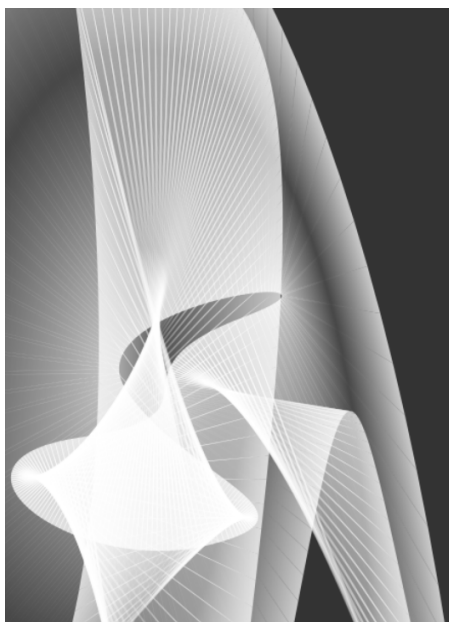


Konferencia s medzinárodnou účasťou

# **FUNKČNÉ KOMPOZITNÉ MATERIÁLY**

## **ZBORNÍK ABSTRAKTOV**



**29.4. 2014, Ústav materiálového výskumu, Košice**



**Ústav materiálového výskumu, Slovenská akadémia  
vied, Košice, Slovenská republika**

v rámci projektu



**Progressívna technológia prípravy mikrokompozitných  
materiálov**

s podporou



Agentúra  
Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu SR  
pre štrukturálne fondy EÚ



Operačný program  
VÝSKUM a VÝVOJ



**Európska únia**

**Odborní garanti:**

Ing. Radovan Bureš, CSc., ÚMV SAV Košice  
Prof. RNDr. Peter Kollár, CSc., PF UPJŠ Košice

**Programová komisia:**

RNDr. Magdaléna Strečková, PhD., ÚMV SAV Košice

**Organizačný výbor:**

Ing. Mária Fáberová, ÚMV SAV Košice

*Vydavateľ: Ústav materiálového výskumu SAV  
Watsonova 47  
040 01 KOŠICE*

*Technický redaktor: Ing. M. Fáberová  
Email: mfaberova@imr.saske.sk*

*ISBN: 978-80-970964-7-2*

*Rukopisy príspevkov neprešli jazykovou korektúrou.*

## OBSAH

<b>Predslov</b>	1
<b>Elektrotechnické ocele s kompozitnou mikroštruktúrou</b> <i>František KOVÁČ, Ivan PETRYSHYNETS</i>	2
<b>Vysoce elastické polyurethany s degradovatelnými segmenty</b> <i>Milena ŠPIRKOVÁ, L. MACHOVÁ, Rafal POREBA, M. SERKIS, J. HODAN</i>	3
<b>Strukturní variabilita polymer/metallakarbonových systémů: pohled pomocí ssNMR spektroskopie</b> <i>Jiří Brus, Libor Kobera</i>	4
<b>Kompozitné katódové materiály pre Li-iónové batérie</b> <i>Renáta ORIŇÁKOVÁ, Andrea STRAKOVÁ FEDORKOVÁ, Andrej ORIŇÁK</i>	6
<b>Polycarbonate-based Polyurethane Dispersions Reinforced by Colloidal Silica: Preparation and Characterization</b> <i>Rafal POREBA, Magdalena SERKIS, Milena ŠPÍRKOVÁ</i>	7
<b>Strukturní charakterizace nanostrukturovaných systémů pomocí ssNMR a faktorové analýzy</b> <i>Martina URBANOVÁ, Jiří BRUS, Libor KOBERA, Olívia POLICIANOVÁ, Ivana ŠEDĚNKOVÁ</i>	8
<b>In situ Ceramic Aluminium Metal Composite preparation</b> <i>Gabriel SUČIK, Adriana SZABÓOVÁ, Pavol VADÁSZ</i>	10
<b>Preparation and Complex Characterization of Magnetic Particles in Magnetic Fluids</b> <i>Martina KUBOVČÍKOVÁ, Ivan ANTAL, Jozef KOVÁČ, Vlasta ZÁVIŠOVÁ, Martina KONERACKÁ, Peter KOPČANSKÝ</i>	11
<b>NMR spektroskopie pevného stavu aluminosilikátových systémů modifikovaných fenol-formaldehydovými pryskyřicemi</b> <i>Libor KOBERA, Magdaléna STREČKOVÁ, Jiří BRUS</i>	12
<b>Pokročilé metódy hodnotenia lokálnych vlastností kompozitov</b> <i>Pavol HVIZDOŠ</i>	14

