Redakční rada: Ing. Karel Balík, CSc. Ing. Zuzana Weishauptová, CSc.

Adresa redakce: Ing. Tomáš Suchý Ústav struktury a mechaniky hornin ČAV V Holešovickách 41 182 09 Praha 8 Česká republika

Spolupracoval: Ing. Tomáš Suchý e-mail: <u>suchyt@irsm.cas.cz</u>

tel.: +420 266 009 318 fax: +420 268 801 05 e-mail: <u>balik@irsm.cas.cz</u>

Číslo 1/2004 - Obsah	strana
Oddělení uhlíku, kontakt	3
M. Sochor, K. Balík, R. Sedláček, T. Suchý, P. Tichý, H.	
Hulejová, V. Pešáková	4
Comparison of Biomechanical Properties of Carbon-	4
Carbon and Glass Composites	
M. Černý, P. Glogar, P. Nekoksa, Z. Sucharda	
Thermally resistant composites with R-glass fibres and	12
polysiloxane-derived ceramic matrix	
Bezkontaktní měření povrchu	18
Workshop 2004, abstrakta 2	21
Informace o konferencích	33
Instrukce pro publikování v časopise Acta Montana	36

Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČR Oddělení uhlíku – kontakt

Kontakt Ústav struktury a mechaniky hornin Akademie věd ČR – oddělení uhlíku V Holešovičkách 41 182 09 Praha 8 Česká republika

telefon: +420 266 009 212 fax.: +420 268 801 05

Vedoucí: Ing. Karel Balík, CSc. <u>balik@irsm.cas.cz</u> Zástupce: Mgr. Petr Glogar, CSc. <u>glogar@irsm.cas.cz</u>

## COMPARISON OF BIOMECHANICAL PROPERTIES OF CARBON-CARBON AND GLASS COMPOSITES

Karel Balik<sup>1</sup>, Miroslav Sochor<sup>2</sup>, Petr Tichy<sup>2</sup>, Tomas Suchy<sup>1, 2</sup>, Radek Sedlacek<sup>2</sup>, Martin Cerny<sup>1</sup>, Vlasta Pesakova<sup>3</sup>, Hana Hulejova<sup>3</sup>

1] Institute of Rock Structure and Mechanics, Academy of Sciences of the Czech Republic, Prague, CR

2] Department of Mechanics, Faculty of Mechanical Engineering, CTU in Prague, Czech Republic

3] Institute of Rheumatism, Prague, CR

Corresponding author e-mail address: <u>balik@irsm.cas.cz</u> INTRODUCTION

Composite materials based on various precursors have been tested for several years as biomaterials in medicine, esp. in bone surgery. New technologies allow to produce composites with required mechanical properties close to those of human bones, of a suitable shape and size of the pores, facilitating or preventing the ingrowth of the bone cells, and with excellent biological properties. They are non-toxic, bio-neutral as well as bio-active and their advantages include the fact that they do not form shadows during the X-ray and CT screenings or magnetic resonance [1].

Carbon-carbon (C/C) composite materials have been tested for a number of years as connecting elements and replacements of the bones in orthopaedics [2, 3, 4, 5, 6]. Due to their composition, i.e., of nearly pure carbon [3], they have a very good biotolerance. However, a certain C/C composite disadvantage consists in releasing carbon particles from its brittle matrix, especially when loaded [7, 8], and in a complex preparation [2] resulting in a high price.

In this study, we deal with the development of a C/C composite in a form of intervertebral cages to be applicable for the treatment of the lumbar spine disorders, without releasing carbon particles. At the same time, we compare the preparation and biomechanical properties of the above mentioned C/C composite with a newly developed composite based on glass fibers considered as replacements and connections of long bones.

## EXPERIMENTAL

Intervertebral Cages Based on C/C Composites

Intervertebral cages, currently used in the spine surgery, are based mostly on titanium alloys (e.g., alloy of Ti, Al, V), while those based on polymers (e.g., PEEK), being neither so rigid, nor showing shadows in the X-ray or CT screenings and magnetic resonance, in comparison to metal cages , have appeared on the market in the recent years. Current operation techniques use bone grafts to achieve osteosynthesis of two

neighboring vertebral bodies which results in weakening of patient's organism during a consecutive bone tissue auto-sampling or in the risk of infection and immunity reaction while using bone tissues from a donor. Application of bioneutral carbon composites, showing a very good biotolerance and integration into the tissues and bones, offers the advantages of plastic materials mentioned above and no bone grafts will be needed.

## Materials and Preparation

The basic precursors for the preparation of the C/C composites were:

- carbon fabric (Nr. 46281, type plain cloth), produced by HEXCEL, France, on the basis of the fiber TORAYCA T 800
- phenolformaldehyde resin UMAFORM LE, produced by SYNPO, Ltd., Czech Republic

Carbon composite samples were prepared as coiled reinforcements combined with parallel laminae in the center of the sample, where the first sample had 2 and the second one 4 parallel laminae in the center (see Figure 1). Curing of the sample was performed in a mould of silicon rubber, in a metal frame, in an autoclave (air pressure of 0.6 MPa, temperature of 125°C, dwell of 90 minutes). This was followed by slow carbonization (heating rate in the slowest period 8°C/hour, maximum temperature 1000°C, dwell 60 minutes) and by double impregnation. The two series of samples were finally graphitized and some samples were also coated with PyC (pyrolytic carbon) and with p(HEMA) (poly [2-hydroxyethylmethacrylate])+ collagen. The following values were obtained:

- with graphitized samples -open porosity 16.5 %, apparent density 1.43 g/cm<sup>3</sup>
- with PyC-coated samples -open porosity 9.5 %,apparent density 1.53 g/cm<sup>3</sup>



Figure 1. C/C composite core of intervertebral cage

Mechanical testing

Analysis of the mechanical properties of the C/C composite materials consisting in testing several types of samples, which were produced by various technologies to compare their mechanical and biotolerance properties, aimed at the selection of the most suitable composite final treatment. To obtain required mechanical properties of the composite to be used for proposed FEM simulations, concerning the elastic behavior of orthotropic composite materials, two shapes of the samples were designed (see Figure 2). Considerable afford was applied for the samples to comply with the CSN and ISO standards, respectively, prescribed for the mechanical testing of composite materials. However, in order to preserve homogeneity of the composite structure designed for this specific purpose, the two series of samples had to be produced with atypical dimensions,



Figure 2. Samples for the mechanical testing of the C/C intervertebral cage core The tests were performed according to the ASTM test regulations for the testing of composite materials using the MTS 858.2 Mini Bionix testing system.

#### Finite Element Method Analysis

The aim of the computational part of the project were FEM analyses of the stress state in the composite structures with regard to the interaction of the vertebral bodies with the bone tissue during the spondylodesis fusion of the lumbar segment. The implant with the shape of a coiled closed profile was considered. By means of FEM simulations, an optimum composition of the tissue layers in the whole-composite closed profile was searched for from the point of view of the safety of the implant design. The models gave a survey how a change in the orientation of individual laminae would effect the tissue regarding the stress distribution in the implant. Unfortunately, the production of a hollow closed profile of C/C composite had been proved unrealistic and such a design of a whole-composite implant was rejected. The calculated mechanical properties of the C/Ccomposite which were unsuitable for the application as self-supporting interbody cages led the research team to a compromise variant of the design of the intervertebral implant (see Figure 3a).

The compromise variant of the construction is based on the strength stabilization of the C/C core by means of a titanium alloy cage (see Figure 3b). From the mechanical point of view the contribution of this variant to the increase of safety of the whole operation technique is not too high but it contributes to the "bonefriendly" behavior of the interbody cage by the fact that after the contact of the vertebrae with the teeth of the titanium cage the load is distributed also to the C/C core so that the contact pressure is reduced. This fact and also the C/C composite stimulation of the intervertebral osteosynthesis (i.e., no bone graft is needed) represent benefits especially from the biological point of view.



Figure 3. a) FEM model of L4/L5 motion segment with C/C intervertebral cage; b) Model of interbody cage (C/C core + Ti alloy cage)

In vitro, In vivo Analysis

The biological properties of the samples of the C/C composite and of the C/C composite coated with p(HEMA) were tested in experiments:

(i) in vitro, biological properties were observed – adherence, proliferation and metabolic activity of cells growing on tested materials and levels of inflammatory cytokines in the cell medium.

