



INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

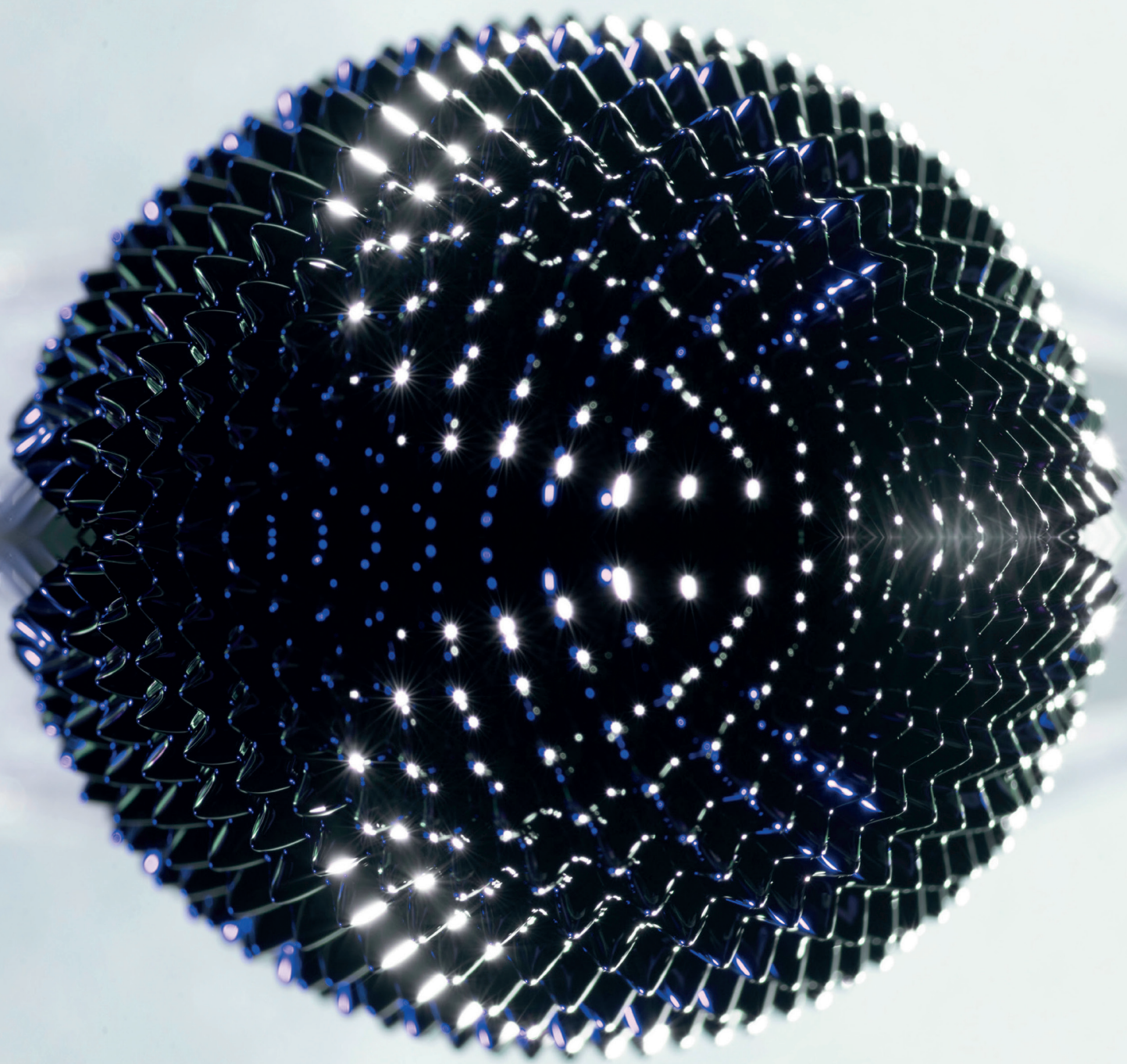
5

M A T E R I A L S E N G I N E E R I N G
• **M A T E R I A Ł Y I T E C H N O L O G I E** •

PL ISSN 0208-6247 e-ISSN 2449-9889

Indeks 36156

cena 68,00 zł (w tym 8% VAT)



// KONFERENCJE TECHNICZNE 2022

UTRZYMANIE RUCHU

ENERGIA

PRZEMYSŁ 4.0

INTRALOGISTYKA



WWW.KONFERENCJETECHNICZNE.PL

Śledź nasze profile:



WYMIANA
DOŚWIADCZEŃ

STOISKA
KONSULTACYJNE

AKTUALNE TRENDY
I CENNE INSPIRACJE

INNOWACYJNE
ROZWIĄZANIA

Wydawnictwo Czasopism i Książek Technicznych
SIGMA-NOT Spółka z o.o.

WYDAWNICTWO
SIGMA-NOT

ul. Ratuszowa 11, 03-450 Warszawa
tel.: +48 22 818 09 18, +48 22 818 98 32
www.sigma-not.pl, e-mail: sekretariat@sigma-not.pl

Adres redakcji:

ul. Ratuszowa 11, 03-450 Warszawa
tel.: +48 663 311 933
www.imat.com.pl, e-mail: i.materialowa@sigma-not.pl

Prenumerata:

e-mail: prenumerata@sigma-not.pl, tel.: +48 22 840 35 89

Dział Reklamy i Marketingu:

e-mail: reklama@sigma-not.pl, tel.: +48 22 827 43 65

Skład i druk:

STUDIO DTP SIGMA-NOT

Drukarnia Wydawnictwa SIGMA-NOT Sp z o.o.

nakład do 100 egz. (w tym wersja cyfrowa)
cena 68,00 zł (w tym 8% VAT)

PL ISSN 0208-6247, e-ISSN 2449-9889, INDEKS 36156

Redakcja nie ponosi odpowiedzialności za treść reklam i ogłoszeń.

KOLEGIUM REDAKCYJNE:

Redaktor Naczelny:

prof. dr hab. inż. Agnieszka SOBCZAK-KUPIEC

Sekretarz Redakcji:

mgr Anna SKURZEWSKA

RADA NAUKOWA:

Dr inż. KRZYSZTOF BIERNAT, prof. PIMOT (Przewodniczący)

Dr hab. inż. JAN BARWICKI

Dr inż. BOGDAN BOGDAŃSKI

Prof. MICHAEL BRATYCHAK

Dr inż. MICHAŁ CHMIELAREK

Prof. dr hab. inż. ALEKSANDRA CZYRSKA-FILEMONOWICZ

Prof. dr hab. inż. ANNA FRACZKIEWICZ, Francja

Prof. Dr.-Ing. Habit. MAIK GUDE, Niemcy

Dr hab. inż. JOLANTA JANCZAK-RUSCH, Szwajcaria

Prof. Dr. RUDOLF KAWALLA, Niemcy

Dr ANNETTE KIPKA, Szwajcaria

Dr JACEK KOMENDA, Szwecja

Prof. Dr. JANOS L. LABAR DSc., Węgry

Dr hab. inż. WACŁAW MUZYKIEWICZ, prof. AGH

Doc. Ph.D. Eng. EDWARD PLESHAKOV, Ukraina

Dr JULIAN PLEWA DSc., Niemcy

Dr JAN A. PUSZYŃSKI, USA

Dr inż. ADAM RYLSKI

Prof. Dr. Ing. JAROSLAV SOJKA, Czechy

Dr TOM TROCZYŃSKI, Kanada

Prof. ATHENA TSETSEKOU, Grecja

Wersja papierowa czasopisma

„Inżynieria Materiałowa” („Materials Engineering”)

jest jego wersją pierwotną.

Dwumiesięcznik indeksowany parametrycznie

w bazach: BazTech, Index Copernicus

Artykuły publikowane w czasopiśmie są recenzowane przez
samodzielną grupę pracowników naukowych, specjalistów w zakresie
zagadnień przedstawianych w pracach.

Zdjęcie na okładce:

Widok z góry na ferrofluid

(Foto: freepik.com)



Czasopismo naukowo-techniczne redagowane przy współudziale
POLSKIEGO TOWARZYSTWA MATERIAŁOZNAWCZEGO

CONTENTS • SPIS TREŚCI

OD REDAKCJI 2

MADE IN POLAND

Przegląd badań naukowych i innowacji polskich naukowców w kraju i na świecie 3

Adrian K. Antosik, Karolina Mozelewska

*Influence of bentonite on self-adhesives properties of silicone
pressure-sensitive adhesives*

Wpływ bentonitu na właściwości samoprzylepne silikonowych klejów samoprzylepnych 5

Robert Dąbrowski

*Influence of the ageing temperature on the microstructure and selected
mechanical properties of Ti24Nb4Zr8Sn alloy*

Wpływ temperatury starzenia na mikrostrukturę i wybrane właściwości mechaniczne stopu Ti24Nb4Zr8Sn 9

Krzysztof Sołek

Rheological properties of copper alloy in liquid and semi-solid state

Właściwości reologiczne stopów miedzi w stanie ciekłym i stało- -ciekłym 16

CO PISZĄ INNI

Przegląd krajowych i zagranicznych czasopism naukowych i naukowo-technicznych 23

ZGŁOSZENIA PATENTOWE

Wybrane zgłoszenia patentowe z dziedziny inżynierii materiałowej wg Biuletynu Urzędu Patentowego nr 18–22 z 2022 r. 28

Szanowni Państwo,

16 listopada br. z ośrodka NASA Kennedy Space Center na Florydzie wystartowała rakieta Space Launch System (SLS). Ta najpotężniejsza rakieta w historii wyniosła kapsułę Orion z manekinami („moonekinami” jak nazywają je w Europejskiej Fundacji Kosmicznej) w podróż dookoła Księżyca w ramach misji Artemis I. – *To oznacza nową erę w podboju kosmosu. W ramach programu Artemis ma przecież m.in. powstać pierwsze stabilne osiedle na Księżycu* – powiedział w rozmowie z PAP Łukasz Wilczyński, prezes Europejskiej Fundacji Kosmicznej. Jeśli wszystkie cele misji zostaną zrealizowane, ludzie będą mogli wylądować na Księżycu całkiem niedługo. Podczas misji Artemis II planowanej na 2024 r., która będzie już załogowa, czworo astronautów obleci Księżyc na wysokości 8900 km nad jego powierzchnią. W ramach misji Artemis III w 2015 r. planowane jest lądowanie na powierzchni w okolicach południowego bieguna Księżyca. Powodzenie misji i całego programu Artemis ma znaczenie dla licznych kosmicznych programów, także polskiego. – *Różne kraje mogą mieć nawet szanse na wystawianie swoich księżycowych astronautów. Także Polska w tym programie uczestniczy. Prowadzone są m.in. rozmowy o wysłaniu krajowego ładunku w stronę Księżyca* – zauważył Ł. Wilczyński.

W tym kontekście niezwykle ciekawe wydaje się opracowanie i wyprodukowanie przez zespół kierowany przez dr. hab. Krzysztofa Wojciechowskiego z AGH w Krakowie prototypowych modułów termoelektrycznych o gęstości mocy zbliżonej do 2,5 kW/m² (więcej informacji na str. 4). Dotychczas moduły termoelektryczne nie są w pełni wykorzystywane głównie dlatego, że są mało wydajne i drogie. Używane są m.in. przez NASA w sondach i łazikach kosmicznych, w przypadku których ciepło (następnie konwertowane na prąd) jest produkowane w wyniku rozpadu radioaktywnych izotopów, np. plutonu-238. – *Podczas misji kosmicznych trudno wyprodukować prąd innymi metodami, więc cena jego wytworzenia nie jest głównym czynnikiem przy wyborze wykorzystywanej do tego technologii* – czytamy w informacji prasowej AGH w Krakowie. Zespół prof. K. Wojciechowskiego od lat rozwija technologie konwersji odpadowej energii cieplnej na prąd. Oprócz tanich modułów uzyskano również „wydajniejsze i perspektywiczne, choć droższe” materiały termoelektryczne o rekordowej sprawności przekraczającej 15%. Prof. Wojciechowski zaznacza, że *Produkty dostępne obecnie na rynku osiągają sprawność rzędu 4–5%, stosowane w łazikach marsjańskich Curiosity i Perseverance 8%, a my dokładamy prawie drugie tyle. Kto wie, może za kilka lat nowa polska technologia wyruszy w podróż na Księżyc?*

Wracając na Ziemię, polecam Państwa uwadze artykuły, które publikujemy w bieżącym numerze. Autorzy pracy pt. „Wpływ bentonitu na właściwości samoprzylepne silikonowych klejów samoprzylepnych” przedstawili technologię otrzymywania silikonowych klejących taśm samoprzylepnych na bazie komercyjnych żywic silikonowych modyfikowanych dodatkiem bentonitu jako napełniacza, charakteryzujących się zwiększoną odpornością termiczną, które mogą znaleźć zastosowanie m.in. w ciepłownictwie. Celem artykułu pt. „Wpływ temperatury starzenia na mikrostrukturę i wybrane własności mechaniczne stopu Ti24Nb4Zr8Sn” była ocena mikrostruktury i wybranych właściwości mechanicznych tego stopu w stanie po przesyleniu i starzeniu. W artykule pt. „Właściwości reologiczne stopów miedzi w stanie ciekłym i stało-ciekłym” przedstawiono analizę podstawowych właściwości reologicznych wybranego stopu miedzi w stanie ciekłym oraz częściowo ciekłym, obejmującą złożoną charakterystykę lepkości pod kątem wpływu temperatury oraz prędkości odkształcania.

Zapraszam też do zapoznania się z wyborem najciekawszych innowacji w dziale „Made in Poland”, z przeglądem zgłoszeń patentowych z zakresu inżynierii materiałowej oraz przeglądem krajowych i zagranicznych czasopism naukowych.

Koniec roku to dobry czas, aby pomyśleć o prenumeracie na 2023 r. Oferta przygotowana przez Wydawnictwo SIGMA-NOT jest dostępna na stronie www.sigma-not.pl, a informacje na temat wariantów znajdą Państwo także w tym numerze.

Życzę przyjemnej lektury i zachęcam do nadsyłania artykułów do kolejnych wydań „Inżynierii Materiałowej”.

Anna Skurzewska
Sekretarz Redakcji

Autor za publikację artykułu w czasopiśmie naukowym „Inżynieria Materiałowa” („Materials Engineering”) otrzymuje 40 punktów zgodnie z komunikatem Ministra Edukacji i Nauki z dnia 1 grudnia 2021 r. w sprawie wykazu czasopism naukowych i recenzowanych materiałów z konferencji międzynarodowych.

MADE IN POLAND

ADJ Nanotechnology laureatem Nagrody Gospodarczej Prezydenta RP

Dn. 17 listopada 2022 r. odbyła się Gala XX edycji Nagrody Gospodarczej Prezydenta RP, której celem jest wspieranie polskich przedsiębiorców i wyróżnienie tych najlepszych. Spółka ADJ Nanotechnology otrzymała nagrodę w kategorii specjalnej Badania+Rozwój. Prezydent uhonorował przedsiębiorstwa, które przyczyniają się do rozwoju gospodarki narodowej, przestrzegają zasad odpowiedzialnego biznesu, promują pozytywny wizerunek Polski oraz stanowią wzór funkcjonowania dla innych firm.

ADJ Nanotechnology rozpoczęła działalność w 2019 r. w Białoostockim Parku Naukowo-Technologicznym jako *spin-off* Politechniki Warszawskiej. Spółka opracowuje innowacyjne dodatki nanocząsteczkowe o unikatowych właściwościach bioaktywnych. Przeciwdrobnoustrojowe powłoki lakiernicze mają zastosowanie m.in. w wyrobach papierniczych i tekstylnych. Zespół ADJ otrzymał wyróżnienie w konkursie Polski Produkt Przyszłości 2022. Spółka jest obecna na mapie ekosystemu Radar Innowacji Przemysłu 4.0, jest członkiem klastra Nanonet oraz aktywnie działa nad dalszym rozwijaniem nanotechnologii.

Źródło: Politechnika Warszawska

Nowe materiały 2D pod lupą naukowców z Politechniki Warszawskiej

Zespół z Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej bada fazy MBenes, nową grupę materiałów dwuwymiarowych. Ich unikalne i wciąż nie do końca rozpoznane właściwości mogą w przyszłości zostać wykorzystane m.in. w ochronie zdrowia czy ochronie środowiska.

Materiały dwuwymiarowe (2D) to bardzo cienkie płatki lub warstwy o grubości atomowej, praktycznie przeświecalne przez światło, a przy tym niezwykle wytrzymałe. Należy do nich np. grafen. Od kiedy został odkryty, cały czas poszukuje się kolejnych materiałów 2D. Zdaniem dr hab. inż. prof. PW Agnieszki Jastrzębskiej fazy MBenes, podobnie jak znane od dziesięciu lat MXenes, to materiały przyszłości. – *Obie te grupy potrafią łączyć właściwości, które wydają się sprzeczne, jak np. przewodność elektryczna i perfekcyjna hydrofیلowość powierzchni* – wyjaśnia badaczka. Dzięki temu MBenes, w przeciwieństwie do całkowicie płaskiej struktury MXenes, mają strukturę bardziej rozbudowaną, np. trójwymiarową (3D). – *Oznacza to, że na poziomie atomowym i komórki elementarnej istnieje cała gama różnych schematów dla położeń atomów boru. Szczególnie dobrze to widać na zdjęciach SEM, na którym krawędzie płatków przypominają porowatą gąbkę*

– dodaje prof. Jastrzębska. To zwiastuje niezwykle ciekawe właściwości w zakresie aktywności fizycznej (np. adsorpcja światła) czy chemicznej (reaktywność). Taka struktura to jednak także wyzwanie. – *MBenes otrzymuje się z metodą chemicznego wytrawiania pierwiastka A z wielowarstwowej fazy MAB i wydawałoby się, że sprawa jest tak samo prosta jak w przypadku otrzymywania MXenes z faz MAX* – wskazuje prof. Jastrzębska. – *Niestety, trójwymiarowość struktury opartej na atomach boru utrudnia szybkie trawienie lub wręcz je uniemożliwia. Dlatego poszukujemy bardziej zaawansowanych metod syntezy i mamy na tym polu już pierwsze sukcesy. Na razie naukowcy nie mogą jednak zdradzać szczegółów prowadzonych badań, ale perspektywa wymiany popularnego węgla i azotu na bor stwarza nowe możliwości w zakresie wzajemnych relacji materiał-struktura-właściwość. Badacze oczekują, że unikalność i zagadkowość faz MBenes umożliwi nowe odkrycia w chemii i fizyce materiałów, a co za tym idzie przekroczenie nieosiągalnych dotychczas parametrów dla nowych systemów funkcjonalnych i wysoko wydajnych materiałów, np. w ochronie zdrowia czy ochronie środowiska. Liczą także na poprawienie wytrzymałości wyrobów opartych właśnie na tych materiałach.*

Źródło: Magazyn Przemysłowy, Politechnika Warszawska

Polski kompozyt zrewolucjonizuje lotnictwo?

Eksperci z General Electric Company Polska wraz z badaczami z Instytutu Lotnictwa pracują nad kompozytem bazującym na specjalnej żywicy polimerowo-ceramicznej. Kompozyt jest odpowiedzią na zapotrzebowanie w przemyśle lotniczym na materiał, który zastąpi drogi tytan i ciężki nikiel w produkcji części do silników. Kluczowe jest to, by mógł on być wykorzystywany w ekstremalnie wysokich temperaturach, przekraczających możliwości obecnie dostępnych na rynku materiałów. Nowy materiał pozwoli zmniejszyć masę samolotów, co oznacza mniejsze zużycie paliwa, a więc także większe oszczędności, i umożliwi dostosowanie maszyn do napędzania paliwami nowej generacji. – *W przemyśle lotniczym główne zastosowanie znajdują kompozyty węglowe, które powstają przez połączenie włókien węglowych z żywicami organicznymi, np. epoksydowymi. Zastosowanie tych materiałów pozwala na znaczną redukcję masy konstrukcji samolotu, ale też silników lotniczych. [...] Większość materiałów kompozytowych nie może być stosowana w wysokich temperaturach. Jest to spowodowane czynnikiem technicznym, który wynika z pogorszenia własności materiałowych wraz ze wzrostem temperatury, oraz aspektami czysto ekonomicznymi, jak to ma miejsce w przypadku kompozytów ceramicznych* – wyjaśnia Justyna Kurzeja, młodszy inżynier w General Electric Company Polska. Opracowywany w Polsce

materiał ma być alternatywą dla obecnie stosowanych w lotnictwie stopów tytanu lub stopów niklu. Wadą tych pierwszych są przede wszystkim duże koszty, a drugich duża gęstość, co przekłada się następnie na dużą masę komponentów wykonanych ze stopów niklu. – *Pracujemy nad materiałem, który pozwoli na przesunięcie barier obecnie blokujących możliwe szersze zastosowanie materiałów kompozytowych do konstrukcji części silników lotniczych. Bariery te są głównie związane z ekonomią, jak i ograniczonymi właściwościami w podwyższonych temperaturach* – wyjaśnia dr inż. Michał Jasiczek, starszy specjalista inżynier w General Electric Company Polska. Części wykonane z kompozytu, nad którym pracują polscy naukowcy, mają być nawet o 40% lżejsze niż te wykonane ze stopów tytanu. Zastosowanie go w silnikach lotniczych pozwoliłoby więc na znaczne zmniejszenie masy samolotów, co przełożyłoby się na mniejsze spalanie paliwa. Mniejsze zapotrzebowanie na paliwo oznacza poprawę konkurencyjności linii lotniczej, a to może mieć bezpośrednie przełożenie na ceny biletów lotniczych dla pasażerów oraz ceny transportu lotniczego. Planowany termin wdrożenia innowacyjnego materiału to ok. 2030 r. Odbędzie się ono równolegle z certyfikacją nowej generacji silników lotniczych, które obecnie są w fazie projektowania oraz rozwoju w ramach GE.

*Źródło: Newseria Biznes,
Magazyn Przemysłowy*

Wydajne moduły termoelektryczne

Zespół kierowany przez dr. hab. Krzysztofa Wojciechowskiego z Wydziału Inżynierii Materiałowej i Ceramiki AGH w Krakowie we współpracy z naukowcami z Sieci Badawczej Łukasiewicz i Instytutu Fizyki PAN opracował i wytworzył prototypowe moduły termoelektryczne o gęstości mocy zbliżonej do 2,5 kW/m², ponad 10-krotnie przewyższającej ogniwa fotowoltaiczne.

Obecnie jedynie ok. 40% energii pochodzącej m.in. ze spalania węgla i węglowodorów jest wykorzystywane, a pozostałe 60%

rozprasza się w powietrzu w postaci ciepła odpadowego. Jedną z technologii, która pozwala przekształcać taką odpadową energię cieplną w energię elektryczną są moduły termoelektryczne. Inżynierowie z polskich ośrodków opracowali ich niewielką wersję, pozbawioną ruchomych elementów mechanicznych. *Tak jak w przypadku ogniw fotowoltaicznych ich integralną częścią są elementy mające formę niewielkich, połączonych szeregowo kostek półprzewodnikowych* – czytamy w komunikacie AGH w Krakowie. W typowych konstrukcjach elementy termoelektryczne umiejscowione są pomiędzy ceramicznymi okładzinami, które pełnią funkcję izolatora. Przy podgrzewaniu jednej z okładzin i chłodzeniu drugiej powstaje napięcie elektryczne i wytwarzany jest przepływ prądu. Naukowcy deklarują, że znacząco obniżyli koszt modułów w stosunku do komercyjnych odpowiedników, m.in. dzięki zastąpieniu ceramicznych okładzin mniej kosztownymi i znacznie lepiej przewodzącymi ciepło stopami aluminium. Jak zaznaczają, stopy aluminium są też łatwiej formowalne niż ceramika, dzięki czemu można konstruować moduły o niemal dowolnych kształtach dostosowanych do danego systemu odzysku ciepła.

Zespół prof. K. Wojciechowskiego od lat rozwija technologie konwersji odpadowej energii cieplnej na prąd. Oprócz tanich modułów uzyskano również „wydajniejsze i perspektywiczne, choć droższe” materiały termoelektryczne o rekordowej sprawności przekraczającej 15%. Obecnie naukowcy szukają inwestora, który zbuduje prototypową linię produkcyjną. – *Firmy produkujące bądź rozwijające technologie termoelektryczne istnieją obecnie tylko w Chinach, Stanach Zjednoczonych, Ukrainie i Rosji. Na rynku europejskim praktycznie nie ma konkurencji, więc jest szansa na dobry zysk. Bardzo bym chciał, żeby znalazł się w Polsce ktoś, kto uzna, że cel jest wart ryzyka, i zbuduje prototypową linię produkcyjną. Jeżeli uda się uzyskać niskie koszty wytworzenia modułów termoelektrycznych, możemy naszymi produktami podbić świat* – powiedział prof. K. Wojciechowski

Źródło: Nauka w Polsce

*Wybrała i opracowała
mgr Anna Skurzewska*

NIE ZAPOMNIJ O PRENUMERACIE INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ!

www.sigma-not.pl



prenumerata@sigma-not.pl • i.materialowa@sigma-not.pl

tel.: +48 663-311-933

Influence of bentonite on self-adhesives properties of silicone pressure-sensitive adhesives

Wpływ bentonitu na właściwości samoprzylepne silikonowych klejów samoprzylepnych

ADRIAN K. ANTOSIK*
KAROLINA MOZELEWSKA

ORCID: 0000-0002-3954-6612
ORCID: 0000-0001-8963-4349

Wydział Technologii i Inżynierii Chemicznej,
Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie,
ul. Pułaskiego 10, 70-322 Szczecin
*e-mail: adriankrzysztofantosik@gmail.com

Paper presents the technology of obtaining silicone self-adhesive tapes based on which exhibit increased thermal resistance. Commercial silicone resins modified with the addition of a filler (bentonite) and a cross-linking compound were used to obtain self-adhesive products. The obtained tapes were tested in terms of functional properties, such as adhesion, cohesion and tack, and their thermal resistance was checked, which on average increased by about 60%. The obtained new self-adhesive products are fully transferable to industry and can be used, for example, in heating.

