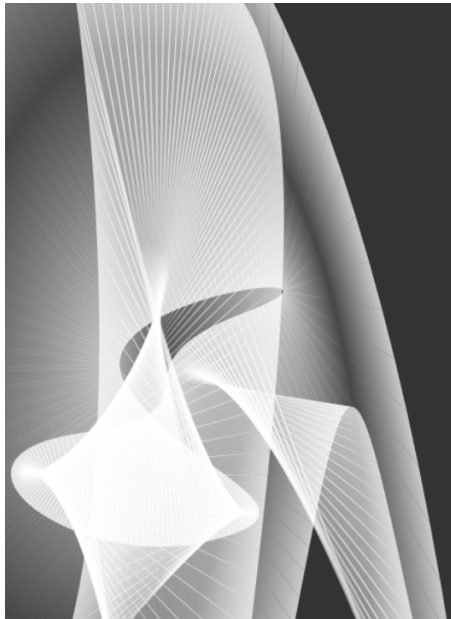


Konferencia s medzinárodnou účasťou

FUNKČNÉ KOMPOZITNÉ MATERIÁLY

ZBORNÍK ABSTRAKTOV



17.5. 2013, Ústav materiálového výskumu, Košice



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

v rámci projektu



**Progressívna technológia prípravy mikrokompozitných
materiálov**

s podporou



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
RNDr. Ján Fúzer, PhD., PF UPJŠ Košice

Organizačný výbor:

Ing. Mária Fáberová, ÚMV SAV Košice
RNDr. Adriana Zeleňáková, PhD., PF UPJŠ Košice

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

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

ISBN: 978-80-970964-4-1

Rukopisy príspevkov neprešli jazykovou korektúrou.

Predslov	1
Struktura a dynamika polymerných kompozitů a komplexů na bázi kobalt – bis - dikarbolidu sodného: ss - NMR spektroskopie kvadrupolových jader	
<i>Jiří BRUS</i>	2
Charakterizace vícesložkových mikro - a nano - strukturovaných materiálů, polymerních kompozitů a nanokompozitů pomocí mikroskopie atomárních sil.	
<i>Milena ŠPÍRKOVÁ</i>	3
Vlastnosti nanokompozitních materiálů připravených chemickou cestou	
<i>Vladimír ZELENÁK</i>	4
Vývoj kompozitních materiálů pro elektrokatalytické aplikace	
<i>Renata ORIŇÁKOVÁ</i>	5
In-vitro charakterizácia a degradácia polyhydroxy butyrát - chitosanových kompozitov	
<i>Lubomír MEDVECKÝ</i>	6
Magnetické straty kompozitních materiálů na báze železa	
<i>Peter KOLLÁR</i>	7
Komplexná permeabilita kompozitních materiálů na báze železa	
<i>Ján FÜZER</i>	8
Štúdium vplyvu magnetických interakcii na vlastnosti nanočasticových systémov	
<i>Adriana ZELENÁKOVÁ</i>	9
Impedančná spektroskopia kompozitov	
<i>Vladimír KOVAL</i>	10
Magneticky mäkké materiály na báze niklu	
<i>Denisa OLEKŠÁKOVÁ</i>	12
Insights Into the Structure of Aluminosilicate Systems : A Solid State NMR Study	
<i>Libor KOBERA</i>	13
Novel Waterborne Polyurethane Dispersions : Preparation and Characterization	
<i>Rafal POREBA</i>	14
Spekané biologicky odbúrateľné materiály na báze práškoveho železa	
<i>Adam ZELENÁK</i>	15
Elektroizolačné povlaky v magneticky mäkkých kompozitoch	
<i>Magdaléna STREČKOVÁ</i>	16
Špecifiká kompaktizácie práškových kompozitných systémov	
<i>Radovan BUREŠ</i>	17
Porovnanie citlivosti teplom ovplyvnenej oblasti a základného materiálu 0,5 – 9 % Cr oceli k vodíkovému krehnutiu	
<i>Roman MACKO</i>	18
Spolupráca prináša úžitok	19

Predslov

Tento zborník abstraktov vznikol ako stručné zhrnutie príspevkov prezentovaných na konferencii s názvom „Funkčné kompozitné materiály“. Konferencia bola organizovaná na pôde Ústavu materiálového výskumu SAV v Košiciach v rámci realizácie projektu „Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku“, na základe podpory Operačného programu Výskum a vývoj financovaného z Európskeho fondu regionálneho rozvoja ITMS:26220220105.

Cieľom konferencie bolo vytvoriť platformu pre multidisciplinárnu diskusiu na tému modelovania, prípravy a charakterizácie vlastností moderných mikro- a nano-kompozitných materiálov so špecifickými fyzikálnymi vlastnosťami. Program konferencie bol vyplnený 16 prednáškami, z ktorých 4 boli prednesené ako pozvané prednášky. Boli prezentované najnovšie poznatky z oblasti výskumu a vývoja prípravy materiálov s predikovateľnými funkčnými vlastnosťami na báze polymérov, anorganických a organických zlúčenín a ich kombinácií. Z hľadiska materiálovej bázy sa pozornosť upriamovala predovšetkým na dve skupiny materiálových systémov: magneticky mäkké kompozitné materiály a biomateriály, čo odzrkadľuje súčasný trend v oblasti materiálovej chémie a fyziky. Z oblasti charakterizácie materiálov boli prezentované najnovšie špičkové techniky merania a analýzy štruktúry a vlastností materiálov ako sú nukleárna magnetická rezonančná spektroskopia (NMR), mikroskopia atomárných síl (AFM), impedančná spektroskopia a komplexná charakterizácia magnetických vlastností kompozitov.

Vyjadrujeme úprimné poďakovanie prednášajúcim a všetkým účastníkom za vytvorenie príjemnej priateľskej atmosféry ako aj za otvorenú neformálnu diskusiu, ktorá pomohla naplniť ciele kladené pri organizovaní tejto konferencie.