(ii) in vivo conditions, the connective tissue surrounding the implants embedded in the bone artificial defect was investigated by the standard histological procedures three months after surgery of pigs. The results are shown in Figure 4 a, b.

Figure 4 unambiguously shows the contribution of the p(HEMA) layer which prevents the release of carbon particles.



Figure 4. \* the place of the embedding of the C/C implanta) without p(HEMA); spongiosis tissue (trabecula) with carbon wear,b) with p(HEMA); implant circled by spongiosis bone, without carbon wear.

## Composites Based on Glass Fibers

A relatively complex preparation and expensive components (carbon fabrics) increase significantly price of the C/C composites. Therefore, our research team has aimed simultaneously at developing an applicable biocompatible composite with relatively inexpensive both preparation and components. Glass fibers, being common reinforcing fibers for polymeric matrix composite mailnly for their low cost, have at the same time a high tensile strength and a high chemical resistance. In our study we have prepared glass-siloxane composites and tested their mechanical and biological properties.

#### Materials and Preparation

The LUKOSIL 901 (L901) siloxane precursors and LUKOSIL M130 (M130) resins (commercial products of Lucebni zavody Kolín, Czech Republic) were used. The composites were prepared from plain-woven cloth V240 (E-glass, VETROTEX, Litomysl, Czech Republic), and from satin-woven fabric 21055 (R-glass, VETROTEX, Saint Gobain, France). The soaked prepregs were stacked, cured at 250°C, then cut to pieces of the required size (40×8×2mm), and cured / pyrolyzed at 200-350°C in nitrogen. The analysis of the properties of the glass composites tested represented the testing of four types of samples in the production of which various combinations of the basic precursors were used, see Table 2.

1.	R-glass + M130
2.	R-glass + L901
3.	E-glass + M130
4.	E-glass + L901
	Table 2 Tested samples

 Fable 2. Tested samples

## Mechanical Testing

Mechanical properties of glass composites were obtained by two methods. Young's modulus  $E_{res}$  and shear modulus in elasticity  $G_{res}$  were measured by using the electrodynamic resonant frequency tester ERUDITE. Young's modulus  $E_{4p.b.}$  and the flexural strength  $R_m$  were determined by a four-point bending arrangement on the material tester INSTRON, see Table. 2.

Motorials	V <sub>f.</sub>	R <sub>m</sub>	E <sub>res.</sub>	E <sub>4p.b.</sub>	G <sub>res</sub>
Materials	[%]	[MPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]
E-glass+M130	51	200.81	25.38	23.70	2.39
R-glass+M130	65	391.76	56.06	55.50	3.17
E-glass+L901	52	195.75	27.70	25.70	2.77

Table 2. Mechanical properties of the glass composites

The R-glass+L901 samples were discarded due to a fairly extensive delamination of individual layers of the composite.

#### In vitro, In vivo Analysis

Biological properties were observed in tests – adherence, proliferation and metabolic activity of cells growing on the tested materials, and levels of inflammatory cytokines exprimed during the cultivation into the cell medium (see Table 3). The medium of this cultivation experiment was performed for cytokines TNF- $\alpha$ , IL-1 $\beta$  detection using immuno-chemiluminescence method of the analyzer Immulite (DCP, Los Angeles, USA).

Ranking (1.= best, 4.= worst)	R-glass	R-glass +	E-glass	E-glass +
according to:	+ M130	L901	+ M130	L901
The extracts: the metabolic activity of cells cultured in the medium prepared by using the liquid extracts from composite materials	1.	2.	3.	4.
The metabolic activity of the cells adherent to the tested materials	1.	4.	3.	2.
Cytokine productions	1.	3.	3.	2.

Table 3. Results of in-vitro tests

## **RESULTS AND DISCUSION**

To achieve satisfactory mechanical properties, carbon-carbon composites, serving as biomaterials, require a very complicated and thus expensive preparation, often with disputable results, e.g., when reducing the composite open porosity its mechanical strength increases but, at the same time, a possibility of the tissue ingrowth in the composite decreases during some applications. Our experimental results show that coating the C/C composite by pyrolytic carbon and p(HEMA) prevent one of its disadvantages, i.e., release of carbon particles. Nevertheless, based on our presented results, the replacement bone grafts with the C/C composite cores in metal intervertebral cages has its future. This idea is protected by the Certificate of Utility Model [9].

Composites based on glasses and siloxane resins are promising biomaterials, with a relatively cheap precursor, requiring a simple and thus cheap preparation and showing very good biomechanical properties. Currently, we are verifying a possible bioactivity of these materials.

## CONCLUSIONS

C/C composite materials can be prepared with excellent biotolerance properties to be used as biomaterials, e.g., as a core in titanium intervertebral cages replacing the bone grafts and reducing contact pressures with the vertebra. However, their mechanical properties do not achieve parameters needed to be used as selfbearing elements in the human body. Besides, their preparation is rather expensive. Composites based on glasses and siloxane resins promise to achieve good biomechanical properties while requiring a significantly lower cost. For facial and dental surgery, the light color of the glass composites is also preferable.

## Acknowledgment

This study was supported by the Grant Agency of the Czech Republic under the project No. 106/00/1407, No. 106/03/1167 and by "Programs of development of basic science research in the key areas of science" No. K 405/51/09 and by the Ministry of Education project: Transdisciplinary research in Biomedical Engineering, No. MSM 210000012.

## References

- 1. Ramakrishna S, Mayer J, Wintermantel E, Leong Kam W. Biomedical applications of polymer-composite materials: a review.Composite Science and Technology 2001; 61: 1189-1224
- Fitzer E. The future of carbon-carbon composites. Carbon 1987; 25: 163-190
- 3. Savage G. Carbon-Carbon Composites. London: Chapman and Hall, 1992: 356-357
- 4. Huettner W, Clara LE. Carbon based materials in medical application. J.L. Figueiredo et al., editor.Carbon Fibers Filaments and Composites. Kluwer Academic Publishers, Netherland, 1990: 337-365
- Balik K, Sochor M, Krena J, Cabrnoch B, Glogar P, Vilimek M, Pesakova V. Various reinforcements of the C/C composite bone plates and their influence on mechanical properties. Engineering of Biomaterials 1999; 7,8: 8-10
- Krysa J, Balik K, Krena J, Gregor J. Corrosion of carbon-epoxy resin (C/E) and carbon-carbon (C/C) composites. Materials Chemistry and Physics 1998; 57: 156-161 11 oddělení uhlíku – biomateriály
- Pesakova V, Klezl Z, Balik K, Adam M. Biomechanical and biological properties of the implant material carbon-carbon composite covered with pyrolytic carbon. Journal of Materials Science: Materials in Medicine 2000;11: 793-798
- Buresova M, Balik K, Machovic V, Novotna M, Pesakova V, Hulejova H, Sochor M. Biocompatibility of C-C composites covered with PyC and pHEMA. Engineering of Biomaterials 2002; 20: 3-5
- Sochor M, Balik K. Utility Model "Intervertebral Cages" (based on C/C composites), No. of application: 2003-13869, Owner: Czech Technical University

This paper was presented at conference Carbon 2004, 11-16 July, Providence, Rhode Island, USA

## THERMALLY RESISTANT COMPOSITES WITH R-GLASS FIBRES AND POLYSILOXANE-DERIVED CERAMIC MATRIX

*M. Černý, P. Glogar, P. Nekoksa, Z. Sucharda,* Institute of Rock Structure and Mechanics, V Holešovičkách 41, 182 09 Prague 8

### Abstract

Commercially available polysiloxane resins from 3 producers were scrutinised by considering their TGA data. Selected resins were employed as matrix precursors in composites reinforced with R glass fibres. These composites were pyrolysed to 750°C during which the polymer matrix was partially transformed to heat resistant silicon oxycarbide glass. The influence of processing parameters on mechanical properties was pursued.

