



národní  
úložiště  
šedé  
literatury

**Sanační konzervace a stabilizace sbírkových předmětů s obsahem degradujících Fe-sulfidů metodou vysokotlaké aplikace suchého amoniaku**

Ekrt, Boris; Sklenář, Jan; Novák, Michal; Horáková, Tereza  
2023

Dostupný z <http://www.nusl.cz/ntk/nusl-521861>

Dílo je chráněno podle autorského zákona č. 121/2000 Sb.

Tento dokument byl stažen z Národního úložiště šedé literatury (NUŠL).

Datum stažení: 17.07.2024

Další dokumenty můžete najít prostřednictvím vyhledávacího rozhraní [nusl.cz](http://nusl.cz) .

# Protokol o ověření památkového postupu v praxi

**1. NÁZEV POSTUPU:** Sanační konzervace a stabilizace sbírkových předmětů s obsahem degradujících Fe-sulfidů metodou vysokotlaké aplikace suchého amoniaku

**2. MÍSTO OVĚŘENÍ:** Národní muzeum, Václavské náměstí 1700/68, Praha1, 110 00

**3. OVĚŘILI:** RNDr. Boris Ekrt\*, Mgr. Jan Sklenář, PhD.\*, Ing. Michal Novák, PhD.\*\*,  
Ing. Tereza Horáková\*

\* Národní muzeum; \*\* VŠCHT Praha

## 4. POPIS OVĚŘENÍ:

V rámci praktického ověření památkového postupu byly testovány různé vzorky fosilií a hornin postižených degradací Fe-sulfidů. Sanační účinky suchého amoniaku za vysokého tlaku byly odzkoušeny pro tři sady vzorků kondicionované na odlišné vstupní vlhkosti kvůli zjištěnému vlivu na průběh reakce. Dále byl sledován vliv suchého amoniaku na různé horniny i na doprovodné materiály u sbírkových předmětů (papírovou dokumentaci, lepidla, tmely).

### 4.1 Popis testovacích vzorků

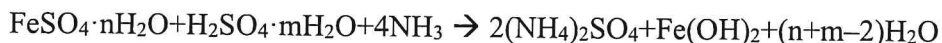
Pro testování byly použity různé geologické vzorky obsahující Fe-sulfidy a jejich degradační produkty. Jejich výběr pokrýval reprezentativní škálu petrologických typů, u kterých se tento fenomén vyskytuje. U mineralogických vzorků je situace zpravidla jednodušší, protože jde o makrokristaly. U paleontologických vzorků je kolem fosilie ještě okolní hornina, která může být sanační konzervací nežádoucím způsobem ovlivněna. Proto byly zvoleny vzorky obsahující jak hrubé, tak jemné klastické sedimenty, humolity, kosti, schránky i zuhelnatělou rostlinnou hmotu. (viz tabulku v příloze 1)

### 4.2 Popis kondicionování vzorků

Protože bylo během výzkumů a testování zjištěno, že na průběh reakce má vliv vlhkost objektu, byly vytvořeny tři sady vzorků. Po dobu jednoho týdne byly kondicionovány v prostředí s RH 30 %, 45 % a 60 % a běžnou pokojovou teplotou. Byly sledovány rozdíly v ošetření a další vlivy na vzorky v závislosti na výchozích vlhkostních podmínkách. Hodnoty RH byly zvoleny tak aby optimální hodnota 45 % byla porovnána s extrémními hodnotami, kterých RH může dosáhnout ve sbírkových depozitářích (RH 30 % a RH 60 %).