Prof. RNDr. Peter Kollár, CSc.

Ing. Radovan Bureš, CSc.

AMPHI-DYNAMIC ASSEMBLIES OF METALLACARBORANES IN POLYMERIC MATRICES: A SOLID-STATE NMR STUDY

Jiří BRUS^a, Pavel MATĚJČEK^b, Alexander JIGUNOV^a, Libor KOBERA^a

^a *Institute of Macromolecular Chemistry, Academy of Sciences of the Czech Republic, Heyrovský Sq. 2, 162 06 Prague 6, Czech Republic*

^b *Dept. of Physical and Macromolecular Chemistry, Faculty of Science, Charles University in Prague, 12843, Prague 2, Czech Republic*

ABSTRACT

Since any supramolecular synthesis relies on weak reversible interactions, several problems must be overcome to attain reliability of conventional synthesis. In particular, regarding self-assemble processes involving macromolecular components non-traditional *synthons* must be taken into account. Detail structural analysis is thus a fundamental prerequisite. Typically cobalt-*bis*-dicarbollide ions (CoD⁻) incorporated into polymer matrices can form unique assemblies with periodic long-range architecture and unusual segmental dynamics¹. Applying a range of solid-state NMR techniques combined with WAXS experiments we have completely described the structure of CoD⁻/PEG composite. The double hydrogen bonding between -B-H...H₂C- protons, and exclusive coordination of Na⁺ ions by PEG oxygen atoms were found to play a key role. In this way PEG segments are strongly immobilized forming a framework of the system (stator) while CoD⁻ ions (rotors) undergo fast uniaxial jumps as attached to PEG chains by the double hydrogen bonds located on the top and bottom parts of the cluster. Altering the neutral PEG chains by polycationic poly(vinyl-2-pyridine) molecules (PV2P) the long-range periodic arrangement is completely lost, while in the case of PV4P molecules certain fragments exhibiting high degree of molecular arrangement were identified. The dicarbollide clusters strongly interact with polymer segments via strong hydrogen bonding between =N-H⁺... H-B- segments. Moreover, CoD⁻ ions occur in the nanodomains with lamellar morphology the size of which is ca. 1-2 nm. Probably the pairs of CoD⁻ ions are present in the composites with PVP.

CHARAKTERIZACE VÍCESLOŽKOVÝCH MIKRO - A NANO - STRUKTUROVANÝCH MATERIÁLŮ, POLYMERNÍCH KOMPOZITŮ A NANOKOMPOZITŮ POMOCÍ MIKROSKOPIE ATOMÁRNÍCH SIL

Milena ŠPIRKOVÁ

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

ABSTRAKT

Mikroskopie atomárních sil (AFM) je velmi užitečnou, dynamicky se rozvíjející metodou povrchové charakterizace komplexních systémů. První článek, věnovaný AFM¹ (následovaný publikacemi popisujícími AFM analýzu povrchů polymerních materiálů o ca. dva roky později) vedl k výraznému a rychlému rozvoji AFM metodik. V současné době je AFM významnou a důležitou analytickou metodou, a proto charakterizace komplexních materiálů na úrovni nano- a mikrometrů se bez AFM nyní prakticky neobejdou.

V příspěvku budou prezentovány AFM výsledky studia komplexních polymerních systémů, jejich kompozitů a nanokompozitů, jmenovitě: (i) Stanovení povrchové topografie a lokálních heterogenit na úrovni nano- a mikrometrů; (ii) Stanovení nanočástic deponovaných na povrchu substrátu (např. micely blokových kopolymerů) nebo zabudovaných do polymerní matrice; (iii) Stanovení domén tvrdých a měkkých segmentů v polyurethanových elastomerech a jejich nanokompozitech; (iv) stanovení povrchových změn polymerních filmů v důsledku plazmového výboje; (v) povrchová analýza práškových materiálů (např. zrněk geopolymérů) a (vi) kvantitativní stanovení povrchové tvrdosti organicko-anorganických nanokompozitních filmů na úrovni nanometrů.

Podakovanie: Autorka príspevku ďakuje Grantovej agentúre Českej republiky (projekt č. P108/10/0195) za finančnú podporu

VLASTNOSTI NANOKOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV PRIPRAVENÝCH CHEMICKOU CESTOU

Vladimír ZELENĀK

Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ, Moyzesova 11, Košice

ABSTRAKT

Jedným z inovatívnych spôsobov prípravy kompozitných magnetických materiálov, obsahujúcich navzájom izolované magnetické nanočastice je metóda tzv. „nanoodlievania“. Pri tejto metóde nemagnetická nanopórovitá matrica slúži ako forma, ktorá vymedzuje vytváranie a rast nanočastíc kovov a oxidov kovov. Pripravené kompozity vykazujú vysokú tepelnú a chemickú stabilitu, pravidelnú a presne definovanú štruktúru a ich magnetické správanie ich predurčuje pre praktické aplikácie ako záznamové médiá s vysokou hustotou záznamu, prípadne po zavedení liečiva do vnútra pórov, ako pokrokové nosiče liečiv.

Metódou nanoodlievania boli pripravené nanokompozitné systémy obsahujúce nanočastice oxidu železitého s veľkosťou do 15 nm, zabudované do pórov periodickej mezopórovitej matrice typu SiO₂. S cieľom preštudovať vplyv symetrie pórovitej matrice na celkové magnetické vlastnosti nanokompozitov sme pripravili vzorky nanočastíc v matici s hexagonálnou ako aj kubickou symetriou. Rast veľkosti magnetických častíc bol limitovaný veľkosťou pórov rôznych typov matrice, pričom rozmery pórov boli regulované a kontrolované molárnym pomerom surfaktantu, ko-surfaktantu, vody a koncentráciou východných produktov.