## **INTRODUCTION**

Ceramic matrix composites reinforced with thermally stable fibres are prospective structural materials for use in hostile (hot, oxidative) environments. Various fibre types resistant to oxidation at elevated temperatures are available commercially: R-glass and basalt fibres for medium thermal load, fine ceramic fibres like silicon carbide and oxide (e.g., alumina) fibres for high thermal load. The ceramic matrix of fibrous composites is mostly manufactured by CVD, solgel, or polymer pyrolysis routes. The last one is relatively simple and it has potential for manufacturing inexpensive composites by pyrolysing their "green" precursors, i.e., composites with polymer matrix, in inert environment (e.g., nitrogen or vacuum).

In the present study, suitability of selected commercially available polysiloxane resins as preceramic matrix precursors was pursued. Various polysiloxane resins made by Lučební závody Kolin (Czech Republic), Silikony Polskie (Poland), and Dow-Corning (USA) were scrutinised and some of them also utilised as a matrix in composites reinforced unidirectionally with R-glass fibres.

Cha	racte	erisat	ıon	oft	the	resins
701		. •	. 1	1		1

. .

The investigated polysiloxane resins are listed in Table 1.

Resin	Trading name	Producer	Туре	Solvent
1	Lukosil 901	Lučební	Methylphenyl	Toluene
2	Lukosil M130	závody, Kolín, Czech Republic	Methyl	xylene
3	Silak® M101	Silikony	Methyl	xylene, cyclohexanol
4	Silak® 032	Polskie, Nowa	Methylphenyl	Xylene
5	Sarsil® H-50	Poland	Methyl	petroleum ether
6	Dow Corning® 208	Dow Corning	Propylphenyl	Xylene
7	Dow Corning® 804	Corporation, Midland,	Methylphenyl	Toluene
8	Dow Corning® 805	MI, USA	Methylphenyl	Xylene

Table 1. Investigated polysiloxane resins.

Thermogravimetric analysis was performed in an inert environment at the heating rate 5 K.min-1 up to 1200°C. The relative weight loss is plotted in Fig. 1.



Fig.1 Relative weight loss of the dried resins (heating rate 5K.min-1, nitrogen) The resins #2, 3, and 5 reveal ultimate weight loss 12 - 14 % the major part of it being located at 650 - 750°C. On the other hand, the major loss of weight of the resins #1, 6, 7, and 8 occurs beneath 550°C and their ultimate weight loss amounts to 16 - 20, even 30 % (resin #8). The polymethylsiloxane resins #2, 3, and 5 are most promising for good performance at elevated temperatures because large solid residue after pyrolysis is a prerequisite for integrity of the pyrolysed composites. They were chosen for further research together with the polymethylphenylsiloxane resin #1, which was included for the sake of comparison.

#### Manufacturing of Fibrous composites

The selected resins were employed as polymer precursors for matrices of unidirectional composites. R glass roving (Stratifil RC10 800 with silane type sizing P109 made by Saint-Gobain Vetrotex)was used. The composite batches are labelled by a combination of a character (R for R-glass) and a digit (1 for Lukosil 901 etc., see Table 1): e.g., R1 stands for the R-glass reinforced composite with the Lukosil 901 matrix.

The composites were manufactured in lab using a wet-winding (prepreg) technique. The amount of resin soaked into the roving was controlled by adjusting its viscosity and the gap between PTFE (Teflon) rollers to yield approximately 45 wt.% of resin in the dried prepreg. Several (8 - 12) prepreg sections (width 4 mm) were stacked in a heated mould and cured 4 hours at 200°C after compressing to the thickness 1.5 - 2.0 mm by application of a uniaxial pressure up to 1 MPa.

Curing at 200°C is not sufficient for complete cross-linking of the investigated resins. Further treatment at 225°C for 2 - 4 hours under no pressure yielded specimens of polymer matrix composites, which were pyrolysed in nitrogen to the target temperature, denoted hereafter as HTT (heat treatment temperature). During pyrolysis the polymer matrix was gradually transformed into a more or less anorganic matrix (silicon oxycarbide glass), which was accompanied with release of volatiles, mass loss, and void formation. In some cases the already pyrolysed composites were densified by impregnation with the resin and

repyrolysed. The lack of a perfect curing of the precursor composite was – at least partly - overcome during the pyrolysis.

Initial transformation stages of the polysiloxane matrix to a ceramic one were monitored by measuring (at room temperature) the Young's and shear elastic moduli of R-glass reinforced composites pyrolysed up to 750°C. These moduli (Eres and Gres) were measured by means of a resonant frequency method [1].





for 2 types of composites heat-treated in nitrogen to  $225 - 750^{\circ}$ C. Mean values of the moduli  $E_{res}$  and  $G_{res}$  measured with 2 batches of composites either cured at  $225^{\circ}$ C or pyrolysed to HTT between 400 and 750°C are plotted in Fig. 2. The difference in volume fraction of fibres  $V_f$  (77 % and 54 % for the batches  $R_1$  and  $R_2$ , respectively) is the reason of the mutual shift of  $E_{res}$  and  $G_{res}$ values. Obviously, the shear modulus experiences pronounced changes with a minimum around HTT = 400 - 600°C above which the composite material becomes sufficiently stiff in shear. On the other hand, the tensile modulus reveals only a moderately growing tendency with increasing HTT. While the Young's modulus of composite is mainly controlled by the modulus of fibres (and their volume fraction in the material), the shear modulus is governed by the properties of fibre – matrix interface and by the overall matrix integrity. Fig. 2 thus manifests a stability of the R-glass fibre and a radical polymer reconstruction during pyrolysis.

The temperature dependence of the static Young's modulus **E** was measured in a 4-point flexural arrangement in air at  $600 - 750^{\circ}$ C in order to establish the upper temperature limit for the composite utilization. The modulus was measured in a 4-point bending arrangement (thickness to span ratio (1.5 - 2.0) / 40). The Young's modulus of the investigated composites measured at the room temperature (**E**<sub>RT</sub>) increases with increasing temperature of pyrolysis/HTT (Fig. 3). Typically, the increments reach

15 oddělení uhlíku – žáruvzdorné materiály

approximately 10% between HTT 600 and 750°C, which corresponds to the gradual stiffening of the transforming matrix during pyrolysis.

In Fig. 4 the decreasing temperature dependence of these moduli  $(E_T)$  is plotted (for the sake of clarity the plot reveals normalised values, i.e. ratios  $E_T/E_{RT}$ ). In order to check the material stability the results of consecutive tests at increasing temperatures were completed with a repeated room-temperature test, which did not differ from the initial value by more than 5%.



Fig. 3. Room-temperature Young's modulus ERT of the composites pyrolysed to 600, 700, or 750°C (fibre volume fraction 77, 54, 74, and 75% for the composites R1, R2, R3, and R5, respectively).

It follows that while the HTT affects significantly the room-temperature value of the Young's modulus (Fig. 3) the rate of its decay with increasing temperature of measurement does not depend on the HTT (Fig. 4). For all composite batches R1, R2, R3, and R5 the Young's modulus at 600°C is by 10 - 12% less than its room-temperature value, and a rapid fall of the modulus takes place above this temperature. Because the softening point of the R-glass (986°C [2]) is well above the maximum reached temperature the detected decay of ET can hardly be attributed to the first indications of fibre softening. More conceivably the matrix itself or its interface should be made responsible.





(normalised to its room-temperature value  $E_{RT}$ ) for the composites R1 pyrolysed to  $H_{TT} = 600$ , 700, and 750°C.

It can be concluded that the resins #1, 2, 3 and 5 do not differ significantly in their mechanical performance up to 750°C, irrespective of their composition. Appearance of the fracture surfaces of the specimens broken during a room-temperature 3 point flexural test (Fig. 5) depends on the HTT. A tendency towards higher brittleness of those pyrolysed to the higher temperature (HTT 750°C) is manifested by occurrence in them of extended flat areas without fracture steps while frequent fracture steps accompanied with some fibre pull-out

and other energy-dissipating mechanisms can be seen in those pyrolysed to 600°C. Nevertheless, the stress-strain curves recorded during the flexural tests reveal a principally brittle fracture in all cases.



Fig. 5 SEM images of the fracture surfaces of the R1 composite pyrolysed to a) 600 and b) 750°C.

## CONCLUSIONS

Polysiloxane resins can be used as matrix precursors for heat resistant composites. Their cross-linking at 200°C is incomplete which, however, is at least partly compensated by the process of pyrolysis (in nitrogen) that is used in manufacture of composites reinforced with R-glass fibres. The shear modulus is a measure of the matrix integrity and it monitors the transformation of the polymer to a ceramic matrix.