### 4.3 Srovnání účinnosti s předchozími metodami

Chemický princip sanačního ošetření pomocí amoniaku je dlouhodobě známý a jeho využití prakticky odzkoušené. Spočívá v neutralizaci kyseliny sírové a převedení hygroskopických hydrátů síranu železnatého na síran amonný a hydroxid železnatý podle rovnice:



Rozdíl v účinnosti závisí na použitém zdroji amoniaku, a proto byly porovnávány různé metody, kde se amoniak uvolňuje ze svého vodného roztoku (Waller 1987), z uhličitanu a hydrogenuhličitanu amonného (Novák et al. 2015), anebo je aplikován čistý z tlakové lahve za normálního atmosférického tlaku (Howie 1979) či novým postupem aplikovaným za zvýšeného tlaku (Ekrt et al. 2015). Pro srovnání účinnosti, resp. hloubkového dosahu jednotlivých metod byly použity detekční trubičky navržené Wallerem (1987) obsahující směs jemného křemenného písku (zrnitosti ~ 0,25mm) a jemně práškovitého n-hydrátu síranu

železitého v poměru 3:1. Hloubku průniku amoniaku indikuje změna barvy ze světle okrové na červenohnědou. Byla měřena hloubka prostupu v závislosti na čase. Detekční trubičky nezobrazují absolutní hloubku ošetření, protože jednotlivé horniny mají různou a zpravidla nižší pórovitost. Nicméně výsledky jednotlivých metod ukazují proporcčně. Tyto výsledky byly publikovány (Ekrt et al. 2015, Sklenář et al. 2015) a další ověření testů doplněné o experimenty na reálných vzorcích fosilií, hornin a minerálů byly provedeny v rámci tohoto památkového postupu a jeho ověření.

#### **4.4 Sledování konzervačního účinku na degradační produkty**

V rámci verifikace efektivity metody byla po aplikaci zjišťována chromatická alterace eflorescencí, která indikovala transfer instabilních produktů degradace na stabilnější. Dále byla sledována změna olfaktorických projevů (emanace kyseliny sírové), kde vymizení zápachu vzorků indikovalo neutralizaci kyseliny sírové.

#### **4.5 Sledování nežádoucích účinků amoniaku na objekty**

Různé horniny a jejich minerální i organické součásti se chovají odlišně, a proto byly tyto parametry v různých vstupních podmínkách podrobně testovány (viz přílohu 1). Byl studován a dokumentován stav vzorků před a po aplikaci konzervační metody. Byly sledovány projevy objemových změn (ohýbání, praskání) a také ztráta soudržnosti exemplářů (zkrěhnutí).

### **5. VÝSLEDKY OVĚŘENÍ:**

#### **5.1 Srovnání účinnosti nového postupu s předchozími metodami**

Příložené indikační trubičky ukazovaly průnik v rychlosti odpovídající dříve publikovaným výsledkům (Ekrt et al. 2015). Jak je patrné ze srovnání hodnot vynesných v grafu na obrázku 2 ověřovaného památkového postupu, metoda aplikace ve vysokotlaké variantě dosahuje za stejnou jednotku času (60 min.) ošetření výrazně větších hloubek. Pro praktickou aplikaci navrhované vysokotlaké metody není podstatná absolutní hodnota které by v horizontu desítek či stovek hodin dosáhly účinky amoniaku. Podstatné je, že v řádu minut až hodiny dosáhne vyšší hloubky než jiné metody po sedmi dnech působení. Ošetření amoniakem u všech metod sebou nese riziko poškození některých vzorků nadměrným vysušením a je nutné ho brát v potaz. Naopak vysoké množství plynné fáze H<sub>2</sub>O, ke kterému může dojít např. u Wallerovy metody, má negativní vliv na efektivitu ošetření a může představovat riziko poškození ošetřovaných objektů.