Rovnako, metódou sol-gel boli pripravené magnetické nanočastice s core/shell štruktúrou tvorené nanočasticami Fe obalenými vrstvou SiO₂. Pri príprave bola veľkosť pripravených nanočastíc Fe kontrolovaná molárnym pomerom surfaktantov a vody, tak aby maximálna veľkosť častíc Fe bola do 12 nm z dôvodu udržania podmienky monodoménového usporiadania individuálnych častíc. Pripravené častice Fe boli následne obalené vrstvou SiO₂. Sústredili sme sa na taký spôsob chemickej prípravy, aby pripravené nanočastice vytvárali navzájom retiazkovité štruktúry z dôvodu kontrolovania magnetických vlastností.

Pre detailnú štruktúrnú analýzu pripravených systémov boli vykonané merania malouhľového rozptylu (SAXS), merania XRD a merania XANES (X-ray Absorption Near Edge spectroscopy).

Podakovanie: Práca bola podporená v rámci projektov, nanoCEXmat I. – Centrum excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120019, nanoCEXmat II. – Budovanie infraštruktúry Centra excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120035 a MIKROMATEL – Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku ITMS 26220220105, ktoré sú podporované Operačným programom Výskum a vývoj financované prostredníctvom Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

VÝVOJ KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV PRE ELEKTROKATALYTICKÉ APLIKÁCIE

Renáta ORIŇÁKOVÁ^a, Mária FILKUSOVÁ^b, Lenka ŠKANTÁROVÁ^c, Andrej ORIŇÁK^a

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

^b *Katedra fyzikálnej a teoretickej chémie, Univerzita Komenského v Bratislave, Prírodovedecká fakulta, Mlynská Dolina, Bratislava*

^c *Katedra analytickej chémie, Univerzita Komenského v Bratislave, Prírodovedecká fakulta, Mlynská Dolina, Bratislava*

ABSTRAKT

Vývoj kompozitných materiálov pre elektrokatalytické aplikácie je dôležitou úlohou modernej elektrochémie zvlášť v súvislosti s reakciou vývoja vodíka alebo s detekciou látok v biologických vzorkách pomocou ampérometrických senzorov. Kompozitné materiály umožňujú kombináciou rôznych zložiek cieľnú prípravu materiálov s požadovanými fyzikálno-chemickými vlastnosťami, ktoré sa nedajú dosiahnuť použitím jednotlivých zložiek samostatne. Kompozitné materiály tvorené polymérnou alebo uhlíkovou pastovou maticou a kovovými časticami (PPy/Ni, C/Ni a C/Ag) boli pripravené elektrochemickými metódami. Bol študovaný vplyv experimentálnych podmienok na morfológiu a elektrokatalytickú aktivitu pripravených vrstiev v reakcii vývoja vodíka alebo v elektrochemickej detekcii cholesterolu. Vo všeobecnosti kompozitné vrstvy preukazovali výrazne vyššiu elektrokatalytickú aktivitu v porovnaní s čistou maticou. Významné zvýšenie elektrokatalytickej aktivity kompozitných vrstiev bolo dosiahnuté tvorbou trojrozmerných mikroútvarov na povrchu polymérnej matrice alebo zmenšovaním priemeru kovových častíc.

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

IN-VITRO CHARAKTERIZÁCIA A DEGRADÁCIA POLYHYDROXYBUTYRÁT - CHITOSANOVÝCH KOMPOZITOV

Eubomír MEDVECKÝ, Mária GIRETOVÁ

Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Pórovité polyhydroxybutyrát - chitosanové biokompozitné systémy boli pripravené spoluzrážaním z roztokov obsahujúcich vzájomne vodou miešateľné rozpúšťadlá. Zmiešavanie hydrofilného a hydrofóbného biopolyméru spôsobilo zmeny v morfológii precipitovaných častíc v géloch. Výsledné kompozitné substráty sa odlišovali mikroštruktúrnym tvarom polymérov a veľkosťou pórov, ktorá klesala s obsahom polyhydroxybutyrátu v kompozitoch. In-vitro testy s nasadenými L 929 fibroblastami preukázali nízku cytotoxicitu, pričom bunková proliferácia rástla v skúmanom časovom intervale na všetkých typoch substrátoch. Nižšia proliferácia bola pozorovaná na čistých chitosanových substrátoch, čo potvrdzuje už pozorovaný inhibičný efekt chitosanu na proliferáciu fibroblastov, aj keď rýchlosť rastu bunkovej populácie nebola zastavená. Analýza distribúcie molekulových hmotností biopolymérov v pripravených kompozitných substrátoch ukázala, výrazný pokles priemernej molekulovej hmotnosti oboch polymérov. Štúdium degradácie chitosanu lysozýmom viedlo k poznatku, že pomer biopolymérov v kompozitoch neovplyvňuje rýchlosť degradácie chitosanu uvedeným enzýmom.

Podakovanie: Práca bola vytvorená realizáciou projektu „Centrum excelentnosti biomedicínskych technológií“, na základe podpory Operačného programu Výskum a vývoj financovaného z Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

MAGNETICKÉ STRATY KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV NA BÁZE ŽELEZA

Peter KOLLÁR¹, Zuzana BIRČÁKOVÁ¹, Ján FÜZER¹, Mária FÁBEROVÁ²,
Radovan BUREŠ²

¹Ústav fyzikálnych vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ, Park Angelinum 9, Košice

²Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Magneticky mäkké kompozitné materiály sú moderné materiály pozostávajúce z malých feromagnetických častíc izolovaných anorganickým alebo organickým spojivom. Táto štruktúra materiálu má zabezpečiť nižšie hodnoty celkových magnetických strát znížením zložky klasických strát, čo otvára aplikačné možnosti magnetických kompozitných materiálov aj do oblasti premagnetovania pri frekvenciách nad 1 kHz. Magneticky mäkké kompozitné materiály sú vhodné pre konštrukciu jadier statorov a rotorov elektromotorov, jadier cievok a transformátorov.

