy stałej wyniosło 62,5%, stężenie objętościowe nanokrzemionek 12,5% (6,25% FS7, 6,25% FS200-300), stężenie objętościowe mikrosfer *Expancel*® 461DE20d70 50%. Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał około 8 h. Tak sporządzona zawiesina była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy wyniosła 0,64 g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takich zawiesin przedstawiono na Fig. 1.

Przykład 2.

P2-1.

Zawiesinę otrzymywano podobnie jak w przykładzie 1, z tym, że stosowano mieszaninę proszków krzemionki w ilości 25% obj. (12,5% obj. FS7 i 12,5% FS200-300). Gęstość otrzymanej wniosta 1,39 g/cm³.

P2-2.

50g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 400 podgrzano na płycie grzewczej do 60°C. Wolno mieszając powoli dodawano 9,46g *Fumed Silica* 7nm, oraz 9,46g *Fumed Silica* 200-300nm, aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy stałej (12,5% obj. FS7 i 12,5% FS200-300). W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano ok. 49,5cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Następnie dodano 3,47g mikrosfer *Expancel*® 461DE20d70 15-25μm uzyskując ten sposób 2 razy więcej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych (ok. 99cm³). Następnie dodano 2,2g *Fumed Silica* 7nm, oraz 2,2g *Fumed Silica* 200-300nm, aż uzyskano stężenie ok. 65,4% objętościowych fazy stałej (7,7% FS7 i 7,7% FS200-300, 50% *Expancel*® 461DE20d70). Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 8h. Tak wykonana masa była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy – 0,78g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 2.

P2-3.

50g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 400 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 9,46g *Fumed Silica* 7nm, oraz 9,46g *Fumed Silica* 200-300nm, aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy stałej (12,5% obj. FS7 i 12,5% FS200-300). W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano około 49,5cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Następnie dodano 3,47g mikrosfer *Expancel*® 461DE20d70 15-25µm uzyskując ten sposób 2 razy więcej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych (ok. 99cm³). Następnie dodano 3,78g *Fumed Silica* 7nm, oraz 3,78g *Fumed Silica* 200-300nm, aż uzyskano stężenie ok. 67,5% objętościowych fazy stałej (8,75% FS7 i 8,75% FS200-300, 50% *Expancel*® 461DE20d70). Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 12h. Tak wykonana masa była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy – 0,81g/cm³ Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na rys. 2 – masa ta przekroczyła zdolności pomiarowe reometru rotacyjnego ARES, przyrząd został przeciążony i nie był w stanie zbadać jej przy większych szybkościach ścinania.

Przykład 3.

P3-1.

50g Poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 425 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 9,52g *Fumed Silica* 7nm, aż uzyskano stężenie 12,5% objętościowych fazy. W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Po 4h uzyskano ok. 49,8cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Gęstość tak uzyskanej cieczy – 1,20g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 3

P3-2.

50g Poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 425 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 19,05g *Fumed Silica* 7nm, aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy. W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano ok. 49,8cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 6h. Tak wykonana masa była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy – 1,39g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 3.

P3-3.

50g Poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 425 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 19,05g *Fumed Silica* 7nm, , aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy. W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano ok. 49,8cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Następnie dodano 1,49g mikrosfer *Expancel*® 920DE80d30 55-85µm uzyskując ten sposób 2 razy więcej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych (ok. 99,6cm³). Uzyskano stężenie fazy stałej ok. 62,5% objętościowych fazy stałej (12,5% FS7 i 50% *Expancel*® 920DE80d30). Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 8h. Tak wykonana masa była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy – 0,71g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 3.

Przykład 4.

P4-1.

50g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 725 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 9,5g *Fumed Silica* 7nm, aż uzyskano stężenie 12,5% objętościowych fazy. W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Po 4h uzyskano ok. 49,7cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Gęstość tak uzyskanej cieczy – 1,20g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 4.

P4-2

50g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 725 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 19,02g *Fumed Silica* 7nm, aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy. W celu ujednorodnienia, podczas mieszania oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano ok. 49,7cm³ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatancyjnych. Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 6h. Tak wykonana masa była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy – 1,39g/cm³. Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 4.

P4-3

50g poli(glikolu propylenowego) o średniej masie cząsteczkowej 725 podgrzano na płycie grzewczej do 60 °C. Wolno mieszając powoli dodawano 19,02g *Fumed Silica* 7nm, , aż uzyskano stężenie 25% objętościowych fazy. W celu ujednorodnienia, podczas mieszania

oddziaływano na ciecz dezintegratorem ultradźwiękowym UP400S. Uzyskano ok. $49,7\text{cm}^3$ jednorodnej masy ceramicznej o właściwościach dylatacyjnych. Następnie dodano 1,24g mikrosfer *Expancel*® 461DET40d25 $35\text{-}55\mu\text{m}$ uzyskując ten sposób 2 razy więcej masy ceramicznej o właściwościach dylatacyjnych (ok. $99,4\text{cm}^3$). Uzyskano stężenie fazy stałej ok. 62,5% objętościowych fazy stałej (12,5% FS7 i 50% *Expancel*® 461DET40d25). Cały proces mieszania oraz homogenizowania dezintegratorem ultradźwiękowym trwał ok. 8h. Tak wykonana masa była jednorodna w całej swojej objętości. Gęstość tak przygotowanej masy – $0,71\text{g/cm}^3$ Zależność lepkości od szybkości ścinania takiej masy przedstawiono na Fig. 4.