## **PREDSLOV**

Tento zborník abstraktov je krátkym zhrnutím príspevkov, ktoré odzneli na konferencii „Funkčné kompozitné materiály“. Konferencia bola organizovaná na Ústave materiálového výskumu SAV v Košiciach v rámci riešenia prioritnej témy „Príprava a charakterizácia organicko-anorganických kompozitov na báze polyuretan-X systémov“ v rámci medziakademickej dohody s Ústavom makromolekulárnej chemie AVČR Praha a s podporou projektu „Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku“ ITMS:26220220105, riešeného v rámci Operačného programu Výskum a vývoj financovaného z Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

Cieľom konferencie bolo vytvoriť platformu pre multidisciplinárnu diskusiu na tému modelovania, prípravy a charakterizácie vlastností progresívnych mikro- a nano-kompozitov a funkčných materiálov so špecifickými fyzikálnymi vlastnosťami. Program konferencie bol naplnený 10 prednáškami s dostatočnou časovou rezervou pre širšiu diskusiu prezentovaných tém. Základná línia príspevkov ako aj diskusií bola tvorená multidisciplinárnou spoluprácou odborníkov z rozdielnych oblastí prírodných vied zúčastňujúcich sa na spoločnom materiálovom výskume.

Vyjadrujem úprimné poďakovanie prednášajúcim a všetkým účastníkom za vytvorenie príjemnej priateľskej atmosféry ako aj za otvorenú neformálnu diskusiu, ktorá prispela k potvrdeniu zmysluplnosti organizovania stretnutí podobného druhu ako bola táto konferencia.

Ing. Radovan Bureš, CSc.

## ELEKTROTECHNICKÉ OCELE S KOMPOZITNOU MIKROŠTRUKTÚROU

**František KOVÁČ, Ivan PETRYSHYNETS**

*Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice*

### ABSTRAKT

Pre oblasť vysokopevných elektrotechnických ocelí určených pre hybridné pohony a elektromobily navrhujeme originálnu koncepciu vysokopevných elektrotechnických ocelí na báze kompozitného gradientného usporiadania mikroštruktúry, subštruktúry a textúry po hrúbke plechu.

Centrálnu časť po hrúbke plechu /označená „A“, vid' obr.1 / bude tvoriť vrstva hrubozrnej mikroštruktúry s voliteľnou strednou veľkosťou zrna až do 150  $\mu\text{m}$ , s výrazným zastúpením kryštalografickej kubickej textúrnej zložky (100)[0vw] a Gossovej (110)[001] textúrnej komponenty pri súčasnom znížení nežiaducej deformačnej (111)[0vw] zložky, v porovnaní so špičkovými neorientovanými ocelami /napr. akosťou M 340-50A/. Nízka hodnota koercitívnej sily takejto štruktúry bude zabezpečená predovšetkým výhodnou prednostnou kryštalografickou textúrou a optimálnou veľkosťou zrna. Súčasne matrica tejto vrstvy bude spevnená tuhým roztokom na báze Cu, Al a Si. Ďalším príspevkom spevnenia bude precipitačné spevnenie koherentnými  $\epsilon$ - Cu precipitátmi. Tieto častice na jednej strane budú spevňovať materiál, ale na druhej strane budú mať minimálny brzdiaci účinok na pohyb doménových stien. Hrúbka mikroštruktúrnej vrstvy „A“ bude voliteľná.

V oboch podvrchových vrstvách po hrúbke plechu / označené „B“ na obr. 1/ bude jemnozrná mikroštruktúra so strednou veľkosťou zrna do 15  $\mu\text{m}$ , pri súčasnom precipitačnom spevnení tejto vrstvy nekoherentnými precipitátmi ALN, prednostne po hraniciach zrn. Ich výskyt vo vnútri zrn s brzdiacim účinkom na pohyb doménových stien bude minimálny. Spevnenie koherentnými precipitátmi  $\epsilon$  – Cu rovnomerne rozloženými v matici a spevnenie tuhým roztokom Cu, Al, Si bude ekvivalentné ako vo vrstve „B“. Takýto typ mikroštruktúry a subštruktúry bude zabezpečovať vysokú úroveň pevnostných parametrov pri dobrých elektromagnetických vlastnostiach. Jemnozrná homogénna mikroštruktúra na povrchu plechu bude prínosom z hľadiska eliminácie nukleácie povrchových únavových trhlín.