Magnetické straty sú popri permeabilite jedným z najdôležitejších parametrov charakterizujúcich vlastnosti feromagnetika pri premagnetovaní v jednosmerných aj striedavých magnetických poliach.

Vzhľadom na osobitnú štruktúru kompozitných materiálov analýza zložiek strát obvykle používaná pre kremikové ocele v tvare pásov nie je vhodná pre magneticky mäkké kompozity.

Cieľom príspevku je poukázať na zložky strát v magneticky mäkkých kompozitných materiáloch, na fyzikálny pôvod ich vzniku a naznačiť možnosti ich redukcie z hľadiska optimalizovania parametrov magnetický mäkkých kompozitných materiálov pre konkrétne využitie. Ďalej je diskutovaná zložka strát pri premagnetovaní v kvazistatickom režime v závislosti od veľkosti maximálnej indukcie, zložky klasických strát so zreteľom na podiel neferomagnetickkej zložky kompozitu a elektrického odporu feromagnetika a zložka strát spôsobená vírivými prúdmi pri pohybe doménových stien.

Podakovanie: Práca bola podporená v rámci projektov, nanoCEXmat I. – Centrum excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120019, nanoCEXmat II. – Budovanie infraštruktúry Centra excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120035 a MIKROMATEL – Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku ITMS 26220220105, ktoré sú podporované Operačným programom Výskum a vývoj financované prostredníctvom Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

KOMPLEXNÁ PERMEABILITA KOMPOZITNÝCH MATERIÁLOV NA BÁZE ŽELEZA

Ján FÜZER¹, Jana FÜZEROVÁ², Peter KOLLÁR¹, Radovan BUREŠ³, Magdaléna STREČKOVÁ³, Mária FÁBEROVÁ³, Eva DUDROVÁ³, Margita KABÁTOVÁ³, Marcela SELECKÁ³

¹Univerzita Pavla J. Šafárika, Prírodovedecká fakulta, Ústav fyzikálnych vied, Park Angelinum 9, Košice

²Technická univerzita v Košiciach, Strojnícka fakulta, Katedra aplikovanej matematiky, Letná 1/9, Košice

³Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Magneticky mäkké kompozitné materiály (MMKM) sú atraktívne vďaka unikátnej kombinácii ich vlastností, hlavne magnetickej a tepelnej izotropnosti, vysokej hodnoty špecifického elektrického odporu, nízkou hodnotou vírivých prúdov aj pri vyšších frekvenciách, vysokou hodnotou magnetickej permeability a vysokej Curieho teplote. MMKM sa zvyčajne pripravujú lisovaním práškových materiálov čo dovoľuje produkciu rozmanitých tvarov a veľkostí. Vhodným výberom feromagnetického materiálu a izolantu je možné upravovať ich fyzikálne vlastnosti podľa typu aplikácie.

Zatiaľ čo permeabilita vo FeSi plechoch, amorfných a nanokryštalických páskach a feritoch je v značnej miere pochopená a vysvetlená, vysvetlenie magnetickej permeability kompozitného materiálu zloženého z feromagnetických častíc v neferomagnetickej matici a vplyv pórovitosti sú stále cieľom experimentálneho a teoretického výskumu. Cieľom práce je skúmať vplyv rôznych typov izolačných materiálov na báze železa na počiatočnú permeabilitu kompozitov meranú impedančným mostíkom (HP4194A) vo frekvenčnom intervale 1kHz až 40MHz.

Podakovanie: Práca bola podporená v rámci projektov, nanoCEXmat I. – Centrum excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120019, nanoCEXmat II. – Budovanie infraštruktúry Centra excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120035 a MIKROMATEL – Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku ITMS 26220220105, ktoré sú podporované Operačným programom Výskum a vývoj financované prostredníctvom Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

ŠTÚDIUM VPLYVU MAGNETICKÝCH INTERAKCIÍ NA VLASTNOSTI NANOKOMPOZITNÝCH SYSTÉMOV

Adriana ZELENÁKOVÁ¹, Vladimír ZELENÁK²

¹Ústav fyzikálnych vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ, Park Angelinum 9, Košice

²Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ, Moyzesova 11, Košice

ABSTRAKT

Nanokompozitné magnetické systémy predstavujú materiály s vysokým aplikačným potenciálom v oblasti progresívnych informačných technológií, snímačej techniky a v biomedicínskych aplikáciách. Medzi-časticové magnetické interakcie ovplyvňujú výraznou mierou magnetické vlastnosti nanosystémov. Súbor nanočastíc zviazaný dostatočne slabou medzi-časticovou interakciou vykazuje superparamagnetické správanie, zatiaľ čo silnejšia interakcia stabilizuje stav superspinového skla, alebo superferomagnetický stav.

Pri štúdiu magnetických vlastností nanokompozitných systémov v dc (jednosmerných) aj ac (striedavých) magnetických poliach, ako je závislosť magnetizácie od teploty v intervale 2-300 K, závislosť magnetizácie od magnetického poľa v intervale -5T až +5T, závislosť komplexnej ac susceptibility od teploty pri rôznych hodnotách frekvencie v intervale od 0,1 Hz až 1000 Hz, sme používali zariadenie MPMS na báze SQUID. Zo získaných experimentálnych závislostí bolo potvrdené superparamagnetické správanie pripravených systémov. Použitím Langevinovej teórie sme zistili hodnoty magnetických momentov pripravených nanočastíc, zo ZFC (zero field cooling) a FC (field cooling) závislostí magnetizácie boli zistené hodnoty blokovacích teplôt, pri ktorých nastáva blokovanie magnetických momentov, bol analyzovaný stupeň vzájomnej dipól-dipólovej interakcie medzi časticami. Pri analýze magnetických interakcií boli použité experimentálne merania komplexnej ac susceptibility (reálna aj imaginárna zložka) v závislosti od teploty v intervale 2-300 K, merané pri rozličných frekvenciách, ktoré boli následne analyzované v kontexte Néel-Arhheniovej teórie, Vogel-Fulcherovej teórie, ako aj teórie „critical slowing down“.