## Acknowledgements

Thermogravimetric analysis performed by E. Večerníková and financial support provided by the Grant Agency of the Czech Republic provided within the project 106/02/0177 are gratefully acknowledged.

## References

- Černý, M., and Glogar, P., "Flexural vibrations of a Timoshenko beam: a numerical solution to the frequency equations and its application for assessment of shear moduli of a carbon-carbon composite", J Mater. Sci Lett. 17 (1998) p. 425-427.
- 2. http://www.vetrotextextiles.com/pdf/E\_R\_and\_D\_glass\_properties.pdf NB.

More details on the subject can be found in a paper submitted to Ceramics – Silikáty.

Bezkontaktní měření povrchu

V průběhu minulého roku jsme ve spolupráci s firmou Carl Zeiss spol s.r.o., Praha a Mahr GmbH Göttingen provedli bezkontaktní měření povrchu kompozitů na bázi skelných vláken určených pro aplikace v biomechanice.

	ALC: NO. OF TAMES		
		1	And the owner where
	122		



Obr. 1 Ukázka měřeného vzorku

Obr. 2 3D model povrchu



Obr. 6 MarSurf TS 50

Uvádíme základní informace o měření a použitém přístroji MarSurf TS 50 In the field of surface texture measurement and evaluation, apart from classic tactile profile acquisition. there is an increasing demand for 3D acquition of surface profiles in only a few seconds. MarSurf TS 50 can completely fulfill these requirements at a very high quality level.

MarSurf TS 50 is a non-contact optical 3D measuring instrument based on light projection and microreflectors and thus completes Mahr's topography measuring data acquisition and evaluation product range.

## **Application Area:**

- Microelectronics
- Micro system technology
- Tool making and mechanical engineering Automotive engineering and suppliers Paper and plastics industries
- Cosmetics
- Medicine and medical science
- Etc.

MarSurf T5 50 is perfectly suitable for analytic acquion of surface texture structures. Furthermore, all typical surface parameters according to ISO can be evaluated. Calibration certificates for the standards will be supplied on request. The calibration procedure was especially created for this system to assure the stated accuracy. Due to the quick and non-contact scanning procedure, the MarSurf TS 50 provides measuring facilities for a wide range of applications. 3D measurement with the same basic principle can be performed on chipping tools, microelectronic components or human skin "In vivo". A definite criterion of the different applications is the accuracy to be reached. Different measuring fields realized by different high-precision optical systems offer a huge variety of measuring potential from micron down to sub-micron dimensions. A closed-loop calibration concept with standard specimens adapted to the particular measuring field as well as integrated capability procedures enable 3D measuring according to valid standards. The application range of MarSurf TS 50 runs from measuring laboratories in the QA or R&D division up to monitoring 3D measuring characteristics within the manufacturing line. Due to its easy handling concept, this device can also be operated by personnel with minor measuring experience, for example in the production area. A direct integration for 3D measuring and inspection within the manufacturing sequence pulse can also be realized with MarSurf TS 50.

## Kontakt

Carl Zeiss spol. s r.o. Divize průmyslové měřicí techniky Ing. Milan Popule Horská 3, 128 00 Praha 2 tel.: +420.221990494 mobil: +420.602207420 fax: +420.221990495 email: popule@zeiss.cz http://www.zeiss.cz

25. listopadu proběhl na našem ústavu workshop zaměřený na aplikace kompozitních materiálů ve formě biomateriálů a žáruvzdorných ateriálů. Byly předneseny následující příspěvky.

#### 9:00 Zahájení

9:10 Biokompatibilita uhlíkových materiálů – povrchová energie a simulace – J. Grégr, 1. Horská, V. Kovačič, V. Soukupová

9:40 Možnosti použití skelných kompozitů v biomechanice K. Balík, M. Sochor, T. Suchý

10:10 Úloha povrchové topografie materiálu v adhesi a růstu buněk L. Bačáková

10:40 Vliv povrchových vlastností uhlíkových materiálů na rozprostření buněk

M. Douděrová, L. Bačáková, V. Starý, P. Glogar

11:10 Elastické a lomové vlastnosti tepelně odolných kompozitů s keramickou matricí při 900 – 1300°C M. Černý, P. Glogar, J. Dusza

12:00 Diskuse, oběd

13:00 Odezva kompozitů s čedičovou výztuží a polysiloxynovou matricí na termomechanická a dynamická namáhání V. Kovačič, J. Jamborová, G. Kulíšková, J. Grégr, M. Šilcová

13:30 Tepelně odolné kompozity s matricí odvozenou z polysiloxanových pryskyřic M. Černý, P. Glogar, P. Hron, Z. Sucharda, V. Machovič, D. Bednářová, Š. Hytychová

14:00 Změny vyztužujících vláken po tepelné expozici

J. Grégr, V. Kovačič, P. Exnar

14:30 Diskuse, zakončení

www.irsm.cas.cz suchyt@irsm.cas.cz OTÁZKY APLIKACÍ VLÁKNOVÝCH KOMPOZITŮ JAKO BIOMATERIÁLŮ A

ŽÁRUVZDORNÝCH MATERIÁLŮ

Seminář pořádá Česká společnost pro uhlíkové materiály a

Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČŘ

25. listopadu 2004 9:00 hodin ÚSMH AV ČŘ V Holešovičkách 41 Praha 8

## BIOKOMPATIBILITA UHLÍKOVÝCH MATERIÁLŮ - POVRCHOVÁ ENERGIE A SIMULACE

Grégr J., Horská I., Kovačič V., Soukupová V. Technická univerzita v Liberci

SEM snímky povrchu studovaných kompozitů a povrchu kosti Stanovení drsnosti materiálu Metody měření smáčivosti povrchu

Povrchové energie studovaných kompozitů a biologických látek [mJ/m<sup>2</sup>]

Kosti*	> 52
Krevní plasma*	$61 \pm 5$
Fibroin**	$64 \pm 3$
Aminokyseliny**	$56 \pm 5$
Polylysin**	$56 \pm 3$
PHEMA**	$56 \pm 3$
Studované kompozity*	41,4 - 47,6

\*vypočtená ze smáčení \*\*vypočtená pomocí molekulárního modelování

Molekulární simulace biokompatibility

Zjednodušené molekulární modely chemických struktur na povrchu kompozitů a biologických materiálů byly v software ChemSite Pro firmy Chem SW optimalizovány na nejnižší energii soustavy. Z rozdílu součtu energií vstupujících molekul a jejich optimalizované soustavy byly určeny možné interakční energie. Vstupní molekuly pro simulace. Interakce alaninu s karboxylovou skupinou, interakce s hydroxylovou skupinou, interakce s pyranovým kyslíkem, interakce s  $\pi$ -elektrony, interakce protonizovaného alaninu. Interakce tvorbou peptidické vazby.

Interakční energie v kJ/mol:	
$\pi$ -elektrony	30,48
$\pi$ -elektrony + alaninH+	61,38
hydroxy- skupina	35,80
karboxy- skupina	57,57
vznik peptidu	13,09
vznik esteru	21,01
oxo- skupina	29,10

Interakční energie v kJ/mol:

- Drsnost kompozitů je nižší a strukturálně odlišná od biologických materiálů
- Povrchová energie kompozitů bez úprav je nižší než mají biologické materiály
- Molekulární simulace potvrdily možnost fyzikální i chemické interakce aminokyselin s funkčními skupinami na povrchu uhlíkových kompozitů
- Pro bioaplikaci kompozitů jsou nutné povrchové úpravy a to jednak strukturální a dále též chemické

Příspěvek byl zpracován s podporou Výzkumného centra Textil LN00900

## MOŽNOSTI POUŽITÍ SKELNÝCH KOMPOZITŮ V BIOMECHANICE

Balík K.<sup>1</sup>, Sochor M.<sup>2</sup>, Suchý T.<sup>1,2</sup>, Sedláček R.<sup>2</sup>, Černý M.<sup>1</sup>, Pešáková V.<sup>3</sup>,

Hulejová H.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČR

<sup>2</sup>Laboratoř biomechaniky člověka, FS ČVUT v Praze

<sup>3</sup>Revatologický ústav, Praha

Cílem naší studie je navrhnout dostupný kompozitní materiál s vhodnými "biomechanickými" vlastnostmi pro použití v kostní chirurgii ve formě náhradních, spojovacích nebo výplňových elementů. Účelem je navrhnout materiál s mechanickými vlastnostmi podobnými vlastnostem lidské kosti, který by splňoval komplexní požadavky biokompatibility. Dalším hlediskem pro jeho vývoj je pak také nízká cena odvíjející se od použitých materiálů (vlákna, matrice) a také nízké náklady na jeho výrobu (nízká teplota a krátký čas vytvrzení). Následně se pak zaměřujeme na vztah struktury povrchu a vrůstu kostních buněk, a to vzhledem k typu konečné aplikace našich kompozitů ve formě dlah, jako aplikace materiálů s inertním povrchem, nebo ve formě náhradních či výplňových materiálů, jako aplikace s dobrou kvalitou srůstu s lidskou kostí.