Keywords: bentonite, self-adhesives tape, silicone pressure-sensitive adhesives, Si-PSA tape, adhesion

W pracy przedstawiono technologię otrzymywania silikonowych klejących taśm samoprzylepnych charakteryzujących się zwiększoną odpornością termiczną. Do otrzymania samoprzylepnych produktów wykorzystano komercyjne żywice silikonowe modyfikowane dodatkiem napęniacza (bentonitu) oraz związkami sieciującymi. Otrzymane taśmy przebadano pod względem właściwości użytkowych, takich jak adhezja, kohezja oraz kleistość, a także sprawdzono ich odporność termiczną, która średnio wzrosła o ok. 60%. Otrzymane nowe produkty samoprzylepne są w pełni transferowalne do przemysłu i mogą znaleźć zastosowanie np. w ciepłownictwie.

Słowa kluczowe: bentonit, samoprzylepna taśma, silikonowe kleje samoprzylepne, taśmy Si-PSA, adhezja

1. WSTĘP

Przez określenie „kleje” rozumie się substancje niemetaliczne zdolne do trwałego utrzymywania ze sobą co najmniej dwóch powierzchni. Kleje występują w wielu formach, od cieczy, poprzez lekkie pasty, folie, proszki, aż po ciała stałe przeznaczone do tópienia [1]. Kleje przemysłowe i kleje uszczelniające są znane od wielu lat, a proces klejenia uważany jest za jedną z najstarszych technik łączenia. Do niedawna większość klejów i uszczelniaaczy stanowiły polimery pochodzenia naturalnego: roślinnego, zwierzęcego lub wykonane z substancji mineralnych. Na początku XX w. zaczęto stosować syntetyczne kleje polimerowe wskazujące lepsze właściwości, takie jak wysoka adhezja, większa podatność na modyfikacje i doskonała odporność na warunki środowiskowe w porównaniu z klejami pochodzenia naturalnego [2, 3].

Spośród klejów wyróżnia się specjalną grupę klejów samoprzylepnych (PSA), która wykazuje znaczne siły adhezyjne oraz kleistość w wyniku kontaktu z podłożem w temperaturze pokojowej bez konieczności zajścia reakcji chemicznej [2–4]. Angielski termin *pressure-sensitive adhesives*, od którego wywodzi się skrót PSA, oraz często używany w literaturze fachowej i niemieckiej

Haftklebstoffe doskonale opisują charakter i właściwości klejów samoprzylepnych: trwałą lepkość i niskie ciśnienie przyczepności do różnych powierzchni [5]. Główna różnica między klejami samoprzylepnymi a innymi rodzajami klejów polega na tym, że w przypadku PSA powierzchnia kleju nie zmienia swoich właściwości zarówno przed, jak i po użyciu [6]. Odgrywają one istotną rolę w życiu codziennym. Naniesione jako warstwa polimeru na nośnik elastyczny (tkanina, folia, papier) wykazują bardzo długą żywotność klejenia (konieczność ochrony przed zabrudzeniem). Ponadto wykazują odporność na działanie światła, tlenu, wilgoci oraz innych czynników środowiskowych, np. dużą amplitudę dobową temperatur [3, 7–9].

Si-PSA, czyli samoprzylepne kleje silikonowe to grupa wysokowydajnych klejów charakteryzująca się szerokim zakresem temperatur pracy od -40 do 300°C, masą cząsteczkową w zakresie 500 000–1 500 000 daltonów (kleje rozpuszczalnikowe), małą energią powierzchniową 23 N/m oraz niską temperaturą zeszklenia (-123°C). Si-PSA zawierają silano-funkcjonalne silikonowe polimery oraz żywice silikonowe typu MQ, wykazują dużą elastyczność, są obojętne, hydrofobowe, nietoksyczne i biokompatybilne [4, 10–13]. Kleje na bazie żywic silikonowych stosuje się w wielu różnych gałęziach przemysłu, np. w przemyśle ciężkim,

elektrotechnice i elektronice, opiece medycznej i służbie zdrowia oraz w motoryzacji. Od początku XXI w. obserwuje się nieustanne zainteresowanie nowymi zastosowaniami silikonowych klejów samoprzylepnych, zwłaszcza w taśmach medycznych i przemysłowych. Wyższe koszty produkcji i otrzymywania materiałów samoprzylepnych na bazie Si-PSA w porównaniu z organicznymi klejami PSA powodują, że otrzymywane z nich taśmy i etykiety samoprzylepne są stosowane wtedy, gdy warunki aplikacji lub rodzaj powierzchni podłoża przekraczają granice wydajności tanich materiałów samoprzylepnych [10–12, 14].

Bentonit jest skałą ilastą, najczęściej spotykaną w kolorze białym (kremowym), żółtym, zielonym, brązowym lub czerwonym. Powstaje w wyniku przeobrażenia szkliwa wulkanicznego w materiał ilasty. Ma silne właściwości adsorpcyjne i pęczniące, stosuje się go jako środek czyszczący i odbarwiający. Bentonity składają się w przewadze z montmorylonitu. Wyróżnia się bentonity: sodowy, wapniowy i potasowy (ich nazwy pochodzą od dominujących kationów w minerale). Bentonity stosuje się głównie do otrzymywania płuczek wiertniczych, ponadto znalazły zastosowanie jako spoiwo, oczyszczacze, absorbenty i nośniki nawozów lub pestycydów. Bentonit jest również stosowany jako stabilizator lub wypełniacz przy produkcji klejów, kosmetyków, farb, gum i mydeł [15–17].

W pracy autorzy skupili się na przedstawieniu wpływu dodatku bentonitu na właściwości użytkowe samoprzylepnych klejów silikonowych. Przeprowadzono modyfikację fizyczną wytypowanej komercyjnej żywicy silikonowej oraz poddano charakterystyce otrzymane produkty samoprzylepne pod względem ich właściwości adhezyjnych oraz mechanicznych.

2. CZĘŚĆ BADAWCZA

2.1. MATERIAŁY

Do badań użyto komercyjnie dostępną żywicę kleju silikonowego firmy DowCorning (USA) o symbolu Q2-7358. Kleje modyfikowano dichloronadtlenkiem benzoilu (DCIBPO) produkcji Peroxid-Chemie (Niemcy) i Bentonitem Special Extra produkcji Zakładów Górniczo-Metalowych „Zębica” w Zębicy SA (Polska), które były stosowane jako odpowiednio związki sieciujące i napelniające.

2.2 PRZYGOTOWANIE TAŚM KLEJĄCYCH NA BAZIE Si-PSA

Nadtlenek dichlorobenzoilu rozpuszczony w toluenie wprowadzano do żywicy silikonowej i mieszano do uzyskania homogenicznej mieszaniny zawierającej 50% s.m. polimeru oraz 1,5% mas. związku sieciującego. Do tak przygotowanej kompozycji klejowej wprowadzono napelniając w ilości odpowiednio 0,1; 0,5; 1,0 i 3,0% mas., a całość mieszano do uzyskania homogenicznej konsystencji. Otrzymałą kompozycję klejową powlekano z prędkością 5 m/s na folię poliestrową o grubości 36 µm za pomocą półautomatycznej powlekarzki skonstruowanej w Laboratorium Klejów i Materiałów Samoprzylepnych na Wydziale

Technologii i Inżynierii Chemicznej Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie. Otrzymane arkusze z warstwą powleczoną kompozycją sieciowaną w kanale suszącym w temp. 110°C przez 10 min. Następnie warstwę klejącą zabezpieczano folią poliestrową o grubości 50 µm.

2.3. METODYKA

Otrzymane taśmy samoprzylepne scharakteryzowano poprzez pomiary adhezji, kohezji, kleistości, odporności termicznej, odporności na skurcz oraz długości życia kompozycji klejowej. Wszystkie badania przeprowadzono według międzynarodowych norm i standardów, np. Association des Fabricants Europeens de Rubans Auto-Adhesifs (AFERA) i Fédération Internationale des Fabricants et Transformateurs d'Adhesifs et Thermocollants (FINAT).

Długość życia kompozycji klejowej określa się jako czas potrzebny na dwu- lub czterokrotne zwiększenie jej lepkości (w zależności od konsystencji kompozycji wyjściowej). Testy lepkości przeprowadza się w temperaturze pokojowej [12].

W celu pomiaru adhezji silikonowych PSA przygotowano próbkę taśmy samoprzylepnej o szerokości 1 cala (ok. 2,5 cm) i długości 5 cali (ok. 12,7 cm), którą przyklejono do płytki metalowej, tak by powierzchnia styku filmu klejowego wyniosła ok. 15 cm². Badaną taśmę samoprzylepną rolowano po nałożeniu na płytkę stalową specjalnym gumowanym wałkiem o masie 2 kg. Badaną płytkę stalową zaciśnięto w szczękach maszyny do badania wytrzymałości na rozciąganie. Swobodny koniec taśmy powleczoną zawinięto z powrotem, tak aby kąt usunięcia wynosił 180°. Wolny koniec dołączono do skali testera przyczepności, który był zdolny do przemieszczania się płytki od skali ze stałą szybkością 300 mm/min. Odczyt skali w Newtonach (N) rejestrowano jako taśmę oddzieraną z powierzchni płytki stalowej. Dane podano jako średnią z zakresu wyników obserwowanych podczas badań. Podany wynik był średnią arytmetyczną z trzech pomiarów. Badania były prowadzone na maszynie wytrzymałościowej Zwick-Roell Z1 według AFERA 4001 [4, 9, 13].

Pomiary kleistości filmów klejowych Si-SPA przeprowadzono na maszynie Zwick-Roell Z1 według międzynarodowych standardów AFERA 4015. Podczas badania na warstwę sztywną (płytkę stalową) opuszczono elastyczną warstwę taśmy (PSA), tak aby przykleiła się do powierzchni płytki pod własnym ciężarem. Następnie taśmę oderwano pod kątem 90° z prędkością 300 mm/min. Powierzchnia przylegania warstwy klejącej do podłoża wynosiła 5 cm² (2,5 cm × 2 cm) [9, 13].

Pomiary kohezji i SAFT przeprowadzono zgodnie z międzynarodową normą FINAT FTM 8 oraz jej wariacją zmodyfikowaną według wytycznych ogólnie pojętej odporności termicznej. Podczas badań taśmę samoprzylepną przyklejono do płytki stalowej, umieszczano w piecu i obciążono 1 kg. Powierzchnia kontaktu warstwy samoprzylepnej z podłożem wynosiła 6,25 cm² (2,5 cm × 2,5 cm). Badania prowadzono w temp. 20 i 70°C. Odporność termiczna została wyrażona jako temperatura (°C) osią-

gnięta od początkowego obciążenia próbki do zerwania, gdzie następował spadek kohezji lub adhezji [4, 9].

Pomiar skurczu klejów jest definiowany jako zmniejszenie się powierzchni taśmy w stosunku do jej pierwotnego rozmiaru. Jest to ważna właściwość mechaniczna określająca funkcjonalność taśm, zwłaszcza w zastosowaniach, gdzie istnieje ryzyko odkształcenia powierzchni. Zmiana rozmiaru taśmy samoprzylepnej jest wyrażana w milimetrach lub procentach, w technologii wytwarzania wyrobów samoprzylepnych nie może przekraczać 0,5 mm lub 0,5% [8].

2.4. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

W tabeli 1 przedstawiono właściwości kompozycji klejowej żywicy o symbolu Q2-7358 bez napełniacza, zawierającej 1,5% mas. związku sieciującego jako odniesienie dla przeprowadzonych modyfikacji napełniaczem.

W tabeli 2 przedstawiono wyniki wpływu dodatku bentonitu na kohezję w temperaturze pokojowej i podwyższonej (70°C) oraz wyniki testu SAFT określające maksymalną temperaturę pracy taśmy pod obciążeniem. Nie odnotowano wpływu napełniacza na kohezję w temperaturze pokojowej, a w podwyższonej temperaturze dodatek 1 i 3 % mas. napełniacza powodował zmniejszenie wartości kohezji, co mogło być spowodowane zbyt dużą ilością napełniacza w filmie klejowym, który może powodować przesunięcie równowagi kohezjno-adhezyjnej kleju w stronę kohezji, a tym samym szybsze odrywanie się próbek w czasie [18, 19]. Wszystkie badane próbki zwiększyły swoją odporność termiczną. Już niewielki dodatek napełniacza (0,1% mas.) powodował osiągnięcie maksymalnej badanej temperatury 225°C i był to wzrost odporności termicznej o 60%. Mała ilość wypełniacza niezbędna do uzyskania dużej odporności termicznej i utrzymania użyteczności samej taśmy klejącej jest zjawiskiem potwierdzonym w literaturze [20, 21].

Zarówno dla adhezji, jak i kleistości (rys. 1) odnotowano standardowy wpływ napełniacza, czyli spadek ich wartości wraz ze wzrostem dodatku bentonitu. Porównując obie linie na wykresie, odnotowano równomierny spadek wartości, co może świadczyć o równomiernie rozprowadzonym napełniaczu w matrycy polimerowej, a przez to stopniowym przesunięciu się równowagi kohezjno-adhezyjnej kleju w stronę kohezji [22, 23]. Najmniejszą wartość adhezji i kleistości odnotowano dla największego stopnia napełnienia i był to spadek o odpowiednio ok. 29 i 34%.

Na rys. 2 przedstawiono wyniki badań skurczu dla poszczególnych napełnień. Już niewielki dodatek bentonitu (0,5% mas.) obniżał wartość skurczu do ok. 0,5%, co oznaczało, że taśma ta spełnia wymogi zachodnich firm stawiane taśmom wprowadza-

Table 2. Cohesion at 20°C and 70°C, and thermal resistance expressed as temperature (°C) elapsing between the initial load on the sample until to cohesion/adhesion failure of the Si-PSA tapes with different bentonite addition
Tabela 2. Kohezja w temp. 20°C i 70°C oraz odporność termiczna wyrażona jako temperatura (°C) osiągnięta po początkowym obciążeniu próbki do momentu zerwania kohezji/adhezji taśm Si-PSA różnej zawartości bentonitu

Zawartość bentonitu, % mas.	Kohezja, h		SAFT, °C
	Temperatura pokojowa	70°C	
0,1	> 72	> 72	> 225
0,5	> 72	> 72	> 225
1,0	> 72	47,8	> 225
3,0	> 72	10,2	210

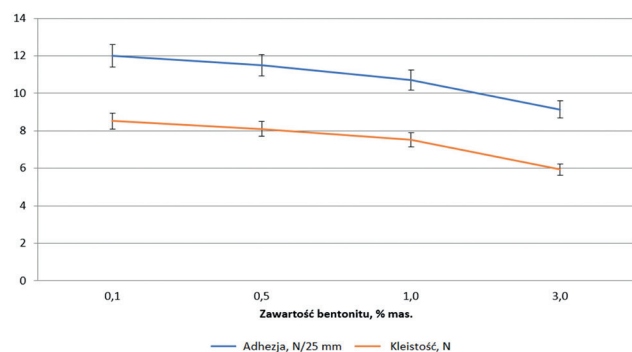


Fig. 1. The influence of addition bentonites on the value of adhesion and tack silicone pressure-sensitive adhesives

Rys. 1. Wpływ dodatku bentonitu na wartość adhezji i kleistości silikonowego kleju samoprzylepnego

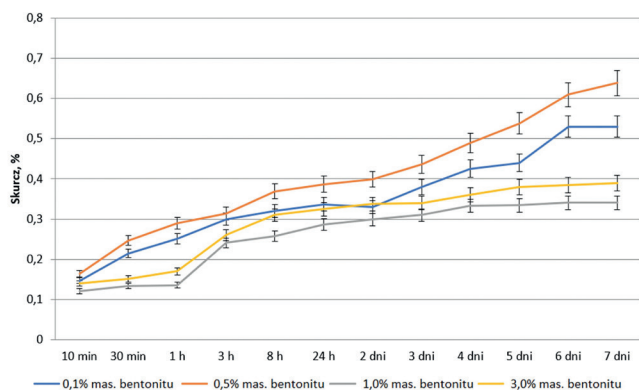


Fig. 2. The influence of addition bentonites on the value of shrinkage adhesives film
Rys. 2. Wpływ dodatku bentonitu na wartość skurczu filmu klejowego

Table 1. Properties of adhesive compositions without filler
Tabela 1. Właściwości kompozycji klejowej bez napełniacza

Adhezja do stali, N/25 mm	Kohezja w temperaturze pokojowej, h	Kohezja w 70°C, h	Kleistość, N	SAFT, °C	Skurcz po 7 dniach, %
13,8	> 72	> 72	9,0	95	1,3

dzanym na rynek. Najmniejszy skurcz uzyskano dla 3% mas. napełnienia (ok. 0,35%). Efekt stabilizacji usieciowanej warstwy klejącej uzyskany przez dodanie wypełniaczy do kompozycji klejowej jest efektem oczekiwanym, ale zwykle wiąże się z większymi stężeniami wypełnienia [24, 25].

3. PODSUMOWANIE

W pracy przedstawiono sposób otrzymywania nowych materiałów samoprzylepnych na bazie klejów silikonowych. Bentonit został wykorzystany do modyfikacji składu wyselekcjonowanych silikonowych klejów samoprzylepnych w celu uzyskania nowych taśm samoprzylepnych, wykazujących zwiększoną odporność termiczną. Jednocześnie nowa taśma zachowuje podstawowe właściwości użytkowe powyżej dopuszczalnych dla taśm samoprzylepnych: przyczepność 10 N/25 mm, przyczepność 8 N, spójność > 72 h, skurcz < 0,5% [21]. Najlepsze wyniki uzyskały taśmy zawierające 0,1–1,0% mas. wypełniacza, zachowując przy tym kohezję w temperaturze pokojowej i podwyższonej > 72 h oraz stabilny skurcz na poziomie ok. 0,5%, wykazując odporność termiczną powyżej 225°C. Główną różnicą pomiędzy otrzymanymi taśmami była wartość adhezji i kleistości, co świadczy o tym, że z otrzymanych materiałów można wyprodukować kilka rodzajów taśm samoprzylepnych.

Otrzymane taśmy charakteryzujące się podwyższoną odpornością termiczną mogą być stosowane jako materiały izolacyjne w pracach grzewczych i budowlanych (np. przy montażu kominów), przy maskowaniu w malowaniu proszkowym (pieczenie w piecach), lakierowaniu szkła, termodruku lub elektrotechnice w izolacji uzwojeń silników.

ŹRÓDŁO FINANSOWANIA

Prace realizowane w ramach projektu Lider numer LIDER/9/0028/L-11/19/NCBR/2020 finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju.

LITERATURA

- [1] Czech Z., Kowalczyk A., Świdarska J.: Pressure-sensitive adhesives for medical applications. *Wide Spectra of Quality Control* 17 (2011) 309–320.
- [2] Antosik A.K.: Wpływ organicznych środków sieciujących na właściwości fizyczne klejów samoprzylepnych na bazie silikonów. W *Wybrane zagadnienia inżynierii produkcji w zastosowaniach medycznych*, Karpiński R., Zubrzycki J., Maksymiuk J. (red.). Wydawnictwo Tygiel, Lublin (2015) 117–128.
- [3] Benedek I.: *Pressure-sensitive adhesives and applications*. Marcel Dekker (2005).
- [4] Antosik A.K., Ragańska P., Czech Z.: Termiczne sieciowanie samoprzylepnych klejów silikonowych nadtlakami organicznymi. *Polimery* 18 (2014) 25–30.
- [5] Pakdel A.S., Gabriel V., Berry R.M., Fraschini C., Cranston E.D., Dube M.A.: A sequential design approach for in situ incorporation of cellulose nanocrystals in emulsion-based pressure sensitive adhesives. *Cellulose* 27 (2020) 10837–10853.

- [6] Jovanović R., Dubé M.A.: Emulsion-based pressure-sensitive adhesives. A review. *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews* 44 (2004) 1–51.
- [7] Mirski Z., Piwowarczyk T.: Podstawy klejenia, kleje i ich właściwości. *Przegląd Spawalniczy* 8 (2008) 12–21.
- [8] Czech Z.: Development in the area of UV-crosslinkable solvent-based pressure-sensitive adhesives with excellent shrinkage resistance. *European Polymers Journal* 40 (2004) 2221–2227.
- [9] Czech Z.: Crosslinking of pressure-sensitive based on water-borne acrylate. *Polymer International* 52 (2003) 347–357.
- [10] Antosik A.K., Bednarczyk P., Czech Z.: Wpływ nanocząstek kaoliny na fizyczne właściwości samoprzylepnych klejów silikonowych. *Przem. Chem.* 7 (95) (2016) 1319–1321.
- [11] Tolia G., Li S.K.: Study of drug release and tablet characteristics of silicone adhesive matrix tablets. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics* 82 (2012) 518–525.
- [12] Lin S.B., Durfee L.D., Ekeland R.A., McVie J., Schallau G.K.: Recent advances in silicone pressure-sensitive adhesives. *Journal of Adhesion Science and Technology* 21 (2007) 605–623.
- [13] Czech Z., Milker R.: Development trends in pressure-sensitive adhesives systems. *Materials Science-Poland* 23 (2005) 1015–1022.
- [14] Ho K.Y., Dodou K.: Rheological studies on pressure-sensitive silicone adhesives and frug-in-adhesive layers as a means to characterize adhesive performance. *International Journal of Pharmaceutics* 333 (2007) 24–33.
- [15] Di Emidio G., Mazzieri F., Verastegui-Flores R.-D., Van Impe W., Bezuijen A.: Polymer-treated bentonite clay for chemical-resistant geosynthetic clay liners. *Geosynthetics International* 1 (22) (2015) 125–137.
- [16] Sauvage F.-X., Bach B., Moutounet M., Vemhet A.: Proteins in white wines. Thermo-sensitivity and differential adsorption by bentonite. *Food Chemistry* 118 (2010) 26–34.
- [17] Christidis G.E., Blum A.E., Eberl D.D.: Influence of layer charge and charge distribution of smectites on the flow behavior and swelling of bentonites. *Applied Clay Science* 34 (2006) 125–138.
- [18] Antosik A.K., Mozelewska K., Czech Z., Piątek-Hnat M.: Influence of montmorillonite on the properties of silicone pressure-sensitive adhesives. Preparation of a double-sided tape based on the best composition. *Silicon* 12 (2020) 1887–1893.
- [19] Shaomin S., Li M., Liu A.: A review on mechanical properties of pressure sensitive adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 41 (2013) 98–106.
- [20] Tiu B.D.B., Delparastan P., Ney M.R., Gerst M., Messersmith P.B.: Enhanced adhesion and cohesion of bioinspired dry/wet pressure-sensitive adhesives. *ACS Applied Materials & Interfaces* 11 (2019) 28296–28306.
- [21] Antosik A.K., Makuch E., Gziut K.: Influence of modified attapulgite on silicone pressure-sensitive adhesives properties. *Journal of Polymer Research* 29 (2022).
- [22] Sowa D., Czech Z., Byczyński Ł.: Peel adhesion of acrylic pressure-sensitive adhesives on selected substrates versus their surface energies. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 49 (2014) 38–43.
- [23] Tordjeman P., Papon E., Villenave J.J.: Tack properties of pressure-sensitive adhesives. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 38 (2000) 1201–1208.
- [24] Antosik A.K., Bednarczyk P., Czech Z.: Jednostronnie klejące taśmy na bazie samoprzylepnych klejów silikonowych – dobór najlepszych kompozycji. *Chemik* 69 (2015) 95–97.
- [25] Mapari S., Mestry S., Mhaske S.T.: Developments in pressure-sensitive adhesives. A review. *Polymer Bulletin* 78 (2021) 4075–4108.

Influence of the ageing temperature on the microstructure and selected mechanical properties of Ti24Nb4Zr8Sn alloy

Wpływ temperatury starzenia na mikrostrukturę i wybrane właściwości mechaniczne stopu Ti24Nb4Zr8Sn

ROBERT DĄBROWSKI *

ORCID: 0000-0002-4922-7973

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej,
AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie,
ul. Czarnowiejska 66, 30-059 Kraków
*e-mail: rdabrow@agh.edu.pl

The aim of the study was to evaluate the microstructure and selected mechanical properties of the Ti24Nb4Zr8Sn alloy in the state after supersaturation, i.e. cooling in water from the selected annealing temperature (800°C) and ageing in the temperature range 350–600°C. The test results indicated the presence of the β phase in the supersaturated state in the alloy microstructure and the α phase precipitates – starting from the ageing temperature of 400°C. The hardness of the alloy samples was determined in the state after supersaturation and throughout the entire ageing temperature range. In the supersaturated state (cooled in water from 800°C), the minimum hardness of the alloy was recorded, i.e. 236 HV, which corresponds to the highest impact energy (KV = 109.5 J). A decrease in the fracture toughness of the alloy was observed with the increase in the ageing temperature in the range of 350–600°C. It has been shown that in the state after supersaturation, supersaturation and ageing, the fractures of the samples are quasi-brittle with a different volume fracture of the intercrystalline and transcrystalline fracture.

Keywords: β titanium alloy, microstructure, hardness, fracture toughness

Celem pracy była ocena mikrostruktury i wybranych własności mechanicznych stopu Ti24Nb4Zr8Sn w stanie po przesycaeniu, tj. oziębianiu w wodzie z wybranej temperaturze wygrzewania (800°C) i starzeniu w zakresie temp. 350–600°C. Wyniki badań wskazywały na obecność w mikrostrukturze stopu fazy β w stanie przesyconym oraz wydzielenie fazy α , począwszy od temperatury starzenia 400°C. Twardość próbek stopu wyznaczono w stanie po przesycaeniu oraz w całym zakresie temperatur starzenia. W stanie przesyconym (oziębionym w wodzie od 800°C) odnotowano minimalną twardość stopu, tj. 236 HV, której odpowiadała największa odporność na pękanie (KV = 109,5 J). Wraz ze wzrostem temperatury starzenia w zakresie 350–600°C obserwowano spadek odporności na pękanie stopu. Wykazano, że w stanie po przesycaeniu oraz przesycaeniu i starzeniu przełomy próbek są quasi-krucho, o różnym udziale objętościowym przełomu międzykrystalicznego i transkrystalicznego.