Štúdium nanokompozitných systémov na báze Fe potvrdilo, že v závislosti od symetrie použitej nanopórovitej matrice je možné ovplyvňovať mieru magnetických interakcií medzi časticami v nanokompozite.

Podakovanie: Práca bola podporená v rámci projektov, nanoCEXmat I. – Centrum excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120019, nanoCEXmat II. – Budovanie infraštruktúry Centra excelentnosti progresívnych materiálov s nano a submikrónovou štruktúrou ITMS 26220120035 a MIKROMATEL – Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku ITMS 26220220105, ktoré sú podporované Operačným programom Výskum a vývoj financované prostredníctvom Európskeho fondu regionálneho rozvoja.

IMPEDANČNÁ SPEKTROSKOPIA KOMPOZITOV

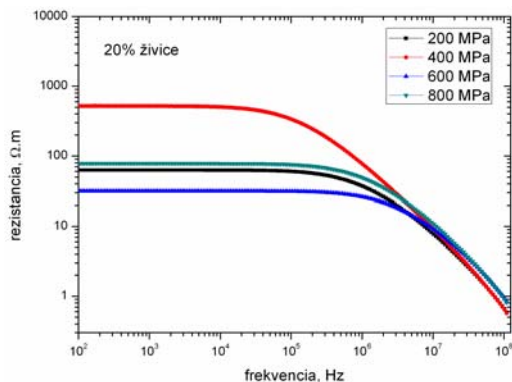
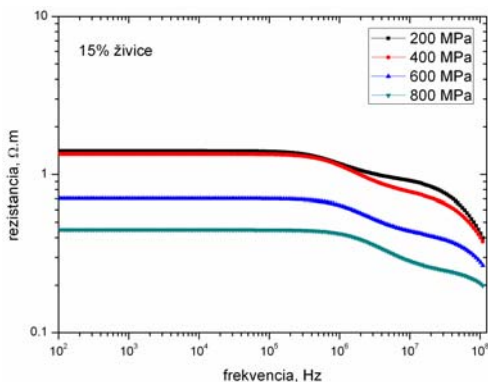
Vladimír KOVAL

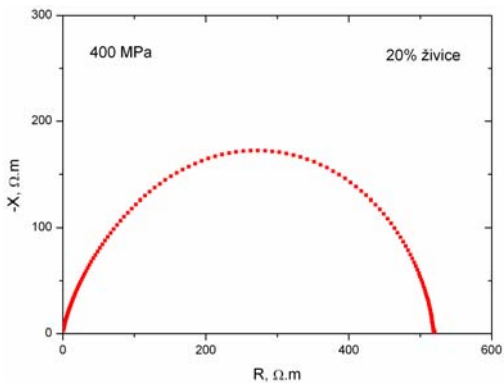
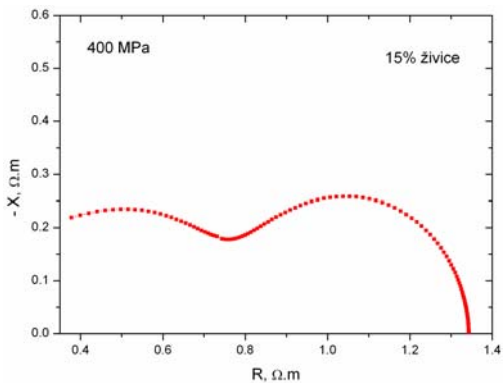
Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Vplyv odlišného množstva pridanej živice (dielektrikum), veľkosti Fe častíc (feromagnetikum) a lisovacieho tlaku na výsledné elektrické charakteristiky laboratórne pripravených magneticky mäkkých „core-shell“ mikrokompozitov bol študovaný metódou komplexnej impedančnej spektroskopie. Na rozdiel od klasického 2- alebo 4-bodového merania DC rezistivity (statického odporu), ktoré dáva v prípade heterogénnych štruktúr neadekvátnu alebo neúplnú informáciu o elektrickej vodivosti a môže často viesť k chybnjej interpretácii výsledkov týkajúcich sa magnetických vlastností kompozitov, komplexná AC impedančná analýza poskytuje skutočný obraz o elektrickom správaní sa štruktúrne zložitých materiálov. Umožňuje určiť príspevky k celkovej vodivosti (alebo impedancii) od jednotlivých mikroštruktúrnych elementov akými sú Fe častice, oxidická vrstva na povrchu častíc, živica a nečistoty (ak sa nachádzajú v štruktúre). Okrem toho, AC technika odstraňuje problém s Maxwell-Wagnerovou polarizáciou na rozhraní kompozit-elektroda, vznikajúcou spravidla pri DC elektrických meraniach v dôsledku tzv. „dc bias“ efektu. Analýza dát komplexnej impedancie takto vedie vždy ku skutočnej hodnote objemovej rezistivity (resp. vodivosti) materiálu. Technika poskytuje jedinečnú možnosť skúmania pohybu nabitej častice na úplne odlišných časových škálach, a teda je právom nazývaná aj vysokovýkonným „in-time“ mikroskopom.

