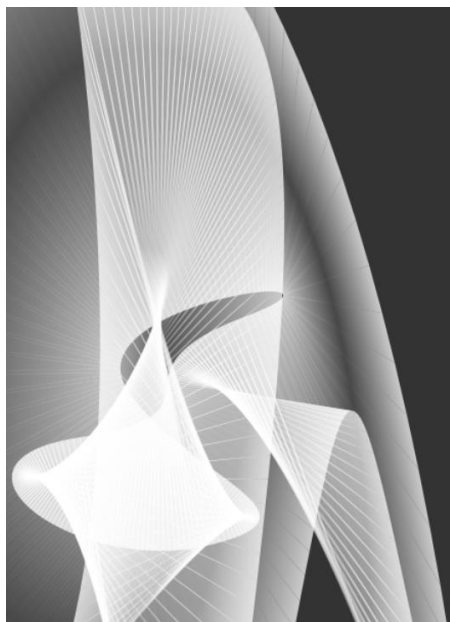


Konferencia s medzinárodnou účasťou

FUNKČNÉ KOMPOZITNÉ MATERIÁLY

ZBORNÍK ABSTRAKTOV



19.5. 2015, 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



Európska únia



AGENTÚRA
NA PODPORU
VÝSKUMU A VÝVOJA

Vývoj vodivej keramiky na báze SiC

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: 978-80-89782-02-04

Rukopisy príspevkov neprešli jazykovou korektúrou.

OBSAH

Predslov	1
Príprava prá-kových materiálov z biodegradovateľných zliatin	
<i>Karol SAKSL</i>	2
Bioaktívne kompozitné systémy biopolymér-kalcium fosfátový cement	
<i>Lubomír MEDVECKÝ</i>	3
Hydrolytic studies in physiologically simulated conditions I.	
Stable aliphatic polyurethanes	
<i>Milena ŠPIRKOVÁ, Rafał POREBA, Magdalena SERKIS, Jiří HODAN, Jana KREDATUSOVÁ</i>	4
Hydrolytic studies in physiologically simulated conditions II.	
Degradable aliphatic polyurethanes	
<i>Rafał POREBA, Ludka MACHOVÁ, Magdalena SERKIS, Jiří HODAN, Jana KREDATUSOVÁ, Milena ŠPIRKOVÁ</i>	6
Powder NMR crystallography of new polyanhydride injectable microbead formulations of decitabine	
<i>Jiří BRUS, Jiří CZERNEK, Michal HUSAK, Martin HRUBÝ, Pavel ŠVEC</i>	8
Solid State NMR Study of Inorgano-Organic Nanostructured Materials	
<i>Libor KOBERA, Magdaléna STREČKOVÁ, Sabina ABBRENT, Jiří BRUS</i>	9
Demagnetizačné magnetické pole v magneticky mäkkých kompozitoch	
<i>Peter KOLLÁR</i>	11
Magnetické vlastnosti a relaxačné procesy v magnetických nanokompozitoch	
<i>Adriana ZELENÁKOVÁ, Vladimír ZELENÁK</i>	12
Nano-astické vrstvy s elektrokatalytickou aktivitou v reakcii vylučovania vodíka	
<i>Renáta ORIŇÁKOVÁ, Mária SABALOVÁ, Andrej ORIŇÁK, Jana HOVANCOVÁ</i>	13
Mechanické legovanie Ni-Fe slitiny typu Permalloy	
<i>Hynek HADRABA, Magdaléna STREČKOVÁ, Roman HUSÁK, Pavla ROUPCOVÁ</i>	14
Príprava vysoce-chromové ODS oceli z prá-od-legované prá-kové oceli a	
z atomárne čistých prá-k	
<i>Roman HUSÁK, Hynek HADRABA, Ivan KUBĚNA</i>	15
Not Ambient X-ray Powder Diffraction Study of Mechanically Alloyed Fe-Al-Mo	
<i>Pavla ROUPCOVÁ, Yvonna JIRÁSKOVÁ</i>	16
Characterization of fracture behaviour of advanced steel using miniaturized test specimens	
<i>Luděk STRATIL, Filip ŠIŠKA, Miroslav ŠMÍD, Tomáš ZÁLEŽÁK, Natália LUPTÁKOVÁ, Hynek HADRABA</i>	17

Tenké povlaky na báze W ó C pripravené technológiou HiPIMS	
<i>Petra HVIŠČOVÁ, Michal NOVÁK, František LOFAJ, Milan FERDINANDY, Lenka KVETKOVÁ, Rudolf PODOBA</i>	18
W-C coatings prepared by high target utilisation sputtering system	
<i>Lenka KVETKOVÁ, Michal NOVÁK, Petra HVIŠČOVÁ, Milan FERDINANDY, František LOFAJ</i>	19
Povrchová modifikácia mikro-truktúry nástrojovej ocele laserovým farením	
<i>Martin ŠEBEK, František KOVÁČ, Ivan PETRYSHYNETS, Ján BALKO</i>	20
Príprava polymérnych a keramických nanovlákní metódou elektrostatického zvlákovania	
<i>Erika MÚDRA, Magdaléna STREČKOVÁ, Tibor SOPČÁK, Helena BRUNCKOVÁ</i>	21
Microwave processing of composites	
<i>Radovan BUREŠ, Mária FÁBEROVÁ, Pavel KUREK, Magdaléna STREČKOVÁ</i>	22

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 magneticky mäkkých zliatin s vysokou entropiou“ v rámci medziakademickej dohody s Ústavom fyziky materiálov AVČR Brno, 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 a projektu APVV-0108-12 "Vývoj vodivej keramiky na báze SiC".

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 18 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.

PRÍPRAVA PRÁŠKOVÝCH MATERIÁLOV Z BIODEGRADOVATEĽNÝCH ZLIATIN.