Takýto kompozitný materiál okrem svojej originálnej mikroštruktúrnej a subštruktúrnej podstaty vytvára predpoklady pre získanie nových poznatkov o jeho chovaní sa počas statického a dynamického zaťažovania a jeho expozícii v premenlivom magnetickom poli.

*Podakovanie: Táto práca bola vykonaná v rámci projektu “Vysokopevné elektrotechnické kompozitné ocele”, APVV – 0147 – 11.*

## VYSOCE ELASTICKÉ POLYURETHANY S DEGRADOVATELNÝMI SEGMENTY

Milena ŠPIRKOVÁ, L. MACHOVÁ, Rafal POREBA, M. SERKIS, J. HODAN

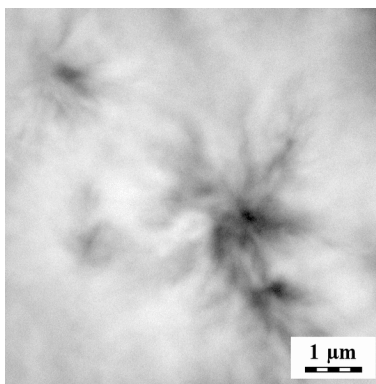
*Ústav makromolekulárnej chémie Akadémie vied Českej republiky, Heyrovského nám. 2, Praha*

## ABSTRAKT

V prednáške budú prezentované aktuálne výsledky prípravy a charakterizácie tří- a štyri-složkových polyurethanových elastomerů (PUE). Čtyřsložkové systémy obsahují (kromě makrodiolu na bázi polykarbonátu, 1,6-diisokyanáthexanu a butan-1,4-diolu, podrobně studovaných v předchozí fázi výzkumu) oligomerní diol na bázi D,L-laktidu (DL-L), syntetizovaný na ÚMCH. DL-L obsahuje esterové skupiny, jež jsou charakteristické svojí tendencí degradovat snáze než ostatní složky tvořící PUE.

Budou prezentovány výsledky zejména mechanických a povrchových vlastností PUE. Ukázalo se, že pouze tahové zkoušky jsou výrazně ovlivněny jak složením polyuretanů (PU), tak i pravidelností uspořádání jednotlivých složek v PU řetězci; ostatní fyzikální vlastnosti nemají tak výrazný rozptyl hodnot.

Sférolity o průměru ca 3  $\mu\text{m}$  byly detekovány ve všech polyurethanech obsahujících butan-1,4-diol (viz obrázek 1).



Obr. 1: TEM mikrofotografie sférolitu v PUE

Nejlepší mechanické vlastnosti byly zjištěny u vzorku s ekvimolárním poměrem hydroxylových skupin makrodiolu, butan-1,4-diolu a DL-L, při 5%-ním přebytku izokyanátových skupin diisokyanátu (nad celkovým obsahem OH skupin ve všech diolech). Tento PUE by mohl sloužit jako degradovatelný, mechanicky odolný povlak nebo film, např. v lékařství.

*Poděkování: Autoři příspěvku děkují Grantové agentuře České republiky za finanční podporu (projekt č. 13-06700S) a J. Hromádkové za TEM analýzu.*

## STRUKTURNÍ VARIABILITA POLYMER/METALLAKARBORÁNOVÝCH SYSTÉMŮ: POHLED POMOCÍ SSNMR SPEKTROSKOPIE

**Jiří Brus, Libor Kobera**

*Ústav makromolekulárnej chémie Akadémie vied Českej republiky, Heyrovského nám. 2, Praha*