#### **5.2 Ověření účinků vysokotlakého amoniaku na degradační produkty při různé vstupní vlhkosti**

Experimentálně bylo zjištěno, že optimální hodnota RH při které by měly být kondicionovány vzorky před ošetřením se pohybuje okolo 45 %. Výsledky ukázaly úspěšné ošetření u všech vzorků pocházejících z těchto podmínek (viz přílohy 1, 2). U malé části vzorků kondicionovaných na RH 30 % a RH 60 % nedošlo ke změně barvy eflorescencí a tudíž nedošlo k řádné konzervaci. V prvním případě byl důvodem nejspíš nedostatek vodní fáze nezbytné pro průběh reakce. Ve druhém případě to byl zřejmě její přebytek, který negativně ovlivnil chemické a fyzikální podmínky. Ostatně detekční trubičky vykazaly při RH 60% o čtvrtinu nižší schopnost pronikání do hloubky. Doporučená hodnota RH okolo 45 % je vhodná také proto, že v těchto podmínkách blízkých této hodnotě jsou geovědní sbírky běžně uchovávány a odpadá časově náročná a pro vzorky potenciálně nežádoucí změna vlhkosti. Nicméně experimentálně bylo zjištěno, že ve většině případů dojde k úspěšnému ošetření i vzorků pocházejících z výše uvedených krajních podmínek a při vhodně zvolené době aplikace

nedojde k poškození. Proto je v památkovém postupu doporučeno zvážit ponechání exponátů bez změny vlhkosti, exponáty pokusně ošetřit a až v případě nedostatečného výsledku je kondiciovat na doporučenou hodnotu.

### 5.3 Ověření rizik pro různé materiály a doporučené doby aplikace

Při dlouhodobém testování postupu na různorodém materiálu bylo ověřeno, že při dlouhodobějším působení amoniaku (1 hodina a déle) u některých materiálů dojde ke změnám objemu a vzniku prasklin. V těchto případech je doporučován kratší čas aplikace (5–15 minut) a v případě potřeby její opakování. Během krátké doby působení bylo ověřeno, že nedochází k nežádoucím změnám na vzorcích a proces lze lépe kontrolovat.

6. SCHVÁLIL: 15 -09- 2022



Mgr. MARTIN SEKERA, Ph.D.