Karol SAKSL

Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Biodegradovateľné kovy/zliatiny sú také, ktoré sa postupne rozpúšťajú v tele hostiteľa (in-vivo), majú priaznivý účinok na proces hojenia a ich prítomnosť v tele pacienta končí bez reziduálnych zvyškov. Zámerom Laboratória progresívnych zliatin projektu Promatech je príprava práškových materiálov nanokryštalickej až amorfnej štruktúry zo zliatin typu Ca-Mg, Ca-Zn a Ca-Mg-Zn a to kombináciou metód rýchleho ochladzovania tavenín a mechanického mletia. Z práškov týchto zliatin (prípadne vhodne volených práškových zmesí) máme v pláne vytvárať súčiastky pre medicínske aplikácie metódami kompaktizácie, obrábania polovýrobov, alebo cestou 3D tlače.

BIOAKTÍVNE KOMPOZITNÉ SYSTÉMY BIOPOLYMÉR-KALCIUM FOSFÁTOVÝ CEMENT

ubomír MEDVECKÝ, Mária GIRETOVÁ, Radoslava TMTULAJTEROVÁ
Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Bioaktívne kompozitné systémy zložené z biopolymérnej zmesi chitosan - polyhydroxybutyrát a bioaktívnej kalcium fosfátovej fázy boli pripravené vyžrážaním suspenzie rozpustených polymérov a práškovej zložky. Ako bioaktívne kalcium fosfáty boli porovnávané nanokryštalický hydroxyapatit, tetrakalcium fosfát—monetivá cementová zmes a α -trikalcium fosfát, pričom obsah týchto zložiek v kompozitoch bol 50 a 75 hm.%. Podrobnejšie bol analyzovaný vplyv jednotlivých fáz na molekulovú hmotnosť chitosanu, charakterizované fázové zloženie a schopnosť transformácie zložiek cementových fosfátových zmesí. Cytotoxicita a bioaktivita kompozitov bola charakterizovaná in vitro testom po nasadení osteoblastov na substráty a kultivácii v α MEM médiu s 10% fetálnym tel'acím sérom a osteogénnymi suplementami v inkubátore pri teplote 37 °C a 5% CO₂.

HYDROLYTIC STUDIES IN PHYSIOLOGICALLY SIMULATED CONDITIONS I. STABLE ALIPHATIC POLYURETHANES

Milena ^{TR}PIRKOVÁ, RafaĚ POREBA, Magdalena SERKIS, Ji í HODAN, Jana KREDATUSOVÁ

Ústav makromolekulárnej chémie Akademie vied Ćeskej republiky, Heyrovského nám. 2, Praha

ABSTRACT

Polyurethanes (PUs) are extensively used, mainly as foams but also as plastics, elastomers, coatings and adhesives. Nowadays, PUs are also very popular in medicine and biochemistry. They are used either as vascular implants, grafts, catheters and biomedical devices featuring long-time stability or as temporary scaffolds, in tissue engineering, as drug delivery systems, as bioresorbable material, i.e. materials with defined (bio)degradability.

This contribution is aimed at the results of the hydrolytic stability tests of all aliphatic polycarbonate-based polyurethanes. They were prepared from commercially available polycarbonate-based macrodiols, hexamethylene-1,6-diisocyanate and butane-1,4-diol in the form of free-standing films.

Physiologically simulated conditions were used for hydrolytic stability tests, i.e., PU samples were immersed into phosphate-buffered saline (PBS) and conditioned at 37 °C for a period of up to 12 months.

The set of analytical methods (e.g., FTIR, DSC, AFM, SEM, tensile characteristics) covering the sample description on multiscale levels was used. The efficiency of the hydrolytic process is very well detectable by tensile tests. Fig. 1 shows tensile stress-strain curves for original sample and sample being immersed for 12 months in PBS (green curve). None significant differences were found. Also other methods confirmed that these three-component PU systems are hydrolytically stable elastomers with outstanding functional properties.

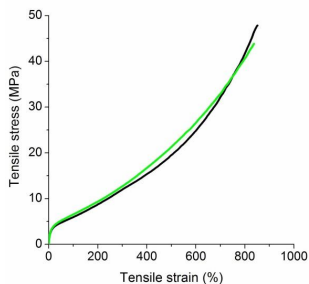


Fig. 1. Tensile curves of original PU sample (black) and PU sample immersed to PBD for a period of 12 months (green).

Acknowledgement: The Authors wish to thank the financial support of the Grant Agency of the Czech Republic (Czech Science Foundation, project No. 13-06700S).

HYDROLYTIC STUDIES IN PHYSIOLOGICALLY SIMULATED CONDITIONS II. DEGRADABLE ALIPHATIC POLYURETHANES

Rafa€ POR BA, Lu ka MACHOVÁ, Magdalena SERKIS, Ji í HODAN, Jana KREDATUSOVÁ, Milena TPIRKOVÁ

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

ABSTRACT

Recent studies on all-aliphatic polycarbonate-based three-component polyurethane elastomers revealed their outstanding functional properties [1,2]. Very good hydrolytic stability in model physiological conditions is presented on this conference in the other contribution (presented by M. Špírková).

This contribution is an extension of the study of all-aliphatic polyurethane (PU) elastomers. If short oligomeric D,L-lactide-based diol is built into the polyurethane backbone [3], the system dramatically changes functional properties. It was found that tensile properties are the most sensitive characteristics reflecting changes in PU structure [4]. The best functional properties are achieved at equimolar concentration of hydroxyl groups of macrodiol, butane-1,4-diol and degradable oligomeric diol used in the PU formulation. This composition was used for further studies, including degradability tests.

Hydrolytic stability of PU elastomers was followed by changes of the properties during the specimen immersion in phosphate-buffered saline (PBS) at 37 °C for a period of time up to 12 months. The multiscale characterization of PU elastomers using DSC, SEM, AFM, FTIR, together with tensile and swelling analyses was realized. Fig. 1 shows tensile characteristics of degradable PU before (black) and after 12 months of immersion (green) in PBS. Film surfaces analyzed by SEM before (left) and after hydrolytic tests (right) are shown in Fig. 2.