Z impedančných meraní na študovaných magneticky mäkkých kompozitoch vyplynulo, že vzorky s nižším podielom živice vykazovali významne odlišné izbovo-teplotné impedančné spektrá v porovnaní so vzorkami s 20 obj. % živice a viac. Kým spektrá mikrokompozitov s nízkym obsahom živice bolo možné fitovať 2 polkruhmi indikujúcimi existenciu dvoch relaxačných procesov, vzorky pripravené s 20 a 25 obj. % živice vykazujú iba jeden polarizačný proces s relaxačnou frekvenciou v kHz až MHz oblasti.





Podakovanie: Výskum v tejto oblasti je financovaný APVV agentúrou v rámci projektu APVV-0222-10 a grantovou agentúrou VEGA prostredníctvom projektu č. 2/0053/11.

Ni- BASED SOFT MAGNETIC MATERIALS

Denisa OLEKŠÁKOVÁ^{1*}, Peter KOLLÁR², Ján FÜZER²

¹ *Department of Applied Mathematics and Informatics, Faculty of Mechanical Engineering, Technical University in Kosice, Letná 1/9, Košice*

² *Institute of Physics, Faculty of Science, P. J. Safarik University, Park Angelinum 9, Košice*

ABSTRACT

NiFe alloys are commonly used as soft magnetic materials, exhibiting high permeability, low coercivity, low magnetostriction and high saturation magnetization. In particular, NiFeMo alloys have very high permeability and relatively low eddy current losses.

The aim of this work was to investigate the ac and dc magnetic properties of bulk soft magnetic materials prepared by the hot compaction:

- ◆ of the small pieces of the NiFe ribbon and powder obtained by the mechanical milling of the ribbon NiFe.
- ◆ of the powder obtained by the mechanical milling of the swarfs NiFeMo.

The samples were consolidated at 800 MPa for 5 min at 500 °C into discs with diameter of 10 mm and height of approx. 2.5 mm.

The dc hysteresis loops and magnetization curves were measured by a fluxmeter based hysteresisgraph. The ac hysteresis loops at maximum flux density of 0.2 T in the frequency range 0.5 Hz-50 Hz were measured by a fluxmeter based hysteresisgraph.

From the investigation of magnetic properties of compacted materials we found that:

- ◆ The best value of hysteresis losses exhibits the samples consisting of the largest particle due to the largest distance mobility of domain walls.
- ◆ The frequency dependence of core losses in frequency range from dc to 50 Hz exhibits the presence of all three components of core losses: the hysteresis losses, eddy current losses and anomalous losses.
- ◆ The resulting magnetic properties strongly depend on the powder particle size, porosity, specific electrical resistivity.

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 1/0861/12 and No. 1/0862/12.

INSIGHTS INTO THE STRUCTURE OF ALUMINOSILICATE SYSTEMS : A SOLID STATE NMR STUDY

Libor KOBERA, Jiří BRUS

*Institute of Macromolecular Chemistry, Academy of Sciences of the Czech Republic,
Heyrovsky sq. 2, 162 06 Prague 6, Czech Republic*

ABSTRACT

Current trends in aluminosilicate chemistry are to develop targeted types of materials at low energy requirements but still possessing suitable properties. One of possibilities is preparation aluminosilicate inorganic polymers by alkali activation of calcinated aluminosilicate layered minerals at the room temperature. It is shown that even small changes in the manufacture dramatically affect mechanical properties and the overall structural stability of AIP systems. If the required quantity of water is admixed to the reaction mixture during the initial period of AIPs synthesis the resulting amorphous aluminosilicate matrix undergoes extensive crystallization (zeolitization) during the artificial aging. On the other hand, if the required amount of water was added to the reaction mixture during the final periods of the system preparation the inorganic matrix was resistant to the structural changes and remained amorphous even after a long-term hydrothermal treatment.

Furthermore, in this contribution will be present the traditional characterization of AIP systems by ^1H , ^{23}Na , ^{27}Al , ^{29}Si MAS NMR techniques, as well as two-dimensional multiple-quantum experiments (^{27}Al 3QMAS NMR), for better resolution. Additionally, the ^{27}Al 3QMAS NMR experiment was modified (^1H – REDOR sequence) for selective suppression of the resonances following from the aluminium sites that are in direct contact with proton species. By this way and by recently developed advanced processing of MQMAS NMR spectra (Q - shearing and biaxial Q - shearing) we were able to identify structurally important units that are responsible for their stability/instability (as $\text{AlOH}_2^+-\text{H}_2\text{O}$ or $\text{Al}(\text{OH})_3$ etc).

NOVEL WATERBORNE POLYURETHANE DISPERSIONS: PREPARATION AND CHARACTERIZATION

Rafal POREBA, Magdalena SERKIS, Milena ŠPÍRKOVÁ

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

ABSTRACT

Novel waterborne polyurethane dispersions (PUD) and polyurethane (PU) films made from PUD were prepared and characterized. PUD preparation consists of four successive steps. Isocyanate-terminated prepolymer ionomer was prepared from polycarbonatediol, carboxylic acid and diisocyanate followed by the addition of neutralization agent (triamine). PUD was formed after chain extender (diol or diamine) addition and finalized after substitution of organic solvent by water. Spherical nanometer-size PUD particles arise. After water evaporation from PUD, transparent or opaque elastic PU films were prepared. The content of individual starting components was changed in order to optimize the preparation process leading to PU films with applicable end-use properties. Atomic force microscopy revealed that micrometer-size agglomerates formed from individual ca. 130 nm PUD particles are very well detectable on the PU film surface. Tensile tests of PU thin films revealed very high flexibility of PUD-based films; however the tensile strength is slightly reduced (if compared with pertinent PU films made in bulk).

Acknowledgement: The authors wish to thank the Grant Agency of Czech Republic, project NoP108/10/0195, for financial support.