Słowa kluczowe: stop tytanu β , mikrostruktura, twardość, odporność na pękanie

1. WPROWADZENIE

Intensywny rozwój stopów tytanu doprowadził pod koniec XX w. i na początku XXI w. do opracowania nowych grup stopów z układu Ti-Nb-Zr oraz Ti-Nb-Zr-Sn, które mają perspektywiczne znaczenie, np. w dziedzinie medycyny [1–8]. Do tej ostatniej grupy należy badany w pracy stop Ti24Nb4Zr8Sn. Jest to wyjątkowy stop, wyróżniający się spośród rodziny stopów Ti-Nb-Zr-Sn wy-

stępowaniem w mikrostrukturze w stanie wyżarzonym normalizująco wyłącznie fazy β . W tabeli 1 przedstawiono składy fazowe wybranych stopów tytanu z układu Ti-Nb-Zr-Sn, wg [8].

Duże zainteresowanie stopem Ti24Nb4Zr8Sn wynika z jego stosunkowo (w porównaniu z innymi stopami tytanu czy kobaltu) niskiego modułu sprężystości wzdłużnej Younga równego ok. 42 GPa. Jest to wartość zbliżona do modułu sprężystości ludzkiej kości, co przy dobrych pozostałych własnościach, takich

Table 1. Phase compositions of selected Ti-Nb-Zr-Sn alloys, acc. to [8]

Tabela 1. Składy fazowe wybranych stopów tytanu z układu Ti-Nb-Zr-Sn, wg [8]

-	20Nb	22Nb	24Nb	26Nb
2Zr-7.5Sn			$\beta + \alpha''$	
4Zr-7.5Sn	$\beta + \alpha''$	$\beta + \alpha''$	β	β
8Zr-7.5Sn			$\beta + \omega$	
4Zr-3.5Sn	$\alpha'' + \omega$	$\alpha'' + \omega$	$\beta + \alpha''$	$\beta + \alpha''$
4Zr-11.5Sn	$\beta + \omega$		$\beta + \omega$	$\beta + \omega$

jak odporność na korozję, biogodność czy brak kancerogenności daje możliwości na zastosowanie tego stopu w dziedzinie inżynierii biomedycznej [8–10]. Rui i wspólr. [8] podejmowali próby zastosowania tego stopu na elementy złączne, np. klamry w przypadku złamań kości udowej człowieka, lub też jako elementy złączne części krzyżowej kręgosłupa. Jednym z kolejnych wymagań stawianych tego typu materiałom jest dobra plastyczność, którą w tym wypadku nadaje obecność fazy β . Stop ten zawiera w składzie chemicznym 24% niobu, który jest pierwiastkiem stabilizującym fazę β , oraz dodatki w postaci cyny i cyrkonu, które powstrzymują powstanie fazy α , obniżają temperaturę początku przemiany martenzytycznej i umacniają ten stop roztworowo [4, 6, 8, 9]. Należy zwrócić uwagę na to, że dwuskładnikowe stabilne stopy β z układu Ti-Nb, które zawierają przynajmniej 24% Nb wciąż posiadają zbyt duży moduł sprężystości wzdłużnej. Zamiana części niobu na cyrkon pozwala na jego zmniejszenie do stosunkowo niskiego poziomu, niestety nie wpływa to zbyt efektywnie na stabilizację fazy β [11]. Z kolei dodatek cyny umacniającej roztworowo stopy tytanu działa w sposób zróżnicowany na mikrostrukturę. Stopy z układu Ti-Nb-Zr-Sn przy zawartości 20–26% Nb, 2–4% Zr i 8% Sn nie zawierają w strukturze fazy ω (szkodliwej, ponieważ wywołuje ona kruchość stopów) [8, 12, 13]. Dodatek Sn w tych stopach obniża ich temperaturę topnienia, granicę sprężystości i plastyczności. Zaletą stopów z dodatkiem Sn jest duża odporność na pękanie w temperaturze pokojowej [8–10].

Badany stop należy do grupy stopów biomedycznych nowej generacji, mających perspektywiczne znaczenie w dziedzinie medycyny z uwagi na obecność w składzie chemicznym pierwiastków witalnych występujących także w organizmie ludzkim, czyli Nb i Zr. Doniesienia literaturowe wskazują na nieco ograniczone zastosowanie wspomnianego stopu (jedynie na implanty krótkotrwałe), ze względu na obecność Sn w składzie chemicznym [4, 8, 14]. Implanty krótkotrwałe oprócz bardzo dobrej odporności na korozję i dużej wytrzymałości względnej powinny charakteryzować się połączeniem dużej wytrzymałości, twardości i odporności na pękanie [3–6, 8, 10, 14]. Te cechy implantu są determinowane przez uzyskanie odpowiedniej mikrostruktury stopu, którą można kształtować przez zastosowanie obróbki cieplnej.

W artykule podjęto zagadnienia kształtowania mikrostruktury i odporności na pękanie stopu tytanu β w gatunku Ti24Nb4Zr8Sn po zastosowaniu wybranych zabiegów obróbki cieplnej. Uzyskane wyniki badań posłużą do uzupełnienia baz danych zarówno jakościowych, jak i ilościowych dotyczących własności mechanicznych stopu Ti24Nb4Zr8Sn. Stanowią także przyczynek do oce-

ny wskaźników własności wytrzymałościowych i plastycznych w statycznej próbie rozciągania oraz do opracowania podobnych charakterystyk zmian mikrostruktury i własności mechanicznych badanego stopu w całym zakresie temperatur starzenia (dla innych temperatur uprzedniego przesycania). Opracowanie kompleksowej bazy danych pozwoli w przyszłości na optymalizację własności i wybór tych, które będą wymagane przez użytkowników elementów wykonanych ze stopu Ti24Nb4Zr8Sn.

2. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

2.1. MATERIAŁY

Badania zrealizowano na stopie w gatunku Ti24Nb4Zr8Sn należącym do grupy stopów β , a jego skład chemiczny zgodnie z normą ASTM B348 oraz wg analizy kontrolnej podano w tabeli 2. Analizę kontrolną składu chemicznego wykonano, używając spektrometru absorpcji atomowej Solaar M6.

2.2. METODYKA BADAŃ

Materiał do badań dostarczono w formie pręta o średnicy 28 mm i długości 1000 mm, z którego następnie wycięto próbki do badań mikroskopowych, dyfrakcyjnych oraz odporności na pękanie. Materiał dostarczono w stanie po przeróbce plastycznej na gorąco oraz wyżarzaniu.

Badania mikrostruktury stopu po wygrzewaniu w temp. 800°C, oziębianiu w wodzie oraz starzeniu w temp. 350–600°C wykonano, używając mikroskopu świetlnego Axiovert 200 MAT. Dokonano obserwacji metalograficznych przygotowanych zgładów o wymiarach 12×12×12 mm. Próbki inkludowano w durakrylu, szlifowano mechanicznie i na papierach ściernych, a następnie polerowano w zawieszinie SiC. Przygotowane zgłady metalograficzne trawiono dwustopniowo, czyli w 6-proc. HF, a następnie w roztworze o składzie 2 mL HF + 2 mL HNO₃ + 96 mL H₂O.

Badania rentgenograficzne wykonano przy użyciu aparatu PANalytical Empyrean z lampą miedzianą o długości fali 1,54 Å. Posłużyły one do identyfikacji faz występujących w stopie podanemu siedmiu wariantom obróbki cieplnej opisanym w tabeli 3.

Pomiary twardości wykonano twardościomierzem Vickersa typ HPO 250. Stosowano obciążenie wgłębnika 10 kG (98 N).

Badania odporności na pękanie stopu wykonano metodą Charpy'ego, stosując próbki z karbem w kształcie litery V, zgodnie z PN-EN 10045-1/1994. Próbki o wymiarach 11×11×55 mm obrabiano cieplnie, czyli oziębiano w wodzie po wygrzewaniu w temp. 800°C przez 1 h oraz starzono w temp. 400, 500 i 600°C

Table 2. Chemical composition of Ti24Nb4Zr alloy (% by mass)
Tabela 2. Skład chemiczny stopu Ti24Nb4Zr8Sn (% mas.)

Skład chemiczny	Nb	Zr	Sn	Fe	C	N	H	O
ASTM B348	23,5–24,5	3,5–4,5	7,5–8,5	< 0,3	< 0,5	< 0,3	< 0,02	< 0,12
Analiza kontrolna	22,0	4,8	8,4	0,25	0,041	0,055	0,017	0,11

przez 5 h. Następnie szlifowano próbki do wymiaru końcowego 10×10×55 mm. Używano młota wahadłowego o energii potencjalnej 150 J. W próbie wyznaczono wartość pracy złamania (KV) oraz udarności (KCV).

Przełomy próbek użytych w próbie udarności posłużyły do oceny ich fraktografii przy użyciu mikroskopu skaningowego firmy NovaNano SEM 450.

2.3. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Badania stopu Ti24Nb4Zr8Sn wykonano dla wybranej temperatury wygrzewania (800°C), dla której wielkość ziarna pierwotnej fazy β (D) określono na 0,162 mm [15]. W przypadku stopów tytanu jest to ziarno drobne, dlatego badania, będące kontynuacją pracy [15], zdecydowano się wykonać dla tej właśnie temperatury.

Na rys. 1 zaprezentowano mikrostrukturę badanego stopu w stanie po przesycaniu, czyli wygrzewaniu w temp. 800°C przez 1 h i oziębianiu w wodzie. W mikrostrukturze stopu widoczne były ciemniejsze i jaśniejsze ziarna fazy β . Potwierdzeniem występowania jedynie tej fazy w mikrostrukturze jest dyfraktogram rentgenowski przedstawiony na rys. 2.

Zmiany w mikrostrukturze stopu w zakresie temperatury starzenia 350–600°C pokazano na rys. 3 i 4. Mikrostruktura próbki starzonej w temp. 350°C (rys. 3a) wykazywała pewne podobieństwo do mikrostruktury w stanie przesyconym. W stanie zestarzonej w temp. 350°C nieco łatwiej trawiły się granice ziaren jako miejsca o obniżonej energii. Należy odnotować, że w jednofazowych stopach tytanu β zasadnicze zmiany mikrostruktury rozpoczynają się dopiero od temp. ok. 400°C [3, 5, 16, 17]. Jest to spowodowane dużą trwałością i stabilnością fazy β , a wydzielanie nowej fazy α lub związków międzymetalicznych zachodzi w temperaturach starzenia w zakresie 400–

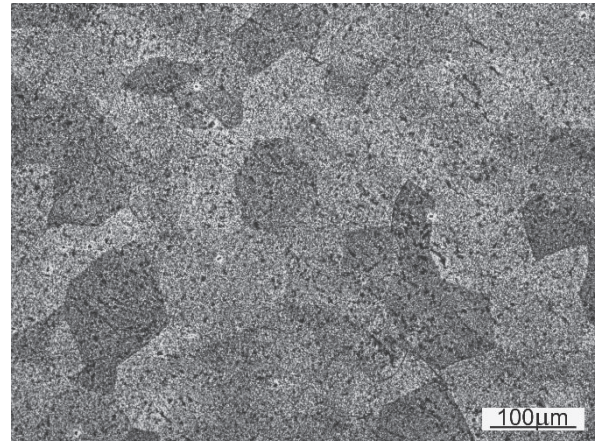


Fig. 1. The microstructure of Ti24Nb4Zr8Sn alloy in supersaturated state (800°C/1 h/WQ)

Rys. 1. Mikrostruktura stopu Ti24Nb4Zr8Sn w stanie po wygrzewaniu w temp. 800°C przez 1 h i oziębianiu w wodzie

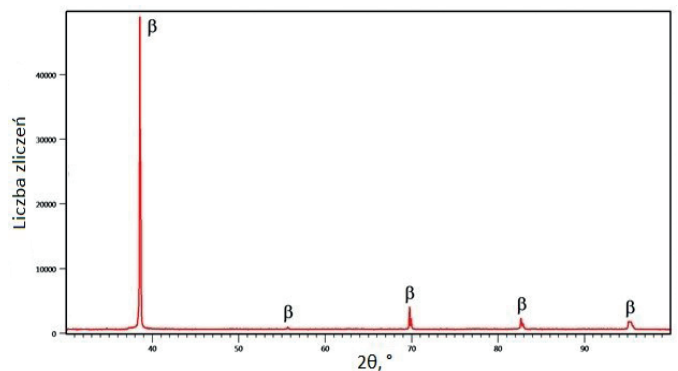


Fig. 2. XRD pattern for specimen of Ti24Nb4Zr8Sn alloy (800°C/1h/WQ)

Rys. 2. Dyfraktogram rentgenowski próbki stopu Ti24Nb4Zr8Sn po wygrzewaniu w temp. 800°C przez 1 h i oziębianiu w wodzie

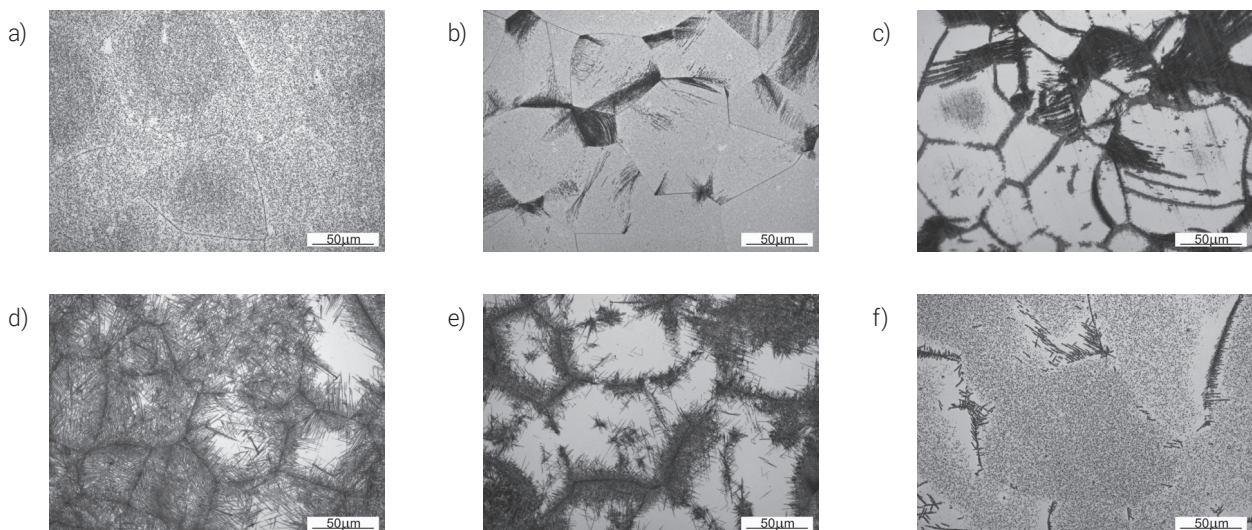


Fig. 3. The microstructure of Ti24Nb4Zr8Sn alloy, obtained after supersaturating with temperature 800°C and ageing at: 350°C (a), 400°C (b), 450°C (c), 500°C (d), 550°C (e), 600°C (f)

Rys. 3. Mikrostruktura stopu Ti24Nb4Zr8Sn po przesycaniu z temp. 800°C i starzeniu w temp.: 350°C (a), 400°C (b), 450°C (c), 500°C (d), 550°C (e), 600°C (f)

600°C. Podobna sytuacja ma także miejsce w dwufazowych stopach martenzytycznych tytanu, w których intensywny rozpad martenzytu (α' lub α'') z wydzieleniem drobnodispersyjnych faz α i β przebiega także w zakresie temperatury starzenia 400–600°C [14, 16–18]. W przypadku stopu Ti24Nb4Zr8Sn, poczynsz od temp. 400°C, obserwowano bardziej pogrubione granice ziaren pierwotnej fazy β , które mogły świadczyć o obecności fazy α wydzielonej z przesyconej fazy β (rys. 3b). Obecność fazy α potwierdzono też w badaniach metodą XRD. Prawdopodobnie

maksimum wydzielania tej fazy zachodzi w temp. 500°C (rys. 3d), ponieważ w tej temperaturze odnotowano maksymalną twardość stopu wynoszącą 273 HV. Należy przypuszczać, że z dalszym wzrostem temperatury starzenia (do 600°C) ulega zmianie udział objętościowy oraz zmniejsza się stopień dyspersji fazy α , bowiem w temp. 600°C twardość stopu malała do 238 HV.

Na rys. 4 zaprezentowano dyfraktogramy rentgenowskie próbek stopu Ti24Nb4Zr8Sn po starzeniu w temp. 350–600°C. W stanie po starzeniu w niskiej temperaturze (350°C) obserwowano-

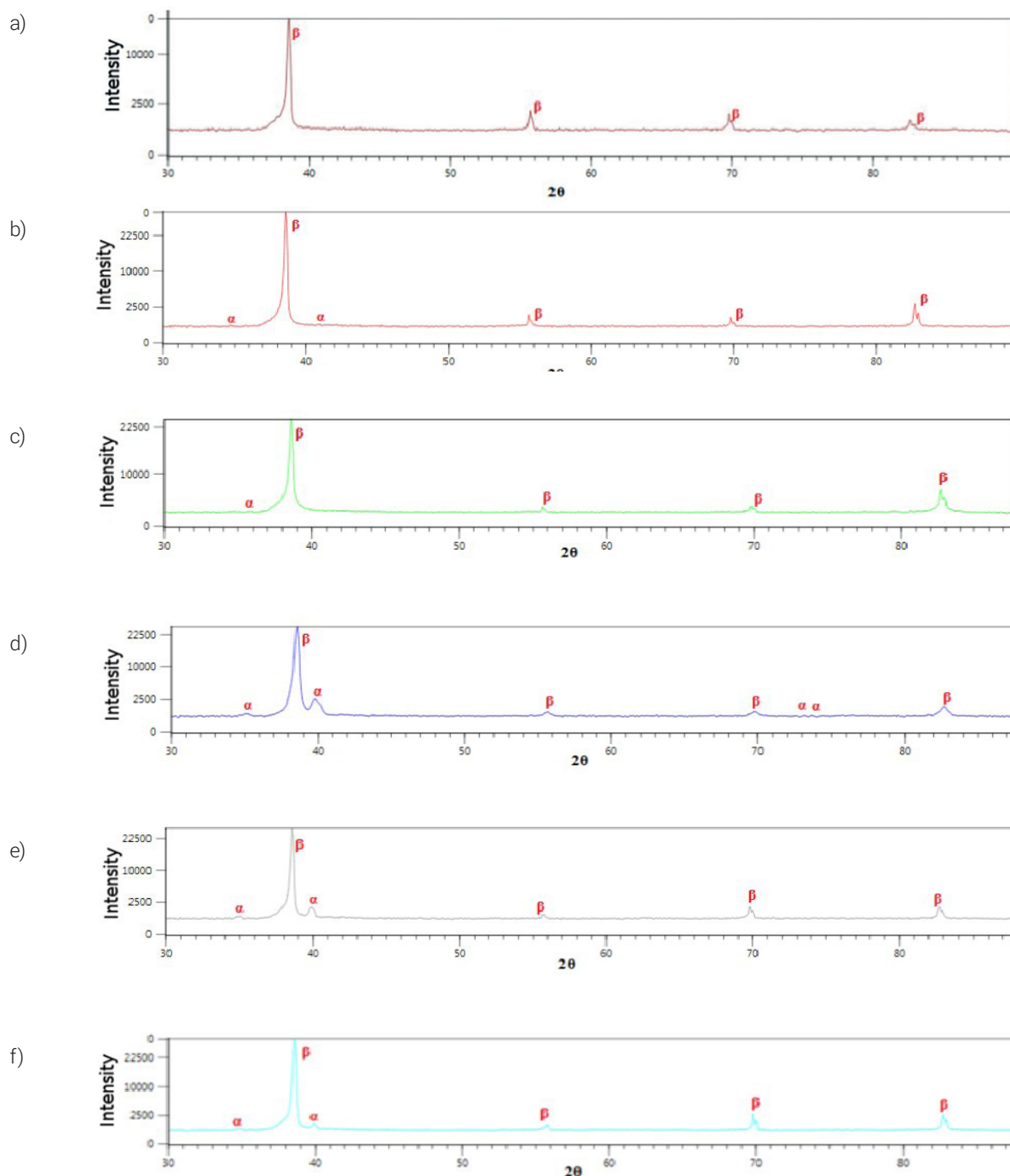


Fig.4. XRD pattern for specimens of Ti24Nb4Zr8Sn alloy after aged at 350°C (a), 400°C (b), 450°C (c), 500°C (d), 550°C (e) and 600°C (f)

Rys. 4. Dyfraktogramy rentgenowskie próbek stopu Ti24Nb4Zr8Sn w stanie po starzeniu w temp.: 350°C (a), 400°C (b), 450°C (c), 500°C (d), 550°C (e) and 600°C (f)

Table 3. Results of the hardness and fracture toughness of Ti24Nb4Zr8Sn alloy after heat treatment
Tabela 3. Wyniki badań twardości i odporności na pękanie stopu Ti24Nb4Zr8Sn po obróbce cieplnej

Parametry procesu starzenia		Parametry procesu przesykania 800°C/1 h/woda		
Temperatura, °C	Czas, h	HV 10	KV, J	KCV, J/cm ²
-	-	236±3	109,5±1,8	136,9
350	5	237±2	-	-
400	5	241±2	60,0±1,4	75,0
450	5	245±1	-	-
500	5	273±4	46,1±2,1	57,6
550	5	244±1	-	-
600	5	238±3	24,6±1,7	30,8

no jedynie refleksy pochodzące od fazy β (podobnie jak w stanie przesyconym). Począwszy od temp. 400°C widoczne były także piki dyfrakcyjne pochodzące od fazy α .

W tabeli 3 zamieszczono wyniki badań twardości oraz odporności na pękanie stopu, tj. pracy złamania oraz udarności (uzyskane w próbie Charpy'ego) w stanie przesyconym oraz starzonym w zakresie temp. 350–600°C. Są one potwierdzeniem zmian zachodzących w mikrostrukturze badanego stopu.

W stanie przesyconym twardość badanego stopu była najmniejsza i wynosiła 236 HV. Należy przypuszczać, że zmiany twardości próbek stopu Ti24Nb4Zr8Sn starzonych w zakresie temp. 400–600°C, po uprzednim wygrzewaniu i oziębianiu z temp. 800°C, były związane z wydzielaniem z przesyconej fazy β nowej fazy α o strukturze heksagonalnej zwartej. Wraz ze zmianą temperatury starzenia zmieniał się udział objęściowy, jak i stopień dyspersji fazy α . Należy sądzić, że maksimum intensywności wydzielania nowej fazy α zachodziło w temp. ok. 500°C, w której odnotowano maksymalną twardość, tj. 273 HV. Po przekroczeniu tej temperatury dochodziło prawdopodobnie do koagulacji fazy α . Zmiany twardości badanego stopu w analizowanym zakresie temperatur starzenia były więc spowodowane zmianą udziału powierzchni granic międzyfazowych β/α , zmianami naprężeń wewnętrznych w materiale i przede wszystkim odkształceniem sieci krystalicznej wskutek pojawienia się fazy α o różnej objętości właściwej w stosunku do fazy β (będącej osnową stopu) (rys. 5).

W warunkach próby dynamicznej (próby Charpy'ego) maksymalną odpornością na pękanie charakteryzował się stop Ti24Nb4Zr8Sn w stanie przesyconym (oziębionym w wodzie od temp. 800°C). Praca złamania wynosiła wówczas 109,5 J i była spowodowana obecnością w mikrostrukturze miękkiej i ciągliwej fazy β . Zastosowanie zabiegu starzenia obniżało odporność na pękanie stopu, najprawdopodobniej skutkiem pojawienia się nowej fazy α w osnowie fazy β . Minimalną wartość pracy złamania wynoszącą 24,6 J odnotowano w temperaturze starzenia stopu równej 600°C.