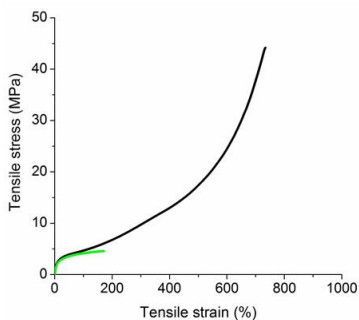


Fig.1

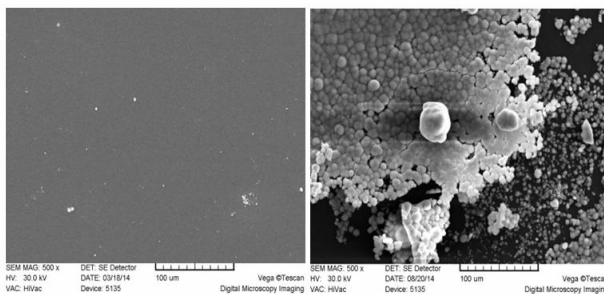


Fig.2

Comparison of analogue samples without and with degradable diol, confirmed that D,L-lactide-based diol is an efficient site for the hydrolysis, even at relatively low contents (ca. 8 wt %).

[1] M. Špírková, R. Poręba, J. Pavličević, L. Kobera, J. Baldrian, M. Pekárek, Journal of Applied Polymer Science, 2012, 126(3), 1016-1030

[2] R. Poręba, M. Špírková, L. Brožová, N. Lazić, J. Pavličević, A. Strachota, Journal of Applied Polymer Science, 2013, 127(1), 329-341

[3] M. Špírková, L. Machová, L. Kobera, J. Brus, R. Poreba, M. Serkis, A. Zhigunov, Journal of Applied Polymer Science, 2015, 132 (10), 41590

[4] R. Poreba, J. Kredatusová, J. Hodan, M. Serkis, M. Špírková, Journal of Applied Polymer Science, 2015, 132 (16), 41872

Acknowledgement: *The Authors wish to thank the financial support of the Grant Agency of the Czech Republic (Czech Science Foundation, project No. 13-06700S).*

POWDER NMR CRYSTALLOGRAPHY OF NEW POLYANHYDRIDE INJECTABLE MICROBEAD FORMULATIONS OF DECITABINE

Jiří BRUS¹, Jiří CZERNEK¹, Michal HUSAK¹, Martin HRUBÝ², Pavel TOMEČEK¹

¹ Institute of Macromolecular Chemistry AS CR, v.v.i., Heyrovského nám. 2, Prague

² University of Chemistry and Technology, Department of Solid State Chemistry, Prague 6

ABSTRACT

The archetypal DNA methyltransferase inhibitor, decitabine (DAC), has been established as the efficient therapeutics for the epigenetic cancer therapy. However, the therapeutic administration of DAC is limited by its hydrolytic lability, decreasing plasma circulation time. To circumvent this problem, the new biodegradable, polyanhydride injectable microbead formulation of a crystalline drug immersed in the monolithic crystalline matrix of a polymer carrier was developed. In this contribution we demonstrate our attempt to utilize the concept of NMR crystallography to describe structure of the proposed formulation. In this respect, a set of ca 600 crystal structures of DAC were predicted using the Polymorph Predictor. The selected ca 60 candidates featuring low crystal-lattice energies were optimized using the PBE DFT method as implemented in the CASTEP program package. Subsequently the ¹H and ¹³C NMR shielding parameters were calculated employing the GIPAW-PBE approach. The calculated NMR parameters were compared with ¹H and ¹³C isotropic chemical shifts experimentally determined using a set of standard and *T*₁-filtered ¹H-¹³C FSLG HETCOR and ¹H-¹H SPC5 and PC7 DQ/SQ NMR correlation experiments. The root-mean-square deviations between experimentally determined and calculated chemical shifts were calculated. First, the experimental protocol was verified using the prepared neat anhydrous form of DAC for which the crystal structure was refined from synchrotron powder diffraction data (Form I). In the subsequent step, the isotropic chemical shifts were determined for the unknown crystal modification of DAC (Form X) embedded in the polycrystalline polymer matrix. Proton *T*₁-filtering was applied to suppress unwanted resonances of polymer fractions. In this way, accurate values of ¹H and ¹³C isotropic shifts were determined and on the basis of comparing the experimental and calculated NMR parameters the most probable crystal structure of DAC Form X was identified.

Applying the domain-selective 2D ss-NMR experiments the concept of powder NMR crystallography was successfully extended to nanostructured polycrystalline systems synthesized by a single-step process.

Acknowledgement: The authors thank to the Grant Agency of the Czech Republic (Grant GA13-24155S) for financial support.

SOLID STATE NMR STUDY OF INORGANO-ORGANIC NANOSTRUCTURED MATERIALS

Libor KOBERA¹, Magdaléna STRE KOVÁ², Sabina ABBRENT¹, Jiří BRUS¹

¹Institute of Macromolecular Chemistry AS CR, v.v.i., Heyrovského nám. 2, Prague

²Institute of Materials Research SAS, Watsonova 47, Kožice

ABSTRACT

The insulating soft magnetic composites (SMCs) are traditionally designed from magnetic metal powders, which are covered ideally by a very thin insulating layer. The aim is to achieve SMCs with a high enough density and sufficiently stable mechanical properties, whereas an insulation layer between magnetic powder particles should ensure a high electrical resistivity minimizing the overall magnetic losses. The inorgano-organic composite as a dielectric material can be used. The precise structural characterization of composite material helps to suitable using of prepared system in industry. From this reason our attention was focused on preparation and structural characterization of inorgano-organic nanostructured material by solid state NMR spectroscopy. In this respect we applied the traditional experiments under magic angle spinning, CP/MAS NMR experiments and advanced two-dimensional 3Q/MAS NMR experiments with z -filter, the recently developed advanced double-quantum (DQ) magic-angle-spinning (MAS) NMR technique. The origin of inorgano-organic interpenetrating networks was confirmed and individual phases described.