SPEKANÉ BIOLOGICKY ODBÚRATEĽNÉ MATERIÁLY NA BÁZE PRÁŠKOVÉHO ŽELEZA

Adam ZELENÁK¹, Monika HRUBOVČÁKOVÁ¹, Miriam KUPKOVÁ¹, Andrea FEDORKOVÁ², Renáta ORIŇÁKOVÁ²

¹ Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

² Katedra fyzikálnej chémie, Ústav chemických vied, Prírodovedecká fakulta UPJŠ v Košiciach, Moyzesová 11, Košice

ABSTRAKT

Železný a mangánový prášok boli zmiešané, lisované tlakom 600 MPa do cylindrických vzoriek a spekané pri teplote 1120°C po dobu 60 min. v atmosfére 10%H₂-90%N₂. Odolnosť voči korózii bola meraná elektrochemicky pomocou potenciostatickej polarizácie prístrojom Autolab PGSTAT 302N. Mikrotvrdosť bola meraná pomocou mikrotvrdomera LECO LM-700 AT pri zaťažení 10g. V porovnaní s čistým železom vykazujú polarizačné krivky nižší korózný potenciál, ktorý sa ďalšími cyklami znižuje. Ako prvá sa rozpúšťa pasívna vrstva na povrchu. Meraním tvrdosti boli zistené rozdielne hodnoty mikrotvrdoosti aj v rámci jednotlivých zŕn skúmaného systému.

Podakovanie: Táto práca bola podporovaná Agentúrou na podporu výskumu a vývoja na základe zmluvy č. APVV- 0677-11 a Grantovou agentúrou VEGA (grant č. 2/0168/12).

ELEKTROIZOLAČNÉ POVLAKY V MAGNETICKY MÄKKÝCH KOMPOZITOCH

Magdaléna STREČKOVÁ, Radovan BUREŠ, Mária FÁBEROVÁ

Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Magneticky mäkké kompozity produkované technológiami práškovej metalurgie sú vytvárané z mikrometrických častíc feromagnetického materiálu (Fe, Ni-Fe, Fe-Si...) v ideálnom prípade pokrytých nanometricou vrstvou izolačného filmu. Izolačný materiál môžu predstavovať anorganické, organické alebo hybridné organicko-anorganické povlaky. Už z tatko uvedeného zloženia mikrokompozitného materiálu vyplýva, že finálny materiál obsahuje množstvo zložiek, ktoré musia byť najskôr separátne charakterizované. Jeden z možných elektroizolačných organických povlakov predstavuje fenol-formaldehydová živica, ktorá bola vzhľadom na jej technologické zvýhodnenie modifikovaná zabudovaním SiO₂ do polymérnej matrice. Takto pripravený hybridný polymér bol chemicky charakterizovaný FTIR spektroskopiou a termogravimetrickými analýzami. Ako ďalší typ perspektívneho dielektrika môže byť ferit so spinelovou štruktúrou (napr. NiFeO₄) ktorý navyše predstavuje aj magneticky aktívny izolátor. Ferity môžu byť syntetizované rôznymi metódami. Výsledné elektrické a magnetické vlastnosti spinelových feritov sú určené hlavne zložením, veľkosťou a tvarom nanočastíc, preto je nevyhnutné navrhnuť a optimalizovať podmienky syntézy s ohľadom na praktické využitie syntetizovaných feritov a pre konkrétne navrhnuté aplikácie.

Podakovanie: Uvedená publikácia, bola vytvorená realizáciou projektu „Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku“, na základe podpory Operačného programu Výskum a vývoj financovaného z Európskeho fondu regionálneho rozvoja ITMS:26220220105.

ŠPECIFIKÁ KOMPAKTIZÁCIE PRÁŠKOVÝCH KOMPOZITNÝCH SYSTÉMOV

Radovan BUREŠ, Mária FÁBEROVÁ, Magdaléna STREČKOVÁ

Ústav materiálového výskumu SAV, Watsonova 47, Košice

ABSTRAKT

Príspevok sa venuje základným princípom kompaktizácie práškových materiálov s dôrazom na principiálne rozdiely v zhusťovaní kovových keramických a polymérnych práškov. Úvodom je prezentovaný prehľad kompaktizačných technológií a ich využiteľnosť pre rôzne typy materiálov. V oblasti prípravy kompozitných práškových systémov sú komentované špecifiká charakterizácie a úpravy práškových materiálov s obsahom častíc kompozitného charakteru ako napríklad core/shell častice. Prezentované sú pokročilé metodiky aplikovateľné pri homogenizácii materiálov s výrazne rozdielnymi fyzikálnymi vlastnosťami, napr. ultrazvuková dezintegrácia aglomerátov častíc, povlakovanie vo fluidnej vrstve, vysokoenergetická rezonančná homogenizácia, homogenizácia vo vákuu a v inertných plynch. Prezentácia Metód a technológií tvarovania je zameraná na postupy kombinujúce pôsobenie vákuu, tepla a vibrácií pre maximalizáciu zhustenia systému pri príprave surového výlisku. Uvedené moderné technológie sú objasnené na základe princípov lisovateľnosti, ich analytického vyjadrenia a špecifik lisovateľnosti heterogénnych práškových systémov. Tepelná úprava je mnohokrát poslednou etapou kompaktizácie, ktorá poskytuje možnosť dosiahnuť požadované funkčné a mechanické vlastnosti finálneho kompozitu. V príspevku sú prezentované základné rozdiely tepelnej úpravy kovov keramiky a polymérov. V ďalšej časti sú popísané moderné metódy ako Microwave Sintering, Spark Plasma Sintering, Direct Hot Pressing, Direct Laser Sintering, Selective Laser Sintering poskytujúce možnosti prípravy sofistikovaných funkčných kompozitov. Prezentácia obsahuje príklady funkčných kompozitných materiálov predovšetkým z oblasti magneticky mäkkých kompozitov. Na uvedených materiálov sú demonštrované riešenia problémov z oblasti kompaktizácie kompozitov typu kov/keramika, kov/polymér, polymér/keramika a hybridné systémy obsahujúce kovové, keramické aj polymérne zložky. Na vybraných obrazoch mikroštruktúr a lomov získaných optickou a elektrónovou mikroskopiou je objasňovaný vzťah štruktúry a funkčných vlastností magnetických kompozitov.