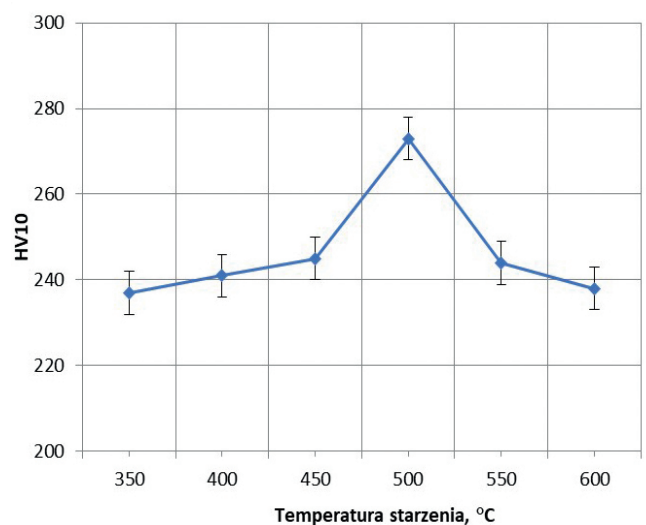


Fig. 5. Influence of the ageing temperature on the hardness of Ti24Nb4Zr8Sn alloy, after supersaturation from 800°C
Rys. 5. Wpływ temperatury starzenia na twardość stopu Ti24Nb4Zr8Sn, uprzednio przesykanego z temp. 800°C

Na rys. 6 zaprezentowano przełomy próbek badanego stopu użytych do testu udarności po przesykaniu z temp. 800°C (rys. 6a) i kolejnych starzeniach w temp. 400°C (rys. 6b), 500°C (rys. 6c) i 600°C (rys. 6d), uzyskane na skaningowym mikroskopie elektronowym. Przełomy próbek udarnościowych przedstawione na rys. 6 są typowymi dla stopów tytanu β i bliskich β [19]. Po oziębianiu w wodzie od temp. 800°C przełom ma charakter *quasi*-kruchy transkrystaliczny (rys. 6a). Taki wariant obróbki cieplnej umożliwił uzyskanie pracy złamania wynoszącej 109,5 J (tabela 3). W mikrostrukturze tak obrobionego cieplnie stopu występuje faza β o strukturze RPC. W przypadku zastosowania zabiegu starzenia w temp. 400–600°C było widoczne wyraźne rozdrobnienie mikrostruktury (rys. 6b–6d). Przełomy pokazane na rys. 6b–6d zawierają różny udział objęściowy przełomu międzykrystalicznego i transkrystalicznego. Po starzeniu

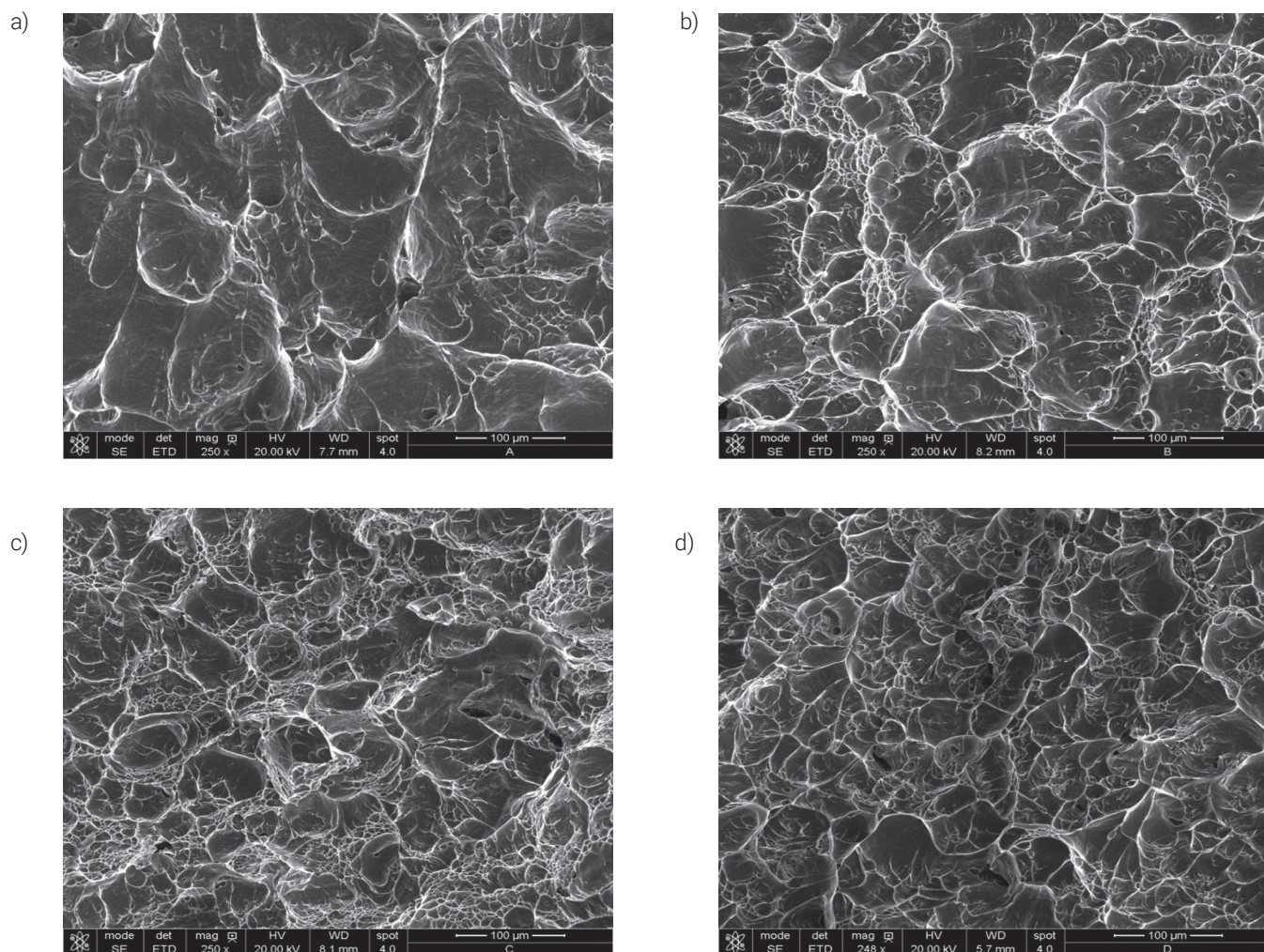


Fig. 6. Fracture surfaces of Ti24Nb4Zr8Sn alloy after supersaturating from 800°C (a) and ageing at: 400°C (b), 500°C (c), 600°C (d)
Rys. 6. Fotografie przełomów próbek stopu Ti24Nb4Zr8Sn po przesycaniu z 800°C (a) i starzeniu w temp.: 400°C (b), 500°C (c), 600°C (d)

w temp. 400 i 500°C w mikrostrukturze pojawiała się faza α o dużej dyspersji, stąd obserwowano obniżenie pracy złamania do 60 J ($T = 400^\circ\text{C}$) i 46,1 J ($T = 500^\circ\text{C}$). Zastosowanie starzenia w temp. 600°C skutkowało wydzielaniem fazy α prawdopodobnie bardziej skoagulowanej w porównaniu ze starzeniem w temp. 500°C. Faza ta tworzyła się na granicy ziaren pierwotnej fazy β , a płytki wzrastały w kierunku środka ziaren. Przełom obserwowany w temp. 600°C miał charakter *quasi*-kruchy. Pęknięcie rozpoczęło się w obszarze granic międzyfazowych, między wydzieleniami fazy α a osnową. Następnie rozwijało się wzdłuż granicy ziaren w kierunku wnętrza. W tej temperaturze praca złamania była minimalna i wynosiła 24,6 J. W temp. 600°C, zgodnie z [20], strefa odkształceń plastycznych rozwijająca się przed pęknięciem była prawdopodobnie duża. Skutkiem tego (ponieważ ziarno fazy β jest małe) na granicach tej fazy wydzielala się faza α , tworząc swego rodzaju siatkę. Odległość między wydzieleniami fazy α była mała, dlatego też pęknięcie łatwo propagowało i odporność na pękanie była największa. Płytki fazy α były bardziej skoagulowane (w porównaniu z temp. 500°C) i twardość była najmniejsza, równa 236 HV. Starzenie w temp. 400 i 500°C powodowało, że

strefa odkształceń plastycznych przed pęknięciem była mniejsza. W tych przypadkach ziarno fazy β było większe i występował mniejszy udział objętościowy fazy α w granicach ziaren fazy β . Z tego powodu odporność na pękanie w temp. 500°C była większa niż po starzeniu w temp. 600°C.

3. WNIOSKI

W mikrostrukturze stopu Ti24Nb4Zr8Sn w stanie przesyconym stwierdzono obecność jedynie fazy β , a po starzeniu w zakresie temp. 400–600°C występowanie faz α i β . W stanie przesyconym twardość stopu była najmniejsza i wynosiła 236 HV.

Wraz ze wzrostem temperatury starzenia w zakresie 350–600°C zaobserwowano istotne zmiany w twardości i odporności na pękanie stopu. Maksymalną twardość odnotowano w przypadku starzenia w temp. 500°C (273 HV), a po jej przekroczeniu spadek do 238 HV (w temp. 600°C).

Wydzielanie fazy α z przesyconej fazy β w procesie starzenia skutkowało zmniejszeniem odporności na pękanie stopu w za-

kresie temp. 400–600°C. Maksymalną pracą złamania (109,5 J) charakteryzował się stop w stanie bezpośrednio po przesycaniu.

Przełomy próbek badanego stopu w stanie po przesycaniu oraz przesycaniu i starzeniu są *quasi*-kruche, o różnym udziale objętościowym przełomu międzykrystalicznego i transkrystalicznego.

Przedstawione w artykule wstępne badania mikrostruktury i właściwości stopu Ti24Nb4Zr8Sn, poszerzone w przyszłości o badania wytrzymałości na rozciąganie oraz badania zmęczenia, mogą posłużyć do opracowania jego optymalnej obróbki cieplnej. Opracowanie kompleksowej bazy danych pozwoli na optymalizację własności i dobór tych, które będą niezbędne użytkownikom elementów wykonanych z badanego stopu. Wyniki badań mogą być również przydatne przy projektowaniu składów chemicznych, mikrostruktur i twardości nowych, jednofazowych stopów tytanu β .

LITERATURA

- [1] Geetha M., Singh A.K., Gogia A.K., Asokamani R.: Effect of thermo-mechanical processing on evolution of various phases in Ti-Nb-Zr alloys. *Journal of Alloys and Compounds* 384 (2004) 131–144.
- [2] Niinomi M.: Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 1/1 (2008) 30–42.
- [3] Jung T., Semboshi S., Masahashi N., Hanada S.: Mechanical properties and microstructures of β Ti-25Nb-11Sn ternary alloy for biomedical applications. *Materials Science and Engineering* (2013) 1629–1635.
- [4] Ninoomi M.: *Materials for biomedical devices*. Wood Head Publishing Limited (2010).
- [5] Sudhakar K.V., Konen K., Floreen K.: Beta-titanium biomedical alloy – effect of thermal processing on mechanical properties. *Archives of Metallurgy and Materials* 54/1 (2012) 397–425.
- [6] Yu Z.T., Zhang M.H., Tian Y.X., Cheng J., Ma X.Q., Liu H.Y., Wang C.: Designation and development of biomedical Ti alloys with finer biomechanical compatibility in long-term surgical implants. *Front. Mater. Sci.* 8/3 (2014) 219–229.
- [7] Dąbrowski R., Krawczyk J., Rożniata E.: Influence of the ageing temperature on the microstructure and selected mechanical properties of Ti13Nb13Zr alloy. *Key Engineering Materials* 682 (2016) 24–30.
- [8] Rui Y., Hao Y., Li S.: Development and application of low-modulus biomedical titanium alloy Ti2448. *Biomedical Engineering. Trends in Materials Science* (2011) 225–248.
- [9] Zhang Y.W., Li S.J., Obbard E.G., Wang H., Wang S.C., Hao Y.L., Yang R.: Elastic properties of Ti-24Nb-4Zr-8Sn single crystals with BCC crystal structure. *Acta Materialia* 59 (2010) 3081–3090.
- [10] Bai Y., Li S.J., Prima F., Hao Y.L., Yang R.: Electrochemical corrosion behaviour of Ti-24Nb-4Zr-8Sn alloy in a simulated physiological environment. *Applied Surface Science* 258 (2011) 4035–4040.
- [11] Hao Y., Li S., Sun S., Yang R.: Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti-Nb-based alloys. *Material Science Engineering A* 441 (2006) 112–118.
- [12] Ankem S., Greene C.A.: Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys. *Materials Science and Engineering A* 263 (1999) 127–131.
- [13] Hickman B.S.: The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys. *Journal of Materials Science* 4 (1969) 554–563.
- [14] Wanhill R., Barter S.: *Titanium alloys*. Springer Briefs in Applied Sciences and Technology. Metallurgy and Microstructure 2 (2012) 5–10.
- [15] Dąbrowski R., Cios G., Krawczyk J.: Influence of the supersaturating temperature on the microstructure and hardness of Ti24Nb-4Zr8Sn alloy. *Key Engineering Materials* 687 (2016) 55–61.
- [16] Layens C., Peters M.: *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. Wiley-VCH (2003).
- [17] Lütjering G., Williams J.C.: *Titanium*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2003).
- [18] Dąbrowski R., Krawczyk J., Rożniata E.: Influence of the ageing temperature on the selected mechanical properties of Ti6Al7Nb alloy. *Key Engineering Materials* 641 (2015) 120–123.
- [19] Joshi V.A.: *Titanium alloys. An atlas of structure and fracture features* (2006) 7–13.
- [20] Pacyna J.: *Metaloznawstwo pęknięcia stali narzędziowych. Metalurgia i Odlewnictwo* 120 (1988).

PORTAL INFORMACJI TECHNICZNEJ

największa baza publikacji on-line

www.sigma-not.pl

Rheological properties of copper alloy in liquid and semi-solid state

Właściwości reologiczne stopów miedzi w stanie ciekłym i stało-ciekłym

KRZYSZTOF SOŁEK*

ORCID: 0000-0003-1687-3933

Katedra Plastycznej Przeróbki Metali i Metalurgii Ekstrakcyjnej,
Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, AGH w Krakowie,
al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków
*e-mail: ksolek@metal.agh.edu.pl

An analysis of the basic rheological properties of a selected copper alloy in a liquid and partially liquid state was presented, due to the lack of sufficient research in this field in the literature and the potential possibilities of using thixotropic technologies to shape alloys on a copper matrix. The analysis carried out a complex characteristic of viscosity in terms of the influence of temperature shear rate. The results were enriched with rheological models that can be used in simulation studies.

Keywords: copper alloy, rheological properties, rheological models

W pracy przedstawiono analizę podstawowych właściwości reologicznych wybranego stopu miedzi w stanie ciekłym oraz częściowo ciekłym, z uwagi na brak w literaturze dostatecznej liczby badań z tego zakresu oraz potencjalne możliwości wykorzystania technologii tiksotropowych do kształtowania stopów na podstawie miedzi. Przeprowadzona analiza obejmowała złożoną charakterystykę lepkości pod kątem wpływu temperatury oraz prędkości odkształcenia. Wyniki wzbogacono o modele reologiczne, które mogą być wykorzystywane w badaniach symulacyjnych.

Słowa kluczowe: stopy miedzi, właściwości reologiczne, modele reologiczne

1. WPROWADZENIE

Stopy miedzi należą do jednej z podstawowych grup metali charakteryzujących się szerokim wachlarzem zastosowań w wielu gałęziach przemysłu, w szczególności przemysłu maszynowego, elektrycznego, budowlanego oraz morskiego. Tak szeroki zakres zastosowań wynika z wielu zalet, jakimi charakteryzują się te stopy. Na uwagę zasługują tutaj trzy podstawowe cechy, takie jak dobre właściwości mechaniczne, duża odporność na korozję oraz dobre przewodnictwo elektryczne.

Stopy miedzi, tak jak inne metale, można kształtować w oparciu o technologie odlewnicze oraz technologie plastycznej przeróbki metali. Z reguły procesy odlewnicze nie gwarantują wyrobów o tak dużej wytrzymałości, jak to ma miejsce w przypadku procesów plastycznej przeróbki. Wiąże się to ze stopniem przerobu, którego miarą jest całkowite zakumulowane odkształcenie materiału w stanie stałym gwarantujące brak porowatości oraz umocnione ziarno mikrostruktury. Kwalifikacja stopów miedzi do procesów kształtowania jest oparta o kryterium plastyczności materiału. Stopy o małej plastyczności są odlewane, zaś stopy o dużej plastyczności są formowane z wykorzystaniem technik plastycznej przeróbki. Trzecim, ale niszowym sposobem formowania stopów metali jest formowanie w stanie stało-ciekłym [1, 2]. Proces taki, zwany formowaniem tiksotropowym, jest wykorzystywany do formowania stopów charakteryzujących się szerokim zakresem temperatury pomiędzy punktami solidus oraz likwidus.

Z technologicznego punktu widzenia formowanie w stanie stało-ciekłym realizuje się z wykorzystaniem wysokociśnieniowych maszyn odlewniczych oraz pras kuźniczych. Pierwszy wariant zwany jest tiksoodlewaniem (*thixocasting*), a drugi tiksokuciem (*thixoforging*). Warianty te przedstawiono na rys. 1.

Badania właściwości reologicznych wybranego stopu miedzi w stanie stało-ciekłym mają dwa podstawowe cele. Pierwszy z nich to dobór parametrów procesów formowania tiksotropo-

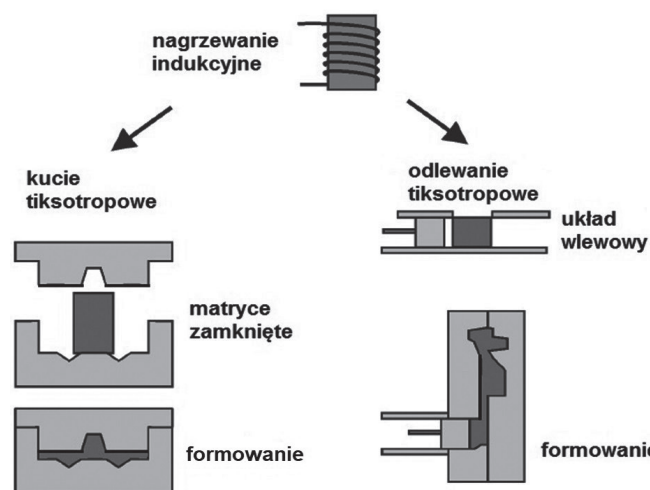


Fig. 1. Technological methods of metal alloys forming in semi-solid state
Rys. 1. Technologiczne metody formowania stopów metali w stanie stało-ciekłym

wego. Obecnie nie realizuje się kształtowania stopów miedzi w stanie stało-ciekłym na skalę przemysłową. Zatem przeprowadzone w pracy badania mają dowieść potencjalnej możliwości realizacji takich procesów. Drugi cel jest związany z modelowaniem procesów kształtowania. Reologia jest nauką o zachowaniu ośrodków ciągłych poddanych obciążeniom mechanicznym. Do modelowania procesów formowania tiksotropowego najczęściej wykorzystuje się opis właściwości reologicznych w postaci współczynnika lepkości dynamicznej. Modelowane matematyczne, zwłaszcza wspierane wykorzystaniem maszyn cyfrowych, jest relatywnie tanim i skutecznym narzędziem projektowania oraz optymalizacji procesów przemysłowych.

W ramach badań wykonano pomiary lepkości dynamicznej wybranego stopu miedzi. Współczynnik ten jest funkcją wielu parametrów, z których najważniejszymi są temperatura oraz prędkość odkształcenia postaciowego, nazywana często prędkością ścinania. Wpływ temperatury jest szczególnie istotny, zwłaszcza w zakresie temperatur krzepnięcia. Przemiana fazowa w trakcie chłodzenia powoduje wzrost ułamka fazy stałej, co prowadzi do istotnego zwiększenia lepkości. Drugi parametr wpływający znacząco na lepkość to prędkość odkształcenia postaciowego. Oznacza to, że stopy miedzi w stanie ciekłym i stało-ciekłym są cieczami nienewtonowskimi. W pracy zidentyfikowano właściwości lepkoplastyczne stopów miedzi wynikające ze zjawiska rozrzedzania ścinaniem. Zjawisko to polega na zmniejszaniu lepkości wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia postaciowego.

2. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Przetwarzanie stopów metali w stanie stało-ciekłym wymaga szerokiego zakresu temperatur krzepnięcia. Wymóg ten wynika z braku możliwości zachowania w warunkach przemysłowych warunków idealnie izotermicznych, zwłaszcza w wysokich temperaturach bliskich 1000°C. Do oceny możliwości poddania stopów metali formowaniu w stanie stało-ciekłym wykorzystuje się kryteria związane ze stabilnością stanu stało-ciekłego dające technologiczne możliwości poprawnego przeprowadzenia procesu. Wśród tych kryteriów można wymienić różnicę temperatur pomiędzy punktami solidus i likwidus, wielkość zakresu temperatur dla ułamka fazy ciekłej w zakresie 20–60% ułamka fazy ciekłej lub np. pochodną ułamka fazy ciekłej po temperaturze dla ułamka fazy ciekłej wynoszącego 40%. Przyjmuje się, że różnica temperatur pomiędzy punktami solidus i likwidus powinna być większa niż 100°C, wielkość zakresu temperatur dla ułamka fazy ciekłej w zakresie 20–60% powinna wynosić co najmniej 40°C, a pochodna ułamka fazy ciekłej po temperaturze powinna być mniejsza niż 0,01 [3].

Stopy miedzi dzielą się na mosiądze oraz brązy. Mosiądz jest to stop miedzi z cynkiem. Stopy te zawierają ok. 46–97% miedzi. Mosiądze specjalne, oprócz miedzi i cynku, zawierają mangan, ołów, żelazo, aluminium, krzem, nikiel i cynę. Właściwości mechaniczne mosiądzów zależą od zawartości cynku. Wraz ze wzrostem zawartości cynku zwiększa się wytrzymałość

i plastyczność. Mosiądze dzieli się na odlewnicze i do obróbki plastycznej. Mosiądze odlewnicze są stopami wieloskładnikowymi i zawierają: do 4,5% krzemu, do 4% manganu, do 4% ołowiu, do 3% aluminium i do 1,5% żelaza. Ołów i krzem poprawiają leżność, a cynk, aluminium, mangan i żelazo podwyższają właściwości wytrzymałościowe. Mosiądze do obróbki plastycznej mają mniejszą zawartość składników stopowych niż mosiądze odlewnicze, ponieważ zwiększona zawartość niektórych dodatków stopowych pogarsza właściwości plastyczne stopu. Brązy dzieli się na odlewnicze i do obróbki plastycznej. W zależności od nazwy głównego składnika stopowego rozróżnia się brązy alumińowe, berylone, cynowe, krzemowe lub manganowe.

2.1. MATERIAŁY

W pracy przeanalizowano wiele układów fazowych miedzi z innymi pierwiastkami oraz wykonano symulacje ułamka fazy ciekłej w funkcji temperatury dla szeregu stopów komercyjnych. Z przeprowadzonej analizy wynika, że szeroki zakres temperatur krzepnięcia występuje w stopach miedzi z cyną, aluminium, krzemem oraz berylem. Analizy właściwości stopów z berylem zaniechano z powodu dużej toksyczności tych stopów w stanie ciekłym (stopy te zawierają 1,6–2,1% berylu). Wśród brązów alumińowych potencjalnym kandydatem był stop BA1032 (CuAl10Fe3Mn2). Stop ten posiada zakres temperatury krzepnięcia wynoszący zaledwie ok. 60°C (1050–1110°C). Interesujące właściwości posiadają stopy miedzi z krzemem. Przykładem jest tutaj stop CuSi3 z zakresem temperatury krzepnięcia wy-

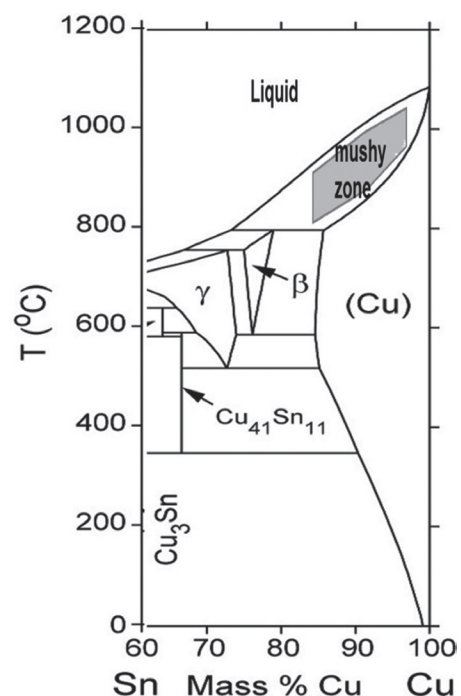


Fig. 2. Phase diagram of Cu-Sn alloy with indicated temperature and chemical composition range of manufacturing in semi-solid state
Rys. 2. Układ fazowy stopu Cu-Sn z zaznaczonym przedziałem temperatur i składu chemicznego przetwarzania w stanie stało-ciekłym

noszącym ok. 70°C (965–1035°C). Kolejnym stopem, który rozpatrywano był stop cynowy CuSn10. Stop ten posiada bardzo szeroki zakres temperatur krzepnięcia wynoszący aż ok. 160°C (837–994°C). Został on wybrany do badań również dlatego, że jest stopem odlewniczym o relatywnie małej plastyczności. Brązy aluminiowe oraz krzemowe odrzucono, ponieważ posiadają małe zakresy temperatur krzepnięcia i jednocześnie są stopami przeznaczonymi do plastycznej przeróbki. Na rys. 2 przedstawiono binarny układ fazowy stopu Cu-Sn z zaznaczonym przedziałem temperatur i składu chemicznego przetwarzania w stanie stało-ciekłym.

Zgodnie z przyjętymi założeniami stop CuSn10 spełnia wymagania technologiczne: zakres jego temperatury krzepnięcia przekracza 100°C, zakres temperatury odpowiadający zakresowi ułamka fazy ciekłej 20–60% przekracza 40°C, a pochodna ułamka fazy ciekłej po temperaturze jest mniejsza niż 0,01.

2.2. METODYKA BADAŃ

Pomiar lepkości analizowanego stopu miedzi wykonano, wykorzystując reometr wysokotemperaturowy FRS 1600 wyposażony w piec umożliwiający nagrzewanie próbek do temp. 1400–1500°C. Badania przeprowadzono w oparciu o metodę Searle'a. W metodzie tej występują dwa cylindry. Pierwszym z nich jest tzw. wrzeciono, czyli ruchomy cylinder wewnętrzny, a drugim tygiel, czyli nieruchomy cylinder zewnętrzny. Schemat pomiarowy przedstawiono na rys. 3. Cylindry są koncentryczne, co oznacza, że mają wspólną oś symetrii, która jest jednocześnie osią obrotu wrzeciona. W laboratoriach przemysłowych większość reometrów realizuje pomiary w oparciu o metodę opracowaną w 1912 r. przez G.F.C. Searle'a [4, 5]. Wadą tej metody jest ryzyko wystąpienia w trakcie pomiaru przy dużych prędkościach obrotowych przepływu turbulentnego cieczy o małej lepkości. Powstają wówczas tzw. wiry Taylora powodowane przez siły odśrodkowe i zjawisko bezwładności (inercji) w cieczach.

Parametry geometryczne układu wynosiły odpowiednio: $R_i = 10$ mm, $R_e = 13$ mm, $H = 30$ mm, $h = 20$ mm.