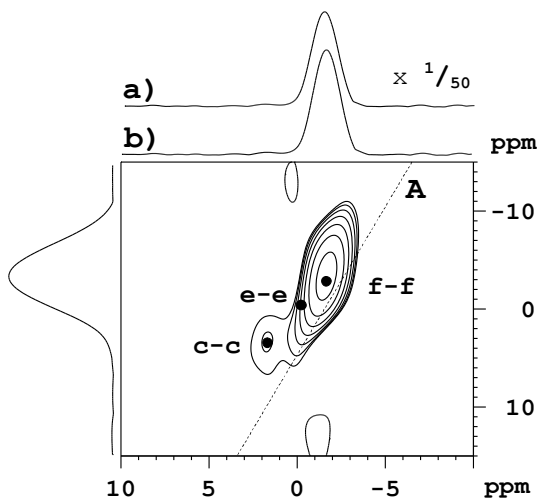


Figure 1. Comparison of MAS NMR a) and DQ/SQ MAS NMR b) spectra of cured inorgano-organic nanostructured material

Acknowledgement: The authors thank to the Grant Agency of the Czech Republic (Grant GA13-24155S) for financial support.

DEMAGNETIZA NÉ MAGNETICKÉ POLE V MAGNETICKY MÄKKÝCH KOMPOZITOCH

Peter KOLLÁR

Ústav fyzikálnych vied PF UPJŠ, Park Angelinum 9, 04154 Košice

ABSTRAKT

Vnútorne demagnetizačné magnetické pole v magneticky mäkkých feromagnetikách vo väčšine prípadov negatívne prispieva k magnetickým vlastnostiam, a preto je snaha technológov eliminovať v čo najväčšej miere. V kompozitných magneticky mäkkých materiáloch pozostávajúcich z feromagnetických častíc, ktoré sú navzájom oddelené izolačným materiálom je nevyhnutná prítomnosť vnútorného demagnetizačného poľa pochádzajúceho od povrchových magnetických nábojov na povrchoch častíc kompozitu. Poznanie veľkosti demagnetizačných polí je potrebné pre vývoj kompozitov s optimalizovanými vlastnosťami. Príspevok pojednáva o možnosti experimentálneho skúmania demagnetizačných polí kompozitov a opisuje vplyv technologických parametrov prípravy na výsledné magnetické vlastnosti magneticky mäkkých kompozitov na báze železa.

MAGNETICKÉ VLASTNOSTI A RELAXA NÉ PROCESY V MAGNETICKÝCH NANOKOMPOZITOCH

Adriana ZELE ÁKOVÁ¹, Vladimír ZELE ÁK²

¹Ústav fyzikálnych vied PF UPJŠ, Park Angelinum 9, 04154 Košice

²Ústav chemických vied PF UPJŠ, Park Angelinum 9, 04154 Košice

ABSTRAKT

Mono-doménové nanočastice kovov na báze železa sú v súčasnom období v popredí vedeckého záujmu v dôsledku ich zaujímavých fyzikálnych vlastností ako napríklad makroskopické kvantovanie magnetizácie, jav superparamagnetizmu, kvantový efekt veľkosti častíc a zaujímavé povrchové javy vyplývajúce zo spinovej frustrácie medzi povrchovými a objemovými spinmi. Ak sú medzi časticami prítomné magnetické interakcie, tieto môžu mať významný vplyv na magnetické vlastnosti kompozitných materiálov ako aj na superparamagnetickú relaxáciu. Potlačenie vplyvu dipól – dipólových interakcií, prípadne prítomnosť veľmi slabých interakcií, sa prejavuje v existencii “čistého” superparamagnetického (SPM) správania, ktoré môže byť doprevádzané blokováním magnetických momentov nanočastíc pri nízkych teplotách. Naopak, prítomnosť silných magnetických interakcií, predovšetkých dipól-dipólových, vedie ku kolektívnemu magnetickému správaniu označovanému ako superspinové sklo (SSG), ktoré sa prejavuje zamrzaním do stavu superspinového skla pri nízkych teplotách.

Účinným nástrojom na štúdium relaxačných procesov prebiehajúcich v magnetických kompozitných systémoch je štúdium komplexnej striedavej magnetickej susceptibility, ktorá umožňuje kvantifikovať mieru prítomných magnetických interakcií v systémoch.

V našej práci sme experimentálne skúmali komplexnú striedavú susceptibilitu (jej reálnu a imaginárnu zložku) v teplotnej závislosti (2-300K) od meniacej sa frekvencie v intervale 0.1-1000 Hz v rôznych typoch práškových kompozitných materiálov. Na základe tohto experimentálneho štúdia sme následne realizovali teoretickú analýzu relaxačných procesov prebiehajúcich v študovaných kompozitných vzorkách.

Podakovanie: Táto práca vznikla s podporou projektu APVV 0222-10 ako aj grantu č. ITMS 26220220105 z finančných prostriedkov ERDF EÚ (Európsky fond regionálneho rozvoja Európskej Únie).

NANO ASTICOVÉ VRSTVY S ELEKTROKATALYTICKOU AKTIVITOU V REAKCII VYLU OVANIA VODÍKA

Renáta ORI AKOVÁ¹, Mária SABALOVÁ^{1,2}, Andrej ORI AK¹, Jana HOVANCOVÁ¹

¹ Katedra fyzikálnej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ v Košiciach, Moyzesova 11, Košice

² Katedra fyzikálnej a teoretickej chémie, Univerzita Komenského v Bratislave, Prírodovedecká fakulta, Mlynská Dolina, Bratislava

ABSTRAKT

Vodík, ako najčistejší, obnoviteľný a udržateľný zdroj energie s minimálnym škodlivým dopadom na životné prostredie je v súčasnosti predmetom záujmu mnohých vedcov a odborníkov. Je pravdepodobné, že vodíkové energetické systémy v budúcnosti progresívne nahradia existujúce fosílna palivá a preto je čoraz častejšie označovaný ako palivo budúcnosti.