**NÁRODNÍ MUZEUM**

-7- Václavské náměstí 1700/68  
110 00 Praha 1

IČ: 00023272, DIČ: CZ00023272

Č.	horninový typ	lokalita - stáří	degradace	eflorescence		30%		45%		60%	
				hornina	zkamenělina	změna eflorescencí	objemové změny	změna eflorescencí	objemové změny	změna eflorescencí	objemové změny
1	slabě bitumenní jílovec s kosmi ryby	Rott - oligocén	ano, zjevná, číchem	barva světlé rzi, běložluté výkvěty lokálně	barva světlé rzi, běložluté výkvěty lokálně	ztmavlé, běložluté změna v červeno hnědou	otevřené praskliny	ztmavlé, běložluté změna v červeno hnědou	otevřené praskliny	ztmavlé, běložluté změna v červeno hnědou	otevřené praskliny
2	pelosiderit+uhelná hmota (lignit)	Ahnikov - miocén	ano, zjevná, číchem	bílé makrokrytalické, bílé práškovité, světle žluté	bílé makrokrytalické, bílé práškovité, světle žluté	část změna v červenohnědou, část zůstává bělavá, žlutavá	ne v pelosideritu, v uhlí ano	část změna v červenohnědou, část zůstává bělavá, žádná žlutavá nezůstala	ne v pelosideritu, v uhlí ano	část změna v červenohnědou, část zůstává bělavá, žlutavá	ne v pelosideritu, v uhlí ano
3	jílovec s vločkami lignitu a jemně rozptýlenou uhelnou složkou	Spořice - miocén	ano, zjevná, číchem	bílé makrokrytalické			značné, praskliny		značné, praskliny		značné, praskliny
4	pyritizovaný pískovec (s kosti)+B2:M2	Ahnikov - miocén	ano, zjevná, číchem	bělavé práškovité							
5	limonitizované pyritem prostoupená zkamenělina silně degradovaná	Lenešice - křída	ano, zjevná, číchem		bělavé práškovité, žlutavé nazelenalé, oranžové okrové	změna v hnědočervenou		změna v hnědočervenou		změna v hnědočervenou	
6	slabě metamorfovaný pyritizovaný jílovec	Trubín - ordovik	ano, zjevná, číchem	bělavé, žlutavé práškovité, světle rezavé	bělavé, žlutavé práškovité		nevýrazné	vše červenohnědé	praskliny	červenohnědé, místy světlejší, místy zůstává bělavé	nevýrazné
7	částečně limonitizované pyritem prostoupená zkamenělina slabě degradovaná	Lenešice - křída	ano, zjevná, číchem		bělavé práškovité výkvěty jen na vzorku s 45%, jinak bez: limonit, sediment, celistvé	bělavé povlaky		změna v červenohnědou u bělavých			
8	jílovec s jemně rozptýlenou uhelnou	Spořice - miocén	ano, zjevná, číchem	bělavé práškovité			značné, praskliny		značné, praskliny		značné, praskliny
9	prachovitý jílovec s uhelnou složkou (sladkovodní)	Pecínov - křída	ano, zjevná, číchem	bělavé práškovité			mírná		mírná		
10	bitumenní jílovec s kostí	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	změna v červenorezavou		změna v červenorezavou		změna v červenorezavou	
11	kost	Ahnikov - miocén	ano, zjevná, číchem		běložluté-žluté, běloběžové			mírné zčervenání v místech běložluté-žluté			
12	monokrytalický pyrit	Španělsko	ano, zjevná, číchem		bělavé, nažloutlé ostrůvky	X	X	změna eflorescencí	ne	X	X
12	krytalový agregát markazit v uhelné hmotě	Bílina - miocén	ano, zjevná, číchem		běložluté povlaky	X	X	změna eflorescencí	ne markazit, ano uhelná hmota	X	X
13	kusový agregát pyritu	Úpohlavy - křída	ano, zjevná, číchem		běložluté povlaky	X	X	změna eflorescencí	ne	X	X
14	gastropodi přilepení tmelem na destičce	Lenešice - křída	ano, zjevná, číchem		rezavý limonit, bělavé povlaky	X	X	změna eflorescencí	ne gastropodi, ne tmel	X	X
15	čelist obojživelníka v bitumenním jílovcí slepeným klišem	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne kost, ne hornína, ano lepidlo	X	X
16	silně degradovaný zub žraloka v bitumenním jílovcí	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne kost, ne hornína	X	X
17	částečně degradovaný zub žraloka v bitumenním jílovcí	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne kost, ne hornína	X	X
18	izolované obratle žraloka	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ano kost	X	X
19	zub ryby v bitumenním jílovcí slepeném tmelem	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne kost, ne hornína	X	X
20	koprolit žraloka v bitumenním jílovcí	Kounov - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne koprolit, ne hornína	X	X
21	kostra obojživelníka s otisky měkkých tkání v bitumenním jílovcí	Nýřany - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne kost, ne hornína	X	X
22	drobní korýši v bitumenním jílovcí	Nýřany - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne krunýře, ne hornína	X	X
23	mnohonožka v bitumenním jílovcí adjustovaném v sádrovém lůžku	Nýřany - karbon	ano, zjevná, číchem	běložluté, běloběžové	běložluté	X	X	změna na hnědorezavou	ne fosílie, ne hornína, ano sádrové lůžko	X	X





Obrázek 1 Bitumenní jílovec s kostí (karbon, Kounov) silně postižený degradací pyritu. Povrch neošetřeného jílovce (vlevo) je pokrytý žlutavými a bělavými hydráty síranů železa, silně zapáchá emanacemi kyseliny sírové. Po ošetření amoniakem za vysokého tlaku (vpravo) jsou hydratované nestabilní sírany převedeny na stabilnější sloučeniny (hydroxid železnatý, síran amonný).



Obrázek 2 Bitumenní jílovec s fosilií žraločího vejce (karbon, Nýřany) silně postižený degradací pyritu. Převod na stabilnější sloučeniny spojený se změnou barvy v tomto případě vede k nežádoucí ztrátě kontrastu. Exemplář je uchráněn před další degradací, ovšem došlo k omezení jeho budoucího využití např. pro výstavní účely.