Naší analýze jsme podrobili celkem čtyři druhy kompozitních materiálů, pro jejichž výrobu byly použity kombinace dvou druhů matrice a dvou druhů vláken, a sice siloxanové pryskyřice LUKOSIL 901 (L901) a LUKOSIL M130 (M130), obě komerční produkty Lučebních závodů Kolín, a skelné tkaniny V240 (E-sklo, VETROTEX, Litomyšl), 21055 (R-sklo, VETROTEX, Saint Gobain, France). Teplota vytvrzení byla 200-350°C, v prostředí dusíku.

Prvním krokem bylo ověření mechanických vlastností všech kompozitních typů, z nichž byla z důvodů vysoké delaminace vyloučena kombinace R-sklo+L901. Mechanické charakteristiky byly měřeny několika způsoby, a to rezonančně (Youngův modul Eres a smykový modul Gres, EURITUDE), čtyř a tříbodovým ohybem (Youngův modul E4p.b., ohybová pevnost Rm, INSPEKT) a pomocí tenzometrického měření při aplikaci tlakové síly ve směru (Youngův modul Estr., tlaková pevnost R-stress, MTS), viz Tab. 1.

Matariala	V <sub>f.</sub>	R <sub>m</sub>	Eres.	E <sub>4p.b.</sub>	Gres	R-stress
Iviaterials	[%]	[MPa]	[GPa]	[GPa]	[GPa]	[MPa]
E- glass+M130	51	200.81	25.38	23.70	2.39	80.39
E-glass+L901	52	195.75	27.70	25.70	2.77	119.9
R-glass+M130	65	97.9	16.20	12.22	5.79	52.95
		-	- 1 4			

Tab.	1
------	---

Dalšími kroky pak jsou ověření biologických vlastností všech materiálů in-vitro a vývoj metodiky pro změnu struktury povrchu kompozitních vzorků s kontrolovanými frakcemi velikosti pórů (250-500 μm, 500-700 μm, vetši nez 700 μm). Materiály s jednotlivými frakcemi jsou podrobovány dalším testům. Účelem je stanovit vliv velikosti pórů na vrůst kostních buněk, a to hned několika metodami, včetně testů in-vivo; Pull-off testy, Nakamurova metoda srůstu vzorků s kostí pokusného zvířete (králík, plemeno Belgický obr) v závislosti na době přítomnosti vzorku v organismu, a měření smáčivosti vzorků Wilhelmyho destičkovou metodou pomocí kapaliny o známém povrchovém napětí (měření kontaktních úhlů při ponořování a vynořování).

Podporováno granty GAČR No. 106/03/1167, "Programs of development of basic science research in the key areas of science" No. K 405/51/09 a Grant ministerstva školství: Transdisciplinary research in Biomedical Engineering, No. MSM 210000012.

## ÚLOHA POVRCHOVÉ TOPOGRAFIE MATERIÁLU V ADHESI A RŮSTU BUNĚK

*Bačáková Lucie* Odd. růstu a diferenciace buněčných populací, Fyziologický ústav AVČR, Praha

Současným trendem v konstrukci umělých materiálů pro potenciální biomedicíncké využití je dosažení bioaktivity materiálu. Znamená to, že u materiálů nové generace již nestačí, jsou-li pouze pasivně tolerovány tkáněmi organismu, tj. splňují-li pouze základní požadavky absence cytotoxicity, kancerogenicity, uvolňování částic materiálu, mechanické a chemické dráždění okolních tkání, trombogenicity, imunogenicity apod. Není dostatečná dokonce už ani jejich prostá schopnost umožnit kolonizaci buňkami. Je třeba, aby materiál osídlení buňkami nejen umožňoval, ale byl (alespoň do určité míry) schopen řídit chování buněk ho kontaktujících, jako je např. rozsah jejich adhese, migrační, proliferační a diferenciační aktivita, kontraktilita, sekrece různých molekul apod. Tento přístup je nezbytný pro moderní tkáňové inženýrství, tj. mezioborovou disciplinu zabývající se konstrukcí tzv. bioartificiálních tkání a orgánů, tj. útvarů obsahujících jednak umělý materiál suplující přirozenou extracelulární matrix, jednak funkční regenerované buňky původní nahrazované tkáně.

Konstruktér bioaktivního materiálu musí být dobře obeznámen s molekulárním mechanismem adhese buněk na materiál. Je třeba si uvědomit, že buňky nejsou s materiálem asociovány přímo, ale prostřednictvím proteinů extracelulární matrix (ECM) adsorbovaných k materiálu, jako je vitronektin, fibronektin, kolagen či laminin,. Tyto proteiny jsou přítomny nejen v extracelulární matrix samotné, ale i v krvi, tělních tekutinách či v kultivačním médiu (které obvykle obsahuje krevní sérum), a jsou produkovány a ukládány na materiál i samotnými buňkami. Buňky se nevážou k celým adsorbovaným makromolekulám ECM, ale pouze k jejich určitým částem. Tato vazebná místa jsou obvykle representována specifickými sekvencemi nejméně tří aminokyselin, z nichž je nejznámější ubikvitérní sekvence Arg-Gly-Asp (RGD). Existuje však ještě velké množství dalších sekvencí, často preferovaných určitým buněčným typem (např. sekvence REDV je preferována endotelovými buňkami, sekvence KRSR osteoblasty) či je typická pro určitý protein ECM (např. IKVAV či YIGSR jsou odvozeny z lamininu). Tyto sekvence se vážou na integrinové adhesní receptory buněk, i když v poslední době se dostává do popředí i tzv. neintegrinová adhese buňka-matrix, zprostředkovaná receptory (i ligandy) cukerné povahy [pro přehled viz 1].