### ABSTRAKT

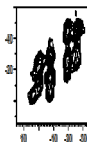
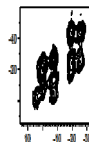
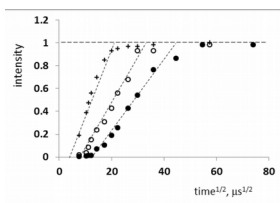
Již přibližně 50 let přitahují nanostrukturované materiály a nanokompozity pozornost badatelů a vědců nejrůznějších oborů v hlubokém přesvědčení, že tyto materiály mohou dosáhnout optimalizovatelných užitných vlastností. Jedním z mnoha směrů, kterým se zkoumání nanostrukturovaných materiálů ubírá je snaha formulovat amfidynamické systémy, tedy molekulární stroje, jež kombinují specifickou architekturu s přesně definovaným segmentovým pohybem. Úspěšnost konceptu supramolekulárních strojů je dokumentována odolností a přizpůsobivostí životních forem. Navzdory jednoznačnému úspěchu biologických makromolekul při vzniku těchto sofistikovaných autonomních či kolektivních supramolekulárních strojů, samouspořádání syntetických makromolekul je z mnoha důvodů velmi málo účinné. Jedním z mnoha problémů, jež je nutné překonat, je nutnost nalézt správné stavební bloky s vhodnou lokální архитектурou a zároveň kontrolovat slabé mnohdy reverzibilní interakce, jež tyto bloky vzájemně spojují do požadovaného funkčního a dynamického celku.

Mezi vhodné kandidáty takovýchto stavebních bloků patří metallakarborány, jakými jsou kobalt *bis*(dikarbolidové)(-1) anionty ( $\text{CoD}^-$ ), které v kombinaci s vhodnými polymery vykazují potenciál vytvořit supramolekulární systémy s unikátní 3D strukturou a dynamickým chováním. Tento potenciál je daný amfifilním charakterem  $\text{CoD}^-$  klastrů způsobený delokalizací náboje na relativně velké ploše molekuly a uniaxiální symetrií umožňující vykonávat specifický pohyb. V příspěvku budou porovnány strukturní a dynamické vlastnosti komplexů kobalt *bis*(dikarbolidových)(-1) aniontů se třemi typy polymerů. Vedle neutrálního a flexibilního řetězce poly(ethylen oxidu) (PEO) byl použit poly(2-vinylpyridin) (P2VP) a poly(4-vinylpyridin) (P4VP) v jejich protonizovaných formách. Ve všech případech se prokázalo, že polymerní řetězce tvoří statickou méně pohyblivou část kompozitu, zatímco  $\text{CoD}^-$  klastry vykazují tendenci vykonávat rotační pohyb. Zároveň bude diskutován rozsáhlý arzenál tradičních i pokročilých postupů NMR spektroskopie pevného stavu použitý při charakterizaci těchto organo-borových systémů.

P4VP/metallacarborane comp



$^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  spin diffusion



Poděkování: Autoři tímto děkují Grantové Agentuře České Republiky (grant 14-02652S) za poskytnutou finanční podporu.

## KOMPOZITNÉ KATÓDOVÉ MATERIÁLY PRE LI-IÓNOVÉ BATÉRIE

**Renáta ORIŇÁKOVÁ, Andrea STRAKOVÁ FEDORKOVÁ, Andrej ORIŇÁK**

*Katedra fyzikálnej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ v Košiciach, Moyzesová 11, Košice*

### ABSTRAKT

Dobíjateľné Li-iónové batérie sú v posledných rokoch najpoužívanším typom batérií v prenosných elektronických zariadeniach a elektromobiloch. Ich najväčšou výhodou je dostupnosť mnohých tvarov, rozmerov a hlavne nízka hmotnosť. Výskum v tejto oblasti sa v súčasnosti sústreďuje na hľadanie ekologicky vhodnejšieho, bezpečnejšieho a lacnejšieho materiálu v porovnaní s katódovými materiálmi na báze Ni a Co, ktoré sú aktuálne najviac využívané. Ukazuje sa, že jedným z najvhodnejších kandidátov je  $\text{LiFePO}_4$ , ktorý je stabilný, lacný, nezaťažuje životné prostredie a má teoretickú kapacitu 170 mAh/g. Nevýhodou  $\text{LiFePO}_4$  katódy je nízka elektrická vodivosť a pomalá difúzia lítiových iónov. Spomenuté problémy je možné odstrániť požitím vodivých polymérov, ako je napríklad polypyrol (PPy). Jeho slabé mechanické vlastnosti je možné zlepšiť prídavkom polyetylénglykolu (PEG). Prídанím nanoštruktúrovaných materiálov ako sú SiC a uhlíkové nanotrubičky je možné dosiahnuť ďalšie zvýšenie kapacity, tepelnej stability a cyklovateľnosti.