W metodzie pomiaru lepkości wykorzystującej układ koncentrycznych cylindrów parametry przepływu są zdefiniowane jako funkcja promieni tych cylindrów. Reprezentatywne napężenie ścinania zdefiniowane jest równaniami (1) i (2):

$$\tau = \tau_{rep} = \frac{1+\delta_{cc}^2}{2\delta_{cc}^2} \frac{M}{2\pi L R_i^2 C_L} = C_{ss} M \quad (1)$$

$$\delta_{cc} = \frac{R_e}{R_i}, \quad (2)$$

w których M oznacza moment obrotowy na powierzchni cylindra wewnętrznego, Nm, L długość cylindra wewnętrznego, m, C_L współczynnik korekcji momentu obrotowego (w wierzchołku stożka cylindra wewnętrznego), C_{ss} stałą systemu pomiarowego koncentrycznymi cylindrami, Pa/Nm, m⁻³, C_{ss} zależy jedynie od parametrów geometrycznych w metodzie koncentrycznych cylin-

drow, np. R_i , δ_{cc} oznacza stosunek wartości promienia zewnętrznego cylindra do wartości promienia cylindra wewnętrznego, R_e wartość promienia cylindra zewnętrznego, m, a R_i wartość promienia cylindra wewnętrznego, m.

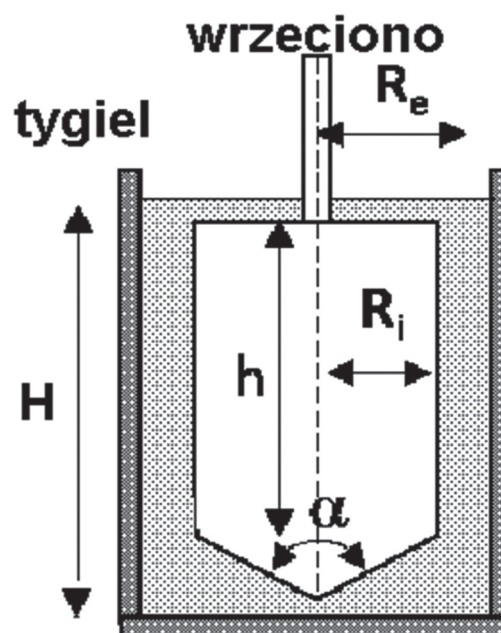


Fig. 3. Measuring scheme according to the Searle's method, crucible – stationary outer cylinder, spindle – movable inner cylinder

Rys. 3. Schemat pomiarowy zgodny z metodą Searle'a, tygiel – nieruchomy cylinder zewnętrzny, wrzeciono – ruchomy cylinder wewnętrzny

Reprezentatywna prędkość ścinania zdefiniowana jest wzorem (3):

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_{rep} = \frac{(1+\delta_{cc}^2)}{\delta_{cc}^2-1} \omega = C_{sr} \cdot n, \quad (3)$$

którym ω oznacza prędkość kątową, rad/s, n ilość obrotów na minutę, min⁻¹, C_{sr} stałą systemu pomiarowego, min/s, (C_{sr} zależy od stosunku promienia cylindra wewnętrznego R_i do promienia cylindra zewnętrznego R_e).

Dla przedstawionej na rys. 3 geometrii układu wartości C_{ss} i C_{sr} obliczone ze wzorów (1) i (3) wynosiły odpowiednio 54 042,04 Pa/Nm (przyjęto wartość współczynnika $C_L = 0,85$) oraz 24,49 s/s.

2.3. OPIS DOŚWIADCZENIA

W ramach prac doświadczalnych wykonano pomiary lepkości w funkcji temperatury oraz prędkości ścinania. Pomiary wykonano, wykorzystując reometr Anton Paar model FRS 1600.

W pierwszej kolejności wyznaczono zależność lepkości w funkcji temperatury. Wyniki pomiarów przedstawiono na rys. 4. Program pomiarowy zaimplementowany w oprogramowaniu Rheoplus zmieniał wartości temperatur w trakcie ścinania próbki dla stałych wartości prędkości odkształcenia postaciowego. Pomiary wykonano dla temp. 1020, 985, 955 i 925°C. Zauważono znaczne zwiększenie lepkości wraz ze spadkiem temperatury. Zjawisko to wynikało ze wzrostu ułamka fazy stałej w stopie wraz z postępem procesu krzepnięcia.

W następnym etapie wyznaczono wpływ prędkości ścinania na lepkość. Pomiary zostały zaprogramowane tak, aby dla stałej temperatury próbki następowała zmiana wartości prędkości

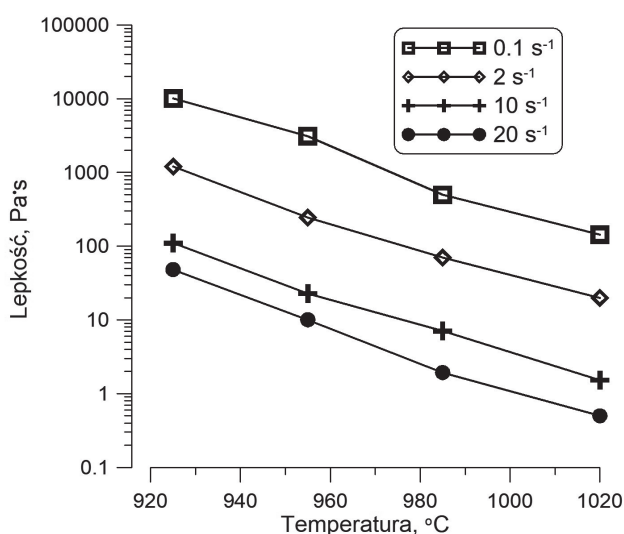


Fig. 4. Graph of viscosity vs. temperature of CuSn10 alloy for different shear rates
Rys. 4. Wykres lepkości w funkcji temperatury dla stopu CuSn10 dla różnych prędkości ścinania

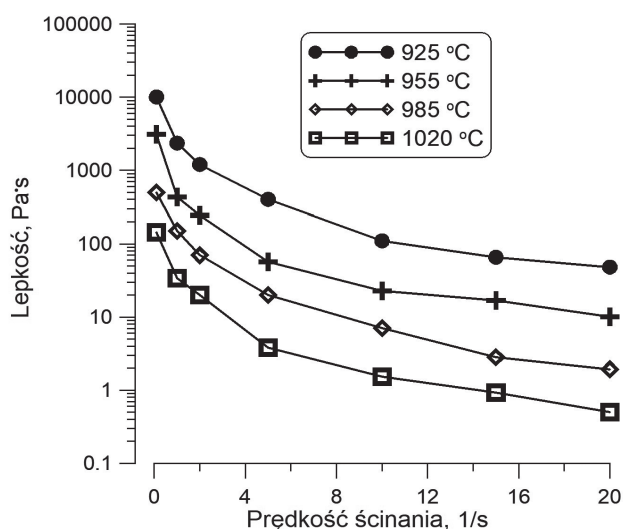


Fig. 5. Graph of viscosity vs. shear rate of CuSn10 alloy for different temperatures
Rys. 5. Wykres lepkości w funkcji prędkości ścinania dla stopu CuSn10 dla różnych temperatur

ścinania. Zmiana prędkości ścinania następowała skokowo. Po zmianie prędkości następował pomiar lepkości w czasie 5 min. W tym czasie można było zaobserwować niewielki spadek wartości lepkości wynikający prawdopodobnie z przemiany tiksotropowej. Ostatecznie dla zadanej prędkości ścinania odczytano wartość lepkości, jaka stabilizowała się na stałym poziomie pod koniec 5-minutowych przedziałów czasowych pomiaru lepkości. W ten sposób wyznaczono wartości lepkości dla prędkości ścinania równej 0,1; 2; 10 i 20 s⁻¹. Wyniki pomiarów przedstawiono na rys. 5. Finalnie wyznaczono krzywe lepkości w funkcji prędkości ścinania dla czterech różnych temperatur. Każda krzywa charakteryzowała się zmniejszeniem lepkości wraz ze wzrostem prędkości ścinania. Zmienność lepkości w funkcji prędkości ścinania oznaczała, że stop CuSn10 w stanie ciekłym oraz stało-ciekłym był cieczą nienewtonowską. Natomiast nieliniowy spadek lepkości w funkcji prędkości ścinania pozwalał zakwalifikować ten stop do cieczy pseudoplastycznych. Oznacza to, że zachodziło w nim zjawisko rozrzedzania ścinaniem. Właściwość ta jest bardzo istotna z punktu widzenia procesów formowania tiksotropowego, w których wykorzystuje się upłynnienie stopów metali powodowane dużymi prędkościami kształtowania.

2.4. MODELOWANIE REOLOGII

Pomiary reologiczne posłużyły w dalszym etapie do opracowania modeli reologicznych, jakie mogą być wykorzystywane do projektowania oraz modelowania procesów formowania tiksotropowego stopu CuSn10. Programy modelujące klasy CFD (*computational fluid dynamics*) stosują modele reologiczne różnej klasy. W najprostszym ujęciu traktują ciecze jako płyny newtonowskie, których lepkość nie zależy od temperatury oraz prędkości ścinania. Bardziej zaawansowane opisy w przypadku modeli termomechanicznych uzależniają lepkość od temperatury. Najpopularniejszym rozwiązaniem są modele pozwalające, poza temperaturą, uwzględnić również wpływ prędkości ścinania. Dlatego w pracy opracowano modele o różnej komplikacji opisu lepkości analizowanego stopu.

W pierwszej kolejności dla zmierzonych krzywych lepkości zaproponowano model zależny od temperatury przedstawiony równaniem (4):

$$\eta(T) = A \exp\left(\frac{B}{T}\right) \quad (4)$$

w którym T oznacza temperaturę, a A i B parametry reologiczne.

W tabeli 1 zamieszczono wartości parametrów reologicznych dla wszystkich wartości prędkości ścinania, dla których mierzono zależność lepkości od temperatury.

Na rys. 6 przedstawiono wykresy parametrów reologicznych modelu (4) w funkcji prędkości ścinania, a na rys. 7 wykres lepkości w funkcji temperatury, obliczony z wykorzystaniem modelu (4) z naniesionymi punktami pomiarowymi. Wykres ten pokazuje dokładność aproksymacji za pomocą tego modelu.

Często wykorzystywanym w symulacjach równaniem reologicznym jest model Carreau i Yasuda (5). Model ten opisuje lep-

Table 1. Values of rheological model parameters (4)
Tabela 1. Wartości parametrów modelu reologicznego (4)

$\dot{\gamma}, \text{s}^{-1}$	$A, \text{Pa}\cdot\text{s}$	B, K
0,1	3,90E-14	37 086,3
2,0	2,62E-18	44 000,0
10,0	6,04E-20	45 280,2
20,0	6,94E-21	46 517,7

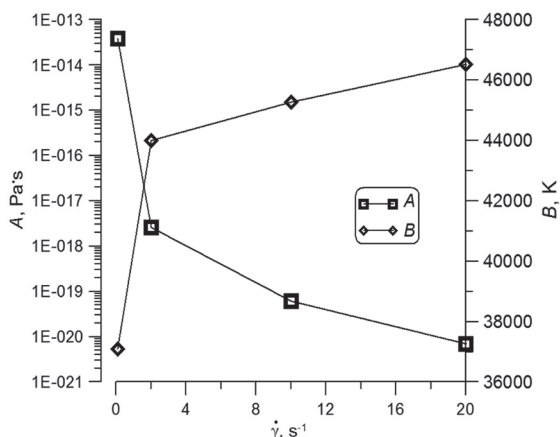


Fig. 6. Graph of parameters values of rheological model (4) vs. shear rate
Rys. 6. Wykres wartości parametrów reologicznych modelu (4) w funkcji prędkości ścinania

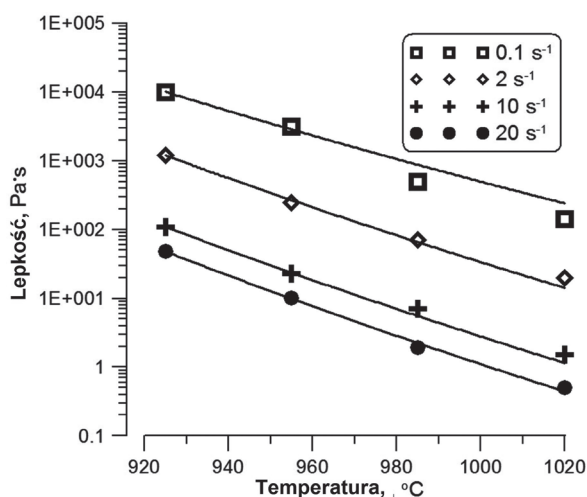


Fig. 7. Graph of viscosity vs. temperature calculated using model (4) with points showing measured values of viscosity
Rys. 7. Wykres lepkości w funkcji temperatury obliczony z wykorzystaniem modelu (4) z naniesionymi punktami pomiarowymi

kość jako funkcję prędkości ścinania. Pozwala zatem modelować stopy metali jako ciecze nienewtonowskie. Jeżeli dodatkowo oprogramowanie symulacyjne pozwala na wprowadzenie wielu zestawów parametrów reologicznych dla różnych temperatur, wówczas otrzymuje się zależność również od temperatury wyrażoną równaniem (5):

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = [1 + (\lambda \dot{\gamma})^a]^{\frac{n-1}{a}} \quad (5)$$

w którym $\dot{\gamma}$ oznacza prędkość ścinania, a $\eta_0, \eta_{\infty}, \lambda, a$ i n parametry reologiczne.

W tabeli 2 zamieszczono wartości parametrów reologicznych dla wszystkich wartości temperatury, dla których mierzono zależność lepkości od prędkości ścinania.

Table 2. Values of rheological model parameters (5)
Tabela 2. Wartości parametrów modelu reologicznego (5)

$T, ^\circ\text{C}$	$\eta_0, \text{Pa}\cdot\text{s}$	$\eta_{\infty}, \text{Pa}\cdot\text{s}$	λ, s	a	n
925	16 000	50,0	0,015	0,6	-13,23
955	6 000	8,0	0,940	0,7	-1,63
985	600	0,9	1,060	1,0	-0,90
1 020	100	0,2	1,390	2,0	-0,72

Na rys. 8 przedstawiono wykresy parametrów reologicznych modelu (5) w funkcji temperatury, a na rys. 9 wykres lepkości w funkcji prędkości ścinania, obliczony z wykorzystaniem modelu (5) z naniesionymi punktami pomiarowymi. Wykres ten pokazuje dokładność aproksymacji za pomocą tego modelu. Wykresy oraz aproksymację wykonano, wykorzystując oprogramowanie Grapher 7, które posiada zaimplementowaną numeryczną metodę optymalizacji pozwalającą na minimalizowanie różnic pomiędzy wartościami zmierzonymi a wartościami obliczonymi przez wybrany model matematyczny, którego parametry są estymowane. Użyteczną funkcją optymalizacji jest opcja narzucenia ograniczeń na przestrzeń poszukiwań, co umożliwia poszukiwanie rozwiązania mającego fizyczny charakter w przypadku optymalizacji funkcji niunimodalnych.

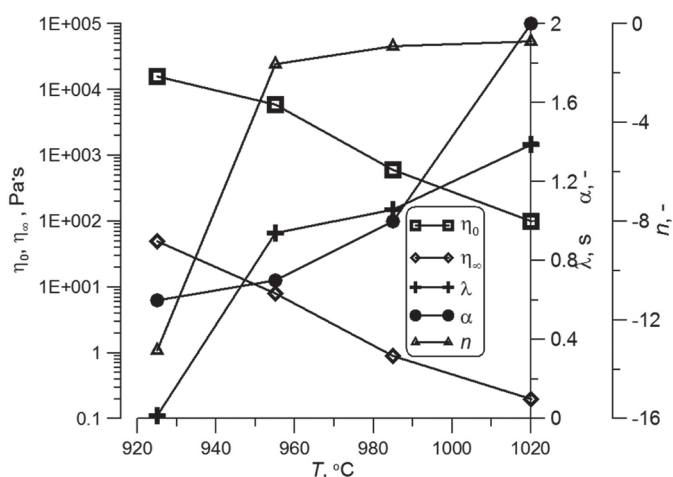


Fig. 8. Graph of parameters values of rheological model (5) vs. temperature
Rys. 8. Wykres wartości parametrów reologicznych modelu (5) w funkcji temperatury

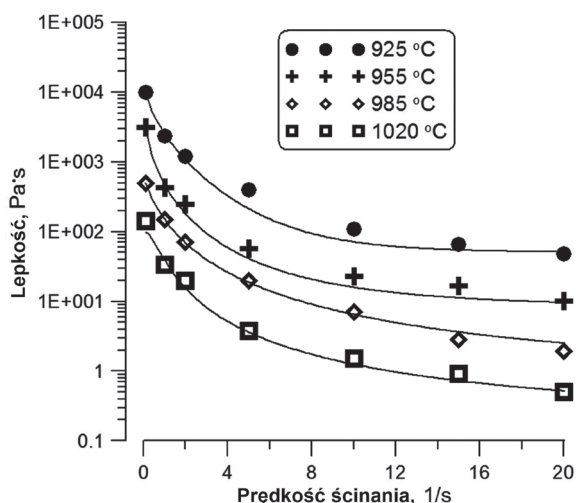


Fig. 9. Graph of viscosity vs. shear rate calculated using model (5) with points showing measured values of viscosity
Rys. 9. Wykres lepkości w funkcji prędkości ścinania obliczony z wykorzystaniem modelu (5) z naniesionymi punktami pomiarowymi

Aproksymacja parametrów modelu (5) pozwoliła na wyznaczenie dwóch charakterystycznych wielkości reologicznych: lepkości dla nieskończenie małej i nieskończenie dużej prędkości ścinania. Różnica tych wartości pozwala wyznaczyć wrażliwość lepkości na zmianę prędkości ścinania dla cieczy nienewtonowskich.

Ostatni model opracowany w pracy jest funkcją zarówno temperatury, jak i prędkości odkształcenia postaciowego (6). Model ten wśród wielu parametrów posiada zmienną wewnętrzną w postaci ułamka fazy stałej modelującej postęp procesu krystalizacji. Postęp ten został opisany równaniem Scheila stosowanym w modelowaniu nierównowagowych warunków krystalizacji (7) i (8). Modele tego typu nie zawsze daje się wykorzystać w programach symulacyjnych. Niektóre pakiety udostępniają kody źródłowe, w których możliwe jest programowanie takich modeli (6)–(8):

$$\eta = A \cdot \exp(B \cdot f_s) \cdot \dot{\gamma}^m \quad (6)$$

$$f_s = 1 - \left(\frac{T_f - T}{T_f - T_L} \right)^{\frac{1}{k-1}} \quad (7)$$

$$k = \frac{C_s}{C_L} \quad (8)$$

w których $\dot{\gamma}$ oznacza prędkość ścinania, A , B , m parametry reologiczne, f_s ułamek fazy stałej, k współczynnik podziału, a C_s i C_L stężenie składnika w fazie stałej i ciekłej.

W tabeli 3 zamieszczono wartości parametrów reologicznych dla wszystkich wartości temperatury, dla których mierzono zależność lepkości od prędkości ścinania. Na rys. 10 przedstawiono wykresy parametrów reologicznych modelu (6) w funkcji temperatury, a na rys. 11 wykres lepkości w funkcji prędkości ścinania, obliczony z wykorzystaniem modelu (6) z naniesionymi punktami pomiarowymi. Wykres ten pokazuje dokładność aproksymacji przy pomocy tego modelu.

Table 3. Values of rheological model parameters (6)
Tabela 3. Wartości parametrów modelu reologicznego (6)

$T, ^\circ\text{C}$	F_s	k	$A, \text{Pa} \cdot \text{s}^{m+1}$	B	m
925	0,50	0,18	0,92	13,84	-1,01
955	0,34	0,10	3,84	13,00	-1,02
985	0,11	0,02	14,48	11,00	-1,03
1020	0,00	0,00	16,97	1,00	-1,10

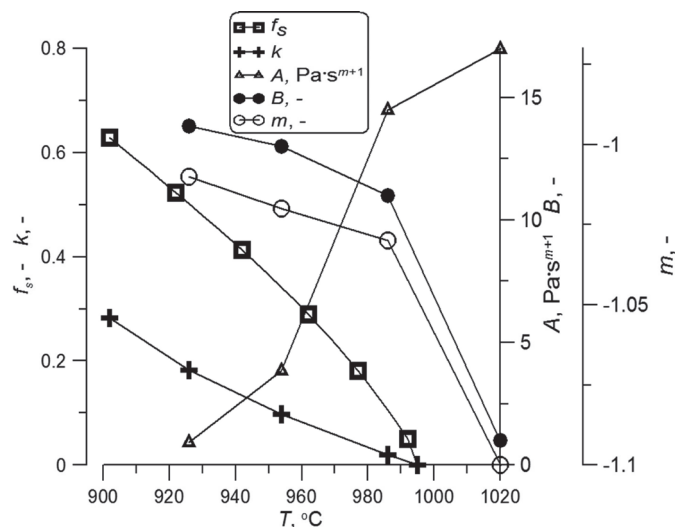


Fig. 10. Graph of parameters values of rheological model (6) vs. temperature
Rys. 10. Wykres wartości parametrów reologicznych modelu (6) w funkcji temperatury

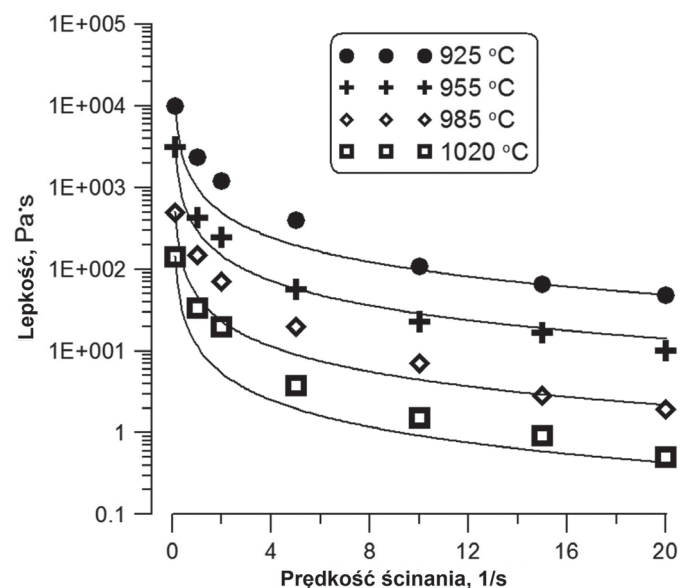


Fig. 11. Graph of viscosity vs. shear rate calculated using model (6) with points showing measured values of viscosity
Rys. 11. Wykres lepkości w funkcji prędkości ścinania obliczony z wykorzystaniem modelu (6) z naniesionymi punktami pomiarowymi

3. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

W ramach publikacji wykonano szereg prac mających na celu identyfikację właściwości reologicznych wybranego stopu miedzi w stanie ciekłym i stało-ciekłym pod kątem potencjalnych procesów kształtowania. W pierwszej kolejności dokonano wyboru stopu spośród dostępnych brązów i mosiądzów. Stopem, który najlepiej spełniał wymagania takich procesów okazał się stop CuSn10.

W dalszej kolejności przeprowadzono adaptację reometru wysokotemperaturowego do pomiaru lepkości stopu miedzi w stanie stało-ciekłym. Reometr ten pierwotnie został zaprojektowany do pomiaru lepkości ciekłych żużli i metali. Adaptacja polegała na zaprojektowaniu odpowiednich narzędzi oraz procedur pomiarowych.

Kolejnym etapem prac był pomiar lepkości stopu CuSn10 w funkcji temperatury oraz prędkości ścinania. Pomiary te pozwoliły zakwalifikować ten stop jako ciecz nienewtonowską, w której występuje zjawisko rozrzedzenia ścinaniem. Ponadto prace doświadczalne pozwoliły określić wrażliwość lepkości na temperaturę oraz prędkość ścinania. Z uwagi na przemianę fazową, w jakiej znajduje się stop w związku z postępującą krystalizacją zauważono dużo większy wpływ zmian temperatury na lepkość niż w przypadku zmian prędkości ścinania.

W związku z potencjalną możliwością wykorzystania w numerycznych symulacjach kształtowania pozyskanej w badaniach laboratoryjnych charakterystyki materiałowej opracowano szereg modeli reologicznych badanego stopu. Dzięki szerokim pracom modelowym powstały modele lepkości zależne od temperatury, prędkości ścinania oraz jednocześnie obu zmiennych naraz.

Pobocznym wynikiem badań było oszacowanie zakresu temperatur odlewania tiksotropowego stopu CuSn10. Procesy

odlewania tiksotropowego realizuje się na zmodyfikowanych wysokociśnieniowych maszynach odlewniczych. Z uwagi na dużo mniejsze naciski tłoków w maszynach wysokociśnieniowych w porównaniu z prasami kuźniczymi procesy formowania należy prowadzić w wyższych temperaturach, w których występują mniejsze wartości lepkości. W przypadku badanego stopu CuSn10 zakres temperatury wynosi 930–980°C.

Jako kontynuację badań planuje się w przyszłości poszerzenie charakterystyki stopu o właściwości tiksotropowe. Czas jest kolejną zmienną mogącą mieć istotny wpływ na lepkość badanego w pracy stopu.

PODZIĘKOWANIA

Badania wykonano w ramach projektu AGH w Krakowie 16.16.110.663.

LITERATURA

- [1] Quaak C.J.: Rheology of partially solidified aluminium alloys and composites. Eburon P&L, ISBN 90-5651-019-3 (1996).
- [2] Joly P.A., Mehrabian R.: The rheology of a partially solid alloy. Journal of Materials Science 11 (1976) 1393–1418.
- [3] Sołek K.P., Kuziak R.M., Karbowniczek M.: The application of thermodynamic calculations for the semi-solid processing design. Archives of Metallurgy and Materials 52 (1) (2007) 25–32.
- [4] Mezger G.T.: The rheology handbook. For users of rotational and oscillatory rheometers. 2nd revised edition. Vincentz Network, Hannover (2006).
- [5] Spencer D.B., Mehrabian R., Flemings M.C.: Met. Trans. 3 (1972) 1925.



INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

e-mail: i.materialowa@sigma-not.pl

tel.: +48 663-311-933



Effect of mechanical vibration on the mechanical properties and solidification feeding in low-pressure sand casting of Al-Cu-Mn-Ti alloy

W. Chen, Sh. Wu, R. Wang

Materials 2022, **15**, nr 22, 8243, <https://doi.org/10.3390/ma15228243>

The shrinkage defects of Al-Cu-Mn-Ti alloy seriously hinder its application in high-performance engineering. In this study, mechanical vibration was introduced to low-pressure sand casting (LPSC) by a waveguide rod to eliminate shrinkage defects and improve mechanical properties. Four LPSC castings were performed by changing the solidification conditions: 20 kPa solidification pressure without and with 14 Hz vibration and 40 kPa without and with 24 Hz (the natural frequency of a casting system) vibration. The shrinkage defects, microstructures, and mechanical tensile properties at room temperature and at 2 mm/min tensile rate were investigated. X-ray detections showed that applying vibration was more effective than increasing solidification pressure in improving solidification feeding, while the most effective method was applying both simultaneously, which eliminated the shrinkage defects and increased the density by 2.7%. Microstructures exhibited that the average size of primary α -Al grains were reduced by 29.5%; mechanical tests showed that the ultimate tensile strength and the elongation increased by 21.7% and 7.8%, respectively, by applying vibration and increasing the solidification pressure simultaneously, as compared to the casting with 20 kPa solidification pressure without vibration. Mechanical vibration was conducive to mass feeding by refining the primary grains, to interdendritic feeding by reducing the threshold pressure gradient, and to burst feeding by collapsing the barrier.

A novel technique for the preparation of iron carbide and carbon concentrate from blast furnace dust

D. Chen, H. Guo, P. Li, F. Wu, Y. Lv, B. Yan, W. Zhao, Y. Su

Materials 2022, **15**, nr 22, 8241, <https://doi.org/10.3390/ma15228241>

Blast furnace (BF) dust is a typical refractory iron resource. A novel technology-based utilization of BF dust as iron carbide and carbon

concentrate by applying carburization roasting followed by magnetic separation and acid leaching is proposed. Under optimized conditions, an electric arc furnace (EAF) burden assaying 80.79% Fe and 7.63% C with a corresponding iron recovery rate of 87.26% and a carbon concentrate assaying 67.06% C with a corresponding carbon recovery rate of 81.23% were prepared. Furthermore, the carburization behavior and separation mechanism were revealed using X-ray powder diffraction, scanning electron microscopy, and optical microscopy. The results show that the separation efficiency of iron carbide, gangue, and carbon is very low. Na_2SO_4 is a highly effective additive to strengthen the separation efficiency as it can enhance the carburization index, enlarge the iron carbide particle size, improve the embed relationship of iron carbide and gangue, and promote the gangue leaching efficiency. The study demonstrates that preparation of iron carbide and carbon concentrate from BF dust using the proposed technology is a feasible method.

Effect of pretreatment with acids on the n-functionalization of carbon nanofibers using melamine

T.A. Maksimova, I.V. Mishakov, Y.I. Bauman, A.B. Ayupov, M.S. Mel'gunov, A.M. Dmitrachkov, A.V. Nartova, V.O. Stoyanovskii, A.A. Vedyagin

Materials 2022, **15**, nr 22, 8239, <https://doi.org/10.3390/ma15228239>

Nowadays, N-functionalized carbon nanomaterials attract a growing interest. The use of melamine as a functionalizing agent looks prospective from environmental and cost points of view. Moreover, the melamine molecule contains a high amount of nitrogen with an atomic ratio C/N of 1/2. In present work, the initial carbon nanofibers (CNFs) were synthesized via catalytic pyrolysis of ethylene over microdispersed Ni-Cu alloy. The CNF materials were pretreated with 12% hydrochloric acid or with a mixture of concentrated nitric and sulfuric acids, which allowed etching of the metals from the fibers and oxidizing of the fibers' surface. Finally, the CNFs were N-functionalized via their impregnation with a melamine solution and thermolysis in an inert atmosphere. According to the microscopic data, the initial structure of the CNFs remained the same after the pretreatment and post-functionalization procedures. At the same time, the surface of

the N-functionalized CNFs became more defective. The textural properties of the materials were also affected. In the case of the oxidative treatment with a mixture of acids, the highest content of the surface oxygen of 11.8% was registered by X-ray photoelectron spectroscopy. The amount of nitrogen introduced during the post-functionalization of CNFs with melamine increased from 1.4 to 4.3%. Along with this, the surface oxygen concentration diminished to 6.4%.

Anomalous work hardening behavior of a single crystalline Co-base superalloy

A. Bezold, N. Volz, F. Xue, M. Göken, S. Neumeier

Alloys 2022, **1**, nr 3, 243–253, <https://doi.org/10.3390/alloys1030015>

The defect evolution associated with an anomalous work hardening behavior of a single crystalline quaternary Co-Al-W-Ta superalloy at 950°C was investigated by transmission electron microscopy. As plastic deformation is initially confined to the γ matrix channels, a plateau arises in the stress-strain curve after yielding. At about 1% plastic strain, extensive shearing of the γ' precipitates under superlattice stacking fault formation occurs leading to extreme work hardening rates up to 12 GPa and a total increase in stress of about 200 MPa. Additional investigations on the temperature and strain-rate dependence of the anomalous work hardening behavior reveal the significance of diffusion and segregation processes on the stress-strain curve and the work hardening behavior.

Relationship between manufacturing and properties of vacuum sintered Ti and Ti-6Al-7Nb

L. Bolzoni, E.M. Ruiz-Navas, E. Gordo

Alloys 2022, **1**, nr 3, 232–242, <https://doi.org/10.3390/alloys1030014>

Titanium alloys are ideal for a great range of engineering applications; however, their high manufacturing costs hinder their widespread use. This study investigates the relationship between the processing and properties of representative Ti-based materials manufactured via powder metallurgy in order to reduce the manufacturing costs. This is possible as powder metallurgy techniques are near-net shape processes with high yield of material. It is found that the relative density increases with the sintering temperature, and it is slightly higher for longer processing times, reaching values in the 94–97% range. Moreover, homogeneous microstructures are obtained for all the conditions investigated, achieving an equiaxed microstructure for Ti and the typical lamellar structure for the Ti-6Al-7Nb alloy. However, the increment of the temperature also leads to a higher amount of interstitial pick-up, with a maximum increment of 0.21 wt. % and 0.028 wt. % for oxygen and nitrogen, respectively. The highest properties achieved for Ti and Ti-6Al-7Nb are 272 HV (hardness), 17.9 W/m·K (thermal conductivity), and 62.7 $\mu\text{ohm}\cdot\text{cm}$ (electrical resistivity) and 336 HV, 6.9 W/m·K, and 180 $\mu\text{ohm}\cdot\text{cm}$, respectively.

Perfluoropolyether-based micellar aggregates coatings for corrosion resistance enhancement of copper-based alloys

E. Bassini, F.S. Gobber, E. Fracchia, Ch. Zenaro, E. Boccaleri

Alloys 2022, **1**, nr 2, 196–211, <https://doi.org/10.3390/alloys1020012>

In this paper, a perfluoropolyether (PFPE) micellar solution was effectively deposited on metallic substrates using a dip-coating process to enhance brass and nickel aluminum bronze (NAB) corrosion resistance. Particular attention was paid to the aesthetic results as well. Enabling the metallic substrates hydrophobic to facilitate water and moisture removal was the key concept of this work. The corrosion resistance of the as-received and coated metals was investigated via a salt spray chamber test. The study focused on the characterization of the polymeric coating via dynamic light scattering and wettability tests, while the substrates were assessed with traditional metallographic techniques. The preparation of the polymeric solution was important in determining the final corrosion resistance of the two substrates. Noteworthy was the effectiveness of the PFPE-based coating when it was applied to the brass rather than the NAB. Moreover, the polymer concentration of the dip-coating polymeric emulsion was the most significant factor to obtaining adequate protection: higher polymer concentrations resulted in a decrease in corrosion resistance.

Sustainable PHBH-alumina nanowire nanocomposites. Properties and life cycle assessment

J. Ibarretxe, L. Alonso, N. Aranburu, G. Guerrica-Echevarría, A. Orbea, M. Iturrondobeitia

Polymers 2022, **14**, nr 22, 5033, <https://doi.org/10.3390/polym14225033>

Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate) (PHBH) is a bio-based polyester with the potential to replace some common polymers of fossil origin. However, PHBH presents serious limitations, such as low stiffness, tendency to undergo crystallization over long time periods and low resistance to thermal degradation during processing. In this work, we studied the use of alumina nanowires to generate PHBH-alumina nanocomposites, modifying the properties of PHBH to improve its usability. Solvent casting and melt blending were used to produce the nanocomposites. Then, their physicochemical properties and aquatic toxicity were measured. Finally, LCA was used to evaluate and compare the environmental impacts of several scenarios relevant to the processing and end of life (EoL) conditions of PHBHs. It was observed that, at low concentrations (3 wt. %), the alumina nanowires have a small positive impact on the stiffness and thermal degradation for the samples. However, for higher concentrations, the observed effects differed for each of the applied processing techniques (solvent casting or melt blending). The toxicity measurements showed that PHBH alone and in combination with alumina nanowires (10 wt. %) did not produce any impact on the survival of brine shrimp larvae after 24 and 48 h of exposure. The 18 impact categories evaluated by LCA allowed defining the most environmentally friendly conditions for the processing and

EoL of PHBHs, and comparing the PHBH-related impacts to those of some of the most common fossil-based plastics. It was concluded that the preferable processing technique for PHBH is melt blending and that PHBH is unquestionably more environmentally friendly than every other analyzed plastic.

Analysis of the formed protective layer inhibiting alkali corrosion in aluminosilicate refractory castables

V. Antonovič, R. Stonys, P. Zdanevičius, R. Mačiulaitis, R. Boris, J. Malaiškienė

Ceramics 2022, **5**, nr 4, 1051–1065, <https://doi.org/10.3390/ceramics5040075>

This article analyzes the mechanism of the protective layer formation under the action of alkali in a refractory castable when ground quartz sand (GQS) is used as an admixture to produce refractory conventional castables (CC) and medium cement castables (MCC). It was found that, independently of the castable composition, the addition of GQS (2.5%) reduces the degree of K_2CO_3 dissolution at high temperature, and the released potassium reacts with the silica and forms a viscous potassium silicate glass, which reduces the mobility of alkali. The liquid phase formed filled some of the open pores and hindered the penetration of potassium into the deeper layers of the refractory castable. The thickness of the formed protective layer, after three cycles of the alkaline corrosion test, varies from 700 μm up to 1300 μm , depending on the castable composition.

Complex oxide nanoparticle synthesis. Where to begin to do it right?

E. Gager, W. Halbert, J.C. Nino

Ceramics 2022, **5**, nr 4, 1019–1034, <https://doi.org/10.3390/ceramics5040073>

Synthesis of advanced ceramics requires a high degree of control over the particle size and stoichiometry of the material. When choosing a synthesis method for complex oxides it is important to begin with the correct precursors and solvents to achieve high purity nanoparticles. Here, we detail the selection process for precursors and solvents for liquid-phase precipitation synthesis. Data for metal nitrate, chloride, acetate, and oxalate precursors has been compiled to assist future synthesis. The role of hydration within the precursors is discussed as it affects the final stoichiometry of the material. Melting temperatures are also compiled for these compounds to assist in material selection. The solubility of the precursors in different solvents is examined to determine the correct solvent during synthesis. As an example, using the methodology presented here, two different materials are synthesized based on commonly available precursors. A catalyst based on a quaternary perovskite and an advanced ionic conductor based on a high entropy fluorite oxide are synthesized using precipitation methods and their characterization is detailed.

How do graphene composite surfaces affect the development and structure of marine cyanobacterial biofilms?

M.J. Romeu, L.C. Gomes, F. Sousa-Cardoso, J. Morais, V. Vasconcelos, K.A. Whitehead, M.F.R. Pereira, O.S.G.P. Soares, F.J. Mergulhão

Coatings 2022, **12**, nr 11, 1775, <https://doi.org/10.3390/coatings12111775>

The progress of nanotechnology has prompted the development of novel marine antifouling coatings. In this study, the influence of a pristine graphene nanoplatelet (GNP)-modified surface in cyanobacterial biofilm formation was evaluated over a long-term assay using an in vitro platform which mimics the hydrodynamic conditions that prevail in real marine environments. Surface characterization by optical profilometry and scanning electron microscopy has shown that the main difference between GNP incorporated into a commercially used epoxy resin (GNP composite) and both control surfaces (glass and epoxy resin) was related to roughness and topography, where the GNP composite had a roughness value about 1000 times higher than control surfaces. The results showed that, after 7 weeks, the GNP composite reduced the biofilm wet weight (by 44%), biofilm thickness (by 54%), biovolume (by 82%), and surface coverage (by 64%) of cyanobacterial biofilms compared to the epoxy resin. Likewise, the GNP-modified surface delayed cyanobacterial biofilm development, modulated biofilm structure to a less porous arrangement over time, and showed a higher antifouling effect at the biofilm maturation stage. Overall, this nanocomposite seems to have the potential to be used as a long-term antifouling material in marine applications. Moreover, this multifactorial study was crucial to understanding the interactions between surface properties and cyanobacterial biofilm development and architecture over time.

High temperature low friction behavior of h-BN coatings against ZrO_2

Q. Zeng

Coatings 2022, **12**, nr 11, 1772, <https://doi.org/10.3390/coatings12111772>

This paper presents high temperature low friction behaviors of the h-BN coatings, which were deposited on high-speed tool steel by radio frequency magnetron sputtering. A tribometer was used to investigate high temperature tribological properties of h-BN coatings against ZrO_2 from 500°C to 800°C. The surface morphology, mechanical properties and chemical states of the worn surface of the friction pair were characterized and investigated systemically. The experimental results show that h-BN coatings are of significant importance to improve high temperature tribological properties of steel. Moreover, it is found that high temperature super low friction of the friction pairs is successfully achieved due to tribochemistry, which plays a key role in forming the in-situ generated Fe_2O_3 /h-BN composites on the worn surface of h-BN coatings. CoFs of the friction pair are as super low

as about 0.02 at 800°C and around 0.03 at 600°C at the stable stage. The high temperature super low friction mechanism of the friction pair is discussed in detail. The present study opens a new strategy to achieve high temperature super low friction of the friction system during sliding.

Effect of metakaolin and lime on strength development of blended cement paste

K. Hassannezhad, Y. Akyol, M. Can Dursun, C.W. Ow-Yang, M.A. Gulgun

Constr. Mater. 2022, **2**, nr 4, 297–313, <https://doi.org/10.3390/constrmater2040019>

To develop a more reactive pozzolan for supplementary cementitious materials (SCMs), the co-calcination of kaolinite and limestone was investigated for its contribution to hydration of blended cement. Kaolinite (with ~50 wt. % quartz impurity) was calcined at 700°C, and a mixture of kaolinite and limestone was calcined at 800°C. These activated SCMs were added to ordinary Portland cement (OPC), replacing ca. 30 wt. % of the OPC. The compressive strength of these blended cement paste samples was measured after 28 and 90 days, while the hydration products and microstructural development in these blended cement pastes were analyzed by X-ray diffraction (XRD), thermogravimetric analysis (TGA), and scanning electron microscopy (SEM). The results revealed that adding free lime to OPC, together with metakaolin, led to enhanced compressive strength. The compressive strength of this new blended cement paste reached 113% and 112% of the compressed strength of pure OPC paste after 28 and 90 days of hydration, respectively. Furthermore, this study showed that the improvement was due to the increased consumption of Portlandite (CH), the formation of calcium aluminosilicate hydrate (CASH), and the reduction of porosity in the sample containing free lime and metakaolin.

Self-compacting cementitious composites with heavy fuel fly ash replacement

A. Georgiou, N. Chousidis, I. Ioannou

Constr. Mater. 2022, **2**, nr 4, 276–296, <https://doi.org/10.3390/constrmater2040018>

Sustainability in construction is related to the use of industrial by-products, such as fly ash (FA). FA varies in chemical/mineralogical composition, depending on the raw materials burnt during its production. While FA produced from coal-fired power stations is extensively used in cementitious composites, heavy oil FA produced from the firing of heavy fuels (e.g., mazut or diesel) remains largely unused. This paper focuses on the novel use of heavy fuel fly ash (HFFA), as a replacement of Class F FA, in high-volume fly ash self-compacting composites. Two different grain size distributions of HFFA were used in quantities 5–15% w/w of cement and Class F FA for the production of the com-

posites. The assessment of the physico-mechanical properties and microstructure of the end-products at different curing ages suggests that HFFA may be used at quantities ≤ 10% w/w, without any negative effects. In fact, depending on the quantity and grain size distribution of the HFFA, this may even improve some of the properties of the end-products in the long term, provided that a careful mix design is adopted. The findings show the potential of sustainable reuse of HFFA and are beneficial for its incorporation into design codes.

Suitability of surface-treated flax and hemp fibers for concrete reinforcement

A.C. da Costa Santos, P. Archbold

Fibers 2022, **10**, nr 11, 101, <https://doi.org/10.3390/fib10110101>

The use of vegetable fibres as a sustainable alternative to non-natural sources of fibres applied for concrete reinforcement has been studied for over three decades. The main issues about plant-based fibres pointed out by other authors are the variability in their properties and concerns about potential high biodegradability in the alkaline pH of the concrete matrix. Aiming to minimise the variability of flax and hemp fibres, this research compares a range of chemical surface treatments, analysing their effects on the behaviour of the fibres and the effects of their addition to concrete. Corroborating what has been found by other authors, the treatment using NaOH 10% for 24 h was able to enhance the properties of hemp fibre-reinforced concrete and reduce the degradability in alkaline solution. For flax fibres, a novel alternative stood out: treatment using 1% of stearic acid in ethanol for 4 h. Treatment using this solution increased the tensile by 101%, causing a minor effect on the elastic modulus. Concrete mixes reinforced with the treated flax fibres presented reduced thermal conductivity and elastic modulus and increased residual tensile strength and fracture energy.

Scaling up anodic TiO₂ nanotube layers. Influence of the nanotube layer thickness on the photocatalytic degradation of hexane and benzene

H. Sopha, M. Baudys, L. Hromadko, M. Lhotka, D. Pavlinak, J. Krysa, J.M. Macak

Applied Materials Today 2022, **29**, December 2022, 101567, <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2022.101567>

In this work, the preparation of homogenous TiO₂ nanotube (TNT) layers with different thicknesses via anodization on Ti substrates with a large geometrical area of two times 5 cm × 10 cm (i.e. both sides of the Ti substrate) is shown for the first time. TNT layers with four different thicknesses of ~0.65 µm, ~1 µm, ~7 µm, and ~14 µm were prepared with excellent conformality and homogeneity over the anodized area. These TNT layers were successfully employed as photocatalysts for the degradation of hexane and benzene as model compounds in the gas phase under ISO standards, showing an increase of the conversion for both model compounds with the TNT layer thickness. While

a stable hexane conversion was observed for all TNT layers during the measuring time of three hours, in case of benzene degradation an initial conversion decrease was monitored before the conversion stabilized. Despite this trend, SEM and XPS analyses did not reveal any significant amount of reaction products on the TNT layer surface.

The conjoint influence of oxygen and hot extrusion on microstructure and mechanical properties of a powder metallurgy processed aluminum alloy

W. Han, C. Chen, P. Li, Y. Li, G. Su, Ch. Sun, F. Yang, A. Volinsky, Z. Guo

Materials Science and Engineering: A 2022, **861**, 19 December 2022, 144317, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144317>

In this paper, Al-8.3Zn-2.3Mg-2.5Cu alloys with different oxygen contents were prepared through complex techniques including blending or ball milling, cold isostatic pressing, vacuum sintering, hot extrusion, and heat treatment, and their microstructure and mechanical properties were investigated. For the samples containing 0.15 wt. % and

0.33 wt. % oxygen, the sintered density values are 99.1% and 98.7% of the theoretical density, and the corresponding average grain sizes are 5.60 μm and 4.83 μm . After heat treatment, the average grain sizes of the samples with 0.15 wt. % oxygen subjected to the extrusion ratios of 4:1, 9:1, and 17:1 are 5.17 μm , 4.28 μm and 3.83 μm , respectively, and the corresponding yield strengths are 607 MPa, 615 MPa, and 621 MPa. Moreover, the {111}<112> deformation texture changes to {001}<001> and {001}<111> recrystallization textures. In contrast, for the extruded sample (9:1 extrusion ratio) with 0.33 wt% oxygen, the grains are finer, and static recrystallization barely occurs with little variation in texture after heat treatment. This is due to the increase in content of thermostable $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ particles. Accordingly, the sample with high oxygen content exhibits excellent comprehensive mechanical properties with the ultimate tensile strength of 719 MPa, yield strength of 690 MPa, and elongation of 11.5%. Regarding the strengthening mechanism, apart from the common precipitation strengthening, the contributions of dislocation strengthening and grain boundary strengthening are greater in the 0.33 wt. % oxygen alloy than in the 0.15 wt. % oxygen alloy. This is due to the pinning effect of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ particles on dislocations and grain boundaries.

Przygotowała dr hab. inż. prof. PK Agnieszka Sobczak-Kupiec

PRENUMERATA CZASOPISMA „INŻYNIERIA MATERIAŁOWA” na 2023 r.

„Inżynierię Materiałową” można zaprenumerować w portalu *SIGMA-NOT* lub w Zakładzie Kolportażu Wydawnictwa *SIGMA-NOT* w jednym z następujących wariantów:



- cena jednego egzemplarza 70,00 zł,
- prenumerata **papierowa**: 408,00 zł + koszt wysyłki 18,00 zł,
- prenumerata **cyfrowa**: 390,00 zł,
- prenumerata **PLUS** wersja **papierowa i cyfrowa** + dostęp do archiwalnych treści: 594,00 zł (bez kosztów wysyłki).

warunki prenumeraty czasopism fachowych
Wydawnictwa *SIGMA-NOT*
oraz cenniki prenumeraty można znaleźć
na Portalu Informacji Technicznej
Wydawnictwa *SIGMA-NOT* www.sigma-not.pl.

WYDAWNICTWO
SIGMA-NOT



Kontakt:

Zakład Poligrafii i Kolportażu,
ul. ks. J. Popiełuszki 19/21, 01-595 Warszawa,
tel.: +48 22 840 35 89, faks: +48 22 891 13 74,
email: prenumerata@sigma-not.pl

WYBRANE ZGŁOSZENIA PATENTOWE z dziedziny inżynierii materiałowej wg BIULETYNU URZĘDU PATENTOWEGO nr 18–22 z 2022 r.

Zgł. nr 435782; B01J 20/10

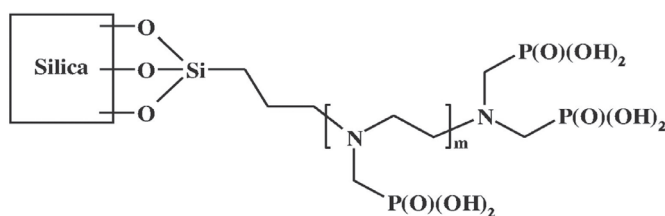
POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław

Soroka M., Stachowiak A., Brol A.

Silikażele sfunkcjonalizowane N-perfosfonometylovanymi żywicami polietylenopoliaminopropylosiloksanowymi oraz sposób ich wytwarzania

Wynalazek dotyczy silikażeli sfunkcjonalizowanych N-perfosfonometylovanymi żywicami polietylenopoliaminopropylosiloksanowymi o wzorze 1, w którym m oznacza liczbę fragmentów 2-(fosfonometyloamino)etylowych oraz sposobu wytwarzania tych silikażeli, który polega na tym, że N-perfosfonometylowaną żywicę polietylenopoliaminopropylosiloksanową poddaje się reakcji z silikażelem, a reakcję prowadzi się w temp. 340–370 K w wodzie.

(3 zastrzeżenia)



WZÓR 1

Zgł. nr 435794; B05D 1/12

AKADEMIA MORSKA W SZCZECINIE, Szczecin

Klyus O., Waliszyn A.

Sposób warstwowego wzmocnienia powierzchni elementów narażonych na działanie kawitacyjne, w szczególności śrub okrętowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób warstwowego wzmocnienia powierzchni elementów narażonych na działanie kawitacyjne, w szczególności śrub okrętowych, w którym na powierzchni robocze elementów narażonych na działanie kawitacyjne, w szczególności śrub okrętowych, nanosi się przynajmniej dwie warstwy powłoki z materiału wzmacniającego. Przedostatnią warstwę materiału nanosi się, stosując niskotemperaturową metodę stopowania elektro-

iskrowego przy maksymalnym napięciu do 150 V oraz maksymalnej częstotliwości drgania elektrody do 450 Hz, formując tym samym chropowate podłoże. Na to podłoże nanosi się warstwę wierzchnią z materiału plastycznego odpornego na kawitację, stosując niskotemperaturową metodę metalizacji natryskowej.

(3 zastrzeżenia)

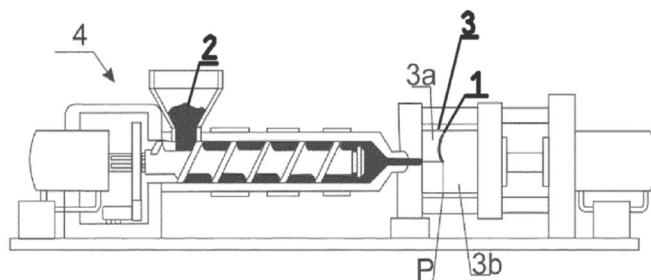
Zgł. nr 435779; B29C 45/00

SANIT-PLAST FILIPCZAK SPÓŁKA JAWNA, Korpele Strefa
Filipczak K.