Avšak, je niekoľko problémov, ktoré bránia širokému využívaniu vodíka a brzdia vývoj vodíkových technológií. Jedným z nich je vysoká cena a z toho vyplývajúca potreba výrazného zníženia nákladov na výrobu vodíka. Preto je výskum v súčasnosti zameraný na zníženie ohmického odporu a napätia. Požadované zníženie napätia je možné dosiahnuť vhodným výberom elektródového materiálu s vysokou elektrokatalytickou aktivitou v HER a/alebo zväčšením plochy aktívneho povrchu elektródy, preto sú nanoštruktúrované materiály predmetom intenzívneho výskumu. V porovnaní s tradičnými objemovými materiálmi poskytujú nové alebo vylepšené vlastnosti a funkcie. Použitie nanočasticových vrstiev umožňuje pripraviť aktívnejšie a selektívnejšie katalyzátory, predĺžiť ich životnosť a znížiť náklady.

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

MECHANICKÉ LEGOVÁNÍ Ni-Fe SLITINY TYPU PERMALLOY

Hynek HADRABA¹, Magdaléna STRE KOVÁ², Roman HUSÁK¹, Pavla ROUPCOVÁ¹

¹Ústav fyziky materiálů AVČR, Žitkova 22, 616 62 Brno, Česká republika

²Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice, Slovenská republika

ABSTRAKT

Ni-Fe slitina typu Permalloy o nominálním složení 80Ni-14,7Fe-4,4Mo-0,5Mn-0,3Si byla připravena metodou mechanického legování z komerčně dostupných prášků Ni (GTW,SRN), Fe (GTW,SRN a Höganäs,Švédsko), Mo (Sigma-Aldrich,USA), Mn (Sigma-Aldrich,USA) a Fe-Si (Práškové kovy,ČR). Mechanické legování bylo provedeno ve vysokoenergetickém planetovém mlýnu Pulverisette6 (Fritsch,SRN) ve vzdušné atmosféře po dobu 24 až 120 hodin. Po 24 hodinách mechanického legování byly vstupní komponenty z hlediska chemické homogenity dostatečně promíseny. Mřížkový parametr tuhého roztoku byl 3,56 Å a v průběhu dalšího mletí nedocházelo k jeho zvětšování. Také fázové složení tuhého roztoku se v průběhu dalšího mletí neměnilo. Velikost částic kompozitního prášku byla po 24 hodinách mletí kolem 200 µm a v průběhu dalšího mletí klesla až na hodnotu kolem 100 µm. Velikost krystalitů tvořících částice připraveného prášku byla kolem 100 nm. Hutná tělesa byla z kompozitních prášků připraveny jednoosým lisováním a slinováním a také válcováním za tepla. Velikost zrna hutného materiálu závisela především na teplotě zhutňování prášku a pohybovala se v rozmezí cca 200 nm až 1 µm. Koercivita H_c kompozitního prášku po 24 hodinách mletí byla kolem $40 \text{ A}\cdot\text{m}^{-1}$ a s dobou mletí rostla až na hodnotu kolem $120 \text{ A}\cdot\text{m}^{-1}$ pro mletí po dobu 120 hodin

Poděkování: Práce byla finančně podpořena projektem základního výzkumu 14-25246S Grantové agentury České republiky.

PŘÍPRAVA VYSOCE-CHROMOVÉ ODS OCELI Z P ED-LEGOVANÉ PRÁŠKOVÉ OCELI A Z ATOMÁRNĚ ČISTÝCH PRÁŠKŮ

Roman HUSÁK, Hynek HADRABA, Ivan KUB NA

Ústav fyziky materiálů AVČR, Žitkova 22, 616 62 Brno, Česká republika

ABSTRAKT

Práce se zabývá přípravou feritické oceli zpevněné oxidickou disperzí (ODS) pomocí metody mechanického legování. Byly připraveny dva typy ocelí lišících se chemickým složením: konvenční ODS ocel s chemickým složením 17Cr-1Mo-Y₂O₃ a nízko-aktivační ODS ocel se složením 14Cr-2W-Y₂O₃. Pro přípravu oceli 17Cr-1Mo-Y₂O₃ byl jako výchozí materiál použita komerčně dostupná prášková ocel AISI 434LHC produkovaná firmou Höganäs, do které bylo přidáno 0,25 hm.% yttria, nebo 0,25 hm.% Y₂O₃. Ocel typu 14Cr-2W-Y₂O₃ byla vyrobena z atomárně čistých prášků Cr, W, Ti a Y₂O₃. Kompozitní prášky byly připraveny mechanickým legováním v planetovém mlýnu za použití vzdušné atmosféry, resp. ochranné Ar atmosféry. V průběhu mechanického legování dochází vlivem rázu koulí k opakovanému spojování práškových částic a jejich následného rozrušování. Homogenizace chemického složení kompozitních prášků v průběhu mechanického legování byla sledována pomocí EDS analýzy a RTG difrakce. Po 12 hodinách mechanického legování byl získán chemicky homogenní prášek s jednotnou velikostí částic. Mechanické legování po delší dobu vede k výraznější plastické deformaci, která zajišťuje vznik jemnější částic a díky tomu vzniká jemnozrnnější feritická struktura zhuštěné ODS oceli. Bylo zjištěno, že v průběhu mechanického legování ve vzdušné atmosféře převládalo rozrušování částic nad jejich spojováním a byl získán velmi jemný kompozitní prášek. Zvýšená oxidace povrchu částic navíc brání úspěšnému zhuštění prášku připraveného ve vzdušné atmosféře. Práškové kompozity byly pomocí válcování za tepla zkompatizovány do hutného stavu. Pomocí metody SEM a TEM bylo pozorováno úspěšné vytvoření disperze jemných oxidických částic o velikosti mezi 5-10 nm. Velikost zrn feritické matrice se pohybovala kolem hodnoty 500 nm.

Poděkování: Práce byla finančně podpořena projektem základního výzkumu 14-25246S Grantové agentury České republiky.