Bol študovaný vplyv PPy a PPy/PEG povlaku na elektrochemickú aktivitu kompozitných katódových materiálov PPy- $\text{LiFePO}_4$  a PPy/PEG- $\text{LiFePO}_4$  pripravených solvotermálnou metódou. Pozorované zvýšenie elektrochemickej účinnosti je možné pripísať zvýšeniu elektronickej vodivosti, zvýšeniu pohyblivosti rozpustených  $\text{Li}^+$  iónov a zlepšenej štruktúre vyplývajúcej z prítomnosti vodivej polymérnej vrstvy na povrchu  $\text{LiFePO}_4$  častíc. Prídavkom PEG do PPy vrstvy bola dosiahnutá otvorenejšia štruktúra, zníženie počtu štruktúrnych defektov a vyššia špecifická kapacita kompozitného katódového materiálu PPy/PEG- $\text{LiFePO}_4$  v porovnaní s PPy- $\text{LiFePO}_4$  a  $\text{LiFePO}_4$  katódami.

*Podakovanie: Príspevok vznikol s podporou vedeckej grantovej agentúry MŠ SR vo forme grantu VEGA č. 1/0211/12.*

## POLYCARBONATE-BASED POLYURETHANE DISPERSIONS REINFORCED BY COLLOIDAL SILICA: PREPARATION AND CHARACTERIZATION

Rafal POREBA, Magdalena SERKIS, Milena ŠPÍRKOVÁ

*Institute of Macromolecular Chemistry AS CR, v.v.i., Heyrovského nám. 2, Prague*

### ABSTRACT

A series of waterborne polycarbonate-based polyurethane (PU) dispersions, polyurethane films and their composites with colloidal silica was prepared and characterized. The preparation procedure of PU dispersions consists of four main steps: (i) preparation of isocyanate-terminated ionomer (the reaction product of 2,2-bis(hydroxymethyl)propionic acid, polycarbonate diol ( $\sim 2700 \text{ g mol}^{-1}$ ) and 1,6-diisocyanatohexane), (ii) ionic groups formation by neutralization of carboxylic groups (triethylamine), (iii) chain extension by butane-1,4-diol, (iv) PU dispersion formation by phase inversion process. Silica composites were prepared by the addition of 40 wt. % water solution of silica nanoparticles (20-24 nm) at different concentrations to the final PU dispersions. In all cases spherical polyurethane particles in the range of nanometer-size arose.

Water evaporation from PU dispersions results in transparent or opaque elastic PU films formation. The content of individual components was changed in order to optimize the preparation process leading to PU films characterized by the best end-use properties. The influence of the composition on the particle size was examined by the dynamic light scattering. Atomic force microscopy revealed the presence of micrometer-size agglomerates formed from individual polyurethane particles on the PU film surfaces. It was found that the particle size, dispersion stability (estimated by  $\zeta$ -potential measurements), morphology, static and dynamic mechanical properties are strongly dependent on sample composition as well as preparation procedure. The addition of silica particles resulted in: the improvement of mechanical properties, increase of storage shear  $G'$  modulus and extension of rubbery plateau.

*Acknowledgement: The authors wish to thank the Grant Agency of Czech Republic, project No 13-06700S, for financial support.*

## STRUKTURNÍ CHARAKTERIZACE NANOSTRUKTUROVANÝCH SYSTÉMŮ POMOCÍ SSNMR A FAKTOROVÉ ANALÝZY

**Martina URBANOVÁ, Jiří BRUS, Libor KOBERA, Olívia POLICIANOVÁ, Ivana ŠEDĚNKOVÁ**

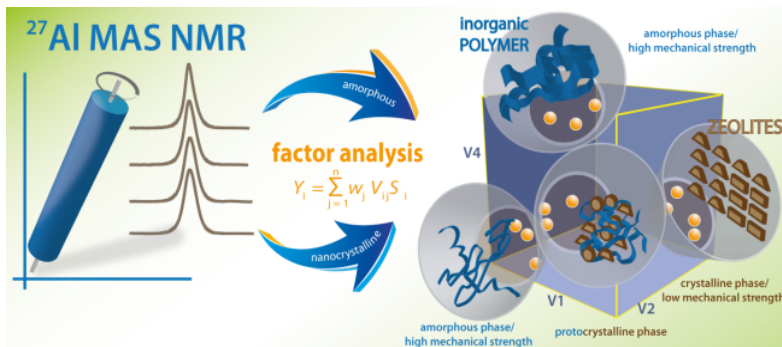
*Ústav makromolekulárnej chémie Akadémie vied Českej republiky, Heyrovského nám. 2, Praha*