Sposób wytwarzania wyprasek wielkogabarytowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania wyprasek wielkogabarytowych, w którym tworzywo termoplastyczne (2) jest formowane wtryskowo w formie (3) ze szczelinowym układem odgazowania. Sposób ten składa się z następujących głównych etapów: (i) wtrysnięcie stopu tworzywa do gniazda w matrycy i odgazowanie, (ii) docisk stopu tworzywa i chłodzenie wypraski, (iii) kontynuacja chłodzenia wypraski i uplastycznienie kolejnej porcji tworzywa, (iv) otwarcie formy, (v) wyjęcie wypraski z formy oraz (vi) zamknięcie formy. Wtrysnięciu stopu tworzywa do gniazda formy (3) (etap I) towarzyszy dwustopniowe, sekwencyjne odgazowanie ze szczelinowego układu odgazowania: początkowo podciśnieniowe, a następnie swobodne, a po wyjęciu wypraski (1) z formy (3) następuje, poza formą (3), wprowadzenie naprężenia (σ) mechanicznego w wypraskę (1), które przeciwdziała relaksacji wewnętrznego naprężenia skurczowego wypraski.

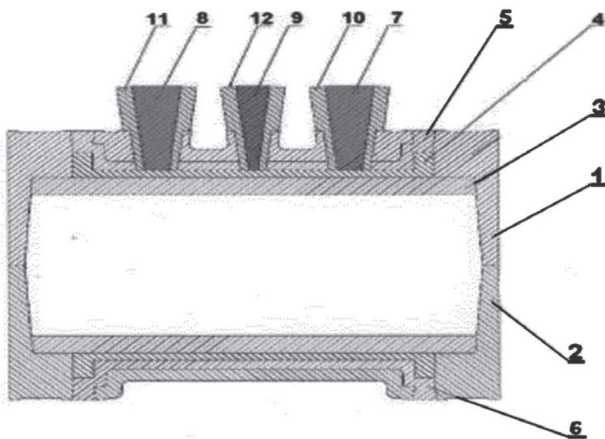
(5 zastrzeżeń)



Zgł. nr 435853; B22C 9/00**THONI LOTHAR, Jakobsbad, CH****Thoni L., CH****Forma odlewnicza hybrydowa i sposób wykonania formy odlewniczej hybrydowej, zwłaszcza do wytwarzania odlewów ze stopów metali**

Przedmiotem zgłoszenia jest forma odlewnicza hybrydowa, skorupowa metalowa z rdzeniem piaskowym, rdzeniem piaskowym głównym, układem nadlewu i układem wlewowym i sposób wykonania formy odlewniczej hybrydowej skorupowej, zwłaszcza do wytwarzania wysokojakościowych odlewów ze stopów metali. Forma wg wynalazku charakteryzuje się tym, że składa się z przynajmniej dwóch części, cienkiej metalowej skorupy górnej i dolnej (1 i 2), skorupy rdzenia piaskowego górnego i dolnego skorupy formy (5 i 6) oraz rdzenia (3) piaskowego głównego, ponadto skorupa (1) lub/i (2) ma otwory do wstrzeliwania masy rdzeniowej i/lub gazowania rdzenia i/lub odpowietrzania odlewu, przy czym metalowa skorupa górna (1) i skorupa górna rdzenia piaskowego górnego (5) tworzą hybrydę (1, 5) (część górna formy), a metalowa skorupa dolna (2) i skorupa rdzenia piaskowego dolnego (6) tworzą hybrydę (2, 6) (część dolna formy), a hybryda (1, 5) i hybryda (2, 6) oraz rdzeń piaskowy główny formy (3) są łączone ze skorupą (1 i 2) konstrukcyjnie i technologicznie pochyleniem odlewniczym odwrotnym, które utrzymuje rdzeń piaskowy główny (3) w skorupie, tworząc formę odlewniczą hybrydową.

(7 zastrzeżeń)

**Zgł. nr 435796; C08L 67/06****PRIMAGRAN SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Żuławki****Kadac K., Sznajder T., Sznajder M., Ossowski J.****Kompozycja materiałowa do wytwarzania armatury**

Przedmiotem wynalazku jest kompozycja materiałowa do wytwarzania armatury zawierająca napełniacz ceramiczny w ilości co

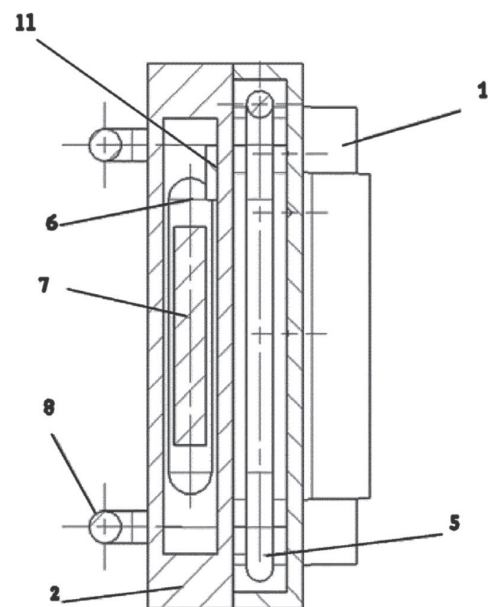
najmniej 70% mas., a w pozostałej części osnowę z nienasyconej żywicy poliestrowej i środka utwardzającego tę żywicę. Kompozycja charakteryzuje się tym, że żywicę polimerową stanowi mieszanina żywic: (i) ortoftalowej-neopentylowej nienasyconej żywicy poliestrowej (żywica A) i (ii) izoftalowej-neopentylowej nienasyconej żywicy poliestrowej (żywica B). Żywica A korzystnie stanowi 40–60% mas., a żywica B 40–60% łącznej masy mieszaniny tych żywic.

(7 zastrzeżeń)

Zgł. nr 439561; B22C 9/02**POLITECHNIKA ŚWIĘTOKRZYSKA, Kielce****Zmarzły P., Kozior T., Gogolewski D., Skrzyniarz M.****Model odlewniczy**

Przedmiotem zgłoszenia jest model odlewniczy przeznaczony do wykonywania odlewów w sposób pośredni poprzez wykonanie jednorazowych piaskowych form odlewniczych, zwłaszcza do formowania skomplikowanych odlewów, szczególnie cienkościennych, posiadający korpus oraz pokrywę. Sposób charakteryzuje się tym, że w korpusie (1) zainstalowana jest spiralnie ukształtowana grzałka oporowa (5), która połączona jest z wbudowanym źródłem zasilania (7) w postaci akumulatora, przy czym grzałka oporowa (5) połączona jest z czujnikami temperatury i czujnikami wilgotności oraz układem sterowania (11), realizującym komunikację pomiędzy nimi. Korzystne jest, że w korpusie (1) są zainstalowane symetrycznie dwa zbiorniki (6) w kształcie walca, które wypełniane są sprężonym gazem dostarczającym do masy formierskiej poprzez kanały wykonane w korpusie (1), przy czym pokrywa (2) wyposażona jest w uchwyty (8).

(3 zastrzeżenia)



Zgł. nr 435885; B29C 48/00

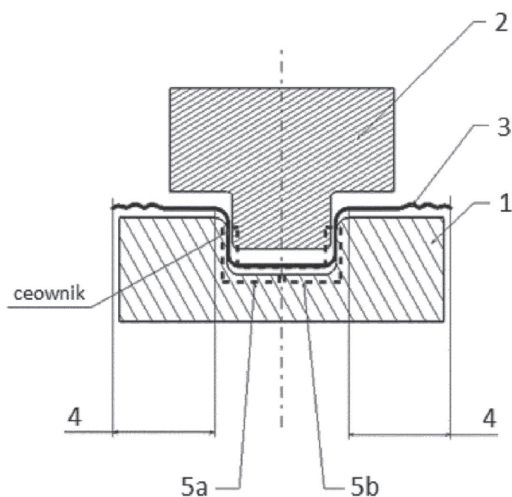
POLSKIE ZAKŁADY LOTNICZE SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Mielec

Banaś A., Głodzik M., Farbaniec K.

Zestaw do wytwarzania profili kątowych z kompozytów polimerowych o podstawie termoplastycznej oraz sposób wytwarzania profili kątowych za pomocą tego zestawu

Przedmiotem zgłoszenia przedstawionym na rysunku jest zestaw do wytwarzania kompozytowych profili kątowych w procesie termoformowania w prasie oraz sposób wytwarzania profili kątowych za pomocą tego zestawu. Zestaw składa się z metalowej matrycy posiadającej wgłębienie w postaci gniazda o kształcie ceowym i stempla o kształcie ceowym, dopasowanego kształtem do gniazda matrycy tak, że może on zostać wsunięty w to gniazdo i dociśnięty do jego powierzchni. Stempel wykonany jest z elastomeru, korzystnie odpornego na działanie wysokich temperatur. Półwyrob kompozytowy formuje się poprzez jego sprasowanie pomiędzy stemplem a gniazdem matrycy w kształt ceownika, po czym usuwa się nadmiar niezużytego materiału, a otrzymany ceownik rozcina się, uzyskując dwa profile kątowe.

(5 zastrzeżeń)



Zgł. nr 435828; C22C 33/04

MC DIAM SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Warszawa
Romański A.

Kompozycja łatwospiekalnego proszku na bazie żelaza i sposób jej wytwarzania

Wynalazek dotyczy kompozycji łatwospiekalnego proszku na bazie żelaza zawierającej dalsze proszki metali oraz ewentualnie składniki niemetaliczne wybrane z grupy obejmującej środki pomocnicze i cząstki diamentu. Kompozycja charakteryzuje się tym, że kompo-

zycja jest samolutowalna i jako mieszanę proszków metali zawiera: 25–35% proszku żelaza karbonylowego, 20–40% stopowego, rozpylanego proszku brązu cynowego 820 lub 23–35% stopowego, rozpylanego proszku brązu cynowego 815, 10–20% rozpylanego lub elektrolitycznego proszku miedzi, 10–25% stopowego proszku żelazofosforu karbonylowego o nominalnej zawartości fosforu wynoszącej 9%, i ewentualnie do 10% proszku niklu karbonylowego, przy czym ilości procentowe wyrażono w procentach mas., względem sumy mas proszków metali. Wynalazek dotyczy także sposobu wytwarzania kompozycji.

(5 zastrzeżeń)

Zgł. nr 435866; B01J 20/20

KRÓL DANUTA, Zasady; JARMUL KRZYSZTOF, Warszawa;
POSKROBKO SŁAWOMIR, Białystok

Poskrobko S., Król D., Jarmul K.

Sposób otrzymywania sorbentów węglowych

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób otrzymywania sorbentów węglowych, który charakteryzuje się tym, że depolimer poliolefinowy z odpadów poliolefinowych poddaje się upłynnianiu w temp. 130–150°C, korzystnie 140°C, a następnie do produktu w ilości 30–80% dodaje się rozdrobnione do wielkości nie większej niż 0,5 mm, korzystnie pyłu, węgle kamienne spiekające i/lub węgle brunatne i/lub torfy i/lub karbonizaty torfowe i/lub torfikaty torfowe i/lub karbonizaty w postaci półkoksu i/lub koksu i/lub torfikaty biomasy drzewnej i/lub torfikaty biomasy odpadowej z przemysłu spożywczego i/lub torfikaty biomasy agro w ilości 20–70% i miesza w temp. 130–150°C aż do zgranulowania się masy, a następnie suszy, korzystnie w temp. 80–130°C, aż do uzyskania gęstości 0,56–0,65 g/cm³, korzystnie 0,60 g/cm³, poddaje karbonizacji w temp. 500–800°C z szybkością nagrzewania 100–300°C/h, aż do uzyskania granul o wytrzymałości mechanicznej 93–98%, korzystnie 98%.

(3 zastrzeżenia)

Zgł. nr 435922; B33Y 70/00

SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT METALI NIEŻELAZNYCH, Gliwice

Radoń A., Polak M., Włodarczyk P., Kolano-Burian A.

Sposób wytwarzania kompozytowego materiału termoplastycznego do druku 3D elementów o wysokiej absorpcji promieniowania elektromagnetycznego w szerokim zakresie temperatur

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania kompozytowego materiału termoplastycznego do druku 3D elementów o wysokiej

absorpcji promieniowania elektromagnetycznego w szerokim zakresie temperatur, który charakteryzuje się tym, że materiał magnetykaloryczny o temperaturze Curie poniżej 0°C w postaci proszku miesza się z rozpuszczonym termoplastem w ilości 25–75% mas. proszku w stosunku do użytego polimeru, a następnie tak powstałą mieszaninę suszy się i poddaje granulacji w celu jej ostatecznego uformowania do postaci drutu poprzez ekstruzję. Jako proszek materiału magnetokalorycznego stosuje się korzystnie $\text{LaFe}_{13-x}\text{Si}_x$, gdzie $x = 1,1-1,8$.

(3 zastrzeżenia)

Zgł. nr 435930; B23K 1/19

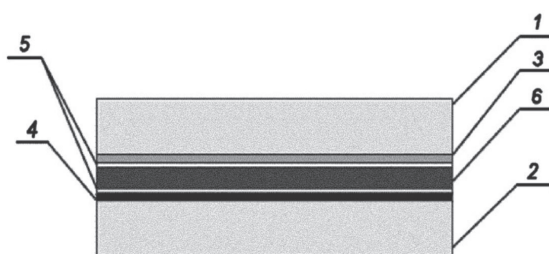
POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław

Wojdat T., Sokołowski P., Łatka L., Piątkowska D.

Sposób łączenia stopów aluminium z materiałami kompozytowymi na osnowie grafitu metodą lutowania miękkiego

Przedmiotem wynalazku jest sposób łączenia stopów aluminium z grafitem i materiałami kompozytowymi na osnowie grafitu metodą lutowania miękkiego z zastosowaniem metalicznej warstwy pośredniej nanoszonej metodą APS. Połączenia wg wynalazku stosowane są w urządzeniach przewodzących prąd elektryczny, a w szczególności w budowie odbieraków prądu pojazdów szynowych (pantografów), w którym to sposobie materiały, z których jeden stanowi stop aluminium, a drugi kompozyt na osnowie grafitu odtłuszcza się i oczyszcza się z tlenków, a następnie łączy się spoiwem w postaci lutu, w procesie lutowania miękkiego w temp. 183–200°C. Sposób charakteryzuje się tym, że przed wytworzeniem trwałego połączenia lutowanego miękkiego materiałów (1, 2) na uprzednio odtłuszczonej oraz oczyszczonej z tlenków powierzchnię jednego z materiałów (1) nanosi się metodą natryskiwania ciepłego plazmą atmosferyczną warstwę metaliczną z proszku metalu, która po procesie natryskiwania tworzy naniesioną na tym metalu (1) międzywarstwę metaliczną (3), a na powierzchnię drugiego materiału (2) nanosi się w procesie natryskiwania ciepłego plazmą atmosferyczną warstwę metaliczną z proszku miedzi, stanowiącą warstwę metaliczną (4) drugą, przy czym przed wytworzeniem trwałego połączenia lutowanego obie międzywarstwy pokrywa się topnikiem (5) i poddaje procesowi lutowania z użyciem spoiwa lutowniczego miękkiego (6).

(9 zastrzeżeń)



Zgł. nr 439271; C07F 11/00

UNIwersytet Jagielloński, Kraków

Szklarzewicz J., Hodorowicz M.

Molekularny materiał magnetyczny i sposób jego otrzymywania

Molekularny materiał magnetyczny zawierający cząsteczki soli zbudowanej z anionu będącego kompleksem heksacyjanowym wolframu o wzorze $[\text{WIV}(\text{CN})_6(\text{NN})]^{2-}$, anionu będącego kompleksem heksacyjanowym wolframu o wzorze $[\text{WV}(\text{CN})_6(\text{NN})]^-$, przy czym: W oznacza kation wolframu, CN oznacza ligand cyjanowy, a NN oznacza NN-donorowy dwukleszczowy ligand organiczny tworzący pięciocłonowy pierścień z atomem wolframu, i kationu $[\text{A}]^{n+}$ co najmniej jednego rodzaju, gdzie n oznacza liczbę całkowitą w zakresie 1–4. Przedmiotem zgłoszenia jest też sposób otrzymywania molekularnego materiału magnetycznego.

(15 zastrzeżeń)

Zgł. nr 435915; C08L 23/16

P.P.H.U. PRZEDSIĘBIORSTWO TWORZYW SZTUCZNYCH A.H.A.

TOMCZAK SPÓŁKA JAWNA, Pabianice

Tomczak A., Tomczak H., Tomczak A.

Nowy materiał polimerowy przeznaczony do produkcji membran (diagram) dla nowej generacji tandem serwo mechanizmów w samochodowych układach hamulcowych

Przedmiotem zgłoszenia jest materiał polimerowy. Mieszkanka gumowa zawierająca mieszaninę kauczków amorficznych, węglowodorowych, krystalicznych EPDM, napelniacze: sadzę półwzmocniającą, sadzę półaktywną, antyutleniacz 1,2-dihydro-2,2,4-trimetylochinolina, kwas stearynowy, glikol polietylenowy, tlenek cynku oraz system sieciujący składający się z trimetakrylanu trimetylopropanu oraz di(tertbutyloperoksyizopropilo) benzen. Mieszkanka charakteryzuje się tym, że zawiera 12% mas. oleju parafinowego o lepkości kinematycznej 215 mm²/s w 40°C.

(3 zastrzeżenia)

Zgł. nr 435891; C08L 67/00

POLITECHNIKA ŁÓDZKA, Łódź

Latos-Brozio M., Masek A.

Kompozycja polimerowa na bazie termoplastycznego polimeru biodegradowalnego

Przedmiotem zgłoszenia jest kompozycja polimerowa na bazie termoplastycznego polimeru biodegradowalnego zawierająca naturalny przeciwutleniacz, charakteryzująca się podwyższoną odpornością na utlenianie oraz podwyższoną odpornością na czynniki powodujące jej degradację w porównaniu z polimerem biodegra-

dawalnym stosowanym w tej kompozycji, jako bazę polimerową zawiera polilaktyd lub polihydroksymaślan, a jako naturalny przeciwutleniacz zawiera kwas bursztynowy.

(2 zastrzeżenia)

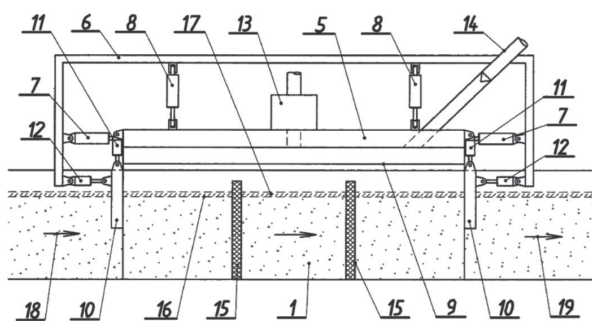
Zgł. nr 436039; C22B 21/06

FRONTAL ALUMINIUM SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ SPÓŁKA KOMANDYTOWA, Konin
Domagała J.

Urządzenie do ekstrakcji gazów z ciekłego aluminium i jego stopów

Urządzenie posiada komorę ekstrakcyjną (1) w postaci kanału wzdłużnego, wykonaną z materiału ceramicznego, w której gromadzi się ciekły metal, przy czym zewnętrzna powierzchnia kanału posiada izolację termiczną. Nad komorą ekstrakcyjną (1) posadowiona jest pokrywa (5), połączona z konstrukcją nośną (6) za pomocą zespołu siłowników hydraulicznych (7) ustawionych poziomo i zespołu siłowników (8) ustawionych pionowo. Od spodu, wzdłuż krawędzi długich pokrywy (5) posiada listwy do izolacji pneumatycznej (9). Do dwóch krótszych boków pokrywy (5) przymocowane są pionowe płyty do izolacji pneumatycznej (10) sterowane za pomocą dwóch zespołów siłowników hydraulicznych (11) i (12). Na zewnętrznej powierzchni pokrywy (5) zainstalowana jest pompa pneumatyczna (13) i dysza palnika gazowego (14). W kanale ekstrakcyjnym ustawione są filtry ceramiczne (15) (co najmniej jeden). Numerem (16) oznaczono poziom lustra metalu w komorze (1), nr. (17) warstwę topiku pokryciowego na powierzchni metalu, nr. (18) kierunek wpływu metalu przed rafinacją, a nr. (19) po rafinacji.

(4 zastrzeżenia)



Zgł. nr 435970; B82B 1/00

PRZEDSIĘBIORSTWO INNOWACYJNO WDROŻENIOWE DELTA SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Dołsk
Akbari S., IR

Sposób wytwarzania nanocząstek koloidalnych metali przejściowych oraz zastosowanie żeli metali przejściowych

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania nanocząstek koloidalnych metali przejściowych, który obejmuje następujące eta-

py: (i) przygotowanie roztworu hybrydowego dendrymeru/gemini surfaktanta jako roztworu dyspersyjnego, (ii) dodanie do roztworu dyspersyjnego soli metalu przejściowego oraz (iii) dodanie do roztworu dyspersyjnego środka redukującego, który jest wybrany z grupy obejmującej NaBH_4 , LiBH_4 , KBH_4 , borowodorek tetrabutylloamoniowy, N_2H_4 , PhHNNH_2 , $\text{NH}_3\text{-BH}_3$, $(\text{CH}_3)_3\text{N-BH}_3$, mrówczan i NaHPO_2 , przy czym żele metali przejściowych używa się m.in. do pokrywania powierzchni użytkowych jako zabezpieczenie przed patogenami biologicznymi, takimi jak wirusy, bakterie, pasożyty, grzyby i priony.

(16 zastrzeżeń)

Zgł. nr 435944; C08J 5/18

PROXIM ONE SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ SPÓŁKA KOMANDYTOWA, Lublin
Plewka D.

Folia kompozytowa z mieszaniny suspensyjnego PVC z modyfikatorami

Przedmiotem zgłoszenia jest folia z mieszaniny suspensyjnego PVC z modyfikatorami, w której PVC stanowi 70–90%, przy czym PVC zawiera 1–2% plastyfikatorów w postaci ftalanu di-2-etylohesylu lub jego mieszaniny, która charakteryzuje się tym, że PVC zawiera na 100 cz. mas. PVC 10–20 cz. mas. włókna szklanego ciętego o średnicy filamentu 9–20 μm i długości 5–25 mm plastyfikowanych i stapianych przy użyciu wytłaczarki szczelinowej, a następnie ukalandrowanych przy użyciu kalandra 3-walcowego w temp. 120–185°C.

(5 zastrzeżeń)

Zgł. nr 436101; C08L 69/00

UNIwersytet Śląski w Katowicach, Katowice; AKADEMIA WYCHOWANIA FIZYCZNEGO IM. JERZEGO KUKUCZKI w Katowicach, Katowice

Swinarew A., Gabor J., Okła H., Skoczyński S., Trejnowska E., Szpikowska-Sroka B., Popczyk M., Stanula A.

Organiczny materiał o właściwościach porotwórczych oraz sposób jego otrzymywania

Przedmiotem wynalazku jest materiał o właściwościach porotwórczych oraz sposób jego otrzymywania polegający na tym, że do reaktora z materiału niereaktywnego wprowadza się w atmosferze gazu inertnego (obojętnego) rozpuszczalnik polarny oraz kwas wybrany spośród: kwas siarkowy(VI), kwas chlorowodorowy lub kwas octowy, w proporcjach od 2–0,002 do 7–0,002, a następnie na 50 mL tak powstałej mieszaniny dodaje się 4-(difenylloamino)-benzaldehyd w ilości 0,2–0,7 g oraz 1,3-indandion w ilości 0,01–0,08 g i miesza do uzyskania jednolitej mieszaniny nie krócej niż 1 min, po czym zawiesinę przemywa się gazem inertnym przez

co najmniej 5 min, podgrzewa, doprowadzając do wrzenia w chłodnicy zwrotnej w atmosferze gazu inertnego i miesza intensywnie przy 100–1000 rpm przez co najmniej 18 h. Po procesie mieszania powstałą mieszaninę chłodzi się do temp. 20–35°C i poddaje chromatografii kolumnowej w złożu SiO_2 i w fazie ruchomej mieszaniny heksanu i chlorku metylenu, w ilości heksanu 0,5–2-krotności objętości mieszaniny reakcyjnej, i chlorku metylenu 0,5–2-krotności objętości mieszaniny reakcyjnej, po czym suszy się próżniowo przez co najmniej 20 h do stałej masy, i rekrytalizuje się z chloroformu, a produkt po rekrytalizacji z chloroformu (rekrytalizat) umieszcza się w homogenizatorze i wprowadza bazę w postaci: polipropylenu (PP) lub poliuretanu (PU) lub poli(tereftalanu etylenu) (PET) lub poliwęglanu (PC) lub polioksymetylenu (POM) lub polisulfonu (PSU) lub silikonu lub polimeru fluorowego, korzystnie poli(tetrafluoroetyleny) (PTFE) lub polifluorku winylidenu (PVDF) lub kopolimeru tetrafluoroetyleny i heksafluoropropylenu (FEP), w proporcji baza-rekrytalizat od 50–2 do 5000–2, a następnie miesza aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny i suszy przez co najmniej 20 h w temp. 80–110°C.

(7 zastrzeżeń)

Zgł. nr 439380; C22C 38/10

POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA, Częstochowa

Nabiałek M., Jeż B., Jeż K.

Nanokrystaliczny magnetycznie miękki stop żelaza i kobaltu z mikro-dodatkiem miedzi

Przedmiotem zgłoszenia jest stop nanokrystaliczny żelaza, który charakteryzuje się tym, że ma skład $(\text{Fe}_{36}\text{Co}_{36}\text{Y}_8\text{B}_{20/99,9}\text{Cu}_{0,1})$ oraz nieuniknione zanieczyszczenia.

(1 zastrzeżenie)

Zgł. nr 435877; C08L 67/04

POLITECHNIKA GDAŃSKA, Gdańsk

Mania S., Tylingo R., Banach A.