NOT AMBIENT X-ray POWDER DIFFRACTION STUDY OF MECHANICALLY ALLOYED Fe-Al-Mo

Pavla ROUPCOVÁ^{1,2}, Yvonna JIRÁSKOVÁ³

¹ CEITEC - Central European Institute of Technology, Brno University of Technology, Technická 10, 616 69 Brno, Czech Republic

² Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of Czech Republic v.v.i., Žitkova 22, 616 62 Brno, Czech Republic

³ CEITEC - Central European Institute of Technology, Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of Czech Republic v.v.i., Žitkova 22, 616 62 Brno, Czech Republic

ABSTRACT

High temperature X-ray powder diffraction was applied to follow changes in a phase composition of the mechanically alloyed Fe – 29 at.% Al – 1.5 at.% Mo samples prepared by high-energy ball milling. The powder samples after 960, 1920, and 3840 min of milling were initially studied by room temperature X-ray diffraction supported by Mössbauer spectroscopy. A structural refinement of X-ray powder data according to the Rietveld method has detailed the finest structure of homogeneously distributed elements after 1920 min of treatment contrary to the next milling step leading to a partial decomposition. This was subsequently confirmed by Mössbauer phase analysis. To obtain more detail information concerning the structure and phase stability a series of X-ray measurements at the step-wise increasing temperature were performed. The Rietveld analysis of obtained data has confirmed the best alloyed powder sample after 1920 min of milling the composition of which was stable during increasing temperature up to 1000 °C.

Acknowledgement: This work was carried out with the support of core facilities of CEITEC - Central European Institute of Technology under CEITEC - open access project, ID number LM2011020, funded by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic under the activity „Projects of major infrastructures for research, development and innovations”.

Corresponding author: Pavla Roupcová

Address: IPM, ASCR v.v.i., Žitkova 22, 616 62 Brno, Czech Republic

TEL: +420 532 290 447

FAX: +420 541 218 657

E-mail: roupcova@ipm.cz

CHARACTERIZATION OF FRACTURE BEHAVIOUR OF ADVANCED STEEL USING MINIATURIZED TEST SPECIMENS

Lud k STRATIL, Filip TĚPKA, Miroslav TĚMÍD, Tomáš ZÁLEFIÁK, Natálie LUPTÁKOVÁ, Hynek HADRABA

Institute of Physics of Materials, Academy of Sciences of Czech Republic v.v.i., Žitkova 22, 602 02 Brno, Czech Republic

ABSTRACT

Development of new materials is connected with the limited amount of test material available. In those cases characterization of mechanical properties or fracture behaviour of the materials requires an application of miniaturized test specimens. It can be a miniaturized variant of commonly used test specimen or an optimised geometry for the required need. Such specimens usually have their dimensions in the order of millimetres. Testing, evaluation and interpretation of the obtained data from miniaturized specimens require suitable force range and strain measurement. Moreover an optimised procedure of interpretation of the obtained results is needed especially when the measured characteristics is beyond the limits specified in the standard. The contribution describes the experience with testing and fracture behaviour description both miniature tensile and fracture toughness specimens obtained on advanced steels (Eurofer97 steel, JRQ steel, ODS steels) at IPM.

Acknowledgement: The authors acknowledge and appreciate support of the grants No. 15-21292Y and No. 14-25246S of the Czech Science Foundation.

TENKÉ POVLAKY NA BÁZE W 6 C PRIPRAVENÉ TECHNOLOGIOU HiPIMS

Petra HVITM OVÁ^{1,2}, Michal NOVÁK^{1,3}, František LOFAJ^{1,3}, Milan FERDINANDY¹, Lenka KVETKOVÁ¹, Rudolf PODOBA¹

¹Slovenská akadémia vied, Ústav materiálového výskumu, Watsonova 47, 040 01 Košice, Slovenská republika

²Technická univerzita v Košiciach, Hutnícka fakulta, Letná 9, Košice, Slovenská republika

³Materiálovo technologická fakulta so sídlom v Trnave, Slovenská technická univerzita v Bratislave, Bottova 25, 917 24 Trnava, Slovenská republika

ABSTRAKT

Cieľom práce bolo optimalizovať podmienky prípravy tenkých povlakov na báze W – C nanášaných technológiou HiPIMS reaktívnym naprašovaním z WC terča s prídavkom reakčného plynu – acetylénu z hľadiska zvýšenia tvrdosti. Povlaky boli pripravené v niekoľkých sériách pre určenie vplyvu depozičných podmienok (výkon na magnetróne, frekvencia, dĺžka pulzu a koeficient $\alpha = f [s^{-1}] \cdot \tau [s]$, kde f je frekvencia a τ dĺžka pulzu), pri konštantnom tlaku v komore (0,5 Pa s 2% acetylénom). Štruktúra povlakov bola pozorovaná pomocou SEM a TEM v priečnom reze. TEM pozorovanie ukázalo amorfnú štruktúru W-C povlakov, ktorá rastie na kryštalickej podvrstve Ti. GDOES merania ukazujú, že frekvencia 100 – 400 Hz nemá výrazný vplyv na obsah uhlíka a volfrámu v povlaku a ich pomer je približne 1:1 s nárastom frekvencie nad 400 Hz došlo k miernemu poklesu obsahu uhlíka a nárastu volfrámu. Pomer C : W narastal z 1:0,9 až na 1:1 pokiaľ bol výkon zvyšovaný z 300 na 500 W, s ďalším zvyšovaním výkonu bol pomer uhlíka a volfrámu konštantný. Pri $\alpha=3\%$ bola tvrdosť W-C povlakov na úrovni 20 GPa bez výrazného vplyvu výkonu a frekvencie. Znížením α na 0,5% došlo k poklesu indentačnej tvrdosti na ~ 15 GPa. Koeficient trenia bol v intervale 0,15 – 0,25.

Podakovanie za finančnú podporu pri realizácii výskumných prác patrí projektom: APVV-0520-10, VEGA 2/0098/14, APVV-0682-11 a VEGA 02/187/15.