### ABSTRAKT

Strukturní charakterizace nanostrukturovaných a amorfních materiálů je i přes pokroky ssNMR spektroskopie dosud obtížným úkolem, se kterým se můžeme v materiálové chemii setkat. Polymorfismus (případně pseudopolymorfismus) a jeho snadná a rychlá analýza je např. ve farmaceutickém průmyslu, při vývoji a výrobě léčiv (aktivních farmaceutických ingrediencí – API), stálým problémem. Možnost dané aktivní látky vyskytovat se v několika krystalových modifikacích totiž může mít vliv na účinnost připraveného produktu. Podobnou úlohu řeší však i průmyslová výroba anorganických produktů např. při charakterizaci nanostrukturovaných aluminosilikátových polymerů. Syntetizované geopolymery obsahující nanozeolity jsou perspektivní materiál pro sorpci toxických látek. Charakterizace těchto hlinitokřemičitanů je však problematická.

V příspěvku bude představena možnost rychlé a spolehlivé metody identifikace amorfních a semikrystalických forem založená na chemometrickém přístupu - faktorové analýze (FA) ssNMR spekter. Výsledkem takové analýzy je sada subspekter  $S_j$ , jež zvýrazňují jednotlivé spektrální rozdíly mezi různými formami zkoumané aktivní látky. Kvantitativně jsou pak tyto rozdíly vyjádřeny koeficienty  $V_{ij}$ . Ukázalo se, že tyto koeficienty zcela jednoznačně identifikují každou krystalovou modifikaci API, a to jak v čistém stavu, tak i v pevné lékové formě. Navrhovaná metoda je např. schopna obejít komplikace vyplývající z nízkých koncentrací látek nebo poskytnout řešení v případě nemožnosti provedení více-dimenzionálních NMR experimentů z důvodů dlouhých relaxačních časů. Využití FA při řešení potíží vyplývajících z nízkých koncentrací účinných látek (např. v tabletových formulacích) je demonstrována na atorvastatinu - typickém představiteli fluorované farmaceutické látky, který vykazuje rozsáhlý polymorfismus. Prokázalo se, že každá krystalická i amorfni forma atorvastatinu je jednoznačně identifikována a zřetelně odlišena.

V případě komplikací vyplývajících z dlouhých relaxačních časů je uplatnění FA demonstrováno na případě polymorfního tropia hydrochloridu. Charakterizace amorfního charakteru aluminosilikátové matrice v přítomnosti nízkých koncentrací nanostrukturovaných krystalitů zeolitů byla testována na geopolymerech, které vykazovaly různé tendence ke krystalizaci. Byly identifikovány zcela amorfni systémy, x-ray amorfni systémy s nanokrystalickými fázemi, a systémy krystalické.



*Poděkování: Autoři tímto děkují Grantové Agentuře České Republiky (grant GA13-24155S) za poskytnutou finanční podporu.*

## **IN SITU CERAMIC ALUMINIUM METAL COMPOSITE PREPARATION**

**Gabriel SUČIK, Adriana SZABÓOVÁ, Pavol VADÁSZ**

*Technical University of Košice, Faculty of Metallurgy, Park Komenského 3, Košice*