Pro vazbu buněk na specifické vazebné domény adsorbovaných molekul je důležité, aby adhesní domény byly dobře dosažitelné pro buňky. Molekuly musí být adsorbovány nejen v dostatečném množství, ale především ve výhodné prostorové konformaci, či alespoň nepříliš rigidně, aby žádoucí konformace mohla být dosažena alespoň druhotně aktivní přestavbou adsorbovaných molekul buňkami. O povaze adsorpce molekul ECM na umělý materiál rozhodují jeho povrchové fyzikální a chemické vlastnosti, jako je polarita a z ní vyplývající smáčivost, s nimi rovněž související přítomnost určitých chemických funkčních skupin na povrchu materiálu (význam mají např. skupiny s obsahem kyslíku, aminoskupiny), dále elektrický náboj, vodivost, elasticita či rigidita povrchu, jeho krystaličnost, solubilita, pH, a rovněž jeho topografie. Na tento poslední faktor, zahrnující výšku, tvar, počet a vzájemné vzdálenosti povrchových nerovností, jsme se zaměřili při studiu interakce lidských kostních buněk linie MG 63 s uhlíkovými kompozitními materiály (získanými ve spolupráci s ÚSMH AVČR) v podmínkách buněčné kultury. Zjistili jsme, že s klesající výškou povrchových nerovností a jejich stoupající vzdáleností stoupá množství fluorescenčně značeného kolagenu IV adsorbovaného k materiálu i rovnoměrnost jeho adsorpce. Počet iniciálně adherovaných kostních buněk se sice významně neměnil, ale poměrně dramaticky stoupala plocha jejich kontaktu s materiálem, formace fokálních adhesních plaků (tj. mikrodomén na buněčné membráně, ve kterých adhesní receptory vážou specifické aminokyselinové sekvence kolagenu), i proliferační aktivita buněk v následujících 3 - 7 dnech po nasazení. Stoupala i koncentrace β1 integrinů v buňkách, které navíc měly zvýšenou tendenci k tvorbě osteokalcinu, tj. specifického mineralizujícího proteinu kostní tkáně. Pozornost jsme věnovali nejen tzv. "dvojrozměrným" materiálům na bázi uhlíku, ale ve spolupráci s AGH Universitou v Krakově i kopolymerům L-laktidu a glykolidu konstruovaným jako porézní prostorová síť s póry o velikosti  $40 \pm 10 \mu m$ ,  $200 \pm$  $40 \ \mu m a \ 600 \pm 100 \ \mu m$ . Zatímco u nejmenší velikosti pórů adherovaly kostní buňky pouze na vnější povrch materiálu a víceméně se "vyhýbaly" vstupním místům do pórů, u střední a největší velikosti pórů pronikaly buňky i do nitra materiálu, i když na relativně malé vzdálenosti (kolem 1 mm za 3 dny). Ukazuje se, že je nutné věnovat pozornost topografii materiálů nejen na mikrometrové, ale i nanometrové úrovni, což se týká nejen vnějšího povrchu materiálu, ale i struktury stěn pórů v materiálu. Příznivé parametry nanotopografie materiálu mohou totiž navodit adsorpci molekul extracelulární matrix ve "fyziologických" konformacích podobným jako v přirozené ECM [2-4]. Kromě vypracování nanostrukrury biomateriálu je dalším progresivním trendem v tkáňovém inženýrství i navázání nikoliv celých makromolekul ECM k materiálu, ale pouze jejich funkčních částí představujících ligandy pro adhesní receptory buněk. V inženýrství kostní tkáně by se mohla uplatnit např. již výše zmíněná aminokyselinová sekvence Lys-Arg-Ser-Arg (KRSR), která přednostně váže ostoeoblasty na úkor neosteogenních buněk kostní tkáně, jako jsou zejména fibroblasty, které se mohou podílet na opouzdření implantátu a omezovat tak jeho integraci do kostní tkáně [pro přehled viz 1]. Literatura

- Bacakova L, Filova E, Rypacek F, Svorcik V, Stary V: Cell adhesion on artificial materials for tissue engineering. Physiol Res. 53 Suppl 1: S35-S45, 2004 – a review.
- 2. Price RL, Waid MC, Haberstroh KM, Webster TJ: Selective bone cell adhesion on formulations containing carbon nanofibers. Biomaterials. 24: 1877-87, 2003.
- 3. Wei G, Ma PX: Structure and properties of nano-hydroxyapatite/polymer composite scaffolds for bone tissue engineering. Biomaterials 25: 4749-4757, 2004.
- 4. Woo KM, Chen VJ, Ma PX: Nano-fibrous scaffolding architecture selectively enhances protein adsorption contributing to cell attachment. J Biomed Mater Res. 67A: 531-537, 2003.

Citované práce lze ve fulltextu nalézt na internetové adrese http://www.ncbi.nlm.nih.gov/entrez/query.fcgi po zadání jmen autorů.

Podporováno granty MŠMT (COST, Action 527.130, projekt č. OC/PR 00680) a GA AVČR (projekty č. A5011301 a A4050202).

## VLIV POVRCHOVÝCH VLASTNOSTÍ UHLÍKOVÝCH MATERIÁLŮ NA ROZPROSTŘENÍ BUNĚK

*Douděrová M.<sup>1</sup>, Bačáková L.<sup>2</sup>, Starý V.1, Glogar P.<sup>3</sup>* <sup>1</sup>Ústav mater. inženýrství, Fakulta strojní, ČVUT v Praze <sup>2</sup>Fyziologický ústav Akademie věd České republiky, PRAHA <sup>3</sup>Ústav struktury a mechaniky hornin, Akademie věd České republiky, PRAHA <sup>3</sup>Ústav struktury a mechaniky hornin, Akademie věd České republiky, PRAHA Živočišné buňky velmi dobře snáší uhlík i řadu materiálů na bázi uhlíku. Například kompozity vyztužené uhlíkovými vlákny a s uhlíkovou matricí jsou biokompatibilní a mohou mít při vhod-né přípravě i mechanické vlastnosti, obdobné mechanickým vlastnostem tvrdých tkání. To z nich činí materiál vhodný pro implantáty v ortopedii a zubní chirurgii. Na biokompatibilitu ma-teriálů mají významný vliv jejich povrchové vlastnosti, které se projevují na rozhraní živé tkáně a materiálu, tj. v přímém kontaktu buněk s povrchem materiálu. Biokompatibilitu je pro její exaktní posuzování při experimentech in vitro chápat jako soubor parametrů, hodnotících kvantitativně adhezi, proliferaci, diferenciaci a morfologii buněk, a dále schopnost buněk pro-dukovat proteiny a enzymy podle své funkce v organismu.



Z literatury a našeho předchozího studia vyplývá, že interakce buněk s povrchem materiálu je ovlivněna jednak morfologií povrchu materiálu (např. drsnost, porozita, atd.), jednak chemic-kým stavem povrchu (smáčivost, povrchová energie, přítomnost radikálů a různých chemických skupin na povrchu, atd.). Vhodnou změnou těchto vlastností je možné docílit zlepšení biokompatibility, např. zvýšení počtu adherovaných buněk, jejich větší rozprostření atd. Jednou z perspektivních úprav chemického stavu povrchu je i vytvoření povlaku (tenké nebo tlusté vrstvy) z vhodného materiálu. Drsnost povrchu je pak možno upravovat broušením a leštěním.

V našem příspěvku se zaměřujeme na povrch kompozitu uhlík-uhlík s vrstvou amorfního uhlíku a-C:H, gradientní vrstvy Ti+C, příp. vrstvy pyrolitického grafitu (PyG). Vrstvy a-C:H byly připraveny na katedře makromolokulární fyziky MFF UK ve vysokofrekvenčním plasma-tickém výboji v n-hexanu; tloušťka vrstev byla ~30 nm. Gradientní vrstvy Ti+C byly připraveny v HVM Plasma, a.s. metodou PECVD s využitím planárního magnetronu ve výboji v argonu, který byl postupně nahrazován C2H2. Vzniklá vrstva má tloušťku ~3 µm a gradientní složení s nanokrystalickou strukturou; povrch vrstvy má vysokou koncentraci volných vazeb. Na kom-pozitu uhlík-uhlík s různou drsností a připravenou tenkou vrstvou a-C:H nebo Ti+C byly pěs-továny hladké svalové buňky krys a určena jejich plocha, která je jedním z parametrů, které omožňují hodnotit biokompatibilitu materiálu. Příklad buňky na povrchu 1D kompozitu je na obrázku.

Závěrem děkujeme prof. H Biedermanovi, DrSc. a dr. P. Širokému, CSc. za přípravu vrstev.

## ELASTICKÉ A LOMOVÉ VLASTNOSTI TEPELNĚ ODOLNÝCH KOMPOZITŮ S KERAMICKOU MATRICÍ PŘI 900 - 1300 °C

Černý M.<sup>1</sup>, Glogar P.<sup>1</sup>, Dusza J.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČR

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

Příspěvek je zaměřen na hodnocení tepelně mechanických vlastností kompozitů s keramickými vlákny a s matricí na bázi pyrolyzovaných organokřemičitých polymerů. Byly studovány produkty pyrolýzy vytvrzených polysiloxanů odvozených z metylsiloxanové (M130) a metylfenylsiloxanové (L901) pryskyřice (výrobce Lučební závody Kolín, a.s.) . Pyrolýzou vytvrzených polymerů v dusíku při 1000° vzniká sklovitý tmavý materiál, stálý na vzduchu při zvýšené teplotě a v zásadě vhodný jako matrice pro CMC . V tomto příspěvku jsou uvedeny výsledky studie elastických vlastností a hodnocení lomových ploch jednosměrných kompozitů s matricí odvozenou (pyrolýzou) z vytvrzených polysiloxanů, vyztužených vlákny Nicalon<sup>TM</sup> NL202 nebo Nextel<sup>TM</sup> 720 při teplotách od 900 do 1300°C a které jsou porovnány s vlastnostmi těchto materiálů při 20 °C.