W-C COATINGS PREPARED BY HIGH TARGET UTILISATION SPUTTERING SYSTEM

Lenka KVETKOVÁ¹ Michal NOVÁK^{1,2}, Petra HVITM OVÁ^{1,3}, Milan FERDINANDY¹, František LOFAJ^{1,2}

¹Slovenská akadémia vied, Ústav materiálového výskumu, Watsonova 47, 040 01 Košice, Slovenská republika

²Materiálovo technologická fakulta so sídlom v Trnave, Slovenská technická univerzita v Bratislave, Bottova 25, 917 24 Trnava, Slovenská republika

³Technická univerzita v Košiciach, Hutnícka fakulta, Letná 9, Košice, Slovenská republika

ABSTRACT

This paper deal with the results obtained using novel generation of sputter deposition technology, names High Target Utilisation sputtering System. This technology is based on generating an intense plasma ($> 10^{13} \text{cm}^{-3}$) remotely from the sputter target and then magnetically steering the plasma to the target to enable sputter deposition processes to be run. Resent development has revealed potential new application and benefits, including very low deposition rate for thin films and excelent wave guiding properties. Today, the ever - increasing demands of modern products for processing and manufacturing accuracy and efficiency have pushed standard magnetron sputtering technology to its limits.

This work includes some results regarding the properties of hard metal coatings, especially Tungsten – carbide coatings, prepared by HITUS technology. 15 different WC/C coatings deposited at different conditions has been evaluated with respect to their structural and mechanical properties. For all coating a titanium sublayer was deposited first to enhance coating hardness. The carbide phase (WC) and the carbon (C) phase were deposited simultaneously by sputterng of a WC target and chemical vapour deposition using hydrocarbon gas, respectively. The coatings have been characterised with respect to their chemical composition (glow discharge optical emmision spectroscopy, Raman spectroscopy), morphology, SEM, hardness and roughness (profilometry). All WC/C coatings displaeyd at thickness between 500 – 1500nm. The hardness varied between 20 and 30 Gpa, very good hardness of WC/C coatings. In summary, a WC/C coatings with good mechanical properties was obtained, provided relatively low acetylene gas flow. During deposition was deposited relatively thin WC/C coating.

Acknowledgement: The finantial support by the projects VEGA 2/0187/15 and NANOCEXMAT 1, ITMS: 26220120019 is acknowledged.

POVRCHOVÁ MODIFIKÁCIA MIKROŠTRUKTÚRY NÁSTROJOVEJ OCELE LASEROVÝM ŽIARENÍM

Martin ĽEBEK, František KOVÁ , Ivan PETRYSHYNETS, Ján BALKO

Slovenská akadémia vied, Ústav materiálového výskumu, Watsonova 47, 040 01 Košice, Slovenská republika

ABSTRAKT

Článok sa zaoberá vplyvom laserového žiarenia na vývoj mikroštruktúry nástrojovej ocele AISI H11 v tepelne spracovanom stave (kalený a popustený) a jej dopadom na odolnosť proti opotrebeniu. Mikroštruktúra laserom ovplyvnenej oblasti pozostávala z jemnozrnných a hrubozrnných karbidov ($M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC alebo M_2C) rozptýlených v martenzite. Avšak na druhej strane oblasť kde došlo k nataveniu, mikroštruktúra pozostávala z martenzitu, zvyškového austenitu a jemných karbidov precipitujúcich v medzi-dendritických oblastiach. Mikrotvrdosť laserom ovplyvnenej oblasti vykazovala zvýšenú tvrdosť od 857 do 775 HV v porovnaní s kaleným a popusteným stavom 720-655 HV a klesala v smere od povrchu do stredu materiálu až po oblasť zmäkčenia kde mikrotvrdosť dosiahla 530 HV. Odolnosť proti opotrebeniu laserom ovplyvnenej vzorky metódou „ball of disc“ ukazuje významné zlepšenie v porovnaní s kalenou a popustenou vzorkou.

Podakovanie: Táto práca bola vykonaná v rámci projektu “Vysokopevné elektrotechnické kompozitné ocele”, APVV – 0147 - 11, projekt je spolufinancovaný zo zdrojov Agentury na Podporu Výskumu a Vývoja. Okrem toho práca bola realizovaná aj v rámci riešenia projektov VEGA 2/0083/13, VEGA 2/0120/15 a projektu ITMS 26220220037.

PRÍPRAVA POLYMÉRNÝCH A KERAMICKÝCH NANOVLÁKIEN METÓDOU ELEKTROSTATICKÉHO ZVLÁKOVANIA

Erika MÚDRA, Magdaléna STRE KOVÁ, Tibor SOP ÁK, Helena BRUNCKOVÁ

¹Slovenská akadémia vied, Ústav materiálového výskumu, Watsonova 47, 040 01 Košice, Slovenská republika

ABSTRAKT

Elektrostatické zvlákňovanie (electrospinning) sa stalo v posledných rokoch jednou z perspektívnych metód prípravy polymérnych, kompozitných a keramických mikro/nanovlákiem aj na priemyselnej úrovni. Týmto pomerne jednoduchým a variabilným spôsobom je možné vyrobiť vlákna syntetických a prírodných polymérov, ale aj kompozitných mikro/nanovlákiem. Ich následné tepelné spracovanie umožňuje tiež výrobu keramických nanovláknenných vrstiev. Využívajú sa ako rôzne filtre a filtračné keramické membrány, zlepšujú akustickú izoláciu, aplikujú sa v textilnom priemysle pri výrobe ochranných odevov, v kozmetike. Ich široké uplatnenie je v biomedicíne v rámci rozvoja tkanivového inžinierstva a kontrolovaného uvoľňovania liečiv. Zaujímavé sú aj ako elektronické a optické nanozariadenia, senzory pre fyzikálne, chemické a biologické aplikácie, v oblasti výroby a uloženia energie, aj ako časti batérií, palivové či fotovoltaické články, vodíkové zásobníky, nanozariadenia pre piezoelektrický pohon. Využiteľné sú tiež ako katalyzátory a nosiče enzýmov a ako rôzne plnivá kompozitov.