### **ABSTRACT**

Preparation of in situ ceramic composite from waste serpentine material is described in this paper. The waste material is still stored on heap pile as a rest of mining and processing of microserpentine near Dobšiná town (Slovakia). The bulk material with granulometry from 0 to about 10 mm was grinded to size under 100  $\mu\text{m}$  and magnetic part was separated by demagnetization and mixed with fine milled calcined magnesia in 4.5 : 1 ratio and 5 % of organic binder addition. The mixture was formed to shape of scanting by pressing at 75 MPa. After drying and firing on air in electric furnace at 1430  $^{\circ}\text{C}$  for 24 hours the doubleclinker (DC) with phases of forsterite and MgO was. Measured open porosity of prepared material was 28 vol. % and bulk density was 2.56  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ . The samples were engaged in Al melt at 950  $^{\circ}\text{C}$  for 24 hour. Aluminium based melt penetrated intergranular space filled by fine fraction of DC material. SEM analysis has shown attacking FM grains by aluminium melt. EDX analysis was used for seeing of element distribution into composite material and XRD analysis found phase of periclase, MA—spinel and aluminium. Forsterite as a basic phase of DC did not detect. Infiltrated metal portion presented 25 % of samples total weight.

*Acknowledgement: This work was supported within the project VEGA 1/0840/13.*

## PREPARATION AND COMPLEX CHARACTERIZATION OF MAGNETIC PARTICLES IN MAGNETIC FLUIDS

*Martina KUBOVČIKOVÁ, Ivan ANTAL, Jozef KOVÁČ, Vlasta ZÁVIŠOVÁ, Martina KONERACKÁ, Peter KOPČANSKÝ*

*Institute of Experimental Physics, SAS, Watsonova 47, Košice*

### ABSTRACT

Magnetic fluids (MFs) are stable colloidal suspensions of magnetic nanoparticles (around 10 nm in diameter) in a liquid carrier. To meet biomedical requirements they have to be superparamagnetic (SPM), meaning that they are attracted by a magnetic field but retain no residual magnetism after the field is off. Due to their small size and SPM behaviour, MFs offer a variety of uses in the field of biomedicine.

This paper deals with magnetite nanoparticles (MNPs) that were synthesized by the co-precipitation method from ferric and ferrous salts using ammonium hydroxide, then sodium oleate (SO) was applied as a surfactant in order to prevent their agglomeration. The complex physicochemical characterization of the prepared MFs has been accomplished by the routine methods such as infrared spectroscopy (FTIR), magnetic measurements, scanning electron microscopy (SEM) and dynamic light scattering (DLS). The FTIR spectra showed that SO molecules were linked to MNPs through chemical bond. Magnetic measurements proved that the MNPs are superparamagnetic in nature. Knowing the particle size is considered to be one of the basic preconditions if it is to be used effectively in biomedicine, which made us focus on study of particle-size distribution of MNPs. Four different methods were used to determine the size and size distribution of the MNPs: SEM, DLS, analytical ultracentrifugation (ANUC) and magnetic measurements. SEM analysis showed a relatively narrow size distribution of roughly spherical MNPs with a mean diameter of 67 nm. DLS analysis confirmed monodispersed MFs production with hydrodynamic diameter of 75 nm. The size distribution determined by ANUC using sedimentation velocity analysis was found to be 69 nm.

Finally, the calculated magnetic core diameter obtained from magnetization curve was 6.85 nm. The comparison of the size and size distributions determined by each technique for MFs, their advantages, disadvantages and limitations is included as well.

*Acknowledgement: This work was supported within the projects SF of EU 26110230061, VEGA 0041, APVV 0171-10 and APVV 0742-10.*

## NMR SPEKTROSKOPIE PEVNÉHO STAVU ALUMINOSILIKÁTOVÝCH SYSTÉMŮ MODIFIKOVANÝCH FENOL-FORMALDEHYDOVÝMI PRYSKYŘICEMI

Libor KOBERA<sup>1</sup>, Magdaléna STREČKOVÁ<sup>2</sup>, Jiří BRUS<sup>1</sup>

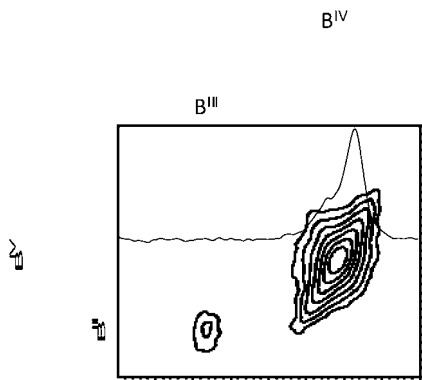
<sup>1</sup>Ústav makromolekulárnej chémie Akadémie vied Českej republiky, Heyrovského nám. 2, Praha