Podakovanie: Uvedená publikácia, bola vytvorená realizáciou projektu „Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku“, na základe podpory Operačného programu Výskum a vývoj financovaného z Európskeho fondu regionálneho rozvoja ITMS:26220220105.

POROVNANIE CITLIVOSTI TEPLOM OVPLYVNENEJ OBLASTI A ZÁKLADNÉHO MATERIÁLU 0,5 – 9 % Cr OCELÍ K VODÍKOVÉMU KREHNUTIU

Roman MACKO

Slovakia Steel Mills, a.s. Strážske

ABSTRAKT

Predložená práca sa zaoberá posúdením citlivosti 4 tried žiarupevných materiálov CR-Mo ocelí k vodíkovému krehnutiu. Porovnáva správanie sa týchto materiálov v rámci teplom ovplyvnenej oblasti (TOO) zvarového spoja a základného materiálu. Vplyv vodíka bol študovaný pomocou ťahovej skúšky vzoriek s vrubom. Na vyhodnotenie sa použil index zrehovania $EI - Rf_r$. Najväčšia citlivosť na vodíkové krehnutie v teplom ovplyvnenej oblasti bol materiál 15 128. Najmenej citlivé materiály boli T 92 a T 24. Pri základnom materiáli boli na vodíkovú krehkosť citlivé materiály T 92 a T24 ktoré sú legované Bórom. V práci sú diskutované možnosti aplikácie získaných výsledkov pre prípravu a výrobu kompozitov pre energetiku.

Podakovanie: Táto práca bola podporovaná Grantovou agentúrou VEGA (grant č.2/0116/13).

Spolupráca prináša úžitok

Spolupráca košických ústavov Slovenskej akadémie vied a univerzít na projektoch už prináša ovocie v podobe nových nápadov, nového prístrojového vybavenia pracovísk, nových talentov a nových a osožných výstupov pre praktické využitie.

Ústav materiálového výskumu SAV a Prírodovedecká fakulta Univerzity P. J. Šafárika v Košiciach (jedna vedeckovýskumná a druhá vzdelávacia inštitúcia) spolupracujú aj na projekte **MIKROMATEL - Progresívna technológia prípravy mikrokompozitných materiálov pre elektrotechniku**. Na projekt v rámci Operačného programu Výskum a vývoj (OPVaV), prioritná os 2 – Podpora výskumu a vývoja, 2.2 Prenos poznatkov a technológie získaných výskumom a vývojom do praxe (OPVaV-2009/2.2/04-SORO) bolo celkovo pridelených 921 402 eur, z toho pre žiadateľa – ÚMV SAV – 668 828 eur.

„Zámerom projektu je prispieť k rozvoju elektrotechnického priemyslu v regióne s relatívne vysokou nezamestnanosťou vývojom novej technológie prípravy magnetických kompozitných materiálov,“ hovorí **Ing. Radovan Bureš, CSc.**, garant projektu a projektový manažér za ÚMV SAV. *„Kľúčový cieľ je orientovaný na dobudovanie unikátnej infraštruktúry s priaznivým ekologickým dopadom na prípravu kompozitných materiálov a testovanie ich fyzikálnych vlastností. Ďalším významným cieľom je výskum a vývoj technologických postupov vedúcich k optimalizácii prípravy magnetických kompozitných materiálov s nízkou energetickou náročnosťou, čo sa premietne aj do výstupov základného a aplikovaného výskumu. Taktiež chceme dosiahnuť koordináciu výskumu a vývoja s výrobnou praxou prenášaním získaných poznatkov do radov odbornej verejnosti najmä v oblasti priemyslu a ústavov venujúcim sa aplikovanému výskumu.“*

Najnovším počinom riešiteľského tímu bolo slávnostné uvedenie piatich zariadení do činnosti v Laboratóriu feromagnetizmu Katedry fyziky kondenzovaných látok Ústavu fyzikálnych vied PF UPJŠ v Košiciach. Laboratórium a jednotlivé nové zariadenia predstavil garant a projektový manažér za UPJŠ **prof. RNDr. Peter Kollár, CSc.** spolu so svojimi spolupracovníkmi RNDr. Jánom Fúzerom, PhD. a RNDr. Adrianou Zeleňákovou, PhD. Nové prístrojové vybavenie pozostáva z aparatúr na prípravu, prechovávanie a meranie magnetických vlastností kompozitných magneticky mäkkých feromagnetík, čo umožní efektívnejšie skúmať vlastnosti tejto novej triedy materiálov. *„Výsledkom nášho spoločného úsilia sú tiež výstupy v praxi, dlhšie spolupracujeme s U.S. Steel Košice, Sensorom Košice a najnovšie i so SEZ v Krompachoch, ktoré používajú magnetické materiály,“* ocenil prof. Kollár.

S problematikou „nových technológií“ a potrieb elektrotechnického priemyslu budú oboznamovať aj širokú laickú verejnosť vrátane študentov stredných a vysokých škôl, čo napomôže zabezpečiť kontinuitu rozvoja danej oblasti. Metodické postupy pri riešení partikulárnych cieľov sú založené na využívaní najmodernejšej infraštruktúry vedeckého výskumu a vývoja a na moderných informačných technológiách umožňujúcich prepojenie v rámci reťazca výskum – vývoj – technológia – výrobná prax – spoločnosť. Výstupy a dopady projektu majú ambíciu napomôcť konkurencieschopnosti východného Slovenska spejúceho k regiónu s vyššou vedomostnou úrovňou, čo prispeje k trvalo udržateľnému rozvoju spoločnosti.