## ODEZVA KOMPOZITŮ S ČEDIČOVOU VÝZTUŽÍ A

## POLYSILOXANOVOU MATRICÍ NA TERMOMECHANICKÁ A DYNAMICKÁ NAMÁHÁNÍ

Kovačič V., Jamborová J., Kulíšková G., Grégr J., Šilcová M. Technická univerzita v Liberci

V příspěvku jsou popsány povrchové vlastnosti čedičových vláken – jejich měrný makro- a mikro-povrch, smáčecí charakteristiky a povrchové energie čedičových vláken, molekulární struktura a doporučené lubrikace. Další část je zaměřena na odolnosti čedičových vláken a jsou vyhodnoceny termomechanické a dynamickomechanické experimenty na kompozitech s výztuží z nekonečných čedičových vláken a polysiloxanovou marticí. Je provedena diskuse výsledků.

## Molekulární znázornění povrchu čedičových vláken





## S MATRICÍ ODVOZENOU Z POLYSILOXANOVÝCH PRYSKYŘIC

Černý M.<sup>1</sup>, Glogar P.<sup>1</sup>, Hron P.<sup>2</sup>, Sucharda Z.<sup>1</sup>, Machovič V.<sup>3</sup>, Bednářová D.<sup>2</sup>, Hvtychová Š.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Ústav struktury a mechaniky hornin AV ČR <sup>2</sup>Ústav polymerů VŠCHT, Praha <sup>3</sup>Centrální laboratoře VŠCHT, Praha

Byla zjištěna a vyhodnocena data o IR absorpci a termogravimetrické analýze komerčně dostupných polysiloxanových pryskyřic od 3 výrobců. Vybrané pryskyřice byly použity jako prekurzory matrice při přípravě kompozitních materiálů vyztužených vlákny z R-skla, Nicalonu NL202 a Nextelu 720, které byly následně pyrolyzovány při 750°C (R-sklo) nebo 1000°C (Nextel, Nicalon). Během pyrolýzy se polymerní matrice v různém stupni proměnila na tepelně odolné silikonoxykarbidické sklo. Byl studován vliv procesních parametrů přípravy a řízené oxidace při zvýšené teplotě na mechanické vlastnosti kompozitů (pevnost, modul pružnosti při tahu a ve smyku, charakter lomu při poškození).



Relativní hmotnostní úbytky pryskyřic při pyrolýze v dusíku (5 K.min-<sup>1</sup>)

## ZMĚNY VYZTUŽUJÍCÍCH VLÁKEN PO TEPELNÉ EXPOZICI

Grégr J., Kovačič V., Exnar P.

Technická univerzita v Liberci

Změny skleněných vláken při tepelné expozici - termické metody TG, DTA a DSC. Změny pevnosti po tepelné expozici skleněných vláken na vzduchu na 100 až 600°C. Změny tažnosti po tepelné expozici skleněných vláken na vzduchu na 100 až 600°C. SEM snímky povrchu skleněných vláken po tepelné expozici na 100°C, 200°C, 300°C, 450°C, 600°C a 800°C. Model vazby lubrikace na povrchu skleněných vláken. Veškeré změny mechanických vlastností skelněných vláken při tepelné expozici do 600°C souvisí s fyzikálními a chemickými změnami lubrikace. Teprve až nad teplotou 600°C dochází ke zřetelným změnám ve vlastních skleněných vláknech.

Změny uhlíkových vláken při tepelné expozici na vzduchu. SEM snímky povrchu uhlíkových vláken po tepelné expozici na vzduchu na 550°C a 600° C. Změna povrchové energie uhlíkových vláken po tepelné expozici na vzduchu na 100 až 600°C. Změny pevnosti po tepelné expozici uhlíkových vláken na vzduchu na 100 až 600°C.

Změny uhlíkových vláken při tepelné expozici v inertním prostředí. Změny hustoty po tepelné expozici uhlíkových vláken v argonu na 2200°C a 2800°C. Změny modulu pružnosti po tepelné expozici uhlíkových vláken v argonu na 2200°C a 2800°C. Změny elektrické vodivosti po tepelné expozici uhlíkových vláken v argonu na 2200°C a 2800°C. Změna dalších vlastností uhlíkových vláken po tepelné expozici v argonu na 2200°C a 2800°C (tepelná vodivost, pórovitost, povrchová energie).





(L) SEM snímek vzniku tridymitu na povrchu skleněných vláken při 600°C, (P) SEM snímek uhlíkových vláken Tenax IMS temperovaných při 550°C na vzduchu.

Příspěvek byl zpracován s podporou Výzkumného centra Textil LN00900

## Rádi bychom Vás pozvali na

## 21. – 22. March 2005

British Carbon Group Spring Workshop "Carbon Materials: Science and Art" will be held in Brighton, UK. The Workshop is devoted to the latest research in separation processes, carbon coatings, synthesis and analytical/medical applications of carbon materials. This workshop will be of interest to those involved in the manufacture, use and characterization of carbon materials. Further details can be obtained from Prof. Sergey Mikhalovsky at Carbon@brighton.ac.uk Fax: +44 (0) 1273 642115 or from the website.

http://www.brighton.ac.uk/pharmacy/conferences/carbontest.html

## 14. - 15. April 2005

Meeting of the German Carbon Group (AKK) "40th-anniversary" to be held in Freudenstadt (Black Forest), Germany. For further information please contact Professor Wolfgang Klose, Kassel University D-34109 Kassel, Germany Fax: +49-561-804-3993;

E-mail: klose@uni-kassel.de

22. – 25. May 2005

# Carbons for a Greener Planet

## Research Frontiers Workshop

Carbons for a Greener Planet, Research Frontiers Workshop to be held at The Pennsylvania State University, State College, PA, USA. This workshop will focus on research frontiers pertaining to aromatically and tetrahedrally bonded carbon materials for applications in energy, environmental, electrochemical, electrical, nuclear, medical, and structural arenas. The interdisciplinary workshop will draw participants from numerous fields including carbon scientists, chemical engineers, environmental engineers, materials scientists, chemists, physicists, manufacturers, small business owners, economists, health and safety specialists, and sustainability planners. The workshop will include both oral and poster presentations, and presenters are encouraged to present both current research and development and also research and development needs.

http://www.outreach.psu.edu/C&I/Futurecarbons

3. – 7. July 2005



Carbon 2005, an International Conference on Carbon, to be held at the Hilton Hotel, Gyeongju, Korea. Preliminary details from Y.S. Lim, Dept. of Ceramics Engineering, Myungi Univ., Korea. Fax: 82 31 330 6457; Email:<u>yslim@mju.ac.kr</u>

http://www.carbon2005.com

## 5. - 12. September 2005

IX International Conference "Hydrogen Materials Science & Chemistry of Carbon Nanomaterials"

## KHM/2005 5-11TH OF SEPTEMBER 2005, SEVASTOPOL, CRIMEA, UKRAINE

9th International Conference on "Hydrogen Materials Science and Chemistry of Carbon Nanomaterials" will be held in Sevastopol, Crimea, Ukraine. The aim is to gather scientists active in the field of the synthesis, physical and chemical properties, applications of metal hydrides and carbon nanostructured materials, to extend substantially our understanding of hydrogen interaction and behaviour in different storage systems, to provide a forum where researchers and engineers working in this field at universities, laboratories and other companies all over the world can present and discuss new ideas and results. Contact: Dr. D.V. Schur (Program Committee Chair), Institute for Problems of Materials Science, P.O. Box 195, Kiev-150, 03150 Ukraine, Tel/Fax: 38-044-424-0381; E-mail: shurzag@materials.kiev.ua

## http://www.ichms.com.ua

23. - 27. October 2005



Carbons for Energy Storage and Environment Protection (CESP '05), to be held in Orléans, France. Further details from Dr. Francois Béguin, CRMD - CNRS, 1b rue de la Férollerie, F-45071 Orléans Cedex 02, France. E-mail: <u>beguin@cnrs-</u><u>orleans.fr</u>

http//www.gfec.fr

16. - 21. July 2006



Carbon 2006, an International Conference on Carbon, to be held at the Robert Gordon University, Aberdeen, Scotland. The conference will be hosted by the British Carbon Group. For preliminary details visit the conference web site.

http://www.carbon2006.org

15. - 20. July 2006

Carbon 2007, an International Conference on Carbon, to be held at the Seattle Sheraton Hotel and Towers, Seattle, Washington State. The conference will be hosted by the American Carbon Society.