<sup>2</sup>Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

### ABSTRAKT

*Fenol-formaldehydové pryskyřice stále nacházejí široké uplatnění v mnoha různých oblastech lidské činnosti. Vzhledem k jejich vynikajícím vlastnostem a strukturální integritě, mohou být použity jako tepelné či elektrické izolátory, které zároveň disponují skvělou chemickou odolností. V současné době, jsou fenol-formaldehydové pryskyřice chemicky modifikovány pomocí křemikových (TEOS nebo GLYMO) popř. bórových sloučenin (např. kyseliny borité), což vede k dalšímu navýšení tepelné stability a zvýšení mechanické a chemické odolnosti. Relativně novou oblastí využití fenol formaldehydových pryskyřic je příprava hybridních anorganicko-organických materiálů, kde jsou do pórů anorganické matrice zavedeny organické prekurzory, které následnou polymerační reakcí vytváří organické plnivo.*

Pro použití těchto hybridních materiálů je velmi důležitý jejich přesný strukturální popis a zároveň analýza jednotlivých surovin. Jako vhodný nástroj pro strukturální analýzu aluminosilikátových systémů modifikovaných fenol-formaldehydovými pryskyřicemi se jeví NMR spektroskopie v pevné fázi. Charakterizaci těchto materiálů lze provést pomocí obsažených NMR aktivních jader, jako jsou <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C, <sup>11</sup>B, <sup>23</sup>Na, <sup>27</sup>Al, <sup>29</sup>Si izotopy. Nicméně, kvadrupolární charakter přítomných <sup>11</sup>B, <sup>23</sup>Na, <sup>27</sup>Al atomů komplikuje detailní analýzu a interpretaci spekter a to především díky výraznému rozšíření detekovaných signálů. Řešení poskytuje MQ/MAS NMR spektroskopie v kombinaci s relativně novou technikou - dvouosou transformací získaných spekter. Tato kombinace zvyšuje spektrální rozlišení a tím pomáhá správně pochopit a interpretovat získaná spektra. V tomto příspěvku budou demonstrovány <sup>13</sup>C CP / MAS NMR, <sup>29</sup>Si CP/MAS NMR a <sup>11</sup>B MQ/MAS NMR techniky, které poskytují detailní informace o místní geometrii analyzovaných sloučenin a umožňují určit jejich strukturální uspořádání.



Obrázek 1.  $^{11}\text{B}$  MQ/MAS NMR spektrum fenol-formaldehydové pryskyřice modifikované  $\text{H}_3\text{BO}_3$  po dvouosé transformaci

*Poděkování: Autoři tímto děkují Grantové Agentuře České Republiky (grant GA13-24155S) za poskytnutou finanční podporu.*

## POKROČILÉ METÓDY HODNOTENIA LOKÁLNYCH VLASTNOSTÍ KOMPOZITOV

**Pavol HVIZDOŠ**

*Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice*

### ABSTRAKT

Lokálne mechanické vlastnosti, ako tvrdosť, redukovaný modul pružnosti a indentačná únava jednotlivých fáz spekaných karbidov typu WC-Co na nano úrovni boli hodnotené použitím inštrumentovanej indentácie. Popisuje sa separácia príspevkov jednotlivých fáz (tvrdé zrná –  $H \sim 25$  GPa, plastické spojivo –  $H \sim 8$  GPa, zmiešané odozvy) pri meraní použitím matricovej indentačnej techniky. Kombináciou nameraných dát s EBSD analýzou sa vyhodnocuje anizotropia vlastností karbidických zrn. V prípade zrn WC bol pozorovaný výrazný load-size efekt, v kobaltovom spojive neprítomný. Bol identifikovaný a kvantifikovaný výrazný vplyv kryštalografickej orientácie WC kryštálov na hodnoty tvrdosti, modulu pružnosti a indentačnej únavy a bolo preukázané maximum hodnôt pri bazálnej orientácii zrn. Metódou Focused Ion Beam (FIB) boli pripravené mikropiliere na vybraných kryštáloch WC so špecifickou orientáciou, ktoré boli následne mechanicky zaťažované v tlaku a jednotlivé sklzové systémy boli pozorované a identifikované.

*Pod'akovanie: Práca bola podporená projektmi VEGA 2/0075/13 a APVV-0108-12.*