Sposób wytwarzania materiału termoplastycznego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania materiału termoplastycznego jako filamentu do druku 3D zawierający poli(alkoholu winylowy), polikaprolakton oraz chitozan. Sposób polega na tym, że roztwór chitozanu nasycanego ditlenkiem węgla poddaje się kompatybilizacji do przetwórstwa z surowcami termoplastycznymi poprzez zmieszanie go z wodnym roztworem hydrolizowanego poli(alkoholu winylowego), o stopniu hydrolizy co najmniej 75%, korzystnie 80%, gdzie udział masowy obu polimerów w odniesieniu do ich bezwodnych form wynosi 1:1. Dalej mieszaninę zamraża się w temp. od -80°C do -18°C i wysusza sublimacyjne w warunkach ciśnienia w zakresie 0,9–6,0 mbar, przy różnicy temperatur pomiędzy kon-

densatorem liofilizatora a próbą w zakresie 70–140°C. Wysuszony kompozyt chitozanu i poli(alkoholu winylowego) po rozdrobnieniu miesza się z polikaprolaktonem, a otrzymany filament poddaje się ekstruzji, korzystnie dwustopniowej.

(4 zastrzeżenia)

Zgł. nr 435997; B23K 10/02

POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice

Czupryński A., Stawarz M.

Kompozyt ceramiczno-metaliczny do napawania łukowego lub przetapiania piecowego

Przedmiotem zgłoszenia jest kompozyt ceramiczno-metaliczny do napawania łukowego lub przetapiania piecowego, który charakteryzuje się tym, że składa się z osnowy metalicznej zawierającej: 10–21% mas. chromu, korzystnie 16%, 3–6% mas. krzemu, korzystnie 4%, 2–5% mas. boru, korzystnie 3,5%, 2–5% mas. żelaza, korzystnie 4%, 0,5–1% mas. węgla, korzystnie 0,7%, przy czym co najmniej 65% mas. korzystnie stanowi nikiel, oraz wzmocnienia ceramicznego zawierającego: 30–60% mas. sferoidalnego węgla wolframu, korzystnie 55%, 3–10% mas. ostrokrawędziowego węgla tytanu TiC, korzystnie 35%, oraz 5–20% mas. diamentu polikrystalicznego HiD-PD-Co, korzystnie 10%, przy czym stosunek masowy wzmocnienia ceramicznego do osnowy wynosi 70/30%, korzystnie 60/40% mas.

(1 zastrzeżenie)

Zgł. nr 435957; B22F 3/12

SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – KRAKOWSKI INSTYTUT TECHNOLOGICZNY, Kraków

Cygan-Bączek E., Putyra P., Wyżga P.

Osnowa do narzędzi metaliczno-diaamentowych oraz sposób wytwarzania osnowy

Osnowa składa się z mieszaniny proszków Fe-Mn-Cu-Sn-C w ilości 80–95% mas. i twardych cząstek fazy ceramicznej SiC w ilości 5–20% mas., przy czym mieszanina proszków Fe-Mn-Cu-Sn-C zawiera: 77% żelaza, 7,5% żelazomanganu wysokowęglowego, 7,5% żelazomanganu niskowęglowego, 8% brązu cynowego. Do mieszaniny proszków Fe-Mn-Cu-Sn-C w ilości 80–95% mas. wprowadza się twarde cząstki fazy ceramicznej SiC w ilości 5–20% mas., a następnie całość poddaje się mieleniu w młynku kulowym do uzyskania uziarnienia 50–60 μm, po czym spieka się metodą prasowania na gorąco pod ciśnieniem 35 MPa w temp. 900–950°C przez 3–10 min.

(2 zastrzeżenia)

Zgł. nr 435802; C23C 18/38**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT TELE- I RADIOTECHNICZNY, Warszawa****Rymarczyk J., Stępińska I.***Sposób wytwarzania nanokompozytu CuO-ZnO w postaci nanodrutów tlenku miedzi z nanostrukturami tlenku cynku*

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania nanokompozytu CuO-ZnO w postaci nanodrutów tlenku miedzi z nanostrukturami tlenku cynku, który polega na tym, że w pierwszym etapie, w procesie termicznego utleniania podłoża miedzianego w atmosferze powietrza, w temp. 400–600°C, w czasie 30–120 min, otrzymuje się wzrost nanodrutów z tlenku miedzi. Do otrzymywania nanodrutów stosuje się jako podłoże płytki miedziane o czystości $\geq 99,8\%$. Następnie w drugim etapie, w procesie fizycznego osadzania z fazy gazowej pręta cynkowego o czystości $\geq 99,9\%$, powstaje warstwa Zn o grubości 5–30 nm pokrywająca nanodrutu CuO. Proces prowadzi się w warunkach próżni dynamicznej o wartości co najmniej 10^{-3} Pa przy natężeniu prądu płynącego przez źródło 23 A i odległości źródła od podłoża 65 mm. W trzecim etapie warstwę Zn osadzoną na nanodrutach CuO poddaje się termicznemu utlenianiu, w wyniku którego powstaje nanokompozyt w postaci nanodrutów CuO z nanostrukturami ZnO. Proces prowadzi się w atmosferze powietrza, w temp. 400–600°C, przez 30–120 min.

(4 zastrzeżenia)

Zgł. nr 436887; B23K 26/3**NARZĘDZIA I URZĄDZENIA WIERTNICZE GLINIK SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Gorlice****Burkot M., Szpak M.***Proszek kompozytowy oraz narzędzie wiertnicze z powłoką kompozytową otrzymaną z tego proszku metodą przyrostową w procesie laserowego osadzania metali*

Wynalazek dotyczy proszku kompozytowego do wytwarzania narzędzi wiertniczych, a zwłaszcza cutterów metodą przyrostową w procesie laserowego osadzania metali (LMD) z cząstkami dwóch różnych faz umacniających w osnowie kobaltowej. Pierwszą fazę umacniającą stanowią cząstki syntetycznego diamentu polikrystalicznego (PCD) z powłoką z węgla wolframu (WC), natomiast drugą stanowią cząstki węgla tytanu (TiC). Osnowa kobaltowa oprócz kobaltu (Co) zawiera węgiel (C), krzem (Si), żelazo (Fe), chrom (Cr), nikiel (Ni) i wolfram (W). Ponadto wynalazek dotyczy narzędzia wiertniczego, a zwłaszcza cuttera z powłoką kompozytową otrzymaną z proszku wg wynalazku metodą przyrostową w procesie LMD.

(7 zastrzeżeń)

Zgł. nr 435992; C03B 37/00**INNOVATION BASALT TECHNOLOGY SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Gdańsk****Voronov D., UA, Chuvashov Y., UA***Sposób wytwarzania włókna z surowców mineralnych*

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania włókna z surowców mineralnych, który polega na tym, że topi się wsad w postaci mieszaniny rozdrobnionych skał zawierających bazalt, a po stopieniu odgazowuje się i homogenizuje się stop do osiągnięcia gęstości od $2,73 \cdot 10^3$ kg/m³ do $3,04 \cdot 10^3$ kg/m³. Wartość współczynnika kwasowości pH stopu ustala się w zakresie 4,5–6,6, a porowatość stopu ustala się w zakresie 0,5–3,9%. Następnie stop podaje się do podajnika matrycowego z otworami i formuje się włókno przez wyciąganie stopu przez otwory w płycie podajnika matrycowego, przy czym ciągnięcie włókien prowadzi się w temperaturze stopu 1150–1510°C. Przed stopieniem wsad poddaje się płukaniu wodą w celu pozbowienia pyłów o średnicy ziaren 0,001–0,1 mm. Jako surowiec do wytworzenia stopu stosuje się mieszaninę skał o składzie chemicznym: krzemionka SiO₂ w ilości 46,8–59,9%, tlenek glinu Al₂O₃ w ilości 16,7–17,1%, tlenek tytanu TiO₂ w ilości 2,7–3,7%, tlenki żelaza Fe₂O₃ i FeO w ilości 7,2–10,8%, tlenek wapnia CaO w ilości 6,3–8%, tlenki magnezu i manganu MgO i MnO w ilości 4,5–7,2%, tlenki sodu i potasu Na₂O i K₂O w ilości 2,7–6,3%. Surowiec mineralny przed stopieniem rozdrabnia się do wielkości ziaren w zakresie 1–7 mm.

(8 zastrzeżeń)

Zgł. nr 435986; C01B 32/158**POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice****Janas D., Taborowska P.***Sposób wytwarzania taśm z nanorurek węglowych*

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania taśm z nanorurek węglowych w wyniku obróbki mechanicznej i obróbki termicznej w atmosferze gazowej, który polega na tym, że co najmniej 50% mas. materiału nanowęglowego oraz co najwyżej 50% mas. wysokocząsteczkowego czynnika dyspergującego poddaje się działaniu ultradźwięków, korzystnie sonikatora ultradźwiękowego o mocy co najmniej 200 W, utrzymując temperaturę dyspersji poniżej 5°C, w czasie co najmniej 30 min, następnie tak uzyskaną dyspersję materiału nanowęglowego oraz wysokocząsteczkowego czynnika dyspergującego osadza się w trybie ciągłym na przemieszczające się podłoże o małej chropowatości, po czym osadzoną warstwę poddaje się obróbce termicznej w temperaturze co najmniej 150°C, a rozpuszczalnik organiczny odparowuje, utworzoną suchą warstwę poddaje się obróbce termicznej w temperaturze co najmniej 450°C w celu usunięcia czynnika dyspergującego.

(6 zastrzeżeń)

Zgł. nr 440044; C25D 11/04
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice
Sowa M., Simka W., Olesiński A.

Sposób wytwarzania porowatych warstw tlenkowych na aluminium zawierających polimerowe inhibitory korozji

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób formowania warstw tlenkowych, gdzie element z aluminium lub jego stopu poddaje się polaryzacji anodowej w kąpeli krzemianowej, boranowej, heksametafosforanowej lub ich mieszaninie, korzystnie zawierającej krzemian sodu lub potasu o stężeniu 1–120 g/dm³, tetraboran sodu lub potasu o stężeniu 1–120 g/dm³, heksametafosforan sodu lub potasu o stężeniu 1–240 g/dm³, wodorotlenek sodu lub potasu o stężeniu 0,3–30 g/dm³, prowadzonej w warunkach prądu stałego lub impulsowo przy zachowaniu gęstości prądu 0,1–50 A/dm², napięcia dodatniego 250–800 V oraz napięcia ujemnego od 0 do -150 V, przez 5–120 min, korzystnie płucze w wodzie destylowanej i suszy. Sposób charakteryzuje się tym, że tak utleniony element zanurza się w ciekłym monomerze polimerowego inhibitora korozji aluminium, a po jej wyciągnięciu i wysuszeniu poddaje powtórnie procesowi polaryzacji anodowej, co skutkuje podniesieniem odporności korozyjnej podłoża metalowego.

(4 zastrzeżenia)

Zgł. nr 435987; C01B 32/15
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice
Janas D., Wasiak T.

Sposób wytwarzania hybrydowych materiałów oraz nanomateriałów węglowych

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania hybrydowych materiałów oraz nanomateriałów węglowych, który polega na tym, że materiał nanowęglowy oraz czynnik dyspergujący w stosunku mas. 1:1–10:1 dysperguje się w obecności lotnego rozpuszczalnika organicznego w stosunku mas. 10:1–250:1, następnie poddaje się działaniu ultradźwięków, utrzymując temperaturę dyspersji poniżej 3°C w czasie co najmniej 30 min, równocześnie nanodrut w ilości odpowiadającej wadze materiału nanowęglowego dysperguje się w obecności lotnego rozpuszczalnika organicznego w stosunku mas. 10:1–250:1 względem wykorzystanej ilości nanodrutów przy działaniu ultradźwięków, korzystnie za pomocą sonikatora ultradźwiękowego o mocy co najmniej 200 W, utrzymując temperaturę dyspersji poniżej 3°C, w czasie co najmniej 30 min, obie mieszaniny łączy się ze sobą w stosunku 1:1–10:1, korzystnie 2:1, tak otrzymaną zawiesinę osadza się na podłożu o małej chropowatości, suszy, po czym oddziela się materiał hybrydowy od podłoża.

(8 zastrzeżeń)

Przygotowała mgr Anna Skurzewska

WYDAWNICTWO SIGMA-NOT 



POŁĄCZENIE sił to POCZĄTEK,
POZOSTANIE razem to POSTĘP,
WSPÓLNA praca to
SUKCES

Wszystkim czytelnikom,
reklamodawcom
oraz autorom współtworzącym
nasze wydania
DZIĘKUJEMY za to,
że jesteście z NAMI

INFORMACJE DLA AUTORÓW

Redakcja przyjmuje do publikacji tylko prace oryginalne, niepublikowane wcześniej w innych czasopiśmie ani materiałach z konferencji (kongresów, sympozjów), chyba że publikacja jest zamawiana przez Redakcję. Artykuł przekazany do Redakcji nie może być ani opublikowany w całości lub części, ani równocześnie przekazany do opublikowania w innym czasopiśmie. Fakt nadesłania pracy do Redakcji uważa się za jednoznaczny z oświadczeniem Autora, że warunek ten jest spełniony. Z chwilą otrzymania artykułu przez Redakcję następuje przeniesienie praw autorskich na Wydawcę (Redakcję), która ma odtąd wyłączne prawo do korzystania z utworu, rozporządzania nim i wielokrotniania dowolną techniką, w tym elektroniczną oraz rozpowszechniania. Bez zgody Wydawcy (Redakcji) artykuł nie może być reprodukowany w żadnej postaci ani tłumaczony. Za publikację prac naukowo-badawczych Wydawca nie płaci honorarium autorskiego. Druk publikacji naukowej związany jest z pewnymi kosztami, których ok. 50% musi ponieść instytucja Autora, bowiem przychody redakcji z tytułu prenumeraty i reklam drukowanych w naszym czasopiśmie pokrywają tylko ok. 50% kosztów. Koszt jednej strony w druku wynosi 300,00 zł netto. W uzasadnionych przypadkach Redakcja może dopuścić do nieodpłatnej publikacji artykułu. Warunkiem koniecznym jest oświadczenie o braku środków na pokrycie kosztów druku i/lub pozytywna ocena merytoryczna artykułu, potwierdzająca znaczenie przeprowadzonych badań i analiz oraz oryginalność materiału. Artykuły są drukowane zależnie od sytuacji ekonomicznej Redakcji.

Artykuł w języku polskim lub angielskim powinien być dostarczony do Redakcji w formie elektronicznej, jako załącznik do e-maila. Należy oczekiwać potwierdzenia jego otrzymania przez Redakcję (z podaniem numeru ewidencyjnego zarejestrowanego artykułu). W przypadku nie otrzymania przez Autora takiego potwierdzenia należy najpóźniej po 2 tygodniach skontaktować się z Redakcją w sprawie zgłaszanego artykułu. Wydruk artykułu w formacie A4 powinien mieć znormalizowaną liczbę wierszy i znaków w wierszu (32 wiersze po ok. 80 znaków w wierszu). Między wierszami należy zachować 1 interlinię, wielkość czcionki Times New Roman 13 punktów. Objętość artykułów naukowo-badawczych nie powinna przekraczać 12 tak znormalizowanych stron maszynopisu, a artykułów przeglądowych 20 stron łącznie z tabelami, rysunkami, wzorami i spisem literatury. Możliwy jest druk dłuższych publikacji, ale ich Autorzy muszą mieć świadomość, że oznaczać to będzie wyższe koszty druku. W tekście można zaznaczyć te elementy lub fragmenty, które należy szczególnie wyróżnić (kursywą, pogrubieniem lub kolorem). Przypisy uzupełniające i wyjaśniające tekst podstawowy powinny być napisane na dole strony, na której występują. Zaleca się umiar w stosowaniu przypisów. Tytuł artykułu należy podać w języku angielskim i polskim. Praca powinna zawierać streszczenie w języku angielskim i polskim. Streszczenie powinno być krótkim, trój- lub czterozdaniowym wyrażeniem najważniejszych myśli artykułu i podsumowaniem wyników pracy, napisanym w formie bezosobowej.

Wzory powinny być pisane bardzo czytelnie. Litery greckie należy opisać na marginesach (np. β – beta). Wyraźnie należy zróżnicować liczbę „0” i dużą literę „O”. Szczególnie czytelny powinien być zapis potęg i indeksów. Wzory i równania (chemiczne, matematyczne, fizyczne) należy przygotować specjalnym edytorami (np. ChemWin, ISIS Draw 2.2) i zapisać w powszechnie używanym formacie graficznym (np. tiff, gif, jpg). We wzorach i w tekście należy stosować jednostki Międzynarodowego Układu Jednostek SI. Jednostki w tabelach i w opisach rysunków należy podać po przecinku, a nie w nawiasach.

Tytuł i śródtytuły powinny być możliwie krótkie, lapidarnie ujmujące treść artykułu lub rozdziału. Śródtytuły należy numerować, można też oznaczyć ich rodzaj na marginesie (np. I rzędu, II rzędu, III rzędu).

Tabele, podpisy pod rysunkami i rysunki, ilustracje (w wymienionej kolejności) powinny znajdować się poza tekstem, a na marginesie wydruku tekstu lub w jego treści powinny być zaznaczone proponowane miejsca ich wstawienia. Zaleca się zestawianie wyników pomiarów lub różnych właściwości w formie tabelarycznej. Tabele powinny być ponumerowane cyframi arabskimi. Tytuł tabeli w języku angielskim i polskim powinien znajdować się nad tabelą. Nie stosuje się skrótów „tab.” ani w tytule, ani w tekście artykułu (jeśli w artykule jest tylko jedna tabela, to nie wpisuje się „1”). Tabele nie powinny być zbyt rozbudowane. Pożądane jest, aby mieściły się w szerokości szpalty lub kolumny druku (podstawa 8,5 cm lub 17,5 cm). W tabelach powinny być zaznaczone te rubryki, które należy wyróżnić za pomocą koloru.

Podpisy umieszczamy pod rysunkami. Wszystkie wykresy, rysunki i fotografie nazywa się rysunkami i numeruje kolejno (jeśli jest tylko 1 rysunek nie wpisuje się „1”), podając na każdym nazwisko Autora. Po skrócie Rys. należy wpisać numer rysunku lub fotografii, tytuł, a następnie stosowane na ilustracji oznaczenia. Jeśli oznaczenia zostały objaśnione w tekście, należy wpisać sformułowanie „oznaczenia objaśniono w tekście”.

Rysunki powinny być optymalnie szczegółowe. W rysunkach należy unikać słów obcojęzycznych, zastępując je polskimi odpowiednikami. Opisy rysunków podawane przy osiach x, y powinny być wielką literą, a jednostka po przecinku (bez nawiasu kwadratowego), np. Masa, g.

Elementy rysunków powinny być opisane symbolami (wersalikami), a rozwinięcie oznaczeń symboli przeniesione do podpisu. Opisywanie rysunku pełnym tekstem jest dopusz-

czalne tylko wtedy, gdy ma to ważne uzasadnienie merytoryczne. Jest to uwarunkowane dążeniem redakcji, aby rysunek zmieścił się na jednej szpalcie lub w szerokości jednej kolumny (podstawa 8,5 cm lub 17,5 cm). Pożądane typy rysunków to: wykresy liniowe, słupkowe, blokowe. Rysunki powinny być dostarczone jako osobne pliki graficzne o wysokiej rozdzielczości w powszechnie akceptowanych formatach (np. tiff, gif, jpg, bmp). Nie powinny znajdować się w ramkach.

Przed LITERATURĄ można umieścić podziękowania, informacje o grantach, projektach lub stypendiach, w ramach których wykonano pracę, informacje o finansowaniu.

Literatura cytowana powinna być umieszczana na końcu artykułu, uporządkowana w kolejności cytowania w tekście i kolejno ponumerowana, numery cytowanych w spisie pozycji powinny znajdować się w nawiasie kwadratowym. W tekście numerację odnośników należy wpisywać także w nawiasach kwadratowych. Nie należy stosować tzw. automatycznego spisu literatury cytowanej. Literatura powinna zawierać podstawowe elementy opisu bibliograficznego wg podanych przykładów (1. książka, 2. czasopismo, 3. materiały konferencyjne, 4. praca doktorska, 5. materiały reklamowe firmy, 6. patent, 7. norma, 8. Dziennik Ustaw, 9. rozporządzenie, 10. dyrektywa, 11. adres internetowy):

- [1] Luximon A.: Handbook of footwear design and manufacture. Woodhead Publishing, Cambridge (2013).
- [2] Aizenshtein E.M.: Polyester fibres continue to dominate on the world textile raw materials balance sheet. Fibre Chemistry 41 (1) (2009) 1–8.
- [3] Sajek A.K., Sajek A.: A title of an article published in conference proceedings. A Title of the Conference, locality, June 20th–24th (2004) 101–105.
- [4] Brzozowski R.: Badanie selektywności kształtu w reakcjach syntezy diizopropylonaftalenów prowadzonych w obecności katalizatorów glinokrzemianowych. Praca doktorska. Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (2001).
- [5] GRYFSKAN Sp. z o.o., Hajnówka, Prospekt firmowy.
- [6] Zgł. pat. pol. P-344 539 (2000).
- [7] PN-EN ISO 20344:2012. Personal protective equipment. Test methods for footwear.
- [8] Dz.U. 2004, nr 19, poz. 177.
- [9] Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 18 czerwca 2008 r. w sprawie wykonywania niektórych przepisów ustawy o nawozach i nawożeniu. Dz.U. 2008, nr 119, poz. 765.
- [10] Dyrektywa 2004/18/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 31 marca 2004 r. w sprawie koordynacji procedur udzielania zamówień publicznych na roboty budowlane, dostawy i usługi. Dz.Urz. UE L 134, 114.
- [11] <http://www.spirulina.pl>, dostęp 15 marca 2013 r.

DOI: 10.14314/polimery.2016.031.

Imię i nazwisko Autora lub Autorów (bez tytułów naukowych i zawodowych) należy umieścić na pierwszej stronie, pod tytułem. Gwiazdką (*) powinien być oznaczony Autor do korespondencji, którego e-mail musi znaleźć się pod afiliacjami Autorów. Przy nazwiskach Autorów powinny być umieszczone numery ORCID.

Plik z publikacją wzorcową jest dostępny na stronie internetowej czasopisma i.mat.polsl.pl.

Wszystkie zgłoszone do druku prace naukowo-badawcze i problemowo-przeglądowe (w tym także artykuły sponsorowane) poddawane są recenzji. Opinia Recenzenta jest przekazywana Autorowi do ustosunkowania się w terminie zazwyczaj nie dłuższym niż 1 miesiąc. Jeśli praca wymaga poprawek i/lub uzupełnień, to Autor musi wprowadzić je w czasie nie dłuższym niż 1 miesiąc. Niezwroćenie poprawionej pracy w tym terminie oznaczać będzie druk publikacji w późniejszym terminie. Redakcja zastrzega sobie prawo dokonywania poprawek językowych (stylistycznych) oraz skracania artykułów w przypadku występowania w nich powtórzeń i rozlewności.

Notatki informacyjne, recenzje, wywiady, sprawozdania i komentarze przygotowywane są w zasadzie wyłącznie na zamówienie Redakcji lub z inicjatywy Autorów po wstępnym (np. telefonicznym) uzgodnieniu tematyki, zakresu i objętości opracowania. Podobnie jak w przypadku artykułów naukowo-badawczych i problemowo-przeglądowych, prawa autorskie do publikacji zostają przeniesione na Wydawcę (Redakcję) po przekazaniu pracy do druku. Na każdy przedruk tych publikacji wymagana jest pisemna zgoda Redakcji.

W momencie dostarczenia artykułu do redakcji Autor (Autorzy) powinien dołączyć formularz zgłoszenia publikacji dostępny na stronie internetowej, w którym podane będą:

- imię i nazwisko, tytuł zawodowy i naukowy,
- nazwę i adres instytucji, w której praca została wykonana,
- numery telefonów i faksu, służbowy, komórka,
- adres poczty elektronicznej,
- adres do korespondencji,
- dane instytucji Autora do wystawienia faktury (oficjalna nazwa, oficjalny adres, numer NIP), w przypadku uczelni wyższej jest to zwykle adres jej rektoratu.

**We wszystkich sprawach budzących wątpliwości prosimy o telefoniczny lub mailowy kontakt z naszą Redakcją:
+48 663-311-933, i.materialowa@sigma-not.pl**

CERTYFIKAT

Ten certyfikat potwierdza

zakup energii pochodzącej w

100% z odnawialnych źródeł

przez

**WYDAWNICTWO CZASOPISM I
KSIĄŻEK TECHNICZNYCH SIGMA-NOT
SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ**

Dzięki temu WYDAWNICTWO CZASOPISM I

KSIĄŻEK TECHNICZNYCH SIGMA-NOT SPÓŁKA Z
OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ redukuje

emisję do

206248 kg CO₂ rocznie



respect.energy

PRACUJEMY NA ZIELONEJ ENERGII



*Korzystamy
z zielonej energii*

Bądź eko
wybierz prenumeratę
cyfrową

Warianty prenumeraty czasopism na 2023 r.

PRENUMERATA cyfrowa – czasopismo wyłącznie w wersji cyfrowej dostępne na Portalu Informacji Technicznej www.sigma-not.pl, prenumerator otrzyma link aktywacyjny do zaprenumerowanego tytułu;

Pakiet PLUS – czasopismo w wersji papierowej (bez doliczanej opłaty za jej dostarczenie) oraz w wersji cyfrowej, wraz z dostępem do archiwum zaprenumerowanego tytułu na Portalu Informacji Technicznej www.sigma-not.pl; prenumerator otrzyma link aktywacyjny do zaprenumerowanego tytułu;

PRENUMERATA papierowa – czasopismo tylko w wersji papierowej
(za jego dostarczenie doliczamy opłatę).



więcej informacji: 22 840 30 86, prenumerata@sigma-not.pl
portal@sigma-not.pl