## Informace pro publikování v Časopise Acta Montana

Acta Montana je multidisciplinární časopis s náplní:

- Vybrané aspekty geodynamiky (řada A)
- Paliva, uhlíkové materiály a úpravnictví (řada B)
- Disertace, výsledky grantových projektů vypracovaných v ÚSMH (řada AB)

Základní informace naleznete na internetové adrese: <u>http://www.irsm.cas.cz/Newweb/ActaMont.htm</u> Každá řada časopisu Acta Montana vychází 3 až 4 krát ročně. Cena jednoho výtisku je 100Kč + poštovné.

Bankovní spojení:

Česká národní banka, Praha 1, Na Příkopě 28, 115 03, č. účtu 635-081/0710, Variabilní symbol 468888

#### Adresa redakce:

J. Netrestová IRSM AS CR V Holešovičkách 41 182 09 Prague 8, Czech Republic E-mail: <u>irsm@irsm.cas.cz</u> Tel. +420 266 009 318

## INSTRUKCE PRO ČESKÉ AUTORY

Časopis Acta Montana přijímá původní příspěvky splňující podmínky výše zmíněných disciplin. Rukopis zašlete e-mailem, resp. 3.5" disketě, ZIP nebo CD-ROM (MS Word libovolné verze), příp. spolu s dalšími soubory (obrázky, tabulky apod.). Dále je třeba dodat vytištěný příspěvek, ve třech vyhotoveních. Redakčbí rada rozhodne o přijetí příspěvku na základě recenze dvou oponentů. První autor obdrží jeden výtisk Acta Montana a 20 reprintů svých článků zdarma.

Článek musí obsahovat:

Název, celá jména autorů s adresami, včetně telefonních čísel, faxu, příp. e-mailu, abstrakt, klíčová slova, vlastní sdělení (vše v angličtině).

#### Dále může obsahovat:

Tabulky max. velikosti 24x16 cm a min. velikosti písma 9 b., v textu nebo na zvláštních stránkách. Tabulky musí být psány jako skutečné tabulky – ve sloupcích, nikoli jako text v řádcích. Záhlaví všech tabulek musí být na zvláštní stránce. Ilustrace: Přijímají se černobílé fotografie, kresby a mapy v dobré kvalitě (min. 600 dpi). Grafy se přijímají černobílé, velikosti bodů, tloušťka čar a popisy os musí být dostatečně velké kvůli možnému zmenšení. U všech grafů v článku je třeba dodržet stejný styl popisu. Ilustrace mohou být umístěny v textu nebo v samostatných souborech. Přípustné formáty těchto souborů jsou (\*.doc, \*.xls, \*.ptt, \*.bmp, \*.pcx, \*.tif, \*.jpg, \*.gif). Ilustrace jsou číslovány v pořadí tak, jak je o nich referováno. Popis nesmí být umístěn přímo v obrázku, soupis všech popisů musí být na samostatné stránce. U popisu obrázku je třeba uvést jeho požadovanou velikost v textu. Redakce přijímá rovněž barevné ilustrace (min. 1200 dpi, max. velikost vytištěného obrázku je 24x16 cm). Barevné ilustrace jsou tištěny jednostranně a umístěny na konci článku jako příloha. Náklady na tisk těchto barevných příloh hradí autor. (2000 Kč za stranu). Proměnné, konstanty aj. symboly v matematických rovnicích a odkazy na ně v textu je třeba psát výhradně v editorech rovnic MS Equation Editor nebo MathType. Všechny použité symboly musí být vysvětleny v textu nebo v seznamu symbolů.

Odkazy na literaturu v textu musí být ve formě (autor, rok), např., (Balik, 2001), (Rudajev et al., 2002). Soupis všech odkazů v abecedním pořadí musí být na samotné stránce ve tvaru: Příjmení, iniciály prvního autora, (příjmení a iniciály dalších autorů, kromě posledního) and (příjmení a iniciály posledního autora): rok, název článku, název časopisu, číslo, stránky od-do

např. Mierzejewski, M., Korzak, F. and Kaczalek, M.: 2002, Geodynamic research of recent movements in the Karkonosze Mts, Acta Montana ser.A., 15(126), 56-78

Příspěvek musí být zaslán v konečné verzi. V autorském náhledu je možno opravovat pouze překlepy, jiné zásahy do textu jsou nepřípustné. Acta Montana is a multidisciplinary journal concerned with:

- Selected aspects of the geodynamics (series A)
- Fuel, carbon and mineral processing (series B)
- Extended essays, PhD dissertations or results of grant projects elaborated in IRSM (series AB)

Topical information on internet address: http://www.irsm.cas.cz/Newweb/ActaMont.htm

Acta Montana issues periodically 4 times per annum.

**Aim:** The main purpose of Acta Montana enables a possibility to publish the results of scientific works and contribute to information exchange among scientists, engineers and others professionals. Issues, price list: Acta Montana appears about three times annually for each series. The price of one issue is 12 EUR plus carriage charges. Back issues can be obtaining on request.

#### **Bank connection:**

Czech National Bank, Prague 1, Na Příkopě street 28, 115 03, account no. 635-081/0710 Variable Symbol 468888

### **Subscription office:**

J. Netrestová IRSM AS CR V Holešovičkách 41 182 09 Prague 8, Czech Republic E-mail: irsm@irsm.cas.cz Tel. +420 266 009 318

#### INSTRUCTIONS FOR AUTHORS

Submissions:

Acta Montana accepts original papers in English concerning all aspects of mentioned disciplines. Authors should submit three hard copies of their contribution and identical text file in MS Word (any version) and in case of need other files (figures, tables etc.) by e-mail, on 3.5" floppy disc, ZIP or CD-ROM. The Editorial Board on the basis of reviews of at least two referees makes the decision upon their publication. Author first named will receive one volume of Acta Montana and twenty reprints free of charge.

The manuscript must contain:

Title, full names of all authors, their affiliations and addresses including phone number, fax number and e-mail address, abstract, keywords and main body of paper (all in English).

## It can be included:

Tables at max. size 24x16 cm and min. font size 9 pt, in text or on separate pages. Tables must be written really as tables (in columns), not as text (in rows). Captions of all tables must be on separate page. Figures: Black and white photographs, drawing or maps in good

quality (min. 600 dpi) are acceptable. Charts and diagrams must be in black and white, description of axes must be at sufficient size in due to possibility of reducing. Figures may be placed in text or as separate files. Only permitted formats of these files are (\*.doc, \*.xls, \*.ptt, \*.bmp, \*.pcx, \*.tif, \*.jpg, \*.gif). Figures are to be referred as Fig. Arabic numeral and should be numbered consecutively, according to their sequence in the text. Caption must no be in placed in the figure area. List of captions of all figures must be on the separate page. Required size of the pictures in the text must be denoted at the list of captions. Color illustrations are tolerable (min. 1200 dpi), but at author's expense 75 EUR per 1 page A4). These pages, (pressed on one side) will be placed on end of the paper as appendix. Variables, constants and other symbols in mathematical functions and also in the text are accepted written exclusively at MS Equation Editor or MS MathType. All used symbols must be explained in text or in the List of symbols.

References quoted in the text must be in form (author, year), e.g., (Balik, 2001), (Rudajev et al., 2002). All references should be listed together at the end of the paper in alphabetic order as: First name, signatures of surnames, (names of other authors except last) and (First name, signatures of surnames of last author): year, title, journal, number, pages

e.g. Mierzejewski, M., Korzak, F. and Kaczalek, M.: 2002, Geodynamic research of recent movements in the Karkonosze Mts, Acta Montana ser.A., 15(126), 56-78

Paper must be supplied as final version. At press-proof it is possible to correct only typing errors, other changes of text are not acceptable.