Metódou elektrostatického zvlákňovania PVA (polyvinyl alkohol) boli pripravené keramické mikro/nanovlákná na báze oxidov lantánu a tantalu. Použité boli 7 a 10% - vodné roztoky PVA s prídavkom prekursorov La, Ta získaného sol-gel metódou. Vyrobené mikro/nanovláknenné vrstvy boli tepelne spracované na teploty 80, 280, 400, 900°C, pričom dochádzalo k degradácii polyméru a postupnému vytváraniu čisto keramických nanovlákiem zložených z jemných zrn. Pri nižšej koncentrácii roztoku PVA dochádzalo k vytvoreniu pravidelných jemnozrnnejších štruktúr oxidov La a Ta so značným merným povrchom.

Bolo preukázané, že táto metóda je pri vhodne zvolenej koncentrácii zvlákňovacieho polyméru vhodná na prípravu homogénnych keramických vlákiem na úrovni nanomateriálov vhodných pre aplikácie v mikroeletromechanických systémoch a ako tuhé oxidické palivové články.

Podakovanie: Uvedená publikácia bola vytvorená realizáciou projektu „Výskumné centrum progresívnych materiálov a technológií pre súčasné a budúce aplikácie „PROMATECH“, na základe podpory Operačného programu Výskum a vývoj financovaného z Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

MICROWAVE PROCESSING OF COMPOSITES

Radovan BURETM, Mária FÁBEROVÁ, Pavel KUREK, Magdaléna STRE KOVÁ
Institute of Materials research of Slovak Academy of Sciences, 040 01 Košice, Slovak Republic

ABSTRACT

Usefulness of microwaves in the heating of materials was first recognized in 1946 year. First microwave oven was in the marketplace in 1952 year. In 1992 year the microwave oven has become a ubiquitous technology, present in more than 60 million homes. Despite this long history and widespread use, there still remains a great deal that is not fully understood about microwaves and their use. Microwave frequencies 915 MHz, 2.45 GHz, 5.8 GHz, and 24.124 GHz are allocated for industrial use. Microwave processing is interesting due to some characteristics that are not available in conventional processing of materials: penetrating radiation, controllable electric field distributions, rapid heating, selective heating of materials through differential absorption, self-limiting reactions. Application of microwave processing bring some new problems and challenges:

- bulk materials with significant ionic or metallic conductivity cannot be effectively processed due to inadequate penetration of the microwave energy
- insulators with low dielectric loss factors are difficult to heat due to their minimal absorption of the energy
- materials with permittivity or loss factors that change rapidly with temperature during processing can be susceptible to uneven heating and thermal runaway.

There is evidence of enhancements of processes due to the effects of microwaves alone as enhanced sintering, grain growth, diffusion rates, faster kinetics in polymers and synthetic chemistry. This “non thermal effects” are not fully quantified and it is subject of continuous research.

Mechanism of microwave heating of materials differ in many ways.

In heating the ferromagnetic metal particles are significant magnetic and eddy current losses. Both mechanisms are active only within the skin depth. Magnetic loss mechanism disappears above the Curie temperature. The skin depth of Fe is about 1 mm above the Curie point (in a paramagnetic state) and it is about 0.1 mm below the Curie point (in a ferro-magnetic state). Skin depth is depending on the magnetic permeability and magnetic permeability of iron particles has the grain size dependence.

The principal mechanism of microwave absorption in a polymer is the reorientation of dipoles in the electric field. Many polymers contain groups that form strong dipoles (e.g., epoxy, hydroxyl, amino, cyanate...). Microwave processing can be used over a broad range of polymers and products, including thermoplastic and thermosetting resins, rubber, and composites. In open vessels, most polar solvents have an inherent ability to be heated above their conventional boiling points.

Industrial application of microwave processing can be found in the field of glass and ceramics production.

Principally, there are two setups of microwave cavity: a) single-mode and b) multi-mode.

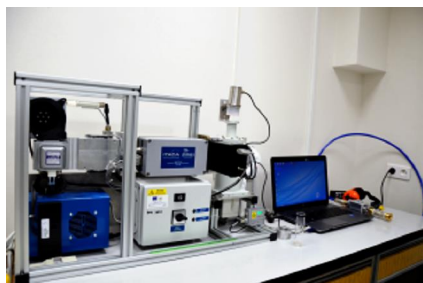
Single-mode cavity is characteristic by:

- one resonant mode is excited
- accurate control of microwave energy distribution, better process control
- limitation in the sample size for a good field uniformity

Multi-mode cavity characteristics:

- numerous modes are excited simultaneously
- turbulent interference pattern – hot and cold zones
- large samples - lower level of control over the field distribution and energy balance
- adaptability to batch or continuous product flow

Microwave sintering laboratory was built in the end of year 2014 at the Institute of Materials Research of SAS in Košice. The laboratory is equipped by multi-mode and single-mode oven with microwave impedance analyzer. Relatively wide range of powder materials were processed by this technology in the short lifetime of the Laboratory with the focus on compaction of functional composites.



References

- [1] K.H. Brosnan, G.L. Messing, D.K. Agrawal, J Am. Ceram. Soc. 86 (8) 1307-1312 2003 [doi: 10.1111/j.1151-2916.2003.tb03467.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2003.tb03467.x).
- [2] National Research Council. *Microwave Processing of Materials*. Washington, DC: The National Academies Press, 1994 <http://www.nap.edu/catalog/2266>.
- [3] N. Yoshikawa, E. Ishizuka, S. Taniguchi, Mat. Trans., 47 (3) 898-902 2006 doi.org/10.2320/matertrans.47.898.
- [4] G.B. Dudley, R. Richert, A.E. Stiegman, Chem. Sci.. 6 2144-2152 2015 [doi: 10.1039/c4sc03372h](https://doi.org/10.1039/c4sc03372h).

Acknowledgement:

This work was supported by the Scientific Grant Agency of the Ministry of Education of Slovak Republic and the Slovak Academy of Sciences, project No. VEGA 2/0185/15.